

文件编号: WU-ISCMS-QM 20236441

版本号: V1.0

受控状态:

分发号:

分子科学公共实验平台

质量管理文件

在线永磁体台式核磁共振波谱仪
Magritek Spinsolve 80HFP Ultra
标准操作规程

2025 年 03 月 20 日发布

年 月 日实施

分子科学公共实验平台 发布

修订页

目 录

1. 目的.....	1
2. 范围.....	1
3. 职责.....	1
4. 磁共振实验室安全管理规范.....	2
5. 磁共振实验室仪器设备管理规范.....	3
5.1. 在线永磁体台式核磁共振波谱仪使用制度.....	3
5.2. 预约制度.....	3
5.3. 培训考核制度.....	4
5.4. 仪器故障报告.....	5
5.5. 实验脉冲序列分类.....	5
6. 实验内容.....	5
6.1. 系统组成.....	5
6.2. 系统检查.....	6
6.3. 样品的准备.....	6
6.4. Spinsolve 软件简介.....	6
6.5. 在线永磁体台式核磁共振波谱仪的使用.....	7
6.6. 实验结束后操作.....	18
7. 相关/支撑性文件.....	18
8. 记录.....	18

1. 目的

建立在线永磁体台式核磁共振波谱仪(Magritek Spinsolve 80HFP Ultra)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建立在线永磁体台式核磁共振波谱仪的用户。

3. 职责

3.1. 用户: 严格按本程序操作, 发现异常情况请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。

3.3. 文章致谢格式

根据学校指导意见, 使用各校级平台仪器设备表征产生的科研成果必须致谢平台。如果您在文章成果中使用了光谱、色质谱、磁共振波谱以及其他属于分子科学平台的仪器设备, 请务必在文末致谢分子科学公共实验平台。

英文文章致谢:

① Acknowledgement: The author thanks (Dr. XXX from) Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences at Westlake University for (the assistance/discussion/supporting in) ... measurement/data interpretation.

② Coauthorship on the resulting publications would be appreciated if our staff make technical contributions (including but not limited to critical sample preparation, novel experiment designation and comprehensive data analyzation).

Affiliation address: "Key Laboratory of Precise Synthesis of Functional Molecules of Zhejiang Province, School of Science, Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences, Westlake University, 18 Shilongshan Road, Hangzhou 310024, Zhejiang Province, China."

中文文章致谢:

① 致谢: 感谢西湖大学分子科学公共实验室平台 XXX 博士(或者 XXX 老师)在.....表征或数据分析上提供的帮助。

② 共同作者: 如果分子科学平台老师在您课题组样品表征或文章发表上有重要技术贡献(包括但不限于关键样品制备、新型实验设计和深度数据分析), 我们感谢您将相关

老师列为共同作者, 作者单位地址如下: 西湖大学, 分子科学公共实验平台, 功能分子与精准合成浙江省重点实验室, 杭州, 310030, 浙江。

4. 磁共振实验室安全管理规范

- 4.1. 相关人员进入实验室之前必须通过学校、中心和平台的安全考试或考核。严禁无关人员进入实验室。
- 4.2. 爱护磁共振实验室公共基础设施, 包括桌椅、上样扶梯、除湿机等。
- 4.3. 严格遵守磁共振实验室的各项安全注意警示标识规范或要求。
- 4.4. 严禁心脏起搏器或金属关节的使用者接近磁体, 切勿携带铁磁性物质, 如钥匙、手表、雨伞、耳机、手机、银行卡等物品靠近磁体。
- 4.5. 进入磁共振实验室后应远离磁体, 除放样品之外, 人员应保持在 5 高斯线范围以外。在等待上样时, 请不要在磁共振实验室频繁的来回走动, 以免对其他使用者的实验造成干扰。
- 4.6. 严禁在实验室内使用金属座椅与钢铁做成的梯子。不要在磁体附近使用螺丝刀、螺钉等铁磁性工具。严禁碰撞磁体。
- 4.7. 磁共振实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通, 所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。
- 4.8. 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃、枪头丢弃在常规垃圾箱中。
- 4.9. 磁共振实验室应保持整洁, 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。严禁动物进入实验室。
- 4.10. 不建议使用杂牌或者无牌核磁管; 核磁样品管必须保持清洁、均匀、不弯曲、管口无破损; 不得使用粘贴类标签, 应使用记号笔标记。样品管可进行烘干, 但不能超过 80 °C。核磁管使用时间半年以上的, 或者短时间内重复大量使用的, 建议换新。
- 4.11. 上样前, 核磁管帽要盖紧 (严禁不盖管帽), 一定要用绸布或无尘纸将核磁管外壁擦拭干净。不得将空转子放入磁体, 不得将转子自行带出磁共振实验室。
- 4.12. 非常规实验测试须技术员同意并指导方可进行。个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备不得与核磁谱仪工作站电脑连接。
- 4.13. 禁止自主上机时做强酸、强碱、强腐蚀性、高盐、高压、产气以及还在发生化学反应的样品。

4.14. 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。

5. 磁共振实验室仪器设备管理规范

5.1. 在线永磁体台式核磁共振波谱仪使用制度

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四类:

- (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。
- (3) 维护/开发测试: 技术员负责装样, 定期检测仪器性能(灵敏度、线形等)、维护设备运行、开发新方法/技术;
- (4) 送样测试: 用户负责装样, 技术员操作仪器并做基本数据处理;

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最少提前 2 小时预约机时, 包括周末; 寒暑假及国庆假期最少提前一天预约机时。(注仪器预约系统中的设置为: 添加预约最早可提前 7 天, 最晚可提前 0 分钟, 修改/删除预约最晚可提前 30 分钟)

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。恶意预约机时或有多次无故不遵预约规则的用户, 实验室将进行批评教育、通报批评或取消上机资格等处罚。

预约时段	预约时间/每人
09:00 至 24:00	每人次可预约机时为 10-30 分钟
00:00 至次日 09:00	每人次可预约机时为 10-540 分钟

注: 如需长时间实验, 可放在 0 点到 9 点之间或至少提前一天跟技术员沟通, 并在群里

说明。

- (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; 核磁培训应至少提前一天向技术员提出申请并预约;
- (2) 为避免机时的浪费, 应严格遵守预约时间, 因故不能在预约时间内测试者, 请提前 30 分钟取消预约;
- (3) 估计好实验时间, 严禁占用他人机时。若占用他人机时, 他人有权停掉相关实验;
- (4) 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;
- (5) 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(比如: 核磁管卡在进样器上, 切勿强行取下来, 应及时联系技术员), 以便尽快维修或报修, 隐瞒不报者将被追究责任, 加重处理;
- (6) 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;
- (7) 禁止在仪器工作站上删改核磁共振原始数据, 禁止用 U 盘与移动硬盘直接拷贝数据。使用者应根据要求通过科研仪器网/数据服务器传送下载原始数据至本地电脑, 以保存并做数据处理; 实验数据在本实验室电脑中保留 2 年;
- (8) 使用者应保持实验区域的卫生清洁, 测试完毕请将转子放回原位并及时带走样品、手套等, 技术员不负责保管用户样品。取样品时, 请确保为自己的样品, 误拿他人样品, 请及时放回原处。取样时务必小心, 万一弄断自己或他人的核磁管, 切勿私自处理, 应及时报告并将碎管及转子交给技术员。

