

装置取扱いマニュアル (TOSOH HLC-8320GPC EcoSEC)



作成者 橋本
2011.11.30

装置・パソコンの立ち上げ～ウォームアップまで

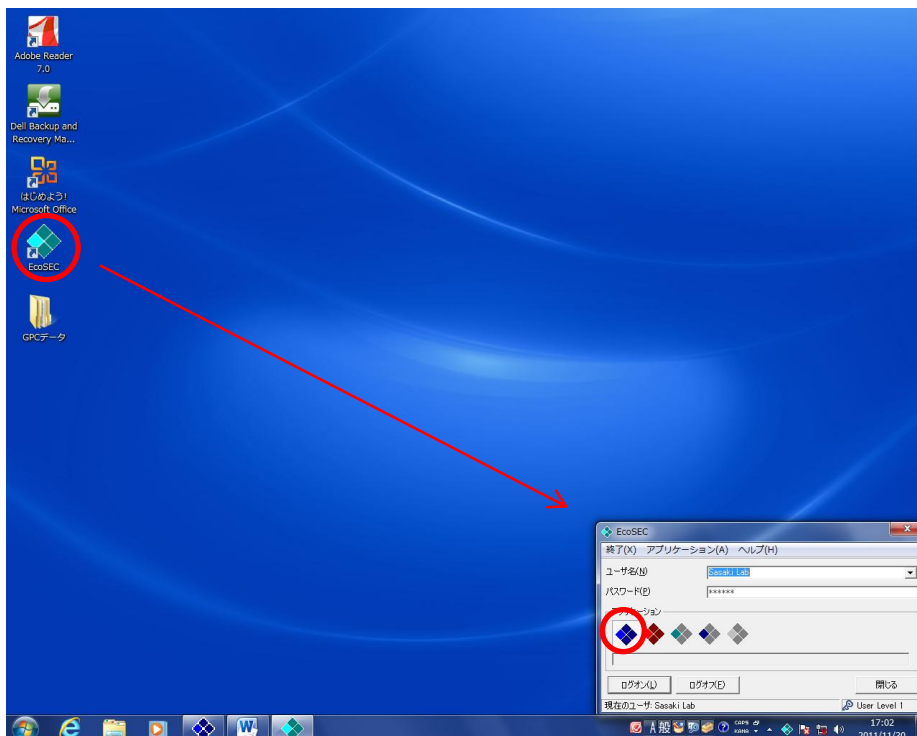
① まずは装置右裏の電源スイッチがオンになっていることを確認

(普段は装置の ON・OFF はパソコン経由で行うので電源は ON のままで大丈夫)



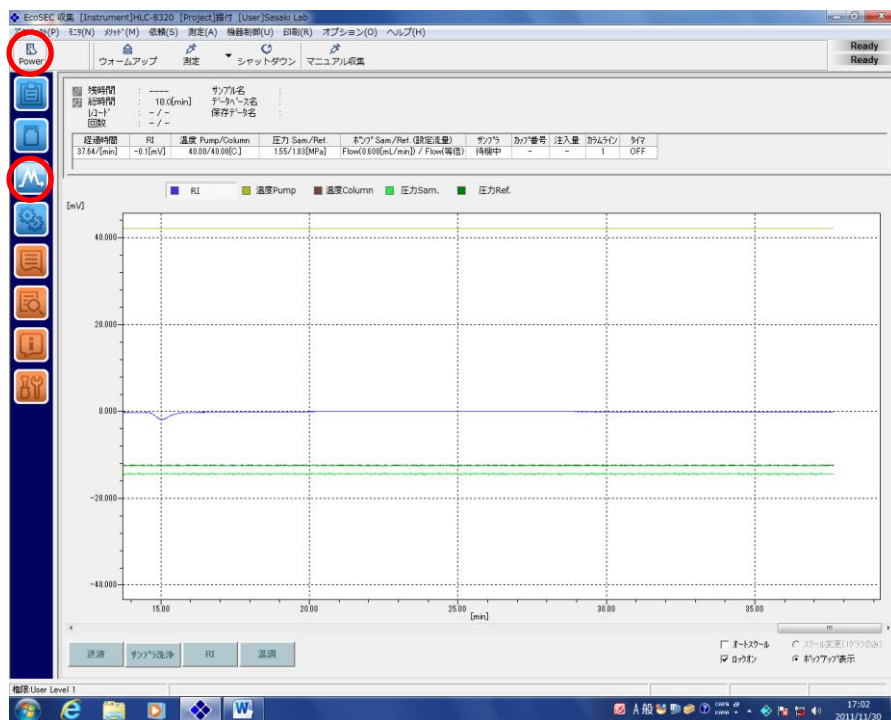
② パソコンの電源を ON にしてパソコンを立ち上げる

③ GPC のソフトを立ち上げる



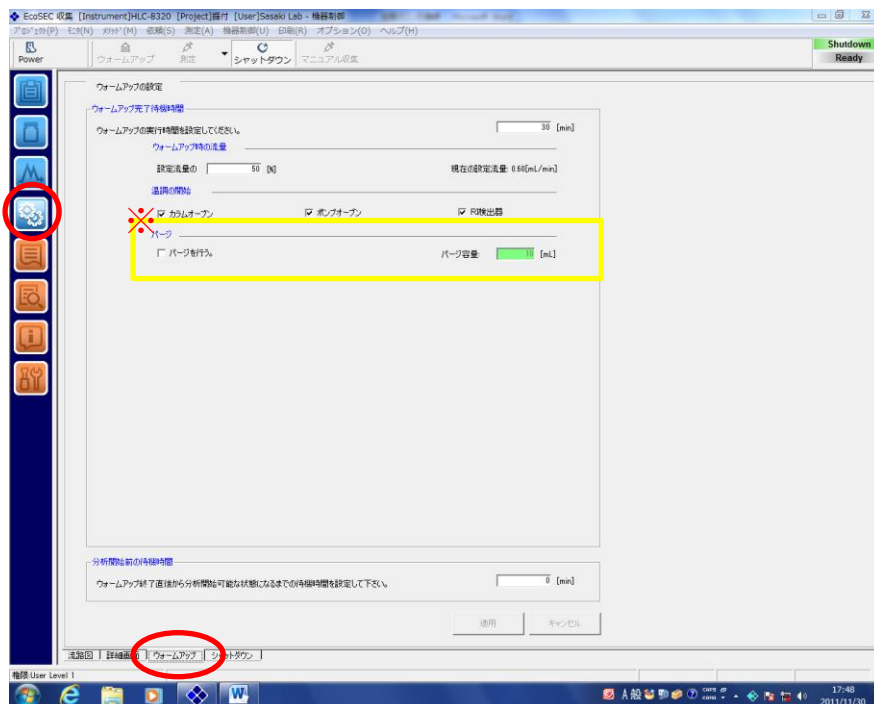
- ・デスクトップ上の「EcoSEC」アイコンをダブルクリックすると画面右下に画面が開く
- ・アプリケーションの一番左にある「収集」を選択し、ログオンをクリック(選択するとそのアイコンがへこむ)

