

文件编号：Q/WU FLHA19070024R037

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

# 理化公共实验平台

## 质量管理文件

---

### 高沸点溶剂蒸发系统 Biotage V10 Touch 标准操作规程

2020 年 4 月 25 日发布

年 月 日实施

---

理化公共实验平台 发布

理化公共实验平台

修订页

| 修订日期       | 版本号  | 修订说明 | 修订  | 审核 | 批准 |
|------------|------|------|-----|----|----|
| 2020.04.21 | V1.0 | 发布试行 | 卢星宇 | 盛沛 |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |
|            |      |      |     |    |    |

理化公共实验室

理化公共实验平台

## 目 录

|                          |    |
|--------------------------|----|
| 1. 目的 .....              | 7  |
| 2. 范围 .....              | 7  |
| 3. 职责 .....              | 7  |
| 4. 化学反应优化实验室安全管理规范 ..... | 7  |
| 5. 化学反应优化实验室设备管理规范 ..... | 8  |
| 5.1. 使用制度 .....          | 8  |
| 5.2. 预约制度 .....          | 8  |
| 5.3. 培训考核制度 .....        | 9  |
| 6. 实验内容 .....            | 9  |
| 6.1. 仪器概况 .....          | 9  |
| 6.2. 仪器操作界面 .....        | 11 |
| 6.3. 管路维护 .....          | 13 |
| 7. 相关/支撑性文件 .....        | 14 |
| 8. 记录 .....              | 14 |

理化公共实验平台

## 1. 目的

建立高沸点溶剂蒸发系统（V10 Touch）标准操作规程，使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用高沸点溶剂蒸发系统（V10 Touch）的用户。

## 3. 职责

3.1. 用户：严格按本程序操作，发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员：确保操作人员经过相关培训，并按本规程进行操作。

## 4. 化学反应优化实验室安全管理规范

4.1. 进入实验室的所有用户应熟悉消防安全基本知识、化学危险品安全知识、用电/用水/用气常识。

4.2. 严格遵守化学反应优化实验室的各项安全管理规范，注意警示标识。

4.3. 实验室仪器需经培训考核后方可操作，并严格遵守仪器常规操作流程进行实验，未经考核者严禁使用；严禁未经允许进行非 SOP 中规定的其他操作，或擅自修改仪器、使用非指定部件，或在拆下安全装置的情况下操作仪器。

4.4. 严禁在化学反应优化实验室各类仪器上使用 USB 拷贝数据，严禁私自接入网络。

4.5. 未经技术负责人同意，用户不得私自删除测试所得原始数据。若处于数据保密考虑，不想将原始数据留存在仪器上，用户应与技术负责人协商删除仪器操控电脑上数据，同时平台将定期备份原始数据。

4.6. 用户上机实验必须严格按照操作规程进行，实验室技术员应经常巡视，及时纠正违规操作，消除安全隐患；实验做完后整理好实验相关区域并做好实验记录。

4.7. 样品制备、装送样品时必须戴手套；为防止交叉污染，严禁戴手套操作仪器操控界面，同时严禁戴手套开关门。

4.8. 保持实验工作区域整洁，相关工具放置在指定位置；严禁摆放与实验无关的个人物品，严禁在实验室饮食与抽烟。

4.9. 严格遵守学校规章制度，有毒废物、试剂、器皿、利器等分类回收。

4.10. 实验室人员离开前必须认真检查实验室的电是否关闭，离开时随手关门。

4.11. 仪器操作过程中出现设备故障、异响、异味、冒烟等异常现象时, 请第一时间联系实验室技术员, 不得擅自修理设备。

4.12. 因违规操作或其他失误造成安全事故, 相关责任人将受到通报批评及相应处罚。

## 5. 化学反应优化实验室设备管理规范

### 5.1. 使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则, 面向校内所有教学、科研单位开放使用; 根据使用机时适当收取费用; 并在保障校内使用的同时, 面向社会开放。

核磁共振样品检测方案分为三类:

- (1) 培训测试: 用户负责装样, 与技术员共同操作仪器并做数据处理;
- (2) 自主测试: 用户负责装样, 并独立操作自动进样器控制软件;
- (3) 维护/开发测试: 技术员负责装样, 定期检测仪器性能、维护设备运行、开发新方法/技术。

该仪器的使用实行预约制度, 请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”(以下简称大仪共享)进行预约, 并按照规定要求登记预约信息。

### 5.2. 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作, 根据测试内容与时间的不同, 磁共振实验室制定了核磁共振谱仪 7\*24 小时预约制度。根据预约制度可登陆大仪共享网站提前 1 小时预约机时, 包括周末; 寒暑假及国庆假期将另行通知。