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、送样须知及安全规范、基本硬件知识、标准操作规程(自主测试-初、中 SOP)及相应数据处理。

培训结束后, 培训者可提前联系技术员进行考核:

仪器管理员认为培训者达到相应级别的独立操作水平后, 给予培训者在相应级别所允许的范围内独立使用仪器。如果在各级别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, 还将处以降级重考、培训费翻倍等惩罚。

对接受培训人员的核心要求:

- (1) 了解核磁共振技术的原理及其应用的多学科背景知识, 不断跟踪学习核磁共振技

术的最新发展, 积极开发仪器在不同学科的应用, 使其在自身相关科研工作中尽可能发挥最大作用;

- (2) 熟悉核磁共振仪器的原理、构造及各部分的功能, 严格遵守仪器部件的开关顺序, 在突然停电时能及时处理仪器并上报, 关注仪器各部件有无异常。
- (3) 熟练掌握核磁共振仪器的软件系统, 严格按照标准操作规程操作, 防止因人为操作不当造成仪器故障, 特别是样品管在仪器探头内断裂造成重大仪器故障(此种情况属人为事故, 所属课题组须承担维修费用), 认真做好核磁共振仪器的使用及故障记录。

5.4. 仪器故障报告

仪器使用过程中, Spinsolve 出现故障及错误提示信息时:

- (1) 应立即通知技术员;
- (2) 请在第一时间将故障及错误提示信息截屏, 并保存在桌面“Error Report”文件夹中, 截屏文件命名请按照“导师名-用户名-样品名-故障时间(具体到分钟)”; 在《仪器设备使用记录本》的备注栏做简单说明。

5.5. 实验脉冲序列分类

自主测试-初级: Spinsolve 中的一维氢谱—PROTON、PROTON+、WET SUP, 一维氟谱—FLUORINE、FLUORINE+, 一维磷谱—PHOSOHORUS、PHOSOHORUS+, 溶剂峰压制—PRESATA、PRESATA MULTI 并不定期更新。

6. 实验内容

6.1. 系统组成

在线永磁体台式核磁共振波谱仪由永磁体、磁体环境稳定装置、多通道射频探头、温控装置、仪器控制及数据传输和电脑控制系统组成。如图 6-1 所示:

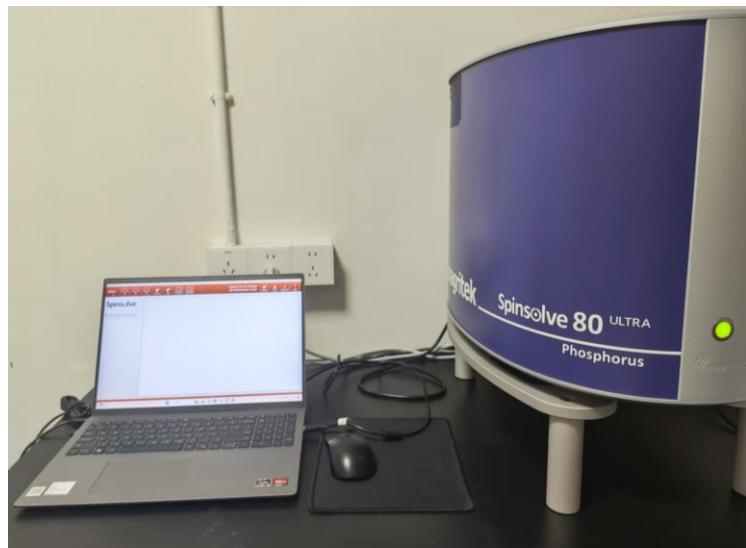


图 6-1 在线永磁体台式核磁共振波谱仪系统图示

6.2. 系统检查

依据图 6-1, 逐项完成如下检查: 检查磁体、电脑控制系统是否亮红灯或报错。如果亮红灯或报错, 则表明仪器存在故障, 需联系实验室技术员查明故障的原因。

6.3. 样品的准备

6.3.1 样品要求: 进行核磁测试的样品纯度一般应 $> 90\%$, 无铁屑、灰尘、滤纸毛等杂质。一般有机物须提供的样品浓度 $5 \text{ mg} / 0.5 \text{ ml}$ 左右, 测试聚合物, 样品量需适当增加。浓度太低: 图谱信噪比低, 累加时间增加; 浓度太高: 溶液粘度提高, 磁场均匀性变差, 弛豫增快, 导致图谱分辨率下降。

6.3.2 核磁样品管要求: 要求使用质量合格的核磁管, 粗细均匀、管内外壁干净、管壁较厚且无划痕破损。在自主上机之前, 务必对着灯光检查样品管底部是否有裂痕或损伤。清洗旧核磁管时避免超声、避免 80°C 以上烘烤。如果核磁管有裂纹、破损、弯曲或装到转子中太松或太紧, 请勿使用。

6.3.3 样品体积: 对 5 mm 核磁管而言, 气代溶剂体积约 0.5 ml (不低于 0.4 ml , 溶剂在样品管内的高度不低于 3 cm)。样品体积太小: 匀场困难; 样品体积太大: 对流, 温度不均。样品应充分混匀。

6.3.4 核磁样品管的标记: 核磁样品名称建议直接用记号笔在核磁管上端标记 (切勿在核磁管中下端标记), 请勿使用标签纸进行标识。

6.4. Spinsolve 软件简介

6.4.1 进入电脑桌面, 打开桌面右下角的 Spinsolve 软件。



图 6-2

6.4.2 Spinsolve 软件窗口包含可测原子核、在线监测、系统工具栏、状态栏、文件存储。

具体如下图所示：



图 6-3

6.5. 在线永磁体台式核磁共振波谱仪的使用

6.5.1 登录基理系统

进入电脑桌面：(a) 如基理界面显示“一卡通用户”，请在 Account 输入预约者的一卡通账号，Password 栏输入相应账户密码，点击 Submit。(注意：如果登录失败，禁止点击 Cancel，否则会导致 Windows 当前账户注销。登录失败可能的原因有两个 (1) 账号或密码输入错误，请按键盘 Delete 键删除，再重新输入；(2) 未在预约时间段登录。



图 6-4

6.5.2 开机

(a) 仪器所在的实验室室温要维持 20-25 摄氏度。

(b) 如果仪器关闭电源超过 1 小时（或者是第一次使用），必须保证仪器通电后约 48

小时才可以使用。所以建议：在使用之前请提前两天开机（仪器插电之后，打开仪器后侧上方的电源开关，仪器前灯亮为红色）；保持开机状态约 48 小时，即可使用（仪器前灯变为绿色）。



Mains power connection and power status LEDs under normal operation.

