

文件编号：Q/WU FLHA19070023R038

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

微波合成仪 Biotage Initiator+8 Robot 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

[illegible]

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. 样品的准备	9
6.2. 仪器操作界面	10
6.3. 自动进样器	14
7. 相关/支撑性文件	15
8. 记录	15

理化公共实验平台

1. 目的

建立微波合成仪（Initiator+8 Robot）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微波合成仪（Initiator+8 Robot）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 至 周五	全天	每人次可预约机时为 30 分钟及以上, 特殊样品请与技术员讨论	自主测试 维护/开发测试 培训测试

周末 及节 假日	全天	每人次可预约机时为 30 分钟及以上	自主测试 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, 微波合成仪、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. 样品的准备

- (1) 选择合适的微波管进行反应, 每种微波管都有适用的体积范围, 反应管侧面白标的下沿为最大反应体积。

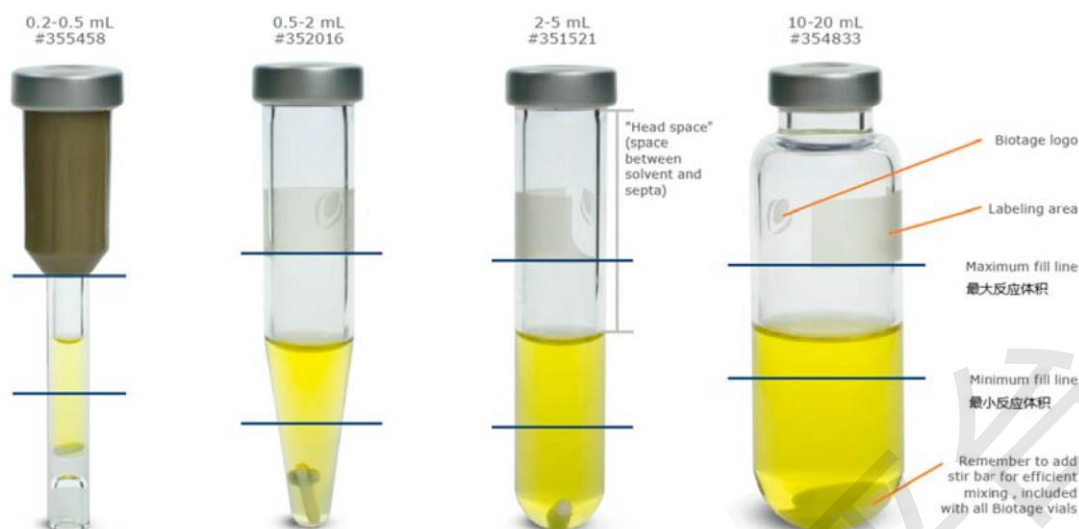


图 6-1

(2) 微波管壁不允许有固体颗粒, 建议先加固体样品再用溶剂冲洗残留在壁上的固体样品使其浸没在溶剂内, 固体量不能超过反应溶剂总体积的 20%。

(3) 反应温度最大设定值不要超过所用溶剂沸点的 50 度, 反应压力在 15 bar 以内。

*10-20 mL 微波管的最高反应温度不超过 250 度

(4) 微波反应时间请勿超过 3 小时, 长时间微波反应会加速仪器的损耗。

(5) 禁止有强挥发性气体产生的反应做微波合成, 如氨水、氯化亚砷、三氯氧磷及挥发性胺等。如果是产气的反应, 应尽量降低反应物的摩尔浓度。

(6) 使用带自动进样机械臂的仪器时请务必确认好反应管在管架上的位置, 避免因位置设置错误导致仪器暂停, 影响后续排队的反应, 尤其是隔夜反应。

(7) 注意微波反应管表面是否有裂痕, 如发现裂痕请勿继续使用。

6.2. 仪器操作界面

(1) 开机, 按屏幕左下方黑色电源键。

