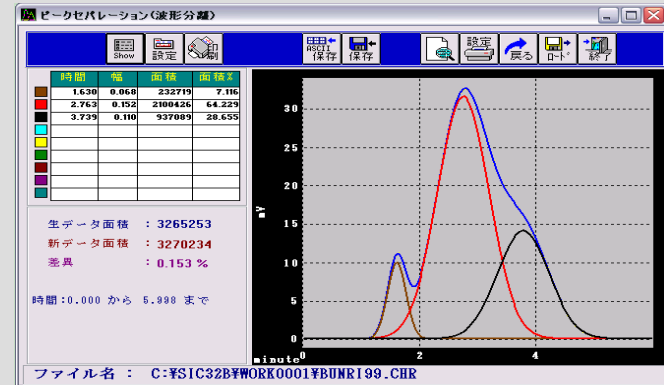


# μ 7 PlusData Station へのアプローチ

## G P C 編



# $\mu 7 Plus$ の主な特長



## 使い易さ、それはSICの基本設計思想です！

- ・安心のガイド機能
- ・超小型ADCユニット搭載、かつ超低価格で独立2ch(標準)を実現！  
→ ADCユニット×2で独立4chを実現！  
RI、UV等4検出器まで個別にGPC解析可能！
- ・USB(バスパワー)仕様により、ノートPCでもGPC解析可能！
- ・不分離(ショルダー等)ピークのシミュレーション機能！
- ・クロマト貼り付け、データ転送(エクセルへ)もワンタッチ処理！
- ・クロマトグラム、検量線の重ね書き及び充実したレポート機能！
- ・AIAフォーマット又はテキスト形式対応で他社のクロマトも解析可能！

# 1. クロマトデータ取込み

## ・ モニタリング(クロマト取込)ファイル設定

クロマト保存場所を選択



CH A 設定

ファイル名(*.CHR): <input type="text" value="DATETIME"/>	感度: < 1250 mv
サンプリングレート: <input type="text" value="10.0"/> ヘルプ 0.1~100ポイント/秒	<input type="text" value="-10.000"/> から <input type="text" value="100.000"/> まで
分析時間(0.5~2000分): <input type="text" value="10.00"/>	<input type="checkbox"/> オーバーラップ <input type="checkbox"/> 連続取込
トータルサンプル数(<10000): <input type="text" value="10"/>	空き容量: <input type="text" value="317.15 GB"/>

Path:  Dir

比較クロマト  Dir

リアルタイムファイル: 1DEFAULT.RUN	編集	X軸移動単位(分): <input type="text" value="1.0"/>
データ処理パラメータ: DEFAULT.WMT	編集	Y軸移動単位(mv): <input type="text" value="10.0"/>
ヘッダーコメント: INST-A.ISP	編集	
GPC検量線ファイル: GPCDEMO.GSD	編集	
GPC計算ファイル: GPCDEMO.GMT	編集	

モニタリング 1(データ取り込み後待機)  微分画面ON/OFF  
 モニタリング 2(データ取り込み、印刷後待機)  Y軸自動/固定ON/OFF

次へ(OK) 画面の設定 ロード 保存 続行 キャンセル

基本設定部



比較クロマト選択

## ・ モニタリング(検体)ファイル名設定

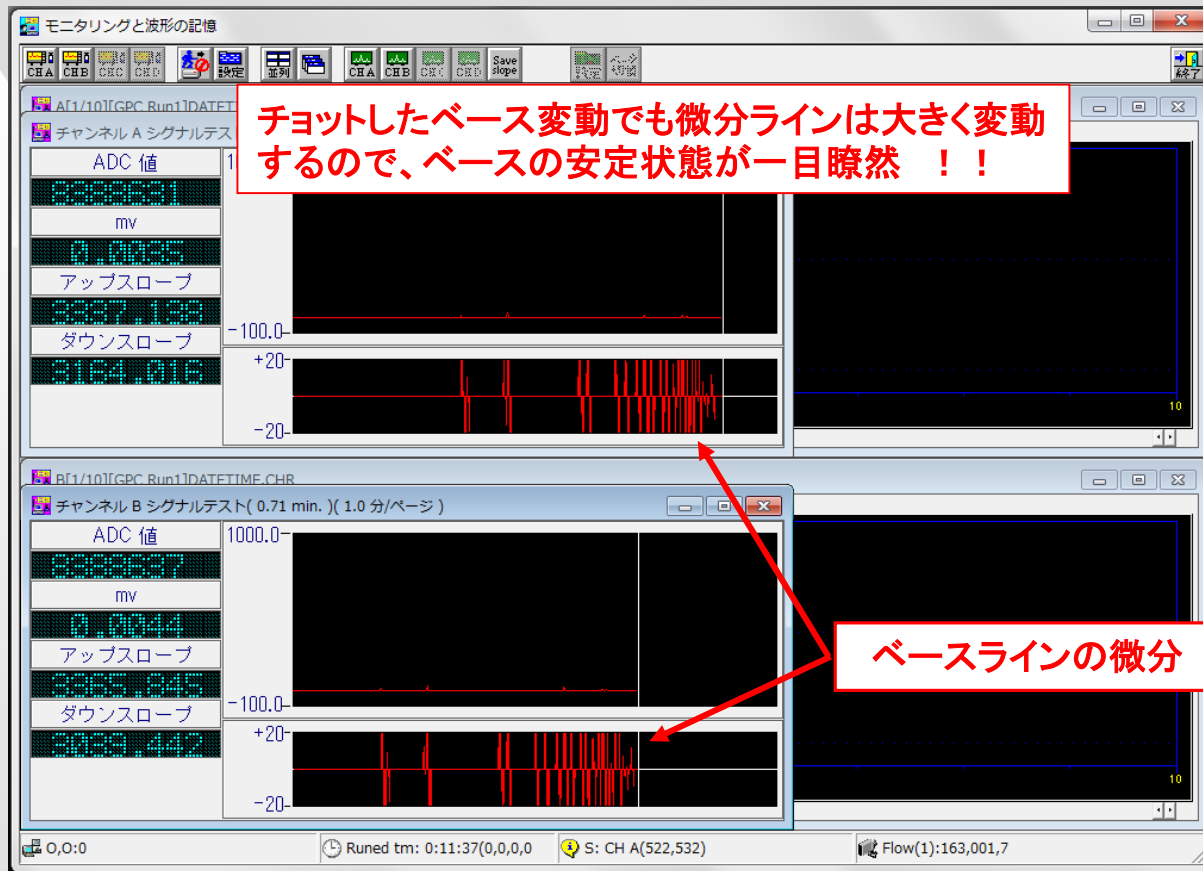
The screenshot shows a software window titled 'モニタリングと波形の記憶' (Monitoring and Waveform Memory). The main area is a table for setting sample file names and comments for channel A. The table has three columns: 'CH A', 'ファイル' (File), and 'コメント' (Comment). The rows are numbered 1 to 10. Row 1 is selected, and its 'ファイル' cell contains 'DATETIME' and 'STD-1'. A red box highlights the 'ファイル' column for rows 6 to 10, which contain 'ABCDEF01' through 'ABCDEF05'. A red arrow points to row 7 with the text '日付や固有名での連番等を任意に設定可能' (Possible to arbitrarily set serial numbers by date or name).

CH A	ファイル	コメント
1	DATETIME	STD-1
2	DATETIME	UNK-1
3	DATETIME	UNK-2
4	DATETIME	UNK-3
5	DATETIME	UNK-4
6	ABCDEF01	
7	ABCDEF02	
8	ABCDEF03	
9	ABCDEF04	
10	ABCDEF05	