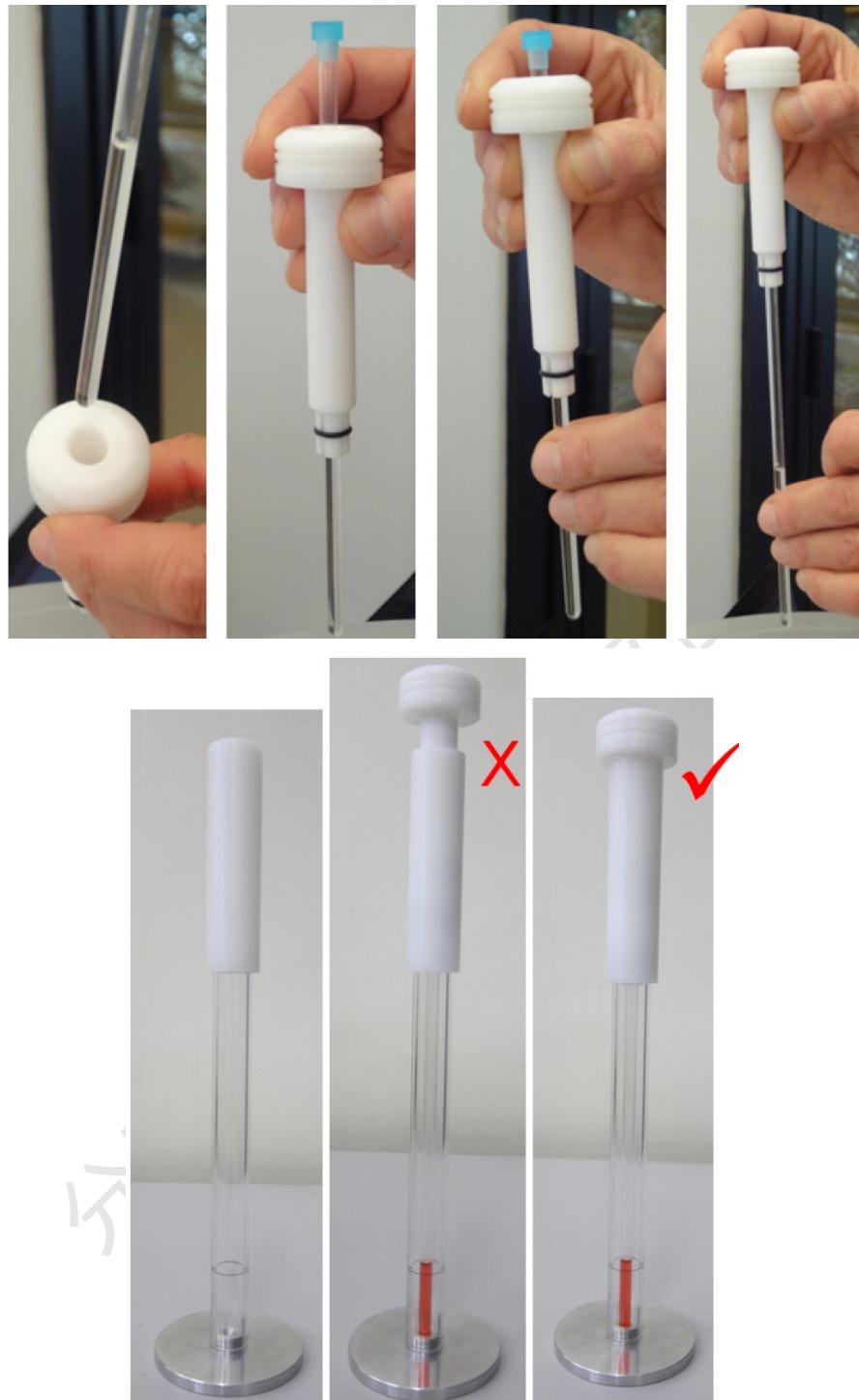


图 6-5

(c) 在室温保持在 20-25 摄氏度的情况下可以一直保持开机状态。如遇长假，也可以选择关机。再次使用时需要提前两天开通仪器电源。

6.5.3 样品管插入转子深度的确定

经过定深量筒确定，具体如下图所示：



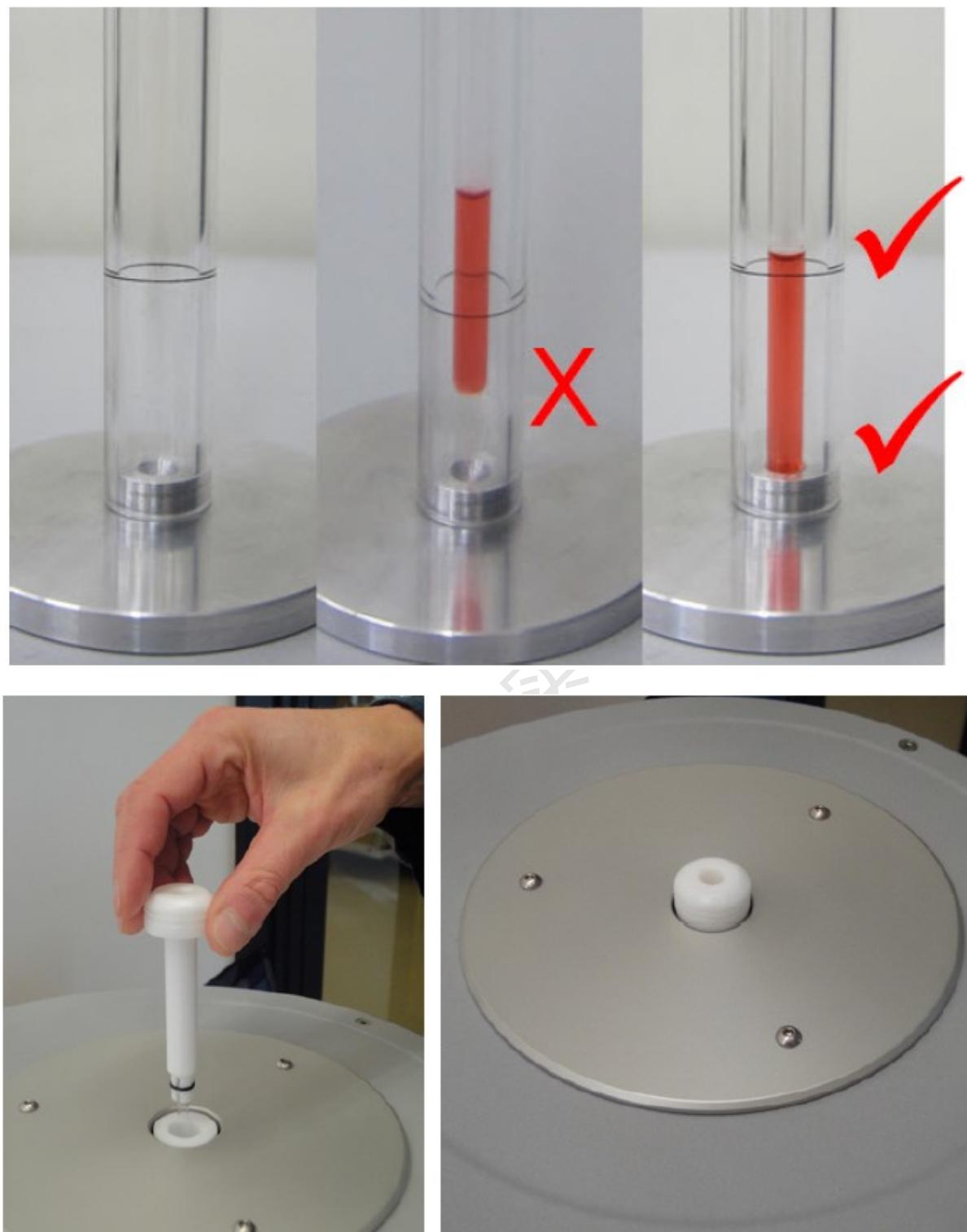


图 6-6

6.5.4 匀场

每天早晨第一次使用前, 建议首先进行匀场操作 (POWERSHIM)。匀场后测试其他样品时不需要再匀场。将匀场样品(5% H₂O + 95% D₂O) 插入转子 (Sample Holder), 使用量规卡好高度, 擦拭干净核磁管外壁, 然后垂直放进仪器 (图 6-6)。

选择 SYSTEM > SHIM > POWERSHIM 或 QUICKSHIM, 点击 START (图 6-7)。POWERSHIM 需要 41 分钟; QUICKSHIM 需要 2-5/5-10 分钟。POWERSHIM 的匀场效果更好。匀场结束并且匀场正常的话, 软件会有绿色提示, 并显示“Ready to Use” (图 6-8), 点击 Ready to Use 关闭该提示, 然后仪器可以进行实验样品测试。

