

Agilent EZChrom
Elite

SEC ソフトウェア

Notices

Copyright © Scientific Software, Inc
1997-2003 © 2006.

No part of this manual may be reproduced in any form or by any means (including electronic storage and retrieval or translation into a foreign language) without prior agreement and written consent from Agilent Technologies, Inc. as governed by United States and international copyright laws.

Edition

September, 2006

Document Revision 3.2

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc.
6612 Owens Dr.
Pleasanton, CA 94588-3334

Warranty

The material contained in this document is provided "as is," and is subject to being changed, without notice, in future editions. Further, to

the maximum extent permitted by applicable law, Agilent disclaims all warranties, either express or implied, with regard to this manual and any information contained herein, including but not limited to the implied warranties of merchant-ability and fitness for a particular purpose. Agilent shall not be liable for errors or for incidental or consequential damages in connection with the furnishing, use, or performance of this document or of any information contained herein. Should Agilent and the user have a separate written agreement with warranty terms covering the material in this document that conflict with these terms, the warranty terms in the separate agreement shall control.

Technology Licenses

The hardware and/or software described in this document are furnished under a license and may be used or copied only in accordance with such license.

Restricted Rights Legend

If software is for use in the performance of a U.S. Government prime contract or subcontract, Software is delivered and licensed as "Commercial computer software" as defined in DFAR 252.227-7014 (June 1995), or as a "commercial item" as defined in FAR 2.101(a) or as "Restricted computer software" as defined in FAR 52.227-19 (June 1987) or any equivalent agency regulation or contract clause. Use, duplication or disclosure of Software is subject to Agilent Technologies' standard commercial license terms, and non-DOD Departments and Agencies of the U.S. Government will receive no greater than Restricted Rights as defined in FAR 52.227-19(c)(1-2) (June 1987). U.S. Government users will receive no greater than Limited Rights as defined in FAR 52.227-14 (June 1987) or DFAR 252.227-7015 (b)(2) (November 1995), as applicable in any technical data.

目次

1 本書の使い方	4
はじめに	4
本書の対象者	4
表記規則	4
2 SECの概要	4
SECキャリブレーション	5
SECアプリケーション	6
EZChrom <i>Elite</i> SEC ソフトウェアの使用方法	6
SEC 標準試料の測定	7
シングルランによるデータ収集	8
SECベースラインの定義	11
SEC 解析範囲の定義	11
SEC ピークの定義	12
クロマトグラムのSECピーク情報	13
SECセットアップ	17
標準校正曲線	17
汎用校正曲線	20
ブロード校正曲線 1	23
ブロード校正曲線 2	26
SECカスタムレポート	30
EZChrom <i>Elite</i> SEC公式	34

1 本書の使い方

はじめに

SEC オプションは、EZChrom *Elite* でのサイズ排除クロマトグラフィー測定/解析のために提供されるオプション機能の一つです。

本書の対象者

本書は、環境構築を行うシステム管理者、ならびに Elite SEC ソフトウェアを使用するユーザー向けに記載されています。

表記規則

本書で使用される表記規則を下表に示します。

表記	内容
太字	データベース名、テーブル名、カラム名、メニュー、コマンド、ダイアログボックスオプション、およびテキストなど入力が必要なもの
斜体	ユーザーが入力すべき情報が別にある場合、例えば、ユーザーが <i>ServerName</i> を入力する場合、イタリックの表記部分の代わりに、実際の名称を入力してください。
等幅フォント	プログラミングコードのサンプルとテキストの表示。複数行に印刷される以外、1行に入力されるコードは、アンダーライン (<code>_</code>) によって分けられます。コードを入力する時は、アンダーラインを入力しないでください。
大文字	キーボードの入力キー。プラス記号(+)との組合せがある場合は、その二つ以上のキーを一緒に押してください。例えば、SHIFT+TAB を押してください。

2 SEC の概要

サイズ排除クロマトグラフィー(SEC)は、高分子(ポリマー)の分子量分布を決定するのに使われます。SEC (GPC と呼ばれています) は、一般的に既知の大きさの細孔を有する非吸着性の多孔質が充填されているカラムにサンプルを注入し分析します。サンプルはカラムを通過するにつれて、小さい分子は細孔の中に浸透されるので溶出が遅くなり、大きな分子は細孔の中に浸透されないため早く溶出されます。SEC には分配クロマトグラフィーのようなカラム吸着はありません。よって分子のサイズは分子量と関連があるので、溶出時間 (または溶出容量) は分子の分子量の概算に使用されます (大きい分子は早く溶出し、小さい分子は遅く溶出します)。

SECで分析する化合物(一般的に合成高分子や高分子化合物)はその成分の性質のため、分配クロマトグラフィーで見られるようなシャープに分離されたピークを得られることはほとんどありません。したがって、SECでは分子量ではなく分子量分布(MWD)あるいは平均分子量を計算します。

ここでは、分子量分布が重要となるので、測定結果には平均分子量だけでなく、サンプルのスライス面積の一覧表も含んでいます。このレポートを“スライスレポート”と呼びます。

SEC キャリブレーション

EZChrom *Elite* の SEC オプションでは3つの校正曲線(標準校正曲線、ブロード校正曲線(2つのメソッドがあります)および汎用校正曲線)をサポートしています。

Note: 時間はキャリブレーションと分子量計算のために秒に変換されます。

標準校正曲線

校正曲線は既知の分子量を持つ標準試料を測定することで作成されます。この校正曲線は、“分子量分布の狭い”標準試料の保持時間(または保持容量)に相当する分子量の対数(Log(分子量))をとってプロットしたものです。

ブロード校正曲線

この校正曲線は Hamielec の研究に基づいたもので、ブロード校正曲線の計算のため、2つのメソッドを用意しています。

ブロード校正曲線 1 は直線の校正曲線で、直線の校正曲線を提供できる SEC カラムを必要とします。これはスタンダードポリマーの重量平均分子量のみを使用して校正曲線を作成しますが、この校正曲線は近似直線であることを前提としています(スタンダードポリマーの重量平均分子量と数平均分子量は、光散乱や浸透圧方で測定し既知でなければなりません)。このメソッドでは未知サンプルと同じ構造のブロードな分子量分布をもつスタンダードポリマーが一つ必要です。数平均分子量と重量平均分子量の組合せで、二つの既知の重量平均分子量で二つの異なる分子量のスタンダードを使用することも可能です。

ブロード校正曲線 2 は、分布の広い標準試料を使用した非直線の校正曲線です。

汎用校正曲線

汎用校正曲線はブロードなポリマーを校正するために使用する標準校正曲線を広範囲のポリマーの校正をするのに狭い範囲のポリスチレンの校正曲線を使用します。流体力学的容積(分子量 M 、ポリマーの固有粘度 η 、溶出時間から求められる)との相互作用を使って、標準校正曲線を分析サンプルにより適合するように補正します。

ポリマーの固有粘度 $[\eta]$ は、ポリマー溶液の粘度をダイレクトに測定して決定されます。固有粘度は Mark-Houwink 方程式からポリマー分子量に比例します。

$$[\eta]=K\eta^a$$

K と **a** は、ポリマー、溶媒、温度により変化する定数です。様々なポリマーの定数 **K** と **a** は、一覧表になって出版されています。この **K** と **a**、またはポリマーの固有粘度を使い、サンプルの分子量情報を決定することができます。

SEC アプリケーション

SEC は一般的に、高分子物質の品質管理などに使われます。分子量分布からポリマーの物理的性質（強度、剛度、粘着性など）が分かります。幅の広い SEC のピーク形状は様々であるので、多くのケースでは単純に平均分子量を算出しても、平均分子量が同じでも分子量分布が異なる高分子もあるため、高分子の特徴を示すのに十分ではありません。したがって、十分な高分子の特徴を得るためにピーク形状を測定するばかりでなく様々な分子量値を求めることが重要です。

以下に示されているいろいろな分子量ナンバーはポリマーの特徴を示します。

- M_N** 数平均分子量を表します。サンプルの剛度と粘着性を決定するのに利用され、低分子物質の特徴を示します。
- M_w** 重量平均分子量を表します。サンプルの高分子量物質の割合がわかり、高分子の強度を示します。
- M_z** Z 平均分子量を表します。脆性(もろさ)を決定するのに利用され、サンプルの高分子量物質の割合を示します。
- M_v** 粘度平均分子量を表します。サンプルの平均粘度とその分子量とは関連性を示します。
- M_w/ M_N** 高分子分散度を表します。サンプルの均一性を示し、値が低いと均一性が高く(あるいは分子量分布が狭い)、値が高いと合成高分子であることを示します。

EZChrom *Elite* SEC ソフトウェアの使用法

EZChrom *Elite* SEC ソフトウェアは SEC の計算を行う EZChrom *Elite* クロマトデータシステムのエディションパッケージです。本オプションを使用しますと、システムに接続されたどんな機器も SEC 用の機器として使用することができます。また、SEC 測定を実行しながら、別の機器で通常の分配クロマトグラフィーを実行することもできます(Note : SEC と分配クロマトグラフィーは、全く異なる技術ですので、同じ機器上で同時に実行することはできません)

一般的に SEC 測定の手順は、以下の通りです。

1. 標準試料を測定し、標準試料のキャリブレーション情報(校正曲線の作成)を設定します。(ツールメニュー[メソッド][SEC セットアップ])。
2. クロマトグラムや SEC の解析結果などを含んだ測定結果用のカスタムレポートを作成します。

- シーケンスを作成し、未知試料を測定します。

SEC 標準試料の測定

標準試料を測定する前に、全てのデータを正しくサンプリングし、保存できるようにはじめにデータ収集に関するパラメータを設定します。このパラメータは機器条件で設定します。機器条件の画面を開くには SEC の測定で使用する機器ウィンドウ上で、機器条件ボタンをクリックするかメニューから[メソッド]-[機器条件]を選択してください。

