

有機アルカリ共存下での反応Py-GCによる 工業用天然ワックスの精密組成分析

[背景] 有機アルカリ共存下での反応Py-GCの手法は、縮合系ポリマー材料だけでなく、工業用の天然有機材料の組成解析にも有用な実用計測法である。これまでに、この分析法を利用して、複雑な組成を有する天然有機材料の化学組成を、煩雑な試料前処理を行うことなく、高精度に解析した例が多く報告されている。ここでは典型例として、主に化粧品の添加剤などに用いられている天然ワックスの精密組成分析を、反応Py-GCにより行った内容を紹介する。

[実験] ワックス試料として、ブラジル産カルナウバヤシの葉から採取した、工業用のカルナウバワックスを用いた。また、有機アルカリ試薬には、水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)の25 wt%メタノール溶液を使用した。ワックス試料を凍結粉碎し、その約30 µgに対して、TMAH溶液を4 µL添加した後、500 °Cにおいて反応Py-GC測定に供した。なお、カラム温度は、初期温度50 °Cから、まず10 °C/minの速度で200 °Cまで、次に5 °C/minの速度で250 °Cまで、最後に10 °C/minで300 °Cまで昇温した。

[結果] Fig. 1に、カルナウバワックス試料を500 °Cにおいて、TMAH共存下で反応Py-GC測定して得られた典型的なパイログラムを示す。このパイログラム上には、当該ワックスの構成成分である、脂肪酸類(C₁₆-C₃₂)、ヒドロキシ酸類(C₁₆-C₃₀)、アルコール類(C₂₂-C₃₄)およびジオール類(C₂₂-C₃₂)などが、それらのメチル誘導体としてはっきりと観測された。これらの構成成分のピーク強度を、有効炭素数の概念を用いて補正した値から、ワックス試料の組成分析を迅速、簡便かつ高精度(変動係数2%以下)に行うことができた。

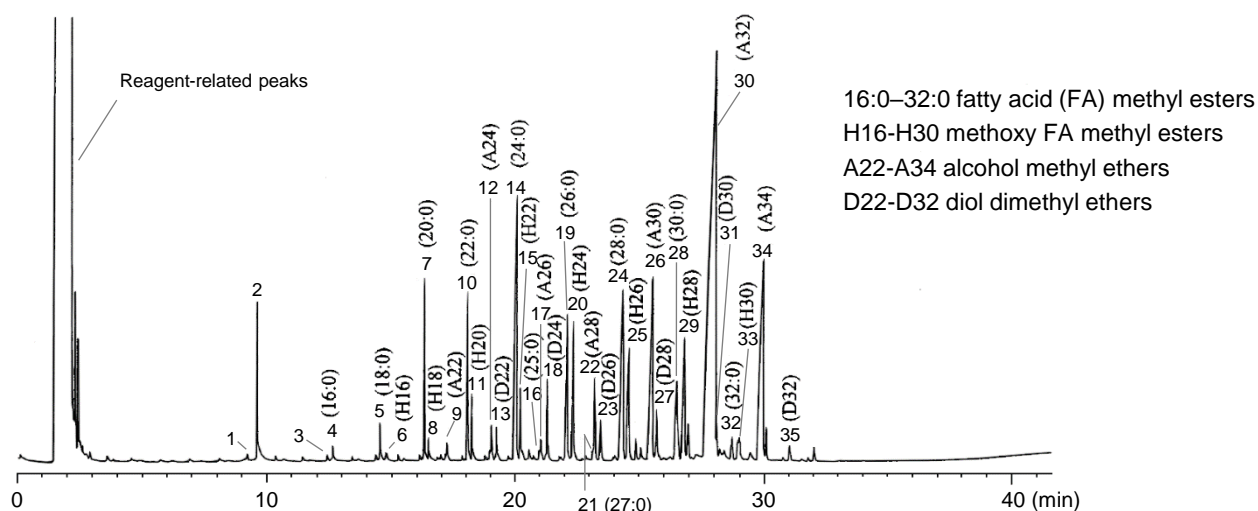


Fig. 1. 反応Py-GCにより得られたカルナウバワックス試料の典型的なパイログラム

熱分解炉温度: 500 °C, GCオープン温度: 50 °C (-10 °C/min) - 200 °C (-5 °C/min) - 250 °C (-10 °C/min) - 300 °C
分離カラム: Ultra ALLOY+1 (100%ジメチルポリシロキサン) 長さ30 m 内径0.25 mm 膜厚0.25 µm
キャリアーガス流量: 50 mL/min, カラム流量: 1.0 mL/min

* [L. Wang, S. Ando, Y. Ishida, H. Ohtani, S. Tsuge, T. Nakayama, J. Anal. Appl. Pyrolysis 2001, 58-59, 525-537.](#)より抜粋

Keywords : 天然ワックス, 反応Py-GC, TMAH, 組成分析, 有効炭素数

使用製品 : 多機能パイロライザー, UA+1

応用分野 : 天然有機材料分析

関連テクニカルノート : PYA2-012

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
<http://www.frontier-lab.com/>