

報 文

ガスクロマトグラフィーによる ワックス状脂肪アルコールの起源の推定

寺 嶋 政 男^{*}, 達 家 清 明^{**}

**Gas - liquid Chromatographic Determination of Origin
of Waxy Fatty Alcohol**

Masao TERASHIMA^{*} and Kiyoaki TATSUKA^{**}

^{*} Osaka Customs Laboratory, 4-10-3, Chikko, Minato-ku,
Osaka-shi, 552 Japan

^{**} Toyo Junior College of Food Technology
4-23-2, Minami-Hanayashiki, Kawanishi-shi, 666 Japan

Long-chain waxy fatty alcohols are obtained by the following methods : (1) Catalytic Reduction of Long-chain Fatty Acid or of their esters, (2) Saponification of sperm oil, and (3) Synthesis by "OXO" process, or by other means.

Gas chromatogram of hydrocarbons separated from these waxes by silica gel chromatography were specific to their origin. The gas chromatographic examinations of the hydrocarbons were very useful to determine the origin of long-chain waxy fatty Alcohols.

- Received Aug. 29, 1983 -

1 緒 言

高級アルコールは一般的には天然原料である油脂やろうから誘導されるものと、工業的に種々の合成法により得られるものとがある。これらの高級アルコールは可塑剤、化粧品、医薬品、潤滑油の原料等として広く用いられる。

関税率表ではろうの特性を有する脂肪性アルコールのうち、脂肪性酸及びそのエステルの接触還元により得られるもの、並びに鯨ろう、抹香鯨油など天然物から由来するものは税番第 15.10-3 に、オレ

フィン等を原料として合成されたものは税番第 34.04 に分類される。従ってこれらの鑑別法についてガスクロマトグラフ法により検討したので報告する。

2 実 験

2・1 試 料

試料は、Table 1 に示した輸入品及び国内品の脂肪アルコールの混合物を使用した。

2・2 カラムクロマトグラフィによる炭化水素の分離

試料 0.2 g を n-ペントン約 10ml に溶解し、シリカゲルカラムクロマトグラフィーにより原試料中に含まれる微量の炭化水素を分解した。

* 大阪税關 輸入部分析室 〒552 大阪市港区築港 4 丁目 10 番 3 号

** 東洋食品工業短期大学 〒666 兵庫県川西市南花屋敷 4 丁目 23 番 2 号

Table 1 Samples

Sample	Source
Alfol 1618 *	Condea Chenie G.M.B.H (F.R.of Germany)
" 1620 *	" (")
Epal 1618 *	Ethyl Corp. (U.S.A.)
合成アルコール C_{14}, C_{16}, C_{18} *	花王石鹼㈱ (Japan)
やしアルコール C_{16}, C_{18}	" (")
" C_{14}, C_{16}, C_{18}	" (")
抹香鯨油 由來のアルコール	第一工業製薬㈱ (")
ステアリルアルコールと称する物品	石津製薬㈱ (")
	(昭和30年頃試薬として入手)

*合成品(メーカーの説明による。)

カラム : 15mm × 250mm

シリカゲル: ワコーゲル Q - 50, 60 ~ 200

mesh

溶離液 : n - ペンタン, 溶出量 60ml

この分離条件でパラフィンワックス(融点 51 ~ 52, $C_{18} \sim C_{52}$)は 99%以上溶出される。

2・3 ガスクロマトグラフィー

原試料及びシリカゲルカラムクロマトグラフ溶出物について, 同一条件で GC 測定を行った。

装置: 島津 GC - 4 BMPF

条件: カラム Silicone OV - 225, 3%

on chromosorb W AW

DMCS, 60 ~ 80 mesh

ガラスカラム 2m × 3

mm

カラム温度 140 ~ 240, 8 /

min. 昇温

注入口及び検出器温度 265

キャリヤーガス N_2 30ml / min.