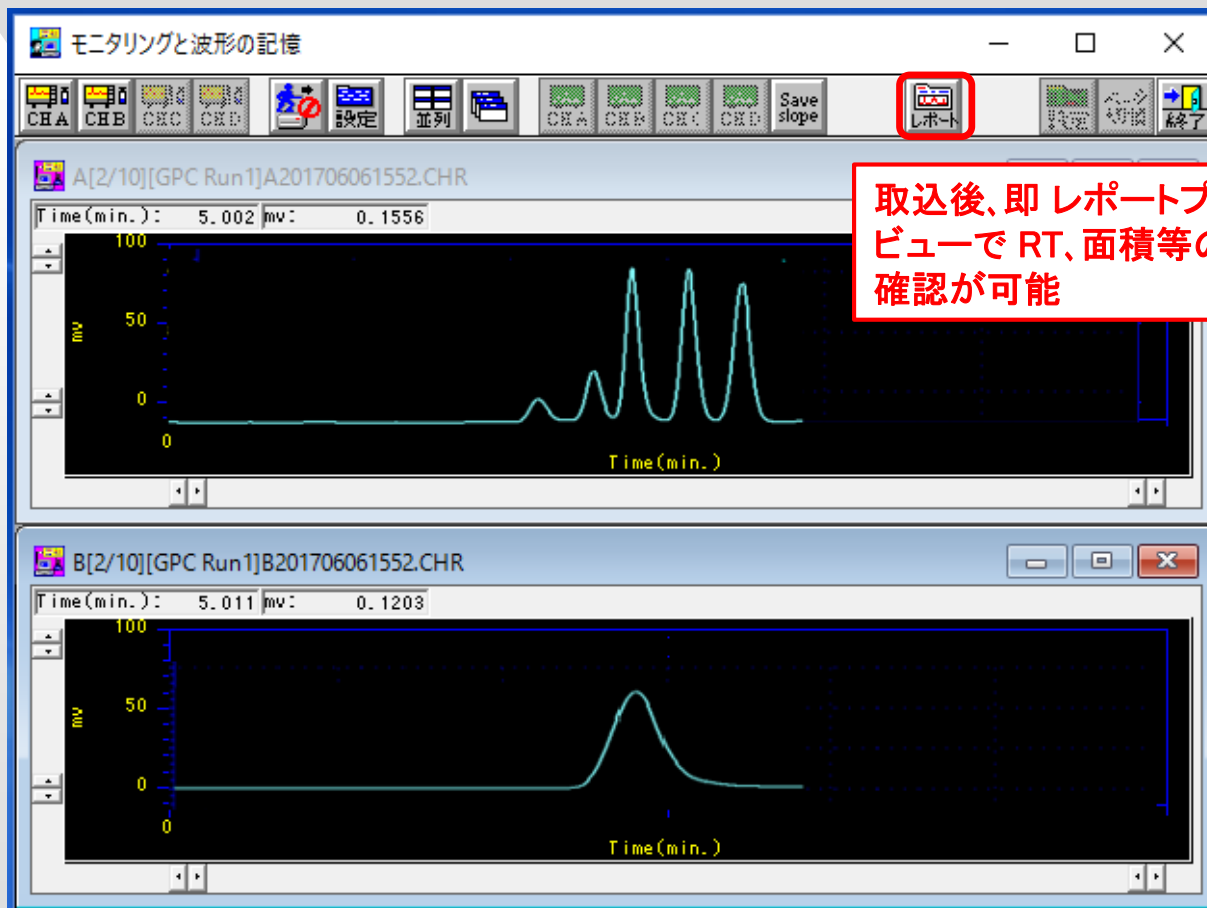
各ファイル等設定

- モニタリングシグナルテスト画面(試料注入待ち)



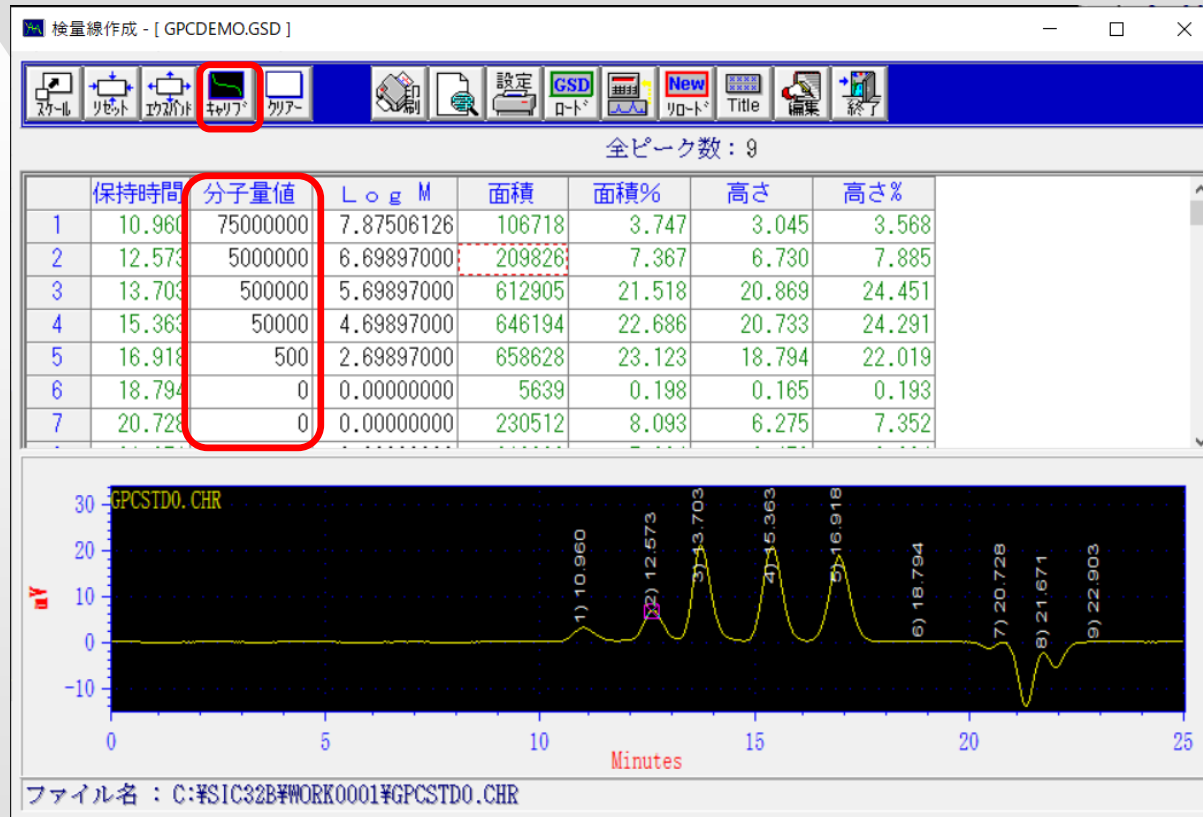
- ・ インジェクション後のクロマト取り込み画面

2チャンネル取り込み画面（独立／同時、共に可能）



## 2. GPC検量線作成方法－1

① STDクロマトを読み出し、分子量をピークトップ(RT)にあわせて入力！



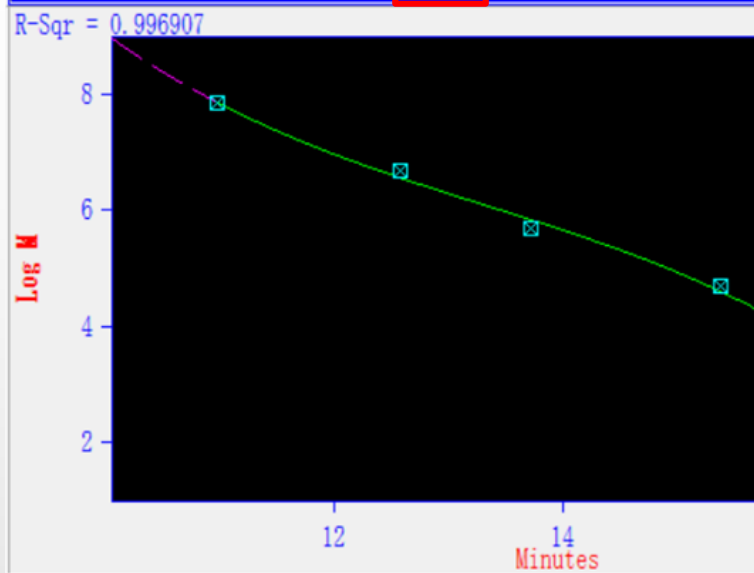
② 【キャリブレーション】をクリックして検量線は完成！！(次頁へ)

### ③ 【保存】により検量線作成完了

検量線表示 - [ GPCDEMO.GSD ]



検量線の次数(最大5次式)の設定や式の表示もワンタッチ!