機器条件

メソッドの機器条件に関する設定は、ご使用のクロマトグラフからデータをどのように収集するかを指定するものです。

Note: SEC の測定には、収集間隔：1Hz でのデータ収集が適しています。また、メソッドの SEC セットアップの設定にあるスライスレポート用の"スライス時間(sec)"は、収集間隔とは関係なく独立して調整することができます。

検出器 1...x

機器上で設定されている各検出器チャンネル(x)に対して、以下のデータ収集情報を定義してください。

データ収集

このチャンネルでデータを収集するには、このボックスをチェックします。このボックスをチェックしないと、このチャンネルのデータ収集は行われません。

サンプリング

これは、システムがデータをサンプリングする間隔です。ユーザーは、サンプリング間隔の指定方法を選択することができます。サンプリング間隔を選択すると、そのサンプリング間隔でも十分なデータが得られる最も狭いピーク幅を示すプロンプトが表示されます。測定するクロマトグラフィー分析にとって最適なサンプリング間隔を決めるためにはグラフィカルプログラミングの[サンプリング間隔]コマンドの使用をおすすめします。

周波数

これを選択すると、サンプリング間隔として、Hz(1 秒間のサンプリング回数)単位で設定されます。普通のクロマトグラフィーの用途ではこれを選択します。下向きの矢印をクリックすると、ご使用のシステムで使用可能な周波数のリストが表示されます。

間隔

これを選択すると、2つのデータポイント間の秒(またはミリ秒)数を選択する必要があります。値を入力してから、その値の単位として、ミリ秒(ms)と秒(s)のどちらにするか選択します。

分析時間

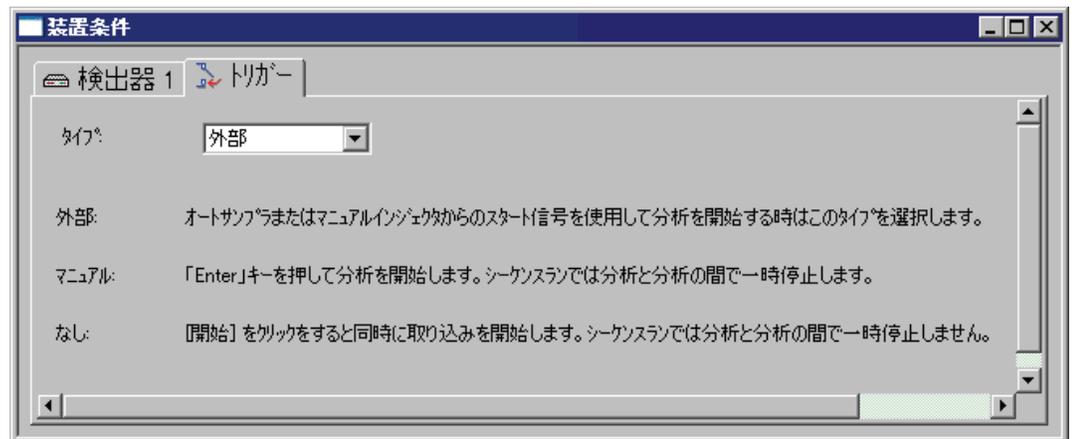
分析時間は、データ収集を行う時間を決めます。

遅れ時間

遅れ時間は、測定の開始(トリガー)からこのチャンネルのデータ収集を開始するまでの時間(インターバル)を決めます。

トリガー

[トリガー]タブを選択し、その機器に対するトリガーのタイプを選択します。



トリガータイプ

データ収集開始をどのように開始するかを決めます。

- | | |
|--------|--|
| なし: | [スタート(開始)]をクリックすると同時にデータ収集を開始します。シーケンスによるデータ収集の場合は、各測定の間で一時停止しません。 |
| マニュアル: | オペレーターが Enter キーを押さないと測定を開始しません。シーケンスによるデータ収集では、確認のための各測定間に一時停止します。 |
| 外部: | データ収集を外部トリガー（オートサンプラやマニュアルインジェクタのスタート信号）で開始したい場合は、これを選択します。トリガーのタイプは、機器を構成する時に設定します。 |

データ収集のパラメータの設定が完了したら、ダイアログの右上の[X] ボタンをクリックして、このダイアログを閉じます。

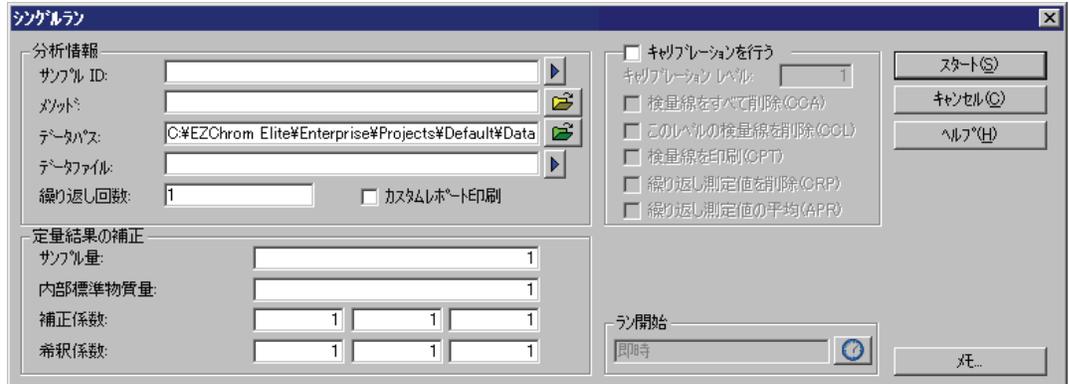
シングルランによるデータ収集

EZChrom *Elite* ではデータ収集を行うのに、2つの方法があります。1つはシーケンスラン(複数試料の測定)で、もう1つはシングルラン(1試料の測定)です。シング

ランでデータ収集を行うには、分析に使用するメソッドとデータファイルを保存するためのファイル名を指定する必要があります。

Note: データ収集に使用するメソッドは、その機器条件においてデータ収集を On にし、サンプリング速度 と分析時間が指定されていなければなりません。

シングルランを行うには、**シングルラン**ボタンをクリックするか、メニューから[コントロール]/[シングルラン]コマンドを選択します。次の画面が表示されます。



分析情報

このセクションでは測定に使用するファイルを指定します。

サンプル ID

測定する試料のサンプル ID を入力します。これはテキスト及び数字を含めることができ、この情報はデータ ファイルに保存されます。

メソッド

データ収集および解析に使用するメソッド名を入力します。そのメソッドがデフォルトのディレクトリ内にない場合は、パス名を全て入力してください。このフィールド横にある[ファイル]ボタンをクリックして、ディスク上で使用可能なメソッドリストからメソッドを選択することもできます。

データパス

測定で収集するデータのファイルを保存先のパス名を入力してください。[ファイル]ボタンをクリックして、ディスク上のリストからパスを選択することもできます。

データファイル

ディスクにデータを保存するファイル名を入力してください。[ファイル]ボタンをクリックして、あらかじめ指定されている名前を選択することもできます。そのファイルが、"public"という文字列を含むディレクトリに存在しない限り、既存のファイル名が使用されることはありません。例えば、データファイルが

” C:\Public\Data “というディレクトリに保存される場合、EZChrom *Elite* クライアント/サーバーファイルは、このディレクトリに上書きされます。

メソッドレポート印刷

このボックスをチェックすると、測定終了時にメソッドレポート(または、レポート)を印刷します。

定量結果の補正

このセクションでは、濃度の計算方法に影響する数値を入力することができます。メソッドをキャリブレーションする前に、シングルランでデータを収集する場合は、これらの数値をデフォルトのままにしておきます。

サンプル量

サンプル量は、濃度計算時に除数として使用されます。これは、計量による試料間の誤差を補正するために使用したり、あるいは注入で検出された量を求めるのではなく、試料の総量に対するパーセント値を求めたりしたい場合に使用します。

内部標準物質質量

キャリブレーション測定を行う場合、[内部標準物質質量]はメソッドのピークテーブルから採用されます。未知試料測定の場合には、未知試料内の内部標準物質の量を入力します。

補正係数

この測定に使用する乗数を入力してください。定量された全てのピークに、この乗数が掛けられます。

キャリブレーションを行う

このボックスは、分配クロマトグラフィーのキャリブレーションでのみ使用します。SEC 測定では**使用しないでください**。

シングルランダイアログ内の設定が完了したら、データ収集を開始するために**スタートボタン**をクリックしてください。現在の収集中のデータはクロマトグラムウィンドウ上に表示され、ディスク上に保存されます。測定終了後、クロマトグラムは指定したメソッドパラメータで解析され、レポートの印刷を指定していればレポートが印刷されます。測定が終了した時に解析が実行されない場合は、**解析ボタン**をクリックすることで解析結果を確認することができます。

データのメモ

メモボタンをクリックすると、保存されるデータファイルに対する説明をテキストで入力することができます。このメモは、[ファイルを開く]ダイアログ、あるいはファイルが現在のデータファイルとして開かれている場合は、[データ][プロパティ]コマンドにより見ることができます。

追加

このボタンは、現在のシーケンスまたはシングルランを使って、データが収集されている場合に表示されます。**追加**ボタンを使えば、現在の測定が終了した後にシングルランを行うように予約することができます。現在、一連の測定をシーケンスで行っている場合は、このランはランキューの終わりに追加されます。