请严格遵守预约时间使用仪器, 以免浪费机时。如需调换时间段, 在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者, 请提前 2 小时取消预约并通知技术员。如无故不遵预约时间, 将被取消 1 个月的预约资格。

| 预约时段          |    | 预约时间/每人                            | 测试内容                    |
|---------------|----|------------------------------------|-------------------------|
| 周一<br>至<br>周五 | 全天 | 每人次可预约机时为 30 分钟及以上,<br>特殊样品请与技术员讨论 | 自主测试<br>维护/开发测试<br>培训测试 |



|                |    |                    |                 |
|----------------|----|--------------------|-----------------|
| 周末<br>及节<br>假日 | 全天 | 每人次可预约机时为 30 分钟及以上 | 自主测试<br>维护/开发测试 |
|----------------|----|--------------------|-----------------|

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训, 考核合格后方可上机使用;
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记, 结束时如实记录仪器状态;
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障, 使用者须及时通知技术员, 以便尽快维修或报修, 隐瞒不报者将被追究责任, 加重处理;
- (4) 因人为原因造成仪器故障的 (如硬件损坏), 其导师课题组须承担维修费用;
- (5) 不可擅自做变温实验, 如有需求请务必联系技术员;
- (6) 原始数据不允许在仪器工作站上删改, 尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。使用者应根据需求与技术员联系传送数据; 实验数据在本实验室电脑中保留 2 年。
- (7) 使用者应保持实验区域的卫生清洁, 测试完毕请及时带走样品, 技术员不负责保管。使用者若违犯以上条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

### 5.3. 培训考核制度

校内教师、研究生均可提出预约申请, 由技术员安排时间进行培训, 培训内容包括仪器使用规章制度、安全规范、基本硬件知识、标准操作规程等。培训结束后, 培训者可预约技术员进行考核。

实验室技术员认为培训者达到独立操作水平后, 给予培训者授权在规定范围内独立使用仪器。如果因为人为操作错误导致仪器故障者, 除按要求承担维修费用之外, 给予降级重考惩罚、培训费翻倍。

仪器使用过程中, 高沸点溶剂蒸发系统、自动进样器出现故障及错误提示信息时, 应即时通知技术员。

## 6. 实验内容

### 6.1. 仪器概况

- (1) 高沸点溶剂蒸发系统 (V10 Touch) 基本构造:



图 6-1

Biotage® V-10 Touch 的正面，无转盘或内置样品泵。

A = 通风面板，B = 触摸屏，C = 样品瓶上端支座，D = 红外 (IR) 传感器，E = 样品加热器，F = 塑料防护罩，G = 样品瓶下端支座，H = 载瓶臂，I = 外置真空泵接头，J = 冷凝器罐夹，K = 真空绝热冷凝器罐，L = 排放阀，M = 泵排气连接器，N = 泵排气收集罐。

(2) 不同溶剂的蒸发方法选择：

| 溶剂名称        | 其他名称             | 沸点 (°C) | 方法                          |
|-------------|------------------|---------|-----------------------------|
| 1,2-二氯苯     |                  | 179.0   | Very High Boil <sup>1</sup> |
| 1,2-二氯乙烷    | DCE              | 83.5    | Volatile                    |
| 1,4-二恶烷     |                  | 101.5   | Aqueous                     |
| 1-丁醇        | 正丁醇              | 117.7   | Aqueous                     |
| 1-甲基-2-吡咯烷酮 | NMP              | 202.0   | Very High Boil <sup>1</sup> |
| N, N-二甲基乙酰胺 | DMA 或 DMAc       | 165.0   | High Boil <sup>1</sup>      |
| N, N-二甲基甲酰胺 | DMF              | 153.0   | High Boil <sup>1</sup>      |
| 氨           | NH <sub>3</sub>  | 33.3    | High Volatile               |
| 吡啶          |                  | 115.2   | Aqueous                     |
| 丙酸          | 初油酸              | 141.2   | High Boil <sup>1</sup>      |
| 丙酮          | 丙酮或 2-丙酮         | 56.1    | Volatile                    |
| 醋酸          | HOAc             | 117.9   | High Boil <sup>1</sup>      |
| 二甲基硫醚       |                  | 37.3    | High Volatile               |
| 二甲基亚砜       | DMSO             | 189.0   | Very High Boil <sup>1</sup> |
| 二氯甲烷        | DCM              | 40.0    | High Volatile               |
| 庚烷          |                  | 98.5    | Aqueous                     |
| 己烷          |                  | 68.7    | Volatile                    |
| 甲苯          | PhMe             | 110.6   | Aqueous                     |
| 甲醇          | 甲醇 (MeOH)        | 64.6    | Volatile                    |
| 甲基叔丁基醚      | MTBE 或甲基叔丁基醚     | 55.2    | High Volatile               |
| 甲酸          | HCOOH            | 101.0   | Aqueous                     |
| 氯仿          |                  | 61.1    | Volatile                    |
| 三氟乙酸        | TFA              | 73.0    | Volatile                    |
| 三甲氧基甲烷      | TMM (原甲酸三甲酯)     | 104.0   | Aqueous                     |
| 水           | H <sub>2</sub> O | 100.0   | Aqueous                     |
| 四氢呋喃        | THF              | 65.0    | Volatile                    |
| 戊烷          |                  | 36.1    | High Volatile               |
| 异丙醇         | IPA (异丙醇) 或 2-丙醇 | 82.3    | Volatile                    |
| 乙醇          | EtOH             | 78.2    | Volatile                    |
| 乙腈          | ACN 或 MeCN       | 81.6    | Volatile                    |
| 乙醚          |                  | 34.5    | High Volatile               |
| 乙酸乙酯        | EtOAc 或 AcOEt    | 77.1    | Volatile                    |
| 仲丁醇         |                  | 99.5    | Aqueous                     |