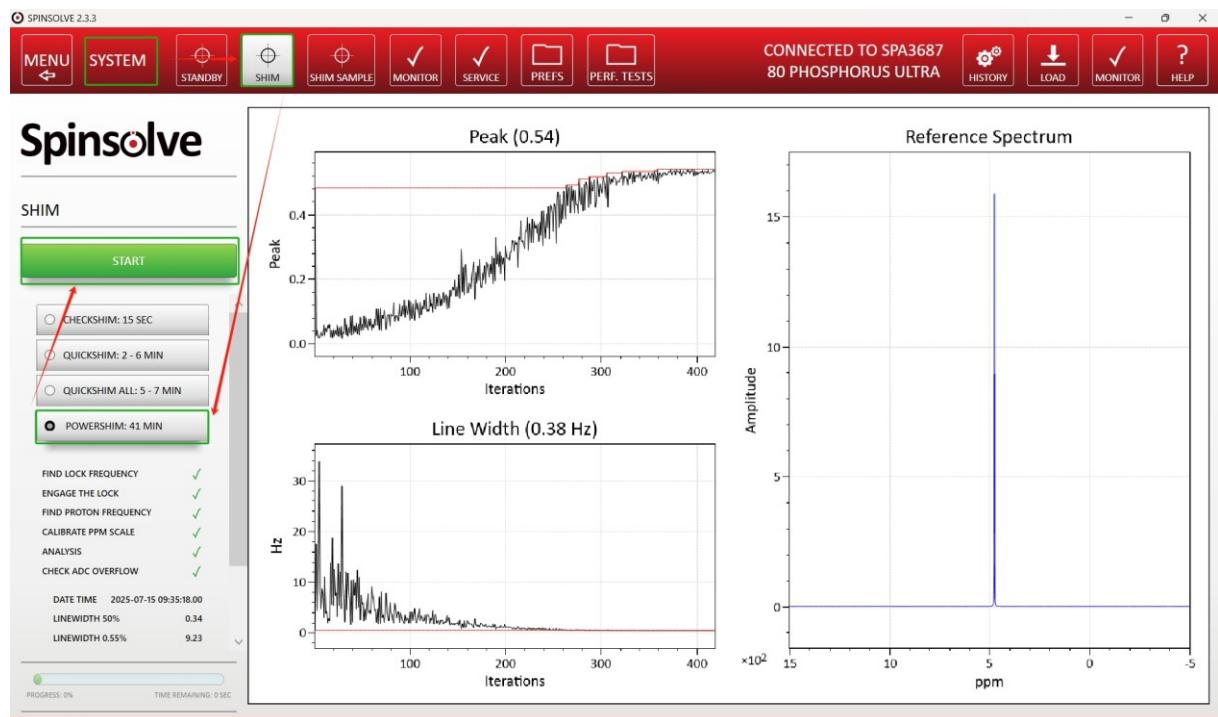


图 6-7

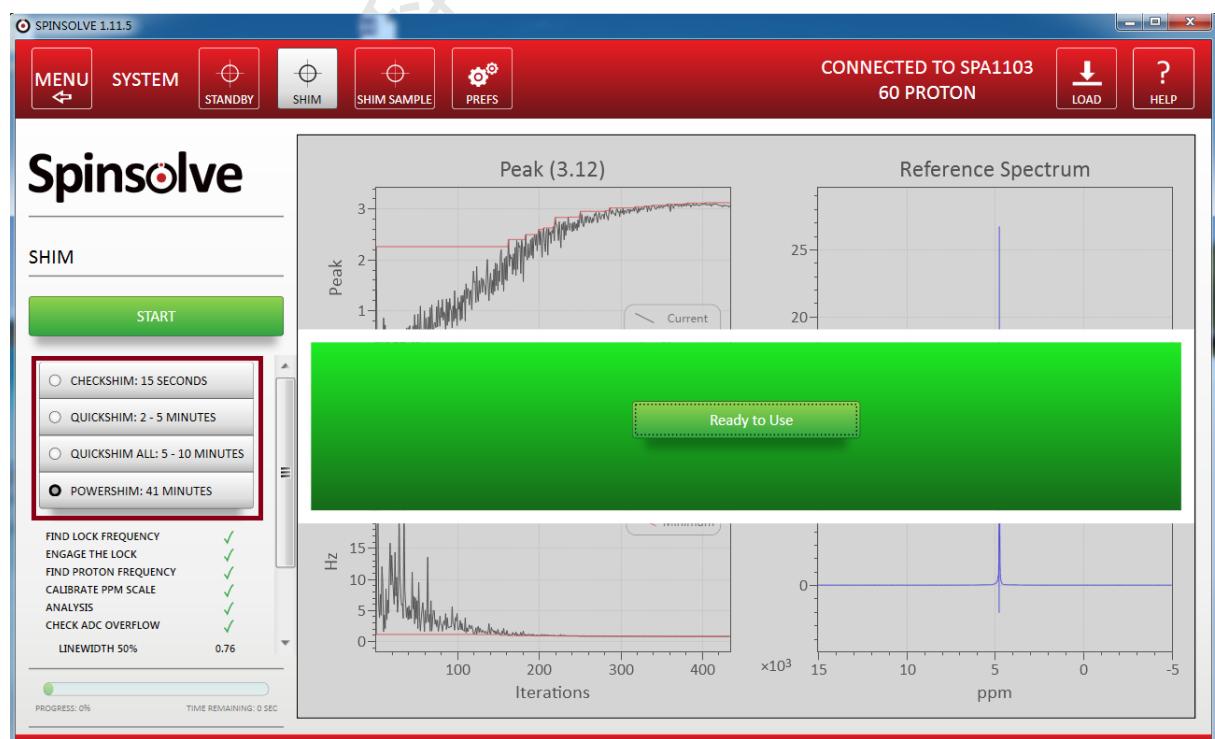


图 6-8

6.5.5 快速氢谱测试

(a) 将匀场样品取出, 放入待测样品 (其操作步骤参见图 6-6)。

(b) 在样品测试前可以选择对样品进行快速匀场 (图 6-9), 此步骤也可以省略。

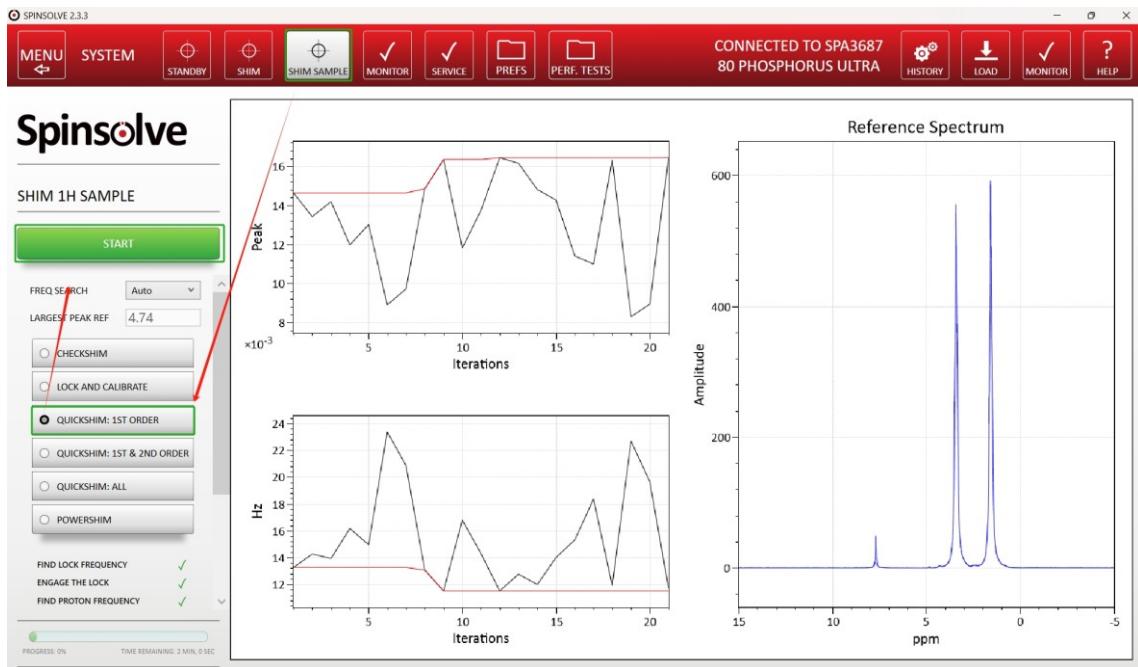


图 6-9

(c) 依次点击 MENU、1H、PROTON, 可以根据样品的浓度选择合适的扫描方式, 然后点击 START (如图 6-10), 扫描之后界面如图所示, 样品在每次扫描结束之后, 软件会刷新一次谱图, 如果用户在发现信噪比 SNR (Signal to Noise Ratio) 足够或谱图信号足够清楚之后, 可以选择手动停止: 点击红色的 STOP 按钮 (如图 6-11)。不一定要等到所有设定的扫描次数全部结束。

