

PL-GPC50 操作规程

PL-GPC Instrument Control 操作步骤

1. 溶剂准备。

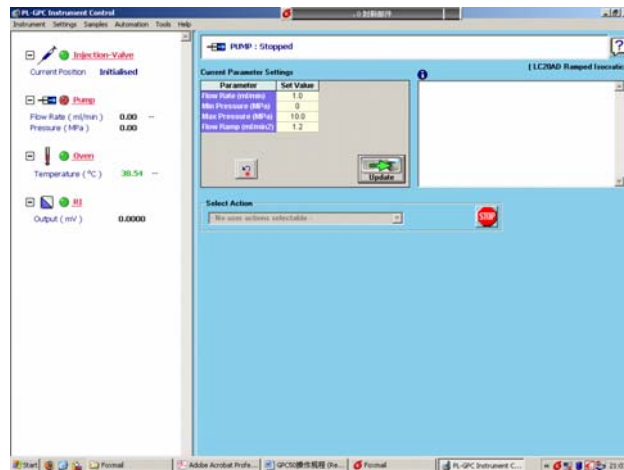
将过滤、超声脱气后的新鲜溶剂加入试剂瓶，同时在溶剂瓶中加入 0.05% 含量的抗氧化剂（常用的抗氧化剂为邻苯二甲酸二丁酯）。

检查废液瓶的液位，当心废液瓶满溶剂溢出。

2. 仪器开机。

打开主机和 datastream 后面板的电源开关，仪器进行自检，等待完成。

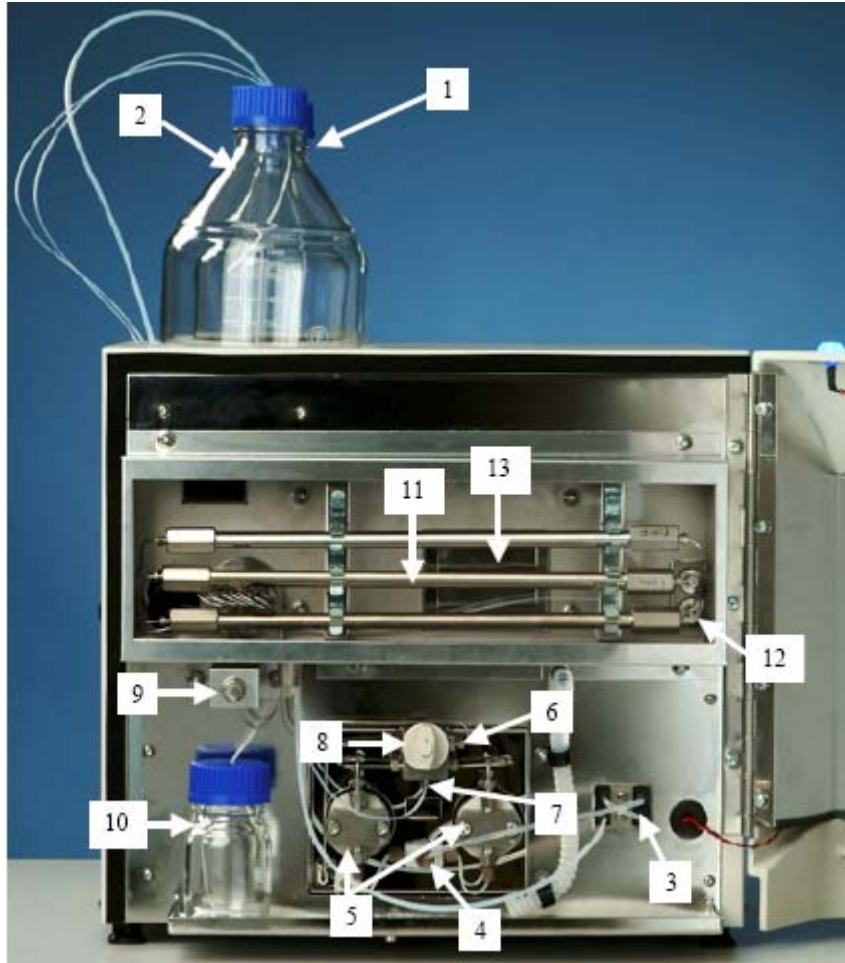
打开计算机运行 PL Instrument Control 软件，进行仪器和计算机之间的通讯，使 GPC50 进入计算机软件控制状态。此时溶剂输送泵处于停止状态，状态显示为红色的叉号，其余为绿色的圆圈。