④ パソコン経由で装置の電源を ON にする



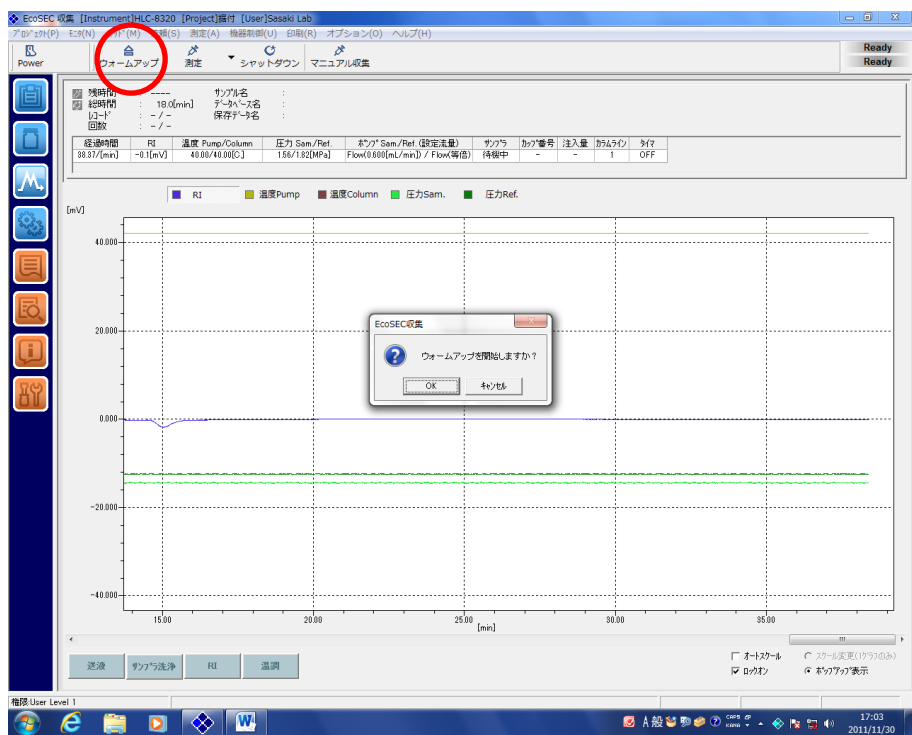
- ・ クロマト画面を選択し、画面左側の Power ボタンをクリックする
- ・ 装置に溶媒が流れ始め、画面に RI、カラム温度などがそれぞれモニターされ始める

⑤ 装置のウォームアップ



- ・ ウォームアップ条件を決める(基本的にここは変えなくてよい)

※送液する溶媒(LiBr 10mM DMF、ガロン)を交換した場合は「パージを行う」にチェックを入れ、パージ容量に 45mL と入力してください(装置内にエアが混入するとカラムが壊れてしまうので、溶媒交換時は必ず行ってください)



- ・ ウォームアップ設定が終わったら「ウォームアップ」ボタンをクリックし開始
- ・ ウォームアップ後はベースラインが安定するまで約 2 時間はフローさせた方がよい

サンプルの測定から解析まで

① サンプルの作成

- ・ ポリマー 2 mg をサンプル管にとり、シリンジを用いて DMF(LiBr 10mM) (作り方は「検量線の作成」参照のこと) 2.5 mL に完全に溶解させる
- ・ この溶液をメンブレンフィルターを用いて GPC 用サンプル管に注入する(三本線の二本目くらいまで) (アルミホイルで蓋をしてからキャップする)

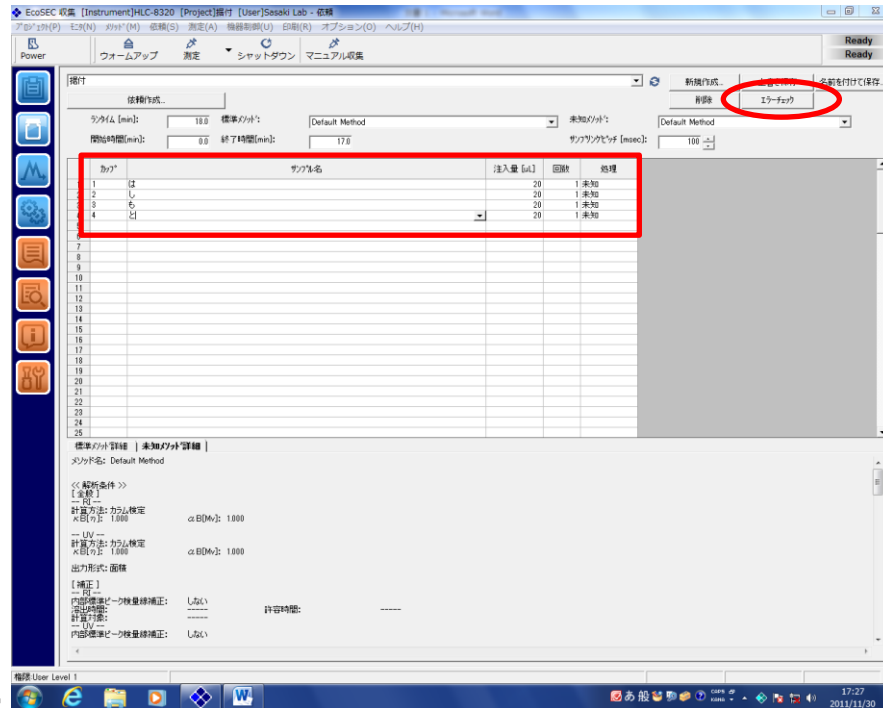


② サンプルを試料室に入れる



- ・ 装置正面▲ボタンを押すと試料室が自動ででてくる
- ・ 試料を空いている番号に入れる
- ・ ▲を再度押し試料室を閉める(このとき▲ボタンのランプが点灯していることを確認)

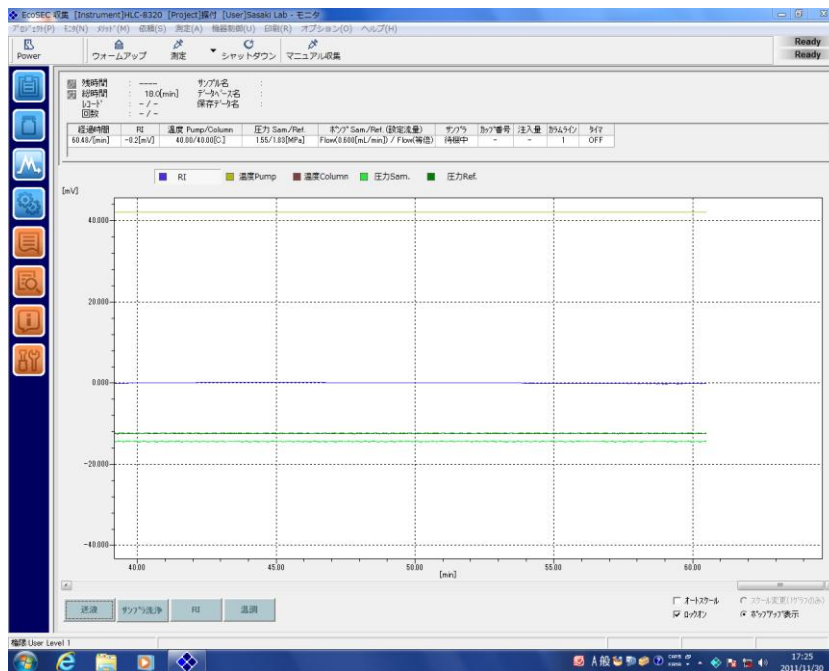
③ シーケンス画面に自分のサンプルの測定条件を入力する



- ・ カップ番号・・・試料室に入れた番号
- ・ サンプル名・・・記号(\$など)を入れなければ OK
- ・ 注入量・・・20 mL
- ・ 回数・・・一個
- ・ 処理・・・未知

・エラーチェックをしてエラーがないことを確認(ランタイムと測定開始・終了時間は基本変えない)