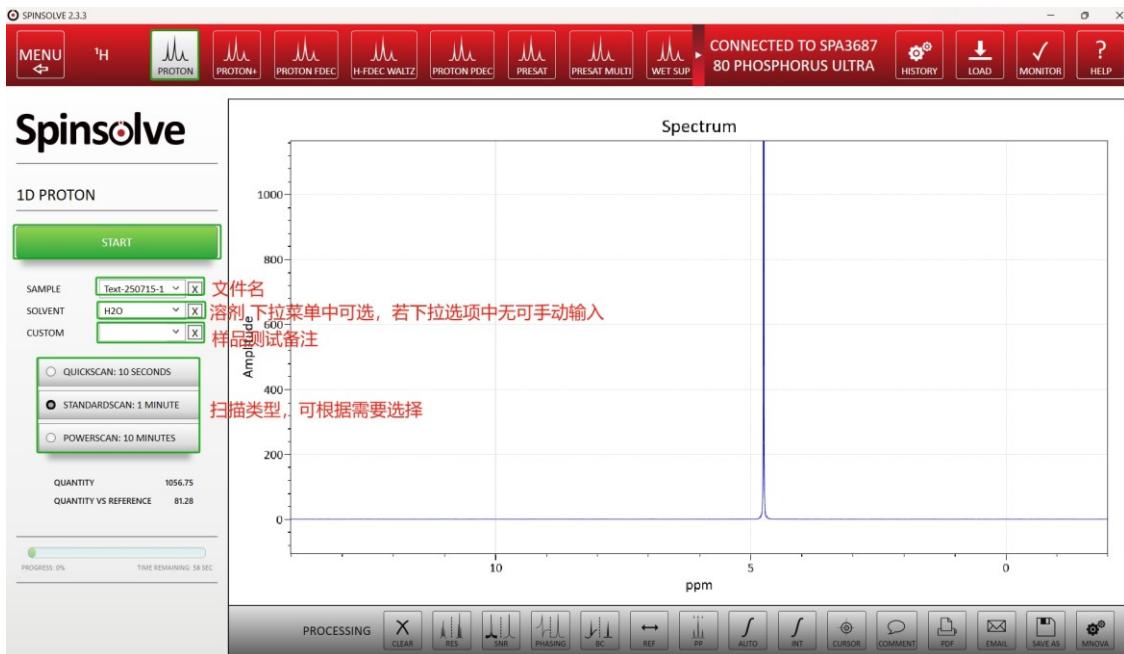


图 6-10

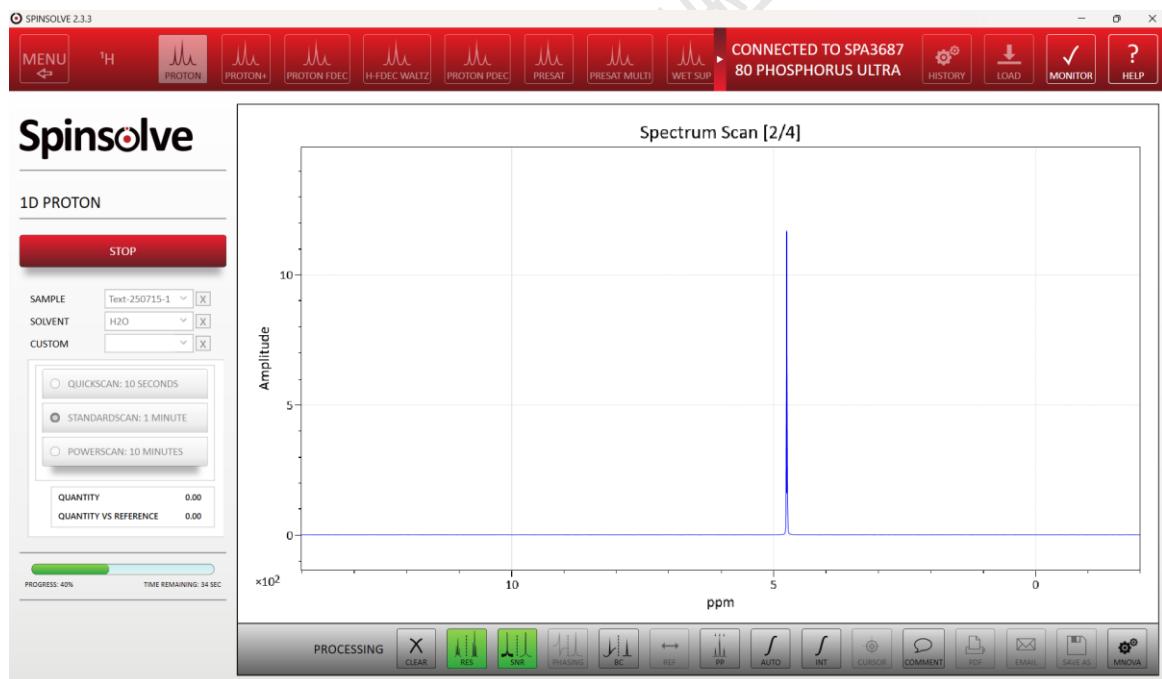


图 6-11

(d) 数据处理, 依次点击谱图正下方的 PROCESSING, 可对谱图进行处理, 显示绿色表明已完成该项处理 (如图 6-12)。点击右下角的 MNOVA 即可打开 MNOVA 软件, 也可采用此软件对谱图进行处理。

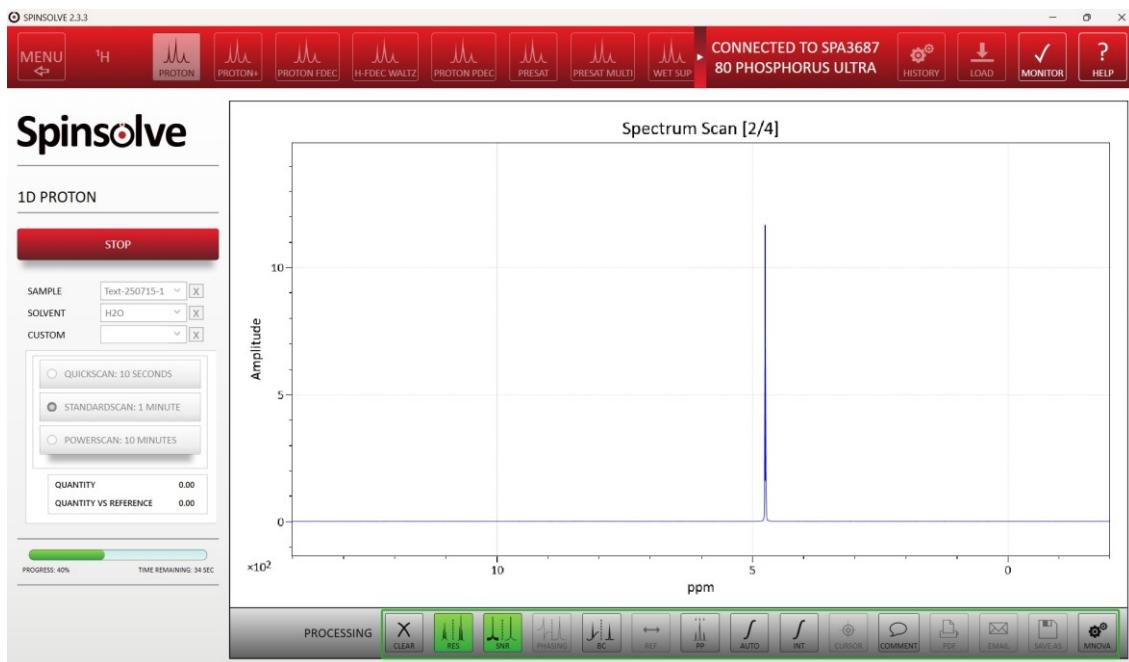


图 6-12

