

ノート

イオン交換による有機調整品の分析例

桑 田 信一郎, 松 本 弘 二*

1. はじめに

工業の進歩と共に、輸入される化学調整品も、複雑多様化し、これらの分析に際しては、一定の分析法を以って、これを正確に、しかも迅速に、ということは、なかなか難かしいことである。本稿はこの様な日常の努力の一端として、実際の分析事例より、ピックアップしたものである。

2. 方 法

イオン交換法を有機調整品の分離に用いて、クロマトグラムを行ない、そのイオン吸着を主体とする溶離作用を利用した。この際非イオン吸着の性質をも利用出来て、試料の構成成分によっては、一挙に分離定性が行なわれる。

2・1 通常の有機物イオン交換について

イオン交換樹脂による有機物の溶出は、Step wise elution (段階的溶出)、Gradient elution (勾配溶出)、One step elution (平衡化溶出) などがあり、展開緩衝液の pH を順次変化したり、溶出力の変化を用いたり、平衡化した交換体の溶出差を用いる等、いろいろの発表がある。(注1)

この様な方式は、或る既知特定の物質の電離度の強弱と、その電離度が pH によりいちじるしく変動する等の条件をあらかじめ考慮して、交換体の種類、方式、溶出液等を設定出来る場合に限られている様である。(注2)

2・2 本法に於けるイオン交換樹脂

分析業務においては、成分データーの全くないもの、用途の提示のみのもの、成分表示の抽象的表現のもの等が多いので、前もって最適条件をもった分析機構を用意することは出来ない。それ故、使用樹脂は、検体の IRS により、大ざっぱに定めて、操作の後、出力されたデーターにより、結果を合成する。

2・3 使用材料

使用樹脂— IR—120 強酸型カチオン系

(注. 3) IRA—410 強塩基型アニオン系

器具— クロマト用ガラス管 径10 mm管, 長さ30 cm

溶出液—メタノール, 0.5, 1.0, 1.5, 2N各塩酸液。

2. 実 施 例

最近例3例について、紹介説明をし、本法の大綱に代える。

3・1 サンプルA

添付データーなし。用途はガソリン添加剤。

使用樹脂—IR—120

溶出液—メタノール, 1N・HCl 液

カラム充填部—径1 cm, 長さ20 cm。

カラムの調整—IR・120 を1N塩酸で充分洗滌し、中性になる迄純水で水洗する。洗滌は、大型のピーカーで行なうと、所要時間が少なくてすむ。次いで樹脂を純水に懸濁し、静置の後上清を傾斜して浮上粒子を除き、沈降した樹脂をクロマト管に充填し、次にメタノールで、充填部を洗滌し、水分を除去する。このカラムを用いて試料1～2 cc をメタノールを溶出剤として、流下させる。得られた溶出物群は次の通りである。

溶出物質 検体 IR-1 に赤外スペクトルを示す。

溶出1 炭化水素

// 2 IR-2 参照 高級アルコール

// 3 IR-3 // アルキルベンゼンに
含む脂肪酸少量

// 4 1N-HCl で溶出 IR-4 参照

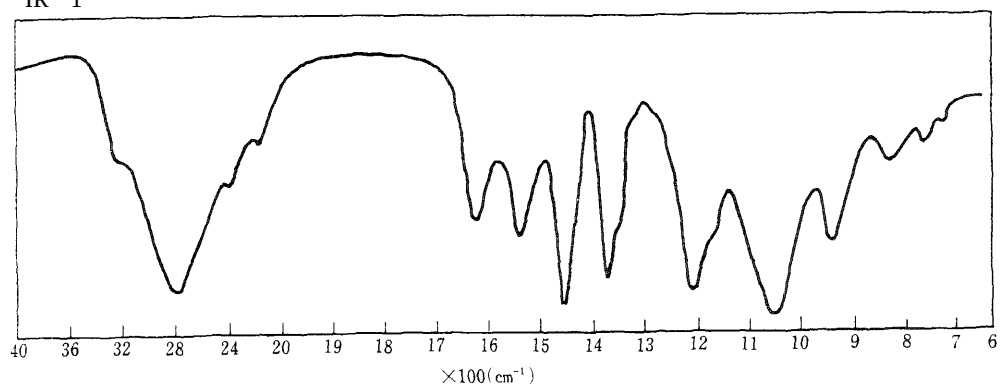
// 5 IR-5 参照 リン酸 (有機分を含む)

