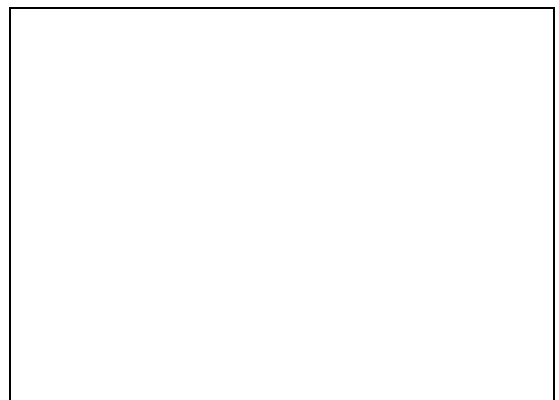


取扱説明書
極低温ミキサーミル CryoMill



翻訳

Retsch[®]

コピーライト

© Copyright by
Retsch GmbH
Retsch-Allee 1-5
42781 Haan
ドイツ

目次

1	取扱説明書について	7
1.1	安全標識に関する説明.....	8
1.2	一般的な安全注意事項.....	9
1.3	修理.....	10
2	確認書	11
3	テクニカルデータ	12
3.1	安全ロック.....	12
3.2	騒音.....	12
3.3	保護等級.....	13
3.4	定格出力.....	13
3.5	寸法と重量.....	13
3.6	所要設置面積.....	13
4	梱包、輸送、設置	14
4.1	梱包.....	14
4.2	輸送.....	14
4.3	温度変化・結露.....	14
4.4	設置場所の条件.....	14
4.5	設置.....	15
4.6	輸送用固定ボルトの取り外し.....	16
4.7	銘板の説明.....	20
4.8	電源接続.....	21
4.9	冷却剤供給管の接続.....	21
4.10	冷却剤供給管の取り外し.....	25
4.11	冷気放出.....	26
4.12	排気ホースの装着.....	26
5	装置の操作	27
5.1	装置の正しい使用方法.....	27
5.2	装置の外観と操作パネル.....	28
5.3	各部の概要.....	29
5.4	操作ボタン、操作パネル、機能.....	30
5.5	粉砕ジャーの装着.....	31
5.5.1	クライオミル用特殊粉砕ジャーの装着と取り外し.....	31
5.5.2	冷却ジャケットシーリングの装着.....	35
5.5.3	粉砕ジャー 4/2 x 5ml 用アダプターの装着.....	35
5.5.4	エッペンドルフ反応容器6 / 4 / 2 x 2 ml 用アダプターの装着.....	36
5.6	粉砕サイクルに関する説明.....	37
5.6.1	常温での粉砕.....	38
5.6.2	凍結粉砕.....	38
5.7	プログラム運転モード.....	39
5.7.1	プログラム設定なしの粉砕運転.....	39
5.7.2	プログラム設定ありの粉砕運転.....	40
5.7.2.1	プログラムの選択.....	40
5.7.2.2	プログラムの表示 - 粉砕パラメータ.....	40
5.7.2.3	プログラムの作成 / 変更.....	40
5.7.2.4	プログラムの消去.....	41
5.8	粉砕サイクルの設定.....	41
5.9	予冷時間の設定.....	42

5.9.1	時間設定可能な予冷プロセス	42
5.9.2	自動予冷	42
5.10	粉砕時間の設定	43
5.11	中間冷却時間の設定	43
5.12	粉砕振動数の設定	44
5.13	粉砕プロセスの開始	44
5.14	粉砕プロセスの中断と続行	45
5.14.1	粉砕プロセスの中断	45
5.14.2	粉砕の中止	45
5.15	粉砕プロセスの停止	46
5.16	運転時間の表示	47
5.17	操作ソフトウェアの表示	48
5.18	ヒューズ交換	49
6	操作手順	50
6.1	一般事項	50
6.2	粉砕プロセス	50
6.3	粉砕試料の仕込量と粒度	50
6.4	操作手順	52
7	安全機能とエラー表示	53
7.1	エラー表示	53
8	クリーニング、磨耗、保守	54
8.1	クリーニング	54
8.2	磨耗	54
8.3	磨耗部品	54
8.4	保守	54
8.5	点検	55
9	安全と労災防止に関する注記	56
9.1	一般事項	56
9.2	液体窒素取扱い時の安全に関する注記	57
9.3	酸欠	57
9.3.1	危険	57
9.3.2	原因	57
9.3.3	推奨事項	58
9.3.4	事故発生時の一般的な対応	58
9.4	低温火傷	58
9.4.1	危険	58
9.4.2	原因	58
9.4.2.1	飛沫による火傷	58
9.4.2.2	接触による火傷	59
9.4.3	推奨事項	59
9.4.4	液体窒素飛沫後の一般的な対処方法	59
9.4.4.1	眼中への飛沫	59
9.4.4.2	肌への飛沫	59
9.5	爆発の危険	59
9.5.1	危険	59
9.5.2	原因	59
9.5.3	推奨事項	60
9.5.4	事故発生時の一般的な対応	60

9.6	酸素の濃縮	60
9.6.1	危険	60
9.6.2	原因	60
9.6.3	推奨事項	60
9.7	機器の周辺	61
9.7.1	設置場所の環境	61
10	廃棄	62
11	索引	63

1 取扱説明書について

本取扱説明書は、本装置を安全に使用していただくための技術手引書です。本装置を設置、試運転、始動する前に、本書を熟読してください。

本書を読み、理解することは、装置の適切で安全なご使用のために欠かせません。

本取扱説明書には、修理情報は含まれていません。本書または装置についてご不明な点やご質問、また万一、装置が故障したり、修理が必要となった場合は、お買い求めの販売店またはRetsch GmbHまで直接ご連絡下さい。

装置についての詳細は、<http://www.retsch.jp>で該当製品のページをご参照ください。

改訂情報：

本書のバージョン 0002は、機械指令2006/42/ECに適合する「極低温ミキサーミル CryoMill」の取扱説明書の改訂情報を表しています。

変更

予告なく仕様を変更することがあります。

著作権

本書の開示や複製を禁じます。第三者に対する本書内容の開示や利用には、必ず株式会社レツチェの書面での承認が必要です。

違反した場合、法的措置をとることがあります。

1.1 安全標識に関する説明

本取扱説明書では、以下の安全警告が示されています。

安全警告に従わない場合は、**重傷**を負う恐れがあります。次の標示により、以下の警告を行います。

**危険の種類 / 人身障害****危険の原因**

- 留意しないと生じ得る危険
- **危険の回避方法に関する指示**

必要な措置に関する説明または指示には、次のマークも併用しています。



安全警告に従わない場合は、**軽傷または中程度の負傷**を負う恐れがあります。次の警告標示により、以下の警告を行います。

**危険の種類 / 人身障害****危険の原因**

- 留意しないと生じ得る危険
- **危険の回避方法に関する指示**

必要な措置に関する説明または指示には、次のマークも併用しています。



物的損害を及ぼす危険性がある場合、「注記」の表示により、以下の注意を行います。

注記**物的損害の種類****物的損害の原因**

- 留意しないと生じ得る物的損害
- **回避方法に関する指示**

必要な措置に関する説明または指示には、次のマークも併用しています。

注記

1.2 一般的な安全注意事項



注意

1.V0002

本取扱説明書を熟読のこと

本取扱説明書の指示に従わない場合

- 本取扱説明書の指示に従わないと、負傷につながる恐れがあります。
- **機器を使用する前に、本取扱説明書を熟読のこと。**
- **右のシンボルにより、本取扱説明書の参照を促します。**



