

## 標準ポリエチレンオキシドの水溶液保存安定性試験

標準ポリエチレンオキシド (SE-2~SE-150) は、市販のポリエチレングリコールとの組み合わせにより、水 (塩溶媒、緩衝液) 系、DMF あるいはアルコールなどの有機溶媒系を溶離液とした GFC (GPC) の校正曲線 (検量線) 作成のために広く用いられています。ポリエチレンオキシドの水溶液は、中性及びアルカリ性では安定であるが、pH 3~5 の領域の酸性、金属イオンや酸化剤の存在、紫外線による照射そして激しい攪拌により粘度が不可逆的に低下することが知られています。従って、キャリブレーション用としてポリエチレンオキシドを取り扱う場合、その水溶液での安定性には特に留意する必要があります。今回、水を溶離液とした GFC により、標準ポリエチレンオキシドを、水のみ、水/1% エタノール、水/5% エタノールに溶解し、さらにそれぞれを室温と冷蔵庫に分けて保存して、各クロマトグラムの経時変化の確認を行いました。

### 1. 実験

#### 1-1. 測定条件

カラム: TSKgel GMPW<sub>xL</sub> × 1 本

溶離液: 水

流速: 0.5ml/min.

温度: 40°C

注入量: 50 μl

検出: RI

使用装置: CCPM-II, AS-8010, CO-8010, RI-8022,  
SC-8020

#### 1-2. 試料

標準ポリエチレンオキシド及びポリエチレングリコール、エチレングリコールを下記の3つのグループに分けて、それぞれにつき測定しました。

STD-1; SE-150, SE-15, SE-2, PEG1000, PEG200

STD-2; SE-70, SE-8, PEG6000, PEG600, E.G

STD-3; SE-30, SE-5, PEG4000, PEG400

試料調製方法

I. 試料濃度: SE-150, SE-70は0.05% (w/v), その他は0.08% (w/v)。

II. 試料は、水のみ、水/1% エタノール、水/5% エタノールに溶解し、それぞれ室温と冷蔵庫に分けて保存しました。

#### 1-3. 測定方法

1-2の各試料を1日1回測定しました。

データ収集は次の通りです。

STD-1...水、室温での場合16日間、それ以外は26日間のデータを収集しました。

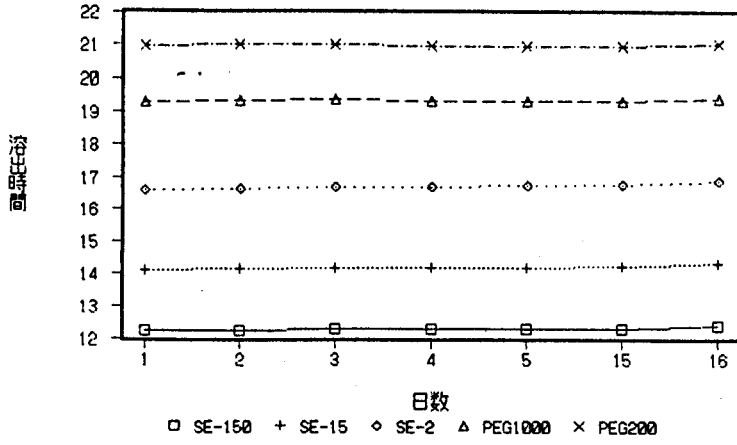
STD-2, 3...22日間のデータを収集しました。

### 2. 結果

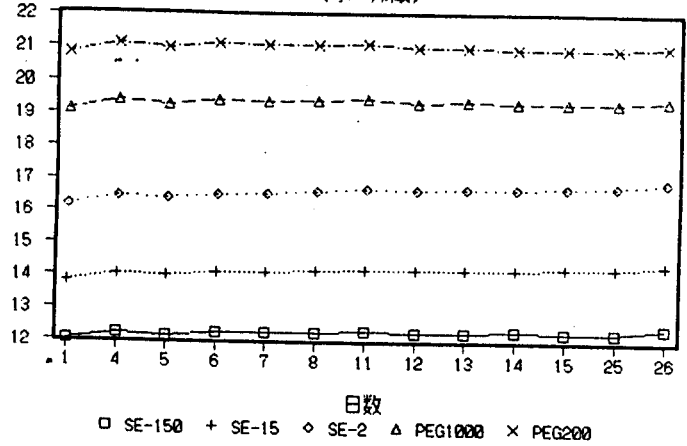
図-1, 2, 3に示したように、各標準ポリエチレンオキシド、ポリエチレングリコール、エチレングリコールの溶出時間はデータ収集の期間の範囲で、変化は見られませんでした。