ファイル名 : C:\¥SIC32B¥WORK0001¥GPCSTDO.CHR

検量線式 (次数) 変更

### 検量線式 (次数) 変更

1次式  
 2次式  
 3次式  
 4次式  
 5次式

OK  
キャンセル

検量線式表示

$$Y = (7.178252E+1) - (1.353940E+1)X^1 + (9.693521E-1)X^2 - (2.425531E-2)X^3$$

X	Y
10.960	7.87506126
12.573	6.69897000
13.703	5.69897000
15.363	4.69897000
16.918	2.69897000

戻る

Y軸 : L o g 分子量値  
X軸 : 保持時間



### 3. GPC検量線作成方法－2(手入力)

STDピークの保持時間と分子量値が予め分かっている場合・・・

そんな時は、保持時間と分子量を下記表に入れるだけ！！

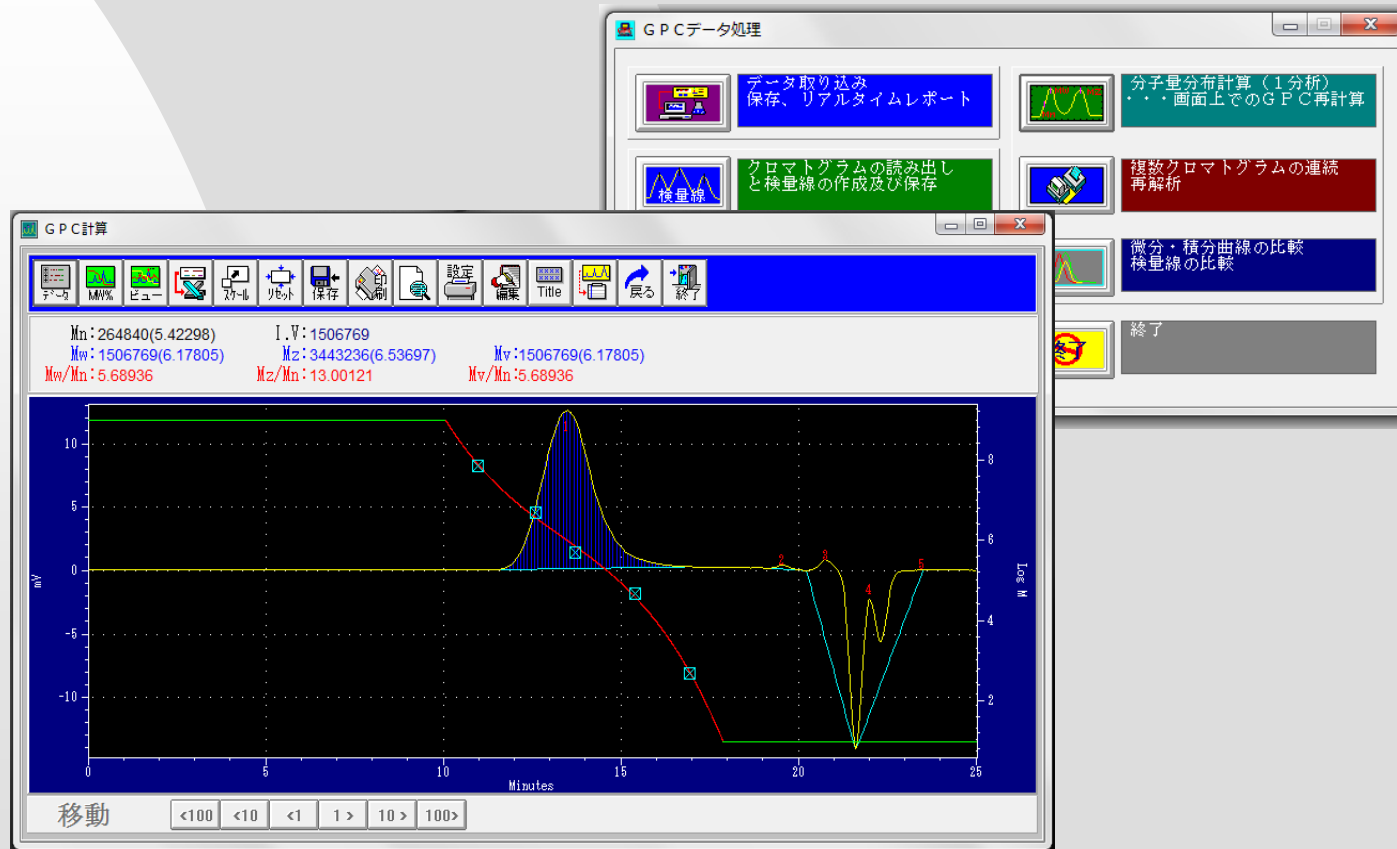


ピーク番号	保持時間 (min)	分子量値	Log M
1	10.960	7500000	7.87506126
2	12.573	500000	6.69897000
3	13.703	50000	5.69897000
4	15.362	5000	4.69897000
5	16.917	500	2.69897000
6			
7			

入力 [ 0 ~ 2000 ]

# 4. GPC分子量分布計算

・他社のどのデータ処理機よりも簡単に解析が出来る！



## 任意の未知試料を読み出して検量線を選択

GPC再解析

データファイル名:	GPCDEMO1.CHR	ファイル選択
比較クロマト:		ファイル選択
データ処理ファイル名:	default.wmt	ファイル選択
検量線ファイル名:	gpcdemo.gsd	ファイル選択
GPC計算法ファイル名:	gpcdemo.gnt	ファイル選択

比較クロマト      分析時間: 25.001  
 解析済みデータ/新規条件で解析

**GPC検量線式**

$$\text{Log } M = (7.173524E+1) + (-1.352940E+1)X^1 + (9.686722E-1)X^2 + (-2.424062E-2)X^3$$

再解析 - 1  
クロマトグラムと計算結果の印字(レポート出力)

再解析 - 2

画面上でのGPC再計算  
→任意の検量線ファイルを選択し、【再解析-2】アイコンをクリックして下さい。

終了

保存    内標補正OFF

GPC計算パラメータ

スライス開始時間(分)	11.000
スライス終了時間(分)	17.000
ベース開始時間(分)	0.000
ベース終了時間(分)	0.000

時間 10.048 から 25.001 まで

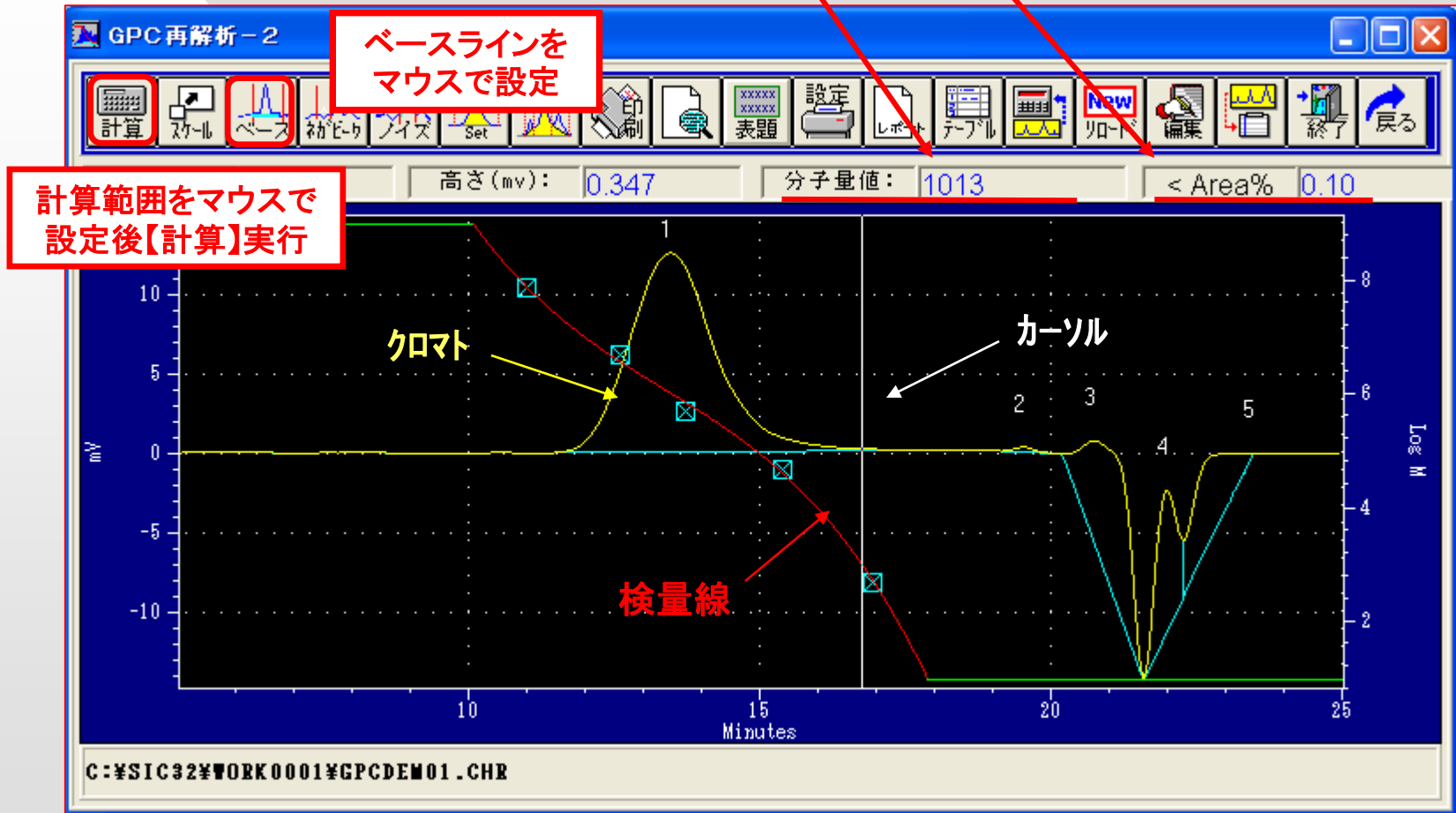
ユニバーサル キャリブレーション  
 微分分子量曲線の保存

スライス間隔(0.001~1分):	0.100
Qファクタ Q0/Qサンプル:	1.000
粘度指数 a (0.1~2):	1.000
粘度係数 K (K > 0):	1.0000000