(e) 文件存储查看, 点击右上角的 HISTORY, 可以打开仪器所测谱图的历史界面, 对谱图进行筛选、打开等操作 (如图 6-13)。

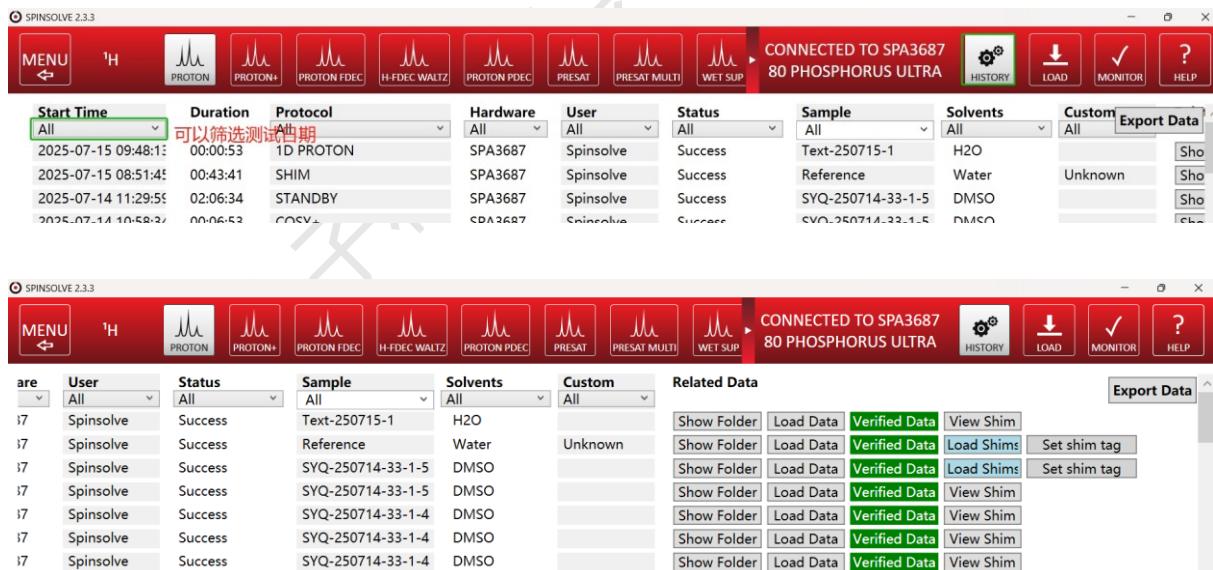


图 6-13

6.5.6 复杂氢谱测试

(f) 上样以及匀场步骤参见 6.5.3 和 6.5.4, 然后依次点击 MENU、1H、PROTON+, 可以选择调整部分参数, 进行氢谱测试 (如图 6-14), 如: SCANS, ACQUISITION TIME, REPETITION TIME, PULSE ANGLE。样品在每次扫描结束之后, 软件会刷新一次谱图,

