

第62期 电子期刊

第65期 电子期刊

# 凝胶色谱仪

## QuikSep GPC-10

卓越的准确性！

杰出的操作性！

出众的稳定性！



## QuikSep GPC-10 凝胶色谱仪

### QuikSep GPC-10

#### 凝胶色谱仪-概念

凝胶渗透色谱 (Gel permeation chromatography) 简称 GPC, 是尺寸排阻 SEC (Size Exclusion Chromatography) 的一种方式, 就是利用多孔凝胶固定相的独特特性, 而产生的一种主要依据分子尺寸大小的差异来分离的液相色谱方法。

#### GPC 两个重要术语

##### 排阻极限:

排阻极限是指不能进入凝胶颗粒孔穴内部的最小分子的分子量。所有大于排阻极限的分子都不能进入凝胶颗粒内部, 直接从凝胶颗粒外流出, 所以它们同时被最先洗脱出来。排阻极限代表一种凝胶能有效分离的最大分子量, 大于这种凝胶的排阻极限的分子用这种凝胶不能得到分离。随固定相不同, 排阻极限范围约在 400 至  $60 \times 10^6$  之间。

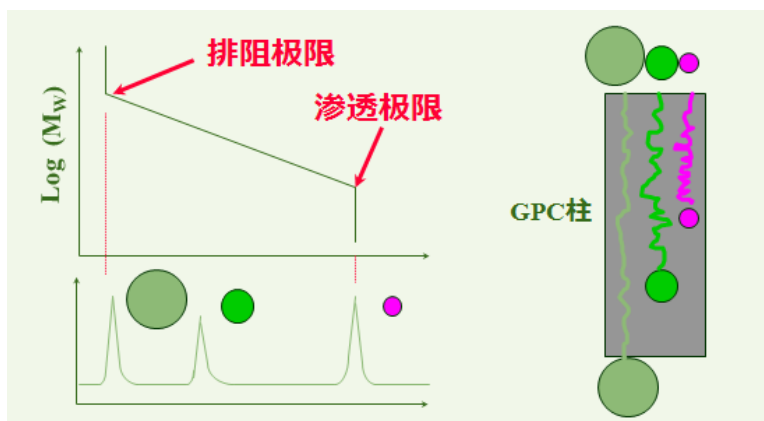
##### 渗透极限:

能够完全进入凝胶颗粒孔穴内部的最大分子的分子量。

在选择固定相时, 应使欲分离样品粒子的相对分子质量落在固定相的渗透极限和排阻极限之间。

#### 分子量校正曲线 ( Log M-V 曲线 )

由凝胶色谱图计算样品的分子量分布的关键是把凝胶色谱曲线中的淋洗体积 V 转化成分子量 M, 这种分子量的对数值与淋洗体积之间的关系曲线 ( Log M-V ) 称之为分子量校正曲线。



## 平均分子量含义

- ◆ 数均分子量 ( $M_n$ )——拉力、抗冲击性

$$\overline{M}_n = \frac{\sum H_i}{\sum (H_i / M_i)}$$

- ◆ 重均分子量 ( $M_w$ )——脆度

$$\overline{M}_w = \frac{\sum M_i H_i}{\sum H_i}$$

(\*\* 注:  $H_i$ : 峰高  $M_i$ : 分子量)

- ◆ Z 均分子量 ( $M_z$ )——弹性、硬度

$$\overline{M}_z = \frac{\sum M_i^2 H_i}{\sum M_i H_i}$$

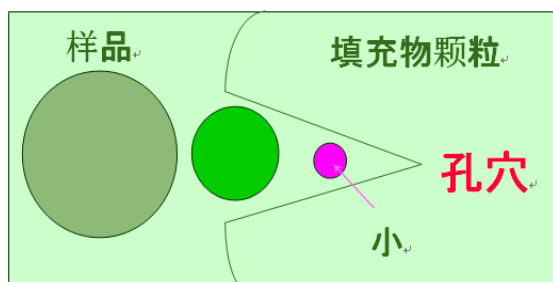
- ◆ Z+1 均分子量

$$\overline{M}_{z+1} = \frac{\sum M_i^3 H_i}{\sum M_i^2 H_i}$$

## QuikSep GPC-10

## 凝胶色谱仪-原理

根据溶质分子大小进行分离的色谱技术。当被分析的试样随着淋洗溶剂引入柱子后,溶质分子即向填料内部孔洞扩散。较小的分子除了能进入大的孔外,还能进入较小的孔;较大分子则只能进入较大的孔;而比最大的孔还要大的分子就只能留在填料颗粒之间的空隙中。因此,随着溶剂的淋洗,大小不同的分子就得到分离,较大的分子先被淋洗出来,较小的分子较晚被淋洗出来。