対象者: 何らかの形で機器に関与する人物

本機はレッチェ社の最新の高性能製品で、最先端技術に基づいています。本取扱説明書をよく読み、本来の目的に従い取り扱うことで、操作の安全性が保証されます。

本機の所有者ならびに操作責任者は、機器の操作に従事する人々に以下を徹底する義務があります。

- 安全に関するすべての規則をよく読み、理解すること。
- 操作の前に、当該対象者に関連する取扱い上の説明や規則を学ぶこと。
- 本機の取扱説明書をいつでも問題なく閲覧可能にしておくこと。
- 新任者は機器の運転を開始する前に、専門知識のある人から口頭による導入教育を受けるか、本取扱説明書を読むことにより、本来の目的に沿った安全な取扱いを学ぶこと。

不適切な操作は、人身事故、物的損害及び怪我の原因となります。本機の所有者は、自己と社員の安全に責任を負います。

関係者以外を機器に近付かせないでください。



注意

2.V0015

機器の改造

- 機器の改造は、人体に危害を与える恐れがあります。
- **機器の改造を禁じます。レッチェ社製の純正スペアパーツや付属品のみを使用してください。**

注記

3.VH0001

機器の改造

- 機器の改造により、レッチェ社が保証した欧州指令への適合性は効力を失います。
- その場合、製品保証の要求にも応じかねます。
- **機器の改造を禁じます。レッチェ社製の純正スペアパーツや付属品のみを使用してください。**

1.3 修理

本取扱説明書には、修理情報は含まれていません。ご自身の安全のため、修理は必ず株式会社レッチェ、またはレッチェ指定の修理業者にお任せください。

修理の場合には、以下にご連絡下さい。

株式会社レッチェ
ご購入の販売店
Retsch GmbHに直接連絡

お客様の保守サービスアドレス:

--

2 確認書

本取扱説明書には、本機の操作と保守に関して厳守すべき基本的な注意事項が記載されています。操作者はもちろんのこと、適格な操作責任者が、本機の使用を開始する前に必ず本書の説明を読んでください。本取扱説明書は、使用現場に常備し、いつでも閲覧可能となるように保管します。

本機の使用者は、システムの操作と保守に関する十分な指導を受けたことをここに証し、操作責任者（所有者）に確認します。使用者は、渡された本取扱説明書を熟読し、本機を安全に操作するために必要な情報をすべて取得し、本機に関する十分な知識を習得しました。

所有者または操作責任者は、法的防護策として、本機の操作に関する指導を受けたことを従業員に確認させてください。

本取扱説明書の全章ならびに全ての安全注意項目と警告を読み、確認しました。

使用者

氏名

役職

日付、署名

管理責任者または操作責任者

氏名

役職

日付、署名

3 テクニカルデータ

3.1 安全ロック

実験用粉碎機 クライオミルの駆動部はカバーにより遮断されます。
本機はカバーを閉じた状態でないと作動しません。

3.2 騒音

ノイズレベル:

ノイズレベルは試料の特性により異なります。

例 1:

音響パワーレベル L_{WA} = 71,4 dB(A)

等価騒音レベル L_{pAeq} = 61 dB(A)

操作条件:

粉碎ジャー:	ステンレス製 (50 ml) x1
粉碎ボール:	ステンレス製 (25 mm) x各1
試料:	石英 約4.0 - 6.0 mm
試料投入量:	8 ml
振動数:	25 Hz

例2:

音響パワーレベル L_{WA} = 76 dB(A)

等価騒音レベル L_{pAeq} = 65 dB(A)

操作条件:

粉碎ジャー:	ステンレス製 (5 ml) x 4
粉碎ボール:	タンクステンハイト製 (8 mm) x各2
試料:	石英 約1.0 - 1.5 mm
試料投入量:	1.5 ml
振動数:	25 Hz



注意

聴覚障害の危険

試料の種類、使用する粉碎ボールの数、設定粉碎振動数および粉碎時間によっては、高レベルの騒音が発生することがあります。

- 長時間高レベルの騒音にさらされると、一時的または継続的に難聴になる恐れがあります。
- 適切な防音対策を施すか、保護具を装着すること。



3.3 保護等級

IP30

3.4 定格出力

260 W

3.5 寸法と重量

高さ：373～約630 mm（カバーを開いた状態）

幅：395 mm

奥行：577 mm/ 710 mm（排気管付き）

重量：約46 kg（粉碎ジャーなし）

3.6 所要設置面積

設置面積: 620 mm x 720 mm

4 梱包、輸送、設置

4.1 梱包

通常想定される輸送に適した梱包です。

注記

4.H0001

梱包材の保管

- 修理などで返送する際の不適切な梱包による機器の損傷については、責任を負いかねます。
- 機器の梱包材は、保証期間終了までは保管してください。

4.2 輸送

注記

5.H0017

輸送

- 電氣的・機械的損傷の原因になることがあります。
- 機器を乱暴に取り扱って衝撃や振動を加えないでください。

4.3 温度変化・結露

注記

6.H0016

温度変化

機器は航空輸送などで、急激な温度変化にさらされることがあります。

- 結露により、電氣的損傷の原因になることがあります。
- 機器を結露から保護すること。

4.4 設置場所の条件

周囲温度: 5°C ~ 40°C

注記

7.H0021

周囲温度

- 電氣的・機械的損傷の原因となったり、性能データが不明な範囲で異なってくる場合があります。
- 許容温度範囲を超えないこと（周囲温度: 5°C ~ 40°C）。

湿度:

温度 31°Cまでの最高相対湿度80%と、40°Cでの相対湿度50%を結んだ直線以下であること。

注記

8.H0011

湿度

- 電氣的・機械的損傷の原因となったり、性能データが不明な範囲で異なってくる場合があります。
 - **許容湿度範囲を超えないこと。**
-

4.5 設置

設置場所の高度：海拔最高2000 m

注記**物的損害**

液体窒素出口から、非常に冷たい蒸気流が放出されます。

- この蒸気流は、対象物を極度に冷却することがあります。それにより、室内空气中の湿気が結露します。
 - **液体窒素出口 (B) の上部は、室内高さに至るまで空けておくこと。**
-

注記

9.H0004

設置

- 機器の運転状況によっては、軽い振動が生じることがあります。
 - **必ず水平で平らな床に機器を設置して下さい。振動の伝わらないしっかりした床であること。**
-

注記

10.H0002

設置

- いつでも機器の主電源を切れるようにします。
 - **電源ケーブルの差込口に容易に手が届くように設置してください。**
-

4.6 輸送用固定ボルトの取り外し

注記

N1.0018

輸送用固定ボルト

輸送用固定ボルトを取り付けずに輸送、または取り付けのまま運転することによる危険

- 機械部分が破損する原因になります。
- 輸送用固定ボルトを取り付けて、装置を輸送してください。
- 取り付けられている輸送用固定ボルトを外してから、装置を運転してください。

