

1,4-シクロヘキサンジメタノール, 1,1,3,5-テトラメチルピペリジン-1-イウム=ヒドロキシド及び混合アルキルベンゼンの分析方法の検討

河村 拓*, 井原 智徳*, 野澤 和也*, 佐々木 良祐*, 松下 孝也*, 渡邊 裕之*

Examination of an effective analysis method for discrimination of 1,4-cyclohexanedimethanol, 1,1,3,5-tetramethylpiperidine-1-ium hydroxide and alkylbenzene mixture

KAWAMURA Taku*, IHARA Tomonori*, NOZAWA Kazuya*, SASAKI Ryosuke*, MATSUSHITA Takaya* and WATANABE Hiroyuki*

*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance 6-3-5, Kashiwanoha, Kashiwa, Chiba 277-0882 Japan

Tariff rates of various items were amended by the request for Tariff revision in April, 2020 and three of these items are “1,4-cyclohexanedimethanol (CHDM)” which is a high-performance resin, “1,1,3,5-tetramethylpiperidine-1-ium hydroxide (35DMP)” which is a synthetic zeolite and “alkylbenzene mixture” which is a material of surfactant. We studied the methods of analyzing them, and found that CHDM could be analyzed by FT-IR, GC-MS and NMR, alkylbenzene mixture could be analyzed by FT-IR and GC-MS. 1,1,3,5-Tetramethylpiperidine-1-ium ion could be analyzed by LC-MS and NMR, although it is difficult to confirm the unity of 35DMP.

1. 緒 言

令和 2 年度関税改正により, 「1,4-シクロヘキサンジメタノール (以下, 「CHDM」という.)」, 「1,1,3,5-テトラメチルピペリジン-1-イウム=ヒドロキシド (以下, 「35DMP」という.)」及び「混合アルキルベンゼン」の 3 品目について, それぞれ実行関税率表第 2906.19 号, 第 2933.39 号及び第 3817.00 号中に税表細分が新設され, 令和 2 年 4 月から, それぞれ適用税率が有税から無税となった。

CHDM は, 主に高機能樹脂製造に使用されており, CHDM の使用により機能性 (耐候性・耐熱性・耐寒衝撃性等) が向上するため, CHDM を用いて製造された高機能樹脂は自動車産業等をはじめとした高機能用途への応用が可能になる。

35DMP は, SCR 触媒 (Selective Catalytic Reduction, 選択還元触媒ともいう.) の原料であるゼオライトの構造規定剤として用いられる。一般的に SCR 触媒は, ディーゼルエンジン排ガス中の窒素酸化物 (NOx) とアンモニア等の還元剤を化学反応させることで窒素 (N₂) と水 (H₂O) に浄化させる特性があり, ディーゼル自動車のエンジンの排ガスラインに取り付けられている。

混合アルキルベンゼンは, ほぼ全量がスルホン化反応工程を経て, 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸 (塩) (以下, 「LAS」という.) に加工される。LAS は最も古くから工業的に生産・利用される合成界面活性剤であり, 家庭用・業務用の洗浄剤組成物の主要成分, 合成樹脂類の乳化重合時の添加剤等, 様々な産業分野で利用されており, 国民生活及び国内産業に深く浸透した基盤素材となっている。また, 界面活性剤用途で使用される一般的な LAS のアルキル基の炭素数は C₁₀-C₁₄ であるとされ¹⁾, トルエン (関税率

表第 27.07 項または第 29.02 項に分類される) のような側鎖のアルキル基が短いものとは異なる。

税関では関税改正前に一つの細分であったものの中から, 改正後に無税となった該当品目を区別する必要がある。これらの物品は何れも化学品であるため分析により区別することが可能と考え, 本研究ではそれらの区別について検討を行う。

2. 実 験

2.1 試料及び試薬

2.1.1 分析試料 (関税改正品目)

試料 1: 1,4-シクロヘキサンジメタノール (CHDM)

試料 2: 1,1,3,5-テトラメチルピペリジン-1-イウム=ヒドロキシド (35DMP)

試料 3: 混合アルキルベンゼン (サンプル Lot No. が異なるもの 12 種)

いずれも経済産業省より提供を受けたものを使用した。これらの試料の化学構造式を Fig. 1 に示す。

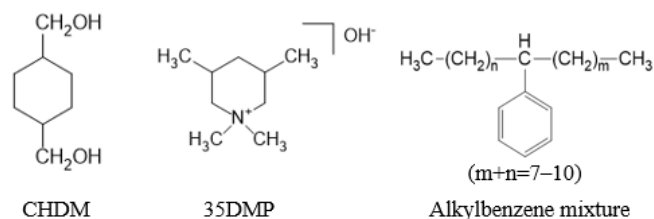


Fig. 1 Chemical structures of the three organic chemicals

2.1.2 試薬 (CHDM 標準物質, CHDM 位置異性体, アルキルベンゼン標準物質及びトルエン)

1,4-シクロヘキサジメタノール (CHDM) (*cis* and *trans* mixture)
(東京化成工業)

trans-1,4-シクロヘキサジメタノール (*trans*-CHDM) (東京化成工業)

cis-1,2-シクロヘキサジメタノール (東京化成工業)

trans-1,2-シクロヘキサジメタノール (東京化成工業)

1,3-シクロヘキサジメタノール (SIGMA-ALDRICH)

デシルベンゼン (東京化成工業)

トルエン (富士フイルム和光純薬, 試薬特級)

2.1.3 その他試薬

クロロホルム (富士フイルム和光純薬, 試薬特級)

クロロホルム-*d* (富士フイルム和光純薬, NMR 用)

BSTFA (*N,O*-ビス (トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミド) (東京化成工業)

