

ノート

トールオイル脂肪酸中の脂肪酸の定量

河野 泰治*

ASTM D803-61

1 緒 言

輸入されるトールオイル脂肪酸は普通、脂肪酸の含有量 90%前後のものが多く、輸入税表上 90%以上のものは税番 15.10-3、税率 15%、90%未満のものは 38.05-2、15%（協定 10%）とその扱いを異にする。そこでロジン酸、脂肪酸混合物中の脂肪酸の定量法として関係のある ASTM の三法について追試、検討を行った。

2 試験方法（要点）

2.1 Standard Methods of Test for

FATTY ACIDS CONTENT OF

TALL OIL ROSIN

ASTMD1585-63

2.2.1 ロジン酸

試料 4g をベンゼン 25 ml、メタノール 100ml に溶解し、メチル硫酸 5ml を加えて 2 分間還流する。冷後チモールブルーを指示薬として N/2 酒精カリで pH4.0 ～10.8 間を滴定し、次式により計算する。

$$\text{ロジン酸 \%} = \frac{A \cdot N}{B} \times 30.24$$

ただし A：酒精カリの ml 数

N：酒精カリの規定度

B：試料の g 数

2.1.2 酸価：省略

2.1.3 脂肪酸

ロジン酸の%と酸価より次式により計算する。

$$\text{脂 肪 酸 \%} = \frac{A - (R \times 1.855)}{1.986} \quad \left(\text{オレイン酸として} \right)$$

ただし A：酸価

R：ロジン酸の%

2.2 Standard Methods of

TESTING TALL OIL

2.2.1 ロジン酸

試料 5g をメタノール 100ml に溶解し、メチル硫酸 5ml を加えて 30 分間還流する。冷後 2.1.1 と同様に滴定し、同式により計算する。

2.2.2 不けん化物

試料 5g を 2N 酒精カリ 15ml で 1.5 時間けん化する。水 50ml を加え、1 回 30ml のエーテルで 4 回抽出する。抽出液を水洗後蒸発乾燥して秤量する。次にイソプロパノール 50ml に溶解し、チモールブルーを指示薬として N/10 酒精カリで滴定し、次式により計算する。

$$\text{不けん化物 \%} = \frac{A - (C \cdot N \times 0.302)}{B} \times 100$$

ただし A：乾燥残置の g 数

C：酒精カリの ml 数

N：酒精カリの規定度

B：試料の g 数

2.2.3 脂肪酸

ロジン酸の%と不けん化物の%より次式により計算する。

$$\text{脂肪酸 \%} = 100 - (R + U)$$

ただし R：ロジン酸の%

U：不けん化物の%

2.2.4 酸価

試料 4g をエタノール 100ml に溶解し、チモールブルーを指示薬として N/2 酒精カリで滴定し、次式により計算する。

$$\text{酸価} = \frac{A \cdot N \times 56.1}{B}$$

ただし A：酒精カリの ml 数

N：酒精カリの規定度

B：試料の g 数

2.3 Standard Method of Test for

ROSIN ACIDS IN FATTY ACIDS

ASTM D1240-54

2.3.1 ロジン酸

試料 40g をメタノール 100ml に溶解し、硫酸 5ml を加えて 10 分間還流する。冷後エーテル 100ml で抽

* 神戸税関分析室：神戸市生田区加納町 6

出し、硫酸ナトリウム水溶液で洗い、フェノールフタレンを指示薬として $N/2$ 酒精カリで滴定し、次式により計算する。

$$\text{ロジン酸}\% = \frac{1.031 \times A \times N \times 30.2}{S} - 0.74$$

ただし A：酒精カリの ml 数

N：酒精カリの規定度

S：試料の g 数

3 実験結果

2. 1 法ではロジン酸の%と酸価より、2. 2 法ではロジン酸の%と不けん化物の%よりそれぞれ脂肪酸の%を求める。そこでロジン酸の定量、酸価の測定、不けん化物の定量の各項目についてそれぞれ実験し、脂肪酸を求めた。

