

“仪”路伴我行

-----北京化工大学 张贺平

2014年9月，我成为北京化工大学14级一名在读研究生，我所在课题组致力于壳/核磁性新型新型催化剂的制备及反应性能的研究。这项研究单听起来就觉得非常“高大上”吧。数十年的时间中，我之前的师兄师姐非常给力的建立起完整的研究架构，他们研究了负载贵金属壳/核磁性催化剂，负载非贵金属壳/核磁性催化剂、负载双金属壳/核磁性催化剂等多种催化剂，并将它们用于 Heck 反应和 Suzuki 反应的研究，实现催化剂重复利用，在各类期刊发表文章二十多篇。

“巧妇难为无米之炊”，有价值科研数据自然离不开性能优秀的科学分析仪器的帮忙。我们实验室有不少“价格不菲”的进口仪器，都是国家专项资金拨款购买的，它们享受着单间、20度恒温、专人照顾等诸多优待。做实验之前我们都得事先预约登记，使用起来更是要小心翼翼，生怕一不留神操作不当仪器出了故障，就只能付出高额的维修费，眼巴巴的等着售后工程师上门了。

可是我发现带我的师兄并不去排队使用进口仪器，而是常在一台看起来已经是“老”仪器的气相色谱仪前忙前忙后。问他原因，他说这仪器皮实，出点小毛病自己动手就解决了，遇到解决不了的问题，打个电话售后工程师很快就能来。见我有兴趣，师兄有空的时候就会特别帮我做做仪器培训，他教会了我开启、关闭仪器，更换毛细柱、进样垫，检查漏气点，操作工作站，数据处理等，还把厂家送给他的操作指南、故障手册、分析方法等统统传给了我。他曾经笑眯眯的说，有关气相色谱仪的维护，他基本都可以独立完成，我立刻崇拜的看着他，他得意

的说是一位高人教的。有一次厂家派人来对仪器进行常规检查，我终于见到了这位高人，他四十多岁，人看上去很 nice，操作间隙还问我今后要使用的样品情况，教我对应的仪器保养知识。

师兄毕业后，我继承他的“衣钵”，继续使用起这台堪称经典的“老”仪器。

这台气相色谱仪是北京东西分析仪器有限公司 2003 年出厂的，已经在我们的实验室服务了 12 个年头。我用它进反应物、产物和内标物的纯样，得到各种反应物的出峰时间并计算出校正因子，再进反应后处理过的产物样品，根据峰面积算出转化率。使用过程中出现过一些小问题，记得有一次色谱突然不出峰了，当时以为是氢焰熄灭了，后来发现载气压力显示为 0，才发现是色谱进样口处漏气了，用了隔热手套拧紧了色谱柱上的螺丝，并且在下一次使用气相色谱仪前换了一个新的色谱垫。

当然也出现使用过程中也出现过自己解决不了的问题。有一次，进样后，色谱工作站采集到的色谱图峰值特别小，峰的样子矮低粗，临近的峰都叠加到一起了，根本没法分析。我们检查仪器也没发现异样，就跟那位“高人”工程师联系说，他怕耽误我们的实验进度，第二天一早就来帮我们排查问题。不是载气的问题，不是尾吹的问题，不是火焰的问题，检查进样口，清洗气化室，他一一细心检查，排除仪器硬件部分的故障后，他询问我们最近进样的状况。我说最近的样品纯度较高，他提出可能是样品污染。我们升高柱温烘烤四个小时之后，峰型明显改善。他只用了 5 个小时就帮我们解决了问题，我的实验进度未受影响。

读研一年半，泡在实验室一年，我的实验成果进展很快，学术能力、思维能力日益提高。在这个过程中，我认为拥有一台让我无后顾之忧，可以专心于试验的仪器是非常重要的。试想假如我总是需要排队使用仪器或是仪器总是出现故

障，那么我会耗费掉许多本应专注于科研的宝贵时间，我的实验结果与进度必然受到影响，个人的成长速度也会因此大打折扣，真诚的说，它陪伴我的这一年，我受益颇多。

查阅一些资料和文献，我发现随着国产科学仪器品质的提升，现在不少课题组对国产仪器的使用不再止步于教学和简单试验，过去科研数据需由进口仪器得出才有说服力的状况正悄然发生着变化。我认为只要仪器数据稳定，皮实耐用，出现问题能快速解决又无高额花费，我们又何必“迷信”进口呢！我想，在我毕业之后，我也会把它继续传给自己的师弟或师妹们吧.....

