

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10mm管、長さ30cm

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1cm、長さ20cm。

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、大型のビーカーで行なうと、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1~2cc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

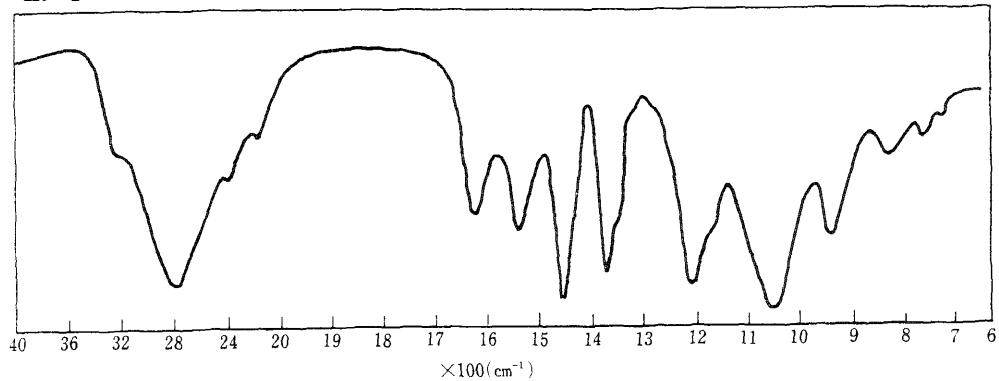
" 4 1N-HClで溶出 IR-4 参照

" 5 IR-5 参照 リン酸(有機分を含む)

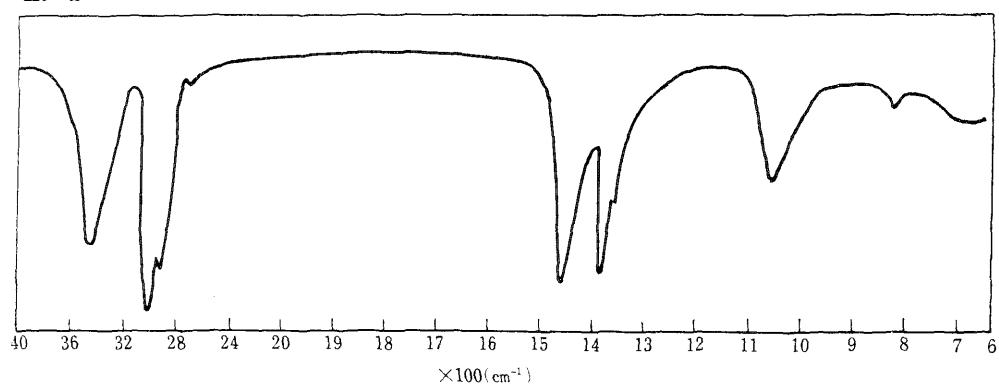
これは、アミノ基を持つアルキルホスフェイトの脂肪酸塩、アルキルベンゼン炭化水素、アルコールが分離し得たものである。