面積値に関しては、図-4に示したように、水、室温保存に於いてのSE-30のみ、10日目以降若干低下する傾向が見られましたが、他の試料に関しては差はほとんどありませんでした。しかしながら、実際にキャリブレーションを作成する時には、なるべくその日 (あるいは前日) に調製した標準溶液を使用することを推奨します。

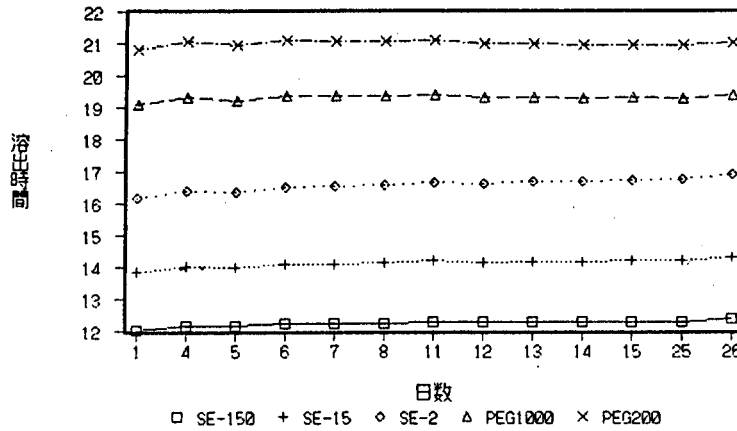
STD-1の溶出時間(分)の経時変化  
(水-室温)



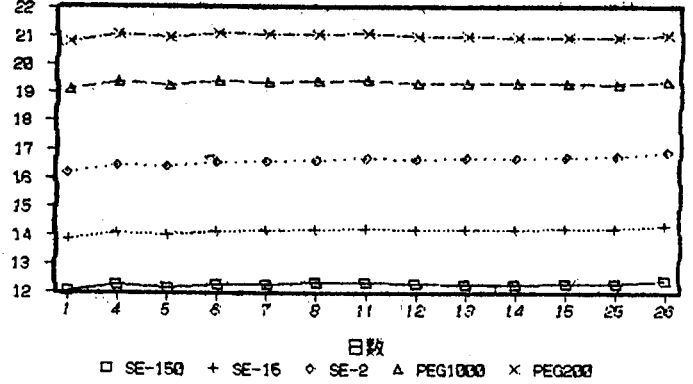
STD-1の溶出時間(分)の経時変化  
(水-冷蔵)



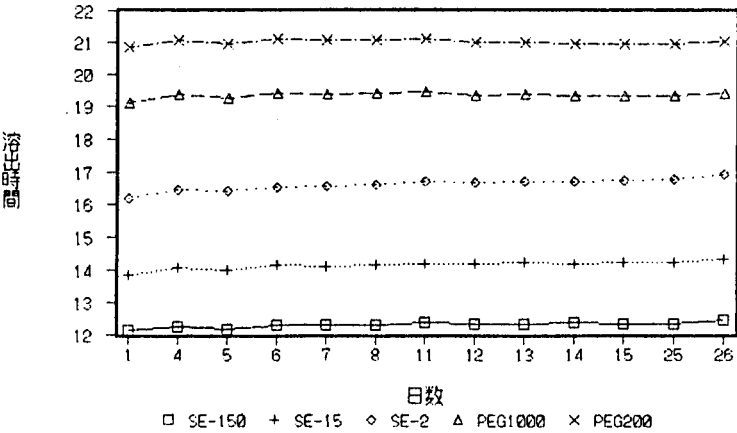
STD-1の溶出時間(分)の経時変化  
(1%エタノール-室温)



STD-1の溶出時間(分)の経時変化  
(1%エタノール-冷蔵)



STD-1の溶出時間(分)の経時変化  
(5%エタノール-室温)



