

氨基酸分析仪管理使用之经验点滴

曹 让 张林生 兰晓继

(西北农林科技大学 生命科学学院 陕西 712100)

摘 要 本文介绍大型分析仪器管理人员在 27 年的氨基酸分析仪管理和使用实践中的一些体会:加强仪器管理人员的责任心;作好仪器的日常维护保养工作;定期对仪器进行检验校准和计量检定;做好文件的制定和技术资料管理;不断学习新技术、新方法,充分发挥科学仪器在科研、教学及科技开发工作中的作用。

关键词 氨基酸自动分析仪 管理 使用 维修

氨基酸自动分析仪是专门用来分析氨基酸的高效液相色谱仪,其优点是高压、快速、灵敏度高,试剂和样品用量少、重现性好、分析结果稳定。广泛用于食品、医学、农业以及微生物等领域。

我校于 1980 年购置一台美国 Beckm an 公司的 121 型氨基酸自动分析仪,27 年来一直运转正常,至今是陕西省唯一运转良好的氨基酸自动分析仪,承担着全省乃至西北地区科研生产等方面的氨基酸分析检测任务。仪器利用率很高,每年的分析样次在 3000 样次以上。连续开机时间长,1992 年起,每年 3~6 月,从小麦的返青到成熟期,测定小麦叶片游离氨基酸的变化,昼夜连续开机运行时间达 3 个多月;仪器主机维护良好,多次顺利通过计量检定部门的计量检定。下面就仪器使用与管理方面的一些体会总结如下,与同行共勉。

1 不断提高管理水平

1.1 加强仪器管理人员的责任心

仪器操作人员的责任心是决定大型仪器使用寿命的关键。氨基酸分析仪是集机械、电子、化学和生物为一体的综合分析仪器^[1]。这就要求仪器管理人员必须要有扎实的理论基础和很强的责任心。该仪器价值较贵(一般需十多万美元),一旦出现问题就会造成较大的损失,且耽误科研和教学任务的完成。所以,仪器管理人员必须树立高度的责任感和事业心,精心管理和认真使用仪器,要有锲而不舍的态度和默默奉献的精神。

从氨基酸分析仪购置以来,一直有三名固定的管理人员。大家知道,色谱仪器在分析前要有较长的开机稳定时间,氨基酸分析仪一般开机前 4h 要先打开反应水浴锅和循环水浴锅,开机以后 2~3h 才

能稳定,1 次进样分析需要 1h^[1]。通常均采用连续分析,所以开机以后基本上是昼夜运转,这就要求仪器管理人员的工作应以仪器为核心,必须时刻有人值班,防止意外情况的发生而造成仪器的损坏,如反应螺线管流路的堵塞,造成无法挽回的损失。另外连续开机运行,既可以减少同一批样品的误差,又减少分析时间和试剂消耗。要完成这些烦琐而细致的日常工作,管理人员必须要有强烈的责任心和无私奉献的精神,这种工作方法 20 多年来已成仪器管理人员的工作习惯。

1.2 加强仪器管理人员的技术培养和业务水平提高

一个高水平的实验室,不仅有高档次的仪器,更应有高的管理水平^[2]。为使氨基酸分析的管理人员全面掌握仪器分析测试技术、仪器发展动态和最新信息,经常参加有关培训班和学术会议,请有关专家来讲课,及时了解分析方法和仪器使用的最新进展,这对提高业务水平起到十分重要的作用。

随着科学技术的飞速发展,先进的科学仪器设备在教学科研工作中的重要地位也日趋显现。对于专门从事仪器分析的专业技术人员,就要不断地学习新知识、新技术、新方法,不断更新知识,提高自身的业务水平,才能在教学、科研工作中做出贡献。学校一直对这项工作比较重视,对仪器管理人员培训和提高常抓不懈,在要求职工搞好本职工作的同时,鼓励管理人员在职攻读硕士、博士学位。现在三名仪器管理人员中,1 名硕士,2 名博士。高水平的仪器管理也体现在教学和科研方面,不仅承担仪器的日常对校内外的分析任务,还承担生物工程专业本科生和生物工程基地班学生的课。从上世纪 90 年代末到现在,还主持两项国家自然科学基金项目。20 多年来我们在国内外刊物上发表论文 80 余篇。使氨基酸分析室

曹让,男,实验师,博士研究生,主要从事色谱分析和电泳技术工作

也显示出在科研教学中的重要位置。

2 保证仪器经常处于良好的运行状态

2.1 建立整洁良好的实验环境

良好的实验环境是保证氨基酸分析仪使用寿命的前提条件,如果环境不佳,就会影响仪器的正常运行。针对 Beckman121MB 型氨基酸分析仪的体积较大,控制电路和流路系统复杂,对放置的实验室环境条件要求较高(运行温度在 15~25℃,相对湿度 < 60%)的特点^[1],为此我们对实验室进行装修,安装空调机、去湿机等基本条件,以保证室内温度、湿度、空气净度等条件的要求。我们还建立日常的卫生清洁制度,坚持经常性的清理仪器,保持良好的室内环境卫生,保证仪器一直处于良好的运行环境中。

