

耐高温カラムを用いた GC 分析 ～けん化不良石けん分析を一例として～

キーワード：ガスクロマトグラフィー、高沸点化合物分析、石けん、原料残存の簡易分析

はじめに

ガスクロマトグラフィー(GC)は試料を熱気化してカラムで分離し、定性・定量を行う装置です。GC 分析は有機物分析において有用で汎用的に使われています。試料を気化させる必要があるため分析対象となるのは比較的 low molecular weight の化合物です。一方で、一般的に脂質のような高沸点化合物の分析は困難です。大阪産業技術研究所森之宮センターでは、高温条件下での中性脂質の分析が可能なキャピラリーカラム (Restek Rxi-65TG) を導入しており、中性脂質を分解することなく、そのままの状態で行うことができます(図 1)。本テクニカルシートでは、通常 GC では分析が困難なトリアシルグリセロール(TAG)を対象とした、けん化不良石けんの分析について紹介します。



図 1 装置の外観

試料調製

粉石けんに 10 wt% の牛脂を加えた模擬けん化不良石けんサンプルを調製しました。サンプル(50 mg)をマイクロチューブに秤量し、蒸留水(450 μ L)、エタノール(450 μ L)、ヘキサン(400 μ L)を加え、ボルテックスミキサーで攪拌して溶解しました。遠心して二層分離させ、上層(100 μ L)をヘキサン(500 μ L)で希釈し、GC に供しました。ブランクサンプルとして粉石けんのみも分析を行いました。

分析条件

GC: Shimadzu GC-2025、カラム: Restek Rxi-65TG (30 m, 0.25 mmID, 0.1 μ m)
SPL 気化室温度 360 $^{\circ}$ C、圧力 135 kPa、全流量 105 mL/min、カラム流量 1.01 mL/min、線速度 31.1 mL/min、スプリット比 100、DET (FID) 温度 365 $^{\circ}$ C、カラム温度 200 $^{\circ}$ C (0 min) \rightarrow 200 $^{\circ}$ C (1 min) \rightarrow 350 $^{\circ}$ C (8.5 min) \rightarrow 365 $^{\circ}$ C (23.5 min) \rightarrow 365 $^{\circ}$ C (35 min)

結果と考察

石けんは TAG のけん化によって製造されます。良品には TAG 原料は含まれませんので、GC 分析 TAG 由来のピークは観測されません(図 2 赤線)。一方で、けん化不良を想定した模擬けん化不良石けんの分析を行うと、10~27 分に TAG 由来のピークが観測されました(黒線)。また、標品との比較により、TAG を構成する脂肪酸の炭素総和と二重結合数も分かります。

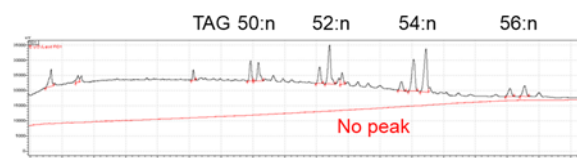


図 2 模擬けん化不良石けん(黒線)と粉石けん(赤線)の GC チャート

一般的に、石けんのけん化不良は JIS K3304 で評価できます。未反応原料成分は石油エーテル可溶分として検出され、その重量から定量できます。本法は未反応物の構造に関する情報を補完できることから、JIS 法との併用により精密な評価が可能となります。

まとめ

本シートでは高沸点試料の分析例として、石けん原料である TAG の GC 分析法を紹介しました。森之宮センターでは同カラムを装着した GC-MSMS 分析を行うこともでき、さらなる微量定性・定量分析も可能です。高沸点化合物の微量分析にぜひご活用ください。