STD-1の溶出時間(分)の経時変化  
(5%エタノール-冷蔵)

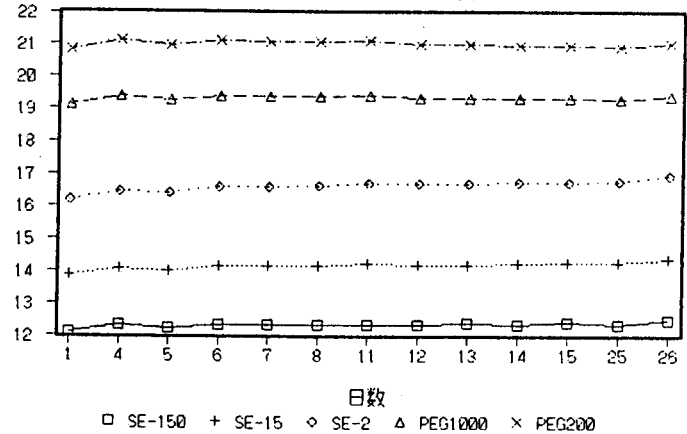
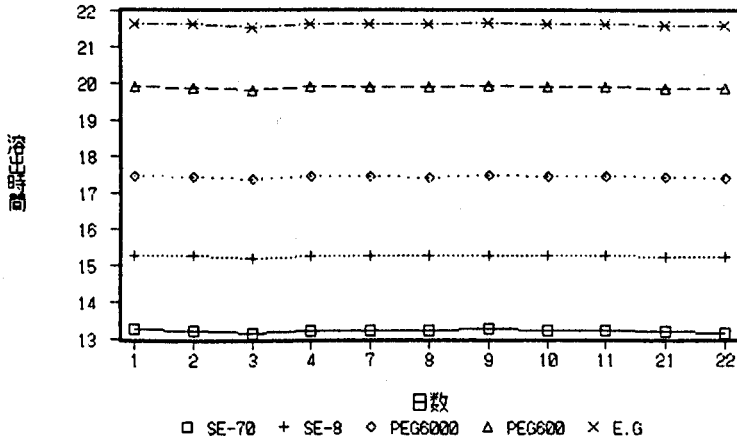
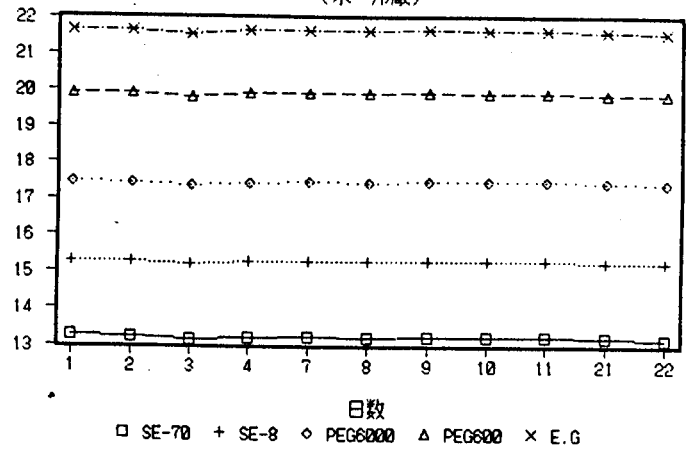


図-1 STD-1の溶出時間の経時変化

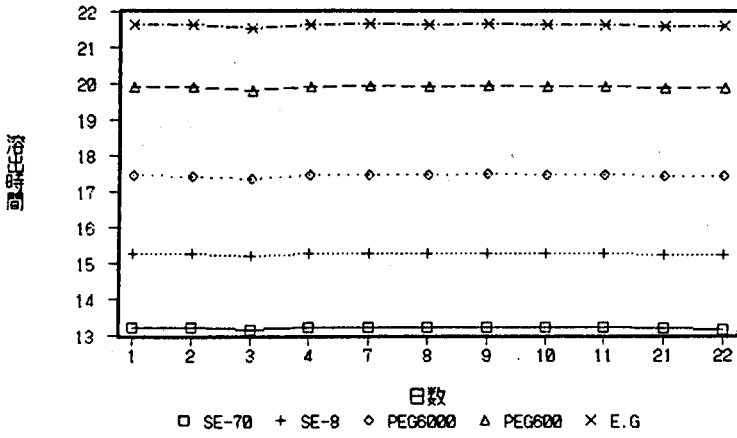
STD-2の溶出時間(分)の経時変化  
(水-室温)



