

Shim-pack GPC シリーズの溶媒置換

はじめに

サイズ排除クロマトグラフィ(SEC)は、試料（ポリマー）分子の大きさに基づいて分離を行うクロマトグラフィで、対象のポリマーを良く溶かす溶媒（良溶媒）を溶離液に用いて分析するのが一般的です。ここでは有機溶媒系 SEC カラム Shim-pack GPC シリーズの溶媒置換手順を紹介いたします。なお、実際にカラムを使用する際は、製品に添付の取扱説明書を必ず一読ください。

媒置換前に確認していただきたい事項

カラムの溶媒置換では、間違った置換をするとカラムを劣化させる場合があります。カラムを溶媒置換する前に下記について必ず確認してください。

- 1) カラムの溶媒置換性
- 2) 溶媒の混和性
- 3) 溶媒の沸点
- 4) カラムの仕様（最大使用可能圧力、常用流量、カラム体積）
- 5) ポンプの上限圧力設定
- 6) 装置の溶媒耐性

1) カラムの溶媒置換性

カラムに使用できる溶媒かどうかを調べます（参照：[GPC シリーズカラムの溶媒置換性](#)）。同じシリーズでもカラムによって溶媒置換性が異なる場合があるので注意が必要です。

2) 溶媒の混和性

カラムに封入されている溶媒と置換しようとする溶媒の混和性を確認してください(参照：[各溶媒の混和性](#))。THF、クロロホルム、DMF、HFIP はそれぞれ混和性があります。一方、トリフルオロ酢酸ナトリウムは HFIP には溶解しますが、THF には溶解しづらいことが知られています。このため、トリフルオロ酢酸ナトリウムを添加した HFIP と THF を合わせるとトリフルオロ酢酸ナトリウムが析出します。このように溶媒の同士の混和性に加え、塩の溶解性についても確認が必要です。

3) 溶媒の沸点

溶媒置換の際、カラムを加熱することはカラム圧力を下げる方法として有効ですが、使用する溶媒の沸点よりも高くすると気泡が発生しやすくなり、充てん状態に影響を与える可能性があります。

4) カラムの仕様

下記表やカラム取説を参照してカラムの仕様を確認して下さい。

製品名	常用流量 (mL/min)	最大流量 (mL/min)	カラム 1 本あたり の最大圧力 (MPa)	最高温度 (°C)
GPC-800 シリーズ	0.5 ~ 1.0	2.0	3.5	60
GPC-800D シリーズ	0.5 ~ 1.0	1.5	3.5	60

カラムの体積をカラム内径と長さから次式で計算して下さい。

$$[\text{カラム体積}(\mu\text{L})] = \left(\frac{[\text{内径}(\text{mm})]}{2} \right)^2 \pi \times [\text{長さ}(\text{mm})]$$

5) ポンプの上限圧力値設定

溶媒置換時にカラムの最大使用可能圧力を超えて送液されないようポンプの上限リミッターを設定してください。

ポンプの表示圧力は、装置全体に掛かる圧力（装置圧力）とカラムに掛かる圧力（カラム圧力）の総和です。装置圧力やカラム圧力は条件（溶離液、流量、温度）により異なるため、事前に溶媒時と同じ条件での装置圧力を確認し、装置圧力とカラムの最大使用可能圧力の総和を上限値とします。カラムを複数本連結して送液する場合は、それぞれのカラムの最大使用可能圧力を合算してください。

6) 装置の対溶媒性

HPLC 装置で使用されている材質の中には SEC 分析で使用する有機溶媒に耐久性が低く、装置を壊す原因となる場合があります。溶媒置換に使用する溶媒が HPLC 装置で使用可能か事前に確認してください。

溶媒置換手順

- 1) 封入されている溶媒を常用流量の半分以下の流量で送液しながらカラムを加熱します。
(カラムの加熱は、カラムの種類や使用する溶媒により設定温度が異なります。)
- 2) カラムに封入されている溶媒と置換する溶媒に混和性がある場合
カラム温度が上昇したら、カラムに封入されている溶媒と置換する溶媒の 1:1 の混合溶媒（中間溶媒）に変更してカラム体積の 3 ~ 5 倍量を通液します。次に使用する溶媒に変更して更に 3 ~ 5 倍量を通液します。
(例) Shim-pack GPC-803（内径 8 mm、長さ 300 mm）を THF からクロロホルムに置換する場合、THF とクロロホルムの 1:1 の混合溶媒（中間溶媒）を 45 ~ 75 mL 通液してからクロロホルムを 45 ~ 75 mL 通液します。