割り込み

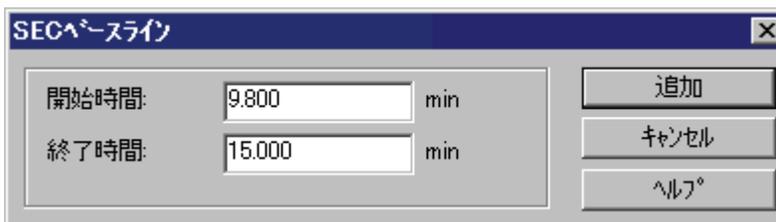
このボタンは、現在のシーケンスでデータが収集されている時に表示されます。**割り込み**ボタンをクリックすると、ランキューで現在実行しているシーケンスランの直後に実行するように予約することができます。この試料の測定が終わると、シーケンスが再開されます。

注: 測定終了時にクロマトグラムのインテグレーションが行われない場合や、レポートの印刷がされなかった場合は、使用しているメソッドの**メソッド/プロパティ**をクリックして、このメソッドについてデータ解析とレポート作成が有効になっているか確認してください。

SEC ベースラインの定義

SEC ベースラインを確定するために、保存した SEC 標準試料のクロマトグラムを使うことができます。

クロマトグラムウィンドウを表示し、画面下部のツールバーから **SEC ベースライン** ボタンをクリックします。次に、マウスでベースラインの開始位置をクリックし、最後にベースラインの終了位置をクリックします。



指定した範囲がダイアログに表示されます。このベースラインを SEC メソッドに追加する場合は**追加**ボタンをクリックします。

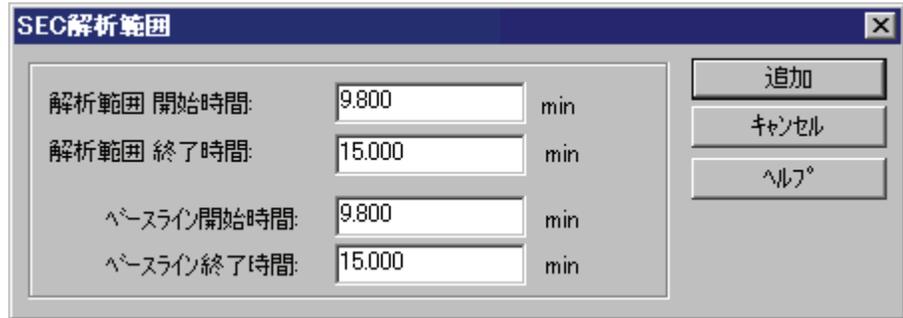
また、この範囲は SEC セットアップ画面でマニュアル入力することもできます。SEC ベースラインの範囲は、測定前に入力してください。

SEC 解析範囲の定義

SEC 解析範囲を確定するために、保存した SEC 標準試料のクロマトグラムを使うことができます。

クロマトグラムウィンドウを表示し、画面下部のツールバーから **SEC 解析範囲** ボタンをクリックします。次に、マウスで解析範囲に開始位置をクリックし、最後に

解析範囲の終了位置でクリックします。この指定された範囲で、分子量計算が実行されます。



The dialog box titled "SEC解析範囲" (SEC Analysis Range) contains four input fields for time values in minutes. The first two fields are for the analysis range: "解析範囲 開始時間" (Analysis Range Start Time) set to 9.800 and "解析範囲 終了時間" (Analysis Range End Time) set to 15.000. The next two fields are for the baseline range: "ベースライン開始時間" (Baseline Start Time) set to 9.800 and "ベースライン終了時間" (Baseline End Time) set to 15.000. On the right side, there are three buttons: "追加" (Add), "キャンセル" (Cancel), and "ヘルプ" (Help).

指定した範囲がダイアログに表示されます。表示範囲が入力済みのベースライン範囲内にある場合、そのベースライン範囲が表示されます。**追加**ボタンをクリックすると、SECセットアップの解析範囲に設定した解析範囲が入力されます。

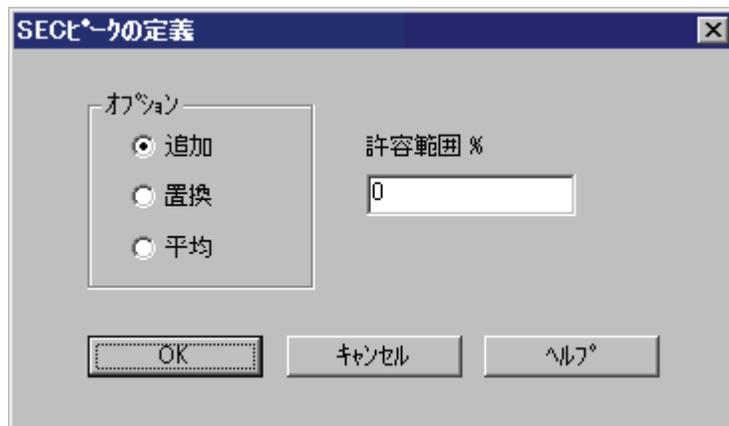
また、この設定は、SECセットアップ画面でマニュアル入力することもできます。SEC解析範囲は測定前に入力してください。

SEC ピークの定義

SEC ピークの保持時間を設定するため、保存した SEC 標準試料のクロマトグラムを使うことができます。

1. 現在のクロマトグラムとして表示し解析された標準試料のクロマトグラムを表示します（解析していなければ、**解析**ボタンをクリックします）。
2. **[グラフィカルプログラミング]/[SEC ピーク]**コマンドを選択、または画面下部のツールバーから **SEC ピーク**ボタンをクリックします。校正曲線に使用するピークの開始点および終了点をマウスでクリックします。（複数のピークをまとめて選択することもできます。）

ピーク範囲を定義すると、SEC ピークの定義ダイアログが表示されます。



The dialog box titled "SECピークの定義" (SEC Peak Definition) features a group box labeled "オプション" (Options) with three radio buttons: "追加" (Add), "置換" (Replace), and "平均" (Average). To the right, there is a label "許容範囲 %" (Tolerance Range %) and a text input field containing the value "0". At the bottom, there are three buttons: "OK", "キャンセル" (Cancel), and "ヘルプ" (Help).

追加

これを選択すると、選択したピークの保持時間を SEC キャリブレーションテーブルに追加します。既にテーブルに設定されている保持時間は保持されます。

置換

これを選択すると、既に SEC キャリブレーションテーブルに設定されている保持時間を置換します。保持時間の置換は、設定した新しい保持時間を基準として **許容範囲%** に設定されている範囲内にある保持時間を置換します(テーブルに設定した保持時間が許容範囲内でない場合は、指定した保持時間はテーブルに追加されません)。もし、**許容範囲%** を 0 に設定した場合、保持時間は一致していないと置換されません。**許容範囲%** を大きくすれば、新しい保持時間と既に設定されている保持時間との差が大きくても、置換することができます。

平均

これを選択すると、既に SEC キャリブレーションテーブルに設定されている保持時間と平均化して、新たに保持時間を設定します。保持時間の平均化は、設定した新しい保持時間を基準として **許容範囲%** に設定されている範囲内にある保持時間と平均化します(テーブルに設定した保持時間が許容範囲内でない場合は、指定した保持時間はテーブルに追加されません)。もし **許容範囲%** が 0 に設定されている場合、保持時間が一致していないと平均化されません。**許容範囲%** を大きくすれば、新しい保持時間と既に設定されている保持時間との差が大きくても、平均化することができます。平均化は 5 つの保持時間で平均しますので、新たに 6 つ目の保持時間で平均しようとした場合、一番古い保持時間が破棄されます。

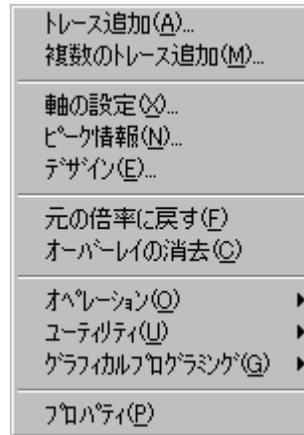
許容範囲%

この設定は、**置換** または **平均** を使用する場合、置換または平均化する対象となる保持時間の“範囲”に使用します。**許容範囲%** が 0 に設定されている場合、保持時間が一致している必要があります。**許容範囲%** を大きくすれば、新しい保持時間と既に設定されている保持時間との差が大きくても、置換または平均化することができます。

OK ボタンをクリックすると、指定したピークの保持時間が SEC キャリブレーションテーブルに設定されます。

クロマトグラムの SEC ピーク情報

クロマトグラムウィンドウ上に、SEC に関するピーク情報を表示することができます。クロマトグラムウィンドウでマウスを右クリックして、**ピーク情報** を選択します。

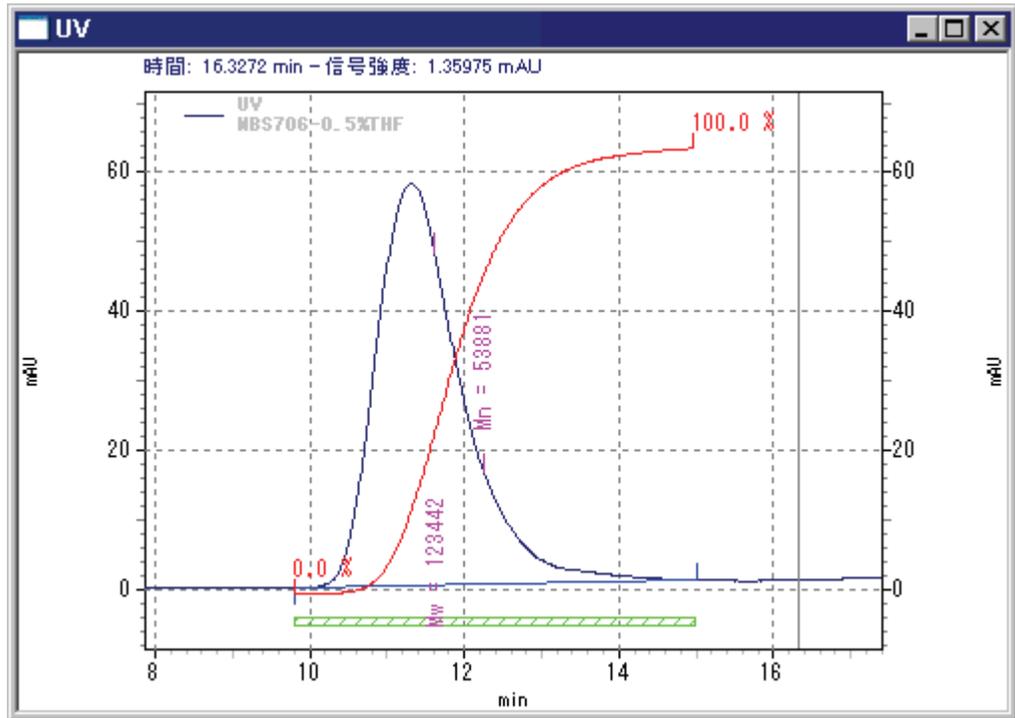


ピーク情報を選択すると、次のダイアログが表示されます。SECに関するピーク情報を見るには、ドロップダウンリスト(ピークまたは SEC)から SEC を選択します。表示させるピーク情報をダブルクリックして、右側のボックスに移動させてください。[OK]ボタンをクリックすると、クロマトグラム上に選択した SEC のピーク情報が表示されます(SEC の各計算値が正しく解析されていないと表示されません)。