アセトニトリル (富士フイルム和光純薬, 高速液体クロマトグラフ用)

ギ酸 (富士フイルム和光純薬, 高速液体クロマトグラフ用)

ヘプタフルオロ酪酸 (東京化成工業, 東京化成 1 級)

重水 (富士フイルム和光純薬, NMR 用)

0.1 mol/L 硝酸銀水溶液 (富士フイルム和光純薬, 容量分析用)

25 %アンモニア水 (富士フイルム和光純薬, 試薬特級)

2.2 分析装置及び測定条件

2.2.1 フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR)

装置 : Nicolet 6700 (Thermo Fisher Scientific 社製)

測定範囲 : 400-4000 cm^{-1} (KBr 錠剤法), 650-4000 cm^{-1} (ATR 法)

波数分解能 : 4 cm^{-1}

調製方法 : KBr 錠剤法又は ATR 法

2.2.2 ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS)

装置 : ガスクロマトグラフ 7890B/質量分析計 5977B
(いずれも Agilent Technologies 社製)

カラム : DB-5MS(30 $\text{m} \times 0.25 \text{ mm I.D.}$, 膜厚 0.25 μm)
(Agilent Technologies 社製)

オープン温度 : 100 $^{\circ}\text{C}$ (4 min hold) – 昇温[20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$] – 320 $^{\circ}\text{C}$
(15 min hold)

注入口温度 : 320 $^{\circ}\text{C}$

注入量 : 1 μL

スプリット比 : 50:1

トランスファーライン温度 : 320 $^{\circ}\text{C}$

イオン化法 : EI 法

イオン源温度 : 230 $^{\circ}\text{C}$

四重極温度 : 150 $^{\circ}\text{C}$

スキャン範囲 : m/z 33-550

スキャン回数 : 2.8 times/s

キャリアガス : ヘリウム

キャリアガス平均線速度 : 37.3 cm/s

調製方法 : 分析試料をクロロホルムで希釈し, 1 mg/mL の

溶液を調製した。

2.2.3 液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS)

装置 : 超高速液体クロマトグラフ ACQUITY UPLC
/飛行時間型質量分析計 Synapt G2-Si
(いずれも Waters 社製)

カラム : VanGuard BEH C_{18} (5 $\text{mm} \times 2.1 \text{ mm I.D.}$)
+ACQUITY UPLC BEH C_{18} (150 $\text{mm} \times 2.1 \text{ mm I.D.}$)(いずれも Waters 社製)

温度 : 40 $^{\circ}\text{C}$

流速 : 0.3 mL/min

移動相 : 5.0 mM ヘプタフルオロ酪酸水溶液/アセトニトリル(9/1)

注入量 : 1 μL

イオン化法 : ESI 法 (ポジティブモード)

イオン源温度 : 120 $^{\circ}\text{C}$

キャピラリー電圧 : 1.2 kV

スキャン範囲 : m/z 50-570

脱溶媒ガス : N_2 ガス (800 L/h , 450 $^{\circ}\text{C}$)

調製方法 : 分析試料を超純水で希釈し, 1 $\mu\text{g/mL}$ の溶液を調製した。

2.2.4 核磁気共鳴装置 (NMR)

装置 : JNM-ECZ500R (日本電子株式会社製)

観測核 : ^{13}C

溶媒 : クロロホルム-*d* (CHDM 測定用), 重水 (35DMP 測定用)

2.3 分析方法の検討

2.3.1 CHDM の分析方法の検討

2.3.1.1 FT-IR

分析試料 1 及び標準の CHDM (*cis* and *trans* mixture) について,
2.2.1 の条件で FT-IR の測定を行った。

2.3.1.2 GC-MS

2.3.1.2(1) CHDM の同定

分析試料 1, 標準の CHDM (*cis* and *trans* mixture) 及び *trans*-CHDM について 2.2.2 の条件で GC-MS の測定を行った。

2.3.1.2(2) CHDM と CHDM 位置異性体の識別

分析試料 1, 標準の CHDM 及び CHDM 位置異性体 (*cis*-1,2-シクロヘキサジメタノール, *trans*-1,2-シクロヘキサジメタノール及び 1,3-シクロヘキサジメタノール) の 1 mg/mL クロロホルム溶液 1 mL に対し, BSTFA を約 200 μL 加え, 密栓したものを 75 $^{\circ}\text{C}$ のヒートブロックで 1 時間加熱することで CHDM をトリメチルシリル誘導体化 (以下, 「TMS 化」という.) し, 2.2.2 の条件で GC-MS の測定を行った。

2.3.1.3 NMR

分析試料 1, 標準の CHDM 及び CHDM 位置異性体 (*cis*-1,2-シクロヘキサジメタノール, *trans*-1,2-シクロヘキサジメタノール及び 1,3-シクロヘキサジメタノール) について, 2.2.4 の条件で NMR の測定を行った。

2.3.2 35DMP の分析方法の検討

2.3.2.1 水分除去方法の検討

35DMP は一般的には水溶液状態で流通している。経済産業省より提供のあった分析試料 2 についても水溶液の状態であった。FT-IR や GC-MS の測定の際には水分を除去する必要があるため、減圧乾燥による水分除去の方法を検討した。

