

ポリスルホンメンブレンにおける 分子量カットオフの測定

著者

Daniela Held* and Peter Kilz

*Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、GPC/SEC を用いたポリスルホンメンブレンの分子量カットオフの測定を説明します。

はじめに

ポリスルホンには、再現性特性があるため、ポアサイズの制御が可能なメンブレンを製造しやすくなります。このようなメンブレンは、血液透析などの用途に利用されますが、排水回収や飲食料品の処理にも使えます。ポリスルホンメンブレンから作られたカートリッジは、極めて低い差圧で、非常に高い流量を実現します。

ポリスルホンメンブレンには次のような特徴があります。

- 平均ポアサイズとポアサイズ分布
- 分子量カットオフ (MWCO)
- サイズの選択性
- ろ過の挙動
- シープ曲線とリテンション効率
- 結合または非結合効率
- ポアのアクセス性
- 化学的、物理的、および生物学的安定性
- 疎水性特性
- 目詰まり

最後の 2 つを除き、このリストにあるすべての特性は、わずか 1 回のろ過実験と、それに続く GPC/SEC 特性解析で簡単に測定できます¹。GPC/SEC は確実で高速なメソッドで、GxP または FDA 21CFR11 への準拠を必須とする規制対象ラボでも簡単に確立できます。

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：H ₂ O、0.1 M NaCl
注入システム	オートサンプラ 注入量：100 µL
カラム	Agilent SUPREMA 中分子量コンビネーション： Agilent SUPREMA 5 µm プレカラム、8 × 50 mm (p/n SUA080505) Agilent SUPREMA 5 µm 30 Å、8 × 300 mm (p/n SUA0830053e1) 2 × Agilent SUPREMA 5 µm 1,000 Å、8 × 300 mm (p/n SUA0830051e3)
温度	23 °C
サンプル濃度	2 ~ 3 mg/mL
キャリブレーション	Agilent ReadyCal キット デキストラン (p/n PSS-DXTKITR1)
ろ過サンプル	原液：デキストラン、分子量が広範囲に分布
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

ろ過実験

このメンブレンには、メンブレンのポアサイズ範囲全体をカバーする原液をろ過するという特徴があります²。分子量が広い範囲に分布するデキストランサンプルを使用します。

GPC/SEC 実験

原液、ろ過液、および (オプションで) 保持液の測定には、RI 検出器を搭載した従来の GPC/SEC システムを使用します。

表 1 に GPC/SEC 条件を示します。正確な結果を得るためには、高精度のポンプと高分解能のカラムの使用、および内部標準の補正を推奨します。

データ評価

ろ過液と原液の GPC/SEC トレースを重ね表示しました。図 1 は、原液と、2 種類のポリスルホンメンブレン A と B によるろ過液の RI 信号を重ね表示したものです。また、図 2 は原液と、メンブレン C のろ過液の場合の重ね表示です。

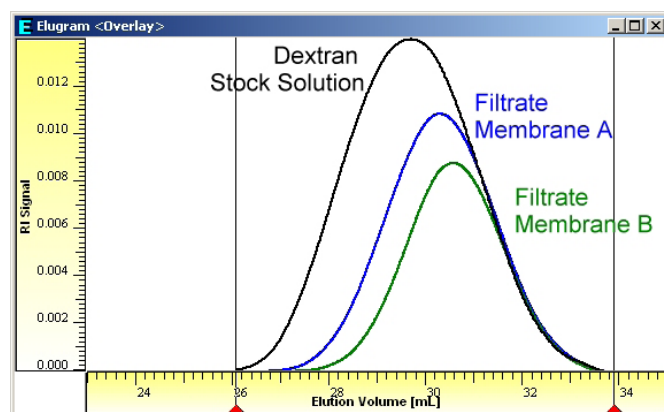


図 1. メンブレン A と B の RI 信号の重ね表示

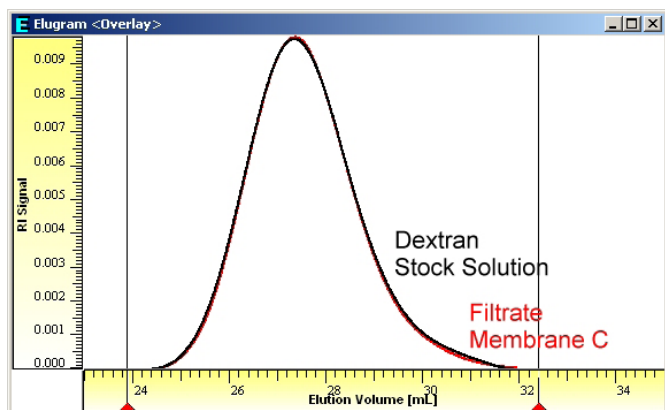


図 2. 不具合のあるメンブレン C の RI 信号の重ね表示

これらのグラフは、ろ過の挙動という点で、メンブレン A と B が異なることを示しています。予想どおり、モル質量が高い、または分子が大きい（低溶出量で溶出した）ほど、メンブレンを通過できず、どちらのろ過液にも現れません。

しかし、メンブレン C が不良品であることは間違いありません。これは、原液とろ過液で測定された RI 信号の形状や領域に差がない、つまり、モル質量全体が完全にこのメンブレンを通過しているからです。

シープ曲線の計算には次の式を用いました。

$$\text{シープ曲線} = 1 - \left(\frac{\text{ろ過液}}{\text{原液}} \right)$$

図 3 は、結果として得られたメンブレン A と B のシープ曲線と、対応するモル質量のグラフです。このモル質量は、デキストラン検量線を使って求めました。また、5 種類の限界値 (%) の分子量カットオフ値 (MWCO) も表示されています。その他に得られる結果には、例えば、平均ポアサイズやメンブレンの選択性などがあります。

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おりません。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。

RA44964.6081481481

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Printed in Japan, March 2, 2023

5994-5764JAJP

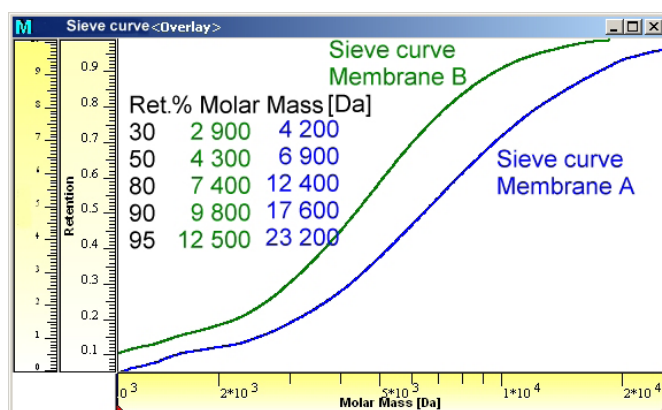


図 3. メンブレン A と B のシープ曲線と MWCO

結論

堅牢性と信頼性に優れた GPC/SEC は、ポリスルホンメンブレンの分子量カットオフ分析に使用できる強力なツールです。例えば、モル質量が広く分散したデキストランを原液、Agilent SUPREMA カラムセットを固定相、塩化ナトリウム水溶液を移動相として使用できます。また、Agilent WinGPC ソフトウェアを使って、シープ曲線や分子量カットオフ値をグラフ化できます。

参考文献

1. P. Kilz, P.; Viktorin, M. Quality Control and Advanced Characterization of Membranes. *LC/GC Europe* **2007**, *20*(4), 224–230.
2. Kilz, P. Characterization of Membranes by SEC. *Polym. Sci. Mat. Eng.* **1997**, *77*, 56.