- 本機を安定性のある、しっかりしたテーブルの上に置いて下さい。
- ネジ (TA) に手が届くよう、本機をテーブルの端から注意深く引き出して下さい。

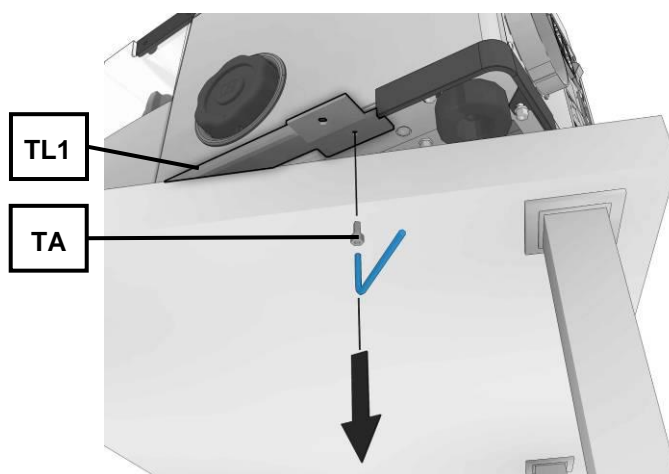


図1: 輸送用固定具の取り外し

- ネジ (TA) を六角レンチで取り外します。

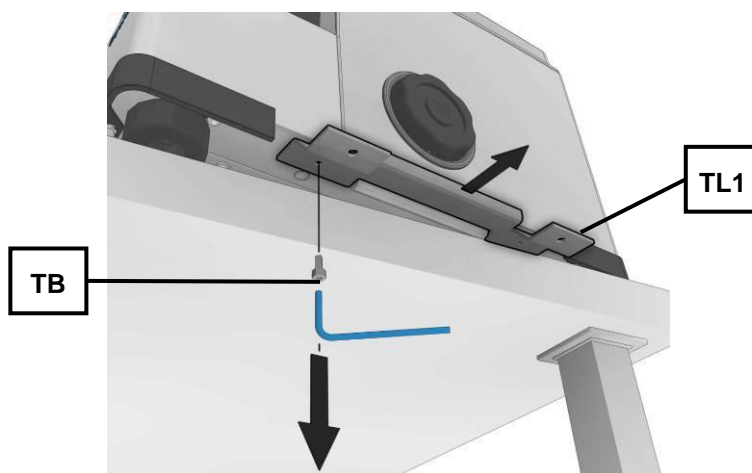


図2:

- ネジ (TB) を取り外せるよう、機器を表示方向に引きます。
- 2本めのネジ (TB) を取り外し、輸送用固定具 (TL1) を取り除きます。

注記

輸送用固定具、ネジおよび輸送用保護具は、後で再び輸送する時に備えて保管して下さい。

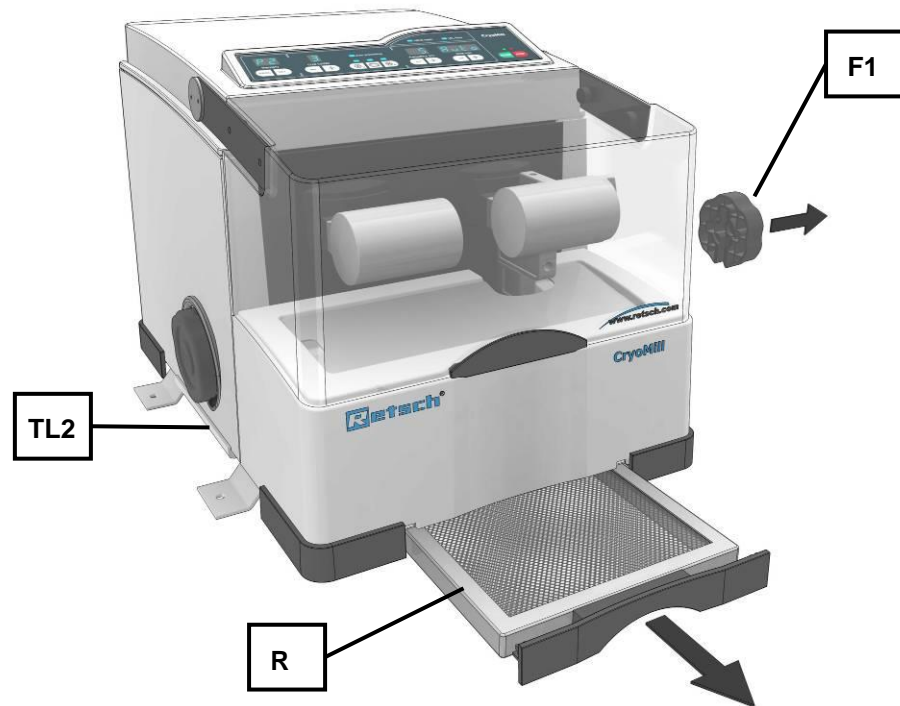


図3: 結露回収フィルターを引き出す

- 結露回収フィルター (R) を機器から完全に引き出します。
- 輸送用固定具 (TL1)を取り外した側から、解除サポート (F1) を取り外します。
- 柔らかく清潔な下敷き (U) を機器の側面に敷きます。
- 輸送用固定具 (TL1)を取り外した側を下にして、機器を横に倒します。