これは、アミノ基を持つアルキルホスフェイトの脂肪酸塩、アルキルベンゼン炭化水素、アルコールが分離したものである。

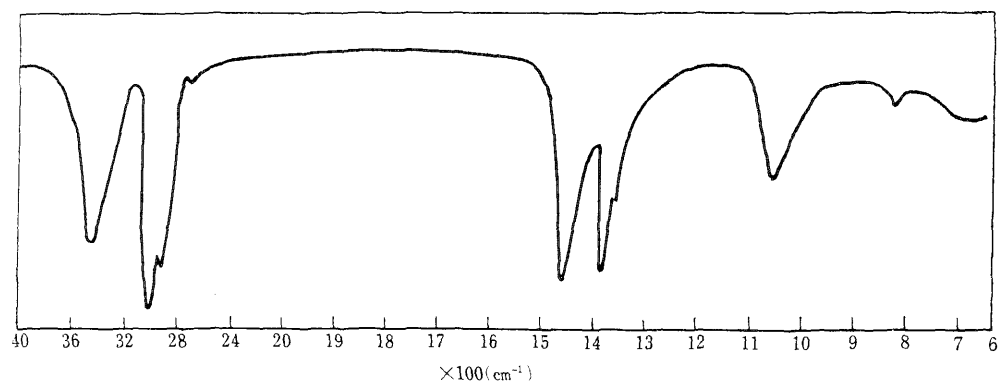
結果— 溶出区分相互の明りょうな分離は見られなかったが、赤外スペクトルに示されたように、イオン

