



●高速 GPC 装置 HLC[®]-8420GPC (EcoSEC Elite[®]) の 開発

東ソー・ハイテック(株) 技術課
バイオサイエンス事業部 第二開発部システム G
東ソー・ハイテック(株) 技術課
バイオサイエンス事業部 第二開発部システム G

藤井崇史
作馬 彰
松野隆則
福川一成

1. はじめに

GPC (Gel Permeation Chromatography ゲル浸透クロマトグラフィー) 装置は、有機溶媒などの液体に溶解した試料をポンプで加圧し、カラムに通過させ、高分子試料を分子サイズの違いに基づいて分離して、その分子量分布を測定する装置である。

弊社は、高速 GPC 装置として、現行機「高速 GPC 装置 HLC-8320GPC[®] (EcoSEC[®])」をラインナップしていた。HLC-8320GPC は 2007 年より販売しており、国内外で多くのユーザーに使用されているが、近年以下の要望が寄せられており、これらの要望に応えるべく、後継機として「高速 GPC 装置 HLC-8420GPC (EcoSEC Elite)」を開発した。

[1] 環境温度変動時の溶出時間安定性向上

[2] RI 検出器信号の安定性向上

[3] 装置立ち上げ時間

(RI 検出器信号の安定化時間) の短縮

[4] 理論段数向上

(装置内の試料の拡がりの抑制)

[5] PC ソフトウェアの改良

[6] 拡張性 (オプション) 向上

本報告では、HLC-8420GPC の装置概要、開発ポイントとその結果について述べる。

なお、本装置は新規高分子材料の開発や製造した高分子材料の品質管理に用いられるため、産業と技術革新の基盤をつくるために貢献することを目指す。

2. 装置概要

HLC-8420GPC の構成ユニットとその機能を以下に示す。

- ① 脱気部：溶媒中の溶存気体除去
- ② 送液ポンプ：溶媒の送液
- ③ ポンプオープン：送液ポンプの接液部分の温調
- ④ サンプラー：試料の注入
- ⑤ カラムオープン：分析カラムの温調
- ⑥ RI 検出器：溶媒と試料の屈折率差を検出