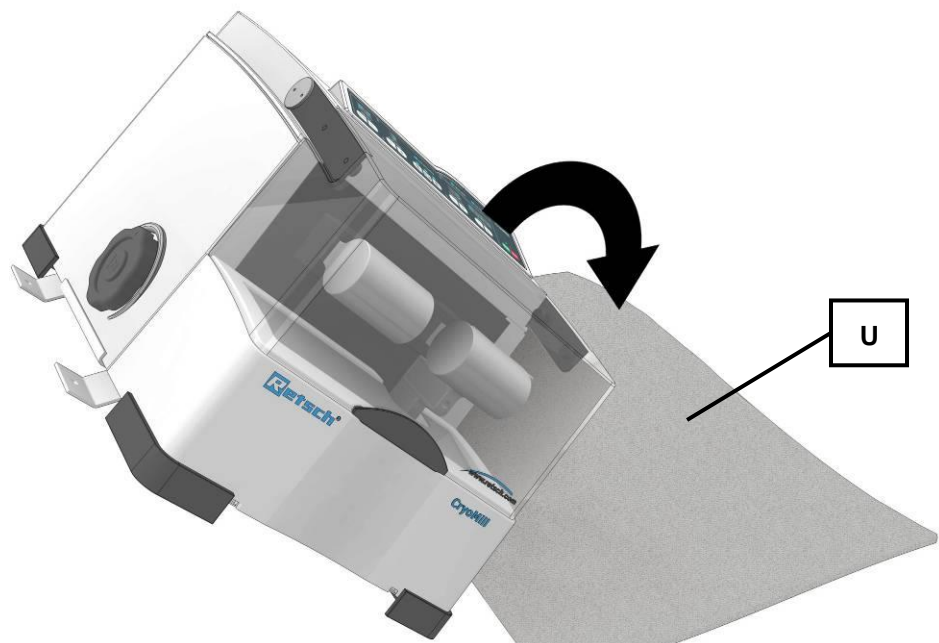


図4: 機器を横倒す

機器の底部に、矢印で表示された輸送用保護具 (TS) があります。

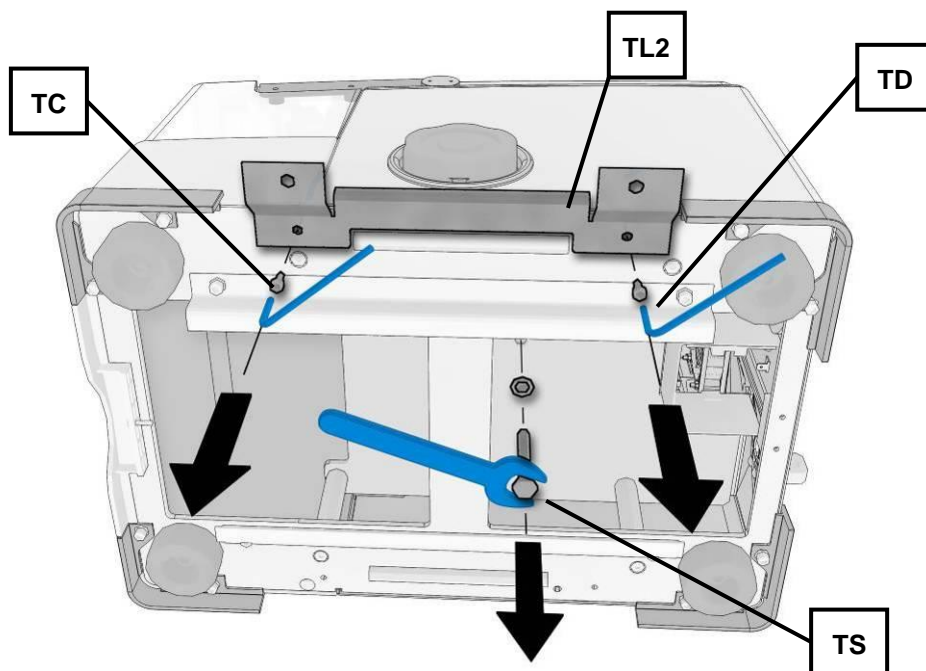


図5: 輸送用保護具の取り外し

- ネジ (TS) を緩めて取り外します。
- 両側のネジ (TC) と (TD) を緩めます。
- 輸送用保護具 (TL2) を取り外します。

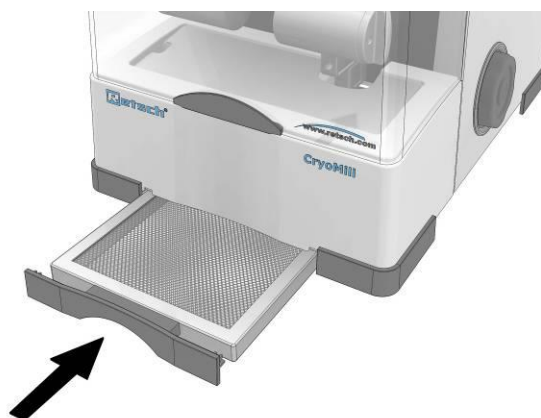


図6:

- 結露回収フィルター (R) を再び装着します。

注記

輸送用固定具、ネジおよび輸送用保護具は、後で再び輸送する時に備えて保管して下さい。

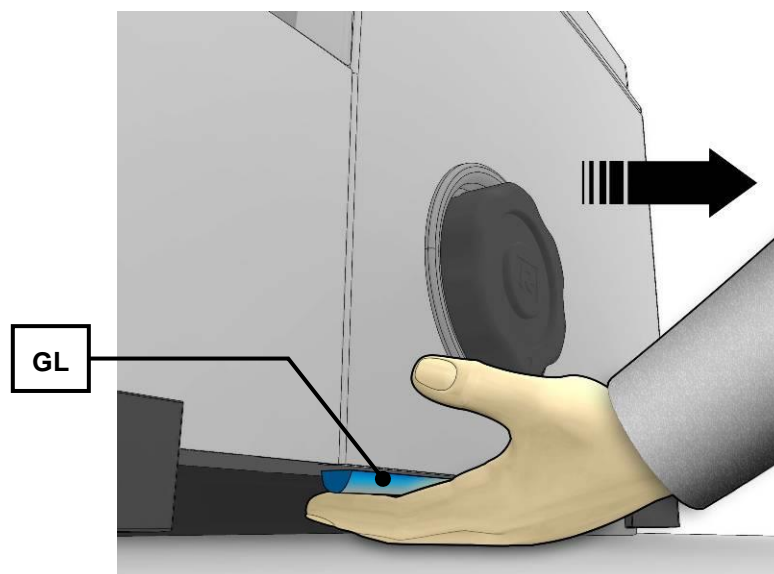


図7: グリップ

機器底部の両側にグリップ (GL) があります

- 機器を動かす際には、グリップ (GL) を使って下さい。

4.7 銘板の説明

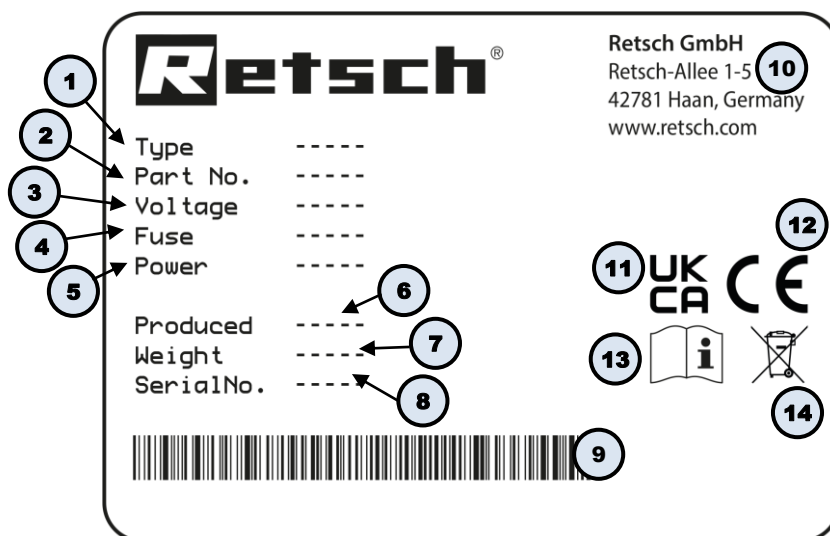


図8：銘板の説明

- 1 装置名称
- 2 製品コード番号
- 3 電圧，電源周波数
- 4 ヒューズ規格・ヒューズ強度
- 5 電力，アンペア数
- 6 製造年
- 7 質量
- 8 シリアル番号
- 9 バーコード
- 10 メーカー住所
- 11 欧州安全規格UKCAマーク
- 12 欧州安全規格CEマーク
- 13 安全性に関する警告：本取扱説明書を読むこと
- 14 廃棄マーク

① ご質問の際には、装置名称 (1) 又は製品コード番号 (2) と共に、装置のシリアル番号 (8) を明記してお問合せください。

4.8 電源接続

警告

ケーブルを主電源につなぐ際には、設置場所に適用される規制に適合する仕様の分電盤ブレーカーを使用すること。

- 機器に必要とされる電圧と電源周波数の詳細は、銘板をご覧ください。
 - 供給電源が機器の指定電源に適合するかを確認してください。
 - 同梱の接続ケーブルで機器を主電源に接続します。

分電盤ブレーカーの必要最低電圧は、T6.3A (230V) T8A (100/120V) です。

警告

W0002

感電の危険性

- 感電により火傷を負ったり、心拍異常を来したり、呼吸停止や心停止に陥ったりすることがあります。
- 破損した電源ケーブルは決して使用しないでください。
- 電源ケーブルを接続する前に、傷がないかをチェックしてください。

注記

11.H0008

電源接続

- 電氣的・機械的損傷の原因になることがあります。
- 銘板の仕様データに従ってください。

4.9 冷却剤供給管の接続

注意

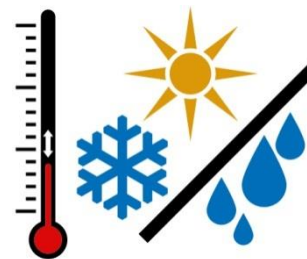
管の詰まり 氷結

- 輸送や空調によって室内や周囲の気候が変わると、周囲空気中の水蒸気が装置の部品の表面で凝結することがあります。航空機で装置を輸送した後は、特にこれが当てはまります。

- 氷や異物により管が詰り、運転異常を来すことがあります。

- 冷却システムと吸気管は常に乾燥した状態に保ち、また、異物が侵入しないようにしてください。

- 粉碎ジャーが湿ったり霜に覆われたりしている場合は、使用しないでください。



- 装置を長期間使用しない場合は、凍結ジャケットシーリング (KA) を配置してください。
- 装置を運転する空間では、空調状態をできるだけ一定に保ってください。
- 装置が置かれている空間の空調状態に変動があった場合は、周囲温度に慣れるために24時間ほど置きます。
- 装置を無人で運転してはなりません。必ず監督者が付いて運転してください。

