

真球状リグニン粒子表面に吸着した CTAB 定量分析

20T7-046 安達 莉央斗

指導教員：宮脇 健太郎 吾郷 万里子

1. 研究の背景・目的

河川環境には水質問題の 1 つに濁水がある。濁水によって水域の汚濁が進行し、また魚類等の生物に影響をあたえ生態系が崩れてしまう可能性がある。この濁水を改善するために高分子凝集剤が用いられるが、環境に対して影響が少なく、かつ安価で入手しやすいものでなければならない。そこで本研究では木質由来の成分であるリグニンに注目し、環境に適合する凝集剤としての応用を検討した。

濁水の原因となる懸濁物質の多くは、表面が負に帯電していることから、これらを効率よく沈殿させるために、カチオン系の凝集剤を使用する必要がある。天然のリグニンの表面は負に帯電しているため、このままでは凝集効果が期待できない。したがって、あらかじめリグニン表面をカチオン化する必要がある。本研究では、カチオン化資材として、カチオン系界面活性剤である、臭化セチルトリメチルアンモニウム (CTAB $C_{19}H_{42}BrN$) を使用することにした。

リグニンをカチオン化するに当たり、リグニン表面における CTAB の吸着量を定量する必要がある。また、リグニンのカチオン化過程においては、CTAB のミセル化の防止のため、CTAB 濃度を精密に制御する必要がある。そこで本研究では吸着によるリグニン表面のカチオン化ならびに、CTAB 吸着量の定量分析を行うことを目的とする。

2. 研究方法

2.1 CTAB 水溶液を用いたリグニン表面への吸着 CTAB を電子天秤で 72.8mg 測りとり 500mL メスフラスコで 0.4mM の濃度の CTAB 水溶液を作製した。リグニンサンプルは吾郷らが開発した真球状のリグニン粒子（平均粒径約 1 μ m）を用いた。リグニンサンプルを 40mg 電子天秤で

精秤し、ろ過水を 20mL 入れ、0.4mMCTAB 水溶液を 2,4,6,8,10,12,14,16,20mL ずつ添加し、超音波バスを使いながらダマが残らないように攪拌し、40 時間後沈殿の様子を記録した。この操作を 3 セット行った。

2.2 分光光度計による吸光度を CTAB 吸着量の定量

リグニンに吸着された CTAB の量を求めるため、分光光度計(UV-1700, Shimadzu)を使用し、検量線を作成するため、リグニン試料の入っていない濃度 0.01,0.02,0.03,0.04,0.05,0.3mM の各 CTAB 溶液に、1-ブタノール 10mL と 1.81818mmol/L クロムアズノール 1mL を添加し赤紫色に発色させた。1 日後、上澄み 470~520nm における吸光度を測定した。縦軸に吸光度、横軸に CTAB 濃度を取り、検量線を作成した。またリグニン入りの各 CTAB 溶液を遠心分離し、次いで、シリンジフィルターでろ過し、固形分を取り除いた。この溶液 30mL に、1-ブタノール 10mL と 1.81818mmol/L クロムアズノール 1mL を添加し、上澄みの吸光度を測定した。その後検量線をもとに濃度を算出した。

2.3 カチオン化リグニンの凝集試験

カチオン化リグニンの凝集試験では、500mL の濁水試料を 1L のビーカーに取り、そのビーカーをジャーテスターセットした。初めに急速攪拌を行い、約 150rpm で 5 分間攪拌した。その後、緩速攪拌に切り替え、約 40rpm で 15 分間攪拌した。試験が開始されると同時に凝集剤を追加し、攪拌後は 30 分間放置した。この時間経過後、上澄みの濁度を測定した。

3. 結果と考察

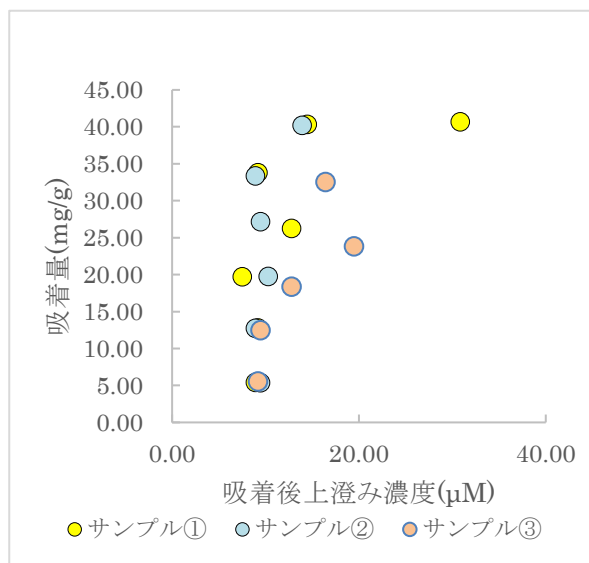


図 1, 吸着後上澄み濃度あたりの吸着量(mg/g)