SEC ベースラインを表示するには、**ピーク情報のプロパティ**ダイアログ下部にある **SEC ベースライン**のチェックボックスを選択します。尚、通常のベースラインは SEC では使用しませんのでご注意ください。

Note: SEC キャリブレーションテーブルに SEC ベースラインや SEC 解析範囲を入力しないと、クロマトグラムにピーク情報は表示されません。



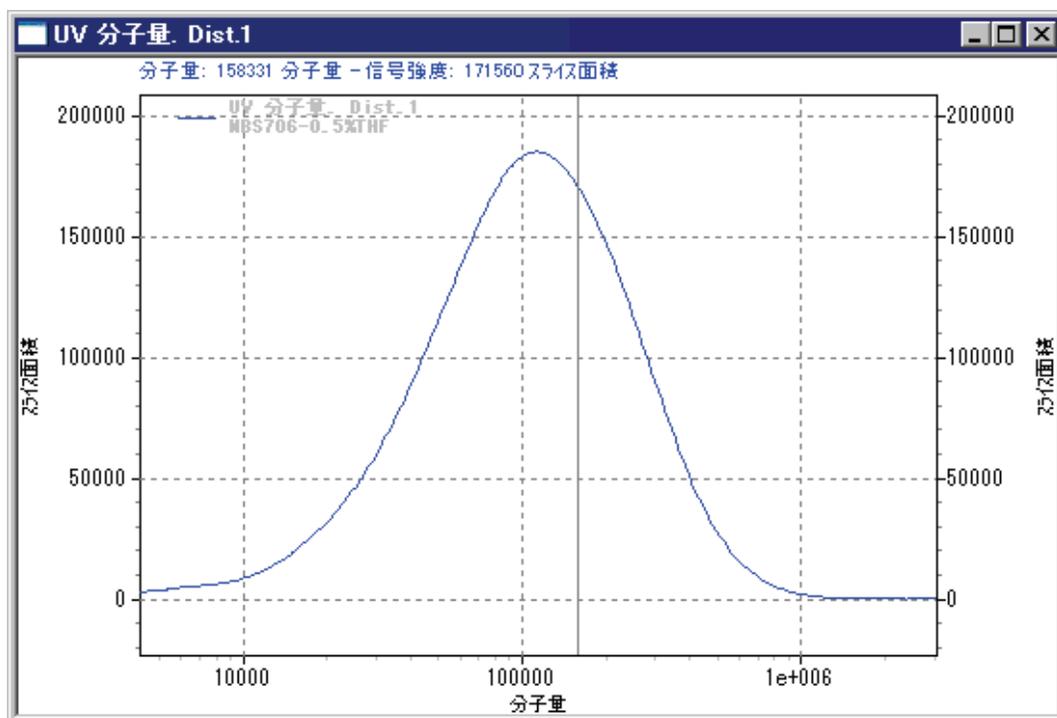
デザインのプロパティダイアログからピーク情報の文字色、フォントを変えることができます（クロマトグラム上で右クリックしデザインを選択します）。

スライス面積 vs 分子量 (分子量分布) のトレース

スライス面積 vs 分子量（分子量分布）のトレースを作成するには、データファイルを開き解析を行います。次にメニューバーから[表示][データを重ねて表示]コマンドを選択します。クロマトグラム上で右クリックし、**トレースの追加**を選択します。データソースに**現在のデータ**(または**データを開く**で別のデータ)を選択し、そしてトレースに**分子量 Dist**を選択します。スケールを**最大ピークに合わせる**に設定して、OK ボタンをクリックします（本トレースは、マウスの右クリック、プロパティコマンドを使って追加することもできます）。



各トレースはスケールが異なるので、分子量 Dist トレースとクロマトグラムは違うウィンドウで表示した方が好ましいです。これを行うには、メニューバーから**[表示]/[データを並べて表示]**コマンドを選択します。分子量 Dist トレースが独立したウィンドウに表示されます。X,Y 軸はおののおの、分子量とスライス面積であることにご注意ください。



SEC セットアップ

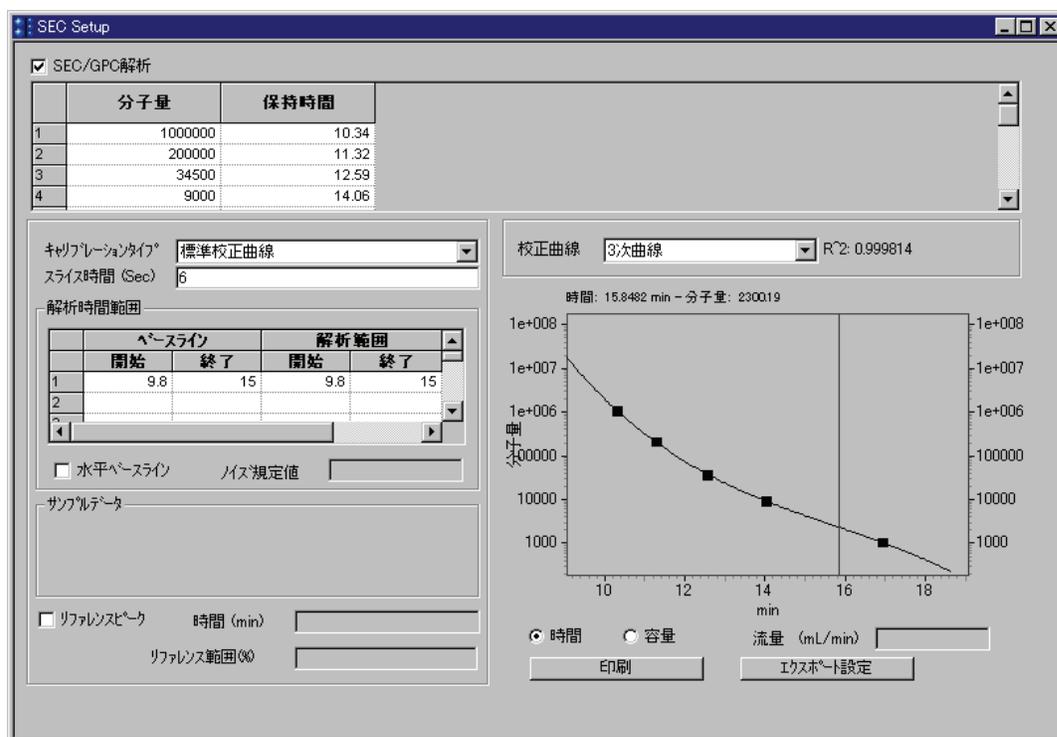
SEC セットアップには標準試料の分子量情報を入力し、また未知試料の分子量を計算するのに使用されます。SEC ベースライン、解析範囲および保持時間は保存した標準試料のデータを使いグラフィックプログラミングで自動的に入力できます。また、これらはマニュアルでも入力できます。SEC セットアップは SEC 標準試料の校正曲線と各計算に必要なパラメータを入力して完了です。

SEC セットアップ画面に表示される情報は選択したキャリブレーションタイプ（標準校正曲線、ブロード校正曲線 1、ブロード校正曲線 2、汎用校正曲線）に依存します。詳細は、各キャリブレーションタイプのセクションを参照してください。

SEC セットアップの設定完了後、SEC 計算が実行できますので、シングルランまたはシーケンスランでデータを取得してください。シーケンスの作成方法などに関しては EZChrom Elite ユーザーズガイドを参照してください。

標準校正曲線

キャリブレーションタイプで**標準校正曲線**を選択すると、SEC セットアップ画面は以下のように表示されます。



SEC/GPC 解析

このボックスをチェックすると、選択したチャンネル(検出器)のデータの SEC 計算が行われます。各々のチャンネルごとに解析条件を設定できます。

分子量

各々のピークに対応する分子量を入力します。

保持時間(min)

標準試料のピークの保持時間を入力します(分単位)。グラフィカルプログラミングの **SEC ピークコマンド**を使用すると、保持時間は自動的に入力されます。尚、キャリブレーションや分子量計算では時間は秒で計算します。

スライス時間

スライスする幅を入力します(秒単位)。スライス幅は、分子量の割合の頻度をレポートするのに使用します。スライスレポートを作成する場合、ここに入力したスライス幅に基づいて作成されます。

ベースライン開始/終了

ベースラインの開始時間と終了時間を入力します(分単位)。クロマトグラム上から **SEC ベースラインボタン**使用するか、またはマニュアルで入力します。

解析範囲 開始/終了

SEC の分子量分布などの計算を行う範囲を入力します。範囲は開始時間と終了時間で設定します(分単位)。解析範囲はクロマトグラム上から **SEC 解析範囲** ボタンを使用するか、またはマニュアルで入力します。

