

大型仪器共享系统中冻干机的开放使用与维护

梁艳英, 魏冬梅, 张莉 (西北农林科技大学葡萄酒学院, 陕西省葡萄与葡萄酒工程技术研究中心, 陕西杨凌 712100)

摘要 该文以西北农林科技大学葡萄酒学院的 VIRTIS 公司的 GENESIS XL25 冻干机的开放使用为例, 介绍了冻干机的一般原理、结构和一般工艺流程, 重点论述了大型仪器共享系统中冻干机开放使用的特点和对管理者的要求, 提出了冻干机日常维护的注意事项。抛砖引玉来讨论大型仪器共享系统中仪器设备的管理和维护问题, 以期更好地为教学科研服务。

关键词 大型仪器共享; 冻干机; 管理; 要求

中图分类号 S233.74 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2013)07-03287-02

Open-using and Maintenance of Lyophilizer in the Large-scale Instrument Sharing System

LIANG Yan-ying et al (College of Enology, Northweat A & F Univarsity Shaanxi Engineering Research Center for Viti-iniculture, Yangling, Shaanxi 712100)

Abstract With the open-using and maintenance of Lyophilizer(GENESIS XL25, VIRTIS company) in the large-scale instrument sharing system in College of Enology, Northwest Sci-Tech University of Agriculture and Forestry as an example, the general principle, structure and general process flow were introduced, and focused on the features of open-using of lyophilizer in the large-scale instrument sharing system and the requirements of managers. The matters needing attention in lyophilizer routine maintenance were put forward. The management and maintenance of the equipment in the large-scale instrument sharing system was explained, in order to better service for the teaching and scientific research.

Key words Large-scale instrument sharing system; Lyophilize; Management; Requirement

近几年来,通过“211工程”和“985工程”的实施,高校实验室装备不断更新,仪器设备数量迅速增加^[1]。大型仪器设备数量和种类的激增,使高校实验室的装备水平得到大幅度的提升,同时也在建设、使用和管理上表现出了一些不容乐观的现象和问题,如仪器设备结构不合理,重复购置,共享意识薄弱,资源利用率低等^[2]。为了解决以上问题,各高校纷纷提出了大型仪器共享平台的建设^[3]。

建立大型仪器设备共享平台,有利于打破传统的封闭格局,实现开放共享;有利于合理分配资源,提高使用效益^[4];有利于集中有限的人、财、物购买急需的大型仪器设备,更好地为学科建设、科技创新和高层次人才培养服务。

大型仪器设备共享平台建设的基础是大型仪器能正常的工作,能满足不同实验人员的使用要求。这就要求大型仪器设备专人专管,管理人员要进行仪器设备新功能的开发^[5]、熟练掌握仪器的使用和维护。

冷冻真空干燥是一门综合性很强的技术,属于边缘科学,它涉及到物理、化学、生物等知识,包括制冷、真空、电工、电子、仪表、控制、机械等技术^[6]。因此,对于操作者的要求比较高,它要求操作者不仅要熟知冻干机的各个部件的结构、用途、工作原理,而且还要熟悉所要冻干对象的工艺要求。这些综合能力不是一朝一夕就能够具备的,需要长期潜心专研,勤于思考和努力实践。该文以西北农林科技大学葡萄酒学院的 VIRTIS 公司的 GENESIS XL25 冻干机的开放使用为例,重点论述了在大型仪器共享系统中冻干机的开放使用与维护。

1 冻干机的一般原理与结构

冷冻干燥就是把含有大量水分的物质,预先进行降温冻结成固体。然后在真空的条件下使水蒸气直接从固体中升华出来^[7],而物质本身剩留在冻结时的冰架子中,因此它干燥后体积不变、质地疏松多孔。冷冻干燥时,冰在升华时要吸收热量,引起产品本身温度的下降而减慢升华速度,为了增加升华速度,缩短干燥时间,必须对产品进行适当加热。整个干燥过程是在较低的温度下进行的。

冻干机按系统分,由真空系统、制冷系统、加热系统和控制系统 4 个主要部分组成。按结构分由冻干箱或干燥箱、冷凝器、冷冻机、真空泵和阀门、电气控制元件等组成。

真空系统主要由冻干箱、冷凝器、管道和阀门、真空仪表和真空泵构成。冻干箱是一个能够冷却到 -50℃ 左右,同时能够加热到 +60℃ 左右的高低温箱,也是一个能抽成真空的密闭容器。它是冻干机的主要部分,需要冻干的产品就放在箱内分层的金属板上,对产品进行冷冻干燥。冷凝器同样是一个真空密闭容器,在它的内部有一个较大表面积的金属吸附面,吸附面的温度能降到 -40℃ 以下,并且能恒定地维持这个低温。冷凝器的功用是把冻干箱内产品升华出来的水蒸气冻结吸附在其金属表面上。真空系统要求没有漏气现象^[8],真空泵是真空系统建立真空的重要部件。