検出器 FID

3 結果及び考察

3・1 原試料のガスクロマトグラム

測定した試料のうち代表的なガスクロマトグラムを Fig. 1 ~ Fig. 6 に示した。各図において (a) は原試料, (b) はカラムクロマト溶出物のクロマトグラムで, ピークの同定は標準試薬の添加により行った。(図中, 数字はアルキル基の炭素数を表わす。)

Fig.1 ~ Fig.6 の各 (a) に示したガスクロマトグラムを比較すると, 合成の脂肪アルコール (Fig.1 ~ Fig.3) には共通して脂肪アルコールの主要ピーク以外に, 主として炭化水素と認められる小さなピークが多数存在するが, やし油由来の脂肪アルコール (Fig.4, Fig.5) にはこれがアルコールに比べ極めて小さなピークとしてしか現われない。

また, 抹香鯨油由来のアルコール (Fig.6) については, 本実験に用いた試料限りでは C_{14}, C_{16}, C_{18} , C_{20} の偶数炭素数の脂肪アルコールを主体とし, C_{15}, C_{17}, C_{19} 等の奇数炭素数の脂肪アルコールの比較的小なピークが認められる。

3・2 シリカゲルカラムクロマト溶出物のガスクロマトグラム

Fig.1 ~ Fig.6 の各 (b) に示したシリカゲルカラムクロマト溶出物についてみると, 合成アルコール (Fig.1 ~ Fig.3) では $C_{15} \sim C_{24}$ の直鎖飽和炭化水素が確認されるが, 中でも C_{20}, C_{22} のピークが時に強く現われ, 更に矢印で図に示した様に直鎖飽和以外の炭化水素のピークが特徴的に認められる。

やし油由来のアルコール (Fig.4, Fig.5) には $C_{16} \sim C_{23}$ の直鎖飽和炭化水素のピークが認められ, これらにはいずれも小さなピークが付随し, 合成のものとは全く異なる特徴的パターンを示す。しかしながら, やし油由来の両者を比較すると C_{18} ピークとその付随ピークとの強度が全く逆転している。

又, 図には示されていないが, ステアリルアルコールと称する物品では C_{18} と付随ピークの強度は同程度であるが, これらピーク強度の異なる理由については不明である。

報 文 ガスクロマトグラフィーによるワックス状脂肪アルコールの起源の推定

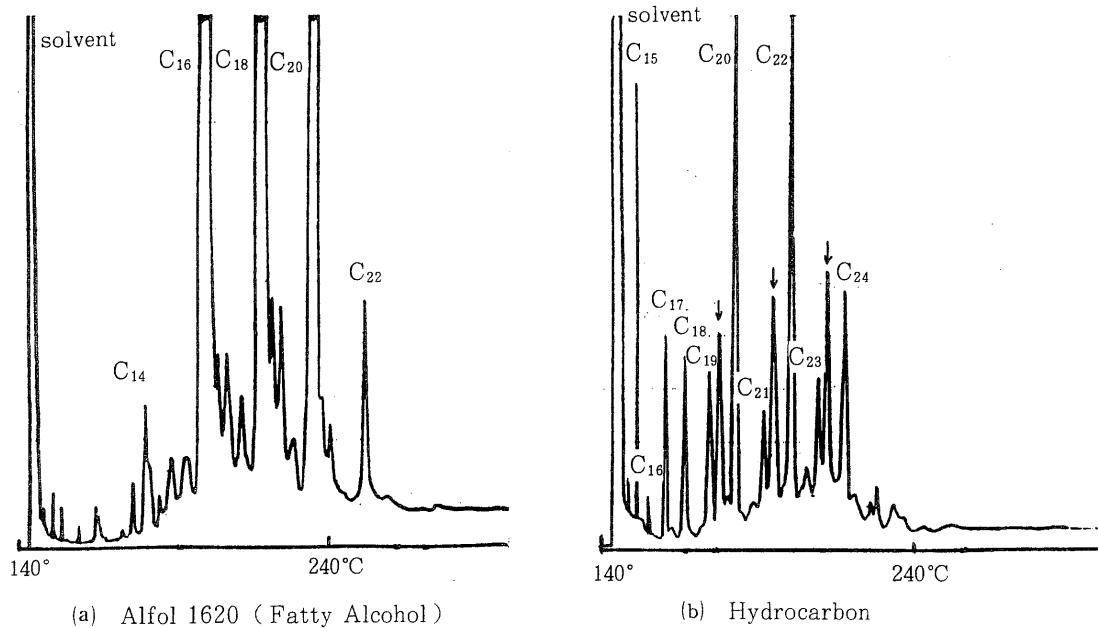


Fig.1 Gas chromatograms of "Alfol 1620" and hydrocarbon separated from "Alfol 1620" by Silicagel column chromatography