3. 1 ロジン酸

2. 1 法、2. 2 法、2. 3 法による定量結果は Table 1 のとおりである。

Table 1 ロジン酸の定量値 (%)

	2.1 法	2.2 法	2.3 法
標準試料	14.0	9.9	9.1
試料 1	12.6	7.5	6.8
試料 2	第 1 回	10.2	6.5
	第 2 回	9.9	6.6
	第 3 回	10.1	6.6
試料 3	10.0	4.3	3.8

標準試料はトールオイルロジン（ロジン酸 90.2%、脂肪酸 2.3%のもの）とオレイン酸（試薬 1 級）を 10：90 の割合に混合したもので、ロジン酸 9.0%、脂肪酸 90.2%を含むものと考えられる。試料 1. 2. 3 は何れも輸入トールオイル脂肪酸である。

3. 2 酸価

試料に最も適していると考えられる 2. 2 法による測定結果は Table 2 のとおりである。

Table 2 酸価の測定値

標準試料		196.9
試料 1		192.7
試料 2	第 1 回	190.6
	第 2 回	190.6
	第 3 回	190.6
試料 3		191.4

3. 3 不けん化物

2. 2 法による定量結果は Table 3 のとおりである。

Table 3 不けん化物の定量値 (%)

標準試料		0.5
試料 1		
試料 2	第 1 回	3.8
	第 2 回	3.6
	第 3 回	3.7
試料 3		2.8

3. 4 脂肪酸

Table 1,2,3 の値を用いて 2. 1 法と 2. 2 法により求めた結果は Table 4 のとおりである。

Table 4 脂肪酸の計算値 (%)

ロジン酸の%	2.2 法		2.3 法	
計算法	2.1 法	2.2 法	2.1 法	2.2 法
標準試料	89.9	89.6	90.6	90.4
試料 1	90.0		90.7	
試料 2	89.8	89.7	90.6	90.6
試料 3	92.3	92.9	92.8	93.4

4 考 察

4. 1 ロジン酸

三法は何れもロジン酸と脂肪酸のメチルエステル化速度の差を利用してロジン酸を定量するものである。したがってロジン酸と脂肪酸の組成割合を異にする対象物については、反応条件を異にするものと考えられる。

ロジン酸の含有量 10%以下のトールオイル脂肪酸に 2. 1 法を用いることは不適当と考えられるが、実験結果もこのことを示している。即ち異常に高い値を出し、又その値も安定していない。2. 2 法では 2. 3 法よりやや高い値を出す、これはその対象とするところよりみて肯かれる。2. 3 法では最も低い値を出す。両法ともに再現性は良い。両法を比較すると標準試料に於て 2. 3 法の方が真に近い値を出している。又脂肪酸の%の 2. 1 法と 2. 2 法の計算法による差は、2. 3 法によるロジン酸の%を用いた方が僅かに少ない傾向がみられる。従ってこのような試料のロジン酸の定量にはやはり 2. 3 法が適していることが分かる。

4. 2 酸価

測定が容易であり、実験結果も安定した値を出している。

4. 3 不けん化物

定量に相当の時間を要し、実験結果にも若干の開きが

ある。

以上よりみて、このようなトールオイル脂肪酸中の脂肪酸の定量には2. 3法によりロジン酸を定量し、2. 2法により酸価を測定し、2. 1法により脂肪酸の%を求めるのが良いと考えられる。

終りに御指導戴いた三村，藤田，宇治橋の各分析官に感謝します。

〔なお，本稿については昭和41年1月，第2回税関分析研究発表会で発表した。〕

Quantitative Analysis of Fatty Acids in Tall Oil Fatty Acids

TAIJI KONO

(Kobe Customs Laboratory, 6 Kanocho Ikuta—Ku
Kobe City)

(Received May 31, 1966)