

ALPHA 1-2 冷冻干燥机操作指南

一. 预冻:

样品盘或圆底烧瓶盛装的液态样品需放在超低温冰箱中预冻。预冻温度取决于所做样品的冰点, $T_{\text{pre-freezing}} \approx T_{\text{freezing point}} - 10^{\circ}\text{C}$ 。如果冰点未知, 应在 -40°C 下冻2小时以上。最好过夜。

有两种冷冻方式:

(1)直接冷冻: 将样品放在搁板上, 搁板与样品应同时放在超低温冰箱中预冻。

(2) 圆底烧瓶或桶形冻干瓶盛装的液态样品需放在旋冻器或液氮中旋转冷冻,直至样品均匀地涂布在冻干瓶表面。

注意:以上两种冷冻方式, 样品厚度均不能超过 1 cm。

二. 准备仪器及使用仪器:

操作顺序: (1) 先打开真空泵, 预热约 20—30 分钟;

(2) 关闭泵, 将预冻好的样品和搁板从超低温冰箱中取出, 放在干燥室内;

(3) 检查所有的外挂瓶阀, 确认其处于关闭状态(大头向上);

(4) 检查仪器右侧的放水阀, 确认其处于关闭状态(置箭头于 close 处);

(5) 打开主机电源开关, 观察控制器上的冷凝室温度显示, 当冷凝室内的温度降至 -40°C 以下时, 打开真空泵;

(6) 观察控制器上的真空值显示, 当真空值降至 0.1mbar 以下时, 主干燥开始。

三. 结束实验及关闭仪器:

关闭仪器顺序:

(1) 先卸外挂瓶: 将橡胶阀**缓慢地**旋至关闭状态(大头向上),待放气声完全停止后,再拆下外挂瓶;

(2) 外挂瓶全部卸完后,关闭真空泵;

(3) 从任一橡胶阀口**非常缓慢地**向开启方向旋转阀门,听到轻微放气声时,停止等待气体进入. 观察控制器上的真空值显示,当真空值显示在 200mbar 以上时,可稍微增大放气量.直至与外界大气压平衡时,将全部阀门打开;

(4) 关闭主机,移走罩子(注意:一定要将罩子**反放**在垫子上),取出样品;

(5) 实验结束后,必须要对冷凝室进行除霜,用干净的布擦净腔内的水分,保持腔体内清洁;

(6) 从主机侧板上拉出排水管,接好容器,打开放水阀,将除霜水放净, 关闭放水阀。

四. 特别注意:

(1) 罩子的下密封表面一定要保护好,千万不可碰伤, 移走罩子时一定要将罩子**反放**在垫子上.长期不用时, 应将罩子**反放**在垫子上。

(2) 挂上一个外挂瓶以后, 应等待干燥腔内真空值稳定后, 再挂下一个外挂瓶, 以防止腔内气压升高导致样品融化;

(3) 真空泵的气体平衡阀的使用: 准备挂外挂瓶时, 将气体平衡阀关闭, 以提高真空度, 防止样品融化; 当主干燥开始后, 应打开气体平衡阀, 将从样品中抽出的水分放走; 待主干燥结束后, 应关闭气体平衡阀, 提高真空度并减少泵油流失。