## QuikSep GPC-10

## 凝胶色谱仪-应用

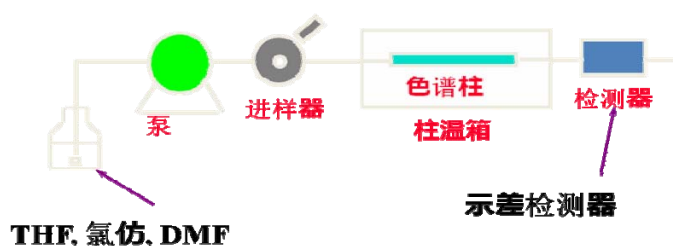
- ◆ 主要用于高分子和化工聚合物领域;
- ◆ 以有机溶剂为流动相(氯仿, THF, DMF);
- ◆ 常用固定相填料: 苯乙烯-二乙烯基苯共聚物;

高聚物的性能特别是机械性能、加工性能及高分子在溶液中的特性等都与高聚物分子量有关。高聚物分子量的多分散性是高聚物最基本特征之一,平均分子量及其分布宽度不仅可以用来表征聚合物的链结构,而且也是决定高分子材料性能的基本参数之一。

## QuikSep GPC-10

### 凝胶色谱仪-系统组件

GPC 凝胶色谱仪一般有输液泵、进样器、柱温箱、检测器、凝胶柱和凝胶色谱工作站 6 部分组成。



## QuikSep GPC-10

### 凝胶色谱仪-系统配置

序号	部件号	产品描述	数量
	设备主机		
1	P0010	QuikSep 高压分析泵, 单泵头双柱塞杆, 最大流量 9.999ml/min, 最大压力 42MP	1
2	RI-101	Shodex 示差检测器	1
3	GPC-3000	专用凝胶色谱工作站	1
4	LCAX-7725I	7725i 高压进样阀 (不锈钢, 内置传感器)	1
5	CO-1000	CO-1000 型 色谱柱温箱	1
6	FSNS	四串口转网口服务器 (选配)	1
7	HPDC	惠普原装电脑 (选配)	1
	色谱耗材		1
8	17358	G3000HHR (5) 7.8*300 (根据具体样品可更换型号)	1
9	F6028040	Shodex GPC KF-804	1

## QuikSep GPC-10

### 凝胶色谱仪-核心部件-输液泵



#### 特点

QuikSep P0010 输液泵采用单泵头双柱塞设计，方便制备和分析互换使用。具有以下主要特点：

- ◆ 流量准确性高、重复性好：具有多点流量校正曲线，保证全流量范围内流量精度。
- ◆ 寿命长：进口柱塞杆、密封圈及单向阀，并采用浮动柱塞设计，保证高压密封圈使用寿命；
- ◆ 脉动小：双柱塞设计，优化的凸轮推动，采用电子阻尼控制（Electrical Damp Control）技术有效控制流量脉动，保证最低基线噪声。
- ◆ 友好的人机界面：320X240 4.7 英寸液晶显示，流行的 table 形式界面设计，10 个用户程序，可实现流量、梯度编程。开源计算机反控通讯协议，便于第三方软件控制。
- ◆ 自动柱塞清洗：能够清洗柱塞及柱塞密封圈的背面，防止由于高盐浓度的缓冲溶液结晶而缩短密封圈使用寿命。
- ◆ 溶剂耐受性强：溶剂可接触材质 316L, PEEK, PTFE, FEP, Ruby, Sapphire, Zirconium oxide。

#### 技术参数

1	输液方式	双柱塞串联模式，浮动柱塞设计
2	流量范围	0.001 ~ 9.999 ml/min
3	增量	0.001ml/min
4	流量精度	± 0.1% 或 10 μL
5	流量重复性 RSD	≤ 0.1%
6	压力脉动	≤ 0.5Mpa
7	压力范围	≤ 42Mpa (316L 泵头)
8	管路连接	1/16" 标准管路连接
9	显示参数	320 × 240
10	控制方式	手动面板控制，或者计算机反控
11	电源	85 ~ 264VAC, 功率 100W



## QuikSep GPC-10

### 凝胶色谱仪-核心部件-示差检测器



#### 特点

- ◆ RI-101 检测器是一种新概念示差折光检测器，它使用微处理器，使得从溶液置换到基线稳定核查能够自动进行，稳定快速。其特点如下：
- ◆ 优越的操作性：独特的快速平衡功能，在 30 分钟内自动平衡基线。检测器配备彩色液晶显示器，易于分析人员一眼就看到操作状态和基线倾向；自动启动功能，使之可自动进行从参比池的溶液置换到基线稳定性核查的复杂操作；用帮助功能，很容易确定和校对装置。
- ◆ 出众的稳定性：通过温度调节方式的最优化，电源打开后稳定化时间缩短，并可获得出众的基线稳定性。
- ◆ 安全措施：检测器配备泄漏感应器，万一溶剂泄漏，泵可以自动停止。
- ◆ 多种自动功能：检测器设有外部输入输出端子以及 RS232C 通道端口，把检测器与各种液相色谱组合能实现高度自动化。

