— 速 報 —

高級脂肪族アミン酢酸塩のガスクロマトグラフィーおよび減圧下における加熱^{*1}

(昭和42年2月14日受理)

和 泉 学^{*2}

1 緒 言

ヘキサデシルアミン酢酸塩およびオクタデシルアミン酢酸塩は熱的に不安定で、たとえば、常圧下、130°C以上の加熱で、これらの塩は *N*-置換アミドに変化する¹⁾。しかるに、(1) 前報¹⁾と似たような高温条件で、これらの塩のガスクロマトグラフィーを行なうと、塩は *N*-置換アミドに変化しないで、相当する遊離のアミンと同一保持時間のピークとして検出されること、(2) 減圧 (2 mmHg) で加熱すると、これらの塩の大部分は *N*-置換アミドに変化しないで、そのままの構造で留出すること、の二つの事実を発見したので報告する。

2 試料および実験方法

2.1 試 料

(A) ヘキサデシルアミンおよびオクタデシルアミンの市販精留品、(B) これらを計算量の酢酸で中和して得た酢酸塩、および、(C) これらの酢酸塩を窒素気流中、常圧で 200°C、2 時間加熱して得た生成物を使用。

2.2 実験方法

ガスクロマトグラフィーは島津ガスクロマトグラフ GC-1C 型、水素炎イオン化方式検出器を使用。Link らの方法²⁾に準じて調製した 30% アビエゾン L-ダイアソリド M (60~80 メッシュ) を充テン剤とした内径 3 mm、長さ 112 cm のジュアルカラムで、カラム温度 230°C、試料気化室温度 340°C、キャリアーガスはヘリウム、試料はアセトン溶液として注入した。加熱装置は窒素ボンベ、50 ml ナス形フラスコ、トラップ、真空ポンプの順に、これらをガラス管とゴム管で連結したもの。トラップはドライアイス-エタノールで冷却、フラスコは自動温度調節油浴で加熱した。減圧加熱の場合は、フラスコにアミン酢酸塩 1 g を入れ、窒素バ

ージしたのち 2 mmHg に吸引し、所定温度の油浴で 2 時間加熱し、フラスコ残留物、ガラス連結管捕集物、トラップ捕集物について、収量、ガスクロマトグラム、赤外吸収スペクトルを測定した。

3 実験結果

3.1 ガスクロマトグラム

試料のアミンおよびこれらの酢酸塩はそれぞれまったく同一の保持時間を示した。常圧 200°C 加熱生成物は赤外吸収スペクトルから、相当する *N*-置換アミドであることを確認したが、このアミドは酢酸塩よりはるかに大きな保持時間を示した。

3.2 減圧加熱

装置各部における捕集物の加熱前の試料に対する収率 (%) と油浴温度との関係を表 1 に示した。

表 1 減圧加熱における捕集物の収率と油浴温度との関係

	ヘキサデシルアミン酢酸塩			オクタデシルアミン酢酸塩		
	120°C	150°C	200°C	120°C	150°C	200°C
フラスコ底部	65	15	10	75	80	5
フラスコ側壁部	5	20	—	10	5	—
ガラス連結管とトラップ	20	60	70	—	5	75
ゴム栓部などの損失	10	5	20	15	10	20

各捕集物のガスクロマトグラムから、フラスコ底部捕集物は大部分が相当する *N*-置換アミドで、少量のアミン酢酸塩を含み、フラスコ側壁部捕集物は *N*-置換アミドとアミン酢酸塩との混合物であり、ガラス連結管とトラップでの捕集物はほとんどアミン酢酸塩であるとの推定を下し得た。各捕集物の赤外吸収スペクトルは、いずれの塩の場合も、ほとんどのフラスコ底部捕集物は強い *N*-置換アミドの吸収のほか、かすかなアミン酢酸塩の特性吸収を示し、フラスコ側壁部捕集物は *N*-置換アミドおよびアミン酢酸塩の両方の特性吸収を示し、ガラス連結管およびトラップにおける捕集物は主としてアミン酢酸塩の特性吸収を示した。以上の結果から、2 mmHg の減圧加熱では、ヘキサデシルアミン酢酸塩は 150°C 以上で、オクタデシルアミン酢酸塩は 200°C で、その大部分が未変化の酢酸塩の形で留出することを確認し得た。本研究に協力された梶谷正美氏に厚く感謝の意を表する。

*1 本報を「脂肪酸誘導体およびその利用(第6報)」とする。

*2 Gaku IZUMI 工業技術院名古屋工業技術試験所：名古屋市北区平手町。

1) 和泉, 山田, 工化, 68, 2509 (1965)。

2) W. E. Link, R. A. Morrisette, A. D. Cooper, C. F. Smullin, *J. Am. Oil Chemists' Soc.*, 37, 364 (1960)。

昭和42年4月5日発行 (定価400円(送料30円))

発行所 東京都千代田区神田駿河台1丁目5番地

発行兼 東京都千代田区神田駿河台1-5 岩 城 広 吉

社団法人 日 本 化 学 会

印刷人 東京都新宿区市ヶ谷本村町 27 岩 永 吉 光

電話 東京 (292) 6161~6165

印刷所 東京都新宿区市ヶ谷本村町 27 新日本印刷株式会社

振替貯金口座 東京 6058 番

© 1967 The Chemical Society of Japan