【再解析】  
→ 次頁

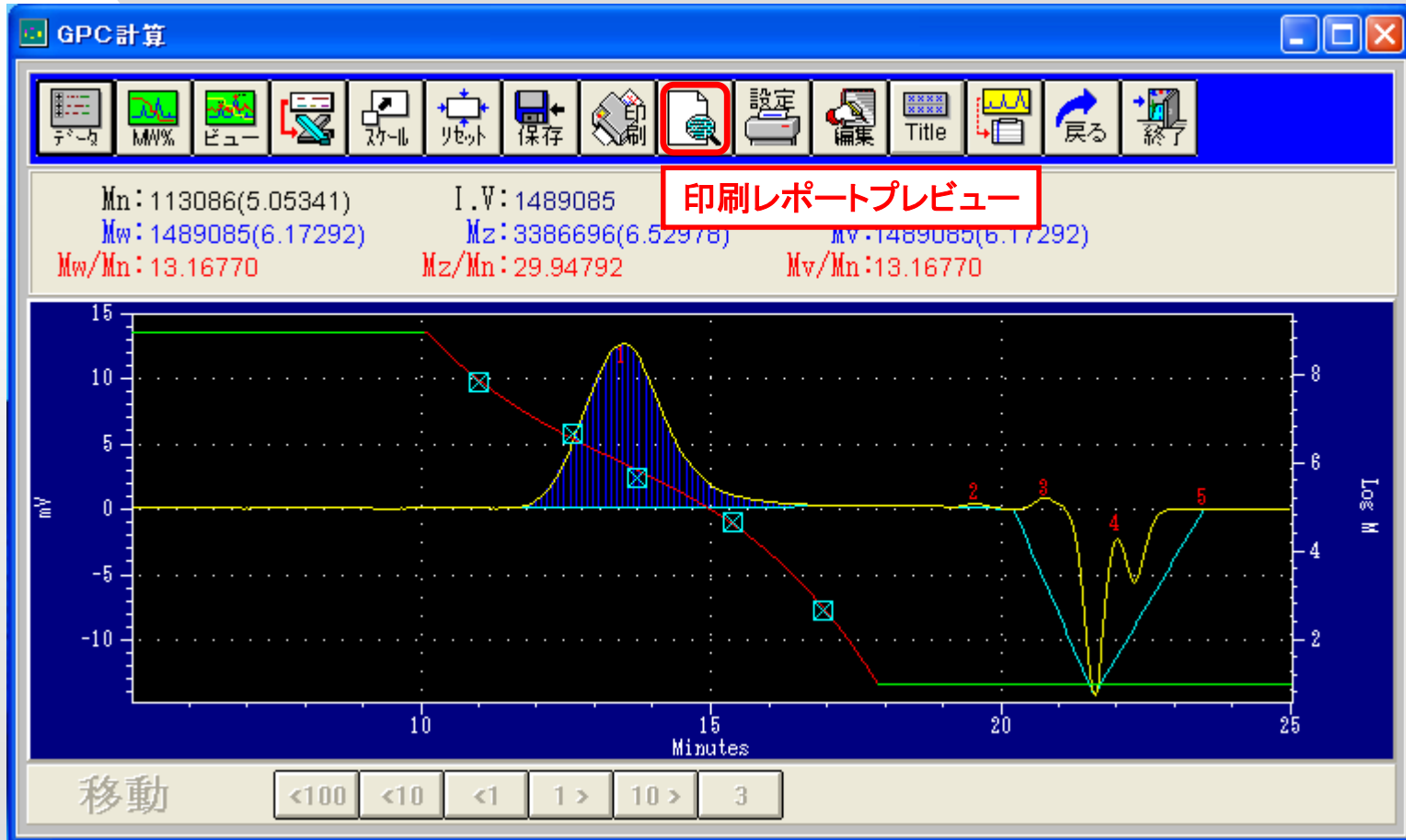
## ・ 分子量分布計算(再解析)

- ① 画面上のカーソルの移動でピークトップの保持時間と分子量がすぐ判明！
- ② 化学物質審査規制法にも対応 → 分子量値と面積比・・・勿論レポート印刷も可能





計算範囲をマウスで設定し【計算】アイコンで  
計算結果(Mn、Mw 及び分散度等)を表示！



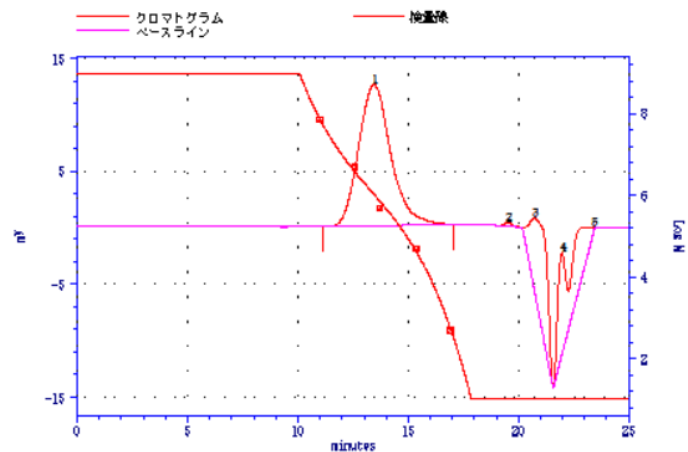
# ■ GPC計算レポート例-1

Analysis method: Instrument:  
 Detector : Voltage (mV) :  
 Electrode : Output range :  
 Default Column : Separation Column :  
 Clean Liquid : Rebuild Liquid :  
 Flow rate (ml/min): Attenuation :

ファイル名: GPCDEMO1.CHR 未知試料 1 (G.P.C.)  
 STD. ファイル名: GPCDEMO.GSD 計算ファイル名: gpcdemo.gmt  
 試料注入時間 : 09-06-1994 21:09:04  
 スライス範囲 : 11.136(分) から 17.069(分) まで スライス間隔 : 0.100(分)  
 ペース開始時間 : 11.366 ペース終了時間 : 16.981 (分)  
 ピークトップ RT : 13.437 (分) 分子量 = 1065207  
 粘度指数 : 1.000 粘度係数 : 1.0000000

平均分子量値  
 Mn (数平均分子量値) = 241301  
 Mw (重平均分子量値) = 1502937  
 Mz (Z平均分子量値) = 3421825  
 Mu (粘度平均分子量値) = 1502937  
 I.V (固有粘度) = 1502937

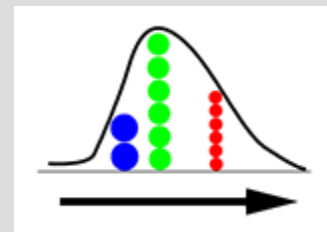
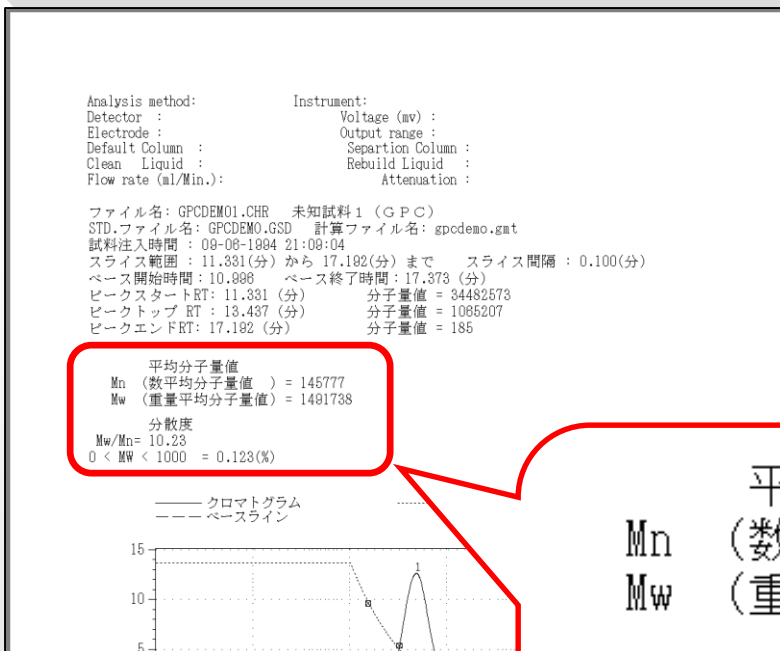
分散度  
 Mw/Mn = 6.23 Mz/Mn = 14.18 Mu/Mn = 6.23



検量式  
 3 次式  

$$\text{Log } M = (7.173524E+1)T - (1.352940E+1)T^2 + (9.686722E-1)T^3 - (2.424062E-2)T^4$$

## GPC計算レポート例-2



低分子側に有害物質が多い!?

