

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, Tianjin 300315, 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；

2) 查看套管口是否因过度使用变大；

如以上两点都更换过，仍未能解决，就需要考虑仪器系统管路。

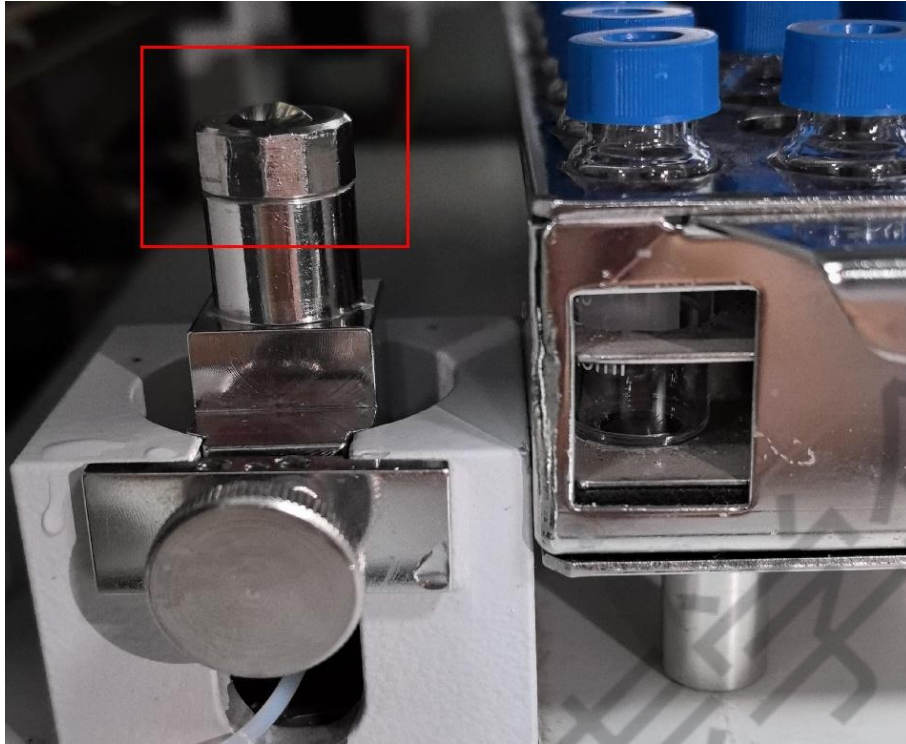


图1 进样口漏液

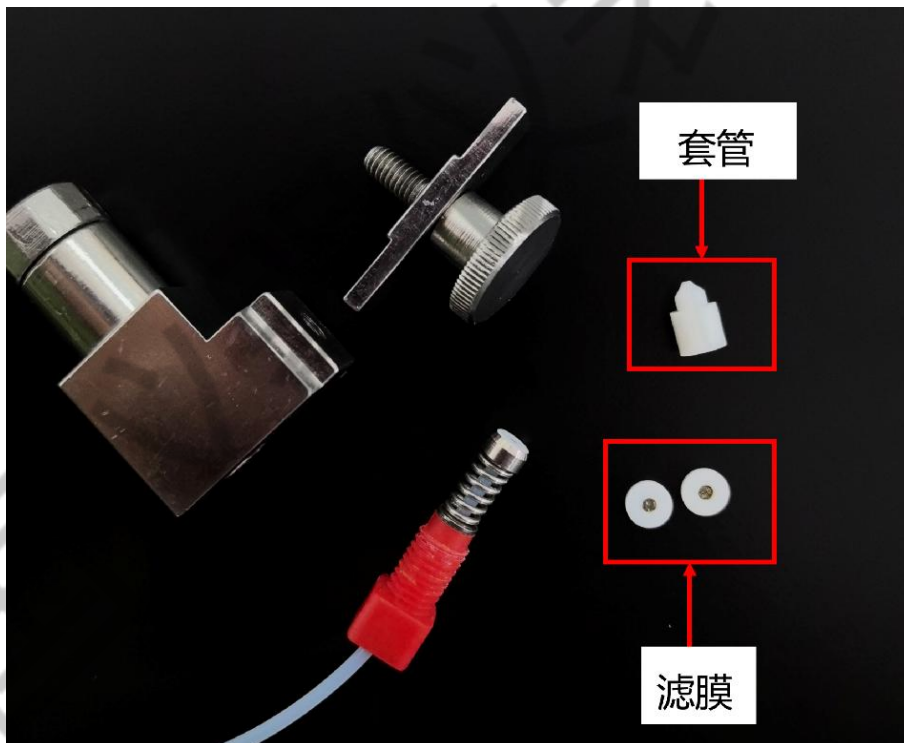


图2 进样针座拆解图

2.2 案例二

故障问题：

泵正常工作，压力低，实际流速停止或 GPCmax 上显示“Eluent Error”

故障原因：

