

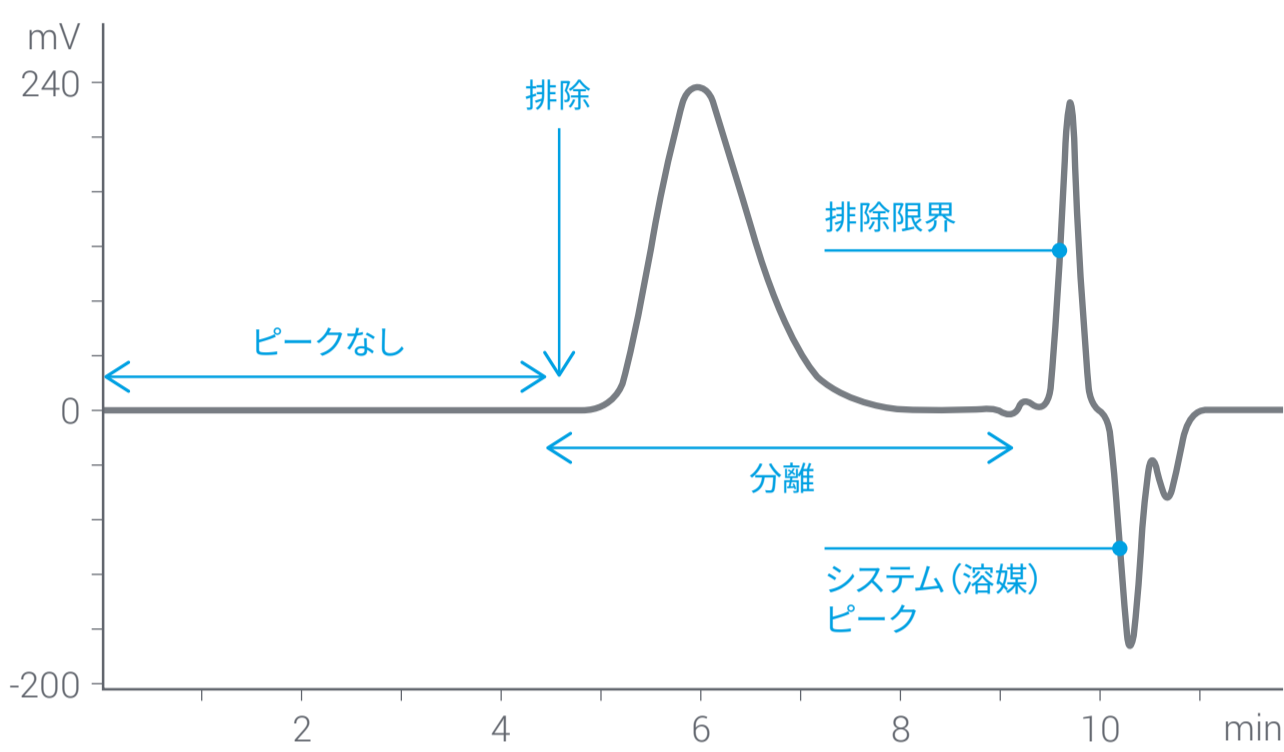
GPC/SEC トラブルシューティングガイド

GPC/SEC の問題を解決するためのヒントとアドバイス

はじめに

溶媒

- 必ず HPLC グレードの溶媒を使用し、0.02 ~ 0.45 μm フィルタでろ過します
- 安定化された溶媒を使用します (カラム寿命を延長するためにブチルヒドロキシルトルエン (BHT: 酸化防止剤) により安定化された THF など)
- サンプルとカラムとの相互作用を抑制するために、推奨どおりに溶媒添加剤を使用します