2.2 严格遵守仪器操作规程

在氨基酸分析仪管理工作中,管好是关键,用好是根本。必须严格按照仪器操作规程进行,决不简化操作步骤。诸如应经常性的检查高纯氮气、清理管路用纯水、各种试剂的多少,不够用的要及时备好;及时给各类马达注好润滑油;在开机的前一天将反应水浴锅打开,使反应水浴锅在开机之前缓冲达到沸腾状态,尽量不用快速加热法使反应水浴锅沸腾,以防止反应水浴锅水被烧干和反应螺线管老化;对缓冲液一般一次配够一年的用量,并且将其调试到最佳分离状态,这样就不必每次开机后先花上约两个小时调试缓冲液,再分析样品,既节省分析时间,又减少不必要的仪器消耗。

在操作 Beckman121MB 型氨基酸分析仪时,仪器管理人员要集中精力,提前作好仪器开机时的准备工作,以保证开机后仪器能尽快进入稳定的运转状态,所检测的每个样次数据都在允许的误差范围之内,提高开机效率,减少不要的开机次数。

3 作好仪器的日常维护保养工作

3.1 加强仪器管理人员的维修保养能力

Beckman121MB 型氨基酸分析仪必须建立日常维护规程。定期维护保养是仪器正常运转的关键,管理人员必须对仪器如期进行维护,避免出现故障再行维修的情况。仪器流路系统的故障主要是操作人员修理,诸如管路堵塞、泵头堵塞、管路漏液、进样器进样不全、氮气供应系统漏气等故障。另外也保证有一定的维修经费,防止较大故障的发生。

电子控制线路部分的故障则主要由我们实验中心专业维修人员修理。专业维修人员修理的主要故

障包括:(1)检测系统故障,在 440nm 下,记录仪无法调零。检查发现 440nm 前置放大器的反馈电阻 R501(20MΩ±1%)阻值改变,使得放大倍数改变所致。用相同电阻替代后,仪器恢复正常,经测定,仪器技术指标符合要求;(2)比色计无输出信号,经查是供电电路故障。该电源由一个专用厚膜集成电路及外围电路组成,分别为光源和信号放大处理单元提供 ±6V 和 ±15V 直流电压。由于厚膜集成块是一个专用器件,国内无法买到。依据电源的指标特性重新设计制作开关型稳压电源替代,其性能稳定,几年来再没有出现相同故障;(3)控制系统故障,进样系统故障中进样阀在执行进样命令时数据均出现误动作无法完成进样。经检查得知,执行进样程序的核心部件是一个 6 层 11 接点的步进开关 K43,该开关有三组动触头,按顺时针方向旋转依次接入,实现进样(Inject)和旁路(Bypass)转换。经过对控制系统相关电路及元件的检查,证实该故障是由于 K43 触点氧化,引起接触不良,导致进样阀误动作。用砂条打磨 K43 触头,并用无水乙醇清洗后,进样动作恢复正常;(4)数据记录和处理系统故障,记录笔 I 没有反应,经测量比色计输出信号正常,笔 I 信号输入也正常。确认是笔 I 放大器损坏,更换笔 I 放大器后,正常。还有记录笔 I 和笔 II 均不能记录,经检测比色计输出和记录笔放大器均正常,控制记录仪的继电器 K12(A、B)动作也正常,触点接触良好,检查发现仪器上接线排 A 接点与记录仪接线排上 L1 接点之间的导线开路,在两接点之间重新连一根导线,故障排除。

通过参与专业人员的修理过程,操作人员基本可以了解氨基酸分析仪的电路知识,知道仪器电子线路易发生故障的部位,在使用中尽量小心操作,以减少故障的发生率。总之我们在多年的使用过程中逐步摸索出一套维修经验,给分析工作带来很大的方便。这点足以说明日常性的保养和认真地维护维修是延长仪器寿命的关键。

3.2 定期对仪器进行检验校准和计量检定

通常每月对氨基酸分析仪依据仪器性能检验方法对仪器分析的精确度、灵敏度、分辨率等技术指标进行自检校正,保证使用仪器的完好性与准确性。另外,定期请计量检定部门对仪器进行计量检定,保证分析数据的准确可靠。

3.3 作好技术文件的制定和技术资料管理

技术文件包括仪器操作规程和仪器性能检验方法,

(上转第 54 页)