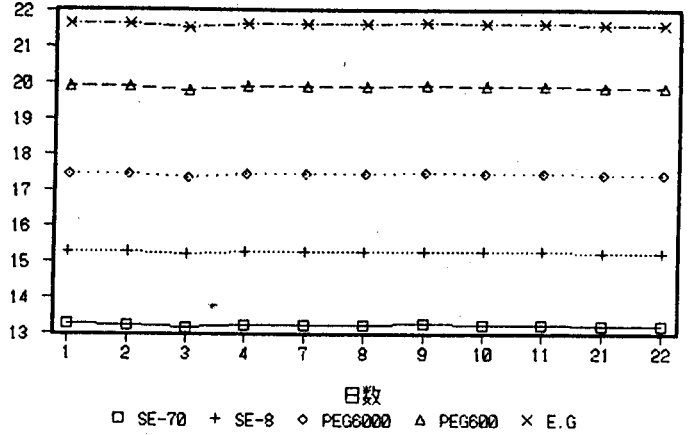
STD-2の溶出時間(分)の経時変化  
(水-冷蔵)



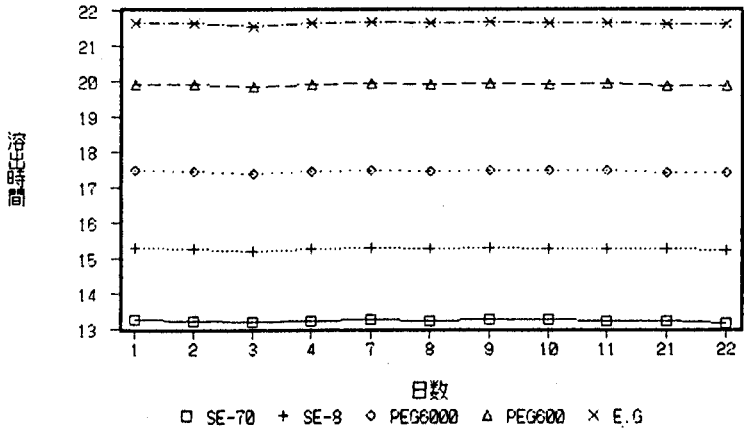
STD-2の溶出時間(分)の経時変化  
(1%エタノール-室温)



STD-2の溶出時間(分)の経時変化  
(1%エタノール-冷蔵)



STD-2の溶出時間(分)の経時変化  
(5%エタノール-室温)



STD-2の溶出時間(分)の経時変化  
(5%エタノール-冷蔵)