如果用户在发现信噪比 SNR (Signal to Noise Ratio) 足够或谱图信号足够清楚之后, 可以选择手动停止: 点击红色的 STOP 按钮。不一定要等到所有设定的扫描次数全部结束。

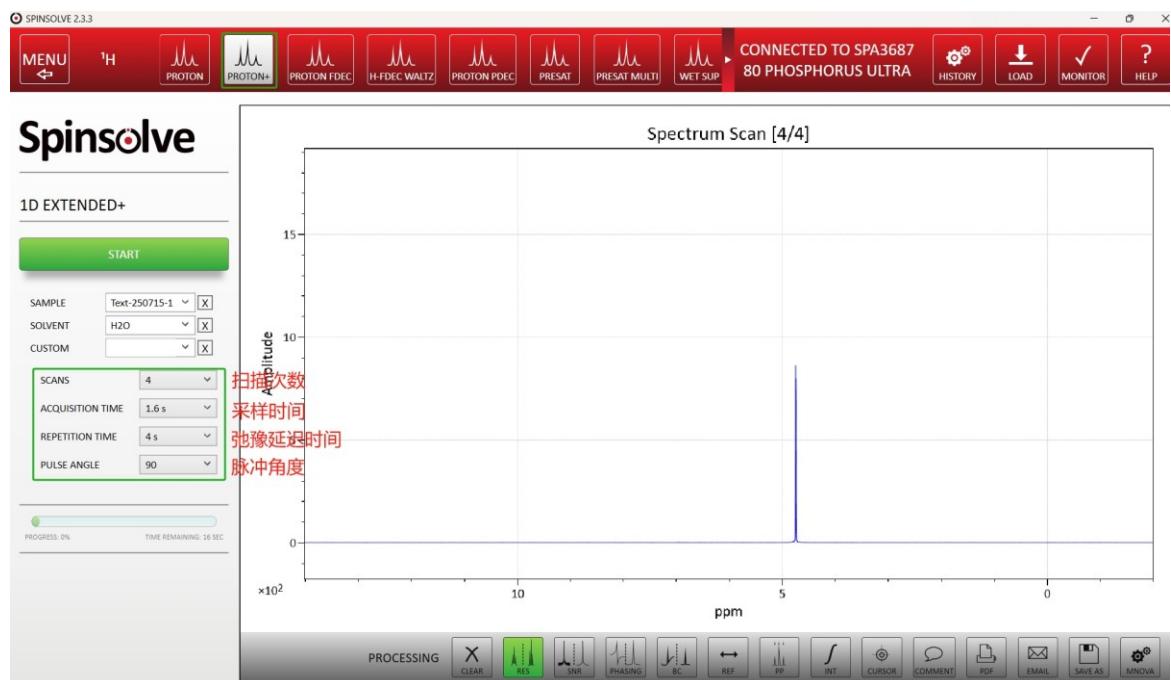


图 6-14

(g) 氟谱, 磷谱的操作与氢谱的操作类似。

6.5.7 溶剂峰压制测试

a) 对于只有一个溶剂峰的压制, 使用 H > PRESAT, 设置相关参数后, 点击 START 即可 (如图 6-15)。

FREQ SEARCH: 设置为 Auto;

AUTO START/AUTO END: 谱图扫描的起始和结束的化学位移;

SAT POWER(dB): 通常设置为-65;

SAT PERIOD(s): 通常设置为 3;

DUMMY SCANS: 通常设置为 2。

其他根据实际情况设置。

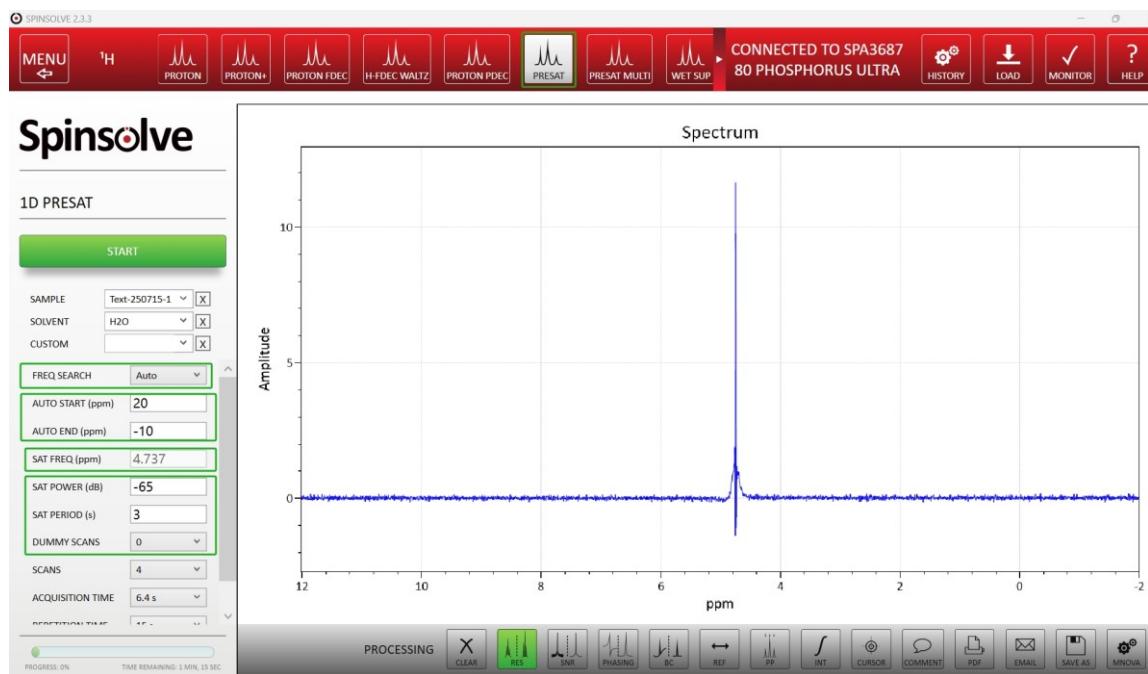


图 6-15

b) 对于 2 - 3 个溶剂峰的压制, 使用 H > PRESAT MULTI。FREQ SEARCH 设置为 Manual。首先使用常规的氢谱采集功能, 快速采集一张氢谱(可以设置扫描 1 次即可), 然后点击下方的 PP 按钮, 将溶剂峰的化学位移标记上, 并记录下来。然后进入 H > PRESAT MULTI。

SAT POWER(dB): 通常设置为-65;

SAT PERIOD(s): 通常设置为 3;

DUMMY SCANS: 通常设置为 2;