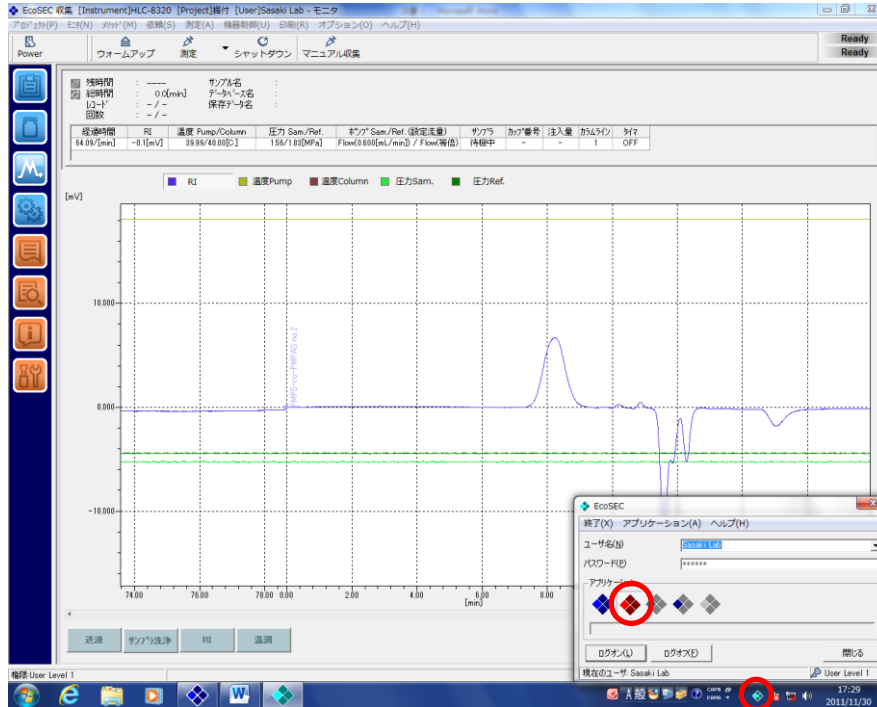
④ クロマトモニター画面で RI が安定していることを確認する



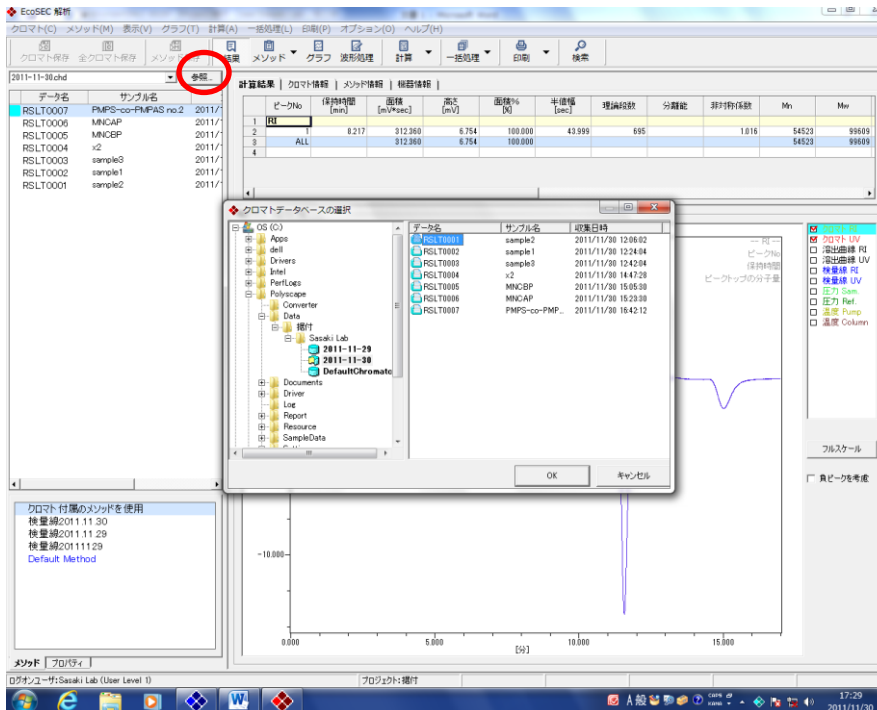
⑤ 測定ボタンをクリックし測定開始

- ・測定が終了するまで好きなことをして過ごしましょう

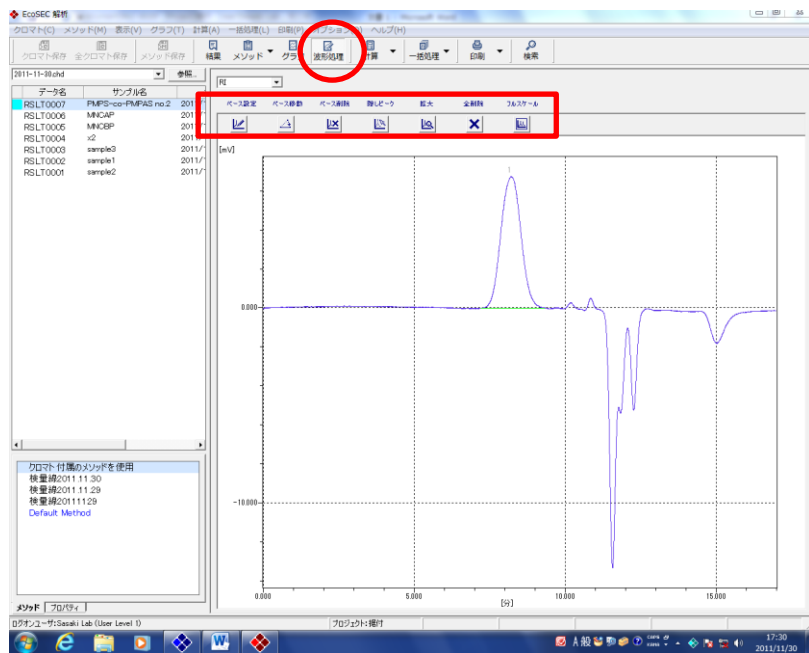
⑥ 測定したデータを解析する



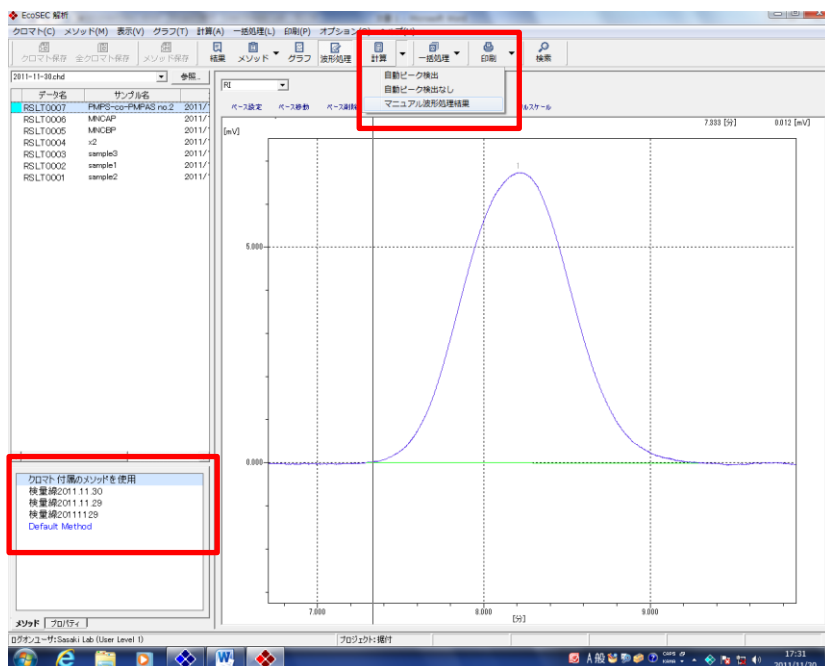
- ・画面右下の EcoSEC アイコンをダブルクリックし、「解析」をクリックしてログオン