水平ベースライン

SEC ベースラインを開始時間から終了時間まで水平に引きたい場合に選択します。終了時間の前にクロマトグラムと交差した場合は、その交点でベースラインを終了します。また、ノイズと交差して水平ベースラインが終了しないようするには、ノイズ規定値にノイズと判定するノイズ値を入力することで、そのノイズを無視することができます。

サンプルデータ

標準校正曲線を選択した場合、ここには何も表示されません。

リファレンスピーク時間(min)

リファレンスピーク(サンプルごとの保持時間の補正)を使用する場合、このボックスを選択します。リファレンスピークの保持時間(分単位)を入力してください。補正は解析するデータのリファレンスピークと入力したリファレンスピークの溶出時間/溶出容量との時間差より差引きして行います。

リファレンス範囲(%)

リファレンスピークを使用する場合、リファレンスピークと判定するための許容範囲(%単位)を入力してください。リファレンスピークの設定時間±リファレンス範囲(%内)のピークはリファレンスピークと見なされます(2つのピークが範囲内にある場合、リファレンスピークの設定時間に近いピークをリファレンスピークとします)。

校正曲線

リストボックスから校正曲線のタイプ(折れ線、直線、2次曲線、3次曲線、4次曲線、スプライン)を選択します。

校正曲線の適合度

SEC セットアップ画面上に作成した校正曲線が表示されます。r2 値(適合度)は校正曲線の上部に R^2 で表示されます。この適合度が 1.00 のときは曲線が完全一致であることを示します。保持時間または保持容量のどちらかを X 軸として表示させるには、校正曲線の下部にある **[時間]** または **[容量]** ボタンを選択します。容量を選択した場合、流量 (mL/min) を入力してください。

校正曲線の異常点削除

校正曲線から異常点を一時的に削除する場合は、マウスでその点をクリックします。クリックすると、その点の色が変わり、その点の除いて校正曲線が再計算されます。

時間/容量

校正曲線の X 軸(横軸)を選択します(時間または容量)。容量を選択した場合、校正曲線を正しく表示させるために流量を入力する必要があります。

印刷

このボタンをクリックすると、SEC セットアップ画面に設定されている情報(校正曲線含む)を印刷します。

エクスポート設定

SEC セットアップ画面の情報を ASCII でエクスポートする場合にクリックします。

校正曲線の拡大

マウスのドラッグやクリックによって校正曲線を拡大することができます。元に戻すにはマウスをダブルクリックします。

汎用校正曲線

キャリブレーションタイプで汎用校正曲線を選択すると、SEC セットアップ画面は以下のように表示されます。

The screenshot shows the 'SEC Setup' window. At the top, there is a table for standard markers:

	分子量	保持時間	使用定数	Stdマークホウウィnk係数k	Stdマークホウウィnk係数a	固有粘度
1	500000	12.42	Std Mark-Houwink	0.003	0.7	
2	220000	15.35	Std Mark-Houwink	0.003	0.7	
3	160000	16.33	Std Mark-Houwink	0.003	0.7	

Below the table, the 'キャリブレーションタイプ' (Calibration Type) is set to '汎用校正曲線' (General Calibration Curve). The '校正曲線' (Calibration Curve) is set to '3次曲線' (Cubic Curve) with an R² value of 0.999879. The '解析時間範囲' (Analysis Time Range) is shown as a table:

	ベースライン		解析範囲	
	開始	終了	開始	終了
1	11	24	12	23
2				

The 'サンプルデータ' (Sample Data) section has '固有粘度' (Intrinsic Viscosity) checked, with K set to 0.3 and a set to 0.7. The 'リファレンスピーク' (Reference Peak) is checked, with '時間 (min)' (Time) set to 35 and 'リファレンス範囲%' (Reference Range %) set to 10. The '流量 (mL/min)' (Flow Rate) is set to 10. The graph on the right shows a plot of '分子量' (Molecular Weight) on a logarithmic y-axis (1000 to 10000) versus '時間 (min)' (Time) on the x-axis (15 to 25). The data points are connected by a cubic curve. The current time is 22.6937 min and the molecular weight is 1795.28. Buttons for '印刷' (Print) and 'エクスポート設定' (Export Settings) are visible at the bottom.

SEC/GPC 解析

このボックスをチェックすると、選択したチャンネル(検出器)のデータの SEC 計算が行われます。チャンネルごとに解析条件を設定できます。

分子量

各々のピークに対応する分子量を入力します。

保持時間

標準試料のピークの保持時間を入力します(分単位)。グラフィカルプログラミングの **SEC ピーク** コマンドを使用すると、保持時間は自動的に入力されます。

Note: キャリブレーションや分子量計算では時間は秒で計算します。

使用定数

キャリブレーションで使用される定数(Mark-Houwink または固有粘度)を選択します。選択することにより、スプレッドシートがアクティブになります。

Std Mark-Houwink 係数 K

使用定数に Mark-Houwink K を選択した場合、K 値を入力します。

Std Mark-Houwink 係数 a

使用定数に Mark-Houwink a を選択した場合、a 値を入力します。

固有粘度

使用定数に固有粘度を選択した場合、固有粘度値を入力します。

スライス時間

スライスする幅を入力します(秒単位)。スライス幅は、分子量の割合の頻度をレポートするのに使用します。スライスレポートを作成する場合、ここに入力したスライス幅に基づいて作成されます。

ベースライン 開始/終了

ベースラインの開始時間と終了時間を入力します(分単位)。クロマトグラム上から **SEC ベースライン** ボタンを使用するか、またはマニュアルで入力します。

解析範囲 開始/終了

SEC の分子量分布などの計算を行う範囲を入力します。範囲は開始時間と終了時間で設定します(分単位)。解析範囲はクロマトグラム上から **SEC 解析範囲** ボタンを使用するか、またはマニュアルで入力します。

水平ベースライン

SEC ベースラインを開始時間から終了時間まで水平に引きたい場合に選択します。終了時間の前にクロマトグラムと交差した場合は、その交点でベースラインを終了します。また、ノイズと交差して水平ベースラインが終了しないようするには、ノイズ規定値にノイズと判定するノイズ値を入力することで、そのノイズを無視することができます。

キャリブレーションタイプ

キャリブレーションタイプを選択します

注: 汎用校正曲線を選択した場合、校正曲線を表示するために、Mark-Houwink 定数、またはサンプルの固有粘性を入力する必要があります。

サンプルデータ

未知試料の Mark-Houwink 係数 **K** および **a** または**固有粘度**を入力します。キャリブレーションテーブルに指定した Mark-Houwink 係数または固有粘度の数值は、校正曲線を分析サンプルごとに対応するように補正するために使用します。尚、本設定を入力しないと校正曲線は描画されません。

NOTE: 汎用校正曲線で分析する試料は、ここに設定する Mark-Houwink 係数または固有粘度を持っている必要があります。また、これらの値が異なる試料で分析する場合、試料ごとの値を設定した新しいメソッドを作成する必要があります。

リファレンスピーク時間(min)

リファレンスピークを使用する場合、リファレンスピークと判定するための許容範囲(%単位)を入力してください。リファレンスピークの設定時間±リファレンス範囲(%内)のピークはリファレンスピークと見なされます(2つのピークが範囲内にある場合、リファレンスピークの設定時間に近いピークをリファレンスピークとします)

リファレンス範囲(%)

リファレンスピークを使用する場合、リファレンスピークと判定するための許容範囲(%単位)を入力してください。リファレンスピークの設定時間±リファレンス範囲(%内)のピークはリファレンスピークと見なされます(2つのピークが範囲内にある場合、リファレンスピークの設定時間に近いピークをリファレンスピークとします)。

校正曲線

リストボックスから校正曲線のタイプ(折れ線、直線、2次曲線、3次曲線、4次曲線、スプライン)を選択します。

校正曲線の適合度

SEC セットアップ画面上に作成した校正曲線が表示されます。r2 値 (適合度) は校正曲線の上部に R^2 で表示されます。この適合度が 1.00 のときは曲線が完全一致であることを示します。保持時間または保持容量のどちらかを X 軸として表示させるには、校正曲線の下部にある[時間]または[容量]ボタンを選択します。容量を選択した場合、流量 (mL/min) を入力してください。

