

## カラムのダウンサイジングによる GPC 分析の時間短縮と溶媒消費量低減

合成高分子の分子量分布測定には、示差屈折率検出器を用いた GPC 分析が行われています。GPC 分析では浸透限界までの溶出容量を増やすことより分離を確保しており、この理由から、一般には内径 8 mm のカラムが汎用されています。また、1 本のカラムで分離が達成されない場合は、同じシリーズの複数のカラムを直列に接続することもあります。一方で、近年、分析時間や溶媒消費量の削減への需要から、小容量で同等の分離が得られるカラムが登場し、高速分析が可能となりました。

Nexera™ GPC システムは、コンベンショナル分析から UHPLC 分析まで一台でカバーできます。また、カラムオープンは、GPC 分析で使用される長さ 300 mm のカラムを 3 本まで収納できるため、カラム長さを必要とするアプリケーションにも対応可能です。

ここでは、Nexera GPC システムと種々のサイズのカラムを用いてポリスチレン (PS) を分析し、分析時間と溶媒消費量を比較した例をご紹介します。

N. Iwata, Y. Watabe

### ■ ポリスチレンの GPC 分析における分析時間、溶媒消費量の削減

サンプルは多分散の PS (数平均分子量：約 3 万) を用いました。図 1 にサイズの異なる 3 種類のカラムで分析し、比較した PS (0.2 w/v%) のクロマトグラムを、表 1 にその分析条件を示します。分析カラムは、一般によく用いられる内径 8 mm の Shim-pack™ GPC-804、分析時間短縮、溶媒消費量低減を目的とした Shodex® GPC LF-604 (内径 6 mm、細孔多分散型充填剤)、および、Shodex GPC HK-404L (内径 4.6 mm) を用いました。検出には、フローセルと光学系の二重温調機能を有する RID-20A を用いました。なお、分析カラム GPC HK-404L を使用した時のみ、カラム外拡散を小さくするため、Shodex のセミマイクロ示差屈折率検出器、RI-504 を用いました。

表 2 にそれぞれのカラムを用いた場合の分析時間と溶媒消費量をまとめました。その結果、GPC-804 に比べ、GPC LF-604 を用いることで、分析時間は半減、溶媒消費量は 70% 削減できました。さらに、GPC HK-404L を用いることで、分析時間と溶媒消費量をそれぞれ約 80% 削減できました。

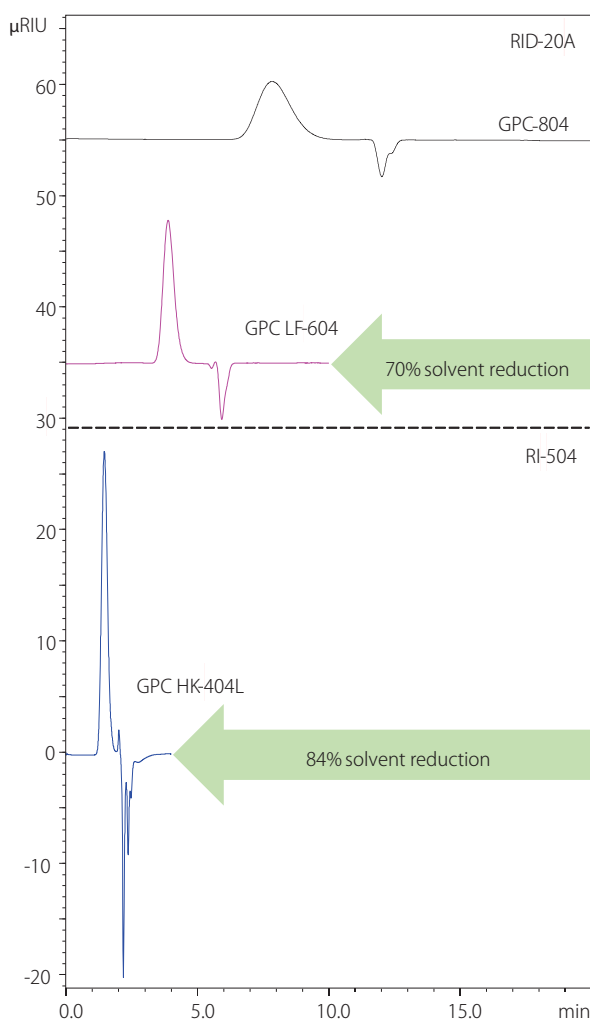


図 1 PS のクロマトグラム

表 1 分析条件

System	: Nexera GPC system		
Column	: <8 mm I.D. column> Shim-pack GPC-804*1 (300 mm × 8.0 mm I.D.)	: <6 mm I.D. column> Shodex GPC LF-604 (150 mm × 6.0 mm I.D., 6 μm)	: <4.6 mm I.D. column> Shodex GPC HK-404L (150 mm × 4.6 mm I.D., 3.5 μm)
Flow rate	: 1.0 mL/min	: 0.6 mL/min	: 0.8 mL/min
Mobile phase	: THF (without stabilizer)	: THF (without stabilizer)	: THF (without stabilizer)
Column temp.	: 40 °C	: 40 °C	: 40 °C
Injection volume	: 20 μL	: 10 μL	: 5 μL
Vial	: SHIMADZU LabTotal™ for LC 1.5 mL, Glass*2	: SHIMADZU LabTotal for LC 1.5 mL, Glass	: SHIMADZU LabTotal for LC 1.5 mL, Glass
Detection(RI)	: RID-20A Cell temp. 40 °C	: RID-20A Cell temp. 40 °C	: Shodex RI-504 Cell temp. 40 °C