(2) 进入开机界面后, 点击 Organic Synthesis 进入编辑界面。

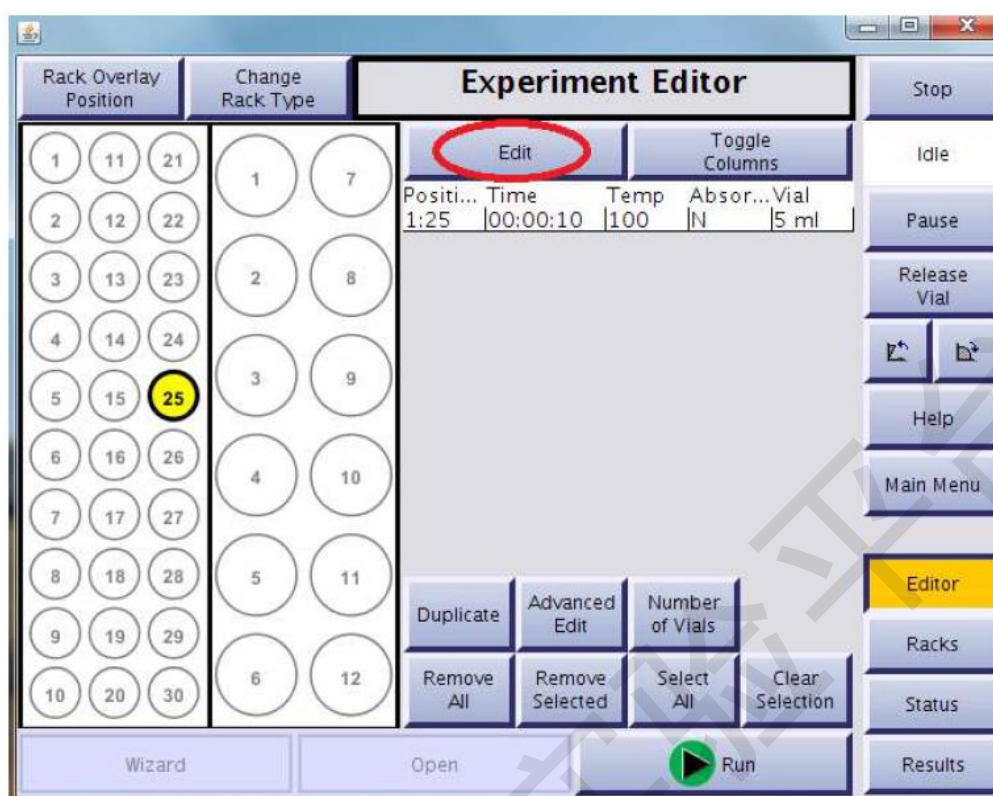


图 6-2



图 6-3

- Time: 反应时间
- Temperature: 反应温度
- Pressure: 反应最大压力*
- Pre-Stirring: 预搅拌时间
- Vial Type: 反应管类型, 有四种规格: 0.2-0.5 / 0.5-2.0 / 2.0-5.0 / 10-20 ml
- Absorption Level: 反应溶液的微波吸收能力, 分 Low / Normal / High / Very High**
- Fixed Hold Time: 反应达到设定温度后开始倒计时***
- Comment: 备注

*可以在高级编辑里面或在线修改。压力优先级高于温度, 当压力达到限制而温度未达到时, 微波功率将自动降低。

**常用溶剂的微波吸收能力见下图:

微波吸收水平 Absorption Level	常见溶剂 Solvents
非常高 Very High	Ionic liquids (离子溶液)
高 High	Water(水); DMSO(二甲亚砜); EtOH(乙醇); MeOH(甲醇); Propanols(丙醇); Nitrobenzene(硝基苯); Formic Acid(甲酸); Ethylene Glycol(乙二醇)
中 Normal	DMF(二甲基甲酰胺); NMP(甲基吡咯烷酮); Butanols(丁醇); Acetonitrile(乙腈); HMPA(六甲基磷酰胺); Methyl Ethyl ketone(甲基乙基酮); Acetone(丙酮); other ketones(其他酮类); Nitromethane(硝基甲烷); o-Dichlorobenzene(邻-二氯苯); 1,2-Dichloroethane(1,2-二氯乙烷); 2-Methoxyethanol(2-甲氧基乙醇); Acetic Acid(乙酸); Trifluoroacetic Acid(四氟乙酸)
低 Low	Chloroform(氯仿); Dichloromethane(二氯甲烷); Carbon Tetrachloride(四氯化碳); 1,4-Dioxane(1,4-二氧六环); THF(四氢呋喃); Glyme(甘醇二甲醚); other ethers(其他醚类); Ethyl Acetate(乙酸乙酯); Pyridine(吡啶); Triethylamine(三乙胺); Toluene(甲苯); Benzene(苯); Chlorobenzene(氯苯); Xylenes(二甲苯); Pentane(戊烷); Hexane(己烷);

