

# ヨウ化アルミニウムを用いたクラフトリグニンのポリオール化

森林資源科学講座 森林化学分野  
塩澤 洋介

(緒言)工業リグニンを原料とし、芳香核を数多く有するポリオールを製造することを目的として、本研究では、アリーールアルキルエーテル結合を温和な条件下で効果的に開裂する試薬として知られるヨウ化アルミニウム (以下  $AlI_3$ ) を用い、クラフトリグニン (以下 KL) の水酸基量の増加を試みると共に、それに伴う低分子化挙動を検討した。また、KL の  $AlI_3$  処理物を原料に用いてポリエステルを調製した。

## (実験)1. $AlI_3$ と KL との反応

KL を  $AlI_3$  のアセトニトリル溶液に加えて、窒素雰囲気下、還流温度で 4.5 時間反応した。 $AlI_3$  の添加比は KL に対し重量で 2、6、10、および 20 倍とした。反応物をクロロホルム可溶部、水可溶部および不溶部に分けた。

## 2. 水酸基の定量および分子量測定

KL およびその  $AlI_3$  処理物をアセチル化し、アセチル化物をケン化した。その後、中和・遠心分離し、上澄み中の遊離酢酸を GC で定量することにより、水酸基量を計算した。また、SEC 分析により、ポリスチレン、リグニン二量体モデルおよびアセトバニロンに対する相対分子量を測定した。

## 3. ポリエステルの調製

水酸化ナトリウム溶液に KL およびその  $AlI_3$  処理物のポリオール成分を溶解し、攪拌しながら、テレフタル酸ジクロリドをクロロホルムに溶解した溶液を滴下した。5 分間攪拌した後、アセトンを加え、ポリエステルをろ別した。

### (結果と考察)

KL の水酸基量に比べて、 $AlI_3$  処理後の不溶部の水酸基量は、どの添加条件の場合にも増加した (Fig. 1)。さらに、 $AlI_3$  添加量を少なくするにつれて水酸基量が増加したことから、少ない  $AlI_3$  添加量で効果的に水酸基量を増加させることが示唆された。また、KL に比べて、どの添加条件の場合にも低分子化が進行したことより、エーテル結合の開裂に伴い、水酸基量を増加させながら低分子化が進行していることが明らかとなった。

KL をポリオール成分としたときのポリエステルの収率は 72 % だった。2 倍添加条件不溶部をポリオール成分とした時の収率は 79 %、6 倍添加条件不溶部をポリオール成分とした時の収率は 77 % となり、KL を  $AlI_3$  で処理することにより、ポリエステルの収率をわずかではあるが向上させることに成功した。このことは、ポリエステル合成の反応拠点の一つである水酸基量を増加させたことにより、高分子化反応が起こりやすくなったことを示す。

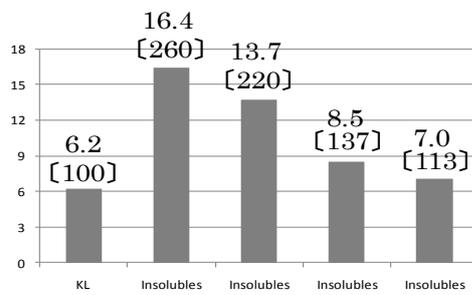


Fig.1 Hydroxyl group content (unit: mmol/g) numbers in parenthesis: molar percentage on -OH group of KL