最后，彩蛋来了，欢迎我们的主角儿亮个相吧。



附上一项我最近在做的试验项目：Heck 反应

Heck 反应是指卤代烃与活化不饱和烃在钯催化下，生成反式产物的反应。

将碘苯（溴苯）和丙烯酸丁酯（苯乙烯/丙烯酸甲酯）反应，选用十二烷为内标物，分别讨论了不同温度、时间、碱源、溶剂下，反应物碘苯（溴苯）的转化率。

碘苯：丙烯酸丁酯：十二烷=3:2:1（摩尔比）。反应一定时间后，用适量的饱和食盐水淬灭，然后加入 20mL 的甲苯萃取，完成萃取后，用取样瓶取样，等待色谱分析。

色谱条件：

柱温：初始温度 100℃ 升温时间：12 min 升温速率：10℃/min

气化室：220℃ 检测器：230℃

色谱图：

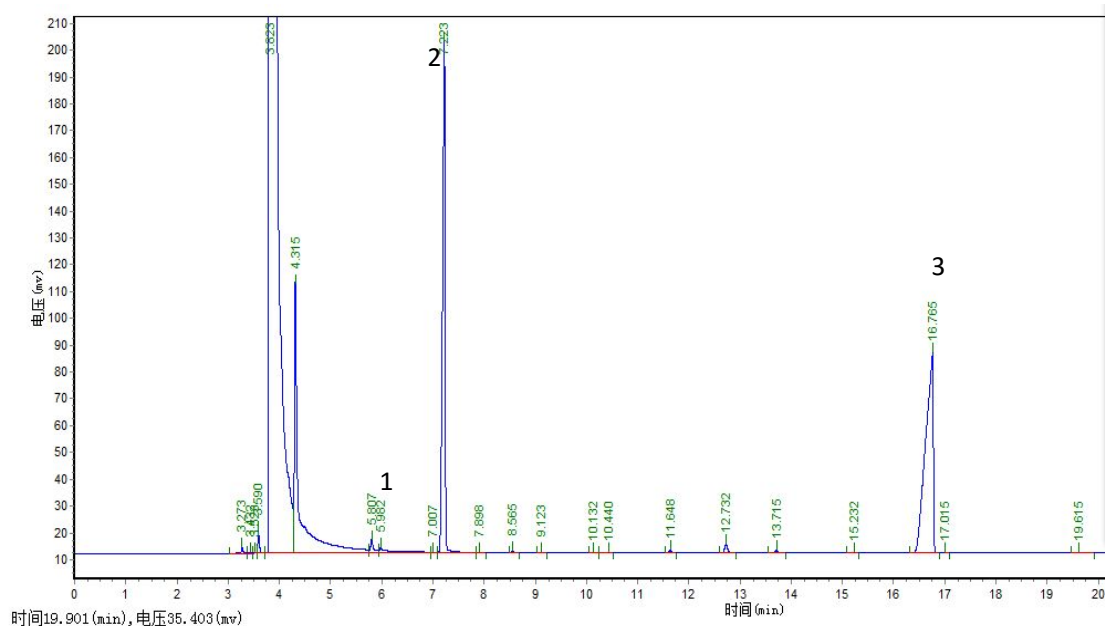


图 2 Heck 反应色谱图

1：碘苯

2：十二烷

3：目标产物肉桂酸丁酯

根据出峰位置，确定组分的名称，根据峰面积确定浓度大小。计算公式如下：

$$m_{\text{碘苯}} = f_{\text{校正因子}} \times m_{\text{十二烷}} \left(A_{\text{碘苯}} / A_{\text{十二烷}} \right) ;$$

$$\alpha_{\text{碘苯的转化率}} = \left(m_{\text{碘苯原质量}} - m_{\text{碘苯}} \right) / m_{\text{碘苯原质量}} \times 100\% ;$$

以图 2 为例， $f_{\text{校正因子}}$ 为 0.425， $m_{\text{十二烷}}$ 为 0.423g， $m_{\text{碘苯原质量}}$ 为 1.038g，
 $A_{\text{碘苯}}$ 为 21168.768 $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ ， $A_{\text{十二烷}}$ 为 643992.375 $\mu\text{V}\cdot\text{s}$

带入公式得出 $m_{\text{碘苯}}=0.005909\text{g}$ $\alpha_{\text{碘苯的转化率}}=99.4\%$

表 1 不同温度下催化剂的转化率

序号	温度/℃	反应时间/h	转化率/%
1	90	3h	7.5
2	100	3h	23.6
3	110	3h	82.7
4	120	3h	99.4

从表 1 可以看出，较低温度下，碘苯的转化率较低，当温度达到 110℃时，转化率有了突变，120℃时催化剂的催化活性最高。