

Application Data Sheet

No.94

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グルコース分解生成物のGC-MS分析

Analysis of catalytic reaction products of glucose 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、グルコース水溶液に固体酸触媒を加えて加熱した反応液を前処理をせずにGC-MSで直接分析した結果をご紹介します。

現在、木質系バイオマスの利用において、その約60から70%を占めるセルロースからグルコースへの変換が可能となっています。今回の触媒反応では、さらにグルコースを原料として主にヒドロキシメチルフルフラールが生成することを確認することができました。ヒドロキシメチルフルフラールは、医薬品、化成品原料として高い付加価値を持つ化合物です。また、乳酸などの低級有機酸化合物の存在も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を得ることができました。

反応の流れ

グルコースが固体酸触媒によりヒドロキシメチルフルフラールに変換される機構をFig.1に示します。

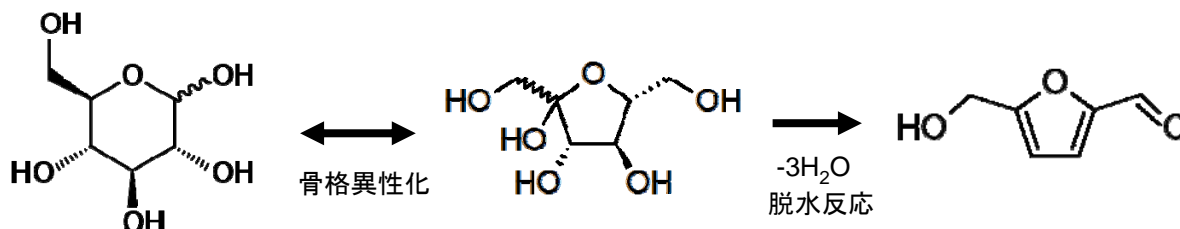


Fig. 1 グルコースの触媒反応

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 μm)		
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 μL	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

グルコース水溶液に固体酸触媒を加えて加熱した反応液を、前処理せずにGC-MSに直接注入して測定した結果をFig. 2, 3に示しました。主反応生成物であるピーク10の5-ヒドロキシメチルフルフラール(5-Hydroxymethylfurfural)のほか、ギ酸、酢酸、乳酸などの低級有機酸化合物も確認されました。化合物の推定はNIST ライブラリによるシミュラティ検索結果をもとに行いました。

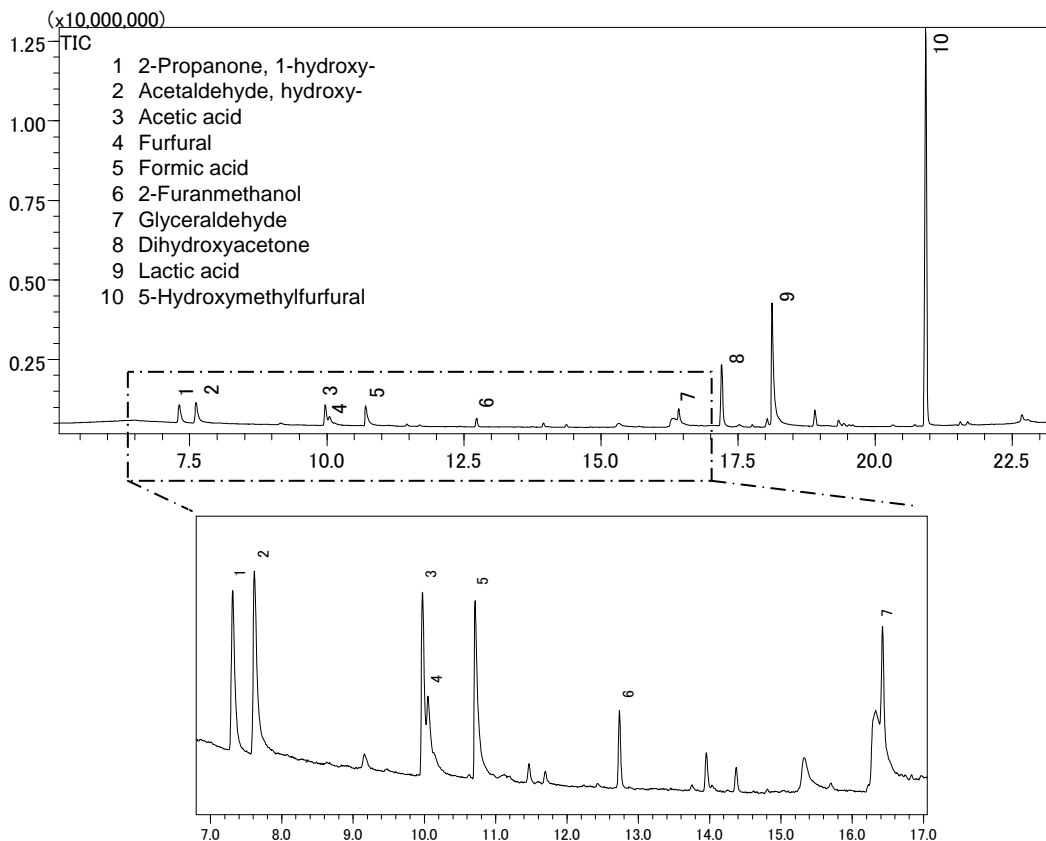


Fig. 2 反応液のトータルイオンカレントクロマトグラム

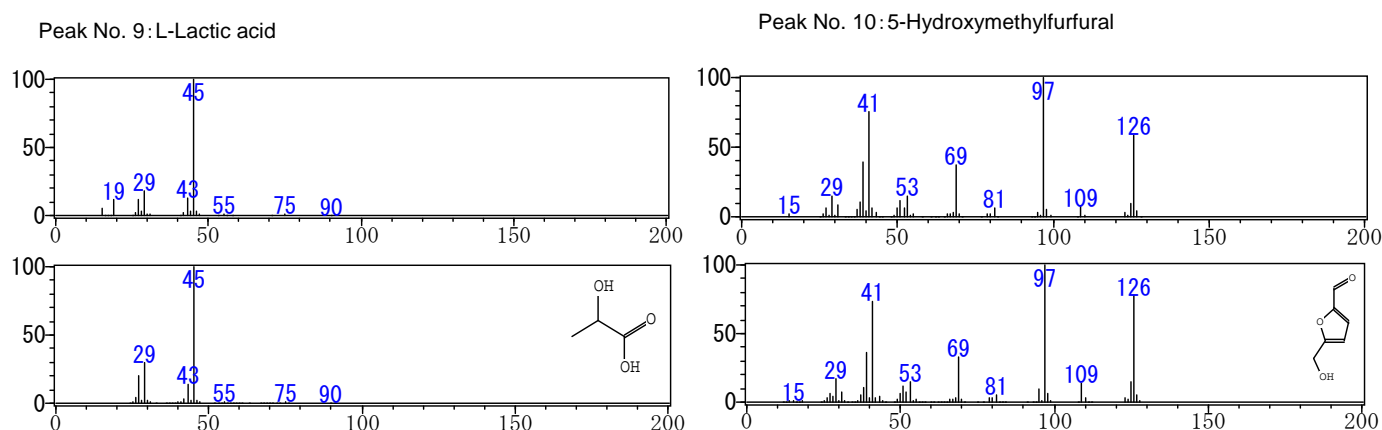


Fig. 3 マスペクトル (上段:ピーク9と10のマスペクトル, 下段:ライブラリ検索結果)

※ 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著者に帰属しており、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