- 1) 在更换流动相时，未关流速；
- 2) 流动相用光大量气体进入管路；
- 3) 长时间未开机泵内流动相已挥发；

以上情况易导致系统有气体进入。

解决方案：

拧松白色阀门，用注射器抽出气泡（如图 3）

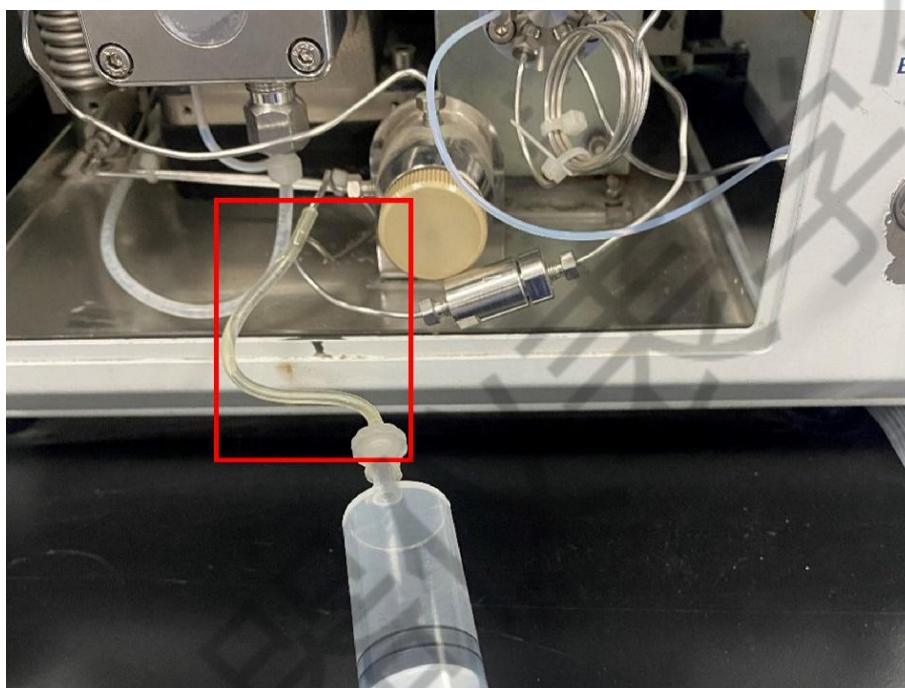


图 3

2.3 案例三

故障问题：

切换不同流动相之后，测样不能检测到已知样品峰

故障原因：

在切换流动相时，

- 1) RI 检测器未 purge 完全，导致进样时 RI 检测器未能及时反应过来；
- 2) 进样针管路内有气泡或者进样针管路流动相未切换过来。

解决方案：

- 1) 多次 purge RI 检测器; (图 4A)
- 2) 多次点击 wash now; (图 4B)

