

イオン液体を移動相として用いたセルロースの SEC 測定

Size Exclusion Chromatography of Cellulose by using ionic liquid as eluent

木質系バイオマス(リグノセルロース系バイオマス)は、主にセルロース、ヘミセルロース及びリグニンの3種から構成されています。このうち、セルロースは、グルコースがβ-1,4-グリコシド結合した構造をもち、各種溶媒への溶解性が極めて低く、SEC測定により分子量や分子量分布等の物性値の情報を得ることが難しい物質の1つです。従来、カドキセン法や、溶媒置換法(脱水した後、ジメチルアセトアミドに溶解させる)<sup>1)</sup>により分子量測定が行われてきました。

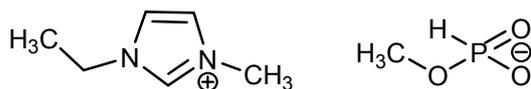
イオン液体とは、常温付近の温度において液体として存在する“塩”の総称で、図1に示すような構造をもつ物質です。酸と塩基の組み合わせによりホスホネート系やスルホニルイミド系等の多くの種類があります。一般の溶媒とは異なる溶質の溶解性を示し、極性の高い一部のイオン液体は、セルロースを溶解することが確認されています。

本報では、イオン液体を移動相として使用したセルロースのSEC測定例を紹介します。

移動相には、ホスホネート系イオン液体である1-エチル-3-メチルイミダゾリウムメチルホスホネート(図1、関東化学)を使用しました。カラムには、TSKgel SuperAWM-Hを用い、溶媒の粘度が高いため、流速を0.05 mL/minとしました。測定試料及び標準物質には、セルロース(Scientific Polymer)及びプルラン(Shodex)を用い、溶媒中に分散後、室温下に3日間静置することで溶解させました。

各試料のクロマトグラムを図2及び図3に示します。プルランによる良好な校正曲線が得られ、セルロースも良好なクロマトグラムが得られています。

本測定の基本技術を確立し<sup>2-5)</sup>、適切な御助言を頂きました東京農工大学大野教授及び金沢大学黒田特任助教に感謝致します。



1-エチル-3-メチルイミダゾリウム メチルホスホネート

図1 イオン液体の構造式

表1 分析条件

Column :	TSKgel SuperAWM-H (6.0 mmI.D. x 15 cm)	Concentration :
Eluent :	1-Ethyl-3-methylimidazolium methylphosphonate	Cellulose ; 1.0 g/L
Flow rate :	0.05 mL/min	Pullulan ; 0.2~0.5 g/L
Pressure :	2.2 MPa	
Injection volume :	100 μL	
Column temp. :	70 °C	
Detector :	RI	

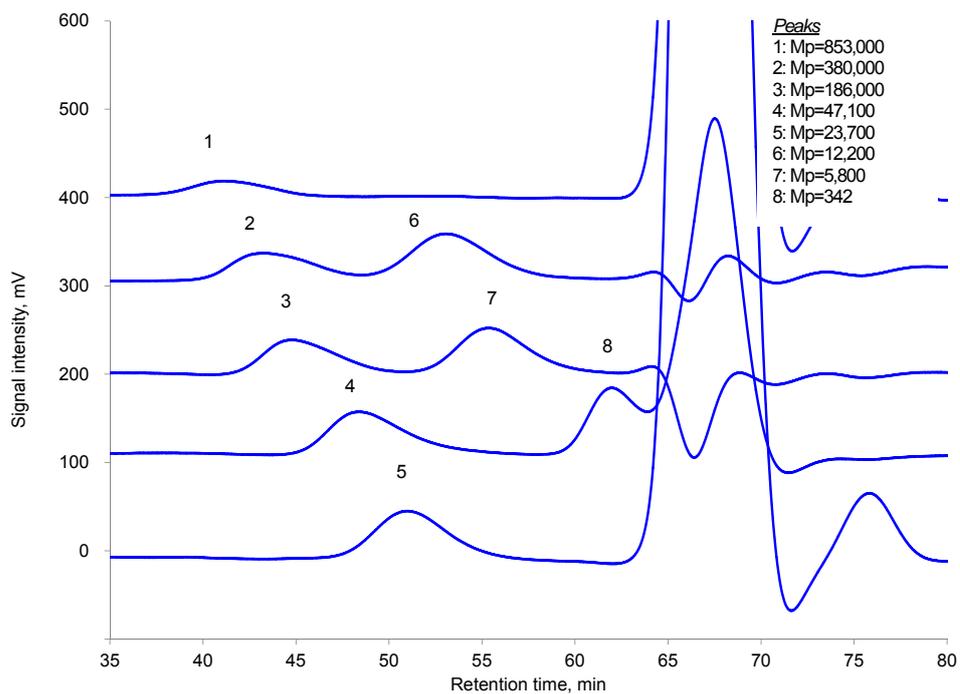


図2 プルラン標準物質のクロマトグラム

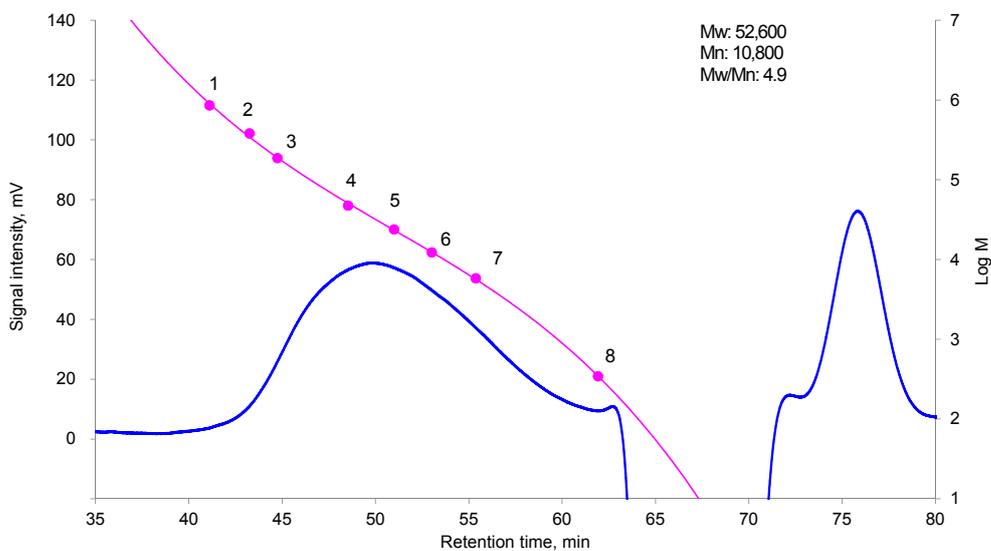


図3 セルロースのクロマトグラム

#### 引用文献

- 1) 柳澤正弘, 磯貝明, *Cellulose Commun.*, **12**, 1, 36-39 (2005).
- 2) K.Kuroda, Y.Fukaya, H.Ohno, *Anal. Methods*, **5**, 3172-3176 (2013).
- 3) K.Kuroda, Y.Fukaya, T.Yamada, H.Ohno, *Anal. Methods*, **7**, 1719-1726 (2015).
- 4) Y. Fukaya, K. Hayashi, M. Wada, H. Ohno, *Green Chem.*, **10**, 44-46 (2008).
- 5) Y. Fukaya, A. Tsukamoto, K. Kuroda, H. Ohno, *Chem. Commun.*, **47**, 1994-1996 (2011).