

ポリスチレンスルホン酸の特性解析

添加材として有機溶媒を使用しない水溶液の GPC/SEC 分析

著者

Mathias Glaßner and
Jasmin Preis
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、水性アルカリ性条件下での Agilent MCX カラムを用いたポリスチレンスルホン酸 (PSA) の GPC/SEC 特性解析について説明します。

はじめに

ポリスチレンスルホン酸 (PSA) は、ポリスチレンのスルホン化、またはスチレンスルホン酸 (アルカリ塩) の重合により調整されます。PSA は、水媒体に良く溶ける強ポリアニオンです。しかし、各モノマーに存在するフェニル基が疎水性の原因となり、これが GPC/SEC 分析中、相互作用のない分離を妨げます¹。

MCX カラムは、多孔質スルホン化スチレンジビニルベンゼン粒子をベースにしているため、アセトニトリルやメタノールなどの有機溶媒を加えることなく、水性移動相に含まれる PSA などの強アニオン巨大分子のクロマトグラフィーを堅牢かつ信頼性を持って実施できます。この固定相は塩基性条件下でアニオン性表面を持ち、MCX カラムは pH 7 ~ 13 の水溶性溶液液に含まれるポリアニオンの GPC/SEC 分析に最適です。

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：0.067 M リン酸水素二ナトリウム水溶液
注入システム	オートサンプラ 注入量：20 μ L
カラム	MCX 高分子量コンビネーション： MCX 10 μ m プレカラム、8 \times 50 mm (p/n MCA080510) MCX 10 μ m 1,000 \AA 、8 \times 300 mm (p/n MCA0830101e3) MCX 10 μ m 100,000 \AA 、8 \times 300 mm (p/n MCA0830101e5) MCX 10 μ m 10,000,000 \AA 、8 \times 300 mm (p/n MCA0830101e7)
温度	23 $^{\circ}$ C
サンプル濃度	2 ~ 3 mg/mL
キャリブレーション	Agilent kit ポリスチレンスルホン酸ナトリウム塩 (p/n PSS-PSSKIT)
検出器	可変波長 UV-Vis 検出器 (VWD) @ $\lambda = 254$ nm 示差屈折率 (RI) 検出器
ソフトウェア	Agilent WinGPC

結果と考察

0.067 M リン酸水素二ナトリウム水溶液などの pH 約 9 の塩基性移動相を使用すると、高分子スルホン酸サンプルがポリスチレンスルホン酸ナトリウム塩 (PSS) へ移動します。この固定相は、この条件下で同等の表面を持つため、堅牢性と信頼性に優れた GPC/SEC が可能になります。

図 1 に、MCX 10 μ m カラム 3 本と 10 μ m ガードカラム 1 本のセットを使って測定した、分散の広い PSS の溶出図を示します。

ポリスチレンスルホン酸ナトリウム塩標準を使った従来のキャリブレーションでは、図 2 に示すように、絶対モル質量を分析できます。

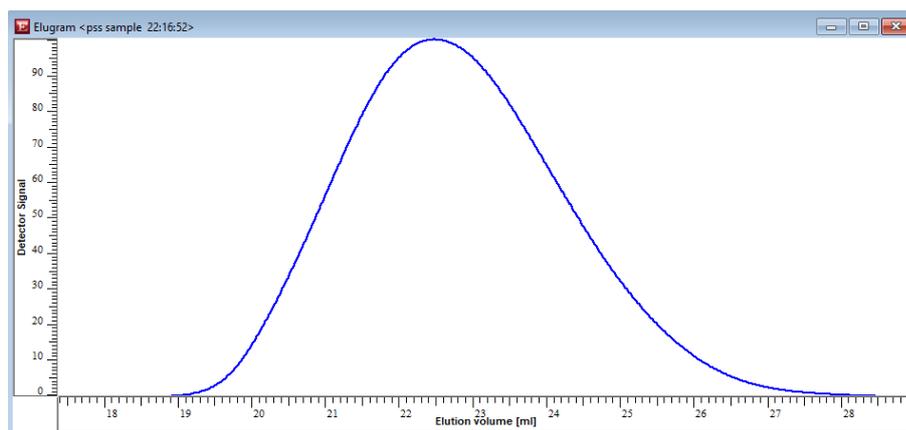


図 1. 分散の広い PSS サンプルの溶出図 (254 nm での UV トレース)

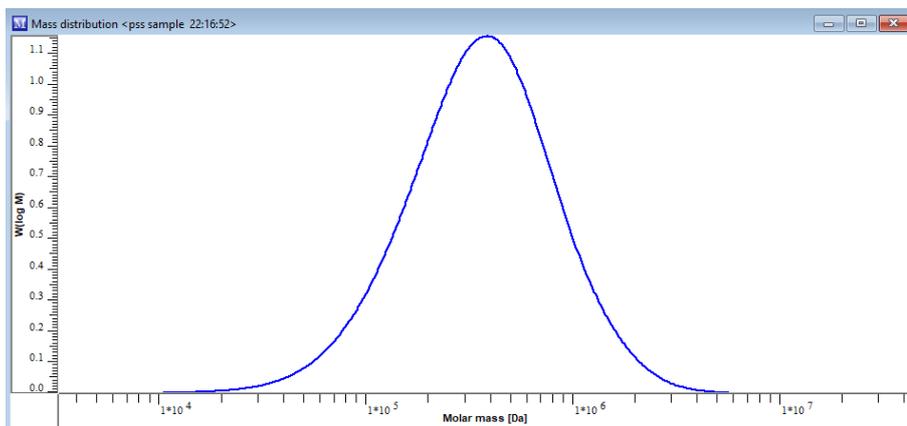


図 2. 分散の広い PSS サンプルの分子量分布 (MWD) (254 nm での UV トレース)

結論

Agilent MCX カラムを固定相として使用することにより、水性塩基性移動相 (0.067 M リン酸水素二ナトリウム水溶液など) で、有機溶媒を加えずに、PSA や PSS を堅牢かつ確実に GPC/SEC 分析できます。

参考文献

1. Coughlin, J. E. *et al.* Sulfonation of Polystyrene: Toward the "Ideal" Polyelectrolyte *J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem.* **2013**, 51, 11, 2416–2424.

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。

RA44974.3366782407

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
5994-5729JAJP