3. 溶剂泵条件化和排气（若机器长期停用或更换溶剂时需做排气操作）。

点击左侧 PUMP 处，可在右侧见泵操作界面，设定流速为工作流速（常规流速为 1ml/min），设定工作压力范围（Min Pressure 和 Max Pressure）和流速改变梯度（Flow Ramp），点击 Update，参数即发送至仪器并开始执行。

排气操作时，可打开 Purge 阀，观察气泡从溶剂废液管中的流出情况。在确认泵流出溶剂已无气泡的条件下，并闭泵 Purge 阀。下图中编号 8 即为 Purge 阀。

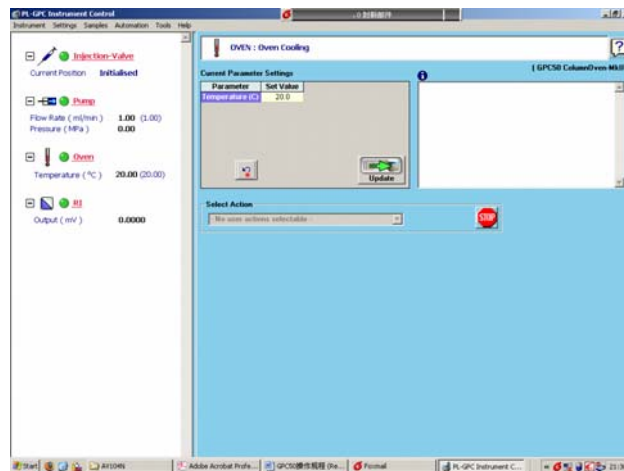


可在左侧 Pump 下方 Pressure 处观察泵头压力值。

4. 柱温箱条件化。

点击左侧 oven 处，在右侧界面设定柱箱温度（oven temperature）并点击 Update 发送至仪器。

在仪器到达设定参数前，Oven 处绿色圆圈处于闪动状态；当仪器达到设定参数并稳定后，则绿色圆圈会稳定点亮。

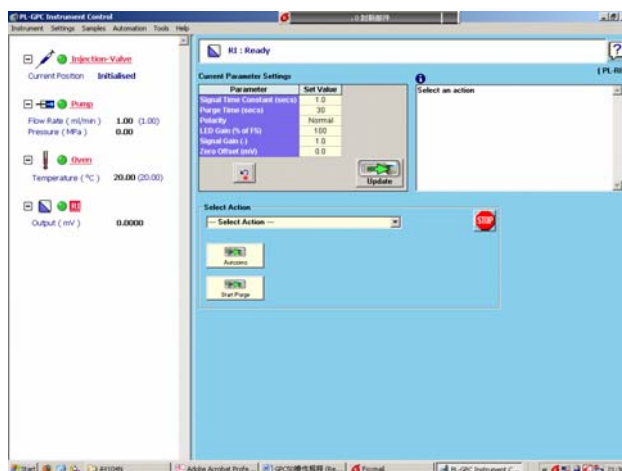


5. RI 检测器条件化。

在仪器升温 and 平衡过程中，可以随时对 RI 检测器操作。如检测器基线不稳，可点击左侧 purge 处显示操作界面对 RI 检测器进行操作。点击 Start Purge 可对参比池进行冲洗；点击 Auto Zero 进行

RI 自动调零。

参比池 purge 后应该给予充分的稳定时间,通常 2 小时以上。基线可通过 Data stream monitor 查看。



6. 样品制备。

将样品称重后放入溶样瓶,加入规定量的溶剂溶解样品,在规定条件下溶解样品,注意间断地摇动样品瓶以促进溶解。

切勿剧烈振荡或使用超声设备。

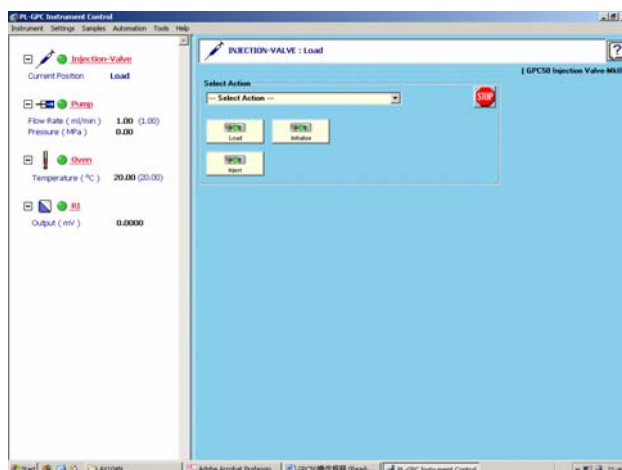
观察样品溶解状况,待完全溶解后,将样品过滤后准备进样。

7. 样品分析。

打开 GPC online,编辑相应的 Workbook,设定样品采集参数(详细见后)。

待仪器和基线均稳定后,点击控制软件左侧的 Injection—valve 处,将 Injection valve 设定为 Load 状态,使用注射器将 200ul 样品注入定量环,然后将 Injection valve 设定为 Inject 状态,然后取出进样针。