結果 溶出区分相互の明らかな分離は見られなかつたが、赤外スペクトルに示されたように、イオン

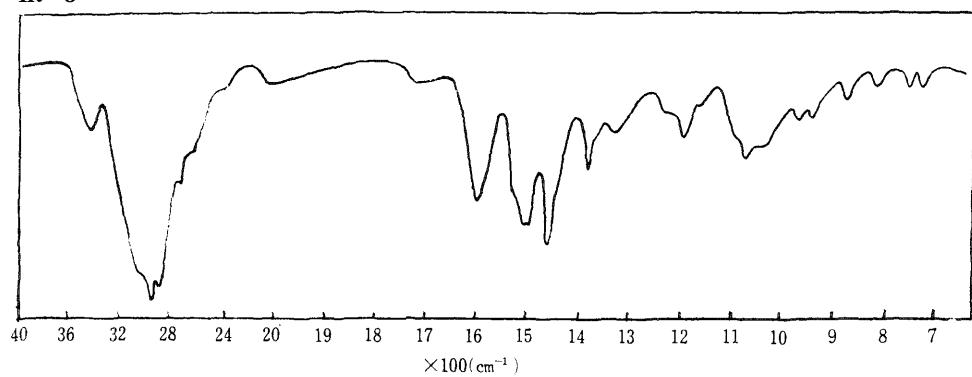
IR - 1



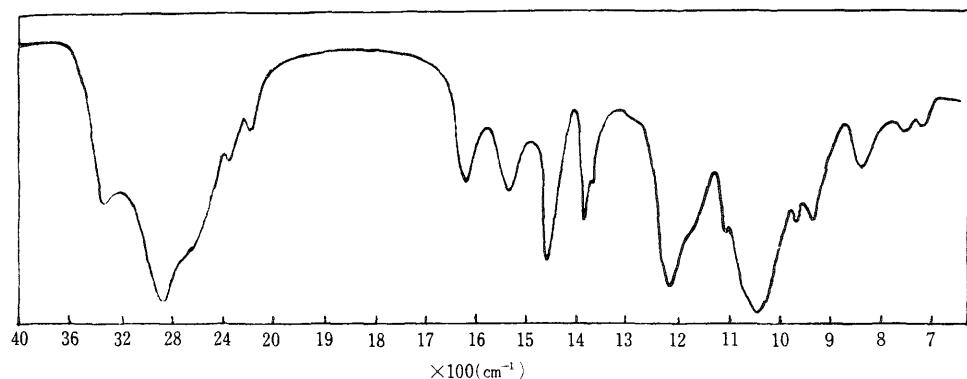
IR - 2



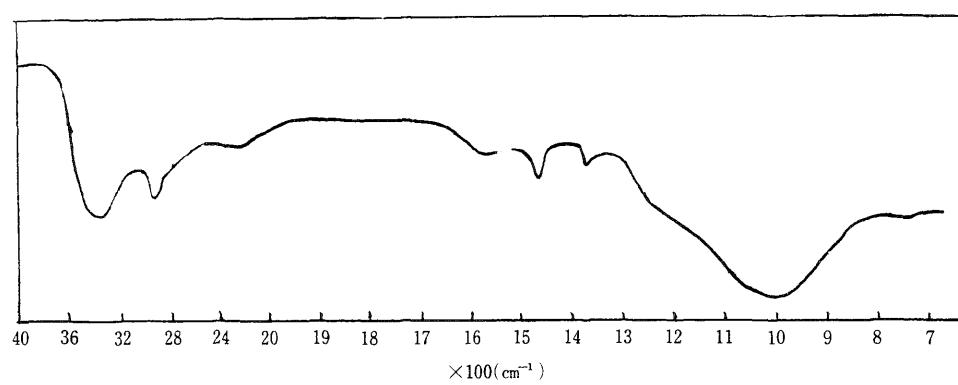
IR - 3



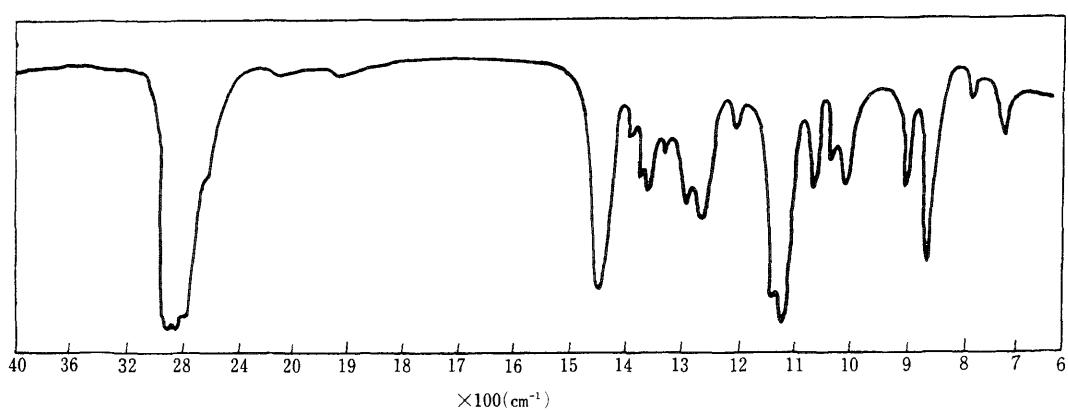
IR - 4



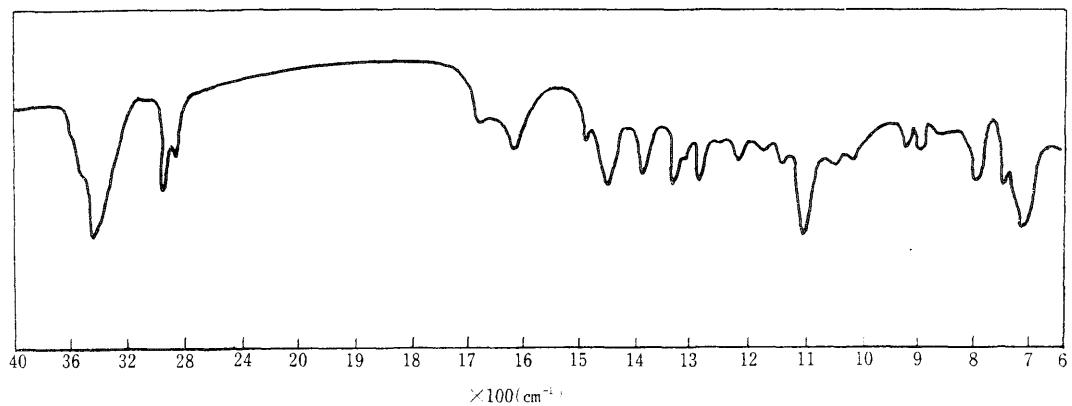
IR - 5



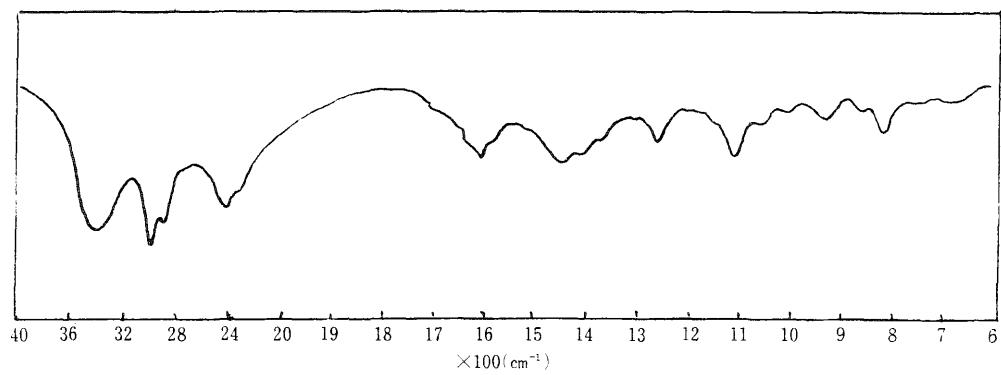
IR - 6



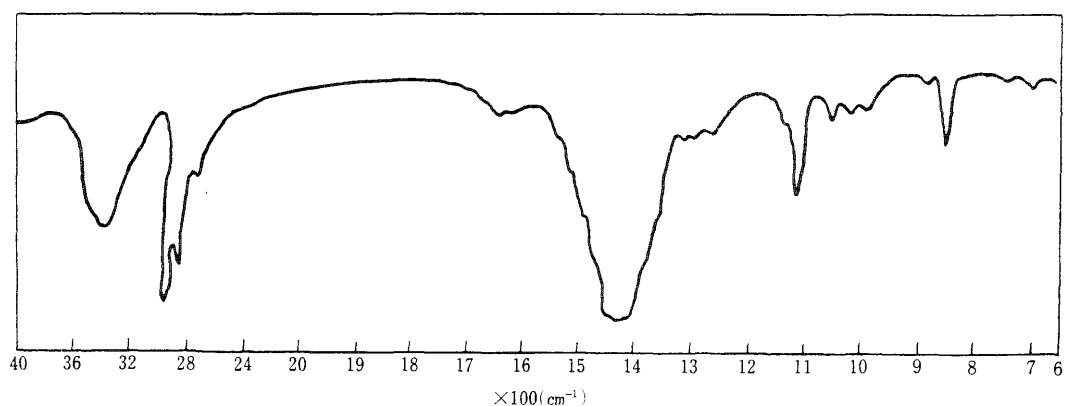