GPC クロマトグラムの一般的な領域

日常の注意事項

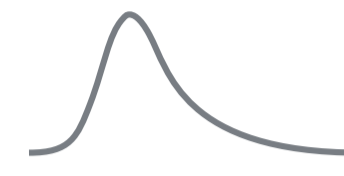
- カラムを接続したままの状態、システムを突発的にシャットダウンしないでください。流量を 0.1 mL/min にまで下げます
- 短時間でもカラムを取り外す場合は、推奨された溶媒で保管し、エンドキャップが正しく取り付けられていることを確認してください
- バフファを使用する場合は、分析が完了したらカラムを純溶媒にフラッシュします
- 溶媒の変更は、混和性のある溶媒への (または混和性のある溶媒を通じた) 変更であることを確認します。カラム体積の少なくとも 3 倍の量で、可能であれば一晩流します

サンプル前処理

- 溶解時間および温度は分子量とポリマーの結晶化度によって異なります。攪拌により溶解が促進される可能性があります、ポリマーは攪拌により分解することがあります
- 必ず移動相溶媒を使用して溶液を調製してください
- サンプルをろ過して不溶性物質を取り除きます (0.5 ~ 1.0 μm フィルタ)
- 光散乱および粘度測定を用いる場合にはサンプル濃度が重要となります。分析前にバイアルから溶媒が蒸発しないようにしてください

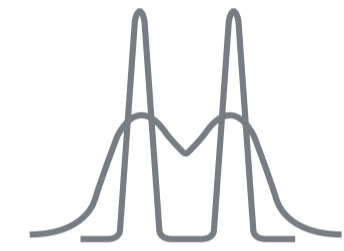


ピークテーリング



考えられる原因	解決策
過剰なデッドボリューム	配管の長さをできるだけ短くする インジェクタのシールをしっかりと締める コネクタフィッティングをチェックする
カラムの劣化	カラムを交換する
カラムの相互作用	移動相溶媒に添加剤を使用する
せん断劣化	2 週間ごとに標準溶液を交換する 溶出プロセスを修正する (過剰に振とうしない)

ピークの広がり



考えられる原因	解決策
大きなデッドボリューム	チューブをできるだけ短くする/ フィッティングをチェックする
移動相溶媒の粘度が高すぎる	カラムオープンを使用する
検出器のセルが大きすぎる	可能な場合はより小さなセル容量を使用する

共溶出ピーク



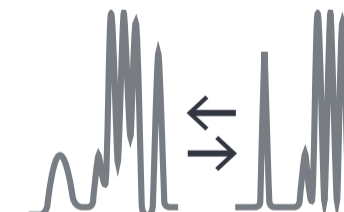
考えられる原因	解決策
	より広い分離範囲のカラムセットを選択する
サンプルが共重合体またはブレンドされている	ピークを分離できない場合は、必ず単一のピークとしてサンプルを分析する

ベースラインドリフト/ノイズ



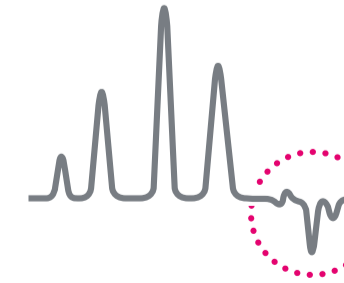
考えられる原因	解決策
カラム/検出器の汚染	カラム/検出器を廃液側にフラッシュする 移動相溶媒をクリーニングする よりグレードの高い溶媒を使用する
検出器のパブル	溶媒を脱気する
温度の変動	カラムヒーターを使用する/チューブを絶縁する

分離度



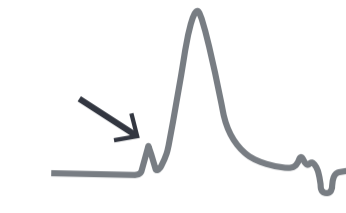
考えられる原因	解決策
ポリマーまたはモノマーの分析か?	正しいカラムポアサイズを選ぶ
メインピークがカラムの排除限界を超えている場合に、サンプルがカラムから「排除」されている	メインポリマーピークに重点を置く場合は、サンプルの分子量範囲に対応できるようカラムのポアサイズを大きくする