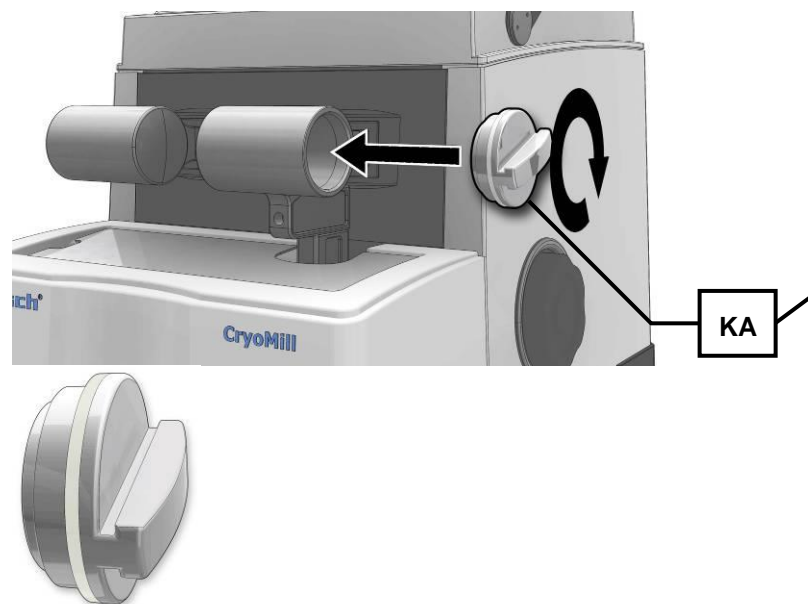


図9: 冷却ジャケットシーリング

注記

機器の破損

適用外の冷却剤の使用

- 液体窒素以外の冷却剤を使用した場合、冷却装置の密閉度が損なわれます。
- 本機の冷却剤には、液体窒素 (LN2) のみを使用してください。

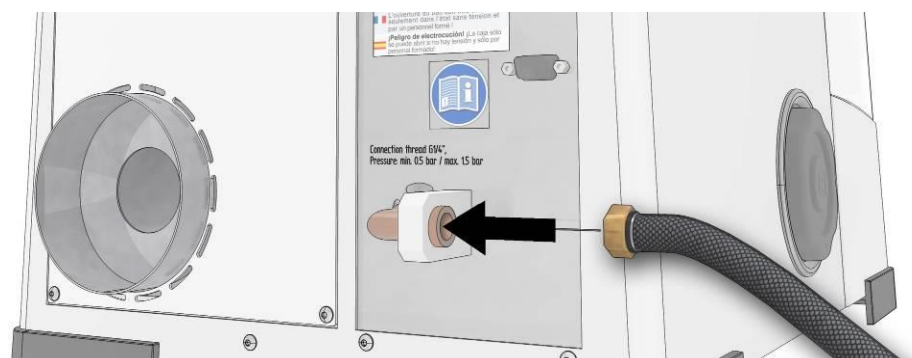


図10：冷媒用ホースの接続

注記

液体窒素の容器を再充填した後は、少なくとも12時間（ホースが完全に乾燥するまで）待つてから、容器を CryoMill に接続してください。ホース内の水分や着氷によって、冷却装置の弁が詰まるおそれがあります。

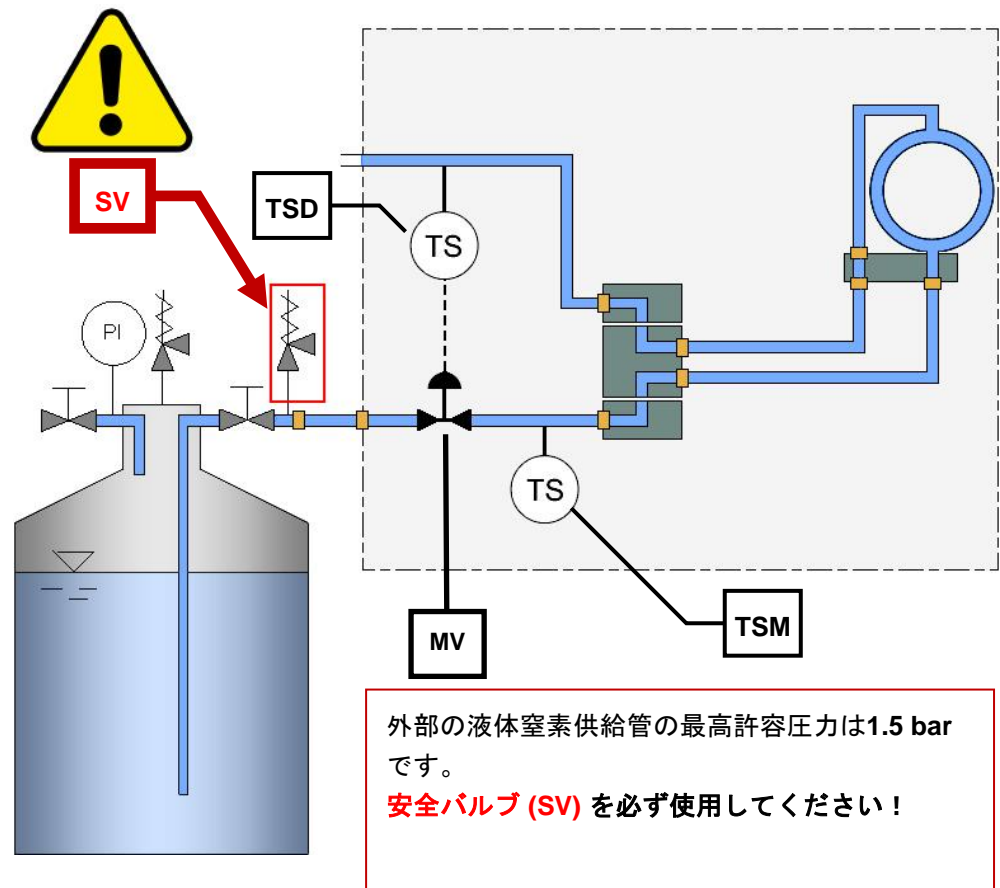


図11: 冷却装置図解

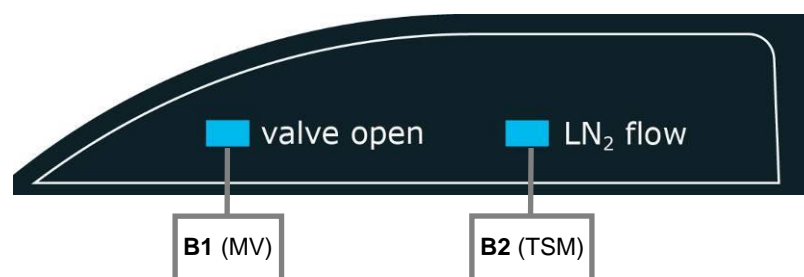


図12: LED表示

LN₂出口部に設置された温度センサー (TSD) がマグネットバルブ (MV) を制御します。マグネットバルブ (MV) が開いているときは、LED (B1) が点灯します。マグネットバルブの下流にある温度センサー (TSM) が、液体窒素がクライオミル内に流入しているかどうかを検知します。液体窒素が冷却装置に流入している場合、LED (B2) が点灯します。

注意

機器が極めて低温状態にあるときは動かさず、冷却剤接続部 (N) に力を加えないこと。機器が極めて低温状態にある限り、冷却剤供給ホースを動かさないこと。

 **注意****外傷および凍傷の危険****供給ホースの破裂**

- 機器の運転状況によっては、液体窒素が供給ホース内に閉じ込められている場合があります。加熱により、供給ホースの破裂を招く場合があります。
- **液体窒素供給管の最高許容圧力は1.5 barです。安全バルブ (SV) を必ず使用してください！**

液体窒素 (LN2) 用接続には、G 1/4 インチ ネジコネクター を使用しています。

液体窒素供給管内の操作圧は、少なくとも0.5 barとして下さい。液体窒素供給管の圧力が低いほど、予冷時間が長くなります。供給管の圧力が0.5 barでシステムが室内温度にある場合、約10分の予冷時間が必要です。アプリケーションにより、10リッターの液体窒素で最高4回の粉砕が可能です。

