

マルチ検出器アドバンスドGPC/SECシステム 総合カタログ

ゲル浸透クロマトグラフィー (GPC)/サイズ排除クロマトグラフィー (SEC)



**Malvern
Panalytical**
a spectris company

GPC/SEC SYSTEMS SETTING THE STANDARD



高分子の絶対分子量測定および構造解析を可能にする マルチ検出器GPC/SECシステムとは

POINT

絶対分子量測定が可能

光散乱検出器により得られる散乱光強度からは、溶出体積に依存しない絶対分子量が測定可能です。

固有粘度測定が可能

粘度検出器により、分子の固有粘度の測定が可能です。絶対分子量と組み合わせることで、分子の流体力学的半径も求められます。

コポリマー解析が可能

UV 検出器またはフォトダイオードアレイ (PDA) 検出器と示差屈折率 (RI) 検出器の組み合わせにより、フラクション中の2成分の比率が計算できます。

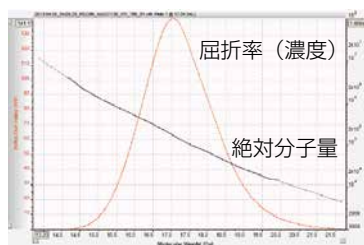
Mark-Houwink桜田プロットが可能

絶対分子量を横軸に、固有粘度を縦軸にプロットすることにより、高分子の分岐に関する情報が得られます。



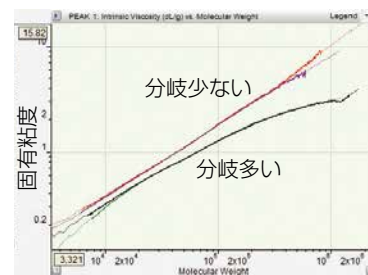
クロマトグラフィーと4種類の検出器をシステムで導入するメリット

マルバーン・パナリティカルでは、ポンプ、オートサンプラーから4種類の検出器に至るまで、構成要素すべてをシステムでご用意できます。このため、1つのソフトウェアで測定から絶対分子量解析、レポート作成まですべてを行うことができます。また、データに疑問が生じたときでも、トータルシステムであれば、マルバーン・パナリティカルのエンジニアが、その原因が、サンプリング系、検出器、ソフトウェアのどこにあるのかを特定し、責任を持って早期に問題を解決することができます。



溶出体積

各フラクションごとの絶対分子量が求まります。ここから、分子量分布、重量平均分子量 (Mw)、数平均分子量 (Mn) などのパラメータが計算できます。



絶対分子量

絶対分子量を横軸、固有粘度を縦軸に取ったマークホーインク桜田プロットからは、高分子の分岐に関する情報が得られます。

※お手持ちのGPC/SECシステムに検出器を追加可能

すでにGPC/SECシステムをお持ちの場合、必要な検出器のみを追加することもできます。別途ご相談ください。

クロマトグラフィーとマルチ検出器 (示差屈折+光散乱+粘度+PDA/UV) の概要

分離装置

溶媒を送液するポンプ、脱ガス装置、オートサンプラー、カラムオープンにより構成されます。ゲルが充填されたカラムにより高分子を大きさに基づいて分離します。

示差屈折率(RI)検出器

カラムから溶出した溶液の屈折率を測定することにより、溶液中のサンプル濃度をリアルタイムで測定します。

光散乱検出器

溶液にレーザー光を照射し、サンプルからの散乱光の強度を測定します。散乱光の強度は、サンプルの濃度と分子量に比例するので、示差屈折率 (RI) 検出器と組み合わせることで、溶液中のサンプルの絶対分子量をリアルタイムで測定できます。

粘度検出器

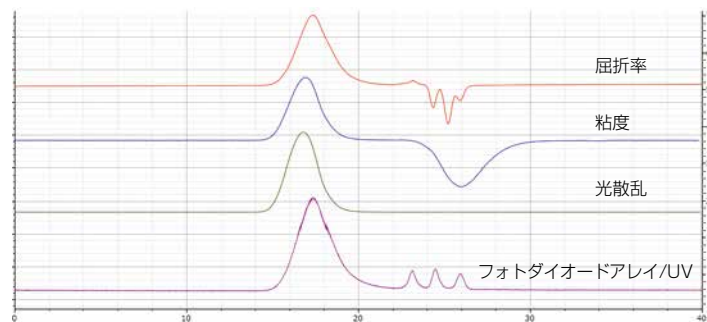
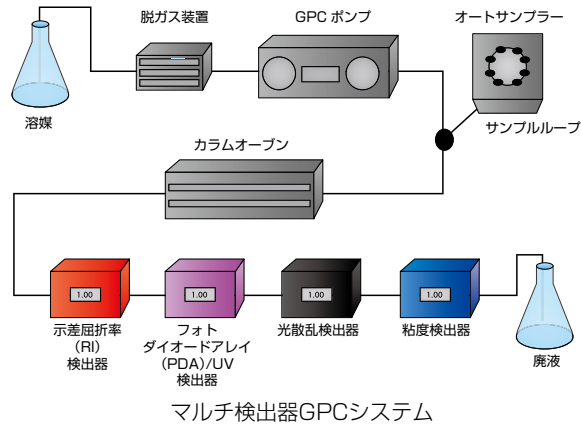
キャピラリー管と高感度の圧力センサーを用いて、溶液の溶媒に対する相対粘度を測定します。示差屈折率 (RI) 検出器と組み合わせることで、極限希薄溶液における濃度あたりの相対粘度の増加分である固有粘度を測定できます。固有粘度は分子の密度に反比例するため、サンプル分子の密度情報を得ることができます。

