

GPC/SEC を使ったリグニンスルホン酸の 特性解析

著者

Mathias Glaßner,
Wolfgang Radke, and
Jasmin Preis
Agilent Technologies, Inc.

概要

Agilent MCX カラムを固定相とした、0.1 M 水酸化ナトリウム溶液でのリグニンスルホン酸の GPC/SEC 特性解析を説明します。2 種類の MCX 5 μm カラムセットで行われたリグニンベースのサンプルの分離を比較します。

はじめに

リグニン是最も豊富な天然ポリマーの 1 つです。正確な化学構造で説明することはできませんが、高度に分岐したフェノール成分で構成される複雑なポリマー類として説明できます。リグニンはほとんどの植物の細胞壁に見られ、製紙業の副産物として、100 万トン規模で生産されています。アルカリ塩なので水溶性です。近年、リグニン、およびリグニンに由来する材料が再生可能な原料として関心を集めています¹。リグノスルホン酸は界面活性剤として、コンクリートに応用されることがよくあります。一方、リグニスルホン酸はさまざまな接着剤や繊維添加剤のベースになっています。

実験方法

表 1 を参照してください。

結果と考察

リグニンベースのサンプルには多くの場合、スルホン酸群が含まれ、移動相として 0.1 M 水酸化ナトリウム溶液を使用すると、ナトリウム塩に変換されます。強い負電荷を持つ巨大分子の場合、通常、MCX カラムを使用することで効果的な GPC/SEC 分離ができます。

図 1 は、2 種類の MCX 5 μm カラムセットで行われたリグニンベースのサンプルの GPC/SEC 測定をグラフで表したものです。

3 本の MCX 5 μm 1,000 Å カラムと MCX 5 μm ガードカラムの組み合わせで構成される MCX 低分子量コンビネーションは、低分子量ポリアニオンの高分解能 GPC/SEC 分離用に設計されています。このカラムセットを使用してリグニンベースのサンプルを分離すると、オリゴマーの領域で良好な分解能を得られます。

表 1. 機器およびサンプル条件

	条件
ポンプ	イソクラテックポンプ 流量：1.0 mL/min 移動相：0.1 M 水酸化ナトリウム
注入システム	オートサンブラ 注入量：50 μL
カラム	MCX 低分子量コンビネーション： MCX 5 μm プレカラム、8 \times 50 mm (p/n MCA080505) MCX 5 μm 1,000 Å、8 \times 300 mm (p/n MCA0830051e3) MCX 5 μm 1,000 Å、8 \times 300 mm (p/n MCA0830051e3) MCX 5 μm 1,000 Å、8 \times 300 mm (p/n MCA0830051e3) MCX 中分子量 HR コンビネーション： MCX 5 μm プレカラム、8 \times 50 mm (p/n MCA080505) MCX 5 μm 1,000 Å、8 \times 300 mm (p/n MCA0830051e3) MCX 5 μm 100,000 Å、8 \times 300 mm (p/n MCA0830051e5)
温度	23 °C
サンプル濃度	2 mg/mL
検出器	可変波長 UV-Vis 検出器 (VWD) @ $\lambda = 254 \text{ nm}$
ソフトウェア	Agilent WinGPC

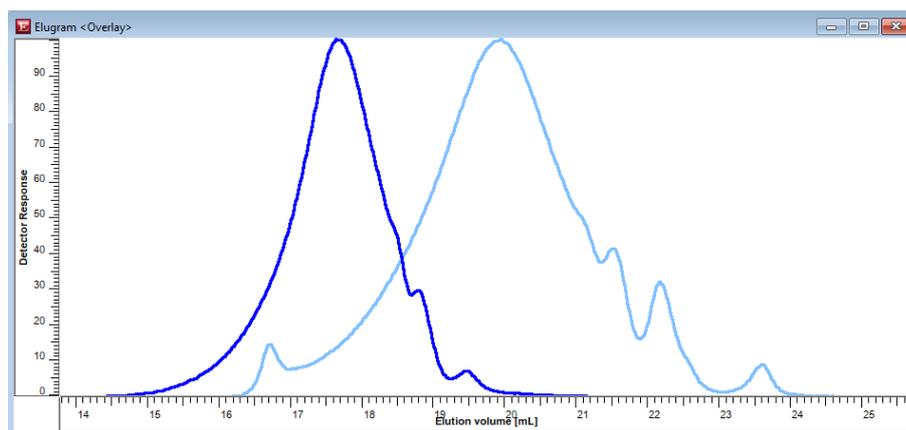


図 1. リグニンベースのサンプルの重ね表示 (254 nm での UV トレース、正規化後の検出器の反応)：MCX 低分子量コンビネーション (水色の線)、MCX 中分子量 HR コンビネーション (青色の線)

しかし、水色のサンプルクロマトグラムで溶出量約 16.5 mL あたりにある小さな山が示す通り、排除限界で少量のサンプルが溶出します。さまざまなリグニンのサンプルで同様のピークが見られたことは、このようリグニンのサンプルの分子量範囲全体を分離するには、MCX 5 μm 1,000 Å カラムの排除限界がやや低すぎたことを示しています。

MCX 5 μm ガードカラムと MCX 5 μm 1,000 Å および MCX 5 μm 100,000 Å カラムの組み合わせをベースにした高分離範囲を持つカラムセット (MCX 中分子量 HR コンビネーション) を使用すると、リグニンベースのサンプルは低溶出量領域にショルダーが入ることなく、完全に分離されますが、それでもオリゴマー分離の一部が確認できます。

結論

リグニンベースのサンプルは、固定相としての Agilent MCX カラムと、希釈した水酸化ナトリウム溶液を使用することで、GPC/SEC 測定できます。

参考文献

1. Calvo-Flores, F. G.; Dobado, J. A. Lignin as Renewable Raw Material. *Chem. Sus. Chem.* **2010**, *3*, 1227–1235.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE45254274

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020, 2023

Printed in Japan, March 2, 2023

5994-5720JAJP