校正曲線の異常点削除

校正曲線から異常点を一時的に削除する場合は、マウスでその点をクリックします。クリックすると、その点の色が変わり、その点の除いて校正曲線が再計算されます。

時間/容量

校正曲線の X 軸(横軸)を選択します (時間または容量)。容量を選択した場合、校正曲線を正しく表示させるために流量を入力する必要があります。

印刷

このボタンをクリックすると、SEC メソッド画面に設定されている情報(校正曲線含む)を印刷します。

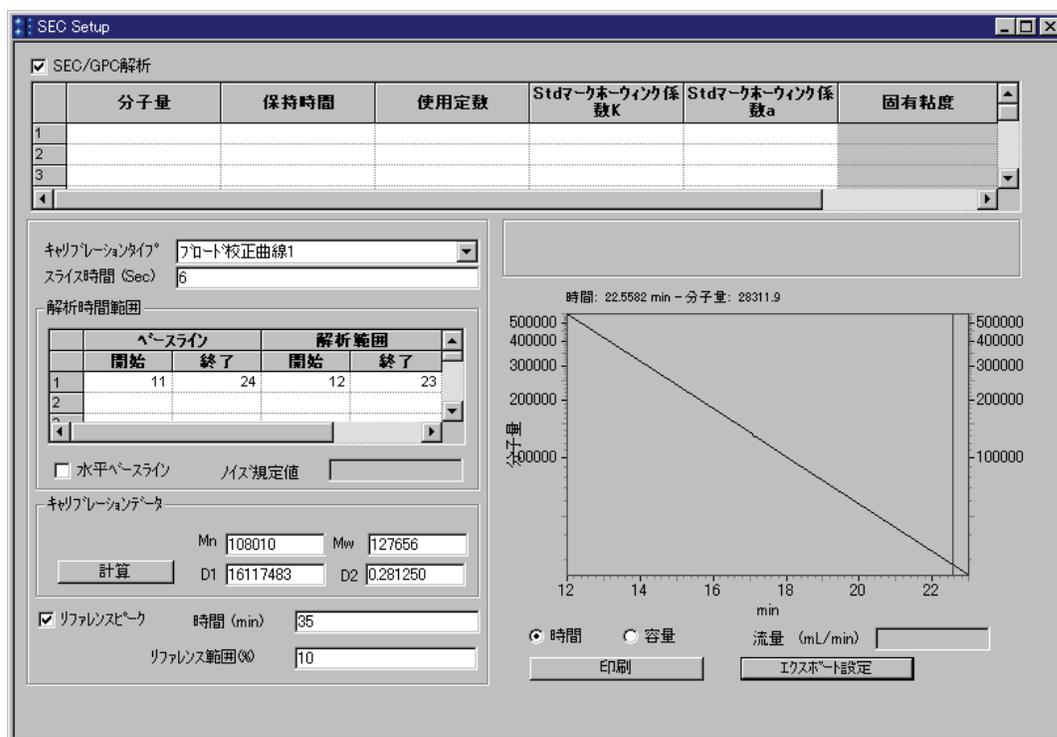
エクスポート設定

SEC セットアップ画面の情報を ASCII でエクスポートする場合にクリックします。

SEC セットアップ完了時、SEC ランを実行することができ、マニュアル(シングルインジェクション)やバッチデータ収集(シーケンスラン)を行うことができます。バッチシーケンスの作成方法は、"EZChrom Elite ユーザーズガイド"を参照してください。

ブロード校正曲線 1

キャリブレーションタイプで**ブロード校正曲線 1**を選択した場合、SEC セットアップ画面は以下のように表示されます。



SEC/GPC 解析

このボックスをチェックすると、選択したチャンネル(検出器)のデータの SEC 計算が行われます。チャンネルごとに解析条件を設定できます。

キャリブレーションテーブル(分子量, 保持時間等)

ブロード校正曲線 1 は直線校正のため、分子量テーブルは使用しません。キャリブレーションデータ欄に数値を入力してください。

スライス時間

スライスする幅を入力します(秒単位)。スライス幅は、分子量の割合の頻度をレポートするのに使用します。スライスレポートを作成する場合、ここに入力したスライス幅に基づいて作成されます。

ベースライン開始/終了

ベースラインの開始時間と終了時間を入力します(分単位)。クロマトグラム上から SEC ベースラインボタン使用するか、またはマニュアルで入力します。

解析範囲 開始/終了

SEC の分子量分布などの計算を行う範囲を入力します。範囲は開始時間と終了時間で設定します(分単位)。解析範囲はクロマトグラム上から SEC 解析範囲ボタン使用するか、またはマニュアルで入力します。

水平ベースライン

SEC ベースラインを開始時間から終了時間まで水平に引きたい場合に選択します。終了時間の前にクロマトグラムと交差した場合は、その交点でベースラインを終了します。また、ノイズと交差して水平ベースラインが終了しないようするには、ノイズ規定値にノイズと判定するノイズ値を入力することで、そのノイズを無視することができます。

キャリブレーションデータ

Mn と Mx、D1 と D2 に数値を入力し、**計算ボタン**をクリックします。キャリブレーションに使用する Mn と Mx、または D1 と D2 が計算されます。

リファレンスピーク時間(min)

流量による影響を補正する目的でリファレンスピークを使用する場合は、これを選択してください。計算中に使用される溶出時間/量は、ここで入力する値と試料のリファレンスピークとの時間差で補正されます。リファレンスピークで期待される保持時間を入力してください(分単位)。

リファレンス範囲(%)

リファレンスピークを使用する場合、リファレンスピークと判定するための許容範囲(%単位)を入力してください。リファレンスピークの設定時間±リファレンス範囲(%内)のピークはリファレンスピークと見なされます(2つのピークが範囲内にある場合、リファレンスピークの設定時間に近いピークをリファレンスピークとします)。

校正曲線の異常点削除

校正曲線から異常点を一時的に削除する場合は、マウスでその点をクリックします。クリックすると、その点の色が変わり、その点の除いて校正曲線が再計算されます。

時間/容量

校正曲線の X 軸(横軸)を選択します(時間または容量)。容量を選択した場合、校正曲線を正しく表示させるために流量を入力する必要があります。

印刷

このボタンをクリックすると、SEC メソッド画面に設定されている情報(校正曲線含む)を印刷します。

エクスポート設定

SEC セットアップ画面の情報を ASCII でエクスポートする場合にクリックします。

SEC セットアップ完了時、SEC ランを実行することができ、マニュアル(シングルインジェクション)やバッチデータ収集(シーケンスラン)を行うことができます。

バッチシーケンスの作成方法は、「EZChrom Elite ユーザーズガイド」を参照してください。

ブロード校正曲線 2

キャリブレーションメソッドとして**ブロード校正曲線 2**を選択した場合、SEC セットアップは次のように表示されます。

The screenshot shows the 'SEC Setup' window with the following details:

- SEC/GPC解析** (checked):

	分子量	保持時間	使用定数	Stdマーク-ハウウィंक係数K	Stdマーク-ハウウィंक係数a	固有粘度
1	500000	12.42	Std Mark-Houwink	0.003	0.7	
2	220000	15.35	Std Mark-Houwink	0.003	0.7	
3	160000	16.33	Std Mark-Houwink	0.003	0.7	
- キャリブレーションタイプ: ブロード校正曲線2
- スライス時間 (Sec): 6
- 校正曲線: 3次曲線, R²: 0.999879
- 解析時間範囲:

	ベースライン 開始	ベースライン 終了	解析範囲 開始	解析範囲 終了
1	11	24	12	23
2				
- キャリブレーションデータ:

Mn	108563	Mw	127628
K	0.627765	A	0.039318
- リファレンスピーク:

時間 (min)	35
リファレンス範囲 (%)	10
- Graph: 時間: 24.5682 min - 分子量: -. Shows a log-linear plot of molecular weight vs. retention time.

SEC/GPC 解析

このボックスをチェックすると、選択したチャンネル(検出器)のデータの SEC 計算が行われます。チャンネルごとに解析条件を設定できます。

分子量

ブロード校正曲線に使用される分子量を入力します。

保持時間

標準試料のピークの保持時間を入力します(分単位)。グラフィカルプログラミングの **SEC ピークコマンド**を使用すると、保持時間は自動的に入力されます。尚、キャリブレーションや分子量計算では時間は秒で計算します。

使用定数

キャリブレーションで使用される定数(Mark-Houwink または固有粘度)を選択します。選択するとスプレッドシートがアクティブになります。

Std Mark-Houwink 係数 K

使用定数に Mark-Houwink を選択した場合、K 値を入力します。

Std Mark-Houwink 係数 a

使用定数に Mark-Houwink を選択した場合、a 値を入力します。

固有粘度

使用定数に固有粘度を選択した場合、固有粘度値を入力します。固有粘度を指定しない場合は、本項は無効です。

スライス時間

スライスする幅を入力します(秒単位)。スライス幅は、分子量の割合の頻度をレポートするのに使用します。スライスレポートを作成する場合、ここに入力したスライス幅に基づいて作成されます。

ベースライン開始/終了

ベースラインの開始時間と終了時間を入力します(分単位)。クロマトグラム上から **SEC ベースライン** ボタンを使用するか、またはマニュアルで入力します。

解析範囲 開始/終了

SEC の分子量分布などの計算を行う範囲を入力します。範囲は開始時間と終了時間で設定します(分単位)。解析範囲はクロマトグラム上から **SEC 解析範囲** ボタンを使用するか、またはマニュアルで入力します。

水平ベースライン

SEC ベースラインを開始時間から終了時間まで水平に引きたい場合に選択します。終了時間の前にクロマトグラムと交差した場合は、その交点でベースラインを終了します。また、ノイズと交差して水平ベースラインが終了しないようするには、ノイズ規定値にノイズと判定するノイズ値を入力することで、そのノイズを無視することができます。

キャリブレーションデータ

Mn と Mx、D1 と D2 に数値を入力し、**計算** ボタンをクリックします。キャリブレーションに使用する K と a、または Mn と Mx が計算されます。キャリブレーションデータを入力する前にキャリブレーション テーブルの設定を完成させておいてください。

リファレンス時間(min)

流量による影響を補正する目的でリファレンスピークを使用する場合は、これを選択してください。計算中に使用される溶出時間/量は、ここで入力する値と試料のリファレンスピークとの時間差で補正されます。リファレンスピークで期待される保持時間を入力してください(分単位)。

リファレンス範囲(%)

リファレンスピークを使用する場合、リファレンスピークと判定するための許容範囲(%単位)を入力してください。リファレンスピークの設定時間±リファレンス範囲(%内)のピークはリファレンスピークと見なされます(2つのピークが範囲内にある場合、リファレンスピークの設定時間に近いピークをリファレンスピークとします)。

校正曲線

リストボックスから校正曲線のタイプ(折れ線、直線、2次曲線、3次曲線、4次曲線、スプライン)を選択します。

校正曲線の適合度

SEC セットアップ画面上に作成した校正曲線が表示されます。r2 値 (適合度) は校正曲線の上部に R² で表示されます。この適合度が 1.00 のときは曲線が完全一致であることを示します。保持時間または保持容量のどちらかを X 軸として表示させるには、校正曲線の下部にある[時間]または[容量]ボタンを選択します。容量を選択した場合、流量 (mL/min) を入力してください。