平均分子量  
 Mn (数平均分子量) = 145777  
 Mw (重量平均分子量) = 1491738

分散度  
 Mw/Mn = 10.23  
 0 < MW < 1000 = 0.123(%) ← 化審法に対応



## ◎ 化学物質審査規制法とは・・・

### 改正化審法での高分子および低懸念ポリマー

住化分析センターは豊富な経験から、あらゆる種類の高分子化合物の化審法高分子フロースキーム試験に対応できます

#### 1. 化審法における高分子とは

1. 定義：（次のすべてを満たすもの）
  1. 3連鎖以上が50%以上
  2. 単一分子量が50%未満
  3. 数平均分子量が1,000以上
2. 要件：（高分子フロースキーム試験で確認する）  
光、熱、pHの変化によって変化しない、および次のいずれか
  1. 水、酸、アルカリ、溶媒に溶けない
  2. 溶媒に溶けた場合、分子量1,000未満が1%以下
  3. **1,000未満が1%を超える場合、1,000未満の成分が高蓄積と示唆されない※1**

※1 3.は今回の改正で新たに加わった要件

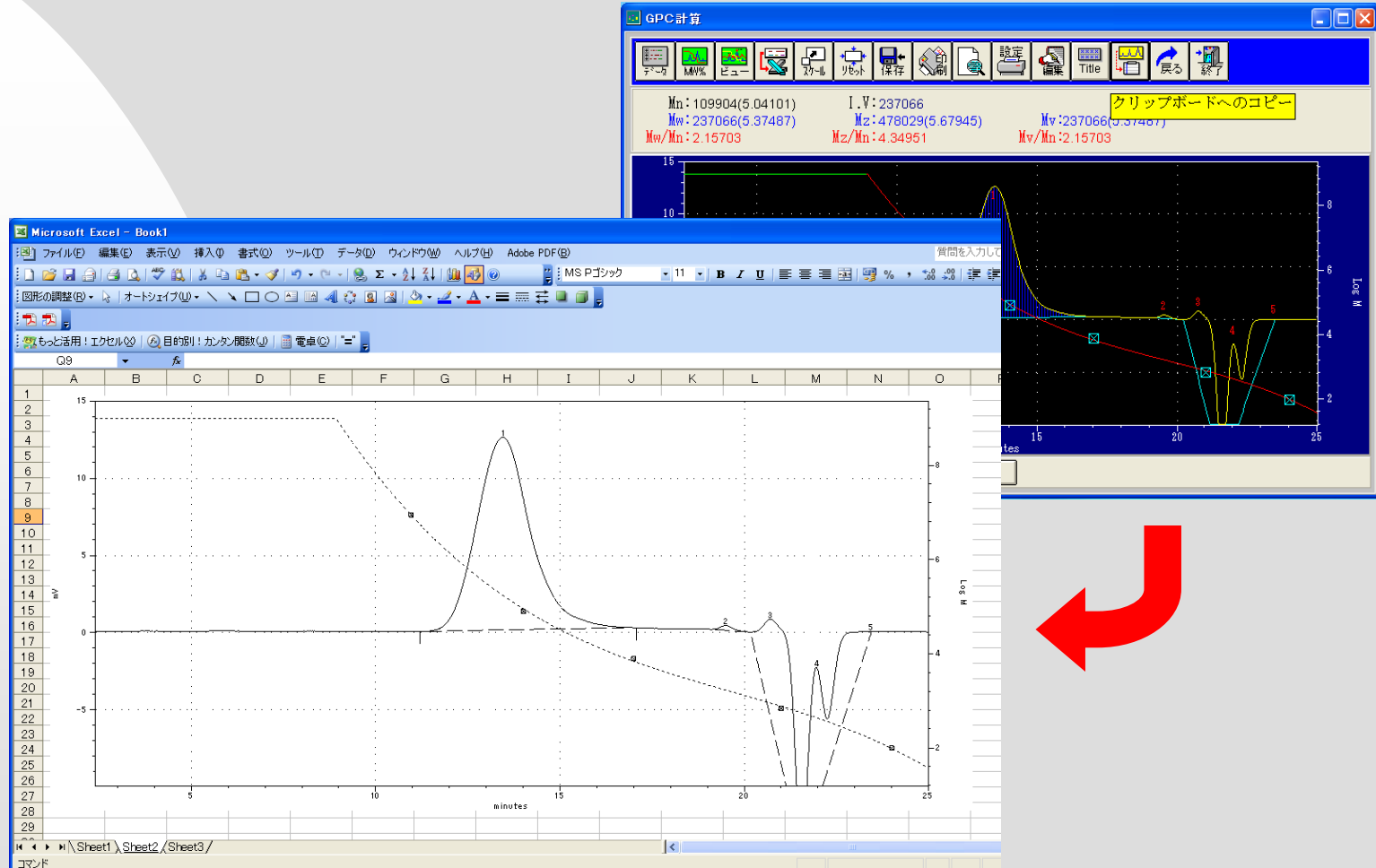


## 2. 低懸念ポリマーの要件（次のいずれかに該当するもの）

1. 安定性試験※2で安定、溶媒、酸、アルカリに溶けない、かつNa、Mg、K、Ca以外の金属を含まない
2. 安定性試験で安定、水あるいは有機溶媒に溶解して、Mnが10,000以上の場合、かつ分子量※2 1,000未満が1%以下
3. 安定性試験で安定、水あるいは有機溶媒に溶解して、Mnが1,000以上で10,000未満の場合、分子量1,000未満が1%以下で、モノマーがすべて既存、かつ構造中に懸念官能基を含まない