2.3.2.2 LC-MS

分析試料 2 について、2.2.3 の条件で LC-MS の測定を行った。

2.3.2.3 NMR

分析試料 2 について、2.2.4 の条件で NMR の測定を行った。

2.3.2.4 水酸化物イオンの確認

硝酸銀水溶液に分析試料を滴下した後、アンモニア水を過剰量加えた。

2.3.3 混合アルキルベンゼンの分析方法の検討

2.3.3.1 FT-IR

分析試料 3、標準のデシルベンゼン及びトルエンについて、2.2.1 の条件で FT-IR の測定を行った。

2.3.3.2 GC-MS

分析試料 3 について、2.2.2 の条件で GC-MS の測定を行った。

3. 結果及び考察

3.1 CHDM の分析方法の検討

3.1.1 FT-IR

分析試料 1 及び標準の CHDM (*cis* and *trans* mixture) について、2.2.1 の条件で FT-IR の測定を行い得られた赤外吸収スペクトルをそれぞれ Fig. 2-1 及び Fig. 2-2 に示す。いずれのスペクトルにも、 3328 cm^{-1} に O-H 伸縮振動に由来する吸収、 $2917, 2854\text{ cm}^{-1}$ にメチレン伸縮振動に由来する吸収、 1031 cm^{-1} に C-O 伸縮振動に由来する吸収等²⁾が確認され、両者は非常に類似していた。一方、CHDM 位置異性体 (*cis*-1,2-シクロヘキサンジメタノール、*trans*-1,2-シクロヘキサンジメタノール及び 1,3-シクロヘキサンジメタノール) との識別を含む同定は困難であった。

3.1.2 GC-MS

3.1.2.1 CHDM の同定

分析試料 1、標準の CHDM (*cis* and *trans* mixture) 及び *trans*-CHDM について 2.2.2 の条件で GC-MS の測定を行い得られたトータルイオンカレントクロマトグラムを Fig. 3-1 から Fig. 3-3 に示す。また、分析試料及び標準の CHDM それぞれのマススペクトルを Fig. 4-1 から Fig. 4-4 に示す。分析試料 1 の GC-トータルイオンカレントクロマトグラム上の 2 つのピークの保持時間は標準の CHDM (*cis* and *trans* mixture) の 2 つのピークの保持時間と一致し、マススペクトルはすべて非常に類似していた。また、Fig. 3-3 より、Fig. 3-1 の保持時間 7.45 分のピークは *trans*-CHDM であることが分かり、もう一方の保持時間 7.61 分のピークは *cis*-CHDM であることが分かった。

3.1.2.2 CHDM と CHDM 位置異性体の識別

分析試料 1 及び CHDM 位置異性体 (*cis*-1,2-シクロヘキサンジ

メタノール、*trans*-1,2-シクロヘキサンジメタノール及び 1,3-シクロヘキサンジメタノール) は、GC カラム固定相に対する不可逆的吸着によりテーリングを生じ、それぞれの十分な分離が困難であった。そこで、2.2.5 の条件で TMS 化を行い、2.2.2 の条件で GC-MS の測定を行った。それぞれのトータルイオンカレントクロマトグラムを Fig. 5-1 から Fig. 5-4 に示す。次に、分析試料 1 に CHDM 位置異性体を加えた混合溶液を調製し、同様の操作を行い得られたトータルイオンカレントクロマトグラムを Fig. 5-5 に示す。Fig. 5-1 から Fig. 5-5 のとおり、分析試料 1 と CHDM 位置異性体は GC の保持時間が異なることが分かった。また、マススペクトルによる識別は困難であった。このことから、CHDM と CHDM 位置異性体は TMS 誘導体化後の GC により識別可能であった。

3.1.3 NMR

分析試料 1、標準の CHDM 及び CHDM 位置異性体 (*cis*-1,2-シクロヘキサンジメタノール、*trans*-1,2-シクロヘキサンジメタノール及び 1,3-シクロヘキサンジメタノール) について、2.2.4 の条件で測定した ^{13}C -NMR スペクトルを Fig. 6 に示す。

Fig. 6 より、分析試料 1 は標準の CHDM (*cis* and *trans* mixture) の ^{13}C -NMR スペクトルと類似していた。また、分析試料 1 は CHDM 位置異性体の ^{13}C -NMR スペクトルと異なることから、CHDM は NMR により同定可能であり、CHDM 位置異性体と識別可能であった。

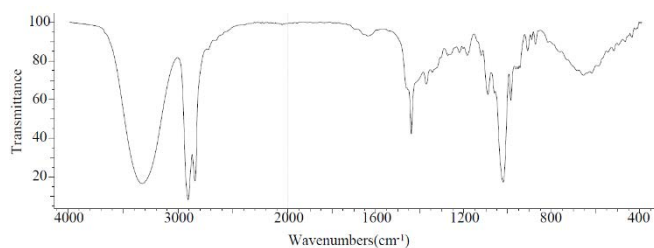


Fig. 2-1 IR spectrum of sample 1 (CHDM)

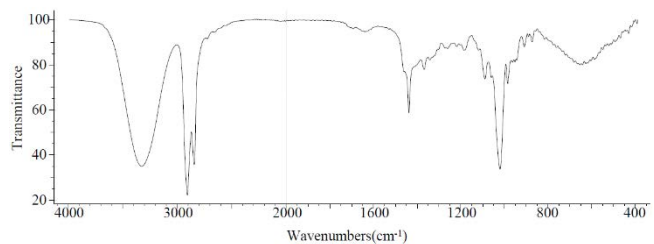
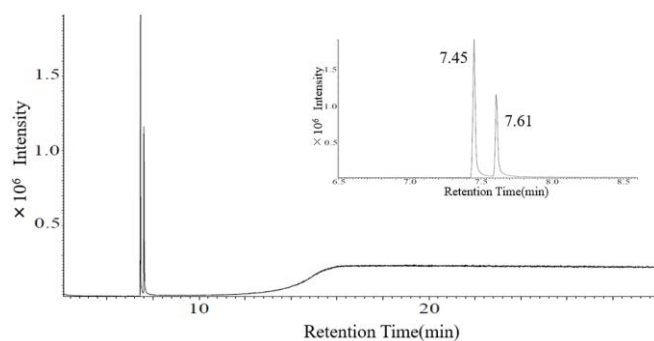
Fig. 2-2 IR spectrum of CHDM (*cis* and *trans* mixture)