此时样品进入系统开始分析,数据同时自动采集记录。



8. 清洗进样针和进样系统。

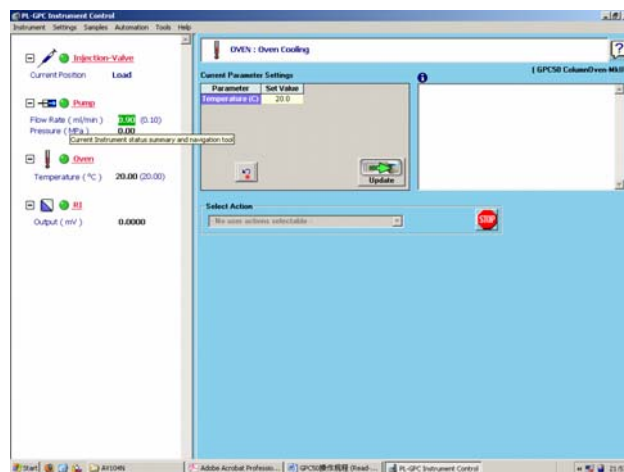
吸取清洁溶剂 200ul,在吸取 400ul 空气,将溶剂和空气注入进样口。如此反复操作三次。最后,用注射器吸取 800ul 空气并注入进样口,即完成对进样针和进样系统的清洗。

9. 数据分析。

打开 GPC Offline,进行有关的 workbook, method, runlist 等参数的设定。设定完成后既开始对采集的数据进行分子量计算。注意首先建立相应的校正曲线,再进行未知样品的分析(详细见后)。

10. 将仪器设定为维持状态。如无分析任务，可将泵流速设定为 0.1-0.2 ml/min，此时仪器转入到低流速的恒温状态；如需分析样品则将流速恢复为 1ml/min 并待基线稳定。在长时间无人的情况下，注意提前检查溶剂瓶和废液瓶的液位情况，防止溶剂耗尽对仪器造成损坏。

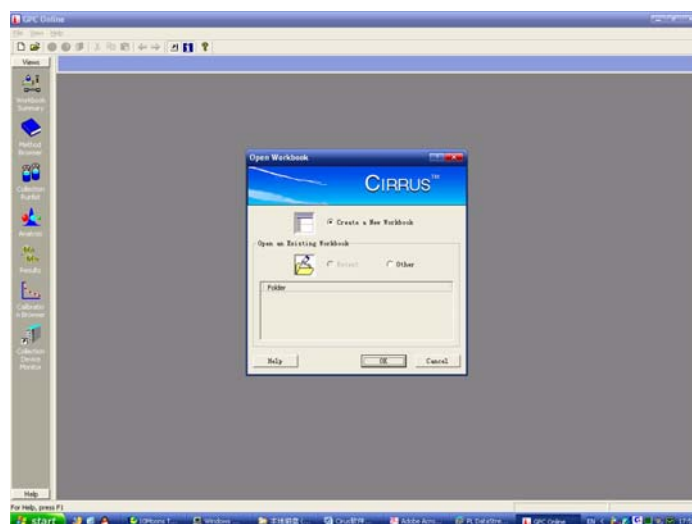
11. 仪器降温及关机。设定仪器的流速为 0.1ml/min.柱温箱温度设定为 30℃ 以下。当温度降低到 30℃ 时,可停泵，关闭仪器电源。