\*1 P/N: 228-20807-91, \*2 P/N: 227-34001-01

表 2 分析時間と溶媒消費量

Column	Analysis time	Reduction rate based on GPC-804	Solvent consumption	Reduction rate based on GPC-804
Shim-pack GPC-804	20 min		20 mL	
Shodex GPC LF-604	10 min	50%	6 mL	70%
Shodex GPC HK-404L	4 min	80%	3.2 mL	84%

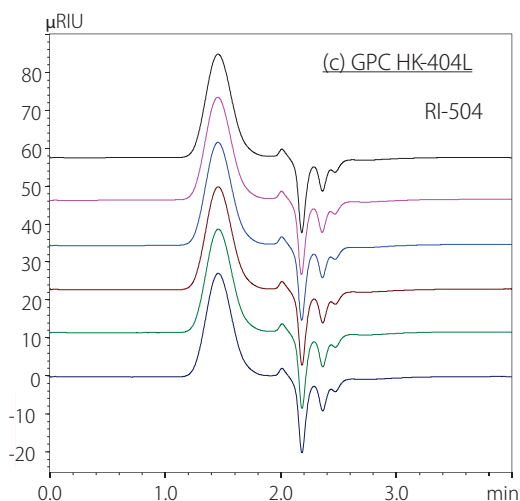
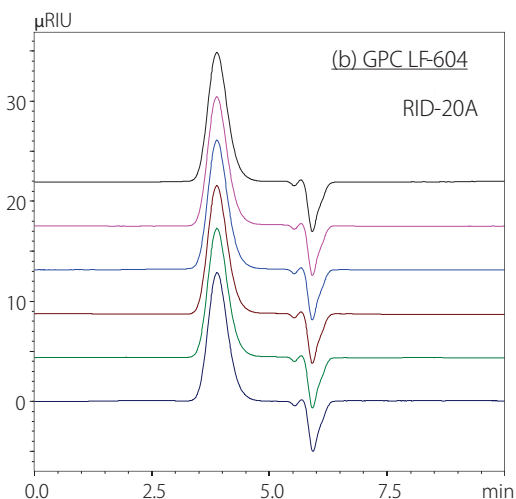
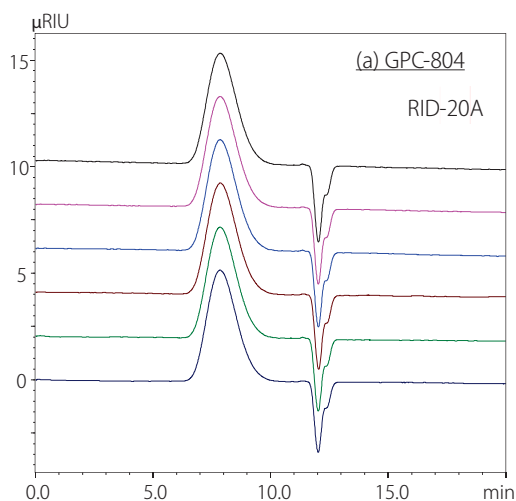


図 2 PS のクロマトグラムの比較

## ■ 再現性

図 2 に、それぞれのカラムで PS を 6 回繰り返し分析し、得られたクロマトグラムの比較を示します。また、溶出時間と重量平均分子量の再現性 (n=6) を表 3 に示します。いずれのカラムにおいても、溶出時間、重量平均分子量ともに、良好な再現性が得られました。

表 3 再現性 (%RSD, n=6)

Column	Elution time	Mw
Shim-pack GPC-804	0.06	0.32
Shodex GPC LF-604	0.06	0.77
Shodex GPC HK-404L	0.12	1.15

## ■ まとめ

Nexera GPC システムと種々の GPC カラムを用いて、PS を分析し、分析時間と溶媒消費量を比較しました。GPC-804 に比べ、GPC LF-604 は、分析時間および溶媒消費量をそれぞれ 50%以上削減できました。同様に、GPC HK-404L では、分析時間および溶媒消費量をそれぞれ 80%以上削減できました。

また、PS の溶出時間と重量平均分子量の再現性について、いずれのカラムにおいても、良好な結果が得られました。

### (注意事項)

- カラム出口以降の配管、および、フィッティングは SUS 製を用いました。
- 自動洗浄キットは使用していません。

Nexera、Shim-pack、および SHIMADZU LabTotal は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。Shodex は、昭和電工株式会社の登録商標です。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2020年6月

A改訂版発行：2020年9月

島津コールセンター ☎0120-131691  
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。