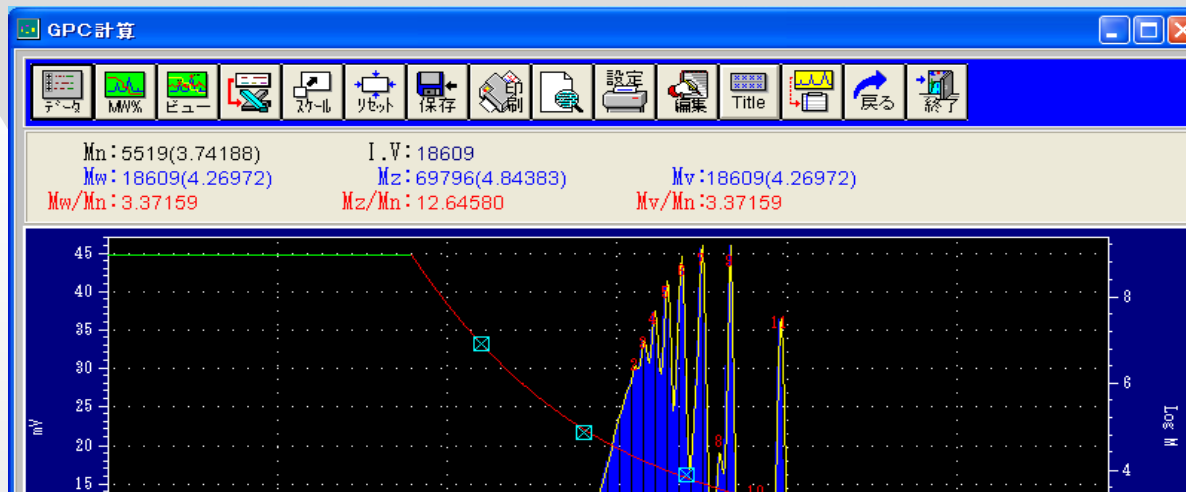
※2 安定性、溶解性、分子量は高分子フロースキーム試験で確認

# クリップボードを利用したクロマトの貼り付け



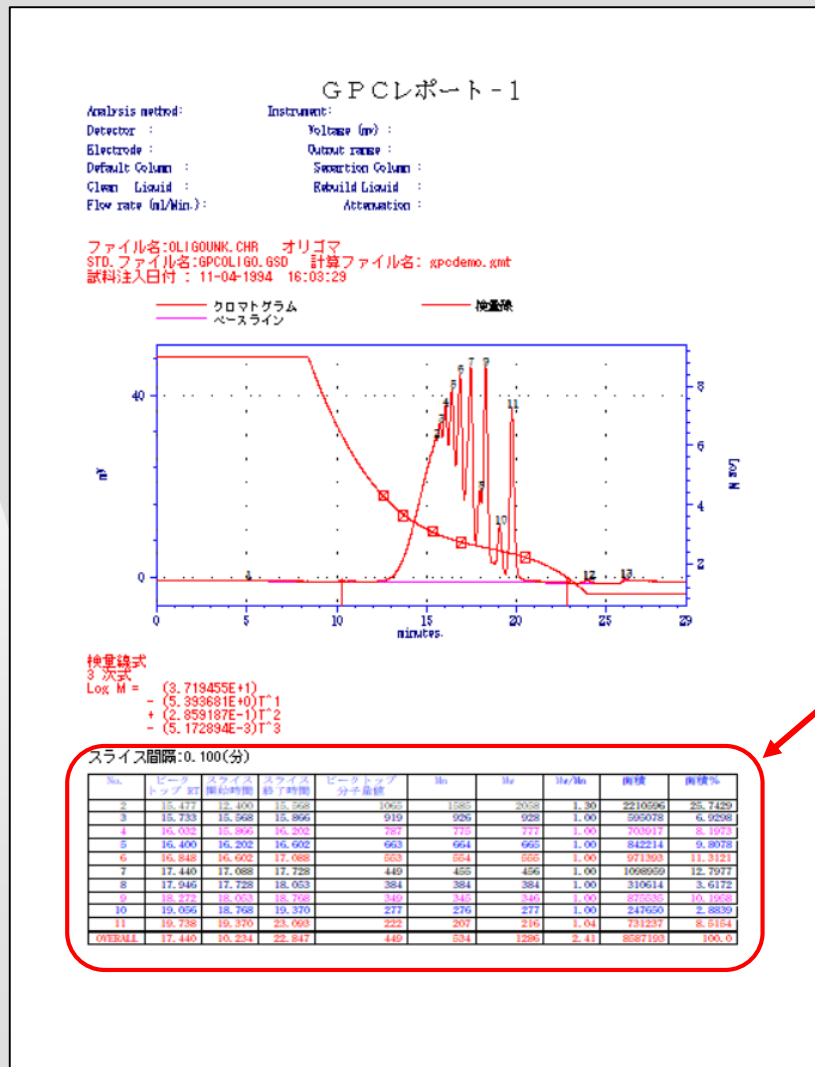
- ・ オリゴマー分析も個々のピークの計算結果を分かりやすい表で出力！

<<< 結果のエクセル転送例 >>>



	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	
1	OLIGOUNK.CHR															
2	オリゴマ															
3	No.	ピークト	スライス	開スライス	線	分子量	Mn	Mw	Mz	Mv	Mw/Mn	Mz/Mn	面積	面積%	高さ	高さ%
4	2	15.477	12.4	15.568	21287	34619	49749	92292	49749	1.437	2.6659	2197398	25.6713	31466	8.7684	
5	3	15.733	15.568	15.866	17232	17396	17476	17557	17476	1.0046	1.0093	594053	6.9401	34866	9.7157	
6	4	16.032	15.866	16.202	13632	13525	13599	13673	13599	1.0055	1.0109	702809	8.2106	38595	10.755	
7	5	16.4	16.202	16.602	10386	10379	10441	10502	10441	1.0059	1.0118	840957	9.8245	42512	11.8463	
8	6	16.848	16.602	17.088	7626	7646	7700	7755	7700	1.0071	1.0142	969959	11.3316	45824	12.7694	
9	7	17.44	17.088	17.728	5236	5364	5410	5456	5410	1.0086	1.0173	1097221	12.8184	47421	13.2143	
10	8	17.946	17.728	18.053	3885	3934	3945	3956	3945	1.0028	1.0056	309797	3.6192	20168	5.6201	
11	9	18.272	18.053	18.768	3237	3171	3192	3212	3192	1.0068	1.0131	873898	10.2094	47331	13.1893	
12	10	19.056	18.768	19.37	2127	2119	2131	2142	2131	1.0054	1.0108	246437	2.879	12526	3.4904	
13	11	19.738	19.37	23.093	1493	1379	1448	1478	1448	1.0499	1.0714	727233	8.4959	38150	10.631	
14	OVERALL	17.44	12.096	22.687	5236	5519	18609	69796	18609	3.37	12.65	8559762	100	358859	100	
15																