フォトダイオードアレイ(PDA)/UV検出器

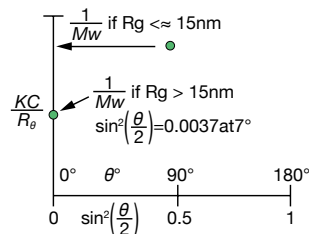
光吸収の強いサンプルでは、示差屈折率(RI)検出器の代わりに使用することで、濃度を高感度で測定できます。また、示差屈折率(RI)検出器と組み合わせることで、サンプル中において、光吸収の異なる2成分の割合を求めることができます。フォトダイオードアレイ(PDA)検出器では、これらに加え、各フラクションにおける光吸収スペクトルを検出することができます。

光散乱検出-低角度・直角度散乱 (LALS/RALS) と多角度散乱 (MALS)

マルバーン・パナリティカルの光散乱検出器には、90° (RALS) と7° (LALS) を組み合わせたタイプと、多角度で同時に散乱光を測定するタイプ (MALS) があります。光散乱により絶対分子量を求めるには散乱角度 0° 方向へ散乱光の強度情報が必要です。しかしながら、0° 方向への散乱光は直接測定ができないため、他の角度での散乱光強度から推定する必要があります。RALS+LALS タイプでは、分子サイズに応じて適切な角度の検出器を使用することにより、面倒な関数近似なしで、正確な絶対分子量が求められます。一方、MALS では、様々な角度の散乱光データを元に 0° 方向への散乱光を予測することにより絶対分子量を求めます。また MALS では、散乱光強度の角度依存性から、慣性半径が正確に求められます。

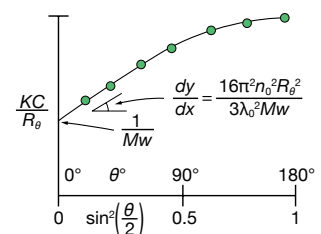


原理の異なる4種類の検出器で多角的にデータを取得します。



LALS/RALS (OMNISEC, TDAmax)

$$R(\theta)|_{\theta \rightarrow 0} \cong K \cdot c \cdot M_w$$



MALS (SEC-MALS20)

RALS: Right Angle Light Scattering, LALS: Low angle Light Scattering, MALS: Multi Angle Light Scattering の略です。

高感度・高精度、高性能マルチ検出器GPC/SECシステム OMNISEC RESOLVE & REVEAL

OMNISECはRESOLVEとREVEALの2つのモジュールにより構成されているシステムです。

POINT

多様な測定パラメータ

絶対分子量による、分子量分布、平均分子量を測定します。固有粘度や濃度そして紫外・可視光の吸収スペクトルも測定します。

高感度な検出器

従来機よりも感度が大幅にアップしました。各検出器では、少量のサンプルでも精度・再現性良く測定できます。

優れた温度コントロール

サンプルトレイからカラム、検出器に至るまで安定した温度環境下におかれています。これにより再現性の良い測定が可能です。

堅牢な構造・容易なメンテナンス

自動洗浄機能を備えた送液ポンプや、オペレータによる交換が可能な粘度検出器のキャピラリー管など、トラブル防止やダウンタイムの短縮のために工夫された設計となっています。そのため長期的に安心してご利用いただけます。

測定コントロールから分析まで可能なOMNISECソフトウェア

測定シーケンスのコントロールから、多角的分析まで OMNISEC ソフトウェア1つで完結します。



OMNISEC RESOLVE

OMNISEC REVEAL

OMNISEC RESOLVE

ポンプ、デガッサ、オートサンプラー、カラムオープンを一体化した GPC/SEC 用クロマトグラフィーユニットです。高精度と高再現性を要求される分子量測定に最適なサンプリングユニットです。

