

# 凝胶色谱仪的开放使用与管理

刘 朋,周秋璇

(苏州大学 分析测试中心,江苏 苏州 215123)

**摘要:** 凝胶色谱仪是高分子化学学科日常科研工作的必备仪器。随着高校高分子化学学科的迅猛发展,如何提高该仪器的开放使用和管理维护变得十分重要。总结了管理的经验及体会。

**关键词:** 凝胶色谱仪;开放使用;管理

**中图分类号:** O657.3

**文献标志码:** B

**文章编号:** 1006-3757(2015)03-0184-03

凝胶渗透色谱(又称尺寸排阻色谱)是当前分离测定聚合物分子量及其分布的最为成功的手段。凝胶渗透色谱按分子体积大小,可以对所有高分子化合物的混合物进行分离测定,是高分子化学必不可少的工具<sup>[1-4]</sup>。它传统的分离方法相比,具有准确度高、进样量少、速度快、分离效率高、易于实现仪器化和自动化的特点。近年来,随着学校高分子化学和材料化学学科的迅猛发展,如何提高凝胶色谱仪的使用效率,更好地服务广大的科研工作者,是摆在仪器管理者面前亟待解决的问题。

本仪器室目前拥有 8 套不同厂家的凝胶色谱仪,针对全校开放<sup>[5]</sup>。因此,面对的课题组多,测试的项目多,以往由主管仪器的老师负责测试的模式显然不能满足其复杂性、多样性的需要。为了充分发挥有限的仪器资源,更好地为学校的教学科研服务,2009 年我们实行了面向研究生和老师全面开放的制度,主管老师实行动态管理,如今已形成一个有效的运行模式<sup>[6]</sup>,即:用户经培训取得上机操作资格→用户登录→预约机时→在预约时间内上机→等待样品测试完毕→处理数据并上传测试结果。

## 1 取得上机操作资格

首先,通过校园网建立的开放式信息服务平台发布参加培训的通知以及仪器的操作规程和注意事项。由于有测试需求的课题组多,原则上每个课题组仅可以派一名研究生参加培训。而一年级的研究

生往往有课要上,可能与培训的时间冲突,通常我们要求二年级的研究生参加培训。他们需要领取一份安全使用仪器承诺书,上面有详细的责任清单,经导师签字后即可参加培训。培训的内容主要分为以下 3 个部分:测样前的准备工作、测样过程中的注意事项以及测试结束后的工作。学生经过严格的培训考核通过后方可取得上岗证,允许他们进行单独的仪器操作。

### 1.1 测样前的准备工作

首先,我们要求研究生每天进入仪器室的第一件事就是做好仪器室的清洁卫生工作,保证桌面整洁,仪器上不留一丝灰尘,在仪器室不准乱扔垃圾,每天及时更换废液瓶,并定期将产生的废液送至学校的废液收集站。

### 1.2 对样品及试剂的严格要求

由于仪器室是针对全校各科研小组的测试,平时的测试量大而且测试的样品种类繁多(98%的样品为学生自己合成)。因此我们要求每个课题组对自己的样品负责。为了增加检测器的分辨率,减少浓度过高对分析结果的不良影响,样品的浓度不宜过高。样品需要在所测的流动相中具有良好的溶解性,为了保证样品的充分溶解,我们建议学生将样品配置过夜。样品需多次提纯,确保不混有损害色谱仪的物质。如果高分子化合物中含有-OH、-COOH、-NH<sub>2</sub>、-SH、磺等基团或者样品中含有金属离子等杂质会吸附在柱填料的聚苯乙烯上,使凝胶结块,造

收稿日期:2015-06-29; 修订日期:2015-07-27

基金项目:国家自然科学基金重点项目(20972107),苏州大学引进人才科研启动经费(Q420400113)资助

作者简介:刘朋(1985-),男,博士,实验师,从事凝胶色谱仪和高分辨质谱仪的管理与分析测试方面的研究,E-mail:pliu@suda.edu.cn.

成不可逆的破坏. 样品最好用色谱纯的流动相溶解,经 G4 砂芯漏斗过滤后应澄清透明,无明显可见的固体杂质. 样品溶液不是无色透明的,需说明引起颜色的原因和具体物质,否则不准上样. 送样单各项需填写清楚并注明样品结构.

### 1.3 测样过程中的注意事项

我们详细地演示仪器的操作规程,要求学生仔细记录. 要求每位上机操作的研究生必须详细记录自己上机前仪器的流速及压力变化,以便仪器出现故障时排查问题. 上样的时候确保输入电脑中的样品名称以及样品顺序必须与自动进样器托盘上顺序、名称一一对应,并详细地记录在实验记录本上,以便核对. 并要求测试学生留意测样过程中的压力变化,一旦出现异常即时报告老师. 同时需留意流动相的剩余情况,流动相不足时应及时补充.

### 1.4 测试结束后的工作

测试结束后,要求学生关闭仪器设备,做好仪器设备的简单维护以及其周边的清洁工作,整理好实验台面,处理测试过程产生的废弃物,清洗好测试过程所用的器皿,最后填写相应的仪器设备使用记录,经主管老师检查同意后方可离开. 对不遵守仪器室规章制度的研究生取消其再次预约的资格.