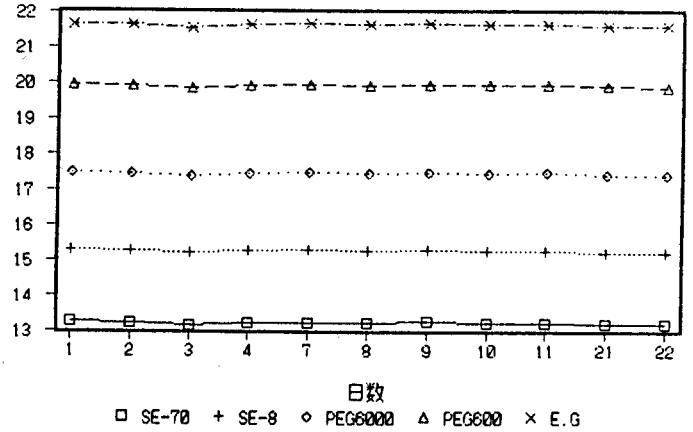
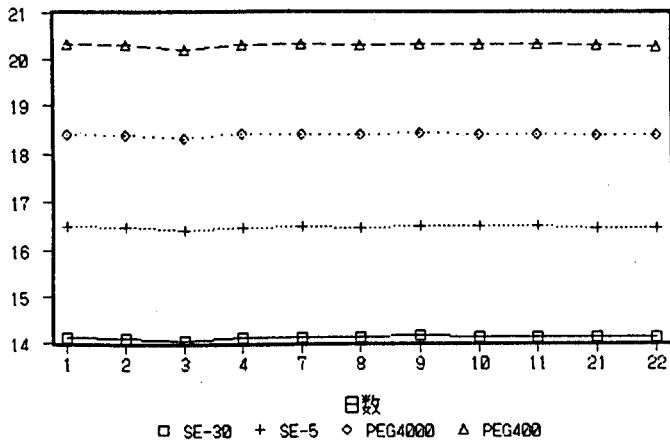
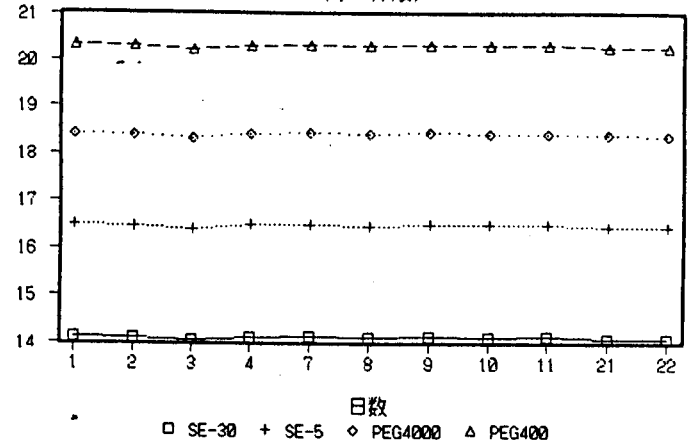


図-2 STD-2の溶出時間の経時変化

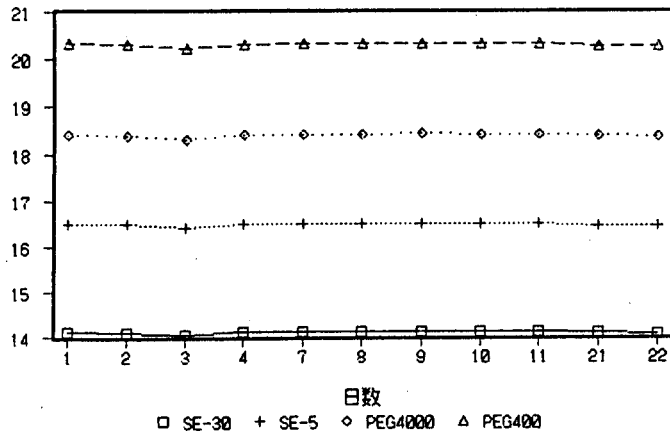
STD-3の溶出時間(分)の経時変化  
(水-室温)



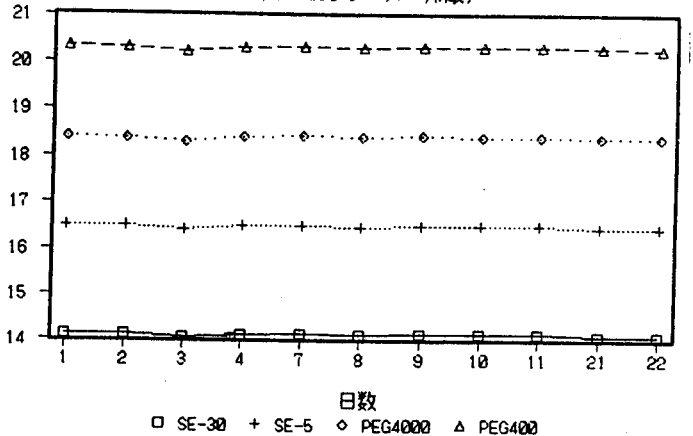
STD-3の溶出時間(分)の経時変化  
(水-冷蔵)