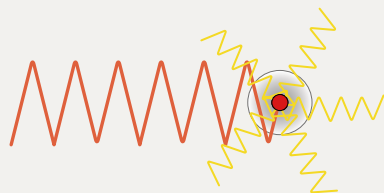
OMNISEC REVEAL

示差屈折率 (RI) 検出器、光散乱検出器、粘度検出器、フォトダイオードアレイ (PDA) 検出器を備えたマルチ検出器ユニットです。極めて高感度で、従来の装置で分析の難しかった少量・希薄なサンプルにもご利用いただけます。

光散乱検出器と粘度検出器を備えた高度分析システム

光散乱検出器による絶対分子量測定

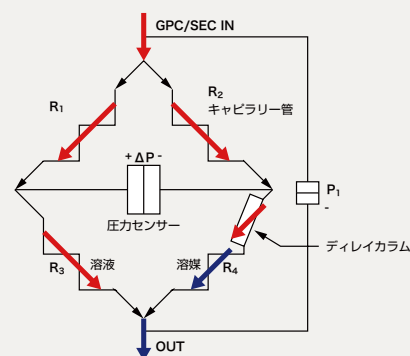
散乱光強度は溶液の濃度と分子量に比例します。散乱光強度と濃度の情報からは絶対分子量が求まります。



$$R(\theta)|_{\theta \rightarrow 0} \cong K \cdot c \cdot M_w$$

粘度検出器による固有粘度測定

4本のキャピラリー管とディレイカラムを備えたホイットストーンブリッジ型粘度検出器では圧力センサーにより、溶媒に対する溶液の相対粘度が測定できます。濃度情報と組み合わせることで固有粘度が求まります。

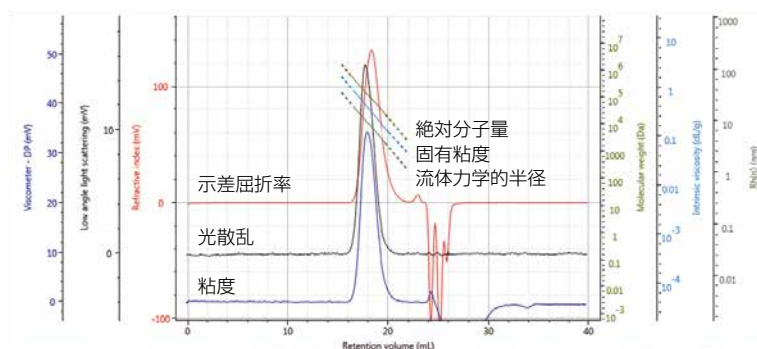


測定事例

ポリマー分析

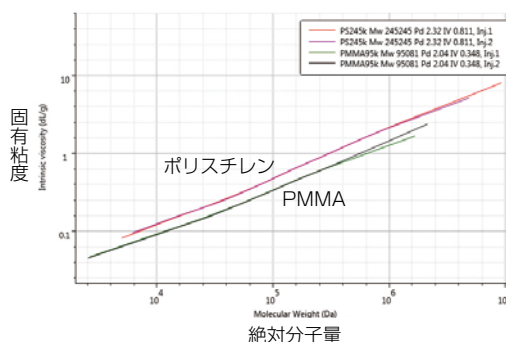


ポリマーサンプルは、通常、広い分子量分布を持ちます。光散乱検出器の使用により、分子量領域全体に渡って、正確な絶対分子量を測定し、重量平均分子量Mw、数平均分子量Mnなどを算出できます。また粘度検出器では、各分子量における固有粘度を測定し、ここからポリマーの分岐状態に関する情報を得ることができます。これらのパラメータと、目的の物性との関連を調べることで、新たなポリマーの開発や、品質管理に活用できます。



PMMAサンプルの例

屈折率 (赤)、光散乱 (緑)、粘度 (青) の検出器信号を元に、各フラクションの絶対分子量、固有粘度、流体力学的半径を計算しています。



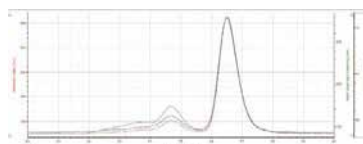
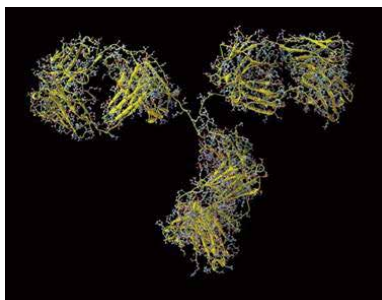
ポリスチレンとPMMAのMark-Houwink桜田プロットによる比較
どの分子量においても、ポリスチレンの方が固有粘度が大きく、密度が低いことを表しています。