校正曲線の異常点削除

校正曲線から異常点を一時的に削除する場合は、マウスでその点をクリックします。クリックすると、その点の色が変わり、その点の除いて校正曲線が再計算されます。

時間/容量

校正曲線の X 軸(横軸)を選択します(時間または容量)。容量を選択した場合、校正曲線を正しく表示させるために流量を入力する必要があります。

印刷

このボタンをクリックすると、SEC メソッド画面に設定されている情報(校正曲線含む)を印刷します。

エクスポート設定

SEC セットアップ画面の情報を ASCII でエクスポートする場合にクリックします。

SEC セットアップ完了時、SEC ランを実行することができ、マニュアル(シングルインジェクション)やバッチデータ収集(シーケンスラン)を行うことができます。パ

タッチシーケンスの作成方法は、「EZChrom *Elite* ユーザーズガイド」を参照してください。

校正曲線の拡大

マウスのドラッグやクリックによって校正曲線を拡大することができます。元に戻すにはマウスをダブルクリックします。

校正曲線を拡大した状態のままクロマトグラムを左右にスクロールすることができます。スクロールは<Ctrl>+<Shift>キーを押した状態で校正曲線をドラッグするとスクロールします（ドラッグするとカーソルが手のアイコンとなり、ドラッグした方向にスクロールします）。

範囲外のデータも、X,Y軸をスクロールすることにより見ることもできます。これを行うためには、グラフの軸付近にマウスカーソルを持っていき、<CTRL><SHIFT>キーを押します。マウスカーソルは、Y軸方向では上下矢印、X軸方向では、左右矢印に変更されます。このモードでマウスを動かすと、グラフが上下/左右にスクロールします。

オリジナルに戻す場合は、クロマトウィンド内で右クリックし、「倍率を元に戻す」を選択してください。

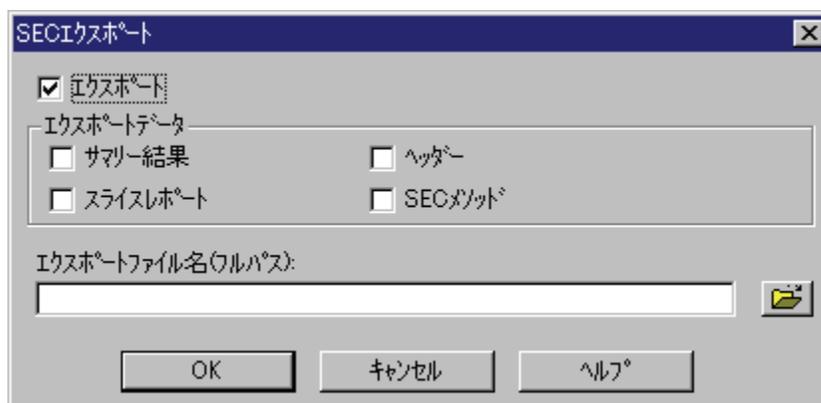
校正曲線の異常点削除

校正曲線の異常点をクリックすると一時的に校正曲線からを取り除くことができます。異常点が選択されると、選択した校正曲線上の点と SEC キャリブレーションテーブルの情報が赤くなり、その点を削除した校正曲線に更新されます。再度クリックすると、元に戻ります。同様の操作をスプレッドシート内で、行番号をダブルクリックすることにより行えます。

SEC エクスポート

SEC セットアップ画面の**エクスポート設定**ボタンをクリックすると、以下のダイアログが表示されます。**エクスポート**ボックスをチェックすると、エクスポート機能が有効となります。次に**エクスポートデータ**からエクスポートする情報を選択します。

エクスポートするファイルの保存先(フルパスでファイル名も含む)を**エクスポートファイル名**に指定してください。



設定が完了したら、**OK** ボタンをクリックします。エクスポートは解析時に行われ、データはHTMLで指定した保存先にエクスポートされます。このファイルは他プログラムへの転送など容易に行うことができます。

Note: エクスポートは指定したチャンネル(検出器)のみに適用されます。別のチャンネルでデータをエクスポートしたい場合は、そのチャンネルでエクスポートの設定をし、そのチャンネルを指定して解析を実行する必要があります。

SEC カスタムレポート

SECのレポートはEZChrom *Elite*のメソッドカスタムレポートを使用して作成できます。SECオプションを使用すると次項に記載しているSEC用のレポートを使用することができます。カスタムレポートは[メソッド][カスタムレポート]をクリックすると、カスタムレポート画面が表示されます。カスタムレポートの詳細な使い方については、EZChrom *Elite* User's Guideを参照してください。

SEC クロマトグラムの追加

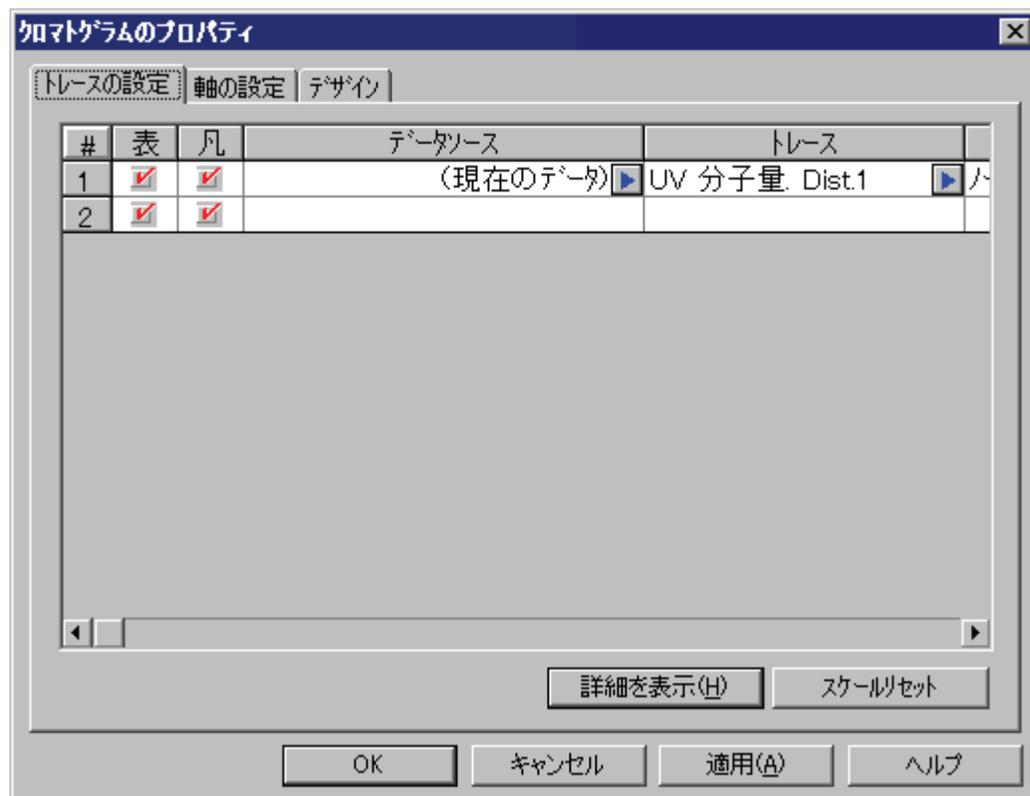
SECトレースをレポートに追加するには、レポート上でマウスを右クリックし、**[図の挿入][クロマトグラム]**を選択してください。現在表示しているクロマトグラムをレポートに挿入したい場合は、**現在のデータ**を選択し、表示させたいトレース(例:チャンネル)を選択します。

レポートにクロマトグラムが表示されたら、この図を選択すると表示範囲の調整が行えます。また、クロマトグラム上でマウスの右クリックをすると、ピーク情報の追加など様々なコマンドを使用することができます。カスタムレポートのクロマトグラムの表示を変更させる方法の詳細については、EZChrom *Elite* ユーザーガイドを参照してください。

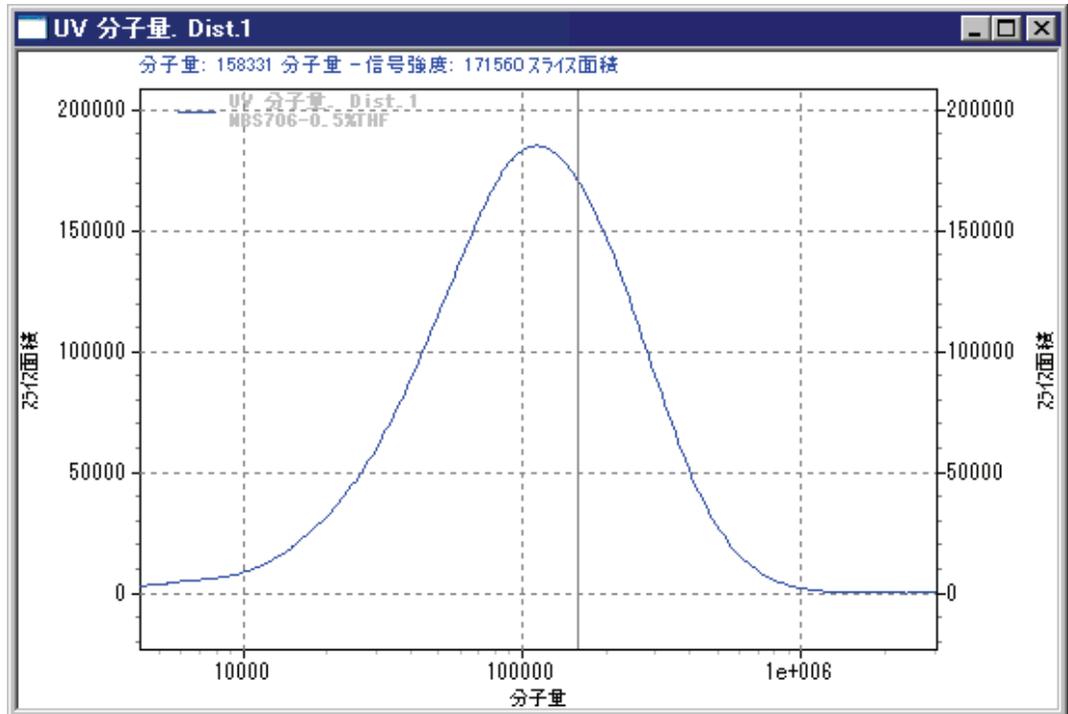
分子量分布トレースの追加

カスタムレポートにスライス面積 vs 分子量(分子量分布)のトレースを追加するには、レポート上でマウスの右クリックし、**[図の挿入][クロマトグラム]**を選択し