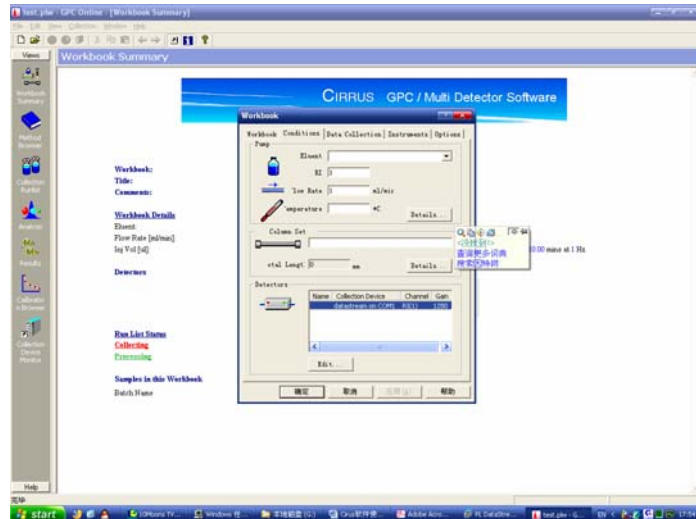
GPC-RI数据采集和处理操作步骤

1 创建工作簿。

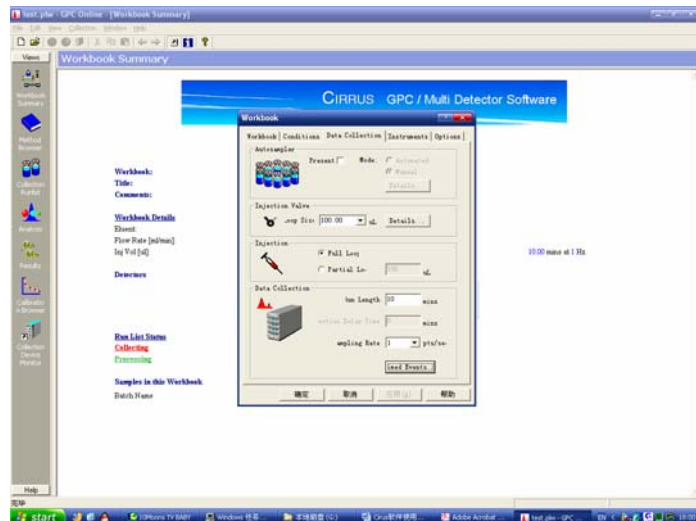
运行GPC Online，选择Create a New Workbook。以后可再次调用此Workbook。



键入文件名并选择保存路径，同时可在Experiment Tile和Comment中作注释。完成后点击确定。在Conditions界面下，可填写所用溶剂、溶剂RI值、流速、温度、色谱柱信息以及检测器信息。



Data Collection界面下，可设定自动进样器、定量环、进样方式、数据采集时间及采样速率。



在Instruments下可添加设备信息。

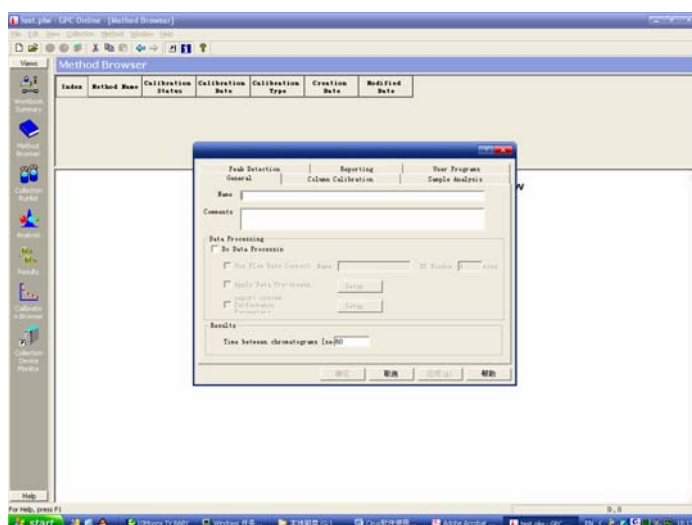
2 创建采样方法。

选择左侧Views下的Method Browser，创建新的方法。



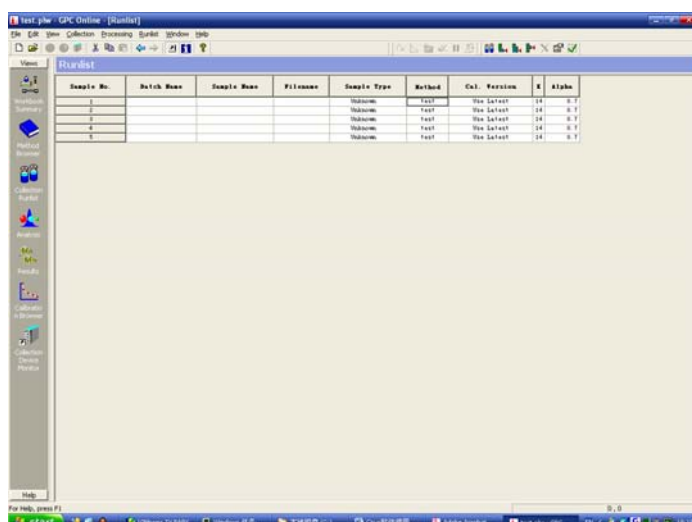
填写方法名，同时不要选择Do Data Processing，其他选择可保持默认设置。完成后点击确认。

