

## 使用微量样品收集器对微量样品进行采样(4)

## -附着在织物上的油状样品的分析-

**[背景]** 取证或调查产品的不良原因时，经常需要微量样品的采取和它的定性分析。分析油状样品时，假设含有主成分为难挥发性的甘油三酯。在这样的情况，通过有机碱试剂，利用衍生化可以进行有效的GC分析。在本报告中介绍，附着在织物的未知油状样品，通过微量样品收集器(MSC)<sup>1)</sup>进行采样，用三甲基苯基氢氧化铵(TMPAH)衍生化后，进行GC/MS分析的案例。

**[方法]** 附着在织物的油状样品用MSC的微线圈擦来进行采样，通过热脱附(TD)-GC/MS进行分析<sup>2)</sup>。接下来，为了分析TD分析后残留在线圈的残留物，向线圈滴下TMPAH 20%甲醇溶液1 μL。静置1分钟风干后，收纳到针内。针插入到GC进样口(260°C)，露出通过TMPAH衍生化的线圈，进行GC/MS分析。另外，为了让不饱和脂肪酸不容易异构化，而选择用TMPAH为衍生化的有机碱试剂<sup>3)</sup>。

**[结果]** 通过MSC採取的油状样品的TD以及衍生化后的色谱图如图Fig.1 和Fig. 2。TD法中没有检测到甘油三酯，但检测到硬脂酸和植物甾醇，因此推测样品为植物油。通过衍生化检测到源自甘油三酯的不饱和脂肪酸的甲酯化体。脂肪酸成分比由峰面积比求出，进行数据库<sup>4)</sup>对比时，推断样品为植物油中的菜籽油。用MSC和TMPAH可简便的定性分析织物上油状样品。

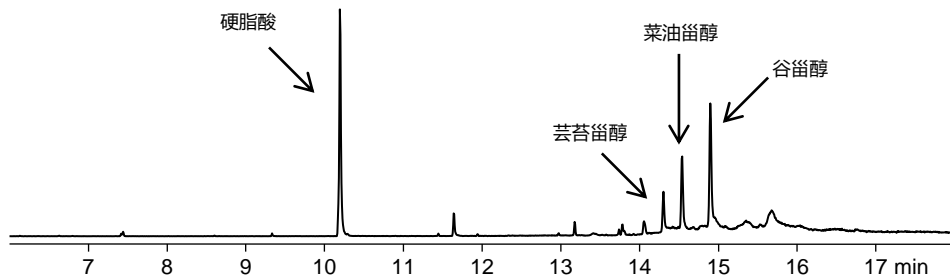


Fig. 1 油状样品的TD色谱图

进样口温度 (TD温度): 330 °C (0.5 min 保持), 分流比: 1/10, GC柱箱温度: 60 - 320°C (20 °C/min),  
分离色谱柱: Ultra ALLOY<sup>+</sup>-5 (5 %二苯基-95 %二甲基聚硅氧烷), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm, 柱流量: 1.5 mL/min

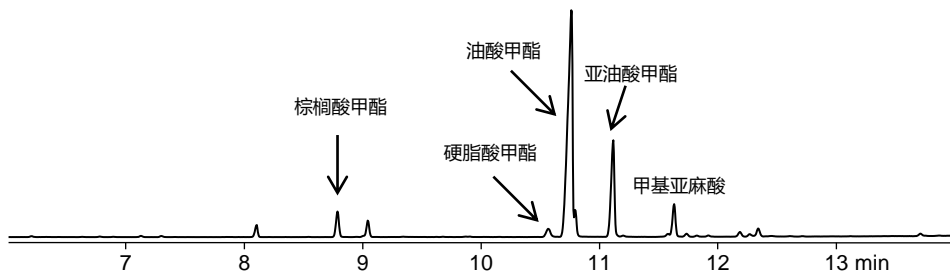


Fig. 2 油状样品衍生化后的色谱图

衍生化试剂: TMPAH 20 %甲醇溶液1 μL, 进样口温度 (反应温度): 260 °C (0.5 min 保持), 分流比: 1/50,  
GC柱箱温度: 100 - 240 °C (10 °C/min, 4 min保持),  
分离色谱柱: Ultra ALLOY-WAX (聚乙二醇), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm, 柱流量: 1.5 mL/min

1) 技术报告 PYT-032C, 2) 技术报告 PYA1-091C, 3) 金子等, 分析化学64 (2015) 363-369, 4) USDA Food Composition Databases

**Keywords** : 采样工具, 微小样品, 微量样品, 未知样品, 植物油, 有机碱试剂, 衍生化

**使用产品** : 微量样品收集器, UA<sup>+</sup>-5, UA-WAX, GC/MS免放空接口

**应用领域** : 取证, 异物分析, 食品领域, 脂质分析

**关联的技术笔记** : PYT-032C, PYA1-091C

如有任何查询，请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发 · 制造 **Frontier Laboratories Ltd.**  
Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102  
[www.frontier-lab.com/cn](http://www.frontier-lab.com/cn)



通过微量样品收集器采样