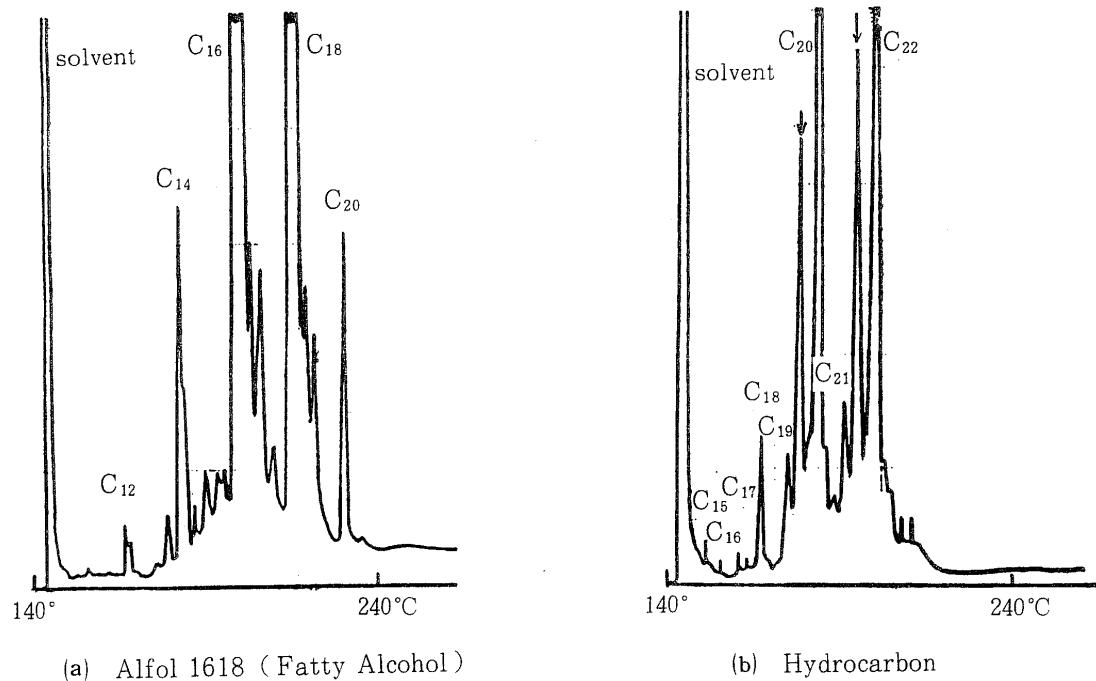


Fig.2 Gas chromatograms of "Alfol 1620" and hydrocarbon separated from "Alfol 1618" by Silica gil column chromatography

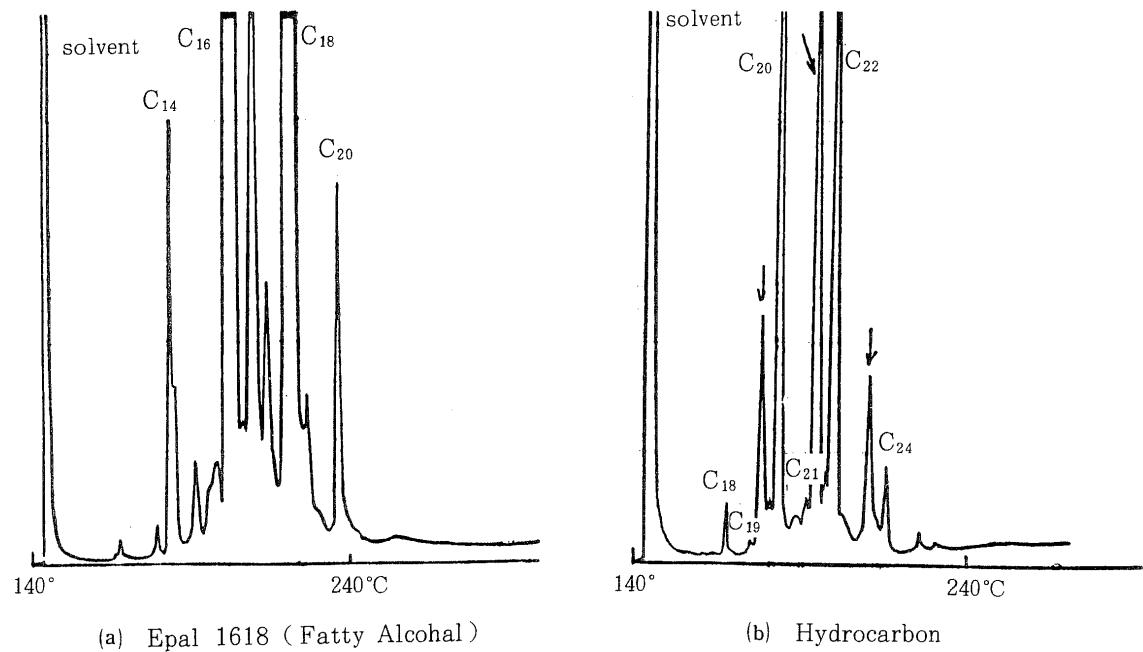


Fig.3 Gas chromatograms of "Epol 1618" and hydrocarbon separated from "Epol 1618" by Silica gel column chromatography