如在采集时需处理数据，则可选Do Data Processing，但不建议做此操作。



3 编辑样品表。

在Collection Runlist可编辑样品序列。编辑样品名、样品类型及采样方法。



待所有设备准备完毕，可进行并进行数据采集。

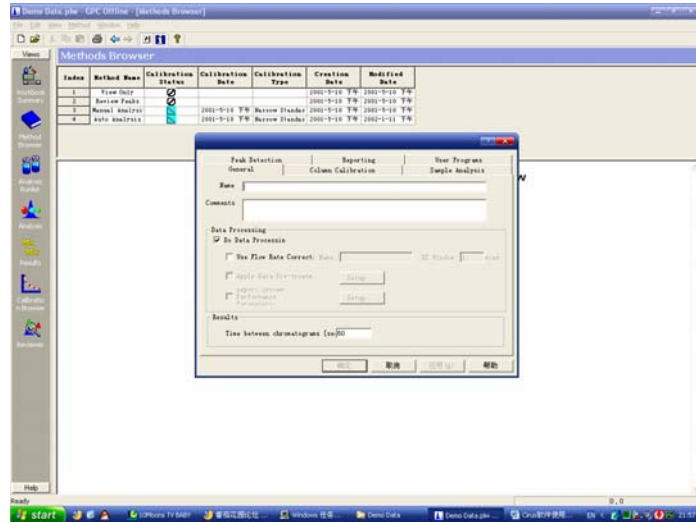
在此步骤中，最重要的是设定数据采集时间，一般一根色谱柱设定12min即可，两根则要25min，若加保护柱的话则要延长3-5min。

4 数据采集。

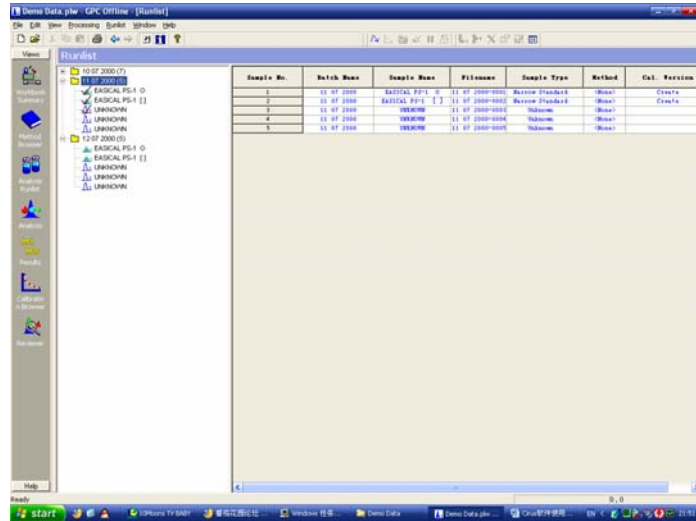
待所有设备准备完毕，可手动或自动进样并开始数据采集。手动进样时，将 Injection valve 设定为 Load 状态，使用注射器将 200ul 样品注射入定量环，然后将 Injection valve 设定为 Inject 状态。参见 PL-GPC Instrument Control 操作步骤 7。