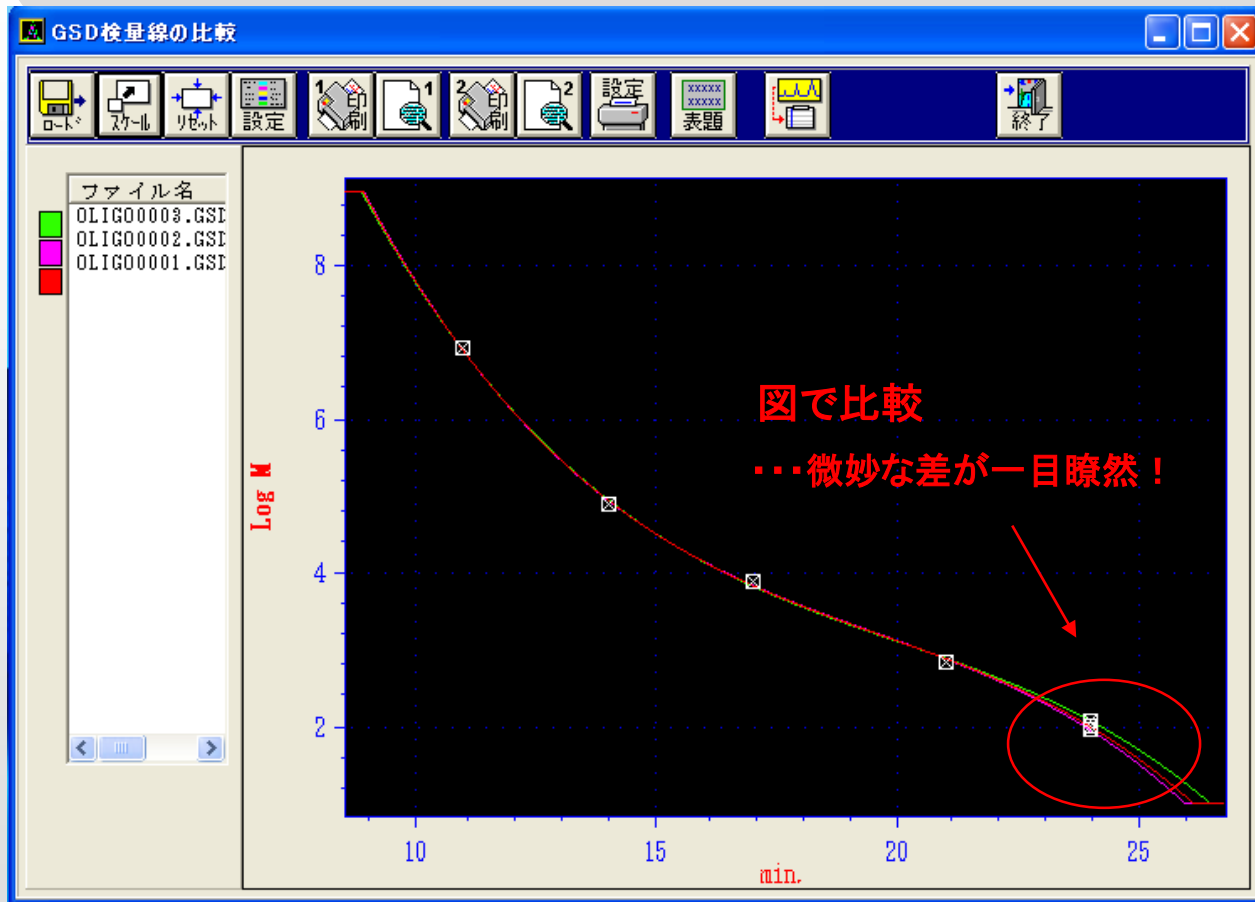
・ 個々のピークの計算結果(オリゴマレポート)印刷例！



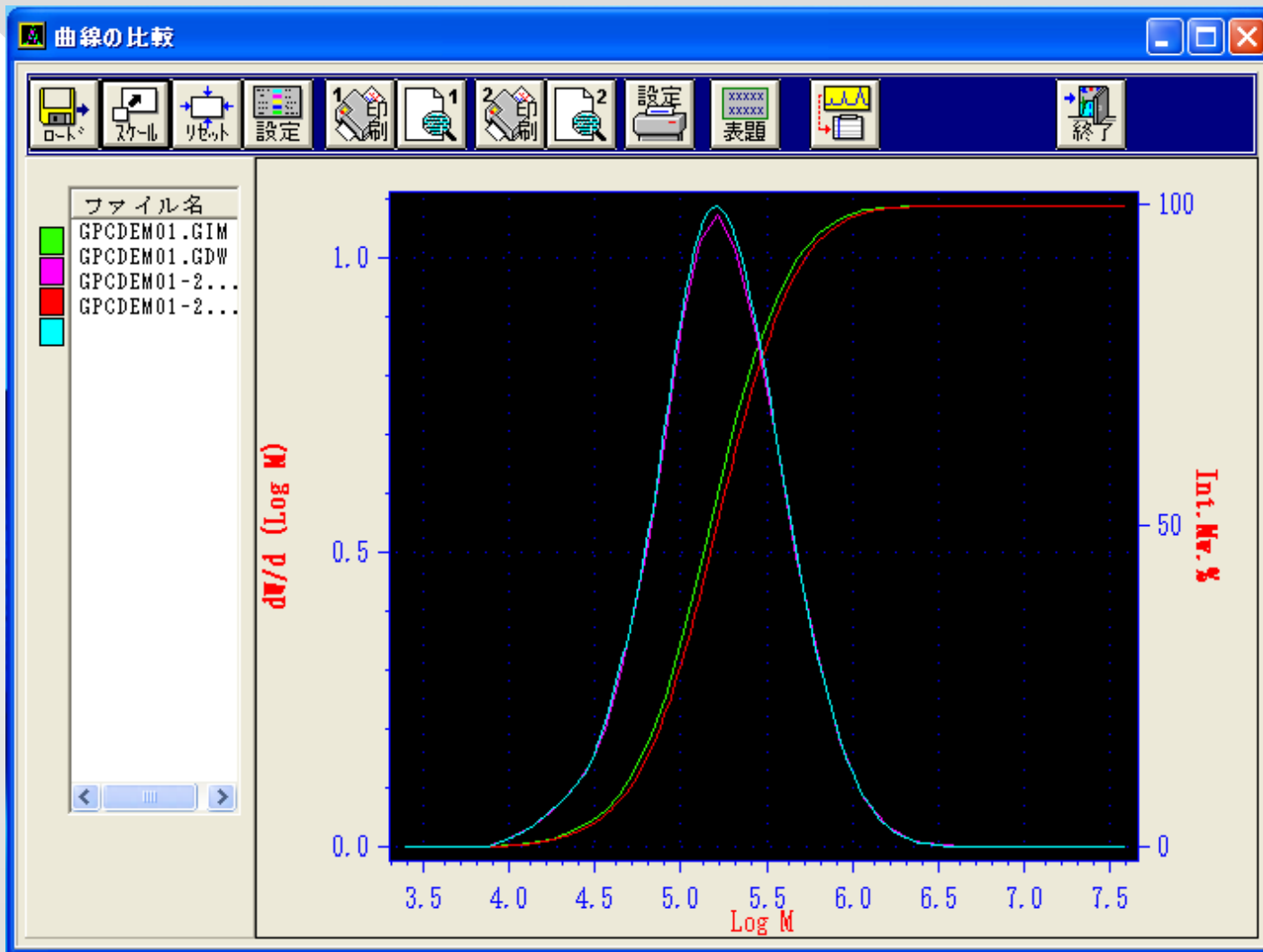
各ピークの  
計算結果を  
表に纏めて  
印刷！

## 5. その他アプリケーション

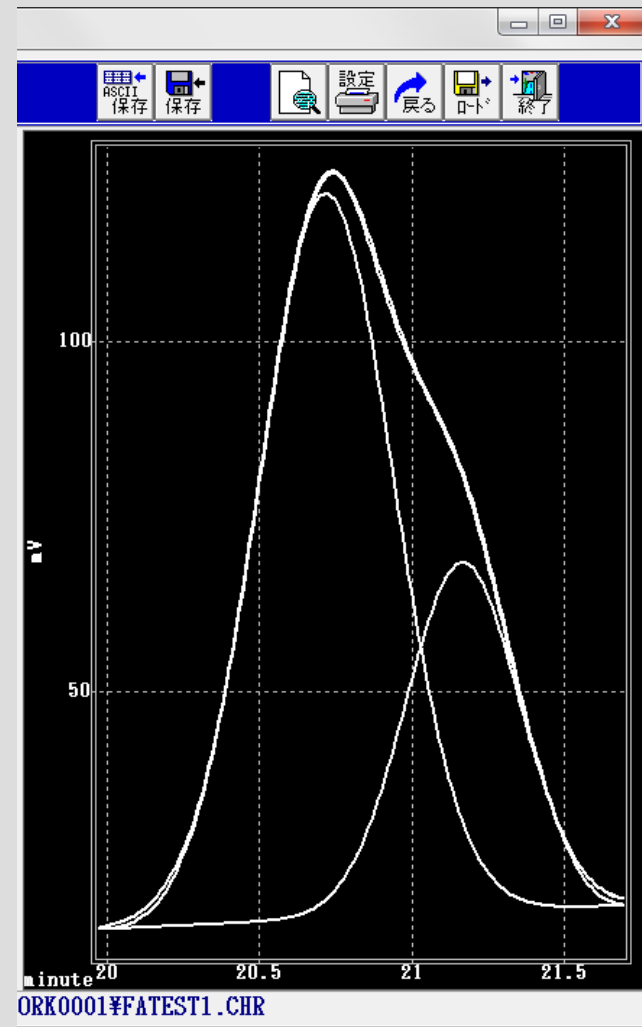
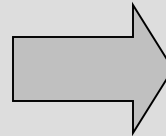
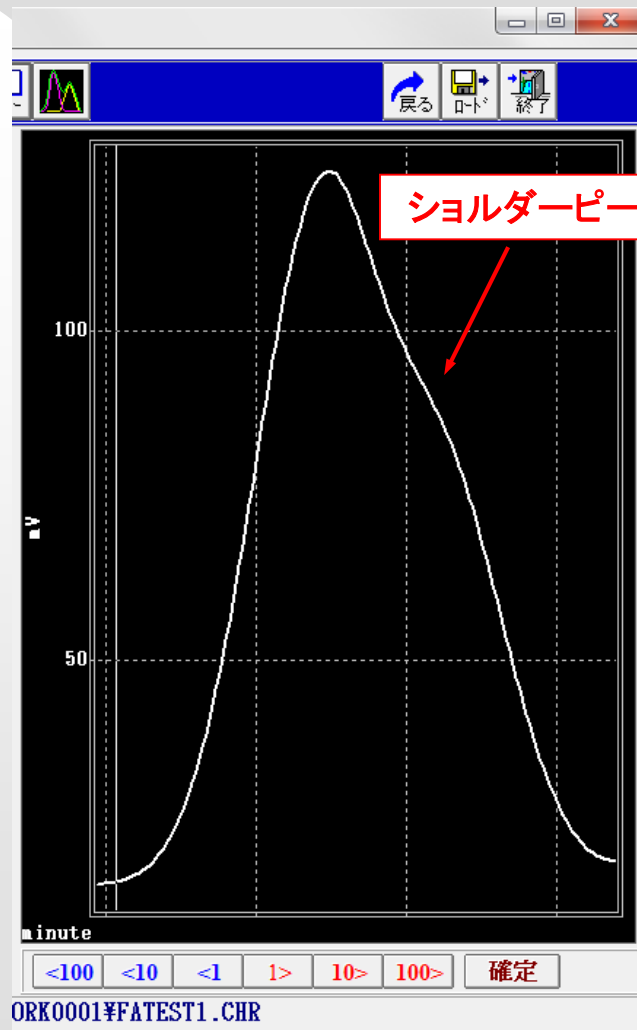
- 検量線の比較が可能です！