測定事例

タンパク質分析

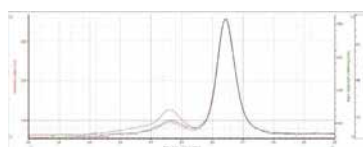
抗体の測定

ヒトIgGとヒツジIgGの比較



ヒトIgGの測定結果

	monomer	dimer	trimer	other
Mw (kDa)	147.2	307.3	481.2	791.2
% composition	70	19	6	5
Pd	1.0012			
IV	0.0569			
Rh	5.1			



ヒツジIgGの測定結果

	monomer	dimer	other
Mw (kDa)	153.2	303.8	552.1
% composition	86	11	3
Pd	1.0026		
IV	0.0595		
Rh	5.25		

ヒツジIgGの方がモノマーの固有粘度が大きく、流体力学的半径も大きくなっています。ヒトIgGでは、2量体、3量体を形成する割合が多くなっていることがわかります。

タンパク質サンプルは、その種類や溶液条件などによって、モノマーとして存在するほか、ダイマーなど多量体や、ほかの種類タンパク質や多糖類、界面活性剤などとの複合体を形成することもあります。サンプルをカラムで分離した後、各分離成分の絶対分子量やUVスペクトルを測定することによって、溶液中でタンパク質がどのような状態で存在するのかが明らかになります。

一体型クロマトグラフィーユニット OMNISEC RESOLVE

ポンプ、デガッサ、オートサンプラー、カラムオープンを一体化した GPC/SEC用クロマトグラフィーユニットです。



OMNISEC RESOLVEの構成

• デガッサ

脱ガス能力がアップし、各検出器のベースラインの安定性に貢献します。また、容積が小さいため、溶媒の交換と安定化時間が短かく、測定効率も高まります。

• アイソクラティックポンプ

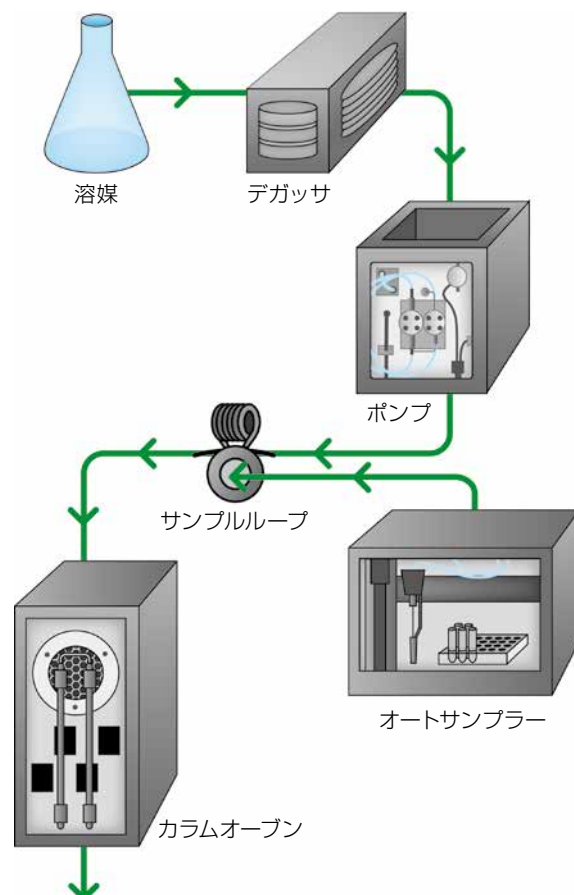
パルスを最小限に抑えることで、各検出器のノイズを減らし、安定した測定を可能にします。洗浄機能により、高塩濃度の溶媒を使用する際のダメージを軽減します。

• オートサンプラー

サンプルトレイの温度は、4℃から60℃まで調節可能です。ゼロオーバーヘッドモードでは、配管中に残って廃棄されるサンプル量を0にし、貴重なサンプルでも全量を測定できます。バイアルに変えて、96ウェルプレートも使用可能です。

• カラムオープン

20℃から65℃まで調節可能で、6本のカラムを収容可能です。



マルチ検出器ユニット OMNISEC REVEAL

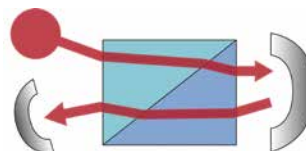
示差屈折率(RI) 検出器、光散乱検出器、粘度検出器、フォトダイオードアレイ (PDA) 検出器を備えたマルチ検出ユニットです。全ての検出器が 65℃まで加温可能な一つのオープン内にあるため、温度が常に一定で、安定して再現性の良い測定が可能です。また、各検出器間の配管長が最小限になり、バンドブロードニングも最小限に抑えられます。