- ・解析画面が開いたら「参照」アイコンから自分のデータを開く

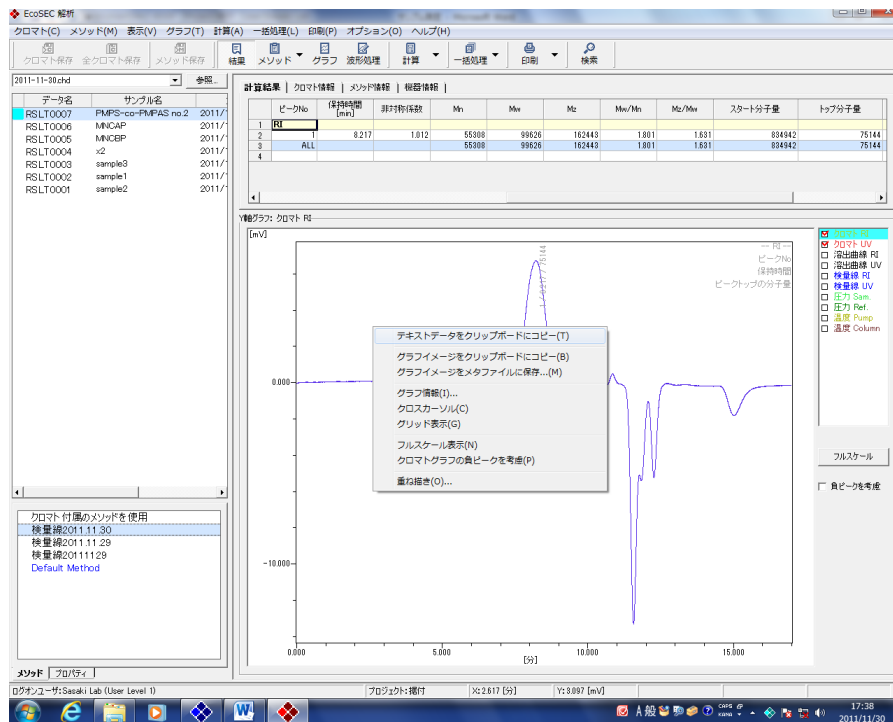


・「波形処理」アイコンを選択し、解析したピークのベース設定を行う

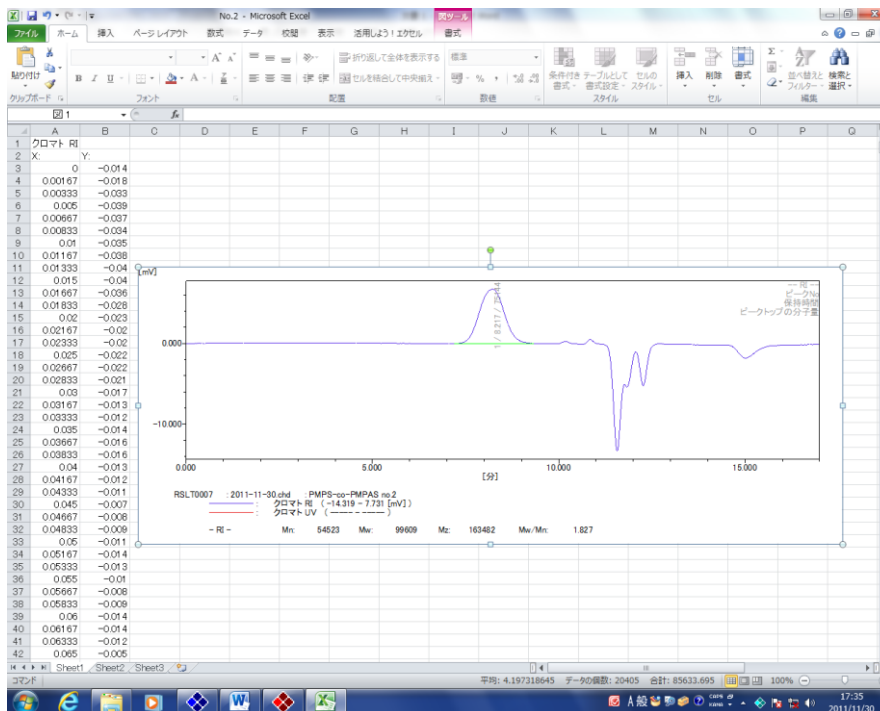


- ・左下のメソッドから最新の検量線を選択
- ・ベースラインを引き終わったら「計算」アイコンから「マニュアル波形処理結果」を選択する

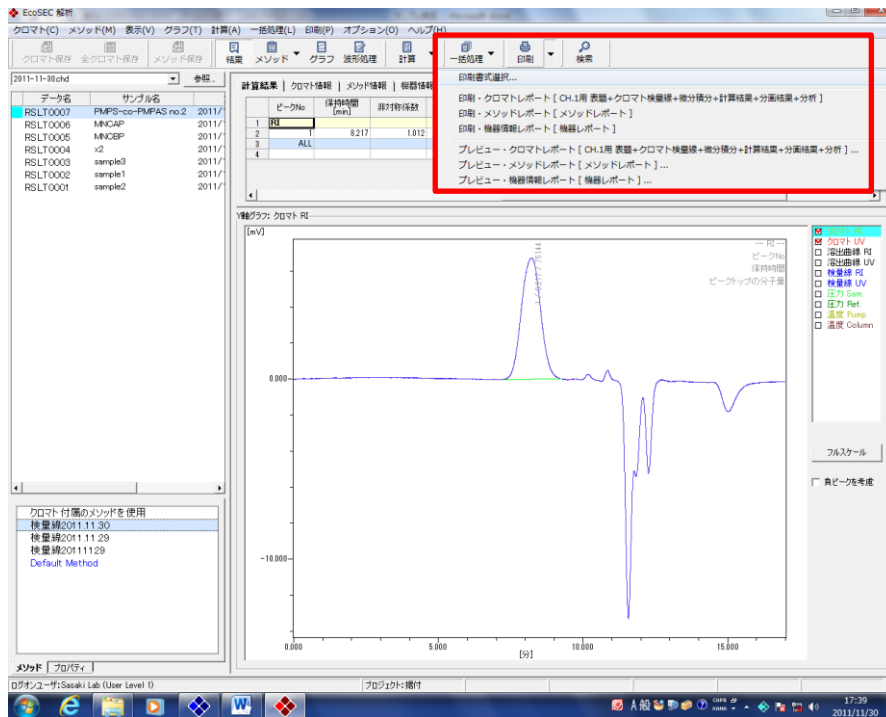
⑦ 解析したデータをエクセル or ワード形式で保存する
 エクセルでの保存方法



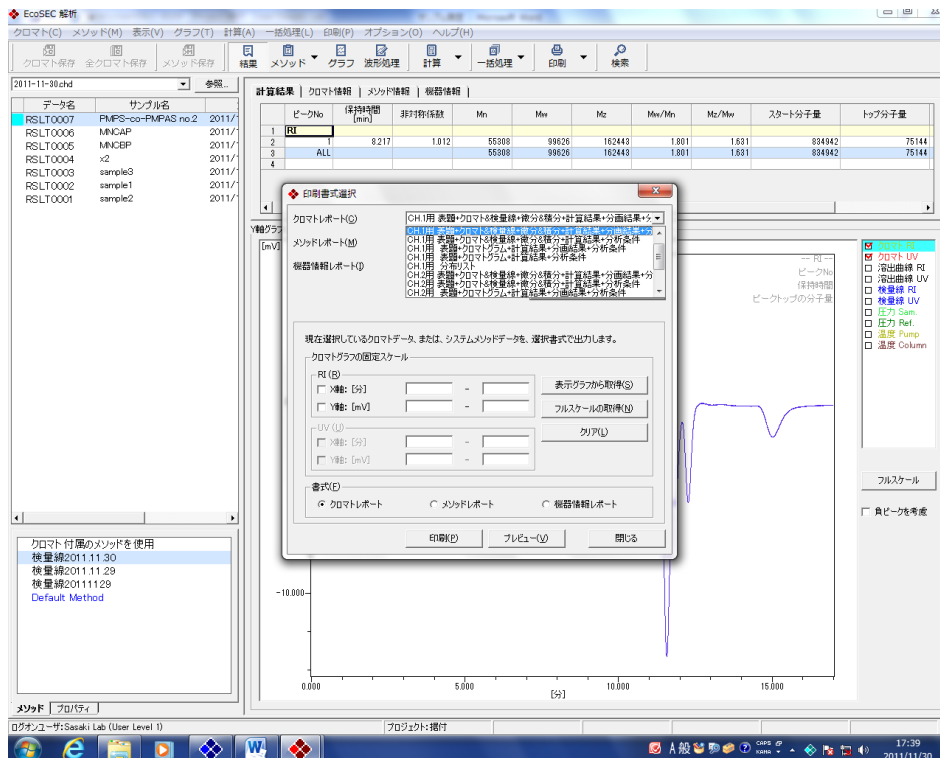
- ・ 解析画面を右クリックしてテキストデータ and グラフイメージをそれぞれコピー
- ・ エクセルを開いて貼り付け、名前を付けて自分のフォルダに保存する