IR - 7



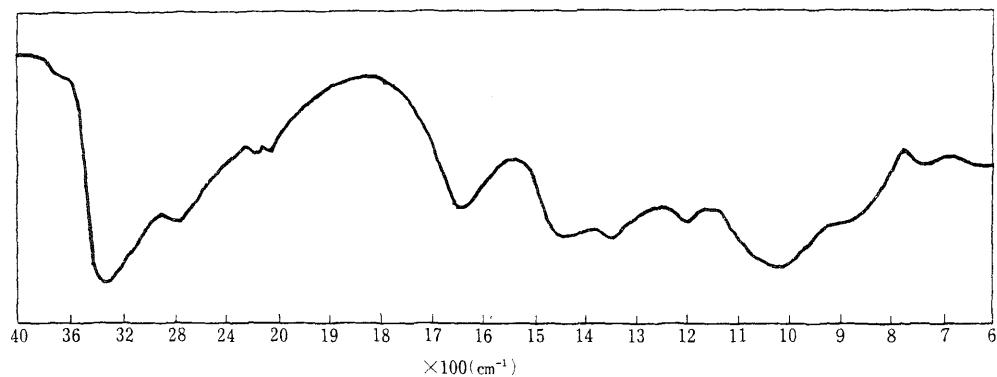
IR - 8



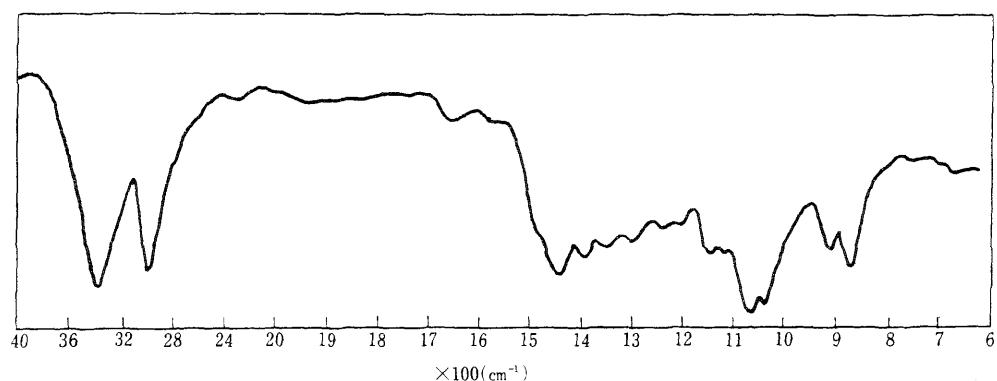
IR - 9



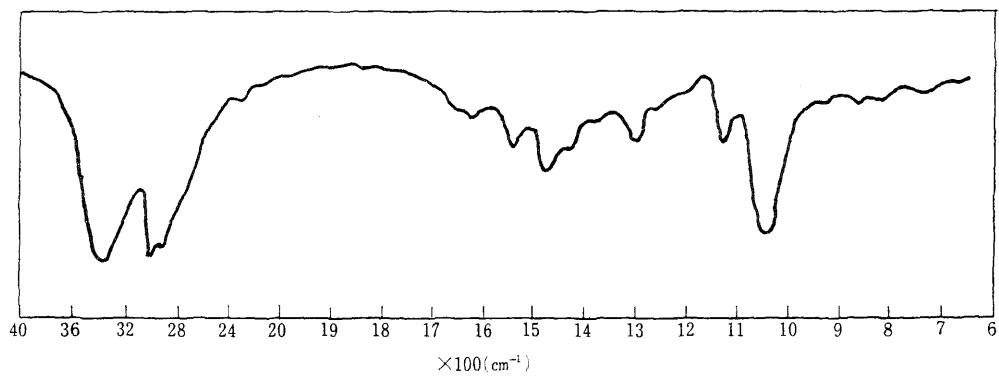
IR - 10



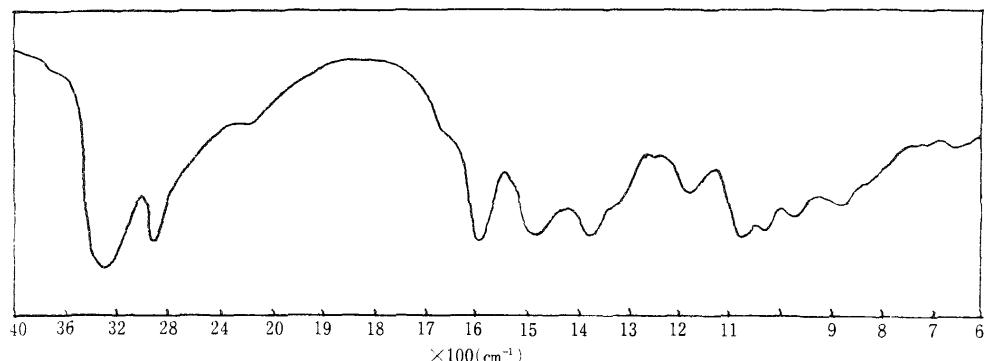
IR - 11



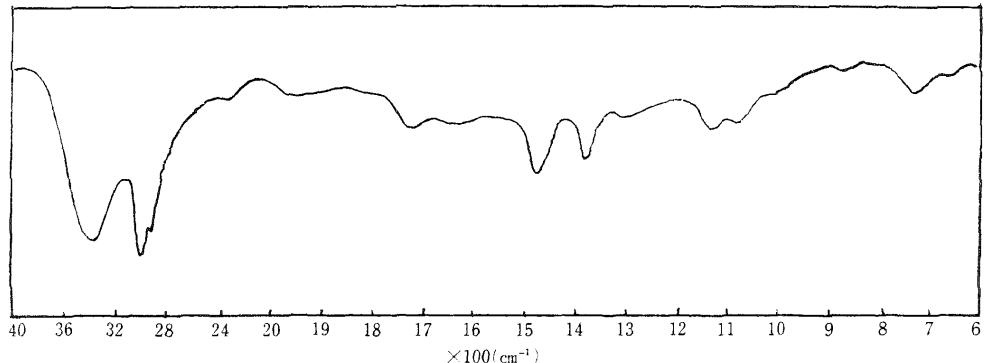
IR - 12



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
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 に含まれる少量挿雜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 Stepwiseelution 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、アニオニン系も用いる。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

注3 Amberite スチレン系, 球状, Na.形

Analysis of Organic Preparations by Ion Exchanger

Shinichiro KUWATA,

Hirozi MATUMOTO

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

Received April, 10, 1970