OMNISEC REVEALの構成

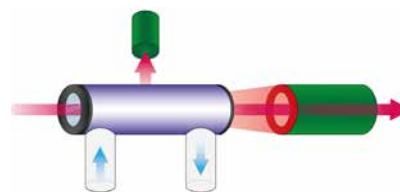
• 示差屈折率 (RI) 検出器

サンプルの濃度をリアルタイムで正確に測定します。ベースライン安定性と感度が高く、測定された濃度値は、他の検出器のデータと合わせて分析に使用されます。



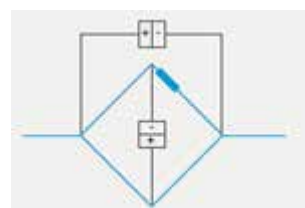
• 光散乱検出器

90° と 7° の散乱光を受光可能で、多角度による外挿を行うことなく、正確な絶対分子量を測定できます。容積わずか 18 μ l のセルはバンドブロードニングを最小限に抑え、高感度な光学系により、わずかなサンプルでも再現性の良い測定が可能です。



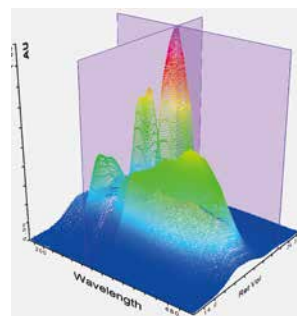
• 粘度検出器

センサである 2 つのデジタルトランスデューサに SUS316 を使用しているため、酸や塩を含む溶媒など、ほとんどの溶媒に対応できます。キャピラリー管は、ユニットとしてユーザーによる交換が可能で、流路長さの自動調節機構により、ベースライン安定性と感度を向上させ、常に最適な状態で使用できます。



• フォトダイオードアレイ (PDA) 検出器

190 nm から 900 nm までの吸収スペクトルを 1024 ch で同時に検出します。様々なサンプルに対応が可能です。



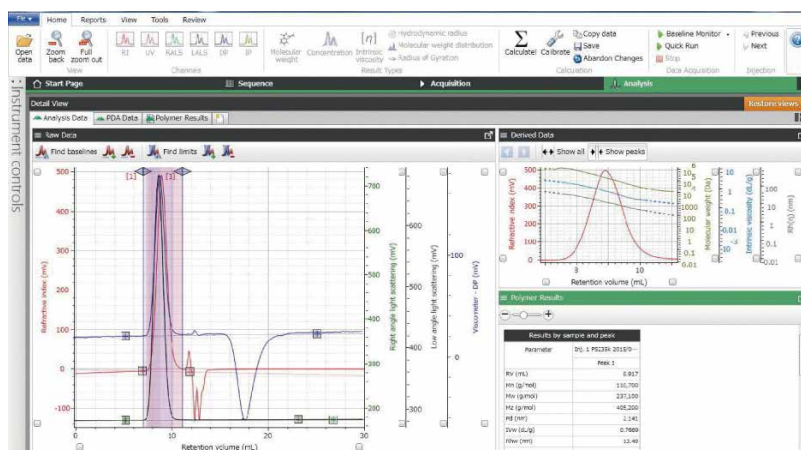
※OMNISEC REVEALのみを、他社の液体クロマトグラフィーシステムに接続してご使用頂くことも可能です。

直感的な操作が可能 OMNISEC ソフトウェア

OMNISEC ソフトウェアはOMNISEC用のソフトウェアです。このソフトウェア一つで測定装置の制御からデータ分析・レポート作成まで行うことができます。

特長

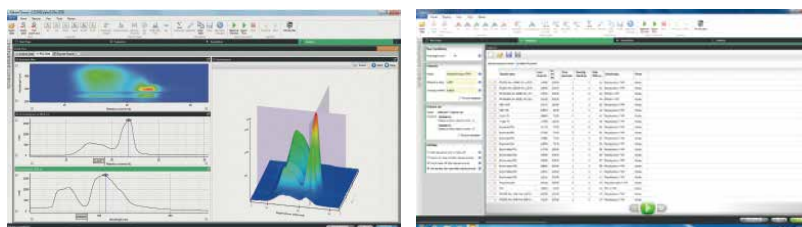
- 直感的に操作できる、ソフトウェアです。
- 測定データからワンクリックで解析結果が得られます。
- 複数のデータの重ね書きが簡単です。
- サンプルや溶媒のパラメータが登録でき、データベースからも呼び出し可能です。
- 絶対分子量ごとの吸光スペクトルを3D表示でき、カーソル移動により任意の分子量における吸光スペクトルが得られます。
- レポートフォーマットは、カスタマイズできます。



各検出器の生データと解析範囲の設定 (画面左側)

解析範囲の濃度、絶対分子量、固有粘度、流体力学的半径のグラフ (画面右上)

平均分子量などの各解析パラメータ (画面右下)