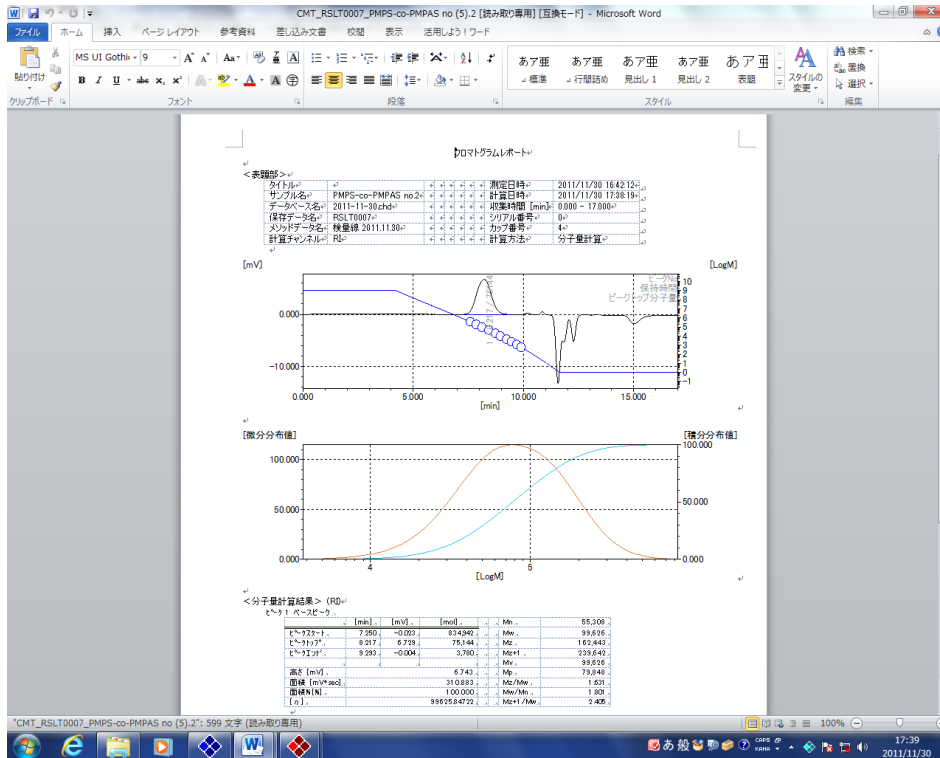
ワード形式で保存する



- ・「一括処理」アイコンから「印刷書式選択」をクリック

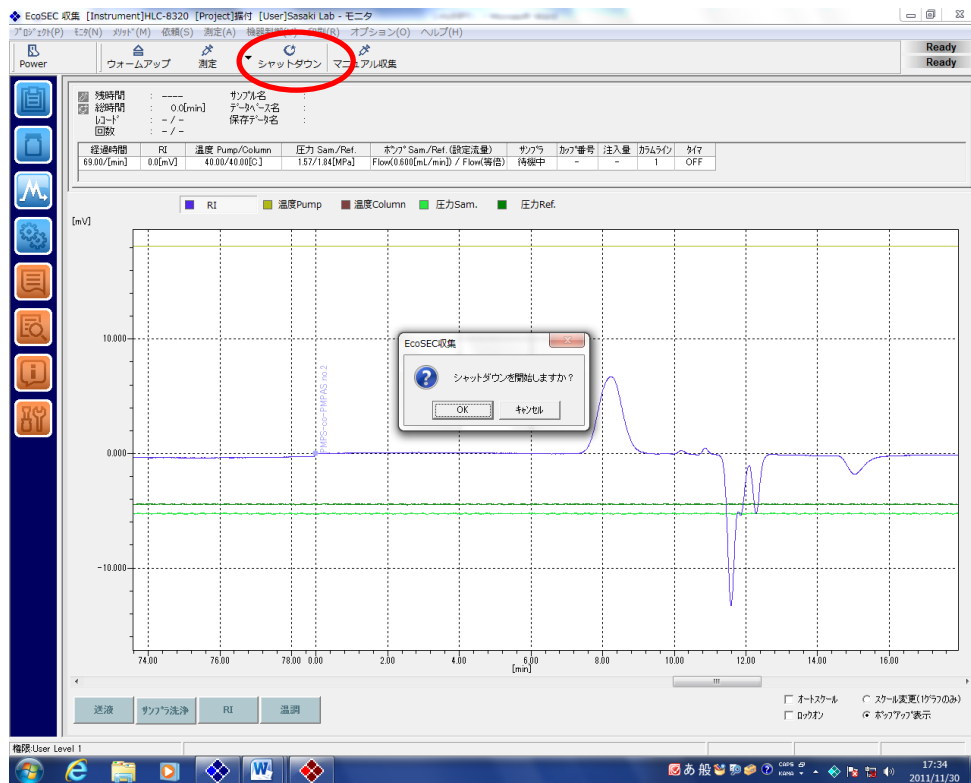


- ・自分のほしい情報が表示される選択枝を選んで「プレビュー」をクリック



- ・ワードに欲しい情報が表示されるので、これを名前をつけて自分のフォルダに保存

シャットダウン



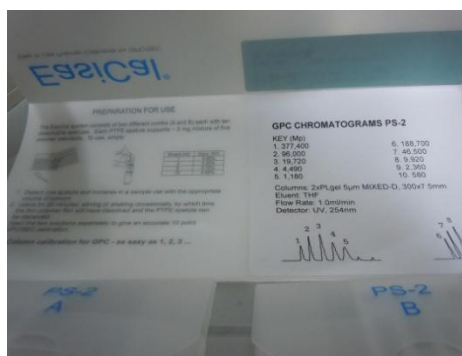
・「シャットダウン」アイコンをクリックしシャットダウンを実行すれば自動的に装置の電源が切れる(パソコンの電源とソフトは手動で消さないと消えません)

☆便利な機能☆

シーケンスにサンプルの測定条件を打ち込み測定開始した後にシャットダウンボタンを押しておけば、測定終了後に勝手にシャットダウンを実行し装置の電源は落ちます

検量線の作成

① 標準ポリスチレン溶液の準備



- ・写真のように分子量既知の標準ポリスチレンを準備
- ・中身を見ると A と B 二つの袋があるので、それぞれから一本試料をちぎり取る
(それぞれ異なる分子量のポリスチレンを5種類ずつ含んでいる)
- ・パッケージに書いてあるように A、B それぞれの試料棒を別のサンプル管に入れ、DMF(LiBr 10mM) を約 2 mL 加える

※DMF(LiBr 10mM)溶液の作り方・・・DMF 3.0 L(ガロン瓶一個分)に LiBr 1.60g を計りとり攪拌子を入れて攪拌し、よく混ぜ合わせる

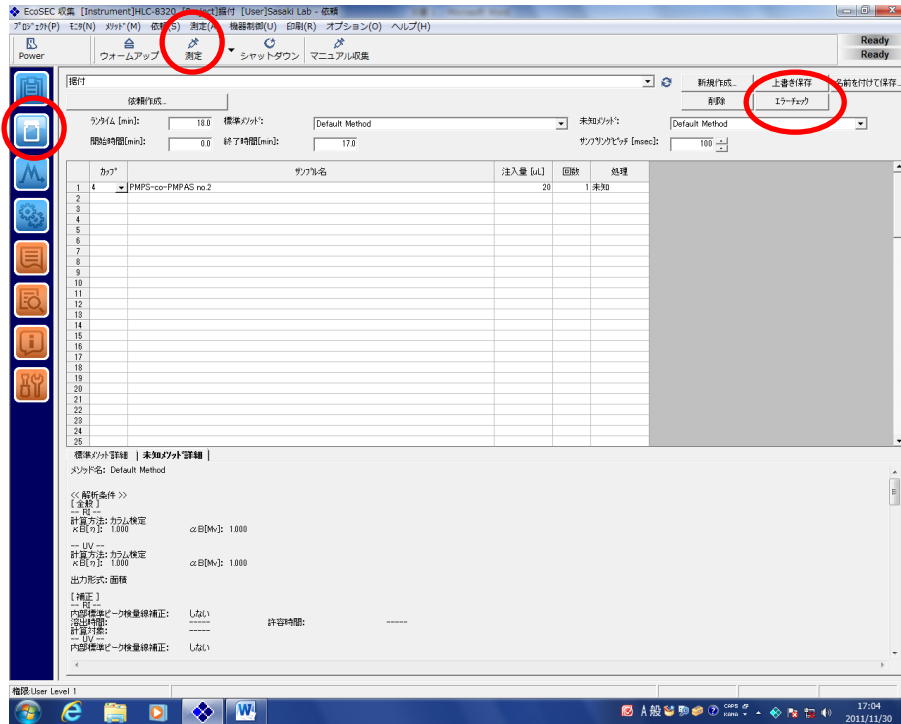
② 標準溶液の作成

- ・メンブレンフィルターを通して GPC 用サンプル管に標準試料を入れる(三本の波線の二本目くらいまで、アルミホイルで蓋をしてからキャップをつける)