ゴーストピーク



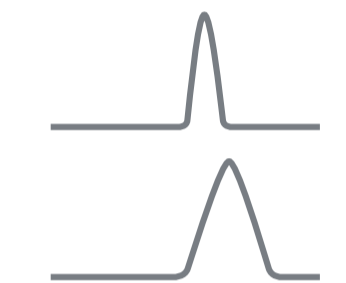
考えられる原因	解決策
以前の注入からキャリアオーバーされたピーク	後続の注入の前に以前のサンプルを完全に溶出させる
吸着が発生している場合、排除限界の後に一部の物質が溶出している可能性がある	バフファを移動相溶媒に追加するか、別の溶媒に交換する

ピークの部分的な排除



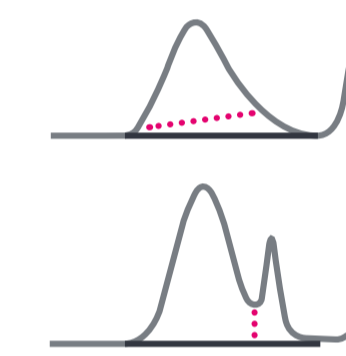
考えられる原因	解決策
全溶出量の約半分の分離のデッドスペース	高分子量分離範囲のカラムを追加する
この容量に近い溶出ピークが部分的に排除されている可能性がある	場合に応じて粒子サイズを 5 ~ 10 μm にまで拡大する
クロマトグラムのフロントでシャープなピークを探している	短時間分析が重要で、より低い分解能を許容できる場合は、カラムの数のみを少なくする

リテンションタイムの増加



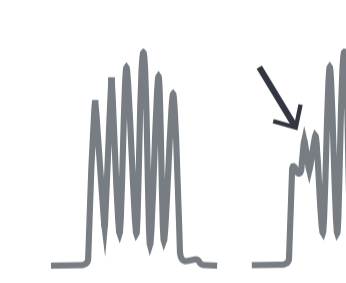
考えられる原因	解決策
流速低下	ポンプヘッドのパブルをチェックする 溶媒を脱気する
バックিংとの相互作用	移動相溶媒/添加剤を使用する
サンプルの吸着	移動相溶媒の極性を変更する

不正確な分子量測定



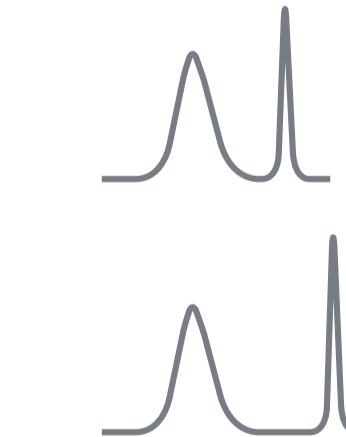
考えられる原因	解決策
ベースラインおよび積分の行いが不適切	ピーク全体を分析してサンプルを反映したものが確認する ピークのいずれかの側でベースラインにまで下がって積分をする (黒い実線が正しい) ピークの成分を除外すると不完全な分子量分布および不正確な分子量値となる

ピーク割れ



考えられる原因	解決策
サンプルロード量が多すぎる	ロード量/ループの容量を少なくする
フリットの詰まり/部分的な詰まり	フリットを交換する。2 μm インラインフィルタを使用して詰まりを防ぐ
カラムのポイド	カラムを交換する
インジェクションバルブの部分的な詰まり	ロータシールを交換する

分子量の変動



考えられる原因	解決策
ポンプドリフト、カラムの劣化、新しいキャピラリー、再固定されたフィッティング、新しいカラム接続	トルエン、BHT、アセトン、エチレングリコールなどの低分子で分析の終了時間を確認する マーカの狭いピーク (内部標準) でカラム効率を測定し、広いサンプルピークでは明らかにならない劣化、テーリング、リテンションのシフトを特定する
	カラムを定期的に再キャリブレーションする
	ポンプ流速が一定であることをチェックする
	フィッティングの漏れをチェックする
	症状が解消されない場合は、カラムを交換する