

Application Data Sheet

No.95

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

バイオマス研究における、固体酸触媒反応によるリグニンモデル化合物分解生成物のGC-MS分析

Analysis of catalytic degradation products of lignin model compound using GC-MS in biomass research

バイオマス資源のエネルギーや化学品原料への変換技術の研究において、変換収率の改善や反応プロセスの解析が欠かせません。このような解析においては、揮発性成分の同定が重要であり、定性能力に優れたGC-MSが有用です。ここでは、リグニンモデル化合物を水溶液中で固体酸触媒を用いて分解させた反応液を前処理せずにGC-MSで直接分析した例をご紹介します。

木質系のバイオマスにおいて、リグニンはその20~30%を構成する物質ですが、強固な高分子構造をとり、反応性ととぼしく、分解が困難な物質です。しかし、その分解物であるアニソール、フェノール、グアイアコールなどは、有用な物質であるため、高い変換収率が得られる分解方法の研究が進められています。今回の触媒分解反応では、リグニンモデル化合物からグアイアコールが主として生成することを確認することができました。

また、真空排気に差動排気方式を採用したGCMS-QP2010Ultraを用いることによって、水溶液試料をGC-MSに直接注入しても良好な結果が得られました。

試料

今回実験に使用したリグニンモデル化合物(Guaiacylglycerol- β -guaiacyl ether)をFig.1に示します。

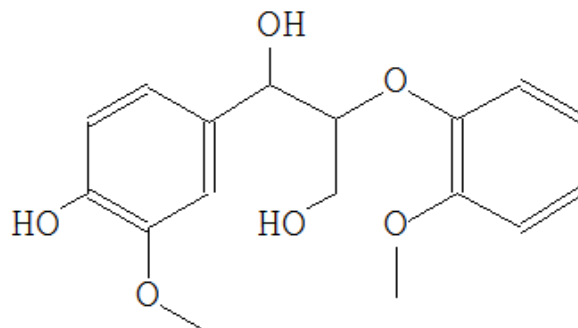


Fig. 1 Guaiacylglycerol- β -guaiacyl ether
($C_{17}H_{20}O_6$, 分子量:320, CAS番号:7382-59-4)

分析条件

Table 1 分析条件

GC-MS	:GCMS-QP2010Ultra		
カラム	:Stabilwax (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μ m)		
ガラスインサート	:スプリットインサートウール入り (PN:225-20803-01)		
[GC]		[MS]	
気化室温度	:230°C	インターフェース温度	:250°C
カラムオープン温度	:50°C(5分)→(10°C/分)→250°C(10分)	イオン源温度	:230°C
注入モード	:スプリット (スプリット比10)	測定モード	:スキャン
キャリアガス制御	:線速度 (50.0 cm/秒)	スキャンイベント時間	:0.30秒
注入量	:0.5 μ L	スキャン質量範囲	: m/z 15 – 550
		スキャンスピード	:2,000 u/秒

分析結果

リグニンモデル化合物としてGuaiacylglycerol- β -guaiacyl ether を、水溶液中で固体酸触媒を用いて分解した分解液を前処理せずにGC-MSに直接注入して測定した結果をFig.2と3示します。今回の分解反応では、Fig.2に示すように、ピーク1のグアイアコール(o-Guaiacol)が主に生成することを確認することができました。なお、今回実験に使用したリグニンモデル化合物自身は、注入口での気化時における分解等のためGC-MSでは検出することはできませんでした。