5 数据处理。

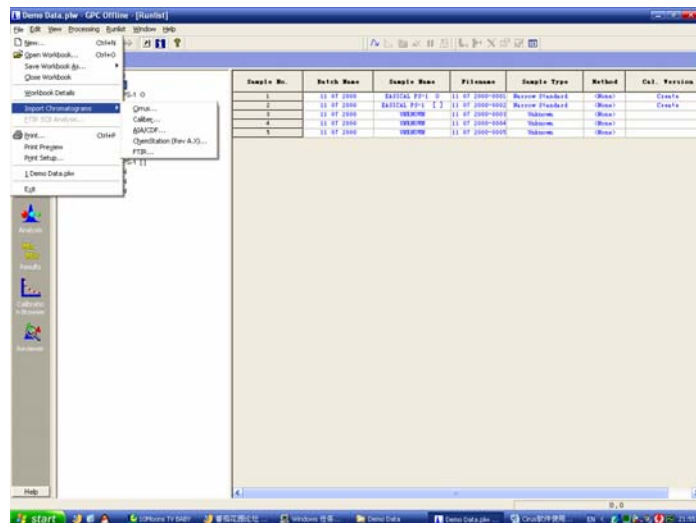
数据采集完成后，可运行GPC Offline，打开采集数据所用的workbook，点击Method Browser，选择创建分析方法，在Data Processing处，选择Do Data Processing，其他采用默认设置即可。设置完毕，保存方法。方法可以后直接调用。



点击Analysis Runlist，所采集数据则显示在左侧。双击所需处理的数据文件，文件会出现在右侧样品表中。



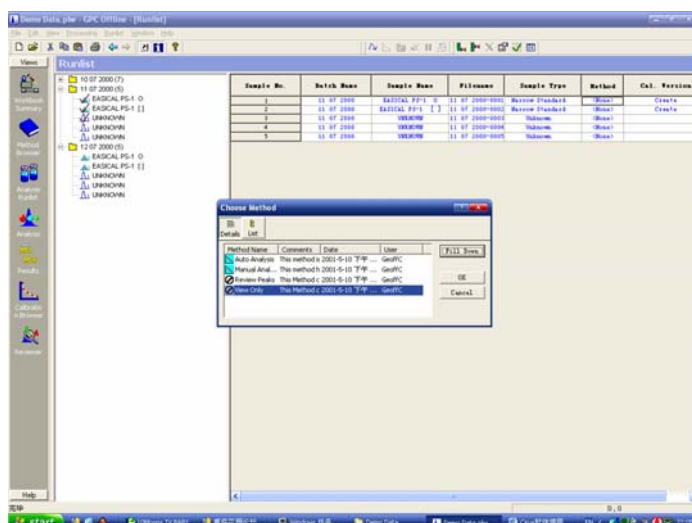
如需处理其他Workbook所采集的数据，则可在File菜单下选择Import Chromatograms，倒入数据。Cirrus软件支持Calber，AIA/CDF，ChemStation等数据格式。



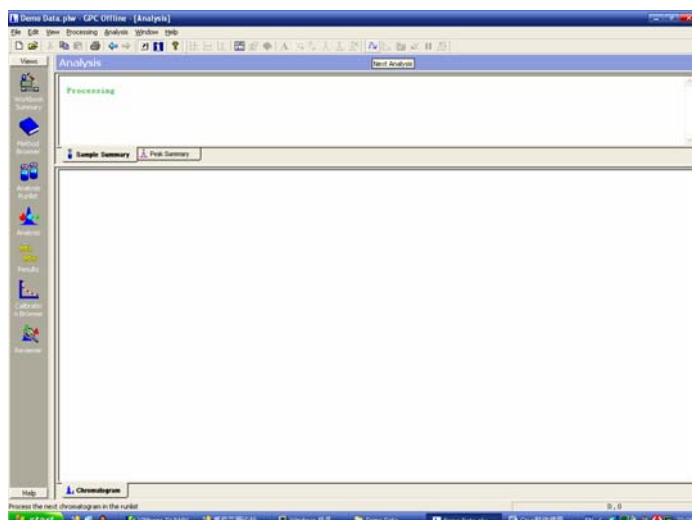
选择类型和方法。样品类型分为：Unknown， Narrow Standard和Broad Standard三类，请选择