制冷系统由冷冻机与冻干箱内部的管道组成。冷冻机的功用是对冻干箱和冷凝器进行制冷,以产生和维持它们工作时所需要的低温,它有直接制冷和间接制冷 2 种方式。

加热系统对于不同的冻干机有不同的加热方式。有的是利用直接电加热法;有的则利用中间介质来进行加热,有一台泵使中间介质不断循环。加热系统的作用是对冻干箱内的产品技能型加热,以使产品内的水分不断升华,并达到规定的残余水分要求。

控制系统由各种控制开关、指示仪表及一些自动装置等

基金项目 西北农林科技大学大型仪器设备新功能开发项目 (dysb110301)。

作者简介 梁艳英(1980-),女,山西阳泉人,硕士,实验师,主要从事葡萄与葡萄酒的相关教学科研, E-mail: liangyanying1234@nwsuaf.edu.cn。

收稿日期 2013-03-14

组成,它可以较为简单,也可以较为复杂,作用是操纵机器正常运转,以冻出合格的产品来。

2 冻干机冻干的一般工艺流程

(1)分装。把需要冻干的样品分装在合适的容器内,一般是玻璃或安瓶,再放入与冻干箱尺寸相适应的金属盘内。分装装置要求均匀、蒸发表面大、样品厚度薄。

(2)预冻。把放有样品的金属盘放入冻干箱内进行预冻。冻干箱可空箱降温,也可不空箱降温。根据冷凝器冷风机的降温速度提前使冷凝器工作,达到 $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右的温度。

(3)抽真空。当冷凝器应达到 $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右的温度时,开始抽真空。

(4)加热。待真空度达到一定数值后(通常达到 10 Pa 以上的真空度),即可对箱内样品进行加热,一般分两步进行:第1步,加温不使产品的温度超过共熔点的温度^[9];第2步,待产品内水份基本干完后进行,这时可迅速使产品上升到规定的最高温度。在最高温度保持数小时后,即可结束冻干。整个升华时间约为 $12\sim 24\text{ h}$ 或更长时间,这与产品在每瓶内的装量,总装量、玻璃容器的形状、规格、产品的种类、冻干曲线及机器的性能等有关。

(5)冻干结束。冻干结束可向干燥箱内充入干燥无菌的空气或氮气以防止样品污染;冻干样品尽快地进行加塞封口,以防重新吸入空气中的水分。

3 大型仪器共享系统中冻干机开放使用的特点

(1)使用者层次化。大型仪器共享系统面向全校,为全校的教学科研服务,这就使得冻干机的使用者,有本科生、研究生、实验技术人员以及科研工作者。这些使用者学历层次不同(从本科生到博士生);身份不同(从学生到教工);对冻干机的熟悉的程度不同,从只了解一般功能到熟悉操作。

(2)样品多样化。如果冻干机没有开放使用,只在一个实验室内使用,它所需要冻干的样品可能只有1种或2种,基本上是一个类的,如微生物类。但对外开放使用的冻干机,需要冻干的样品的种类就会扩大,可能会各式各样,如菌种类、蔬菜类和中药类等^[10]。

(3)冻干程序的复杂化。由于不同的使用者带来各式各样的样品,要求达到不一样的结果,必然使得冻干程序复杂化。待冻干的样品有不同的形状,如粉末状、片状和颗粒状等;待冻干样品的量不同,可以从几毫克至几千克;冻干的结果要求不同,如产品含水量的不同等。

4 对大型仪器共享系统中开放使用的冻干机的管理者的要求

(1)及时合理地安排和处理使用申请。无论是学生还是教工,无论是校内还是校外,都要按照《西北农林科技大学大型仪器设备有偿使用管理暂行办法》规定的,通过网络或者电话等形式预约,填写《西北农林科技大学大型仪器设备预约使用申请表》。仪器管理者要及时处理使用者的申请,尽量按需合理的安排使用时间,提高使冻干机的有效使用率,又要确保机器的不能超负荷运转。