#### 技术参数

折光率范围：1.00~1.75

检测范围：0.25~512 $\mu$ RIU

漂移：0.2 $\mu$ RIU/h

线性范围： $\geq$ 600 $\mu$ RIU

噪声： $\leq$ 2.5nRIU（纯水，响应时间：1.5 秒）

响应时间：0.1, 0.25, 0.5, 1, 1.5, 2, 3, 6sec

自动归零：全自动归零

自动归零范围：全范围

偏差调节范围：0 ~ 500mV（和积分输出灵敏度一致）

偏置分辨能力：10mV（和积分输出灵敏度一致）

检测池容积：8  $\mu$ L

最大流速：10mL/min（纯水）

最高耐压：0.05MPa

死体积：670 $\mu$ l

温控：关闭，30 ~ 50  $^{\circ}$ C（递增步幅 1  $^{\circ}$ C）；热阻丝 77  $^{\circ}$ C

接触液体部分材质：不锈钢 316、特氟龙、石英玻璃

## QuikSep GPC-10

## 凝胶色谱仪-应用实例

仪器: QuikSep GPC-10  
保护柱: Shodex GPC KF-G  
流速: 1.0ml/min

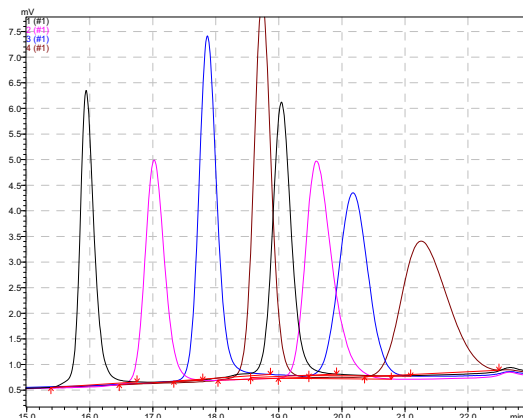
色谱柱: Shodex GPC KF-804, 802, 801 三根串联  
标准品: PS (8个不同分子量标样) 流动相: THF  
进样量: 50ul 柱温: 50°C

## 1) 标准品及样品配制方法

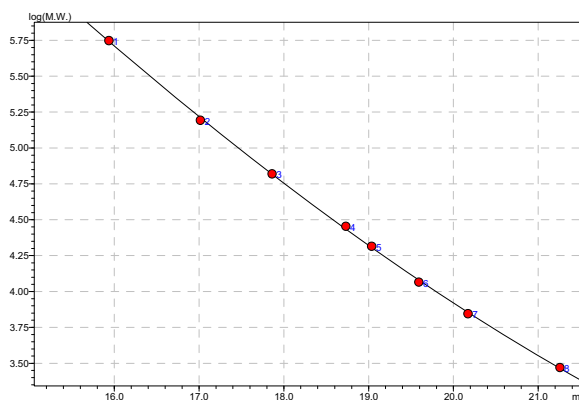
分子量校准曲线所用的标准品为 PS, 有 8 种不同分子量的标品。将它们按下表分为 4 组, 每组含 2 种标品, 各称约 4mg 左右, 然后用 20ml 流动相溶解, 配成 4 个标样。

PS Standard	分子量	称量值 (mg)
STD_1	560000	4.2
	20650	4.1
STD_2	156000	4.0
	11600	4.0
STD_3	66000	4.2
	7000	4.1
STD_4	28500	4.0
	2950	4.2

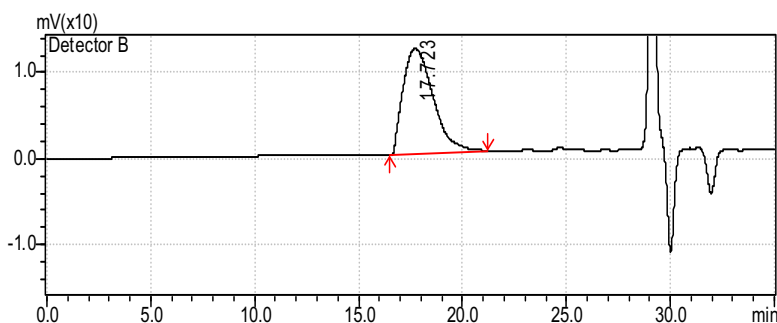
## 2) 标样图谱



## 3) 分子量校准曲线



## 4) 样品分析结果



Mn	43679
Mw	73178
Mz	101377
Mz1	125121
Mw/Mn	1.67534
Mz/Mw	1.38536

## QuikSep GPC-10

### 凝胶色谱仪-注意事项及日常维护

- ◆ 溶剂必须要 0.45um 的膜过滤和脱气，示差检测器对气泡非常敏感。
- ◆ 输液泵的维护：最常见的问题是滤头或单向阀的污染导致流量不准，压力波动比较大，出液不正常，出现这些情况后可以将单向阀取出用丙酮或异丙醇超声即可；另外如果压力上升比较大，要逐一排除整个管路系统，找出堵塞点更换管路或部件。
- ◆ 示差检测器的维护：常见问题是检测池收到污染，导致光能量透光率差，可以用丙酮清洗，清洗后用 THF 大量冲洗即可。
- ◆ 进样阀在 LOAD 位置进样，必须使用专用的平头进样针，进样前应用纯 THF 清洗流路。