*神戸税関輸入部分析, 神戸市生田区加納町6丁目

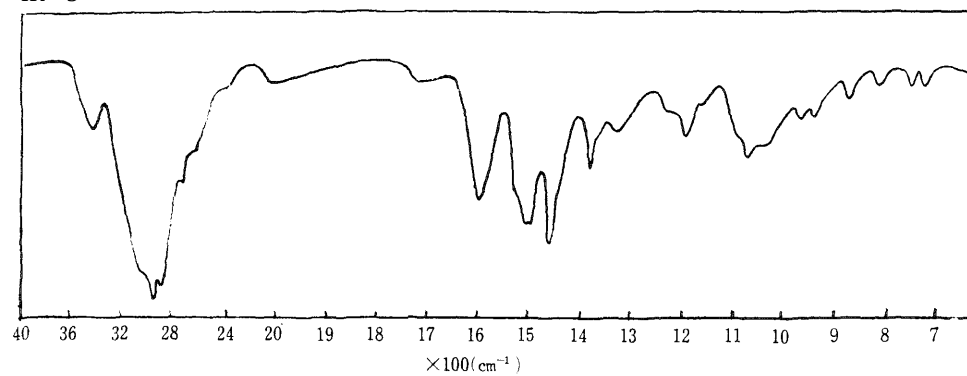
IR-1



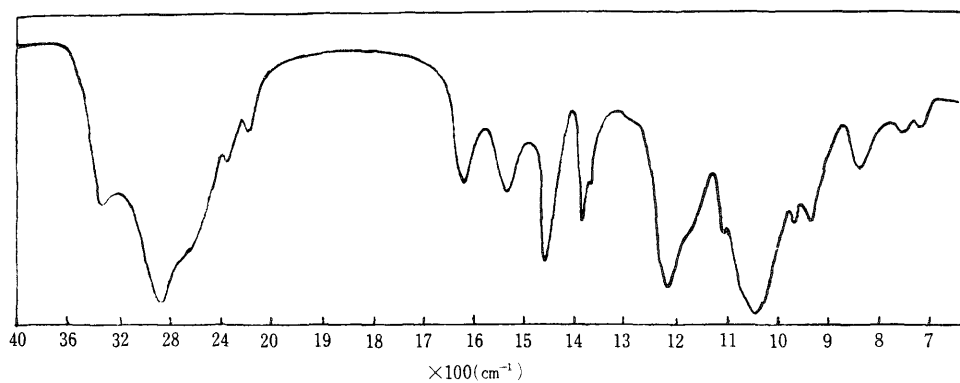
IR-2



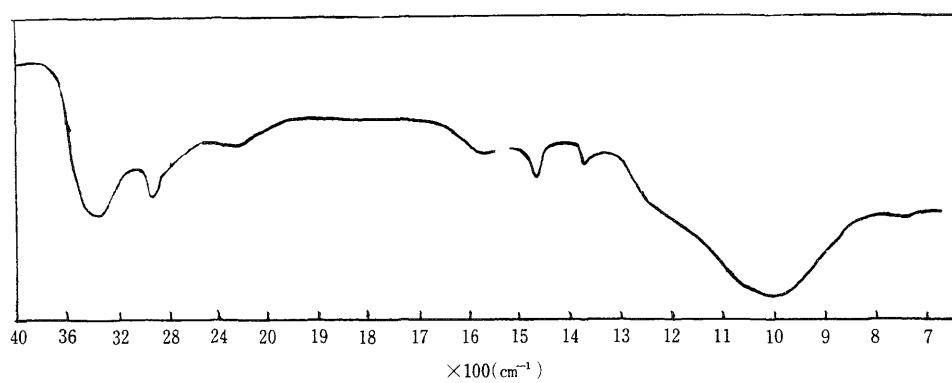
IR-3



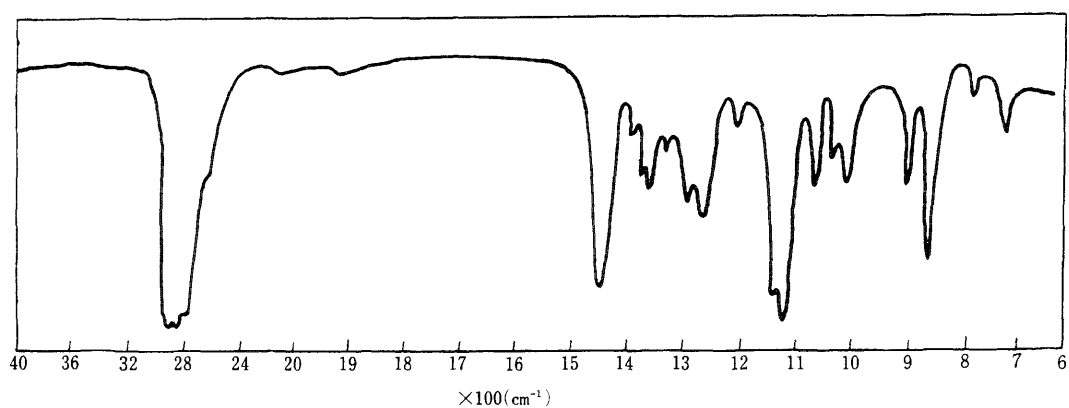
IR-4



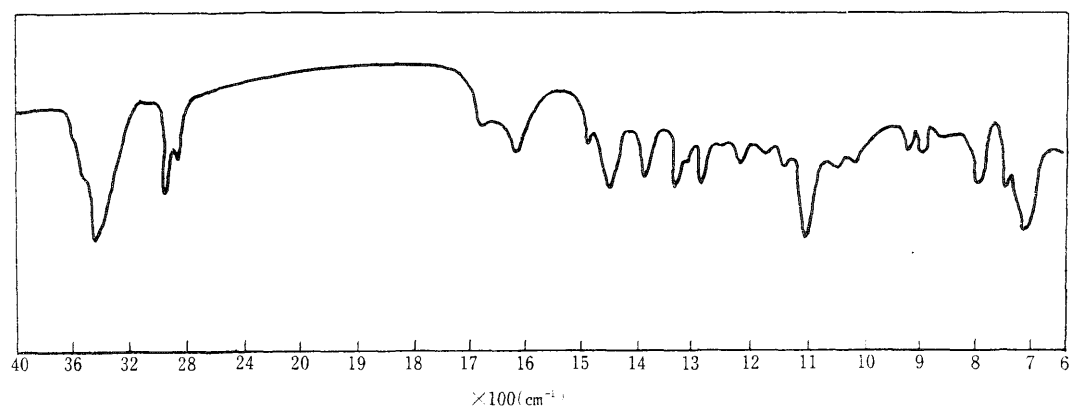
IR-5



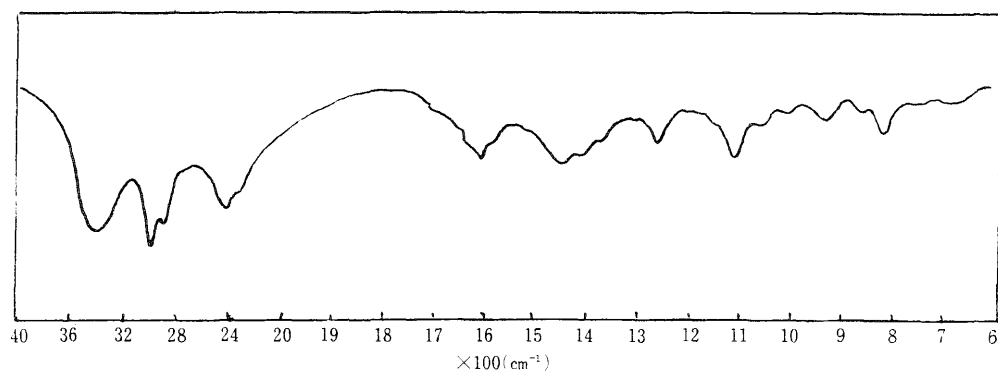
IR-6



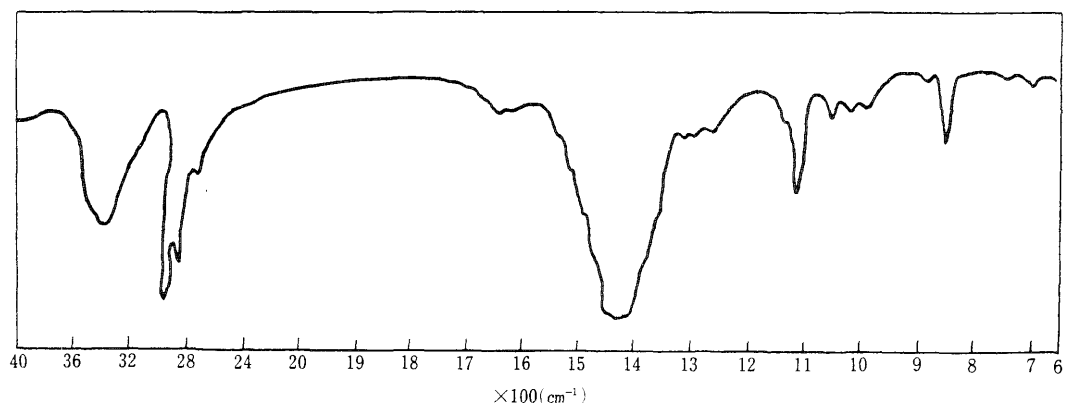
IR-7



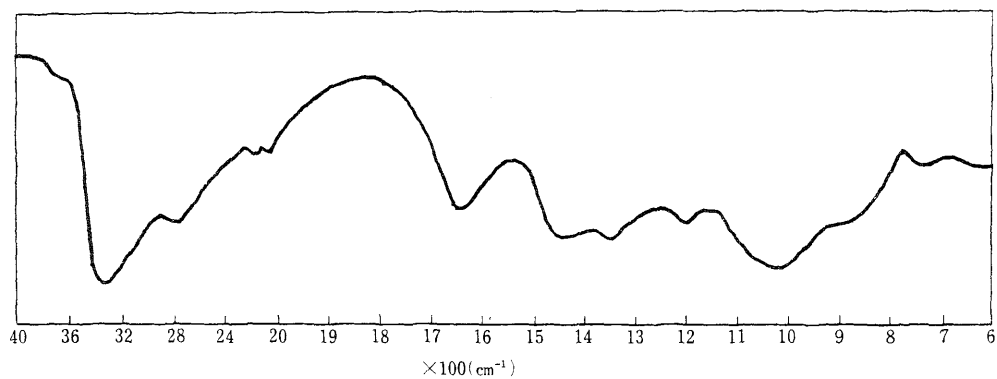