(2)管理者要和使用者积极沟通,确定冻干工艺。首先,

管理者要向使用者介绍冻干机的基本性能,如温度范围,真空度范围等。其次,管理者要结合使用者待冻干样品的条件和冻干要求,和使用者共同确定冻干程序的合理性和可行性。如待冻干样品可否由大颗粒状处理成小颗粒状,样品的厚度等,这些都可以影响冻干过程中加热的温度和时间等,从而优化冻干程序,达到良好的冻干效果。最后,管理者要注意,在冻干机机器性能允许的情况下,要允许使用者为了到达不同的科研目的进行的各种尝试性试验。

(3)试验后期工作。在试验结束后管理者要做好各项记录,要督促使用者完成后续工作,如费用的清算等。

(4)管理者要熟练掌握冻干机的原理、结构和操作以及日常维护。积极开发冻干机的新功能,如不同样品的冻干,冻干工艺的优化等。

5 冻干机的维护要求

(1)舱门可以用肥皂水,清水擦拭。杜绝接触酸、碱溶液,酒精等有机溶剂;用紫外光照射给实验室灭菌时,以布罩将舱门罩住,避免紫外照射。在不使用时,不要将舱门关太紧;

(2)垫圈、冻干板层可用不脱落纤维的布蘸酒精擦拭清洁;

(3)密封圈每个月涂一次真空脂;

(4)冻干机的环境温度要求在冷冻阶段,机身底部温度不可高于 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$,因此,工作时需用空调控制室内温度;

(5)冷阱下的散热器定期清除除尘;

(6)温度下降慢,或不稳定时,考虑硅油是否该更换或添加;

(7)为将真空泵中的水汽除掉,应在机器使用完毕后,将舱门闭紧,开启真空泵 30 min 后,打开发出水阀,工作 10 min 后,关出水阀,关闭真空泵;

(8)机器每用 $1\ 000\sim 1\ 500\text{ h}$ 即更换一次泵油,每次一升,泵油液面装至视窗一半位置即可;

(9)一个月冻干机需运行一次,半年需更换一次泵油以保持冻干机的良好工作状态;

(10)不要将含挥发性酸,碱溶液及有机溶剂的样品放入冻干机中进行冷冻干燥以减少对机械装备损害。

6 结语

大型仪器共享系统中的冻干机的开放使用和维护要求管理人员,既要有专业的素质,又要有服务的意识;既要掌握冻干机一般的日常维护,又要协调对外开放的共享使用。大型仪器设备使用和管理得好,可以大幅度提高使用效率,发挥其应有的效益,反之会加大设备的折损。该文仅以冻干机为例,抛砖引玉来探讨大型仪器共享系统中仪器设备的管理和维护问题,以期更好的为教学科研服务。

参考文献

- [1] 项肖慧,阮慧,李五一. 高校大型仪器共享管理系统建设的探讨与实践[J]. 实验技术与管理,2011(1):196-199.
- [2] 阮慧,李五一. 大型仪器共享管理的实践与探索[J]. 实验技术与管理,2010(9):6-8,27.
- [3] 闻星火,郭英姿,魏婧,等. 高校大型仪器共享系统建设实践与探索[J]. 实验技术与管理,2010(9):1-5.

3.2 两者相同之处

(1)目的相同。都是为了加强水质监测质量管理,确保监测数据的代表性、可靠性、可比性、系统性和科学性。

(2)涉及工作领域相同。制度(体系)建设包含部分相同内容,对样品采集、水质和水生物检测、数据评价、检测报告的要求相同等。

(3)涉及对象相同。两项工作的执行者和覆盖面都包括了实验室管理人员、采样人员、检测人员、评价人员等。

(4)其他细节相同。对现场质控、实验室质量控制、实验室能力验证、人员培训与考核等细节方面的要求相同。

4 “七项制度”和计量认证工作有机结合的实践

针对“七项制度”和计量认证工作的相同之处,以2012年河南省水环境监测中心“七项制度”与计量认证工作安排为例,浅谈“七项制度”与计量认证在实际工作中的一些有机结合。

4.1 现场监督检查工作和化验室交叉内审、实验室比对工作相结合 “七项制度”中要求的现场监督检查工作可以与计量认证中要求的化验室交叉内审工作、以及化验室比对工作结合,同时进行。

具体操作过程:由省中心和各分中心形成专家组,必要时可以邀请外部专家参加,对省中心和各分中心,同时进行计量认证全要素审查、“七项制度”的现场监督检查工作,并由专家组携带考核样品对化验室持证上岗人员进行现场抽样考核,被考核的各中心在内审结束之前反馈考核样测定结果。测定结果同时可以作为全省化验室比对数据使用。