てください。データソースの現在のデータ(または、データファイルを開く)を選択し、トレースに[分子量 Dist]を選択します。



OK ボタンをクリックすると、カスタムレポートにトレースが追加されます。このトレースはスライス面積 vs 分子量となっていることにご注意ください。このクロマトグラムに他のクロマトグラムと同様にピーク情報を追加できます。このトレースにはスケールが異なるので、一般的なクロマトグラムと一緒に表示することはできません。



スライスレポートの追加

カスタムレポートにスライスレポートを追加するには、マウスを右クリックし、[レポートの挿入]/[SEC スライスレポート]を選択してください。以下のダイアログが表示されます。



トレースのリストからスライスレポートを作成したいトレースを選択してください。

ある範囲内のスライスレポートを作成したい場合は、**範囲指定**ボタンを選択して、その範囲の開始時間と終了時間を入力します。その他に**全てのスライス**ボタンでも選択できます。

レポート上にスライスレポートのテーブルが表示されます。現在のスライスレポートの結果を見るには、マウスを右クリックし、[データを表示]を選択してください。

SEC サマリーレポートの追加

カスタムレポートにサマリーレポートを追加するには、マウスを右クリックし、[レポートの挿入]/[SEC サマリーレポート]を選択します。以下のダイアログが表示されます。



サマリーを表示させたいトレースを選択し、**OK** ボタンをクリックします。

レポート上に SEC サマリー情報テーブルが表示されます。現在のサマリーレポートのデータを見るには、そのテーブル上でマウスの右クリックをし、[データを表示]を選択します。

SECサマリー情報	
	UV
解析開始時間(min)	= 9.800
解析終了時間(min)	= 15.000
スライス数	= 312
重量平均分子量	= 123442
数平均分子量	= 53881
Z平均分子量	= 226861
Z+1平均分子量	= 374264
多分散度	= 2.291
ピーク分子量	= 194727
Z平均分子量/重量平均分子量	= 1.838
Z+1平均分子量/重量平均分子量	= 3.032

SEC レポートテンプレートの保存

全てのメソッドに同じレポートを使用したい場合は、テンプレートとしてカスタムレポートに保存してください。保存することで、全てのメソッドでこのレポートを開くことができます。テンプレートを保存するには、ツールメニューの[ファイル]/[テンプレート]/[名前を付けて保存]コマンドを選択します。

新しいメソッドに保存したテンプレートを使うには、[ファイル]/[テンプレート]/[開く]コマンドを使ってテンプレートを開きます。

EZChrom *Elite* SEC 公式

$$\text{重量平均分子量} = M_w = \sum (A_i M_i) / \sum A_i$$

$$\text{数平均分子量} = M_n = \sum A_i / \sum (A_i / M_i)$$

$$Z \text{ 平均分子量} = M_z = \sum (A_i M_i^2) / \sum (A_i M_i)$$

$$Z+1 \text{ 平均分子量} = M_{z+1} = \sum A_i M_i^3 / \sum A_i M_i^2$$

$$\text{多分散度} = M_w / M_n$$

$$\text{粘度平均分子量} = M_v = (\sum A_i M_i^a / \sum A_i)^{1/a}$$

ここで:

MW = 重量平均分子量

A_i = 指定したスライス面積

M_i = 指定したスライスの平均分子量

MN = 数平均分子量

MZ = Z 平均分子量

M_{z+1} = Z + 1 平均分子量

M_v = 粘度平均分子量

a = Mark-Houwink 係数

NOTE: M_v は、Mark-Houwink 係数で汎用校正曲線を使用する場合のみ計算されます。

汎用校正曲線の公式

汎用校正曲線を使用すると、分子量は以下の公式からキャリブレーションポイントを補正することにより決定されます。

$$\text{固有粘度 } [\eta] = K M^a$$

サンプルの粘度:

$$\text{補正分子量 } M = [\eta]_{\text{standard}} / [\eta]_{\text{sample}}$$

サンプルの Mark-Houwink 係数:

$$\text{補正分子量 } M = 10^{\log([\eta]_{\text{standard}} / K_{\text{sample}}) / (a_{\text{sample}} + 1)}$$

以上から、校正曲線が作成され、それを使用してサンプルの分子量の決定します。

ブロード校正曲線 1 の公式

ブロード校正曲線 1 の目的は以下の校正曲線の式を求めることです。分析ルーチンから未知数 D1 と D2 を求めます。

$$M(t) = D_1 \text{Exp}(D_2 t)$$

この方程式を求めるため、ブロードな分散度をもった標準試料の Mn と Mw が必要です。また、F(t)は密度から得ることができます。これら 3 つの既知の値で、以下の方程式から D2 を求めます。

$$M_w / M_n = \left(\int_a^b F(t) \exp(-D_2 t) dt \right) \left(\int_a^b F(t) \exp(D_2 t) dt \right)$$

D2 の範囲は 0 から 1 です。D2 は逐次計算法を使用して求められます。例えば、既知の Mw/Mn において D2 を 0.5 と仮定します。これで両辺の方程式が等しくなり、D2 は 0.5 となります。方程式が等しくなければ、D2 を 0.25 および 0.75 と仮定して等しくなるか計算します。両方とも方程式が等しくならない場合は、両辺の値が近くなる D2 値近辺から両辺が等しくなる値を探します。

D2 が求められれば、D1 は以下の方程式を使って求められます。

$$M_n = \frac{D_1 \int_a^b F(t) dt}{\int_a^b F(t) \text{Exp}(D_2 t) dt} \qquad M_w = \frac{D_1 \int_a^b F(t) \text{Exp}(-D_2 t) dt}{\int_a^b F(t) dt}$$

求めた D1 と D2 で校正曲線が自動的に作成されます。

ブロード校正曲線 2 の公式

ブロード校正曲線 2 は非直線の校正曲線を求めるものです。校正曲線の式には未知のマークホーウィंक係数 K と a があります。この係数は校正曲線を作成する前に求められなければなりません。ブロード校正曲線 2 を実行するため、ブロードな分散度をもった M_n と M_w が必要です。また、汎用校正曲線 $\Phi(t)$ も必要です。

$$M = \left(\frac{1}{K}\right)^{\frac{1}{1+A}} \phi(t)^{\frac{1}{1+A}}$$

未知数 η と β を持つ方程式を以下に示します。

$$M = \left(\frac{1}{K}\right)^{\frac{1}{1+A}} \phi(t)^{\frac{1}{1+A}} = \eta \phi(t)^\beta$$

$$\beta = \frac{1}{1+A}$$

$$\eta = \left(\frac{1}{K}\right)^{\frac{1}{1+A}}$$

$K, A, \eta,$ と β は未知数です。

求められた β を使い、以下の方程式の 1 つを使い直接 η を求めます。

$$M_w / M_n = \left(\int_a^b F(t) \phi^\beta(t) dt \right) \left(\int_a^b F(t) \phi^\beta(t) dt \right)$$

求められた β を使い、以下の方程式の 1 つを使い直接 η を求めます。

$$M_w = \frac{\eta \int_a^b F(t) \phi(t)^\beta dt}{\int_a^b F(t) dt}$$

$$M_n = \frac{\eta \int_a^b F(t) dt}{\int_a^b F(t) \phi(t)^{-\beta} dt}$$

未知数 β と η を使い、校正曲線を作成するために a と K を求めます。

$$\beta = \frac{1}{1+A}$$

$$\eta = \left(\frac{1}{K}\right)^{\frac{1}{1+A}}$$

索引

M			
M _N	7		
M _V	7		
M _W	7		
M _W / M _N	7		
M _Z	7		
S			
SEC ピークの定義	13		
SEC 標準試料の測定	8		
SEC/GPC 解析	19, 22, 25, 27		
SEC アプリケーション	7		
SEC エクスポート	30		
SEC カスタムレポート	31		
SEC キャリブレーション	6		
SEC セットアップ	18		
え			
エクスポート	30		
お			
遅れ時間	9		
追加	12		
定量結果の補正	11		
か			
解析範囲	20, 22, 25, 28		
間隔	8		
機器条件	8		
機器条件			
サンプリング	8		
分析時間	9		
データ収集	8		
		トリガータイプ	9
き			
		キャリブレーションタイプ	23
こ			
		校正曲線	20, 24, 29
		校正曲線の適合度	20, 24, 29
さ			
		サンプルデータ	20, 23
し			
		シングルランによるデータ収集	9
		使用定数	22, 28
		周波数	8
		水平ベースライン	20, 23, 26, 28
す			
		スライス時間	19, 22, 25, 28
て			
		データのメモ	11
と			
		トリガー	9
は			
		汎用校正曲線	6
ふ			
		分子量	19, 22, 27
		分析時間	9
へ			
		ベースライン開始時間	19, 22, 28
		ベースライン終了時間	19, 22, 25, 28

ほ		リファレンス時間.....29
保持時間.....	19, 22, 27	リファレンス範囲.....20, 23, 26, 29
り		わ
リファレンスピーク時間.....	20, 23, 26	割り込み.....12