IR-8



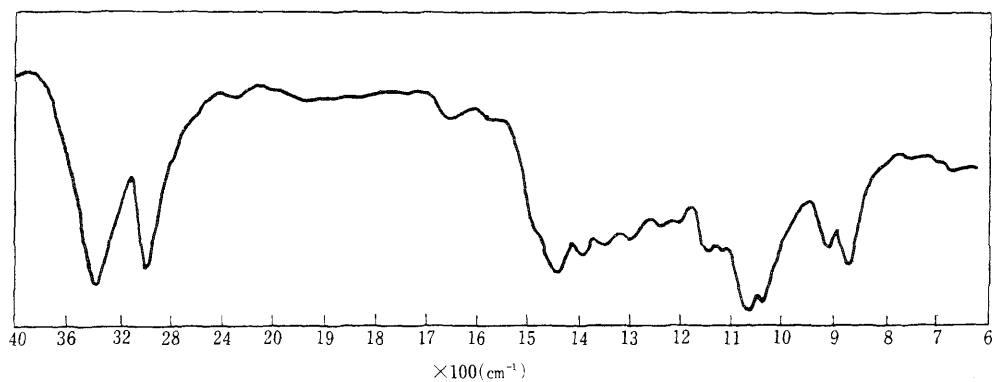
IR-9



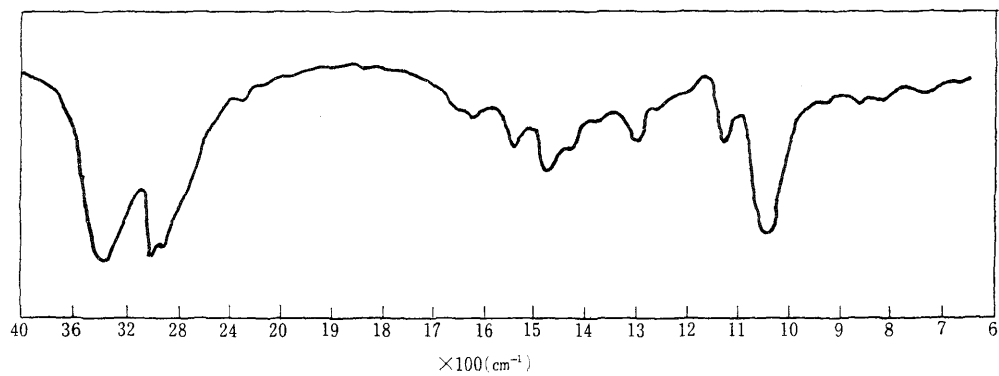
IR-10



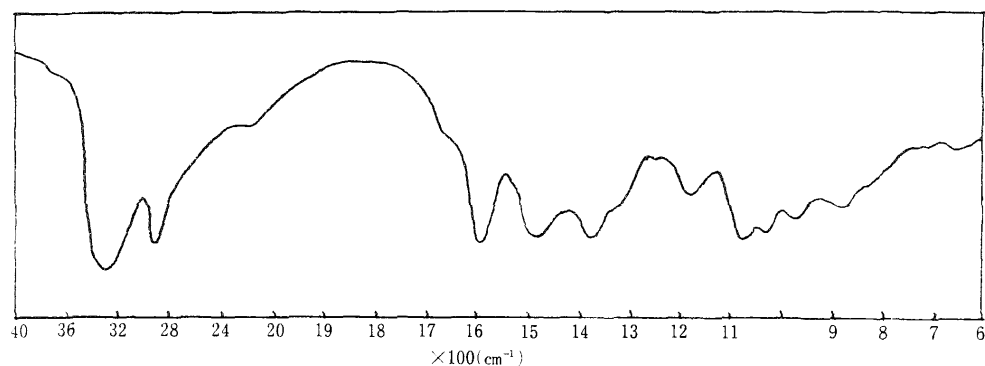
IR-11



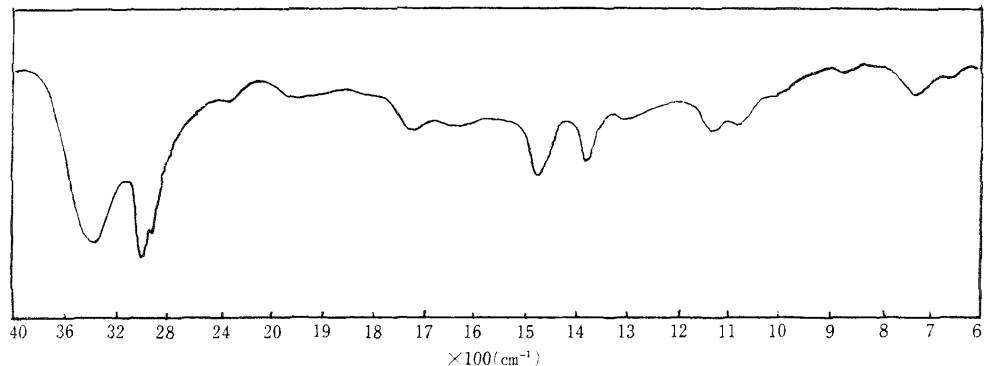
IR-12



IR-13



IR-14



分離と吸着分離両作用により，簡単に分割されしかもイオン別に，解析出来る。

3・2 サンプルB

使用樹脂 IR-120

前処理 3・1 参照

溶出剤 純水，1N及5%HCl

溶出物質 検体 IR-6 参照 Dodecyl morphorin

溶出1 IR-7 参照 少量不純分