图 6-4

***不易加热溶液可将 FHT 关闭, 但反应时间需延长。

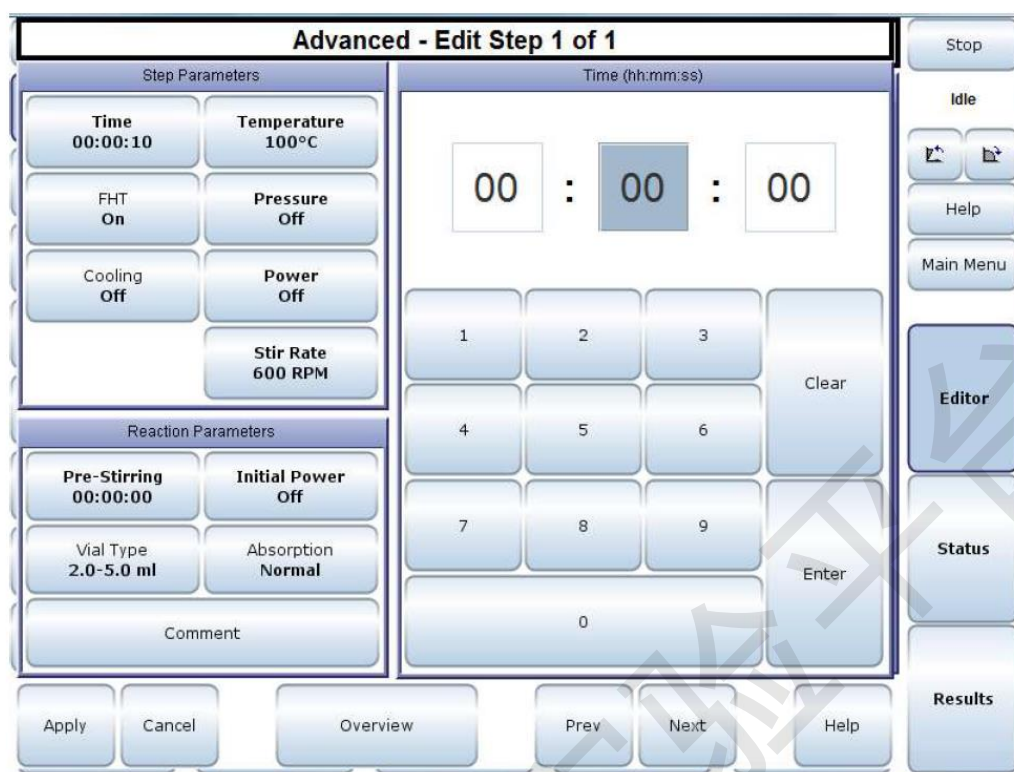


图 6-5

高级编辑，更多的参数设置：

- Cooling: 微波加热同时开启冷却功能，保证温度的稳定性
- Power: 微波反应过程的最大微波功率
- Stir Rate: 磁力搅拌速度
- Initial Power: 初始微波功率

