

## Christ 冻干机的标准操作规程

1、仪器使用范围：本仪器用于样品的干燥及脱水保存。

### 2、操作前检查

(1) 确认冷凝室内没有冷凝水，放水阀已关闭

(1) 样品预冻：将样品放在搁板上，预冻 4 小时以上。

**注意：样品厚度均不能超过 1 cm。(若超过 1cm 则冻干时间成倍增加)**

### 3、操作步骤

(1) 打开主机电源开关，真空泵预热。进“手动””栏中的“查看/编辑数据”，设定预冻、真空泵预热、主干燥、后干燥、隔板温度、安全压力等的参数；隔板温度在冻干开始时设-60℃左右，不要让隔板加热，如温度设定过高则容易造成样品溶化。真空度设置在低于共晶点 10℃左右的真空度。

(2) 在“手动”窗口内选择“运行模式”中的“预冷”程序，按运行键使压缩机开始工作。

(3) 观察控制面板上冷阱温度显示，当冷阱温度降至零下 80℃以下时，将预备好的样品放置在搁板上，关上干燥室玻璃门；将样品放在搁板上，预冻 4 小时以上。

(4) 检查所有的外挂瓶橡胶阀，确认其处于关闭状态（大头向上）；检查仪器左侧的放水阀，确认其处于关闭状；

(5) 打开真空泵气镇阀，预热真空泵约 20—30 分钟；

(6) 关闭真空泵的气镇阀。在“手动”窗口内选择“运行模式”中的“主冻干”程序，机器自动打开电磁压力控制阀，使真空泵与系统连通，开始抽真空；进行冻干程序。

(7) 真空度降到 1mbar 以下时才可以挂上外挂瓶，旋转橡胶阀开关，大头向下打开，挂上外挂瓶。

(8) 终未干燥：降到极限真空度，关闭气镇阀，时间不宜超过 2 小时左右。

### 4、使用完毕注意事项

#### 4.1 关闭仪器顺序

- (1) 把真空泵气镇阀打开工作 30 分钟再关闭。
- (2) 先卸下外挂瓶，一只手扶着外挂瓶，旋转橡胶阀开关，大头向上关闭，放气取下外挂瓶。
- (3) 按下“待机”键，关闭压缩机，停止冻干程序。
- (4) 缓慢打开放水阀，缓慢顺时针旋转两圈，听到轻微的放气声时，等待气体进入。最后控制器上的真空值显示在 200mbar 以上时。可以稍微加大放气量，直至完全释放真空。取出样品，关闭真空泵，关闭主机。

#### 4.2 系统清理

干燥结束后，冷凝室必须化霜，腔体必须清洁或消毒，需用干净布擦净水份。除霜时，打开放水阀，从机器侧板箱伸出水管头处拉出水管，把水放在容器中，放水阀排出霜水。平常不使用时应保持冷井干燥，玻璃门不能关闭。

#### 4.3 特别注意

- (1) 玻璃门密封圈表面一定要保护好,千万不可碰伤,长期不用时,应将门打开;定期清洁密封圈并涂抹真空脂。
- (2) 真空泵要定期换油(首次使用 100 小时,其次使用 500 小时),根据泵油的颜色(黄和黑)或在机器上设定换油时间间隔确定何时换油。泵油要有以下特性:适中的粘稠度、高润滑性、高冒烟温度点等。
- (3) 正确使用真空泵的气镇阀的使用:当主干燥开始后,若水分多或有大量有机溶剂时,应打开真空泵的气镇阀,将从样品中抽出的水分或有机溶剂排走;否则应关闭此阀,以免过快流失泵油。
- (4) 判断干燥结束的方法:当样品温度探头实测的样品温度值与搁板温度的实测值相比接近或相等时,可以判断干燥已经结束。
- (5) 玻璃门不可以使用酒精等有机试剂擦拭。
- (6) 真空度传感器是易损品,放气速度过快易造成损坏,寿命取决于操作,保修期为 6 个月。