图 6-2

## 6.2. 仪器操作界面

(1) 打开位于仪器左侧后方的电源开关, 如需使用外真空泵时打开外置泵电源。开机时须确认废液收集瓶位于冷凝器出口下方, 待冷凝器温度达到预设温度后可进行样品的浓缩。

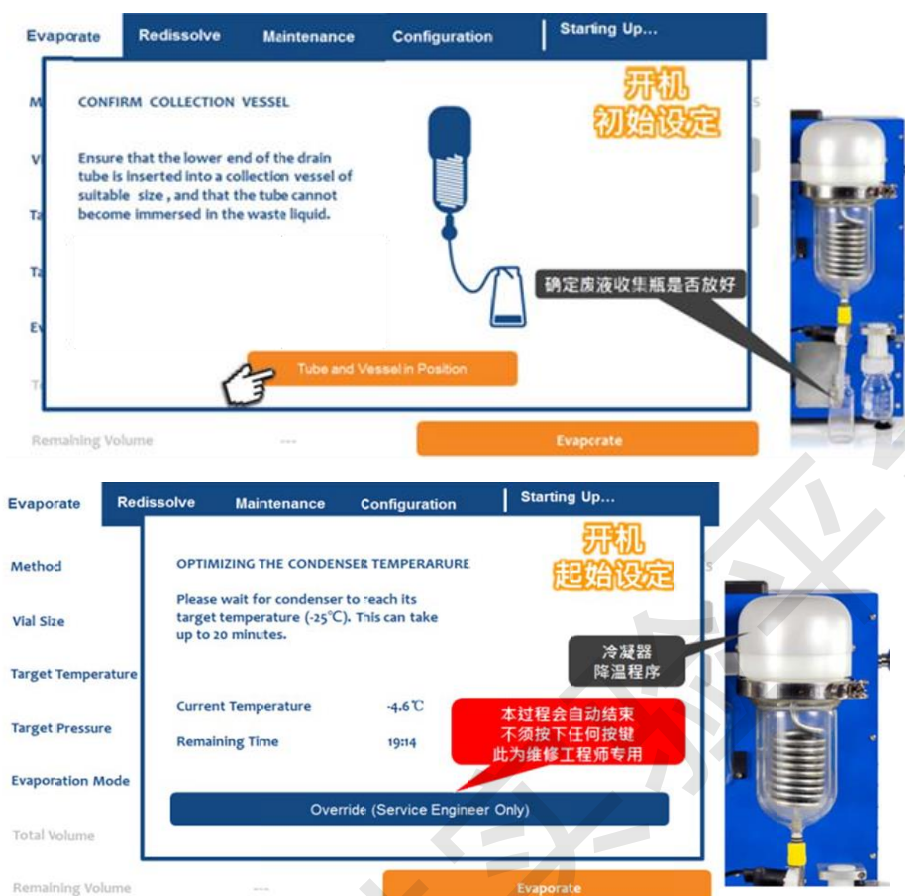


图 6-3

(2) 将待浓缩样品放置于浓缩台上（适用于单个样品）或者自动进样转盘（批量处理时）上，在 Evaporation 界面根据待浓缩的样品类型设置合适的参数，设定结束后点击右下角的 Evaporate 按钮开始样品浓缩。