絶対分子量ごとの光吸収スペクトルの3D表示

OMNISEC RESOLVE・REVEAL仕様

● OMNISEC SYSTEM

測定パラメータ	濃度、dRI、dn/dc、dUV、dA/dc、光散乱強度(SLS)、分子量(Mn、Mw、Mz)、多分散性、回転半径、固有粘度、Mark-Houwink a およびKパラメータ、流体力学的半径(固有粘度より算出)
測定サンプル	合成ポリマー、天然ポリマー(多糖類、DNA)、タンパク質
PC (推奨)	通信: USBポート OS: Windows最新OS対応 (詳しくはお問い合わせください。)
通信	USB2.0×1
データ取得速度	100Hz
特許	US 14/599,033, US20140060162A1 & EP2619543B1, US20140144214A1 & EP2619544A1

● OMNISEC REVEAL

システム全体	寸法 (W×D×H)	42×64×60 cm
	重量	40 kg
	必要電力	600 W
	検出器温度コントロール範囲	20～65℃
屈折率 (RI) 検出器	測定範囲	$\pm 2.5 \times 10^{-4}$ RIU
	ベースラインノイズ	$< 10^{-7}$ RIU/hr
	ベースラインドリフト	$< 3 \times 10^{-7}$ RIU/hr
	定量可能最少サンプル量	THF中のポリスチレン100 kDaのとき100 ng* PBS中のBSAのとき100 ng*
	フローセル容積	12 μ L
	波長	640 nm
ダイオードアレイ 紫外可視吸光 (PDA) 検出器	ベースラインノイズ	2×10^{-5} AU*
	ベースラインドリフト	5×10^{-4} AU/hr*
	波長範囲	190–900 nm
	波長精度	< 1 nm
	波長分解能	0.6 nm
	チャンネル数	1024
	フローセル容積	7.5 μ L
	光路長	10 mm
光散乱検出器	原理	直角度散乱 (RALS) / 低角度散乱 (LALS)
	角度	90°および7°
	出力レンジ	2500 mV
	ベースラインノイズ	< 0.1 mV*
	ベースラインドリフト	< 0.2 mV/hr*
	定量可能最少サンプル量	THF中のポリスチレン100 kDaのとき100 ng* PBS中のBSAのとき100 ng*
	測定分子量範囲	200 から 10^7 g/mol
	フローセル容積	18 μ L
	レーザ出力	50 mW
	レーザ波長	640 nm
粘度検出器	原理	4キャピラリー ホイットストーンブリッジ方式 オートバランス機能付き
	差圧 (DP) 測定範囲	± 100 kPa
	差圧 (DP) ベースラインノイズ	< 1 Pa
	インレット圧 (IP) 測定範囲	100 kPa
	インレット圧 (IP) ベースラインノイズ	0.01 kPa*
	ベースラインドリフト	< 0.2 kPa*
	定量可能最少サンプル量	THF中のポリスチレン100 kDaのとき3 μ g*
	検出器容積	17 μ L / キャピラリー
	ディレーカラム容積	1カラムにつき8 mL
	保護機能	オーバープレッシャー検知

● OMNISEC RESOLVE

システム全体	寸法 (W×D×H)	42×64×89 cm
	重量	62 kg
	必要電力	600 W
ポンプ	種類	アイソクラティックポンプ 連続バックシール洗浄付
	流量範囲	0.01 mL / ～10 mL / 分
	流量精度	$\pm 1\%$ mL/min
	圧力範囲	0～5000 PSI (34.5 MPa)
	脈動	水のとき 0.1456% @ 1 ml/min
デガッサ	脱気能力	$> 90\%$
	容積	960 μ L
オートサンプラー	サンプル数	192個まで
	サンプル容器	HPLC バイアル または 96ウェルプレート
	温度範囲	4～60℃
	注入量範囲	1～300 μ L
	注入量精度	$> 99.5\%$
	注入量再現性	$< 0.3\%$ RSD フルループモード $< 0.5\%$ RSD 一部ループモード $< 1\%$ RSD μ Lピッキングアップモード
	インジェクションオーバーヘッド量	0 μ L (ピッキングアップモード)
	シリジ容積	250 μ L
カラムオープン	カラム容量	分析カラム6本 (またはTricorn 10/300 GLカラム2本)
	温度範囲	20～65℃