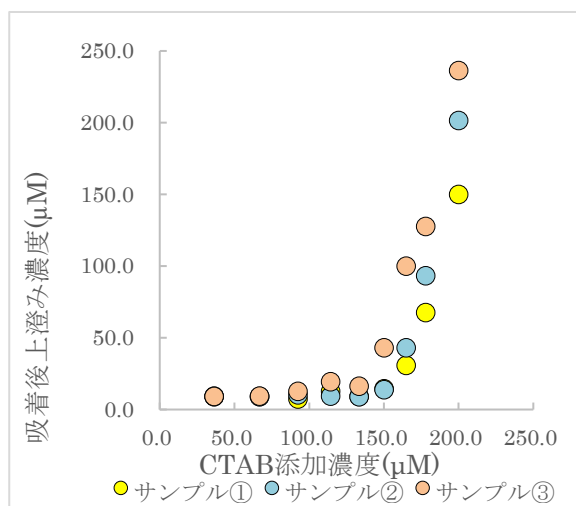


図 2,CTAB 添加濃度による上澄み濃度の変化

測定した吸光度を検量線に入れ吸着後の上澄みの濃度を割り出しリグニン粒子 1g あたりの吸着量(mg/g)を算出した。CTAB 添加濃度 150 μ M までは, CTAB 分子がリグニン粒子表面にほとんど吸着するため上澄み濃度がほぼ 0 となった。150 μ M を超えると急激に上澄み濃度が増加した。このことは吸着できなかった CTAB が上澄みに残るためであることを示している。なお, 150 μ M 付近では, リグニン粒子表面に吸着する CTAB 量は約 40mg/g であった。凝集剤効果を調べるためには, CTAB 添加濃度 150 μ M 以下で調製したリグニン粒子サンプルが望ましい。150 μ M 以上で調製したリグニン粒子サンプルでは, 過剰な CTAB 分子が上澄みに存在している

ため, リグニン粒子の効果かどうかを判別しにくくなってしまう。

懸濁水の濁度			
263.3			
	カチオン化リグニン	CTAB のみ	リグニンのみ
2mL	405.3	119.3	534.0
4mL	404.0	80.0	514.7
6mL	364.7	71.3	534.0
8mL	408.7	75.3	508.7
10mL	336.7	67.3	590.0
12mL	173.3	63.3	527.0

表 1,凝集試験濁度測定結果

凝集実験の結果としては, カチオン化リグニンには凝集効果があり, リグニン粒子表面に吸着している CTAB が多いほうが凝集効果はあると考えられる。

今後の展望

本実験において, カチオン化リグニンが凝集効果を示した。ただし, この結果においては, カチオン化リグニン粒子の濁度を考慮しておらず, カチオン化リグニンを過剰に投入してしまい, 逆に懸濁液を濁らせてしまった可能性が考えられる。そのため, 今後の測定では, カチオン化リグニン粒子の濁度も詳細に検討し, 適切な投入量を見極めるために過剰な投入が懸念されないような実験条件を検討する必要がある。

参考文献

- (1) Ago, M.; Huan, S.; Borghei, M.; Raula, J.; Kauppinen, E. I.; Rojas, O.J. High-Throughput Synthesis of Lignin Particles (~ 30 nm to ~ 2000 nm) via Aerosol Flow Reactor: Size Fractionation and Utilization in Pickering Emulsions. ACS Appl. Mater. Interfaces 2016, 8 (35).
- (2) Gurses A, Yalcin M, Sozbilir M, Dogar C. Fuel Processing Technology, 2003, 59.
- (3) Subhadeep B, Anjali P Spectrophotometric determination of cationic surfactants in aqueous media using chrome azurol S as colour forming agent 2020, 2~5,