

GPC/SEC を使ったヒドロキシプロピルセルロースの特性解析

著者

Thorsten Hofe
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、2 種類の典型的なヒドロキシプロピルセルロース（HPC）サンプルの GPC/SEC 分離について述べます。GPC/SEC は、ポリマー材料のさまざまな物理的特性に影響を与える特性であるポリマーの分子量分布（MWD）を評価する手法としてよく知られています。

はじめに

HPC は O-ヒドロキシプロピル変性セルロースの一種です。このポリマーは比較的温度の低い水（45 °C 未満）や、ジメチルスルホキシド（DMSO）のような極性有機溶媒に溶けます。HPC はゲル化や粘度付与などの特性を持ち、食品業界や医薬品業界で広く使われています。粘度付与特性は、モル質量に強く依存します¹。

HPC は熱応答性ポリマー族に属します。一定の温度（HPC の場合は 48 °C）になると、水分子と HPC の間の水素結合が破壊され、ポリマーは徐々に疎水性を増し、水中に沈殿します。

実験方法

表 1. 機器およびサンプル条件

	条件
ポンプ	イソクラティックポンプ 流量：1 mL/min 移動相：ジメチルスルホキシド、臭化リチウム 5 g/L
注入システム	オートサンブラ 注入量：20 µL
カラム	Agilent GRAM 10 µm プレカラム、8 × 50 mm (p/n AMA080510) Agilent GRAM 10 µm リニア、8 × 300 mm (p/n AMA083010lin)
温度	60 °C
サンプル濃度	3 ~ 5 mg/mL
キャリブレーション	Agilent ReadyCal キット ポリメタクリル酸メチル (p/n PSS-MMKITR1)
検出器	示差屈折率 (RI) 検出器
ソフトウェア	Agilent WinGPC

結果と考察

移動相として 0.5 % 臭化リチウムを含む DMSO、固定相として GRAM 10 µm リニアカラムと 10 µm ガードカラムを使用して 2 種類の HPC サンプルを分析しました。

図 1 に溶出図の重ね表示を示します。

ポリメタクリル酸メチル (PMMA) 標準物質を使って、従来のキャリブレーションを実行すると、図 2 のような相対 MWD 分析ができます。モル質量の測定値は絶対値ではありません。

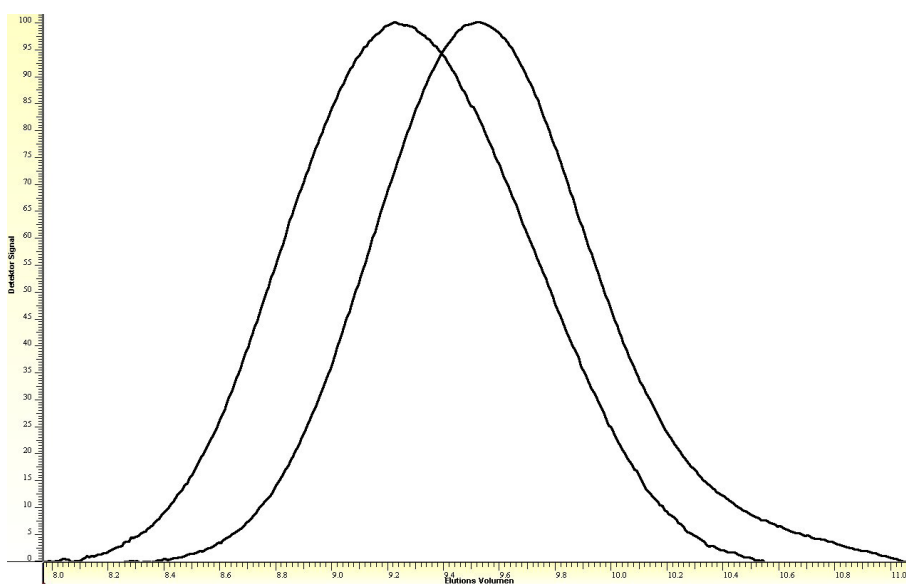


図 1. HPC サンプル 2 種類の重ね表示 (RI トレース、正規化後の検出器の反応)

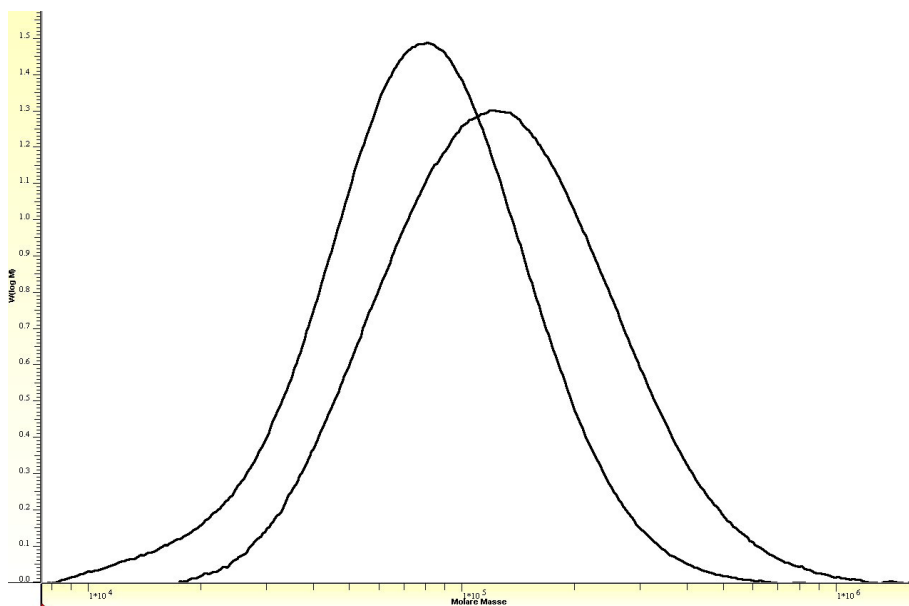


図 2. HPC サンプル 2 種類の MWD の重ね表示 (PMMA 標準物質、Agilent ReadyCal キット PMMA [p/n PSS-MMK1TR1] を使ったキャリブレーションに基づく)

結論

塩を含む DMSO と Agilent GRAM カラムを使って、堅牢性と信頼性に優れた GPC/SEC で HPC サンプルを分析することができました。DMSO などの極性有機溶媒を使用する場合の固定相には GRAM が推奨されます。

参考文献

1. Wüstenberg, T. Cellulose und Cellulosederivate. *Behr's Verlag DE*, 2013, pp 225–238.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE12856786

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020, 2023

Printed in Japan, February 17, 2023

5994-5719JAJP