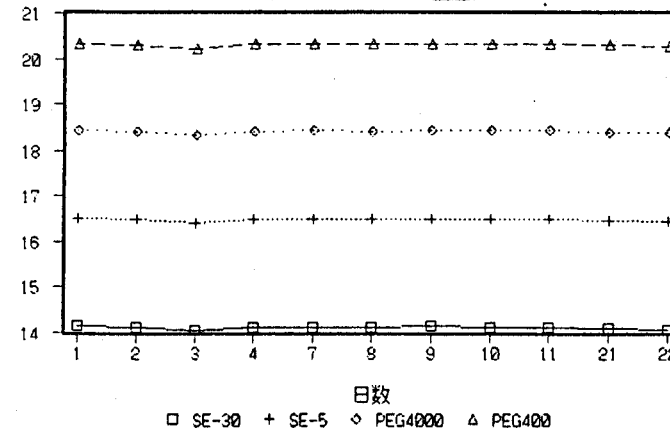
STD-3の溶出時間(分)の経時変化  
(1%エタノール-室温)



STD-3の溶出時間(分)の経時変化  
(1%エタノール-冷蔵)



STD-3の溶出時間(分)の経時変化  
(5%エタノール-室温)



STD-3の溶出時間(分)の経時変化  
(5%エタノール-冷蔵)

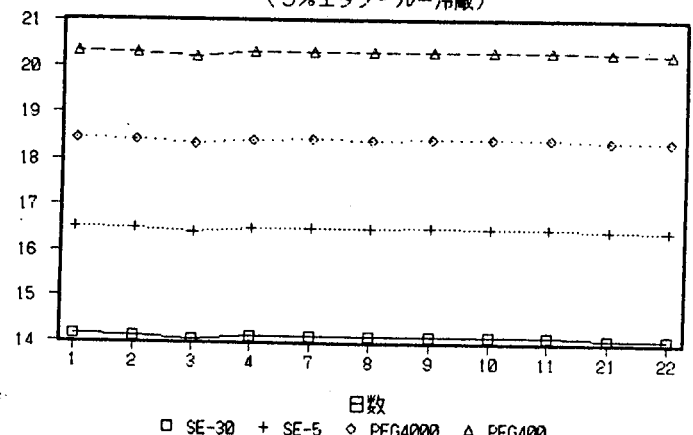
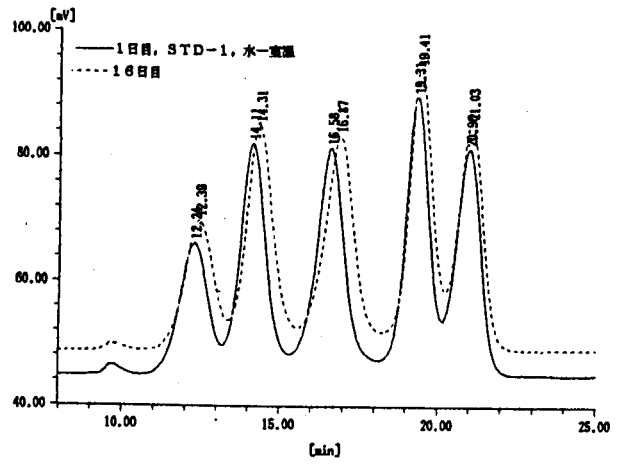
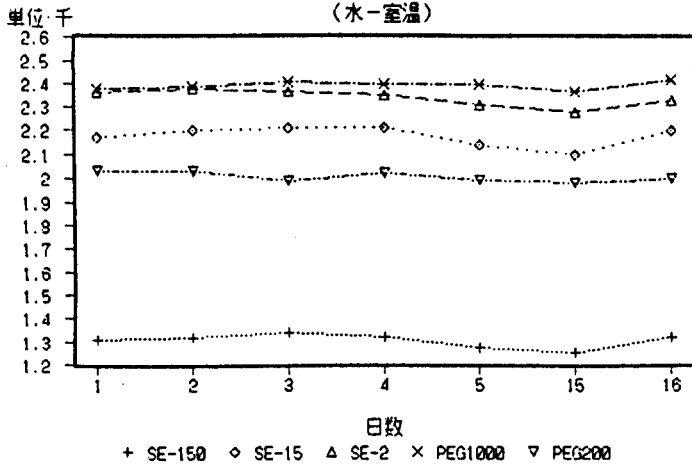
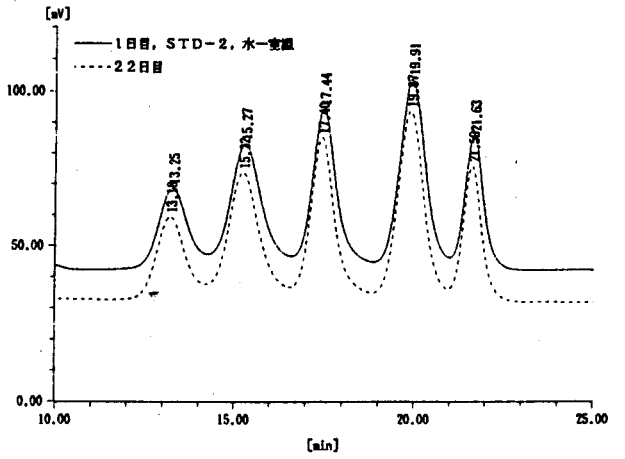
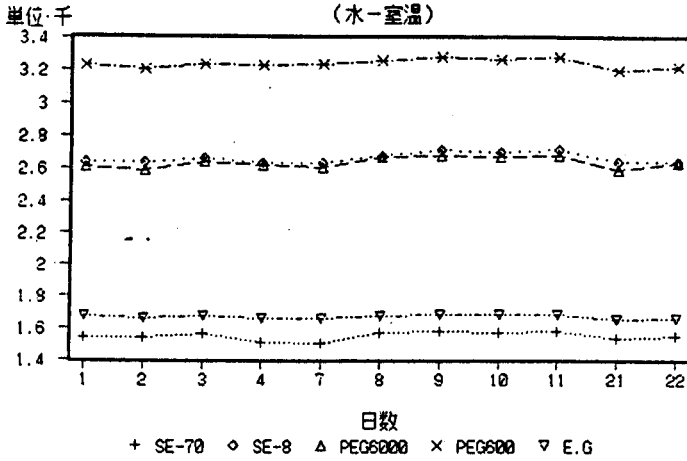


