

多检测凝胶渗透色谱故障排除与维护

刘娜, 彭婷, 刘士新, 邹少兰, 田娜娜, 高彤彤, 何清*

(天津大学化工学院, 天津 300315)

概述: 凝胶渗透色谱也称为体积排阻色谱或尺寸排阻色谱,是测量高分子化合物分子量及其分布的重要手段,广泛应用于石油、化工、高分子、生物、医药等研发领域。本文结合实际工作经验,主要针对马尔文公司 TDA305 型凝胶渗透色谱仪在实验教学中遇到的问题以及常见故障维修经验作了简单介绍,可为其他仪器管理者提供参考。仪器的有效维护对于测试结果的准确性及维持良好的仪器运行状态至关重要。

关键词: 多检测凝胶渗透色谱、测试要求、故障排除、RI 检测器、压力

中图分类号: 0657.7

Multi-detection gel permeation chromatography troubleshooting and maintenance

Na Liu, Ting Peng, Shixing Liu, Shaolan Zou, Nana Tian, Tongtong Gao, Qing He

(School of Chemical Engineering, Tianjin University, Tianjin300315, China)

Abstract: Gel permeation chromatography, also known as size exclusion chromatography or size exclusion chromatography, is an important means to measure the molecular weight and distribution of polymer compounds, and is widely used in petroleum, chemical, polymer, biological, pharmaceutical and other research and development fields. Based on the practical work experience, this paper mainly introduces the problems encountered in the experimental teaching and the common fault maintenance experience of the TDA305 gel permeation chromatograph from Malvern Company, which can provide reference for other instrument managers.

Keywords: Multi-detection gel permeation chromatography、Testing requirements、Troubleshooting、RI detector、pressure

1 测试要求

1.1 环境要求:

GPC 在分析测试过程中对周围环境的要求较高，需要恒温恒湿，温度一般控制在 20-25 度，且周围要尽量避免机械振动、强磁场等，电源最好安装稳压电源（UPS），且有良好的地接措施。

1.2 流动相要求：

必须使用高效液相色谱(HPLC)等级的溶剂，避免阳光直晒，减少有机溶剂的降解；水相流动相需要抽滤（0.22 μm 滤膜）、超声脱气，且需要定期更换新的流动相防止长菌；

有机相流动相需加入稳定剂,例如四氢呋喃相:选择加入 BHT 的四氢呋喃。

1.3 样品要求：

样品须是溶解而不是溶胀或者分散在流动相中，样品须使用 HPLC 级的溶剂进行充分溶解，且经过 0.2 μm 的 PTEF 或者 Nylon 过滤膜过滤后才能进样。制备样品时,禁止超声样品,超声有可能使高分子降解。

1.4 浓度要求：

通常分子量越高、配制的浓度越低，反之配制的浓度越高;结合实际操作经验，可以先配制 5-6mg/mL 左右浓度的样品，根据测试结果推断样品的适合浓度。

1.5 基线平衡：

GPC 可以通过“Quick Run”功能检查基线来观察整个系统是否达到平衡，基线平衡后才能进样。

2 故障原因排查及维护案例：

2.1 案例一

故障问题：

进针口有液体溢出（图 1），且样品出峰不稳定，同一样品多次进针后，峰值逐渐偏低

故障原因：

- 1) 样品在流动相中不稳定（易析出），样品脏或者未过滤，导致进样口的滤膜被堵住；
- 2) 进样针套管口变大不能很好的包裹住进样针；

以上两种情况会导致进样量偏少，或样品未能进到进样口，此时会发现进样口会有液体溢出。

解决方案：

拆掉进样针座：（图 2）

- 1) 查看金属过滤膜是否堵住或者被腐蚀；