また、装置の制御、データ収集、計算およびレポート作成は、専用の PC ソフトウェア EcoSEC Elite-WS で行う。

HLC-8420GPC の外観を図 1 に、主な仕様を表 1 に示す。

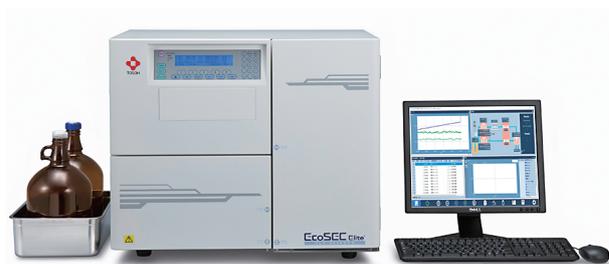


図 1 HLC-8420GPC の外観

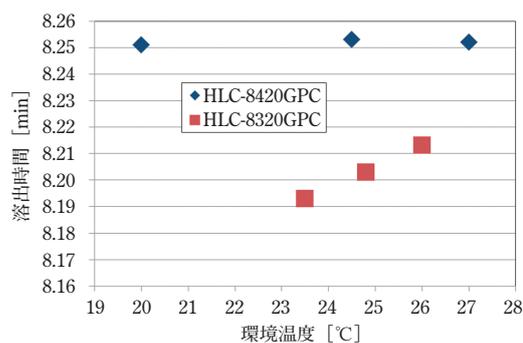
表1 HLC-8420GPCの主な仕様

ユニット	項目	仕様
脱気部	方式	真空脱気
送液ポンプ	方式	パラレル送液 (クイックリターン)
	流量範囲	0.10~2.00 mL/min
	流量正確さ	±2 %以内
	流量精密さ	±0.2 %以内
	耐圧	25 MPa
	温調方式	アルミブロック温調 (ポンプフレーム)
	温調範囲	40 ~ 60 °C (ポンプオープンと連動)
	温度正確さ 温度精密さ	±0.5 °C以内 0.2 °C以内
ポンプオープン	温調方式	温風循環
	温調範囲	40 ~ 60 °C
	温度正確さ	±0.5 °C以内
	温度精密さ	0.2 °C以内
サンプラー	計量方式	シリンジ計量
	注入再現性	CV0.5 %以内
	サンプル点数	100 点
カラムオープン	温調方式	温風循環
	温調範囲	40 ~ 60 °C
	温度正確さ	±0.5 °C以内
	温度精密さ	0.04 °C以内
	収容本数	30 cm カラム 8 本
RI 検出器	方式	ブライス型ダブルパス、デュアルフロー
	フローセル	材質：石英ガラス、容量：2.5 μL
	ドリフト	0.8×10^{-7} RIU/h 以下
	ノイズ	2.0×10^{-9} RIU 以下
	温調範囲	40 ~ 60 °C

3. 開発ポイントと結果

[1] 環境温度変動時の溶出時間安定性向上

現行機は送液ポンプの接液部分をポンプオープンで温調していたが、それに加え送液ポンプの機械駆動部品が収められるフレーム部を温調することにより、環境温度変動時のポンプの流量変動が抑えられ、溶出時間安定性を大幅に向上した。



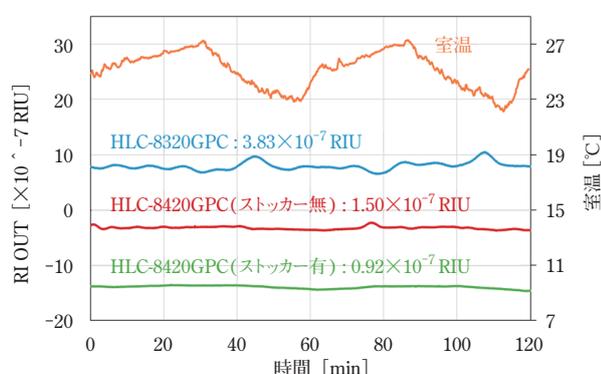
溶媒：THF
 流量：0.35 mL/min
 カラム：TSKgel SuperMultipore®HZ-M × 2 本
 カラムサイズ：長さ 15 cm、内径 4.6 mm
 サンプル：標準ポリスチレン (Mw = 1.02 × 10⁴)
 サンプル濃度：0.2 g/L
 注入量：10 μL 注入

図2 環境温度変動時の溶出時間の比較

[2] RI 検出器信号の安定性向上

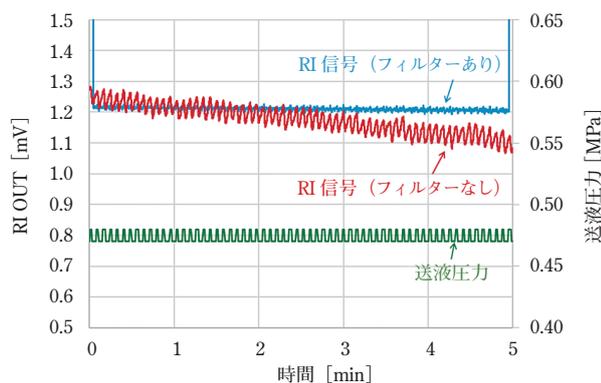
RI 検出器信号の安定性向上のため、以下の改良を行い、室温変動時の RI 検出器信号の変動を現行の 1/2 以下、またポンプ脈動ノイズを抑制した。

- ① RI 検出器の光学ブロックの温度安定化のため、温度センサー追加、面状ヒーター採用し、精密なデジタル温調を実現した。
- ② 溶媒の溶存気体量安定化のため、脱気部をポンプオープン内に設置した。
- ③ 流れ込む液温を一定にするため溶媒ビンを温調する溶媒ストッカーをオプションで追加した。
- ④ 送液ポンプの圧力変動に由来する RI 検出器信号の脈動を除去するデジタルフィルター機能を PC ソフトウェアに追加した。



溶媒：THF
 流量：0.35 mL/min
 カラム：TSKgel SuperMultiporeHZ-M × 2 本

図3 室温変動時の RI 信号の比較
 (ベースラインのうねり)