并将标准铂电阻温度计的探头放入气相色谱仪的柱温箱里,在PRT功能下,待温度显示稳定后,按CTP和SET键其指示灯亮,表明仪器已进入柱箱控温稳定性检定专用功能,显示器显示测量温度。当SET指示灯灭,表明已测量10min(600个数据)机器内部已停止测量,显示器显示控温稳定性数值,提示符为E。按℃/Ω键,仪器按序显示最小值、最大值和控温稳定性。

1.3 程序升温重复性检定(CTR)

仪器接线方法同1.2,先按PRT键,再按CTR键,待初始温度稳定后按SET键,SET指示灯亮,显示器显示测量温度。SET指示灯灭,显示器显示程序升温重复性测量值,提示符E。

1.4 衰减器换档误差检定(ATTEN)

仪器接线方法同1.2,在V功能下,按ATTEN键,仪器进入衰减功能。量程自动转换,显示器显示输入电压。将色谱仪输出调至最大,衰减置1位置,第一次按SET键,SET指示灯亮,显示器在左端显示“1”,SET指示灯灭,显示器显示输入电压。衰减开关置2(1/2)位置,第二次按SET键,SET指示灯亮,显示器在左端显示“2”SET指示灯灭,显示输入电压。衰减开关置n(1/n)位置,再次按SET键,SET指示灯亮,左端显示“n”。SET指示灯灭,显示器显示输入电压。按℃/Ω键,显示1:X1;2:X2;Xn-1;Xn各2s,最后显示Emax,提示符为E即为衰减器换档误差。

2 色谱仪检定专用测量仪的维护

色谱仪检定专用测量仪的CAL键为自校准功能键,该功能主要提供仪器在不开机箱盖的条件下

校准仪器,具有保持仪器内部热平衡,使仪器校准状态与使用状态相同的优点,并且校准工作只需在前面板操作按键,校准简便。为保证仪器正常使用应注意以下方面:温度测量时为保证测量数值的准确,用户应将铂电阻温度计检定证书上所提供的参数(锌点和锡点值)和校正附件检定证书上提供的参数输入进去。在使用过程中,每次测量前的校零必须在CAL开关关闭情况下进行,以免长期更改校准点。仪器应每隔三个月用100Ω,200Ω,300Ω标准电阻校准一次,没有上述条件的可用仪器所带的200Ω附件校准,校准前应在恒温条件下开机2h。

3 结语

TJ89A型色谱仪检定专用测量仪是依据JJG700-1999《气相色谱仪》检定规程要求设计的检定专用仪器,具有测量、计算、数据处理、数显、自动校准等多项功能,可检定柱箱控温稳定性、程序升温重复性、噪声、漂移、衰减器误差等,简化检定人员工作量,特别适合计量部门以及气相色谱仪用户自校。

参考文献

- 1 国家标准物质研究中心 中华人民共和国国家计量检定规程 JJG700-1999《气相色谱仪》,北京:中国计量出版社,1999
- 2 天津市计量技术研究所 TJ89A型色谱仪检定专用测量仪《使用说明书》,2005
- 3 唐凌 岛津GC-14B终端板分析与故障排除,现代仪器,2006,(4):65~66
- 4 王莉 DX-100离子色谱仪的维修及系统压力升高缘由和故障排除,现代仪器,2006,(5):55~56

(下接第58页)

性能检验方法中应明确规定所检仪器的性能、检测方法和合格指标。由于该仪器购置的较早,在同内仪器中设有检测规程,为此我们查阅相关资料制定氨基酸分析仪的检定校验规程。

在技术资料管理上,我们除正式存档的仪器档案外,还为氨基酸分析仪建立随机档案,包括使用说明书、维修记录、使用记录、历年计量检定证书复印件等以供随时查阅。

不断开发仪器的功能。随着教学和科研工作的发展,对实验方法和科研手段提出越来越高的要求。对于大型仪器充分挖掘其潜力,扩大其功能和使用范围,使其在教学、科研中发挥更大的作用。

我们在立足氨基酸分析工作的基础上,根据教学科研和生产实际的要求,开发用Beckman121MB

型氨基酸分析仪测定γ-氨基丁酸、羟脯氨酸、牛黄酸等的测定方法。结合本仪器室的科研工作开发多胺、脲和还原型谷胱甘肽的测定方法。为用户解决科研和生产中的问题,同时也扩大我们的服务范围。

以上是在管理和使用Beckman121MB型氨基酸分析仪方面的一些体会,只有精心管理,最大限度的为教学、科研、生产和社会服务,才能让有限的资源发挥最大的效益。

参考文献

- 1 Beckman instrument company Instruction manual for model 121MB amino acid analyzer
- 2 宋治军,纪重光等 现代分析仪器与测试方法,陕西:西北大学出版社,1994