(3) 在编辑或者高级编辑界面中设定好相关参数，点“Run”开始运行。

(4) 运行过程中可调整参数，在“Status”界面中选中正在运行的反应，点击需要改变的参数进行调整，然后 Apply 即可。

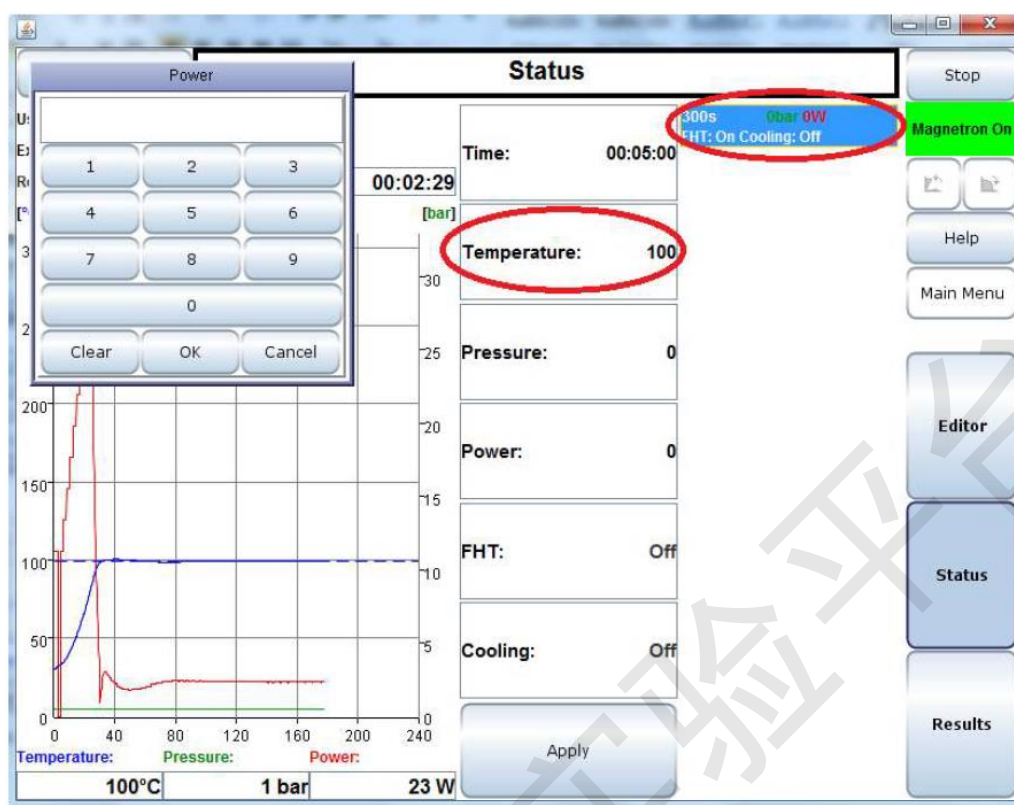


图 6-6

(5) 反应结束后关机。注意需先回到主界面点击“Shut Down”，确认关机待屏幕出现“It’s safe to turn off the system”后，关闭电源。

6.3. 自动进样器

(1) 自动进样器中样品放置位置和软件中设定位置必须一致，否则仪器遇到设定位置无反应瓶时将会停止进行自动合成。

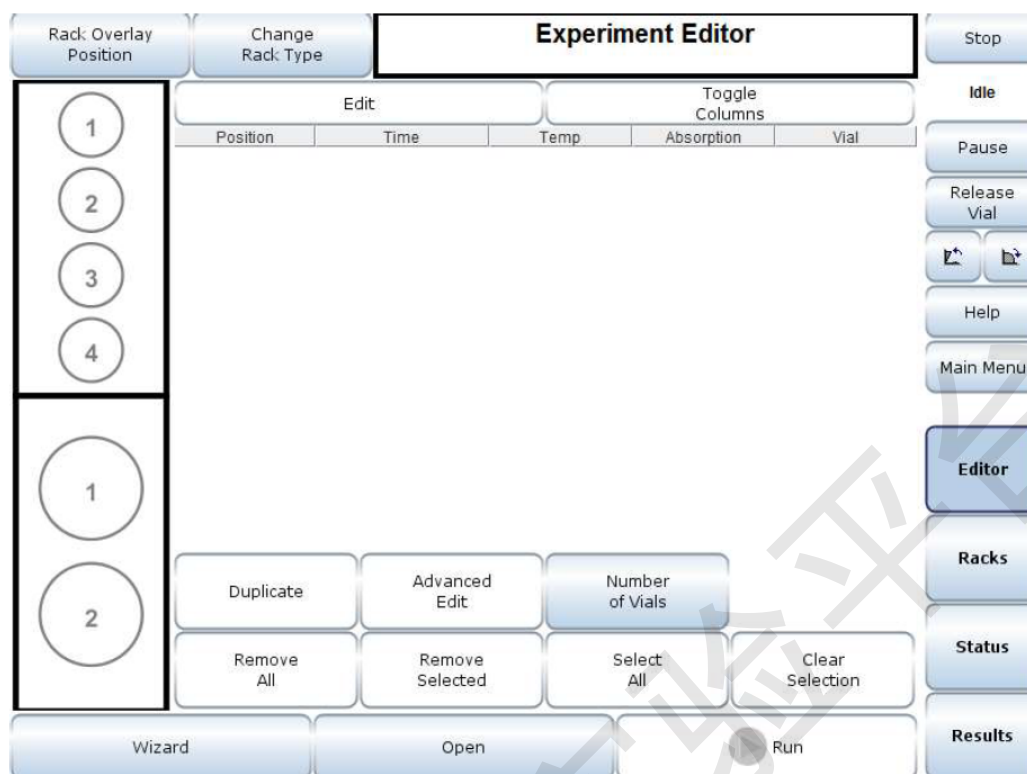


图 6-7

(2) 试管架有两种，可通过“Change Rack Type”按键进行选择。

各个按键功能分别为：

- Duplicate: 复制当前选中的反应条件，自动在下一位置生成一个反应
- Advanced Edit: 高级编辑
- Number of Vials: 批量设置，各反应条件可相同也可不同
- Remove All: 清除所有位置的反应条件
- Remove Selected: 清除选中位置的反应条件
- Select All: 选中所有设置过反应条件的位置
- Clear Selection: 取消选择的位置

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）

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 (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：