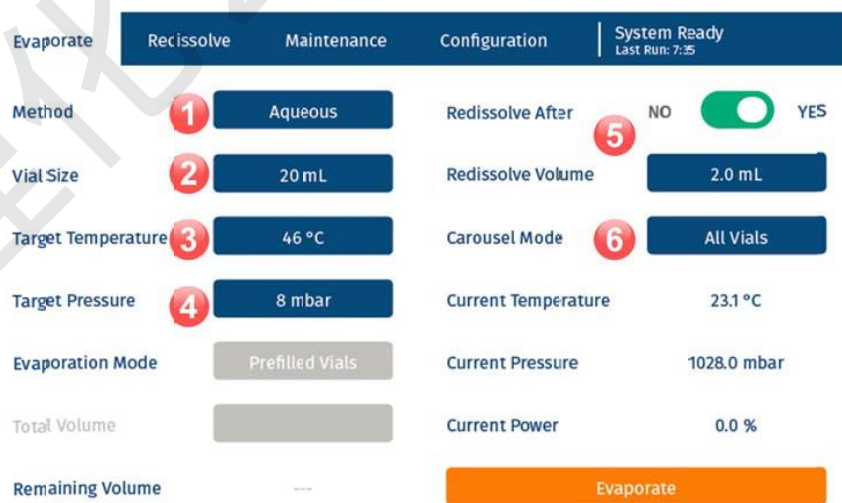


图 6-4

(1) 浓缩方法选择：根据待浓缩样品溶剂的沸点选择

| Method          | Description                                     | Boiling Point (BP) |
|-----------------|-------------------------------------------------|--------------------|
| Very High Boil  | Very high boiling point.                        | > 160°C            |
| High Boil       | High boiling point.                             | 110°C ≤ BP ≤ 160°C |
| Aqueous         |                                                 | 90°C ≤ BP ≤ 110°C  |
| Mixed Vol & HBP | Mixed volatile and high boiling point.          | 55°C ≤ BP ≤ 160°C  |
| HPLC Fractions  | Fractions from reverse phase Flash and prep LC. | 55°C ≤ BP ≤ 110°C  |
| Volatile        |                                                 | 55°C ≤ BP ≤ 90°C   |
| Mixed Volatile  | Fractions from Flash chromatography.            | 55°C ≤ BP ≤ 90°C   |
| High Volatile   | Highly volatile.                                | < 55°C             |

图 6-5

(2) 浓缩温度设定：浓缩方法默认，也可自行修改

(3) 浓缩真空度设定：浓缩方法默认，也可自行修改

(4) 旋干后复溶：当选配自动进样泵时，可以选择让仪器在浓缩结束后用指定溶剂将样品重新溶解后直接用于下一步检测。需注意使用此功能时需预先 Prime 复溶溶剂管路

(5) 自动进样模式选择：当选配自动进样转盘时可用，三种模式

- Off: 不使用自动进样转盘
- All Vials: 自动进样转盘从初始位置开始转一圈进行连续样品浓缩
- Continued: 自动进样转盘不间断进行样品浓缩，可随时将样品放入转盘上空闲位置

### 6.3. 管路维护

(1) 冷凝器化霜

进入 Maintenance 页面, 选择 Defrost 选项, 设定 Defrost Time 及 Drain Time 后点击 Defrost 按钮确认废液收集瓶放置好后开始化霜;

(2) 冷凝器排液

每次开机时或化霜过程中, 仪器会自动排出冷凝器中的液体, 当仪器连续浓缩超过 200 ml 样品时需要手动进行排液操作哦。具体操作如下: 进入 Maintenance 页面, 选择 Drain 选项, 设定 Drain Time 后点击 Drain 按钮确认废液收集瓶放置好后开始;

(3) 清洗溶剂管路

当仪器选配自动进样泵时, 须定时清洗进样溶剂管路。具体步骤如下: 将溶剂管路进口放入装有清洗溶剂的容器中; 将一个 20 或 30 ml 的浓缩样品管放在浓缩台; 进入

Redissolve 页面进行清洗操作, 推荐 Redissolve Volume 设置为 8 ml; 点击 Redissolve 开始溶剂管路清洗。

## 7. 相关/支撑性文件

7.1. Q/WU FLHR001 文件编写规范

## 8. 记录

《仪器设备使用记录本》(科研实施与公共仪器中心通用版)

理化公共实验平台

### 仪器设备使用记录本

| 仪器名称 | 日期 | 测试人 | 导师(PI) | 测试内容 | 测试方式 |      | 仪器状态 |     | 机时<br>(起止时间) | 联系电话 |
|------|----|-----|--------|------|------|------|------|-----|--------------|------|
|      |    |     |        |      | 送样   | 自主操作 | 使用前  | 使用后 |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |
|      |    |     |        |      |      |      |      |     |              |      |

请注意：使用前先检查仪器状况，正常方可操作，一旦测试使用，默认为测试前仪器状况为正常，测试后记得取走样品再关机。紧急联系电话：