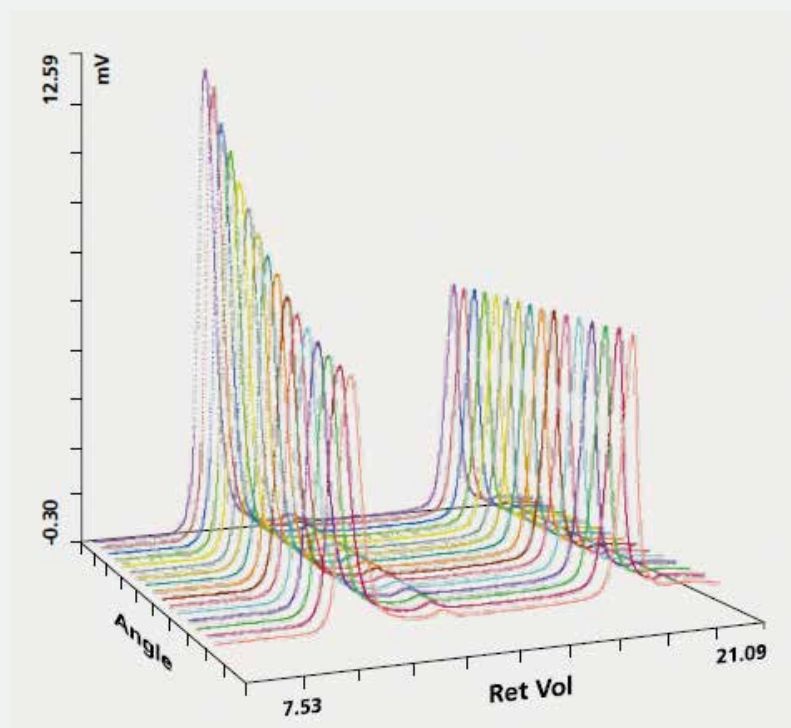
* データはSEC/GPCの標準条件 (8 mm×300 mm SEC/GPCカラム 2本) にて収集されたものです。

GPC/SEC用 多角度光散乱検出器 Viscotek SEC-MALS 20

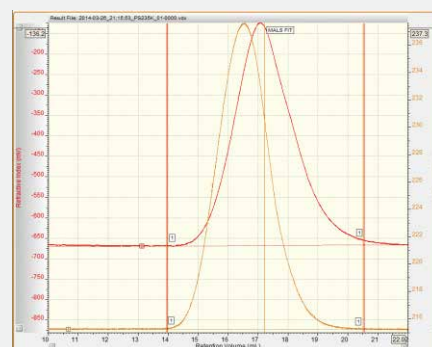
ゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) / サイズ排除クロマトグラフィー (SEC) 用
マルチアングル (多角度) 光散乱検出器です。

特長

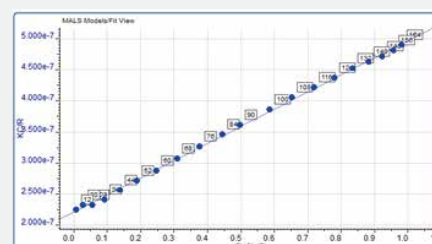
- 20角度での散乱光を同時に測定することにより、絶対分子量を算出します。
- 散乱光の散乱角度依存性データから高分子の慣性半径 R_g を正確に計算します。
- GPCmax などのクロマトグラフィーユニットおよび示差屈折率 (RI) 検出器と組み合わせて使用します。他社製のクロマトグラフィーユニットや示差屈折率 (RI) 検出器とも組み合わせが可能です。
- コンパクトな設計により実験室スペースを有効活用できます。



多角度散乱光強度の3D表示



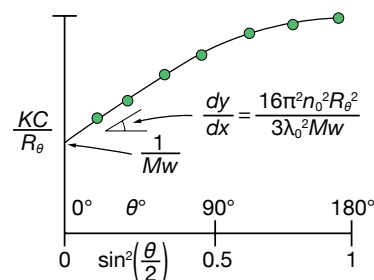
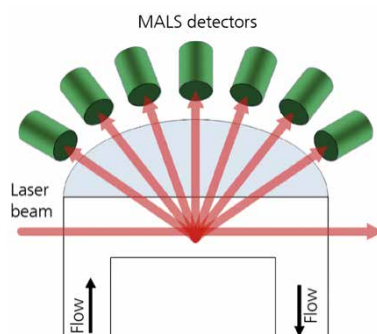
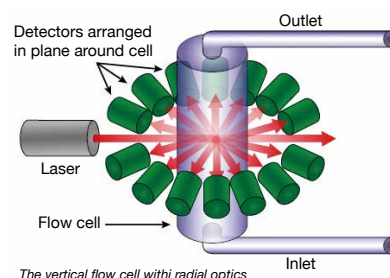
クロマトグラム上のカーソルを動かすことで、任意のフラクションにおける散乱光強度の角度依存性プロット (下) を見ることができます。