“ 2 IR-8 “ 1N-HCl により溶出，主成分

“ 3 IR-9 “ 5%HCl により溶出(アルコールを含む不純分)

結果— Dodecyl morphorin に含まれる少量挟雑分の定性を行なった。

3・3 サンプルC

使用樹脂 IR-120

前処理 3・1 参照

溶出液 純水，0.5，1，2N各HCl液

溶出物質 検体 IR-10 参照 アルカノールアミン混合物

溶出1 硼酸

“ 2 IR-11 参照 0.5N HCl で溶出，Triethanol amin.

“ 3 IR-12 参照 1N HCl で溶出，Diethanol amin.

“ 4 IR-13 参照 2N-HCl で溶出，Mono ethanol amin

“ 5 IR-14 少量不純分

結果—Stepwise elution が行なわれているもので，段階的に溶出し，成分解明には充分実用的である。

4. 結果と総合

上3例はカチオン樹脂ばかりとなってしまったが，場合により，アニオン系も用いる。いずれにしても，多様な有機調整品の構成相互間に於いては，常に最適

条件はあり得ない。したがって溶出した物質群よりの解析に重点を置くことである。

5. 注 説 明

注1 成田耕造他 イオン交換

注2 佐竹一夫他 実験化学講座, 基礎II

注3 Amberite スチレン系, 球状, Na.形

Analysis of Organic Preparations by Ion Exchanger

Shinichro KUWATA,

Hirozi MATUMOTO[※]

※Kobe Customs Laboratory,, 6, Kanōchō,Ikutaku, Kobe.

— Received April, 10, 1970 —