## 2 用户预约机时

取得上岗证的研究生可以获得一个预约账号和密码用以登录预约系统,同时仪器室的值日安排以及下一轮的培训安排都会在该系统上发布. 为了保证学校教育科研的有序进行,我们实行提前一周预约机时的制度. 学生需要提前统计自己课题组的样品个数,实事求是,不可多报. 我们根据预约的样品数量配制好合适的流动相. 为了防止学生中途插样而导致流动相不足,在测试样品前应该多备些流动相. 学生必须在预约的时间内上机测试,不得占用他人的机时.

## 3 处理数据并上传结果

测试结束后,原则上由送样人自己处理数据. 因为他们对自己课题组的样品结构比较熟悉,可以更好的选择合适的标准曲线. 对于没有参加培训的课题组的数据由仪器管理者处理. 数据处理好后,由仪器管理者将结果统一上传到学校指定网址的

ftp 上供学生自己下载数据.

## 4 提高自身的综合素质

作为仪器管理人员,必须对仪器的构造、操作规程和维护保养等方面有比较深入的了解,并对相关的学科知识有系统的储备,同时要能够独立操作、管理仪器以及正确的指导和培训学生. 由于凝胶色谱仪的很多配件属于易耗品,仪器出现异常的概率相对偏高,我们抓住每次工程师上门维修的机会,认真学习,并经常与工程师通过电话或邮件交流,现在对于仪器出现的异常情况,已基本能够独立或者在工程师的指导下找到故障原因并及时排除. 同时,我们密切关注凝胶色谱分析方法的最新动态,关注国内外的相关文献,主动同学生多交流,了解他们的需求,并和他们分享我们的体会.

## 5 结语

近几年来,通过对凝胶色谱仪的开放管理,每年测试的样品数量由开放前的 3 000 ~ 4 000 个增加到 6 000 ~ 7 000 个,效率增长了近一倍. 而且,开放管理不但提高了仪器的使用效率,很好地完成了学校的教学科研任务,而且还锻炼了学生的上机动手能力,使他们对凝胶色谱仪有了更深入的了解.

### 参考文献:

- [1] 王臻,朱观良,吴诗剑,等. 不同型号凝胶色谱特点及其与其它预处理设备比较[J]. 化学分析计量,2012,21(3):83-85.
- [2] 刘宇艳,刘宇婷,刘立洵,等. 高分子物理实验教学用凝胶色谱装置的建立[J]. 实验室研究与探索,2011,30(1):33-36.
- [3] 黄悻,卜乐炜. 多检测 GPC/SEC 技术在高分子表征中的应用[J]. 功能高分子学报,1999,12(3):325-332.
- [4] 刘咏梅,王志华,储晓刚. 凝胶渗透色谱技术在农药残留分析中的应用[J]. 分析测试学报,2005,24(2):123-127.
- [5] 周秋璇,陈健英,唐娟. 浅谈凝胶色谱仪器室仪器设备管理的实践和探索[J]. 分析仪器,2012,5:73-74.
- [6] 扶晖,张秀. 基于自动进样器的核磁共振谱仪的开放管理[J]. 实验技术与管理,2013,30(11):244-247.

# Opening Use and Management of Gel Permeation Chromatograph

LIU Peng, ZHOU Qiu-xuan

(Testing and Analysis Centre of Soochow University, Suzhou 215123, China)

**Abstract:** The gel permeation chromatograph (GPC) is a essential tool for the scientific research in polymer chemistry. With the rapid development of polymer chemistry, how to improve the efficiency of the use of the instrument is a thorny problem. Therefore, the research of the opening use and management becomes very important. In this paper, the experience of opening using the GPC is summarized.

**Key words:** GPC; open using; management

**Classifying number:** O657.3

征稿

## 大型仪器功能开发成果展示专栏征稿

《分析测试技术与仪器》于1992年创刊,当时,它填补了中国科学院技术性期刊的空白。《分析测试技术与仪器》担负着技术传播、交流、研讨及学科发展的导向作用,始终以繁荣分析测试科学为己任,得到了全国科研、高校、厂矿、企事业单位广大科技工作者的厚爱和支持。

从本刊已发表的论文来看,有关分析测试新技术、新方法的比重较大,仪器方面显得不足。国家在新仪器研制、引进和仪器功能开发上投入很大,我部计划在刊物上做些报道。为此,本刊开辟相应栏目,如“大型仪器功能开发”、“大型仪器的维护与维修”等,不定期介绍常用或重要的分析仪器及其功能的开发,跟踪国际上先进的分析仪器和测试方法。此举既有普及又有提高,使读者常读常新,興味盎然,反响良好。

我刊为针对性地宣传国内仪器功能开发的成果,并将这些成果在同类仪器中推广,提升仪器的功能,建立一个技术人员交流的渠道,更好地为科研服务,特设立大型仪器功能开发成果展示专栏。欢迎广大作者踊跃投稿。论文要求详见附件《分析测试技术与仪器》征稿简章。请通过网站投稿,我们将快速处理并优先发表。

《分析测试技术与仪器》编辑部

通讯地址:兰州市天水中路18号 中科院兰州化学物理研究所

邮政编码:730000

电话:0931-4968280

传真:0931-8277088

http://www.fxcsjssyyq.net

E-mail: fxcs@licp.cas.cn

联系人: 张晓鸿