正确的样品类型。双击Method列的单元格，选择合适的方法。

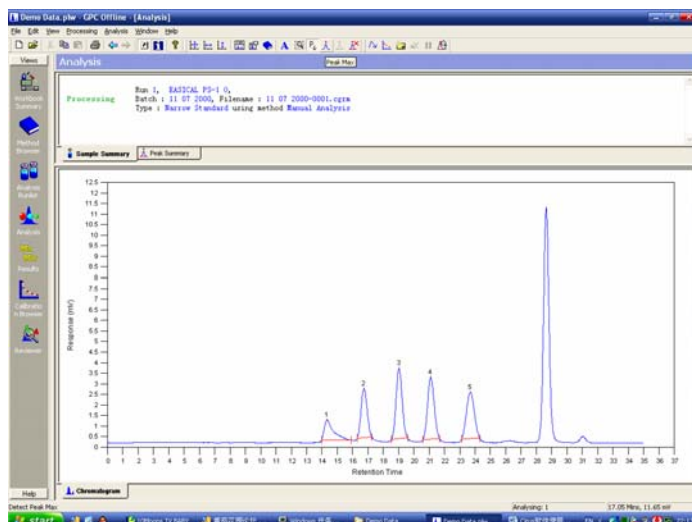
首次运行时，需创建校准曲线。以窄分布标样为例，样品类型设定为窄分布标样。



在Analysis界面下，点击Next Analysis按钮。

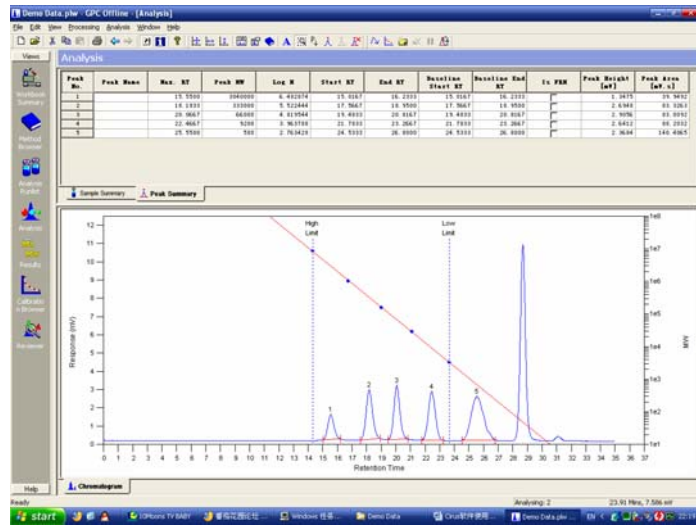


使用上方工具栏的工具，确定各峰起点和终点。

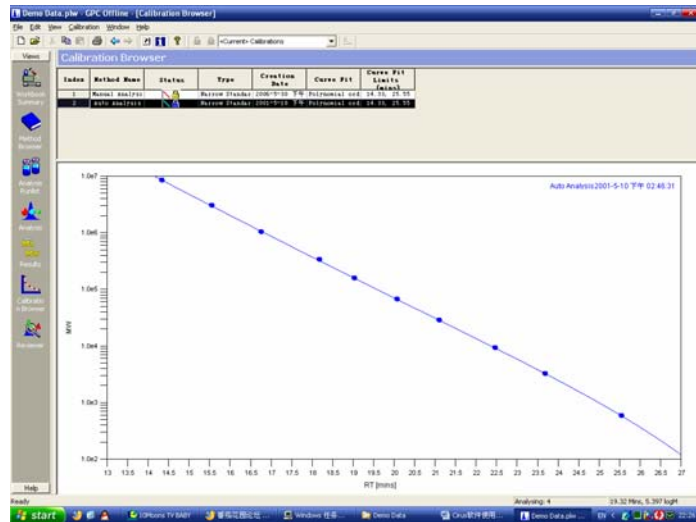


在Peak Summary下，在Peak MW列输入各峰的峰尖分子量，点击Add to Calibration。然后点击

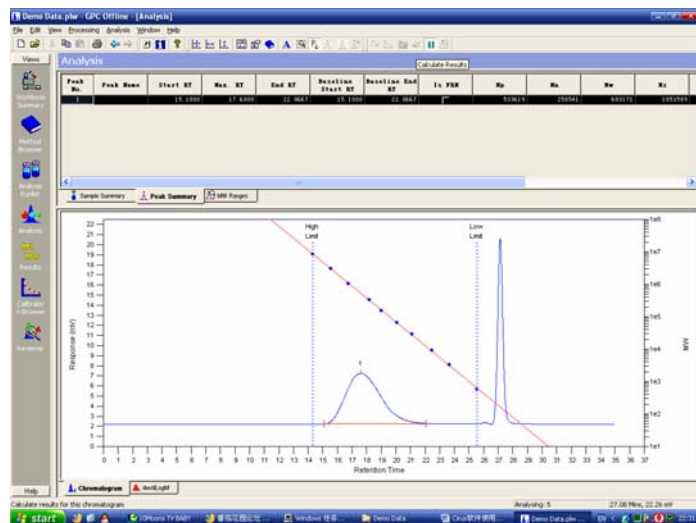
Next Analysis.