Fig. 3-1 Total ion chromatogram of sample 1 (CHDM)

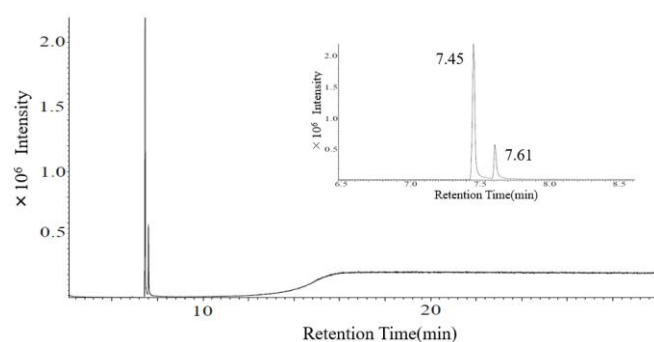
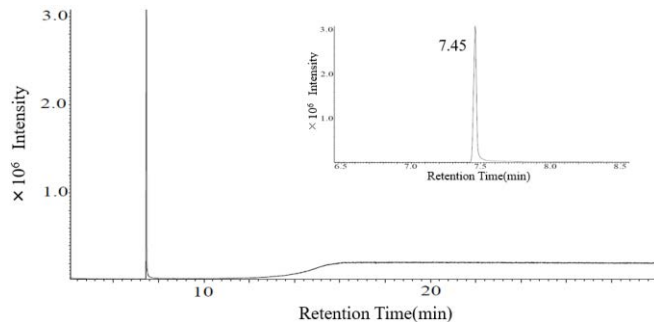
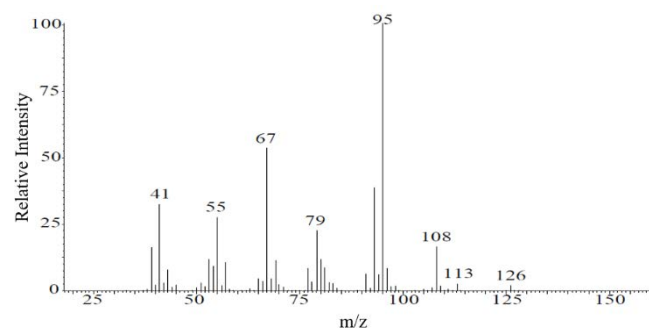
Fig. 3-2 Total ion chromatogram of CHDM (*cis* and *trans* mixture)Fig. 3-3 Total ion chromatogram of *trans*-CHDM

Fig. 4-1 EI mass spectrum of sample 1 (CHDM), retention time: 7.45 min

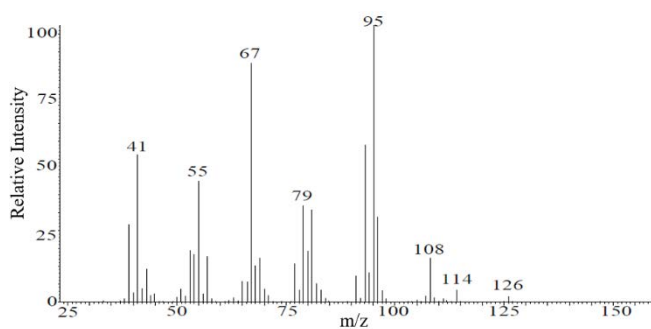
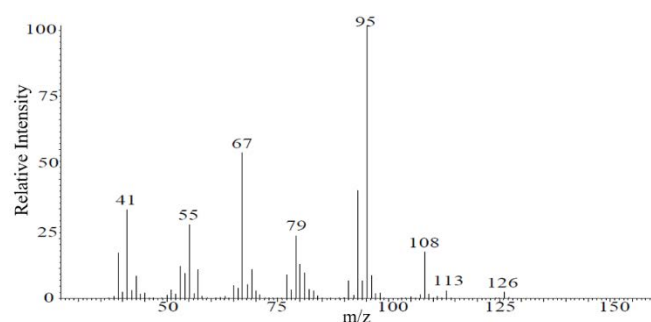
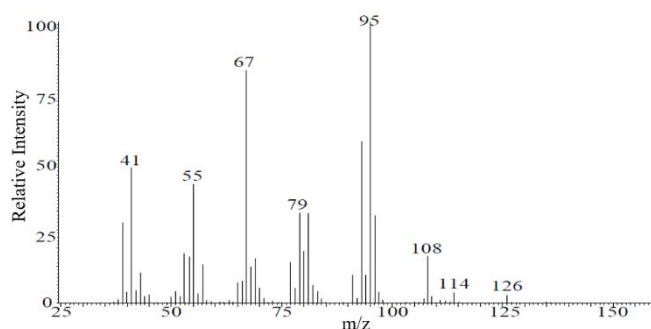


Fig. 4-2 EI mass spectrum of sample 1 (CHDM), retention time: 7.61 min

Fig. 4-3 EI mass spectrum of CHDM (*cis* and *trans* mixture), retention time: 7.45 minFig. 4-4 EI mass spectrum of CHDM (*cis* and *trans* mixture), retention time: 7.61 min