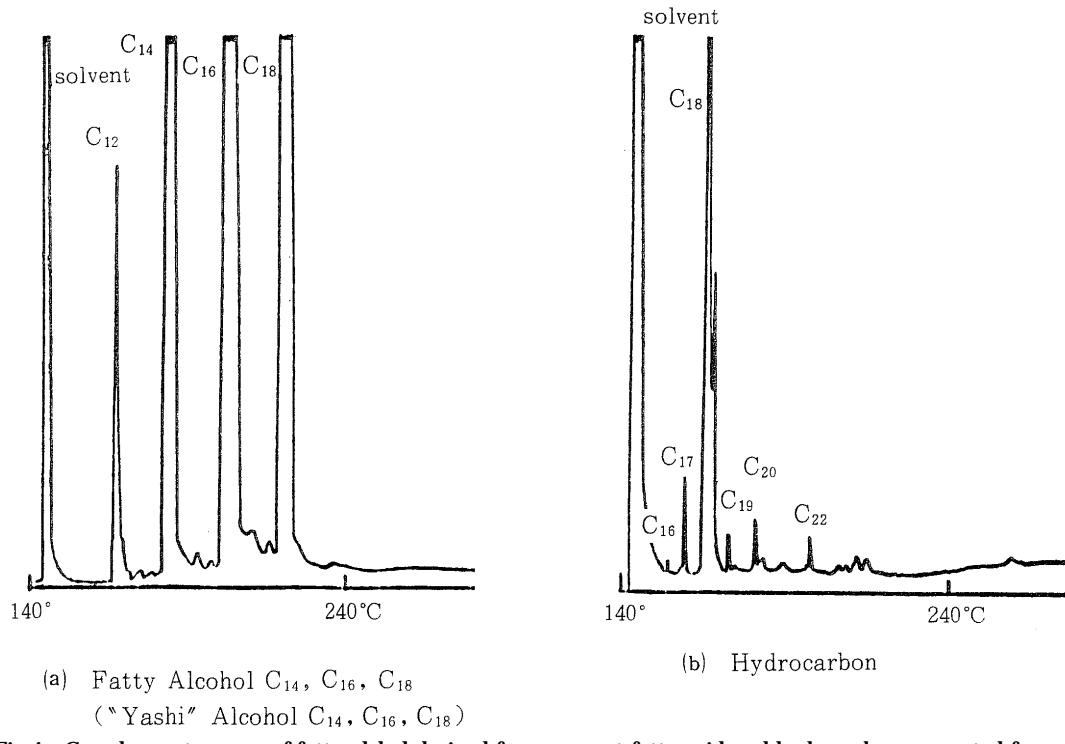


Fig.4 Gas chromatograms of fatty alcohol derived from coconut fatty acid and hydrocarbon separated from its fatty alcohol by silica gel column chromatography