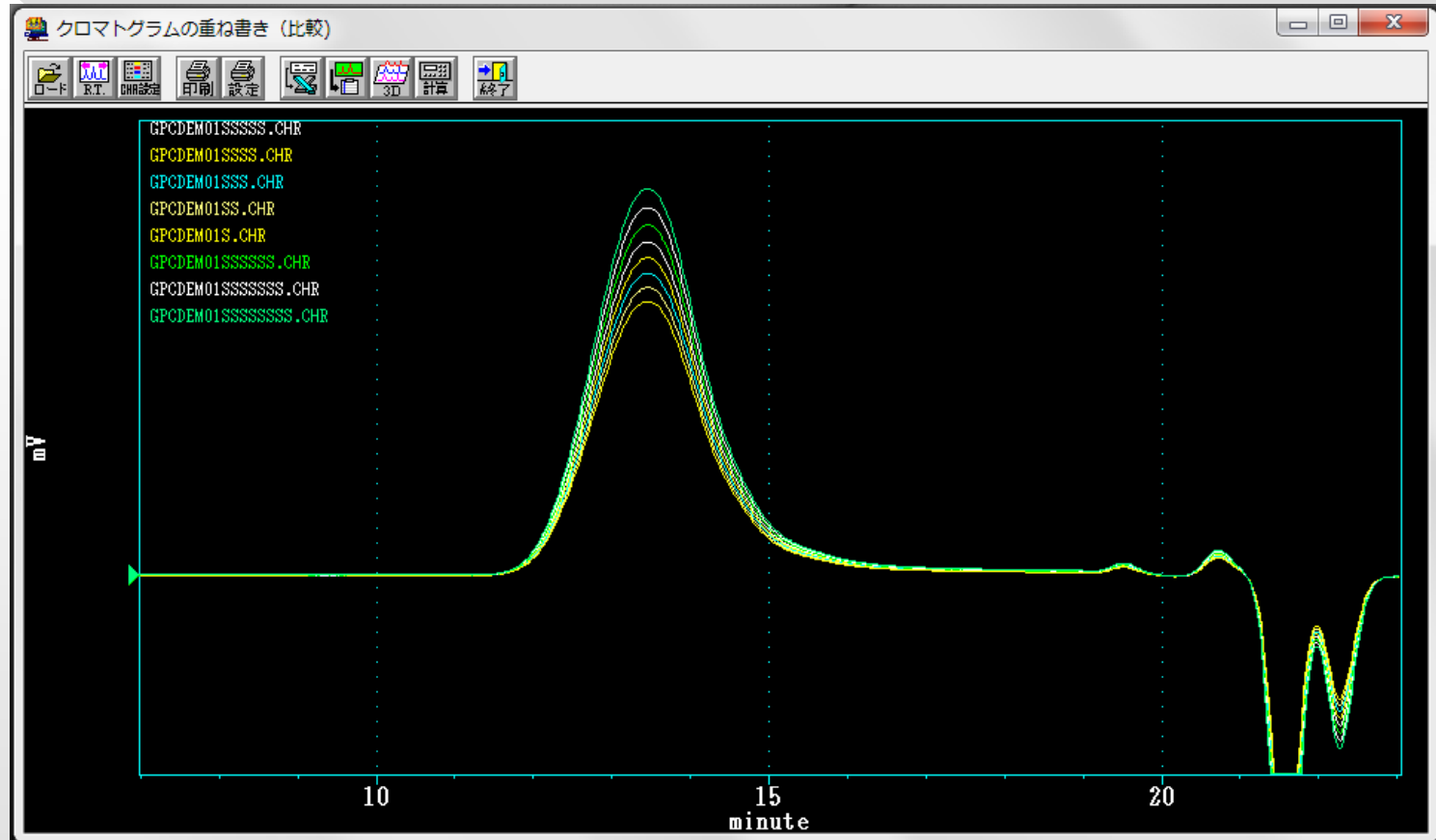
- ・ 微分積分曲線の比較が可能です！



- 不分離ピーク(クロマト)の分離機能



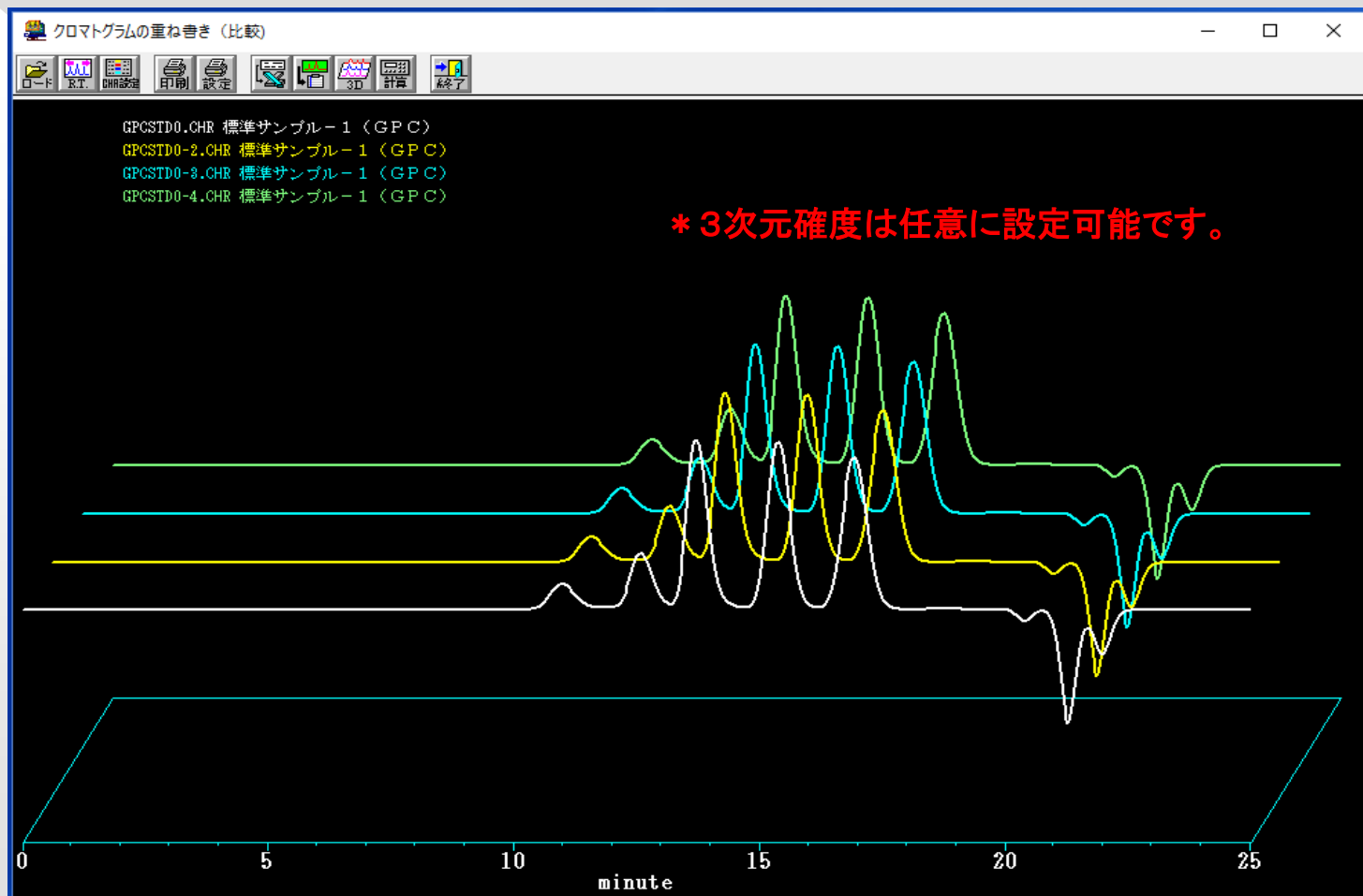
## ・ クロマトの重ね書き(比較)-1



— GPC未知試料比較(微妙な違いも一目瞭然) —



## ・ クロマトの重ね書き(比較)-2

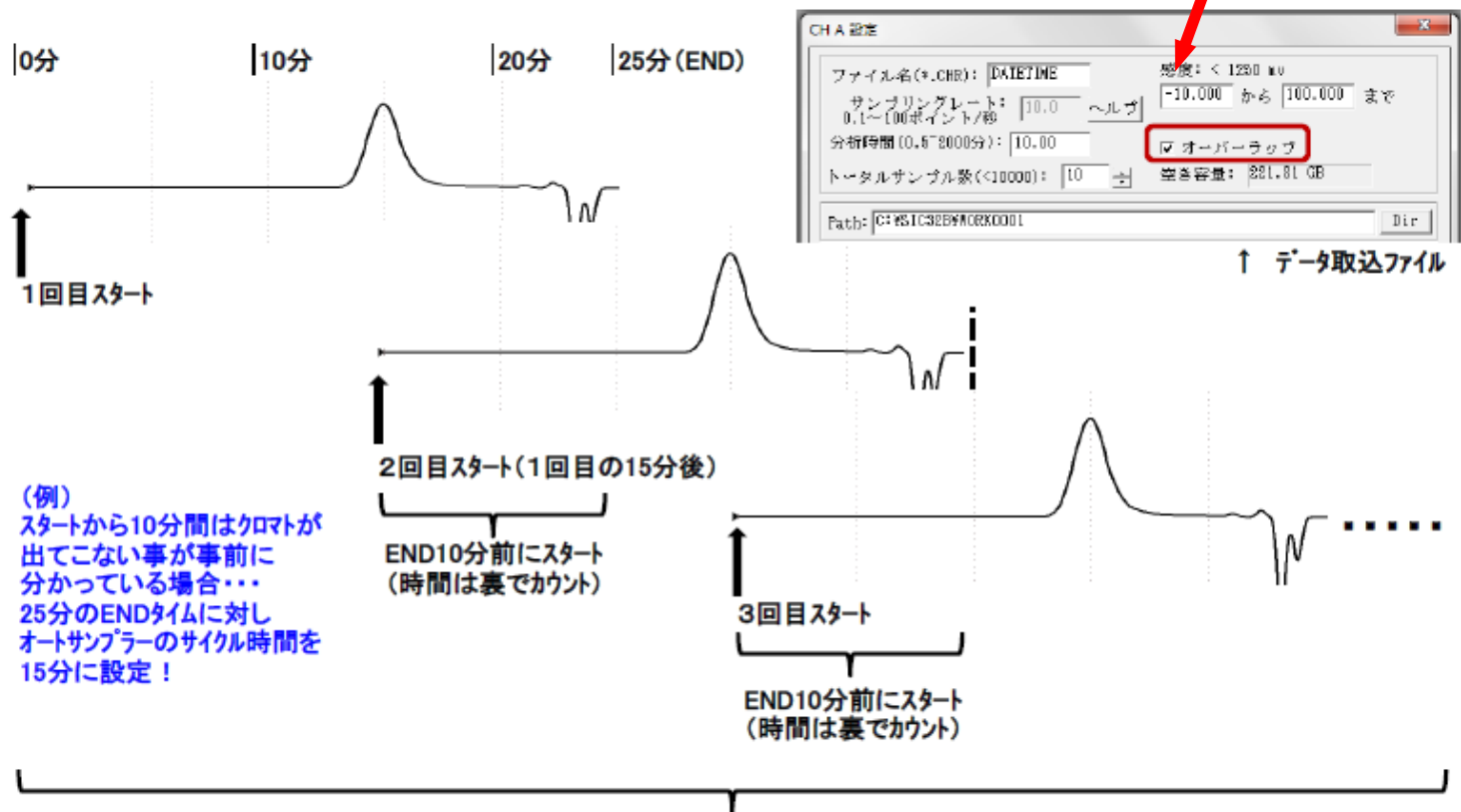


— GPC標準試料比較(3次元比較例) —

# SICμ 7 Plus による ...

## ・ GPC オーバーラップインジェクション(重ね打ち)

\*パラメータ設定により前の検体が終了する前に次のインジェクション(試料注入)が可能!



# オーバーラップインジェクション・・・

GPCにはスタートからかなり長い時間クロマトグラム(ピーク)が出てこないと言う性質(特長)があります。

μ7Plusではその性質を利用してトータルの分析時間の節約と、それによる溶媒の節約をする事が可能です。

例えば、この図の様に25分の分析時間に対し、スタートから少なくとも10分間はピークが出てこない事が分かっている場合・・・

この図のように、25分の分析時間(ENDタイム)に対しオートサンプラーのサイクル時間を15分に設定しますと、前のクロマトデータを取込んでる途中(15分経過後)10分前に次のインジェクション(試料注入)信号が入りますが、それを受けてからピークの出てこない10分間を裏で(ベースライン時間として)カウントしています。

従いまして、前の取込みが終わりますと、その時点で次の取込時間が既に10分間経過していますので、10分後からの取込みになります。

従いまして、これを続ける事により時間と溶媒の節約に繋がると言う事です。

**μ7Plusでは、パラメータ設定を単にONにするだけで前の検体が終了する前に次のインジェクション(試料注入)が可能なモードになります。**

# ***SIC $\mu$ 7 Plus* は、お客様の声に耳を傾け これからもどんどん進化していきます！**

## お問い合わせ・・・

システム・インスツルメンツ株式会社 営業部

●本社 東京都八王子市小宮町 776-2

TEL: 042-648-0533

E-mail: [sice@sic-tky.com](mailto:sice@sic-tky.com)

●大阪営業所

TEL: 06-6391-9588