③ 標準溶液を試料室に入れる

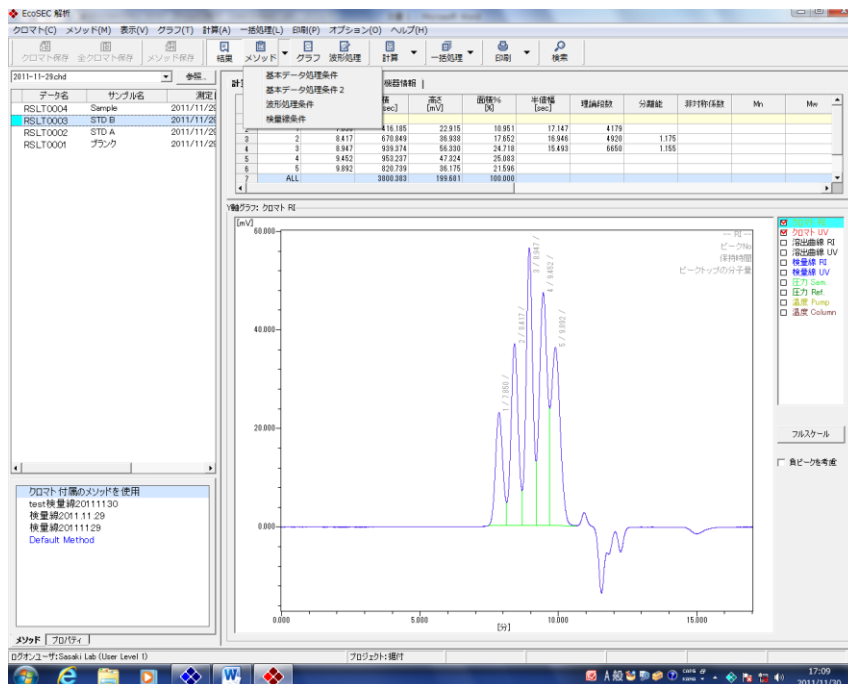
④ シーケンス画面に測定試料情報を書き込む&測定



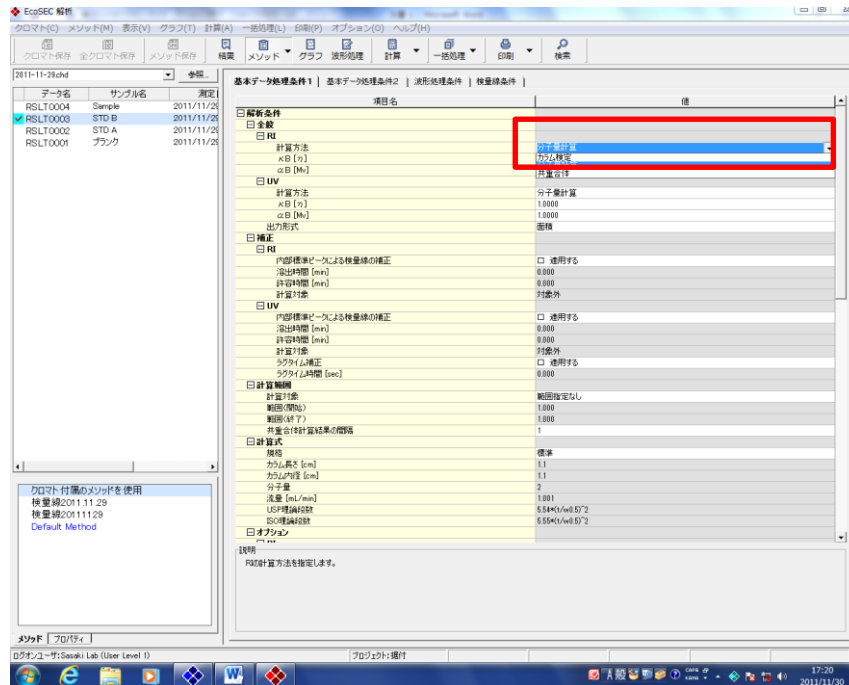
・書き込んだらエラーチェックして測定開始

- ・カップ番号・・・試料室に入れた番号
- ・サンプル名・・・StandardA、StandardBなどでOK
- ・注入量・・・20 mL
- ・回数・・・一個
- ・処理・・・未知

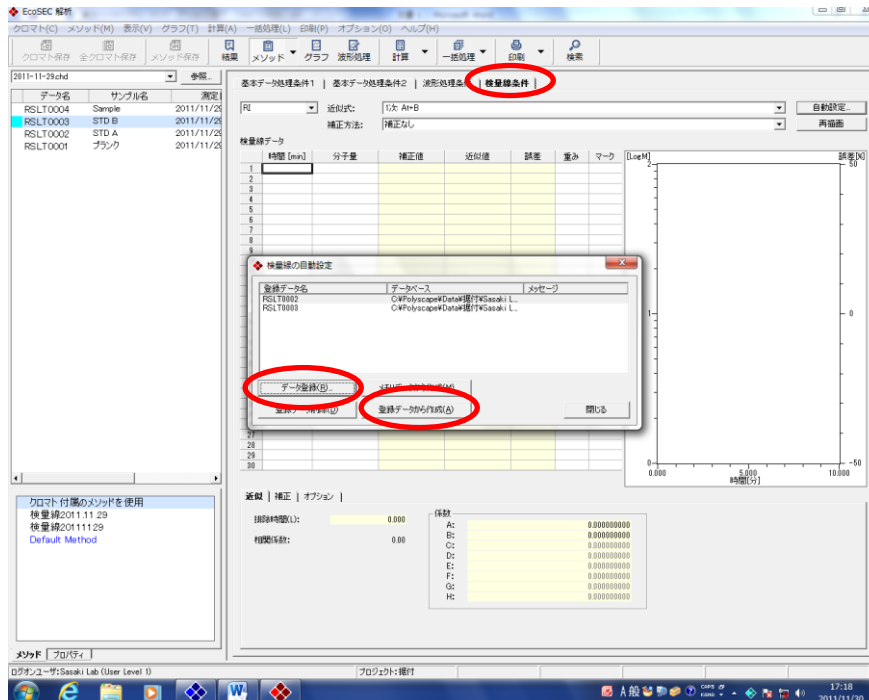
⑤ 検量線を引く



- ・ 解析画面を開き「参照」ボタンから測定した標準試料のデータを選択
- ・ 波形処理でベースラインを引く
- ・ 「メソッド」ボタンをクリック
- ・ 基本データ処理条件を選択し RI の計算方法を「カラム検定」から「分子量計算」に変更