報文 ガスクロマトグラフィーによるワックス状脂肪アルコールの起源の推定

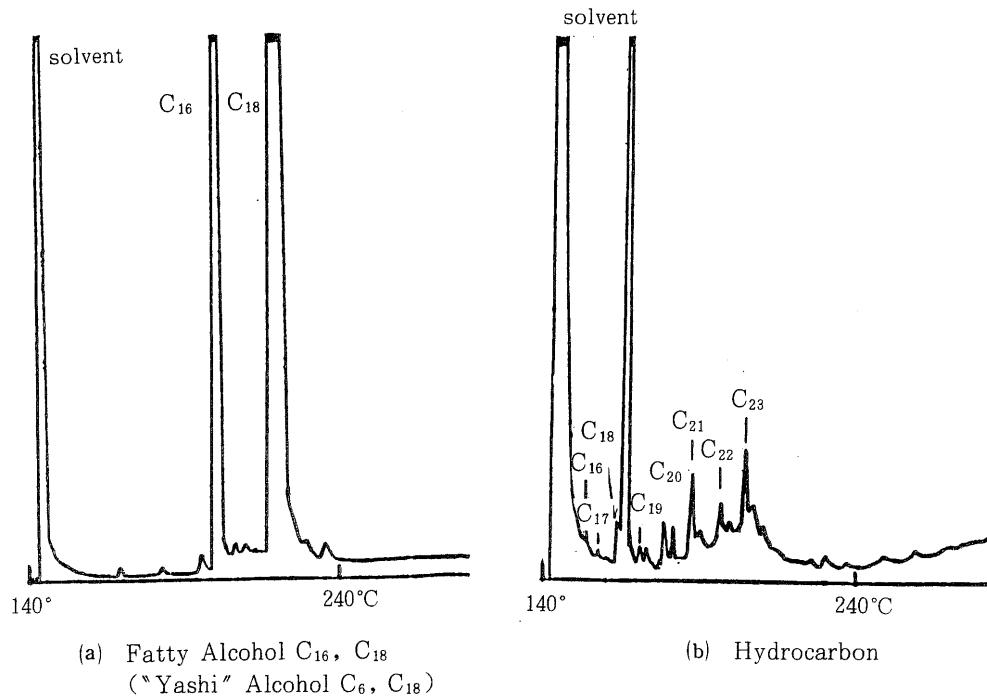


Fig.5 Gas chromatograms of fatty Alcohol derived from coconut fatty acid and hydrocarbon separated from its fatty alcohol by silica gel column chromatography

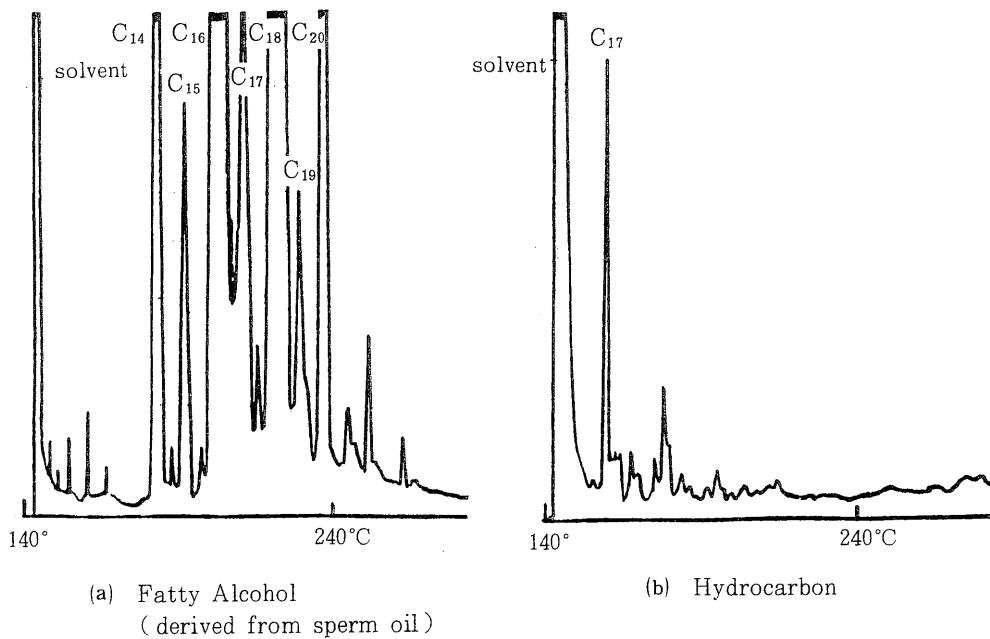


Fig.6 Gas chromatograms of fatty Alcohol derived from sperm oil and hydrocarbon separated from its fatty alcohol by silica gel column chromatography

抹香鯨油由来のアルコール (Fig.6) については、本実験に用いた試料限りでは C₁₇ が強く特徴的である。

4 要 約

ろうの特性を有する脂肪性アルコールが、天然由來のものか合成されたものかの鑑別をガスクロマトグラフ法により検討した。

シリカゲルカラムクロマトグラフィーにより分離された炭化水素のガスクロマトグラムは、合成アル

コール、やしアルコール及び抹香鯨油由来のアルコール等それぞれに特徴的パターンを示し、脂肪性アルコールがどの様な過程で製造されたものかを推定することが可能であることが判明した。

なお、炭化水素の含量の定量と不明ピークの同定を行えば、本法による種別の鑑別は更に確実なものになると考えられる。

終りに、本研究のため試料を提供して頂いた花王石鹼(株)和歌山工場及び第一工業製薬(株)四日市工場に厚くお礼申し上げます。