

2024/12/5更新

凍結乾燥機 マニュアル

光電子分光分析研究室

連絡先 鈴木啓太

吉田すすか 内線6882

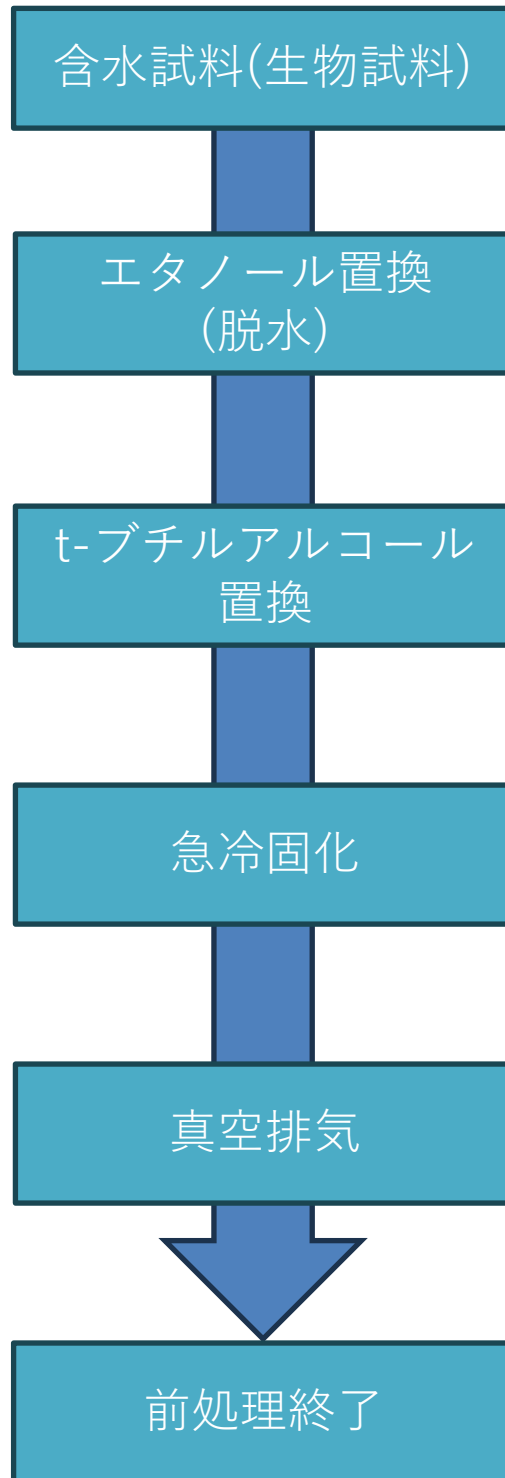
装置利用のルール

以下の項目を必ず守って下さい

- 研究室内は土足厳禁、飲食厳禁
- 装置の故障・不具合を見つけたらすぐに職員に連絡する
- 装置を乱暴に扱わない
- 一人で装置を使用する者は必ず職員から初回講習を受ける
- 研究室の物を勝手に持ち出さない
- 貴重品の管理は各自です
- 使用者する際は事前にスタッフに連絡すること
- 深夜早朝祝休日に使用してトラブルがあった場合、研究室入口ドアの横の緊急連絡先まで連絡し、職員の指示を仰ぐ
- 装置使用中の故障・トラブルは全て貴研究室が責任を負う事
- 学生は装置利用について自分の指導教官に必ず知らせておく

- 装置を使う際は必ずt-ブチルアルコールを使用して凍結乾燥を行なうこと
- ※ t-ブチルアルコールなしで使用すると常温に戻らないトラブルが起きます

t-ブチルアルコール凍結乾燥法



エタノール置換

【脱水操作】

(30% ⇒)50% ⇒ 70% ⇒ 80% ⇒ 90% ⇒ 99%のそれぞれの濃度で希釈したエタノールを作製する。

漬ける時間はそれぞれ10分～30分ほど。

1. 各濃度のエタノール水溶液を準備する。
2. 低濃度のエタノールに試料を10分～30分ほど浸す。
3. 低濃度のエタノールから試料を取り出し、すぐに次の濃度のエタノールに入れて10分～30分ほど浸す。
4. この操作を高濃度エタノールまで行なう。
5. 終了したのち、t-ブチルアルコール置換を行なう。

t-ブチルアルコール置換

1. t-ブチルアルコールの入った溶液を2つ用意する。
26°C以下で凝固するため、温めて融解する。

2. 試料を t-ブチルアルコールに2回浸す。
各30分ずつ計1時間浸す。
この間に凍結乾燥機の電源を入れ、
チャンバー内を-20°Cまで冷却して準備しておく。(凍結乾燥準備操作より)