- ・ 「検量線条件」を選択し「自動設定」アイコンを押し「データ登録」から標準溶液のデータを登録し、「登録データから作成」をクリック



- ・各ピーク時間が表示されるので対応する分子量を標準試料のパッケージに記載された通り入力する

① オプションから「分子量登録」を選択

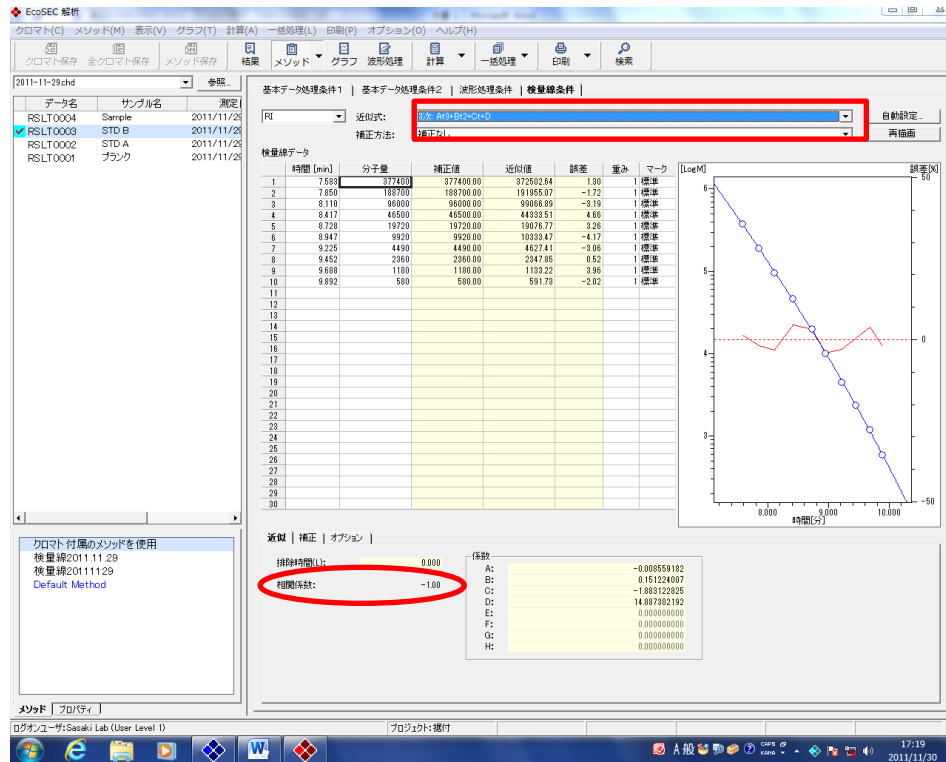
② 「分子量」をダブルクリックして設定値を選択

時間 [分]	分子量	検出率	積分値	校正係数	標準	
1	756	3774	377400.00	4176907	-11.76	1標準
2	7850	187700	188700.00	20043830	-8.22	1標準
3	8110	98000	98000.00	9332944	-1.42	1標準
4	8417	46500	46500.00	4700716	11.96	1標準
5	8728	19720	19720.00	1907116	11.96	1標準
6	9047	9920	9920.00	942089	4.95	1標準
7	9295	4480	4480.00	494555	3.22	1標準
8	9452	2360	2360.00	230858	2.18	1標準
9	9680	1180	1180.00	119907	-1.26	1標準
10	9892	590	590.00	67247	-16.81	1標準
11						
12						
13						
14						
15						
16						
17						
18						
19						
20						
21						
22						
23						
24						
25						
26						
27						
28						
29						
30						

※便利な機能(図中の手順①、②)

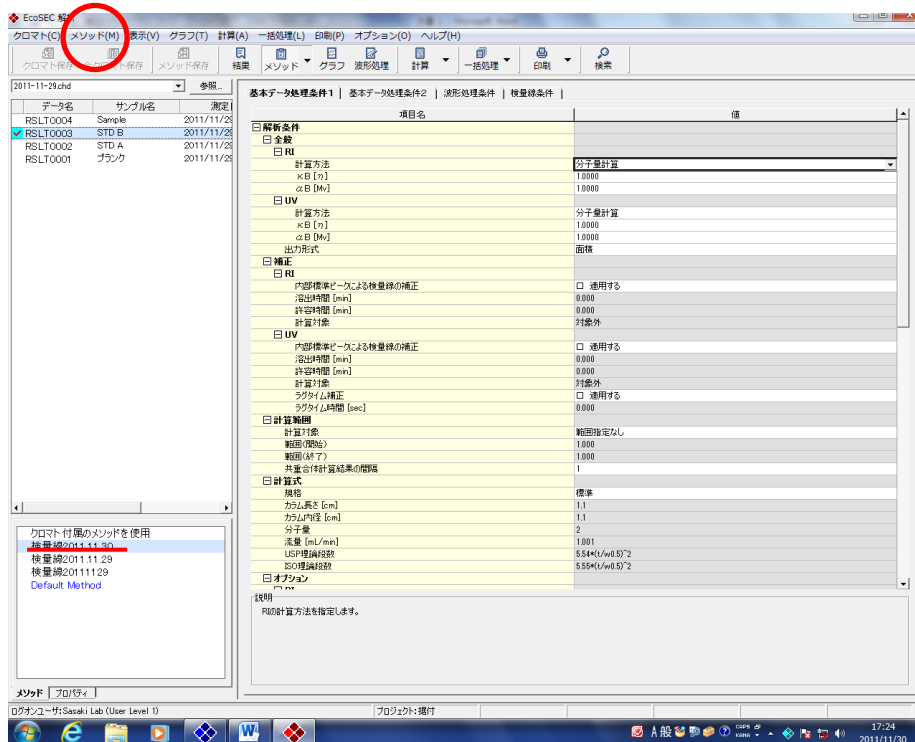
オプションの「分子量登録」で標準ポリスチレンの分子量を登録しておけば、分子量をいちいち打ち込まなくても「分子量」アイコンをダブルクリックして「設定値」を選択すれば勝手に打込んでくれる(別の分子量範囲の標準ポリスチレンを買い替えたなら設定しなおす必要がある)。