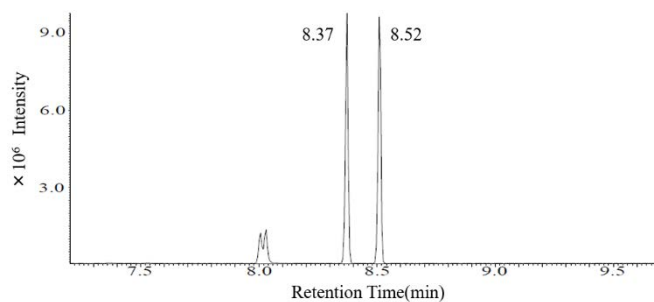


Fig. 5-1 Total ion chromatogram of sample 1(CHDM) after TMS reaction

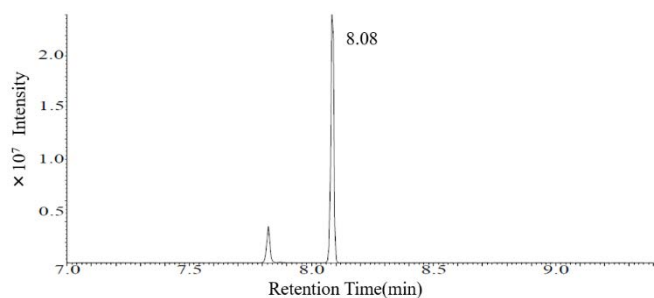


Fig. 5-2 Total ion chromatogram of *cis*-1,2-cyclohexanedimethanol after TMS reaction

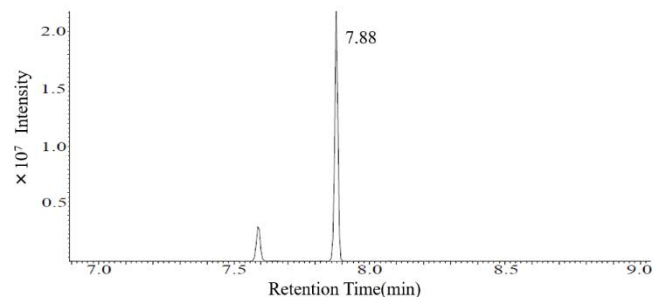


Fig. 5-3 Total ion chromatogram of *trans*-1,2-cyclohexanedimethanol after TMS reaction

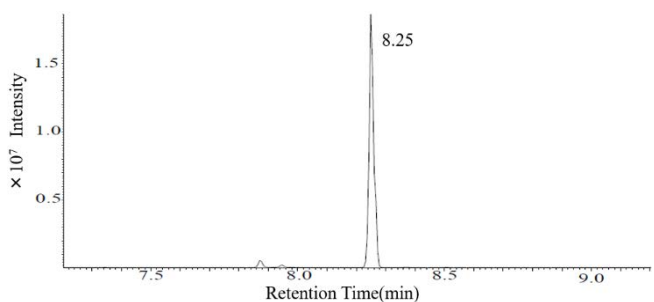


Fig. 5-4 Total ion chromatogram of 1,3-cyclohexanedimethanol after TMS reaction

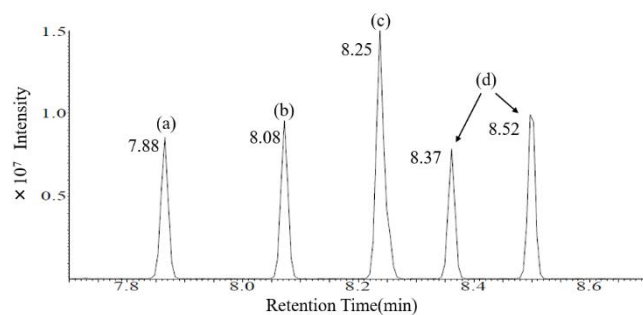


Fig. 5-5 Total ion chromatogram of (a) *trans*-1,2-cyclohexanedimethanol, (b) *cis*-1,2-cyclohexanedimethanol, (c) 1,3-cyclohexanedimethanol and (d) sample 1(CHDM) after TMS reaction

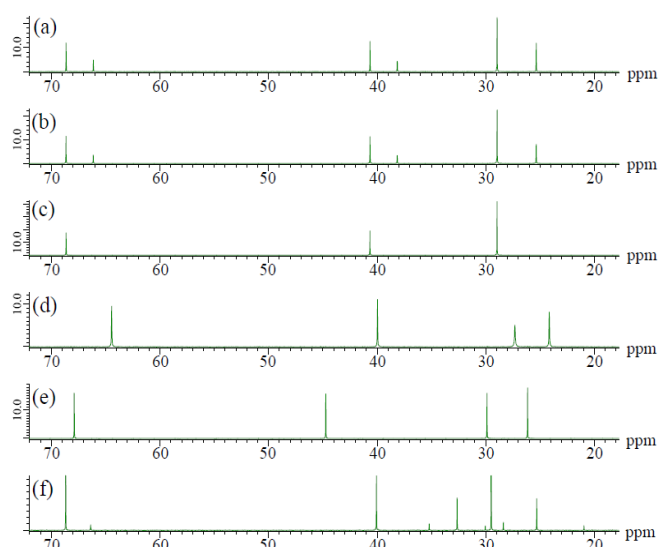


Fig. 6 ^{13}C -NMR spectra; (a) sample 1, (b) CHDM (*cis* and *trans* mixture), (c) *trans*-CHDM, (d) *cis*-1,2-cyclohexanedimethanol, (e) *trans*-1,2-cyclohexanedimethanol and (f) 1,3-cyclohexanedimethanol

3.2 35DMP の分析方法の検討

3.2.1 水分除去方法の検討

減圧乾燥による水分除去の方法を検討したが, 分解物を生じることなく水分を除去することは困難であった. そこで, 水分を除去しなくても分析可能な LC-MS 及び NMR による分析条件を検討した.

3.2.2 LC-MS

分析試料 2 について, 2.2.3 の条件で LC-MS の測定を行い得られたトータルイオンクロマトグラムを Fig. 7 に, その保持時間 10.5 分及び 12.2 分のマススペクトルを Fig. 8 にそれぞれ示す.