其他根据实际情况设置。

将化学位移输入进 SAT FREQ1/2/3。

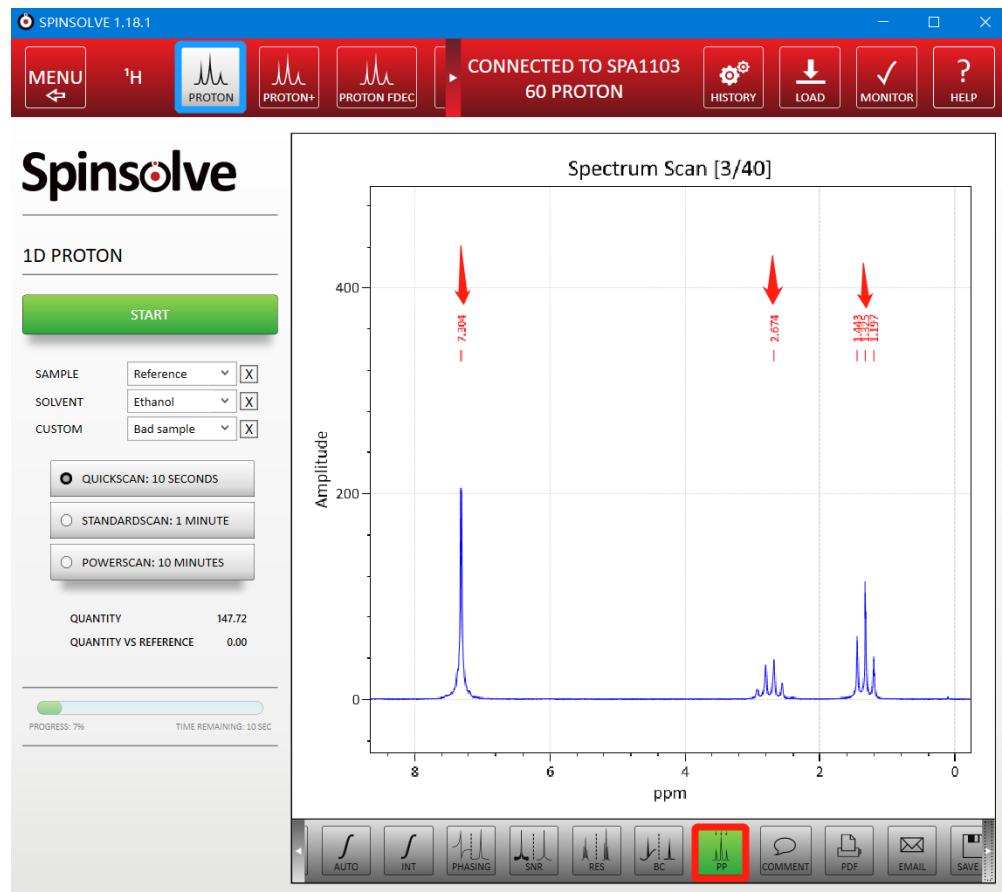


图 6-16

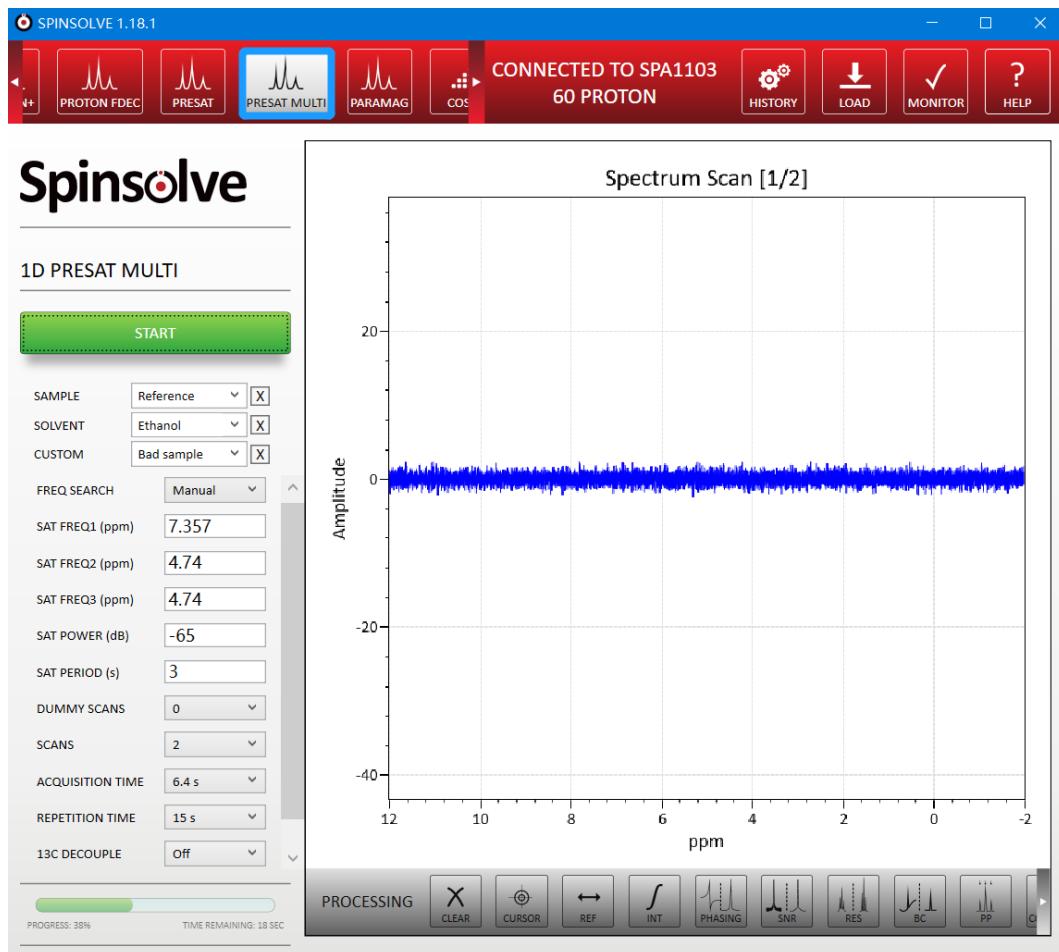


图 6-17

6.6. 实验结束后操作

试验结束, 取出样品, 并将匀场样品放入到仪器中, 登记并整理实验台。

7. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

核磁共振谱仪使用记录表

核磁共振谱仪使用记录								20__年	
日期 月.日	使用人 1~2 名	课题组 导师	实验命名 (Name) 导师名首字母-日期-样品-方法	检测方式		样品状态		实验内容 (Title) 检测核、方法	备注
				送样	自主	氘代溶剂	位置#		
04.11	张三、李四	王五	WW-190410-His-1H	√		CDCl ₃	01	¹ H 1D	样例
			WW-190410-His-COSY		√	10% D ₂ O	60	¹ H- ¹³ C COSY	依内容可多行

请注意：使用前先检查谱仪状况，一切正常方可操作；一旦开始实验，默认为使用前谱仪状况良好；使用过程中出现故障须立即联系技术员；测试后请及时取回样品。