- ・最初は1次近似になっているので三次近似に切り替える



※相関係数がほぼ-1で、各点での誤差(各点からの回帰曲線までの距離)が10%以内ならオケー。もし大きくずれ
る場合は試料を作り直した方がよい

- ・最後に「メソッド」ボタンから名前をつけて保存し、画面左下に登録した検量線名が表記されれば終了



溶媒ガロン交換時の注意点他

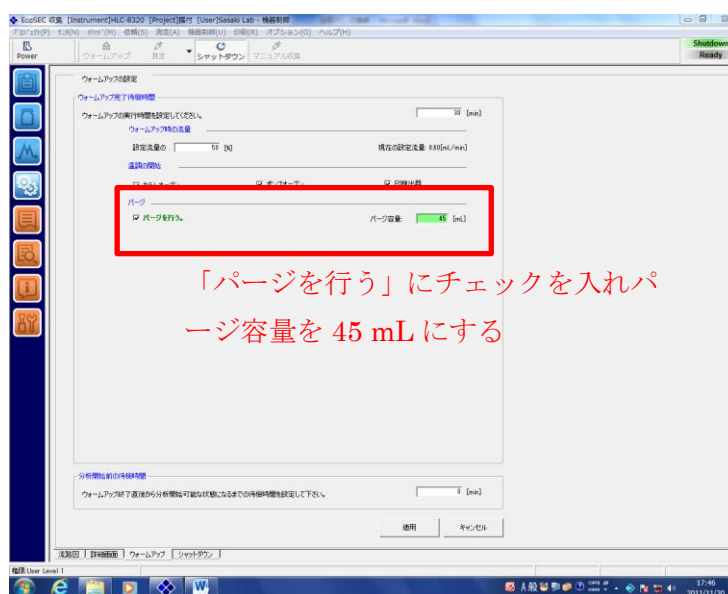
① LiBr 10 mM の DMF を調整する

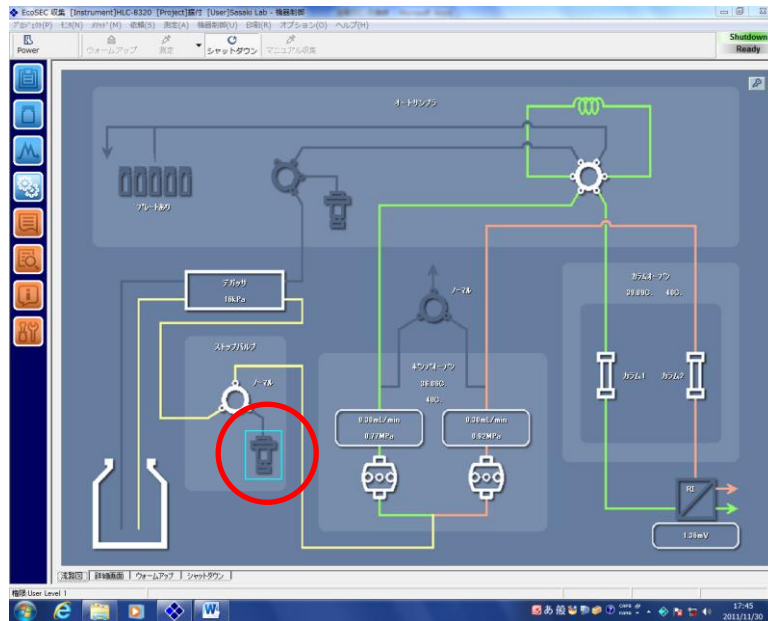
サンプルが通るカラム、リファレンスカラムを流れる溶媒(LiBr 10 mM の DMF)が手前のガロン、サンプラー(サンプルを吸入するニードル)を洗浄するために使う溶媒(純粋な DMF)が奥のガロン、DMF 中の塩が析出することによる不良を防ぐための純水が真ん中の三角フラスコ(見えにくいけど。。。)



DMF(LiBr 10mM)溶液の作り方・・・DMF 3.0 L(ガロン瓶一個分)に LiBr 1.60g を計りとり攪拌子を入れて攪拌し、よく混ぜ合わせる

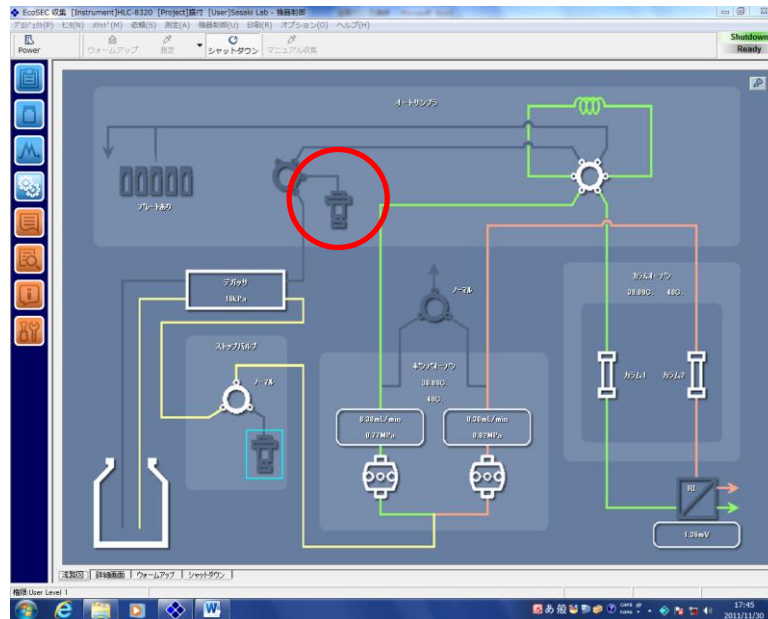
② パソコンから装置の電源を入れウォームアップ時にパージを行う(LiBr 10 mM DMF 交換時)





- ・この画面から赤丸のシリンジをクリックすれば同様にページを行えるが、ウォームアップの設定からページを行うことを薦める

③ サンプラーの洗浄を行う (純 DMF 交換時)

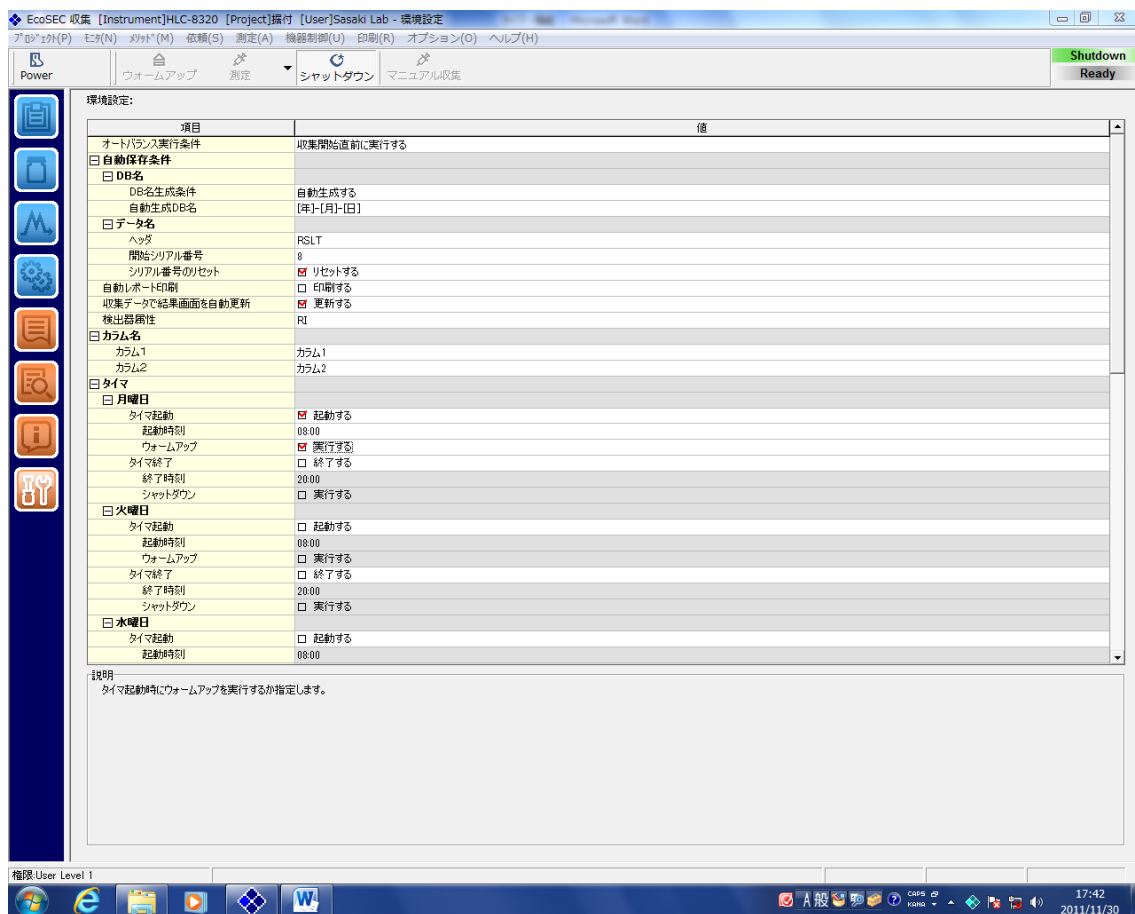


- ・この画面からサンプラー側のシリンジを選択する
- ・洗浄量を 25 mL に書き直し実行する

便利な機能

自動立ち上げ機能

翌日の朝に学校についたらすぐに測定を開始したいというあなたに朗報、タイマー機能がついてます



- ・ 収集画面を起動
- ・ 画面左下の工具マークを選択
- ・ 次の日の曜日を選択しタイマー機能の欄の「起動する」とウォームアップ欄の「実行する」にチェックを入れる(ウォームアップして安定するまでに2時間程度かかるので10時に始めたかったら8時に起動時刻をセットしましょう)
- ・ パソコンの電源を切らずに収集画面を立ち上げた状態で帰宅すれば次の日学校にきたときには測定できる状態に
- ・ 翌日はチェックを外しておかないと毎週その日に自動的に立ち上がってしまうので注意