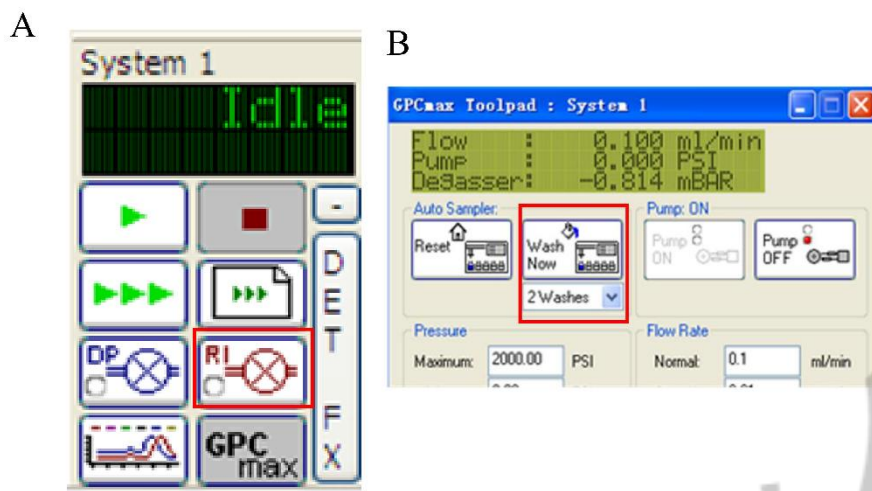


图 4

2.4 案例四

故障问题:

系统压力异常升高(如图 5)。

故障原因:

GPCmax 界面会设置最大压力值,用以保护色谱柱和检测器,如果压力过高,会触发过压保护,导致停泵。压力异常增高,须依次判断阻力来源,通常排查以下几点:

- 1) 泵后过滤膜
- 2) 连接泵与检测器之间的管路
- 3) 保护柱
- 4) 色谱柱
- 5) 柱后过滤膜
- 6) 检测器及检测器之间相连管路

解决方案:

应将各连接处断开,可以用两通代替保护柱、色谱柱进行分段测试,根据具体排查结果,更换滤膜、更换管路

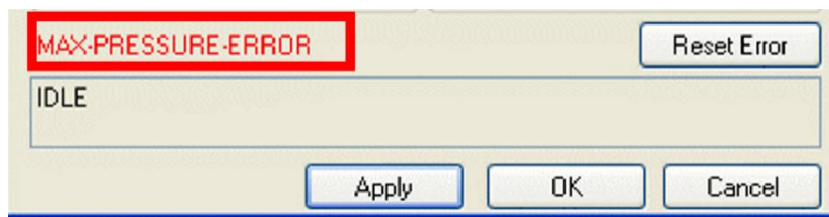


图 5

2.5 案例五

流动相切换:

流动相切换是 GPC 测试中经常需要进行的一项操作, 一般来说有机溶剂之间或者水性溶剂之间的切换对整 GPC 的影响不大, 但是有机溶剂-水性溶剂之间的切换以及含盐溶剂-无盐溶剂之间的切换可能有一些问题。结合实际经验, GPC 在溶剂切换时需要采用中间溶剂进行过渡。

例如: 由四氢呋喃切换到 NaNO₃ 水溶液: 四氢呋喃→甲醇→去离子水→NaNO₃ 水溶液, 低流速冲洗, 一般设为 0.3ml/min, 冲洗 300ml 左右, 且每更换一种溶剂需要多次 purge RI 检测器、多次 wash now。

3 结束语:

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, 这就要求管理人员必须经过专业培训、能及时排除仪器故障, 保障仪器良好的运行。

参考文献:

- [1]苏凤仙, 陈建梅, 徐哲峰. PL-GPC50 凝胶色谱仪的维护保养[J]. 合成技术及应用, 2018, 33(3): 42-45.
- [2]周勇, 李辉, 闫福安, 等. Viscotek 凝胶渗透色谱仪在实验教学和科学研究中的探讨和体会[J]. 广东化工, 2018, 45(20): 158-159.
- [4]马尔文(Malvern)公司. ViscotekGPC/SEC 快速操作手册
- [3]谷春秀, 柳春梅, 于志勇. 凝胶渗透色谱异常问题系列讲座 (5) 液相色谱仪压力异常[J]. 高分子通报, 2013 (8): 99-101.
- [4]马尔文(Malvern)公司. ViscotekGPC/SEC 快速操作手册