分析試料 2 のトータルイオンクロマトグラムには, 保持時間 10.5 分及び 12.2 分にピークが検出され, そのマススペクトルの m/z 142 は 1,1,3,5-テトラメチルピペリジン-1-イウムイオンの分子量と一致した.

3.2.3 NMR

分析試料 2 について 2.2.4 の条件で測定した ^{13}C -NMR スペクトルを Fig. 9 に示す.

分析試料 2 の ^{13}C -NMR スペクトルの各シグナルは Fig. 9 に示すように帰属され, 1,1,3,5-テトラメチルピペリジン-1-イウムイオンの文献値のスペクトルパターンと一致した³⁾.

3.2.4 水酸化物イオンの確認

分析試料 2 の水酸化物イオンを確認するため, 2.3.2.4 に示したとおり, 硝酸銀水溶液による沈殿反応を試みた. その結果, Fig. 10 のとおり, 褐色の沈殿が確認され, さらにアンモニア水を過剰量加えると沈殿は消失した.

ここで生じる褐色沈殿は酸化銀 (I) であると考えられ, 水酸化物イオンの他に酸化銀 (I) を生ずる物質には水中で水酸化物イオンを発生させるアンモニア水やアミン類などがある. しかし, LC-MS と NMR の測定結果から分析試料 2 のカチオンは 1,1,3,5-テトラメチルピペリジン-1-イウムイオンであると思料され, 第 4 級アンモニウムイオンは水中で水酸化物イオンを生じさせないため, 酸化銀 (I) は 1,1,3,5-テトラメチルピペリジン-1-イウムイオンにより生じたものではないと判断できる. また, 酸化銀 (I) と判別しにくい硫化銀 (I) は, アンモニア水を過剰量加えても溶解しないため, 硫化銀 (I) が生成した可能性も否定できる. これらのことから, 分析試料 2 には 1,1,3,5-テトラメチルピペリジン-1-イウムイオンの対イオンとして水酸化物イオンが存在することが推測できる. ただし, 分析試料 2 にハロゲン化物イオン等の他の陰イオンが少量存在していた場合, 見た目での判別は困難であることから, 存在する陰イオンは水酸化物イオンのみであるとは断言できなかった.

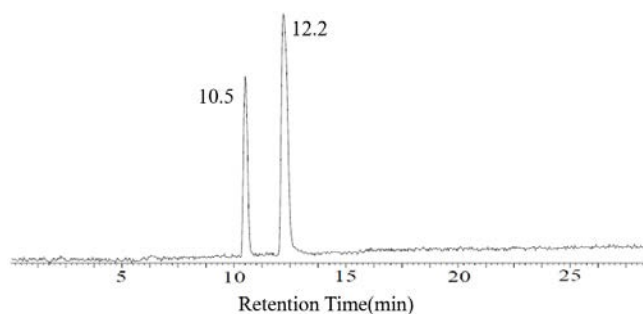


Fig. 7 Total ion chromatogram of sample 2 (35DMP)

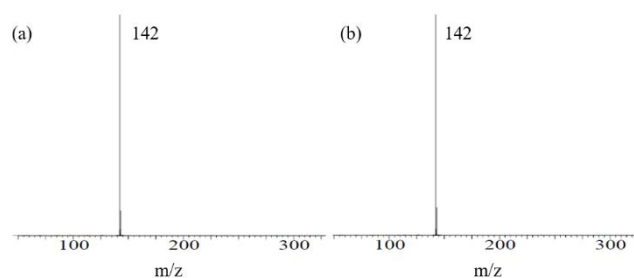


Fig. 8 ESI mass spectrum of sample 2 (35DMP); (a) retention time: 10.5 min and (b) retention time: 12.2 min

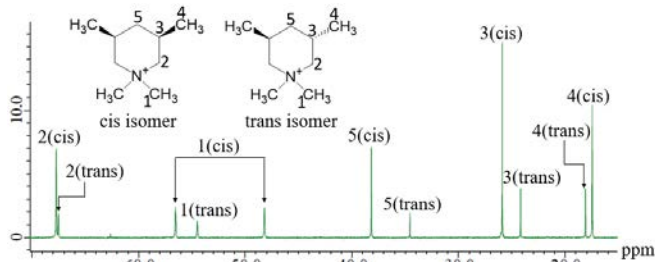


Fig. 9 ^{13}C -NMR spectrum of sample 2 (35DMP)

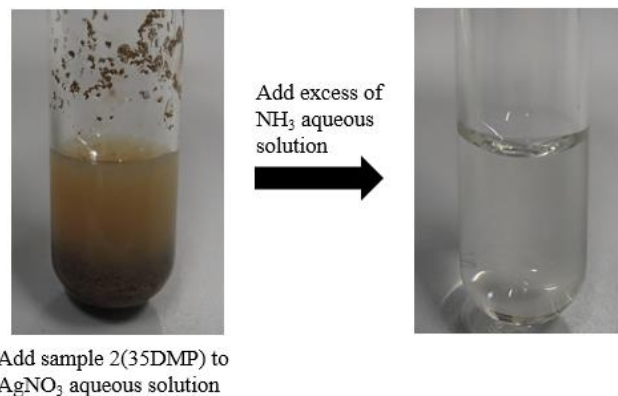


Fig. 10 Verification of hydroxide ion (sample 2 (35DMP))

3.3 混合アルキルベンゼンの分析方法の検討

3.3.1 FT-IR

分析試料 3 (サンプル No.1), 標準のデシルベンゼン及びトルエンについて 2.2.1 の条件で測定した赤外吸収スペクトルを Fig. 11-1 から Fig. 11-3 に示す. 分析試料 3 は, 標準のデシルベンゼンに類似するスペクトルを示す. 一方, 分析試料 3 (サンプル No.1) はトルエンと比較し, アルカン及びメチレン C-H 伸縮振動に由来する吸収 ($\nu_{as} CH_3$: 2958 cm^{-1} , $\nu_s CH_3$: 2873 cm^{-1} , $\nu_{as} CH_2$: 2926 cm^{-1} , $\nu_s CH_3$: 2856 cm^{-1})²⁾が他のピークに比べ相対的に強く, トルエンのような側鎖の炭素鎖が短いアルキルベンゼンと識別可能であった. また, この結果は分析試料 3 (No.2-12) においても同様であった.