冷却時間中は常に、冷却された全部品に室内の気湿が氷層 となり付着します。

冷却終了後は、その結露 が結露回収フィルターに落下し蒸発します。

 **注意****外傷および凍傷の危険****無制御な液体窒素の放出**

- 液体窒素が無制御に放出した場合、外傷の危険があります。
- **即座に液体窒素の供給を停止すること！**

注記

環境温度、大気中の湿度、使用時間により、結露回収フィルターから少量の水 droplet が落ちることがあります。

4.10 冷却剤供給管の取り外し

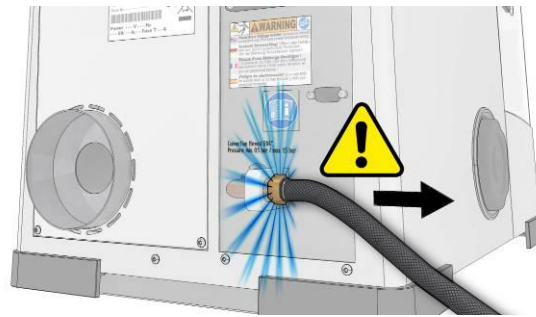


図13: 液体窒素供給管の取り外し

 **注意**

安全のため、液体窒素供給管を取り外す前に、必ず圧抜きを行ってください。

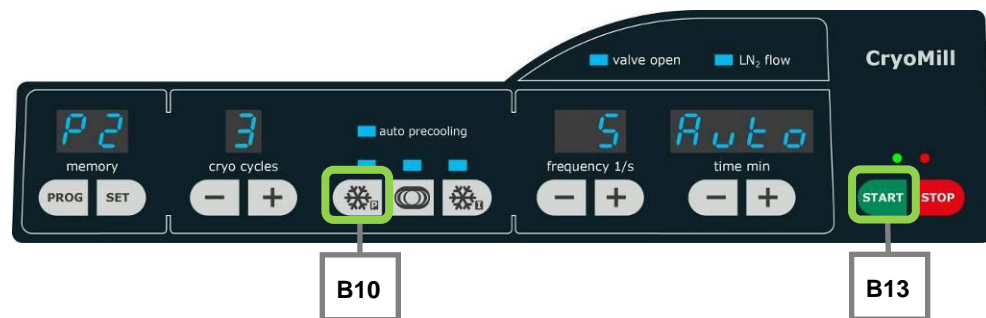


図14: 圧抜き

- プレス予冷（B10）は、直接STARTボタン（B13）が続きます。
2秒間両方のボタンを押したままにします。
- ボタンを押し続けている間、マグネットバルブは開いています。

4.11 冷気放出

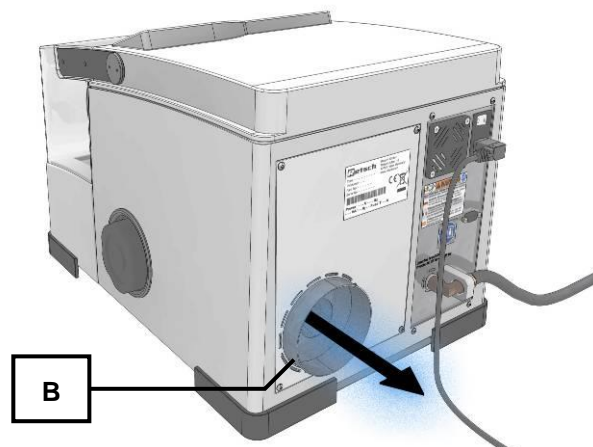


図15: 窒素ガス放出口 (B)

⚠ 注意

目や皮膚の外傷の危険

窒素ガス放出口

- 液体窒素の温度は $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ です。皮膚や目などに接触する事で火傷や凍傷などの怪我をする危険性があります。
- 窒素ガス放出口 (B) に身体の一部を近づけないでください。

4.12 排気ホースの装着

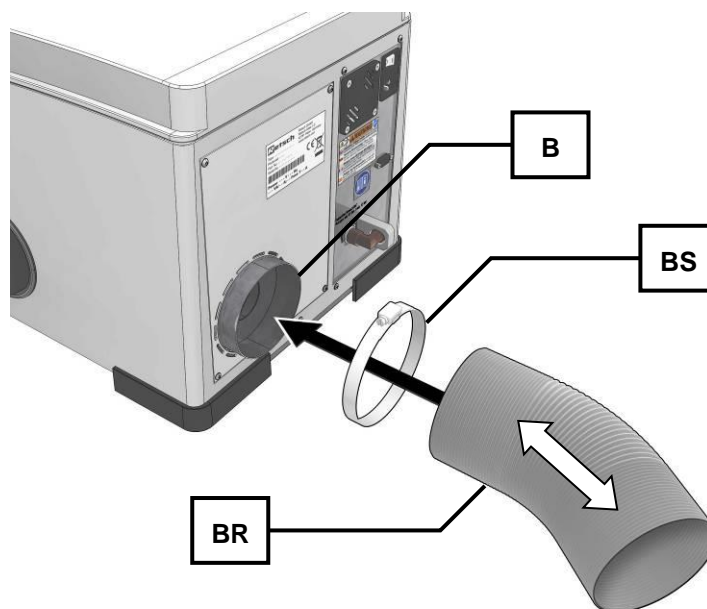


図16: 排気ホース

- 排気ホース (BR) をクランプ (BS) で放出口 (B) に固定する。
- 排気ホース は最長1 mまで伸ばすことが可能です。

5 装置の操作

5.1 装置の正しい使用方法

対象者: 所有者、操作員

機種: クライオミル

本機は実験用粉碎機で、特に丁寧な粉碎とホモジナイジングに適しており、熱に敏感な材料、柔らかい材料、繊維質の材料、硬い材料、脆い材料の乾式及び湿式粉碎に対応しています。クライオミルは、ステンレス保護ジャケット付きネジ式特殊粉碎ジャー（標準粉碎ジャーではない）用のみ設計されています。粉碎ジャーの種類により、同時に最大6試料までの高速かつ微細な粉碎が可能です。

粉碎ジャーの容量:

- 50ml;
- 35ml;
- 25ml;
- 10ml;
- 4 x 5ml アダプター付
- 6 x 2ml エッペンドルフ容器

密閉空間にて粉碎が行われるので、ロスなく試料が回収できます。クライオミルは、粉碎時間が極めて短く、最終粉碎粒度が微細であるため、あらゆるスペクトル解析用試料の準備にも最適です。

粉碎時間と試料特性により、最小5 µmまでの最終粉碎粒度が可能です。

最適な試料投入量は、粉碎ジャー容量の1/3が目安です。但し、ウール、木の葉、ガラスなど、粉碎後に嵩比重が著しく減る試料に関しては、投入量は容器容量に対し、70 - 80%の充填率が必要です。

