

水酸化ピロリジニウム水溶液と二酸化炭素を用いたセルロースマテリアルの開発(I) -セルロース溶解性の評価-

(上智大理工) ○松井新大・Deandra Ayu Putri・Morgan Leslie Thomas・竹岡裕子・陸川政弘・藤田正博

Development of Cellulose Materials Using Aqueous Pyrrolidinium Hydroxide and Carbon Dioxide (I) -Evaluation of Cellulose Solubility- (*Department of Materials and Life Sciences, Sophia University*) ○Arata Matsui, Deandra Ayu Putri, Morgan Leslie Thomas, Yuko Takeoka, Masahiro Rikukawa, Masahiro Yoshizawa-Fujita.

Cellulose dissolution commonly involves the use of toxic solvents and the release of chemicals. A process for dissolving and regenerating cellulose under mild conditions is preferred. It has been reported that cellulose can be regenerated *via* the reaction between hydrogen carbonate and hydroxide ion (OH^-) in the superbase solvent.¹⁾ In this study, CO_2 gas was added to aqueous pyrrolidinium hydroxide solution ([P14][OH] aq.) to investigate cellulose solubility. The results of the ^{13}C NMR measurements showed that the peak based on carbonyl group, which was not observed before the reaction with CO_2 , shifted to higher fields as the CO_2 inflow time increased. These results suggest that the anion species changed in the order of $\text{OH}^- \rightarrow \text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{HCO}_3^-$ with CO_2 influx.

Keywords : Aqueous pyrrolidinium hydroxide; Ionic liquids; Carbon dioxide; Cellulose

セルロース溶解における、毒性の高い溶媒の使用や化学物質の環境中への放出が問題とされ、温和な条件下でセルロースを溶解および再生するプロセス構築が求められる。本研究では、セルロース溶解能を有する水酸化ピロリジニウム水溶液([P14][OH] (図 1) aq.)を作製し、 CO_2 を加えることで、セルロース溶解性を変化させ¹⁾、セルロース加工技術の構築を検討した。水分量 50 wt%、 25°C に調整した [P14][OH] aq. をフラスコに入れ、 CO_2 ガスを 100 mL min^{-1} の速度で流入させた。5 分毎にサンプル溶液を採取し、 ^{13}C NMR 測定によってアニオン構造を調査した。各 CO_2 流入時間における[P14][OH] aq. の ^{13}C NMR スペクトルを図 2 に示す。 CO_2 流入後にカルボニルに基づくピークが観測された。 CO_2 流入時間の増加に伴い、カルボニル基のピークが高磁場シフトし、アニオン種が $\text{OH}^- \rightarrow \text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{HCO}_3^-$ の順で変化したことが示唆された。セルロースを溶解した[P14][OH] aq. に CO_2 を流入させた結果、無色透明のヒドロゲルが得られた。

1) Nguyen, M.; Kragl U.; Barke I.; Lange, R.; Lund H.; Marcus, F.; Springer, A.; Aladin V.; Corzilius B.; Hollmann, D. *Commun. Chem.* 2020, 3.

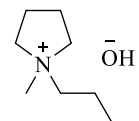


Figure 1. Chemical structure of [P14][OH].

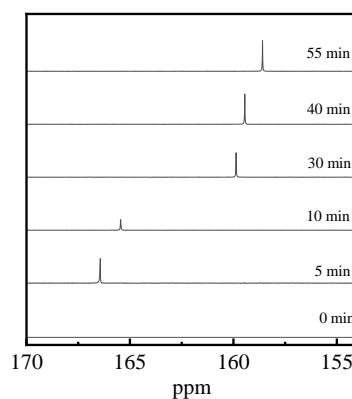


Figure 2. ^{13}C NMR spectra of [P14][OH] aq. at each inflow time of CO_2 gas.