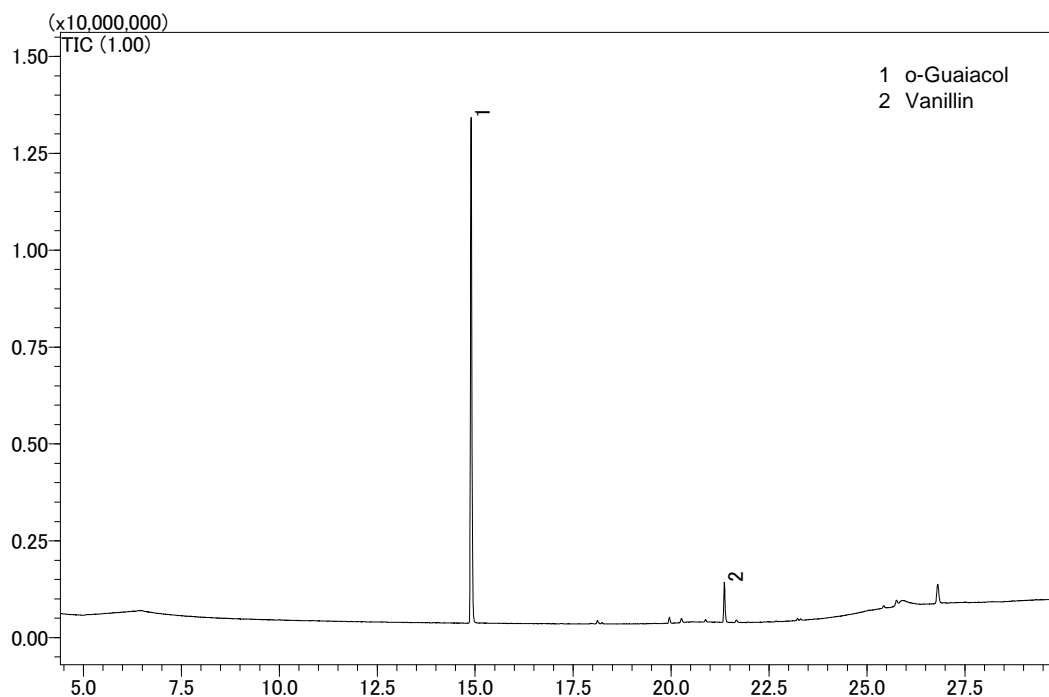
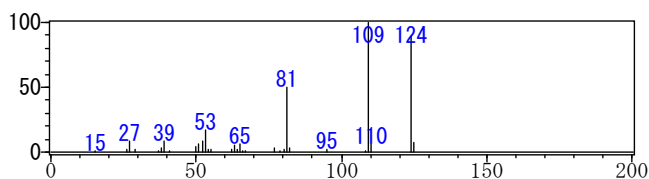


Fig. 2 分解液のトータルイオンカレントクロマトグラム

Peak No1: o-Guaiacol



Peak No2: Vanillin

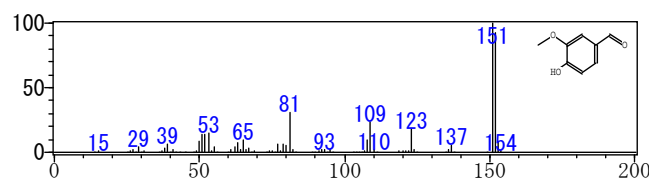
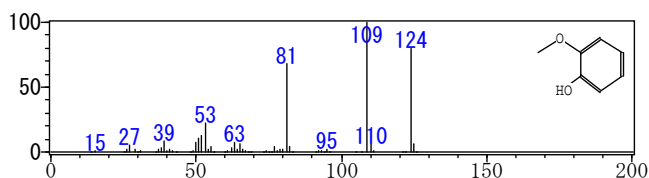
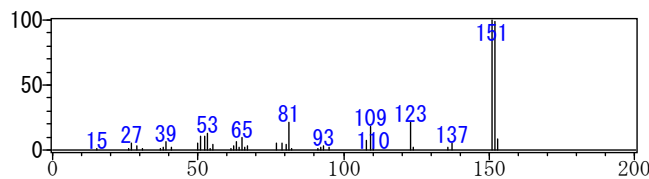


Fig. 3 マスペクトル (上段:ピークNo1と2のマスペクトル, 下段:ライブラリ検索結果のマスペクトル)

※ 試料は国立大学法人東京工業大学応用セラミック研究所 原亨和先生にご提供いただきました。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

初版発行：2013年11月
© Shimadzu Corporation, 2013