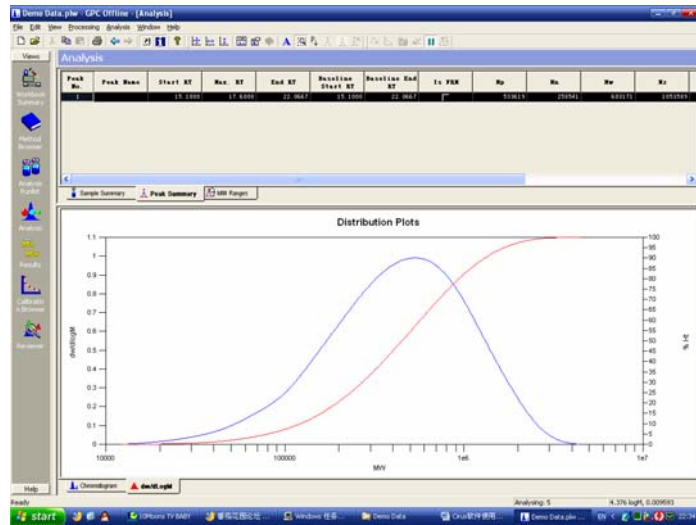
重复上述步骤，将其它点依次加入校正曲线，即完成校正曲线。可在Calibration Browser界面下浏览校正曲线。



此时可在Analysis界面下对未知样品进行分析。样品类型设定为Unknown，在准确识别样品峰之后，点击Calculate Results，计算结果在Peak Summary下显示。



此时下方显示色谱图及分布图。以下对待测样品依次分析。

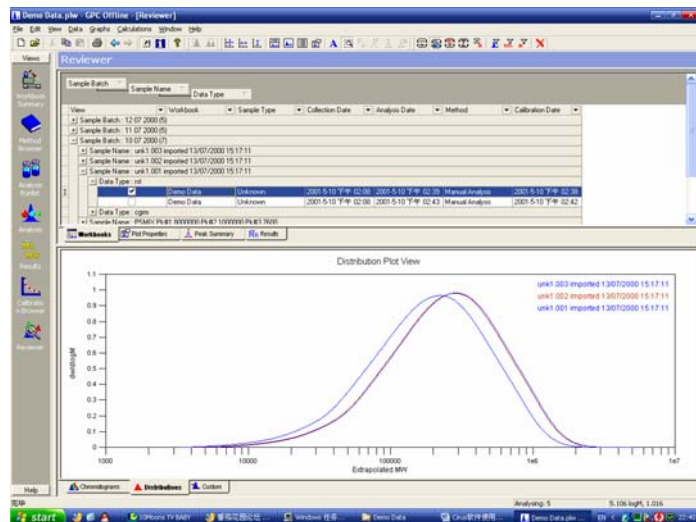


如需浏览分析结果，可在Results界面下察看。

The screenshot shows the 'Results' window of GPC software. It contains a table with the following columns: Max. RT, Start RT, End RT, Baseline Sta., Baseline En., M_p, M_n, M_w, M_v, M_n1, M_w1, and PD. The table lists various peak data points.

Max. RT	Start RT	End RT	Baseline Sta.	Baseline En.	M _p	M _n	M _w	M _v	M _n 1	M _w 1	PD
14.333	13.950	15.950	13.950	15.950	0	0	0	0	0	0	0.000
16.750	16.163	17.517	16.163	17.517	0	0	0	0	0	0	0.000
19.033	18.433	19.900	18.433	19.900	0	0	0	0	0	0	0.000
21.100	20.483	21.900	20.483	21.900	0	0	0	0	0	0	0.000
23.603	22.950	24.533	22.950	24.533	0	0	0	0	0	0	0.000
15.950	15.017	16.233	15.017	16.233	0	0	0	0	0	0	0.000
18.183	17.567	18.950	17.567	18.950	0	0	0	0	0	0	0.000
20.967	19.483	20.917	19.483	20.917	0	0	0	0	0	0	0.000
22.467	21.783	23.267	21.783	23.267	0	0	0	0	0	0	0.000
25.950	24.533	26.900	24.533	26.900	0	0	0	0	0	0	0.000
13.833	13.017	14.833	13.017	14.833	14.000	14.000	14.000	14.000	14.000	14.000	15.528
13.417	16.833	23.867	16.833	23.867	11620	91454	129621	29526	375404	120009	2.678
17.600	15.100	22.067	15.100	22.067	53819	29541	402171	105289	1908723	545937	2.330

也可在Reviewer界面下浏览分析结果。



此时即完成未知样品的数据处理。