4.2 质量管理制度的建设和质量管理体系建设相结合 因为“七项制度”和计量认证工作面临管理的对象相同,涉及工作领域相同,所以实验室安全管理、实验室质量控制、实验室人员培训考核等3个制度体系文件的编制可以兼顾七项制度和计量认证的双重需要,一方面作为省内七项制度实施细则的一部分,同时也可以作为计量认证管理体系文件的一部分^[5-6]。

4.3 质量管理工作报告(计划)和质量控制年度报告(计划)相结合 “七项制度”工作要求每年年底编制质量管理工作报告和下一年度的计划,其中包含了人员培训和现场质量控制、实验室质量控制等内容。计量认证工作要求每月对监测数据进行现场质量控制和实验室质量控制统计,年底编制年度质控报告和下一年的质控计划。因此,这两项工作在时间节点和内容上都可以互相结合。

河南省水环境监测中心在2011年12月份编制《2011年度质量管理工作报告》和《2012年度质量管理工作计划》,其

内容涉及到人员培训计划、实验室质量控制计划(样品采集质量控制、实验室内部质量控制与质量保证、人员考核、实验室基础试验、实验室比对试验)、实验室能力验证、水质监测仪器质量保证等。其中的实验室质量控制计划细化到以月为单元进行编写和评价,便于在年终汇总每月的“现场采样质控表”和“实验室质控表”,同时生成计量认证工作的年终质控报告,和“七项制度”质量管理工作报告。

4.4 资料整汇编工作和单要素内审相结合 资料整汇编在“七项制度”中所占分值为3分,虽然分值不高,但是对全年水质监测数据的梳理审核、对水质检测技术的提高都有重要意义。此项工作在计量认证工作中没有对应的要求。河南省把“七项制度中”的该项工作同时以对监测资料进行单要素内审的形式在计量认证工作中体现出来,同时满足了“七项制度”和计量认证的双重需要。

资料整汇编中发现的共性问题,为下一步开展省内人员培训和技术交流会议提供了议题。例如,河南省今年在资料整汇编中发现的问题有:①对pH值进行算术平均得到测定结果是否合理?②挥发酚、氰化物、总铁(二氯杂菲分光光度法)的试剂空白和曲线校准空白为什么不能省略其中一个?③水库库心取样和坝上取样的水质类别差别有多大?等等。对类似此类问题的探讨和总结,切实推动了我省水质监测技能的提高。

5 两项工作有机结合的意义

随着中央一号文的颁布实施,水质监测工作迎来了水利的春天,同时水质监测任务也翻倍增加,技术骨干人员数量与监测业务量之间矛盾凸显,人员编制问题已成为各水环境监测中心顺利通过计量认证和开展“七项制度”工作的主要瓶颈。

在目前人员编制不能一步到位的情况下,要想保障水质监测质量管理工作顺利实施,保证化验室满足计量认证工作的要求,就需要合理调配,科学管理,寻求多项工作的同类项合并。

参考文献

- [1] 李青山,刘永峰,李怡庭,等.水利质检机构计量认证准备指南[M].北京:中国水利水电出版社,2005.
- [2] 《实验室资质认定评审准则》,国认实函[2006]141号[Z].2006.
- [3] 《关于加强水质监测质量管理工作的通知》,水利部水文[2010]169号[Z].2010.
- [4] 《关于加强水质监测质量管理工作的实施方案》,水利部水文局水文质[2010]143号[Z].2010.
- [5] 河南省水环境监测中心.河南省水环境监测中心质量体系文件质量手册[M].4版.河南省水环境监测中心,2009.
- [6] 河南省水环境监测中心.河南省“七项制度”实施细则[Z].2012.

(上接第3288页)

- [4] 王玮.大型仪器共享服务工作的研究与探索[J].科技与管理,2009(5):41-42.
- [5] 丁爱侠,郑春龙.促进高校大型仪器共享的“三分管理法”研究[J].高等理科教育,2010(1):91-94.
- [6] 张维,管清江,李凤祥.浅谈冻干机的操作过程[J].机电信息,2004(15):61-63.
- [7] 李华,骆艳娥,刘延琳.真空冷冻干燥微生物的研究进展[J].微生物学

通报,2002(3):78-82.

- [8] 黄英.冻干机真空度故障的检修及原因分析[J].医疗装备,2001(5):58-59.
- [9] 叶永明.冻干机的选型、使用以及维护保养[J].机电信息,2004(15):55-57.
- [10] 林凡真.浅谈如何判断食品冻干机质量[J].食品科技,2002(9):40-41.