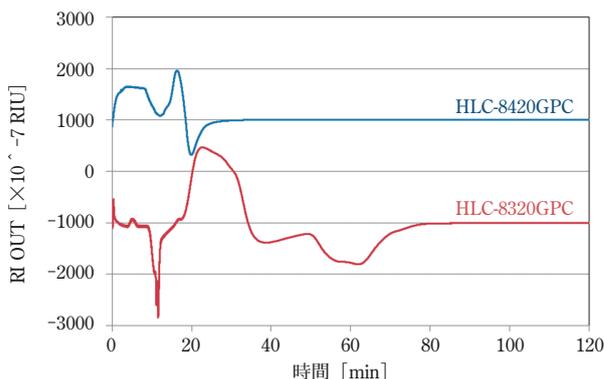


溶媒：THF
 流量：0.10 mL/min
 カラム：抵抗管 (φ0.1×2 m) × 2 本

図4 ポンプ脈動除去用デジタルフィルター

[3] 装置立ち上げ時間 (RI 検出器信号の安定化時間) の短縮

脱気チャンバー内の溶媒が入れ替わるまで RI 検出器信号は安定しない。脱気膜を PTFE からより脱気効率の高いテフロン® AF に変更することにより、チャンバー容量を大幅に削減し、立ち上げ時間を現行の 1/2 に短縮した。(テフロンは米国デュポン社の米国およびその他の国における登録商標である。)



溶媒：THF
 流量：0.35 mL/min
 カラム：TSKgel SuperMultiporeHZ-M × 2 本

図5 装置立ち上げ後の RI 検出器信号の比較

[4] 理論段数向上

(装置内の試料の拡がりの抑制)

配管接続部での試料の拡がりを抑えるため、配管端面で液体をシールし理論上デッドボリュームがゼロとなる新配管システムを注入バルブから検出器入口配管に採用し、理論段数を現行から約 8% 向上した。

表2 理論段数の比較

装置	理論段数
HLC-8320GPC (従来配管)	33627
HLC-8420GPC (新配管)	36194

溶媒：THF
 流量：0.35 mL/min
 サンプル：DCHP (dicyclohexyl phthalate)
 サンプル濃度：5 g/L
 カラム：TSKgel SuperMultiporeHZ-N × 2 本
 カラムサイズ：長さ 15cm、内径 4.6mm

[5] PCソフトウェアの改良

以下のPCソフトウェアの改良をし、ユーザビリティを向上した。

- ① 制御ソフトウェアの画面は、従来はタブで切り換えていた。1画面にモニター、流路図、測定状態表示、結果画面を表示することで、ユーザーが1画面で情報を確認できるよう改良した。
- ② 消耗品であるカラムの使用履歴管理機能（使用開始日、試料の注入回数を自動管理）を追加し、カラム交換時期の把握、分析のトレーサビリティ向上の利便性を向上した。



図6 制御ソフトウェアの画面



図7 カラム使用履歴管理

[6] 拡張性（オプション）向上

以下のオプションを新規に開発し拡張性を向上した。

- ① 溶媒ストッカー SS-8420：溶媒ビンを 40℃で温調し RI 検出器信号の安定性を向上した。
（「[2] RI 検出器信号の安定性向上」に詳細を記述）
- ② 温調サンプラーテーブルユニット：温度管理が必要なサンプルを温調することにより分析が可能となり対象ユーザーを拡大した。
温調範囲：10～50℃



図8 溶媒ストッカー SS-8420



図9 温調サンプラーテーブルユニット

4. まとめ

今回開発した「高速 GPC 装置 HLC-8420GPC (EcoSEC Elite)」は、上記の開発ポイントをクリアすることにより、競争力のある GPC 装置となった。

本装置は 2018 年 9 月の発売より順調に販売しているが、今後も国内外での拡販を進め、GPC 分野での当社のプレゼンスを更に高めていく。

開発担当者（開発完了時点）

バイオサイエンス事業部 第二開発部 システム G
作馬彰、福川一成、後藤浩二、長島明、秋山聖、
青柳雄大、生井達也、和田祥平、石川雄基、
藤井義弘

元バイオサイエンス事業部 第二開発部 システム G
松野隆則、石原卓也、藤井崇史