



南昌大学高分子研究所

Institute of Polymers, Nanchang University



# GPC使用及日常维护

南昌大学  
高分子研究所

# 液相色谱对流动相的要求

- 与检测器匹配
- 脱气
- 避免用含卤素离子的缓冲盐（不锈钢系统）
- 溶剂的粘度
- 防止细菌的生长

# 液相色谱脱气的目的

- 使色谱泵的输液准确
- 保留时间及色谱峰面积重现性高
- 提高检测性能
- 防止气泡引起的尖峰
- 基线稳定，提高信噪比

# 流动相的保存

## ➤ 加热

➤ 结合抽真空一起使用，其效果很好，但要控制温度；

## ➤ 抽真空

➤ 同上，一般在溶剂抽滤的同时，也有脱气的效果。

➤ 通惰性气体（一般用氦气）

➤ 超声波震荡；

➤ 简单，但效果不够理想，超声时间不要太长（1 min）。

# 色谱泵的排气操作

- 色谱泵实验前，应先确认泵头内**没有气泡**，如有气泡按以下步骤排气：
- 将泵入口管**吸滤头**放入**已脱气**的流动相中；
- 将**排液阀**打开，设置流速到**6-9 mL/min**，观察排液阀出口有液流连续流出；
- **冲洗完毕**，**停止泵流速**，**关闭排液阀**，**恢复断开**的管路。
- 注：泵排气后，应输液稳定（系统压力脉动小，一般在几十Psi以内），否则，需要重新做排气操作。

# 色谱泵的运行

- 排气后的色谱泵即可用于实验运行，注意事项如下：
- 排气后，先设**流速为0**；
- **恢复排气时断开**的部分，如：进样器、色谱柱
- 根据色谱柱的不同，**逐渐升高**流速到设定值。

# 样品制备需考虑的因素

- 浓度和进样体积
- 样品瓶体积 (3-5 mL)
- 溶解时间
- 温度
- 是否过滤?

# 样品制备需考虑的因素

分子量范围	浓度	称重
MW < 1,000	0.20 - 0.30%	2~3mg/ml
MW 1,000 - 10,000	0.15 - 0.20%	1.5~2mg/ml
MW 10,000 - 100,000	0.10 - 0.15%	1~1.5mg/ml
MW 100,000 - 500,000	0.05 - 0.10%	0.5~1mg/ml
MW 500,000 - 1M	0.01 - 0.05%	0.1~0.5mg/ml
MW > 1M	0.005 - 0.01%	0.05~0.1mg/ml

浓度**过高**，进样体积**过大**，保留时间拖后，测得的分子量**偏小**；

以上浓度每根色谱柱进样体积**<100  $\mu\text{L}$** ，一般进样**60  $\mu\text{L}$** 。



# 样品制备需考虑的因素

- 可以**轻微摇动**（必要时可以搅拌）样品，促进溶解；
- 如果样品中若有**不溶物或微胶**，则需要**过滤**；
- 足够的时间使聚合物**完全溶解**（一般**24小时**以上）；
- 有些样品需要**加热溶解**，但**不能超声**。

# 标样的配置

✓几个窄分布标样可以混合在一起，可快速地建立标准曲线：

一般一个混合物，不要超过**3个**窄标；

➤为了获得良好的**分离效果**，不同窄标间的分子量**至少**相差一个数量级；

➤窄标**仅需轻轻摇动**；

➤窄标**无需过滤**。