3.3.2 GC-MS

分析試料 3 (サンプル No.1) について, 2.2.2 の条件で GC-MS の測定を行い得られたトータルイオンカレントクロマトグラムを Fig. 12-1 に, その拡大図を Fig. 12-2 に示す. Fig. 12-2 より, 分析試料 3 (サンプル No.1) には, 異なる 19 種の物質が存在することが分かった. そのうちの 5 つのピークについて, マススペクトルを Fig. 13-1 から Fig. 13-5 に示す. Fig.13-1 から Fig.13-5 より, Peak No.15 から Peak No.19 は, それぞれ側鎖炭素数が 13 の異なるアルキルベンゼンであることが分かった. また, すべてのピークのマススペクトルを解析した結果を Table 1 に示す. Table 1 の結果から, 分析試料 3 (サンプル No.1) は側鎖の炭素数 10-13 からなるアルキルベンゼンの混合物であり, トルエンのような側鎖が短いアルキルベンゼンは含有しないと推定された. また, この結果は分析試料 3 (No.2-12) においても同様であった.

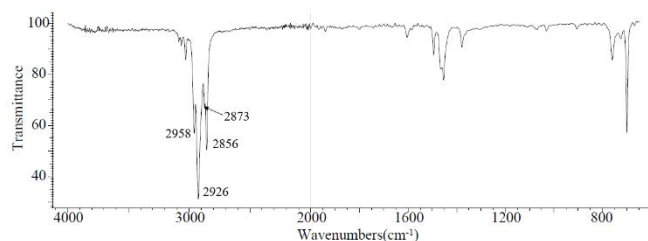


Fig. 11-1 IR spectrum of sample 3 (alkylbenzene mixture No.1)

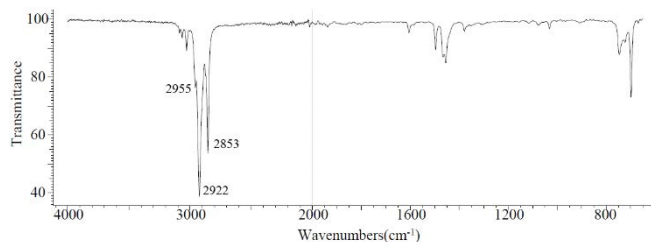


Fig. 11-2 IR spectrum of decylbenzene

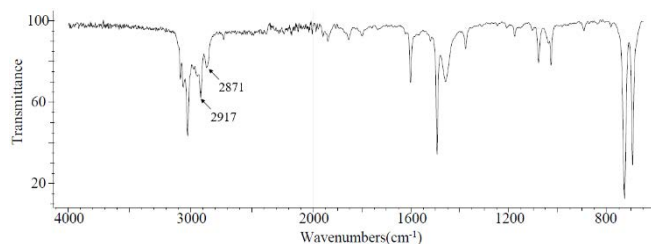


Fig. 11-3 IR spectrum of toluene

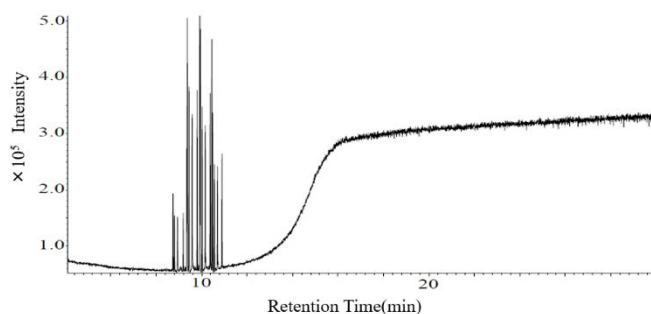


Fig. 12-1 Total ion chromatogram of sample 3 (alkylbenzene mixture No.1)

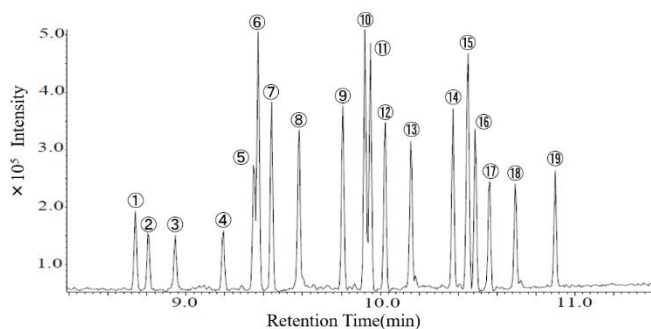


Fig. 12-2 Enlarged view of Fig. 12-1

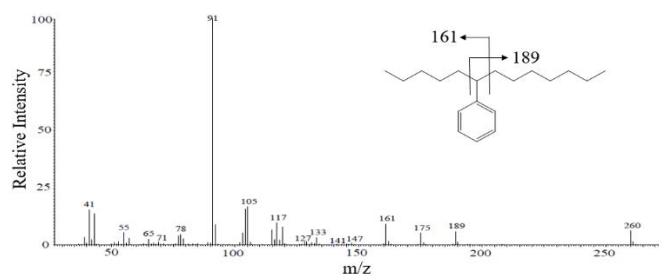


Fig. 13-1 EI mass spectrum of sample 3(alkylbenzene mixture No.1),
retention time:10.45 min (15)