SEC-MALS20のテクノロジー

サンプルが垂直に流れる円筒形フローセルと放射状に検出器が配置された光学系を採用しました。

- どの散乱角度でも、散乱光はセル面から垂直に出射するので、散乱光を効率よく受光可能です。
- MALSとしては低角度の12°までデータ取得できます。
- 絶対分子量測定においてもっとも重要である低角度の散乱光データの高精度取得が可能です。
- 溶媒の屈折率値による散乱角度補正が不要、溶媒の屈折率によるセル交換が不要で、散乱角度は溶媒に依らず固定値となります。
- セルの出入り口で起こりうる乱流を避けた光学配置によりノイズを軽減します。
- MALSとしては少量の63 μL のセルにより、バンドブロードニングを最小限に抑えます。



Viscotek SEC-MALS20 仕様

光源	半導体レーザー
光源波長	660 nm
光源出力	最大120 mW、セル入射強度100 mW
レーザー寿命	>10,000時間
検出角度数	20もしくは9
検出角度	12° 20° 28° 36° 44° 52° 60° 68° 76° 84° 90° 100° 108° 116° 124° 132° 140° 148° 156° 164°
セル容積	63 μL
散乱体積	<7.8 nL
アナログ信号入力	$\pm 10\text{ V}$ 、24 bitを4ch
データ取得速度	5 Hz
測定分子量範囲	1000以下から 10^7 g/mol^*
分子量測定精度	$\pm 2\%$ (NIST標準試料SRM1478)
慣性半径 (R_g) 測定範囲	10~150 nm(SEC利用) [†]
定量可能最少サンプル量	1 μg ポリスチレン105 kDa、2 μg BSA ^{††}
計算モデル	Zimm, Berry, Debye
フィットオーダー	1から5
検出器範囲	24 bitで4000 mV
線形範囲	24 bitで4000 mV
ベースラインノイズ	90°で<0.05 mV
ベースラインドリフト	90°で<0.05 mV/hour
温調範囲	室温+10℃より60℃まで
電源電圧、周波数	90–250 V、50/60 Hz
消費電力	60 W
通信	USB2.0×1
装置サイズ (W×D×H)	26×46×16 cm
重量	16.5 kg
CEマーキング	Class 1 Laser product
21CFR part 1	OMNISECソフトウェア使用時対応可能
PC (推奨)	通信: USBポート OS: Windows最新OS対応 (詳しくはお問い合わせください。)

* サンプルに依存。

† FFF分離使用時、10–500 nm。

†† クロマトグラフィに依存。データはSEC/GPCの標準条件 (8 mm×300 mm SEC/GPCカラム 2本) にて収集されたものです。

カラムと標準試料

カラムの種類

- Tシリーズ 有機溶媒可溶性ポリマー用
- Aシリーズ 水溶性ポリマー用
- Cシリーズ カチオンポリマー用
- PLSシリーズ タンパク質用



標準試料

絶対分子量測定では、分子量分布の狭い1種類のみの標準サンプルを用いて各検出器の校正を行います。この時、標準サンプルの濃度をできる限り正確に調製することが重要です。マルバーン・パナリティカルでは、正確に計量されたサンプルが入ったボトルをご用意しています。このボトルに、定量の溶媒を加えることで、正確な濃度の標準サンプルが作成できます。また、校正が適切に行われたことを確認するためのチェック用サンプルもご用意しています。これにより、常に信頼性のあるデータを得ることができます。



標準試料の種類

- ポリスチレン (PS)
- ポリメチルメタクリレート (PMMA)
- ポリエチレングリコール (PEG)
- デキストラン
- ブラン



お問い合わせ先

スペクトリス株式会社

マルバーン・パナリティカル事業部

東京事業所

ラボ併設

〒105-0013 東京都港区浜松町1-7-3 第一ビル
TEL: 03-5733-9511 FAX: 03-6735-8974

神戸事業所

ラボ併設

〒650-0047 兵庫県神戸市中央区港島南町5-5-2
神戸国際ビジネスセンター北館511
TEL: 078-306-3806 FAX: 078-306-3807

大阪営業所

〒532-0003 大阪府大阪市淀川区宮原3-5-24
新大阪第一生命ビル11F
TEL: 06-6396-8501 FAX: 06-6396-8505

福岡博多営業所

〒812-0016 福岡県福岡市博多区博多駅南1-11-27
TEL: 092-473-3787 FAX: 092-510-0536

福岡古賀営業所

〒811-3102 福岡県古賀市駅東2-8-12-203
TEL: 092-943-1410 FAX: 092-943-1420

取扱店

外観および仕様は改良のため、予告なく変更することがありますのでご了承ください。

Disclaimer: Although diligent care has been used to ensure that the information in this material is accurate, nothing herein can be construed to imply any representation or warranty as to the accuracy, correctness or completeness of this information and we shall not be liable for errors contained herein or for damages in connection with the use of this material. Malvern Panalytical reserves the right to change the content in this material at any time without notice.
Copyright: ©2022 Malvern Panalytical. This publication or any portion thereof may not be copied or transmitted without our express written permission.