注記

12.H0007

機器の用途

- 本機は理化学用に設計されており、8時間作業では30%の稼働率で運転できます。
 - 本機は生産に使用したり、長時間連続して使用してはいけません。
-

5.2 装置の外観と操作パネル

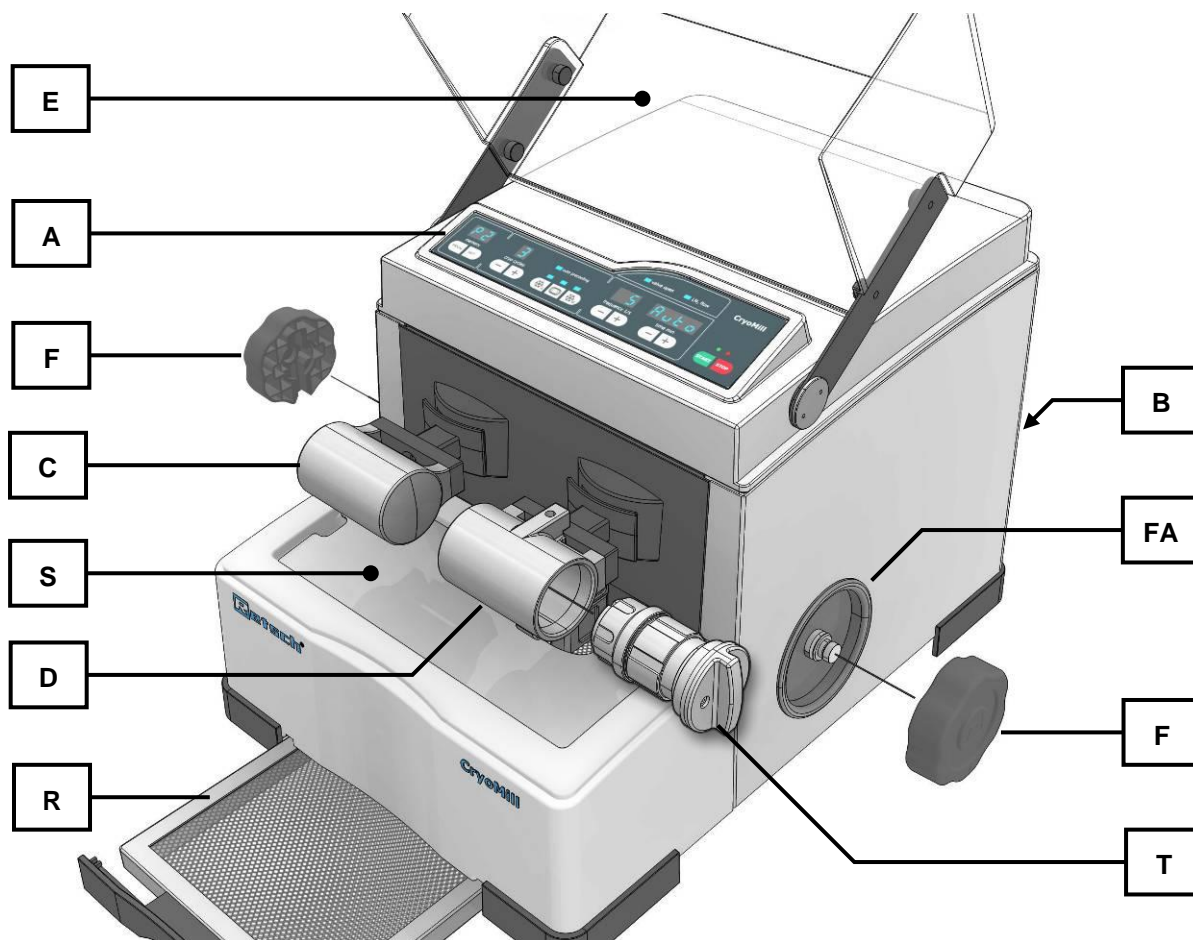


図17: 正面図

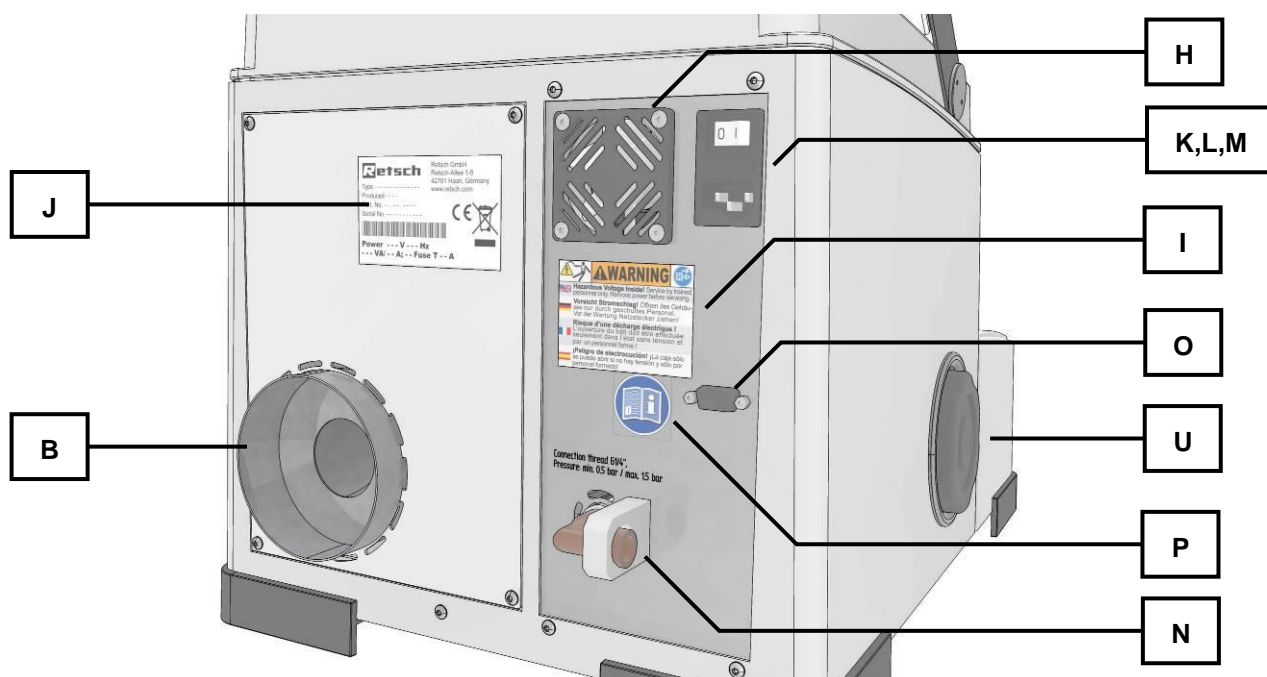


図18: 背面図

5.3 各部の概要

記号	名称	機能
A	操作パネル部：詳細は下記参照	粉碎時間、振動数の設定、及び装置の始動・停止を行う
B	窒素ガス放出口	窒素ガス用放出口
C	balanser 左	粉碎ジャーと冷却ジャケットの平衡器
D	冷却ジャケット	粉碎ジャー (T) と共に冷却装置を構成する
E	カバー	粉碎室を閉じる
F	解除サポート	粉碎ジャーキャップに装着されており、粉碎ジャーの取り外しを容易にする
FA	解除サポート受器	解除サポートを保持する
H	ファン	モーターと粉碎室内を換気する
I	注意：メインプラグを外すこと	安全指示シール
J	銘板シール	機器に関する情報、電源仕様などを記載
K	メインスイッチ 入/切	機器の主電源スイッチ
L	ヒューズトレイ	ガラス管ヒューズを2本格納する
M	電源ソケット	機器の主電源への接続
N	冷却剤供給用接続口	液体窒素の供給用接続口
O	インターフェイス RS232	操作ソフトウェア更新用
P	取扱説明書に従うこと	安全指示シール
R	結露回収フィルター	冷却装置で発生する結露を回収し蒸発させる
S	ドリフトレー	ハウジングの保護
T	粉碎ジャー	冷却ジャケット (D) と共に冷却装置を構成する