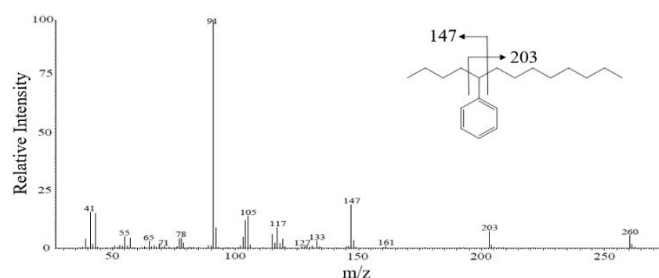


Fig. 13-2 EI mass spectrum of sample 3(alkylbenzene mixture No.1),
retention time:10.49 min (16)

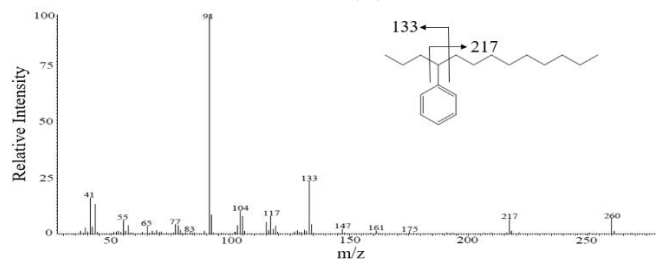


Fig. 13-3 EI mass spectrum of sample 3(alkylbenzene mixture No.1),
retention time:10.56 min (17)

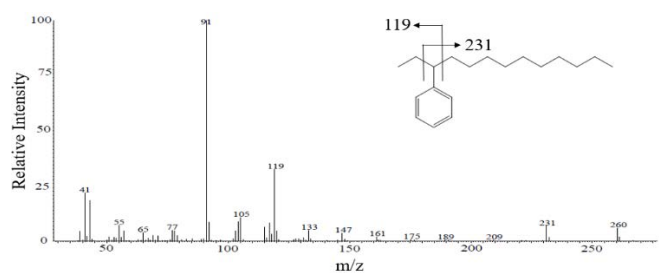


Fig. 13-4 EI mass spectrum of sample 3(alkylbenzene mixture No.1),
retention time:10.69 min (18)

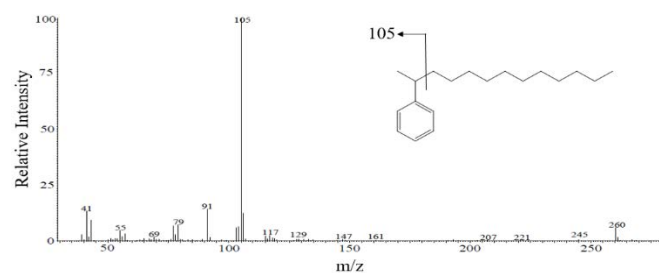


Fig. 13-5 EI mass spectrum of sample 3(alkylbenzene mixture No.1),
retention time:10.90 min (19)

Table 1 Retention time and compound name from GC-MS analysis of
Sample 3 (alkylbenzene mixture No.1)

Peak No.	Retention time (min)	Compound Name
1	8.74	5-phenyldecane
2	8.80	4-phenyldecane
3	8.95	3-phenyldecane
4	9.19	2-phenyldecane
5	9.35	6-phenylundecane
6	9.37	5-phenylundecane
7	9.44	4-phenylundecane
8	9.58	3-phenylundecane
9	9.81	2-phenylundecane
10	9.92	6-phenyldodecane
11	9.95	5-phenyldodecane
12	10.03	4-phenyldodecane
13	10.16	3-phenyldodecane
14	10.37	2-phenyldodecane
15	10.45	6-phenyltridecane
16	10.49	5-phenyltridecane
17	10.56	4-phenyltridecane
18	10.69	3-phenyltridecane
19	10.90	2-phenyltridecane

3.4 考察

3.4.1 CHDM

CHDM は GC-MS 及び NMR により, CHDM 位置異性体との識別を含む同定が可能である。

3.4.2 35DMP

35DMP は LC-MS 及び NMR により, 1,1,3,5-テトラメチルピペリジン-1-イウムの部分が同定可能である。また, 硝酸銀水溶液により水酸化イオンは定性可能であるが, 他の陰イオンが少量存在している可能性は否定できない。

3.4.3 混合アルキルベンゼン

混合アルキルベンゼンは FT-IR 及び GC-MS により, 側鎖の炭素数 10-13 から異なるアルキルベンゼンの混合物であることが分かる。

4. 要 約

令和 2 年度関税改正品目である CHDM, 35DMP, 混合アルキルベンゼンの 3 品目について, 分析方法を検討した。

CHDM については GC-MS 及び NMR, 混合アルキルベンゼンについては FT-IR 及び GC-MS を用いて関税分類のための分析が可能であることが分かった。35DMP については, 単一性の確認方法が課題であるが, LC-MS 及び NMR を用いて 1,1,3,5-テトラメチルピペリジン-1-イウムイオンの同定は可能であった。

文 献

- 1) 化学物質評価研究機構 編：“CERI 有害性評価書 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩”，1 (2006)
- 2) Silverstein M. Robert, Webster X. Francis, Kiemle J. David (荒木峻，益子洋一郎，山本修，鎌田利紘 訳)：“有機化合物のスペクトルによる同定法 第 7 版”，86 (2006)，(東京化学同人)
- 3) Michiel Dusselier, Joel E. Schmidt, Roger Moulton, Barry Haymore, Mark Hellums and Mark E. Davis: *Chemistry of Materials*, **27**, 2695 (2015).