カラムに封入されている溶媒と混和性または溶解性が低い溶媒に置換する場合

カラム温度が上昇したら、双方の溶媒と混和性または溶解性のある溶媒（中間溶媒 1）を 3～5 倍量を通液します。その後、カラムに封入されている溶媒と置換する溶媒の 1:1 の混合溶媒（中間溶媒 2）に変更してカラム体積の 3～5 倍量を通液します。最後に使用する溶媒に変更して更に 3～5 倍量を通液します。

(例) Shim-pack GPC-80MD（内径 8 mm、長さ 300 mm）を、臭化リチウムを含む DMF から THF に置換する場合、まず DMF（中間溶媒 1）を 45～75 mL 通液して臭化リチウムをカラムから洗い出します。その後 DMF と THF の 1:1 の混合溶媒（中間溶媒 2）、THF の順にそれぞれ 45～75 mL 通液します。

- 3) 流量、温度を分析条件に変更し、ベースラインが安定したら分析を開始します。

注意事項

溶離液組成の頻繁な変更はしないでください。カラムを劣化させるおそれがあります。頻繁に溶媒を変更する場合は、それぞれ専用のカラムを用意することをお勧めします。

Shim-pack GPC シリーズカラムの溶媒置換性

○：置換可能 ×：置換不可

Solvent	b.p. / °C	GPC-801	GPC-802 GPC-8025	GPC-803	GPC-804 GPC-805 GPC-80M	GPC-801D GPC802D GPC-8025D	GPC-803D	GPC-804D GPC-805D GPC-806D GPC-807D GPC-80MD
Tetrahydrofuran (THF)	65	○	○	○	○	×	×	○
Chloroform	62	○	○	○	○	×	×	○
Carbon tetrachloride	77	×	○	○	○	×	×	○
Benzene	80	○	○	○	○	×	○	○
Toluene	111	○	○	○	○	×	○	○
p-Xylene	137	×	○	○	○	×	○	○
o-Dichlorobenzene (ODCB)	180	×	×	○	○	×	○	○
Trichlorobenzene (TCB)	219	×	×	○	○	×	○	○
Dioxane	101	×	○	○	○	×	○	○
Diethyl ether	35	×	×	○	○	×	○	○
Ethyl acetate	77	×	×	○	○	×	×	○
Acetone	57	×	×	○	○	×	○	○
Methyl ethyl ketone	80	×	×	○	○	×	○	○
N,N-Dimethylformamide (DMF)	153	×	×	○	○	○	○	○
N,N-Dimethylacetamide (DMAc)	165	×	×	○	○	×	○	○
Hexafluoroisopropanol (HFIP)	58	×	×	×	○	×	○	○
m-Cresol	202	×	×	○	○	×	○	○
o-Chlorophenol	175	×	×	○	○	×	○	○
Quinoline	238	×	×	○	○	×	○	○
N-Methyl-2-pyrrolidone (NMP)	202	×	×	○	○	×	○	○
Dimethyl sulfoxide (DMSO)	189	×	×	×	×	×	×	○
30 % m-Cresol/Chloroform		×	○	○	○	×	○	○
30 % o-Chlorophenol/Chloroform		×	○	○	○	×	○	○
30 % HFIP/Chloroform		×	○	○	○	×	○	○
Hexane	69	×	×	×	×	×	×	×
Acetonitrile	82	×	×	×	×	×	×	×
Methanol	65	×	×	×	×	×	×	×
Water	100	×	×	×	×	×	×	×

各溶媒の混和性

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	
1 Acetic acid																																
2 Acetone																																
3 Acetonitrile																																
4 Benzene																																
5 Butanol																																
6 Carbon tetrachloride																																
7 Chloroform																																
8 Cyclohexane			■																													
9 Cyclopentane			■																													
10 Dichloroethane																																
11 Dichloromethane																																
12 Dimethylformamide																																
13 Dimethyl sulfoxide																																
14 Dioxane																																
15 Ethyl acetate																																
16 Ethanol																																
17 Diethyl ether																																
18 Heptane			■																													
19 Hexane			■																													
20 Methanol																																
21 Methyl ethyl ketone																																
22 Octane			■																													
23 Pentane			■																													
24 Propanol																																
25 Dipropyl ether																																
26 Tetrachloroethane																																
27 THF																																
28 Toluene																																
29 Trichloroethane																																
30 Water																																
31 Xylene																																

■ Insoluble
□ Soluble