図-3 STD-3の溶出時間の経時変化

STD-1の面積の経時変化  
(水-室温)



STD-2の面積の経時変化  
(水-室温)



STD-3の面積の経時変化  
(水-室温)

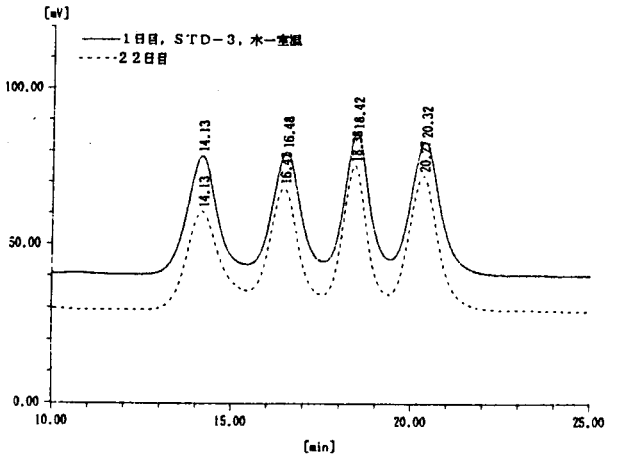
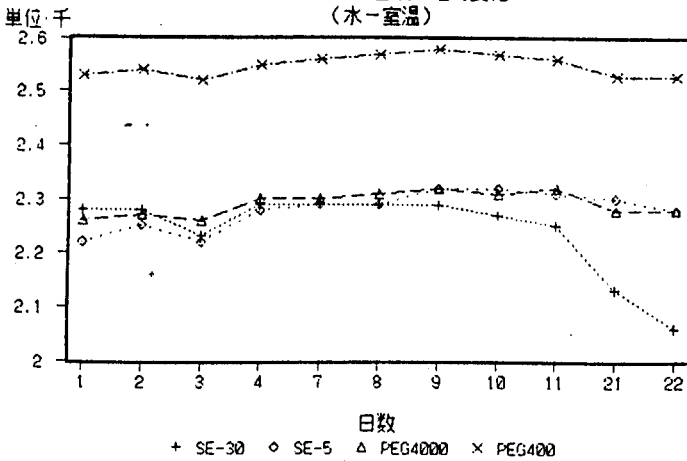


図-4 水、室温保存での面積値の経時変化