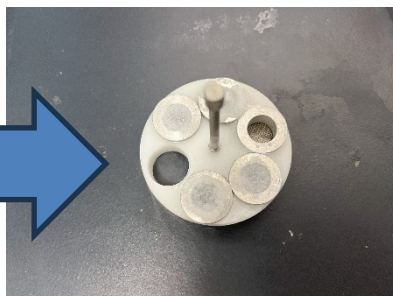


3. 凍結乾燥機からホルダーを取り出し、ホルダー内の試料皿内に試料を移す。

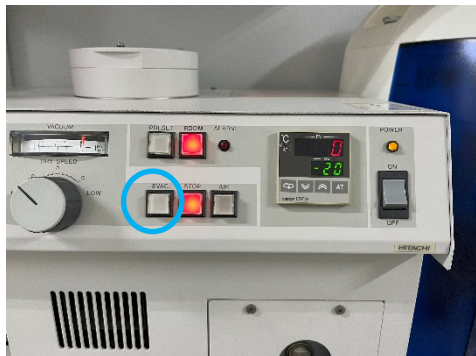
4. 試料が入っている皿を満たすくらい t-ブチルアルコールを入れ、液体窒素で急冷する。



5. t-ブチルアルコールが凝固しているのを確認したら凍結乾燥機の中に入れる。
表面が白くなっていれば凝固している証拠。

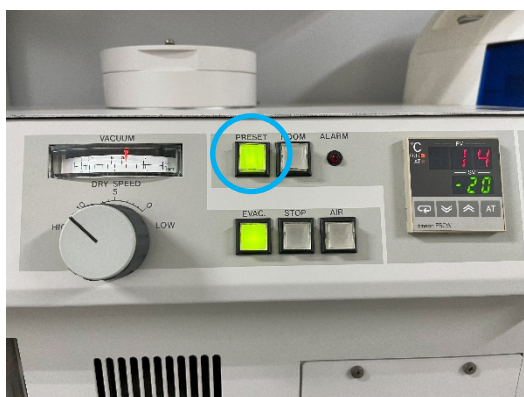


凍結乾燥の準備操作



1. 電源タップの電源を入れて、凍結乾燥機の電源を入れる。

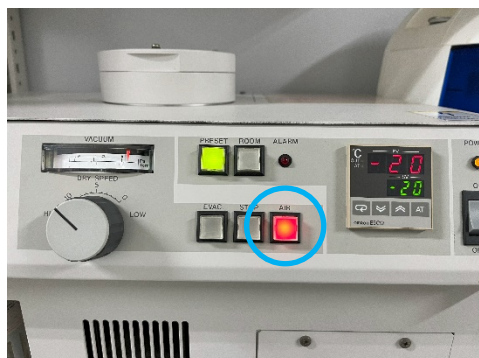
2. チャンバーのふたを閉めた状態でEVACスイッチを押し、試料室内の真空引きを行なう。



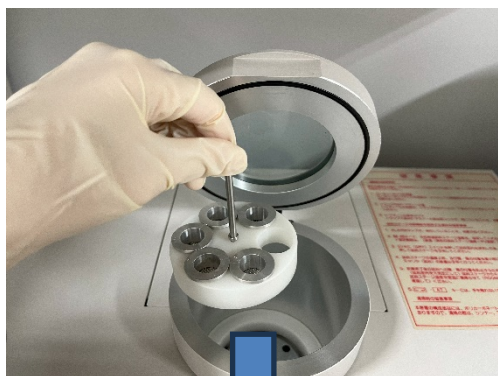
3. PRESETスイッチを押して、試料ステージ温度の制御を開始する。

t-ブチルアルコール置換中に準備しておく。

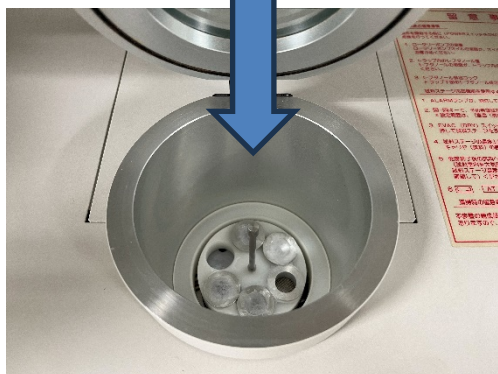
凍結乾燥の乾燥操作1



1. AIRスイッチを押し、試料室内を大気圧にする。



2. 上部にあるふたを開け、ホルダーを取り出し、t-ブチルアルコールと試料が入れて試料内に入れる。



3. チャンバーのふたを閉め、EVACスイッチを押し、試料室内の真空引きを行なう。



4. 13Pa以下になっていれば乾燥終了。

凍結乾燥の終了操作

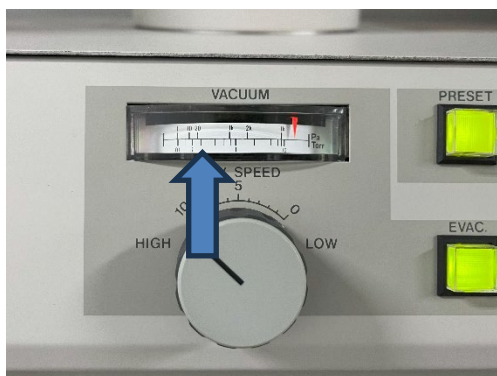


1. 乾燥終了後、必ずROOMボタンを押して試料室内を常温に戻す。

常温に戻らない場合はスタッフに連絡すること

2. 常温に復帰したらAIRスイッチを押し、試料を回収する。

試料皿をエタノールで綺麗にすること



3. チャンバーのふたを閉め、EVACスイッチを押し、試料室内の真空引きを行なう。

4. VACUUMのメーターの値が26Pa以下になったのを確認したら装置の電源を消し、電源タップの電源を消して終了。