5.4 操作ボタン、操作パネル、機能

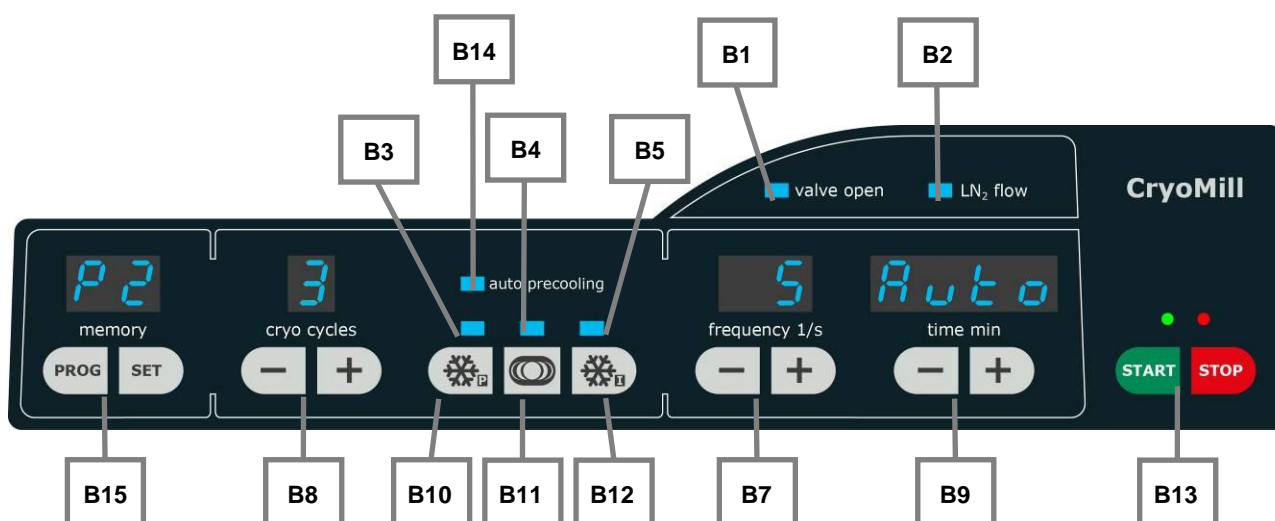


図19: 操作ディスプレイ

記号	名称	機能
B1	LED オン - バルブ開 LED オフ - バルブ閉	液体窒素供給ライン内のマグネットバルブの開閉状態を表示
B2	LED オン - 液体窒素流入 LED オフ - 窒素供給なし	液体窒素の機器内への流入を表示
B3	LED 予冷中 (V _{kz})	予冷作動中 / 数値設定時に点灯
B4	LED 粉砕中 (M _z)	試料粉砕中 / 数値設定時に点灯
B5	LED 中間冷却中 (Z _{kz})	中間冷却作動中 / 数値設定時に点灯
B7	振動数 - マイナスボタン	可変モードと運転モード: 設定した振動数を 1 Hz (1/s) 刻みで下げる。ボタンを長押しすると、数値が早く可変する。
	振動数 - プラスボタン	可変モードと運転モード: 設定した振動数を 1 Hz (1/s) 刻みで上げる。ボタンを長押しすると、数値が早く可変する。
B8	冷却サイクル - マイナスボタン	総サイクル数を1回刻みで下げる。
	冷却サイクル - プラスボタン	総サイクル数を1回刻みで上げる。
B9	運転時間 - マイナスボタン	可変モードと運転モード: 以下の設定値を下げる <ul style="list-style-type: none"> 予冷時間 粉砕時間 中間冷却時間
	運転時間 - プラスボタン	可変モードと運転モード: 以下の設定値を上げる <ul style="list-style-type: none"> 予冷時間 粉砕時間 中間冷却時間
B10	予冷設定	予冷時間設定用の選択ボタン / 自動予冷オン又はオフ
B11	粉砕設定	粉砕時間設定用の選択ボタン
B12	中間冷却設定	中間冷却時間設定用の選択ボタン

B13	Start – スタートボタン LEDランプ=緑	粉碎スタート = LEDランプが点灯
	Stop – ストップボタン LEDランプ=赤	粉碎中止又は終了 = LEDランプが点灯 スタンバイモード
B14	LED - 自動予冷	自動予冷作動中 = LEDランプが点灯
B15	PROG - プログラムボタン	プログラム選択ボタン
	SET - セットボタン	プログラム編集をスタート / 記憶

5.5 粉碎ジャーの装着



注意

火傷や凍傷の恐れ

液体窒素の漏出

- 液体窒素の温度は-196°Cです。このため、皮膚や目に触れた場合、火傷に似た負傷や凍傷が起こります。
- 凍結ジャケットがしっかり閉めない限り、絶対に装置のスイッチを入れないでください。
- シールリング（粉碎ジャー、粉碎ジャー保持ブラケット、凍結ジャケット）が正しく装着されていない、あるいは破損している場合は、絶対に装置のスイッチを入れないでください。



注意

指の圧挫または挫傷

ハウジングカバーの落下

- 粉碎室を保護するハウジングカバーが指に落下すると、指の圧挫または挫傷を招く恐れがあります。
- 閉じる時は、フラップをしっかり持ってください。

13.V0008

5.5.1 クライオミル用特殊粉碎ジャーの装着と取り外し



注意

管の詰り

氷結

- 氷や異物により管が詰り、運転異常を来たすことがあります。
- 冷却装置と供給管を乾燥した状態に保ち、異物の混入を防いでください。
- 粉碎ジャーが湿ったり霜に覆われている場合は使用しないでください。
- 機器を長期間使用しないときは、冷却ジャケットシーリング (KA) を装着してください。
- 運転中は、機器から目を離さないでください。

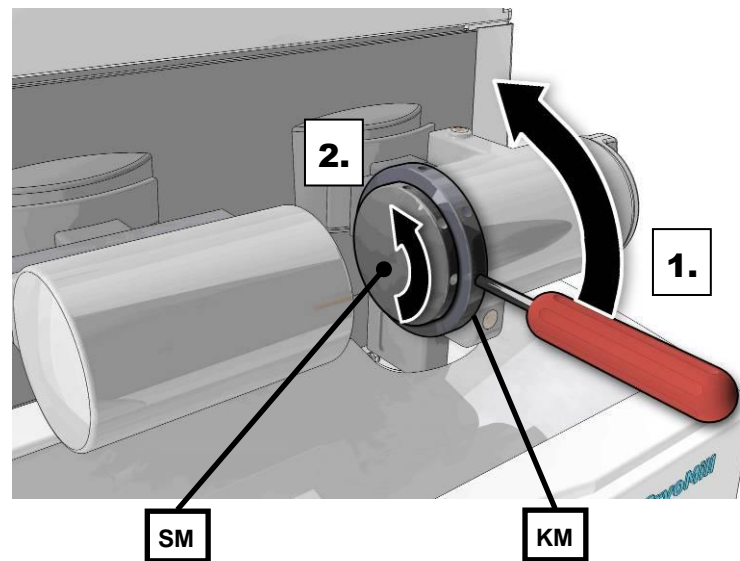


図20: 粉碎ジャーのロック解除

- スプリングピンでロックナット (KM) を緩めます。
- スプリングピンでネジ (SM) を緩めます。

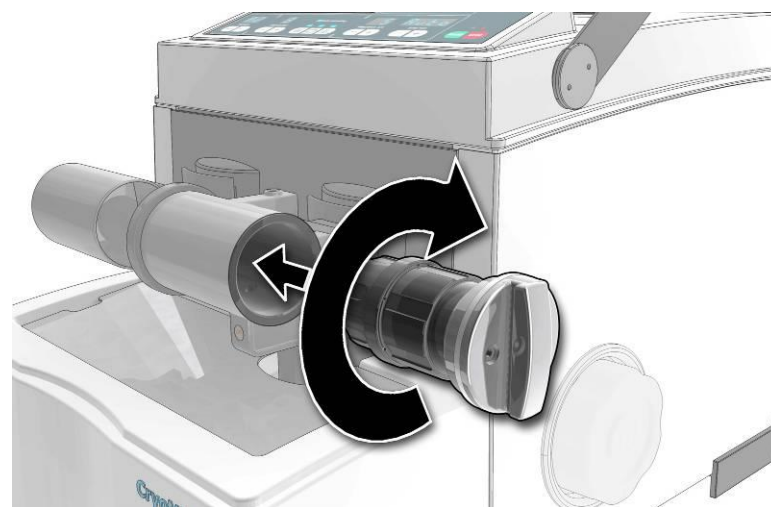


図21: 粉碎ジャーの取り付け

- シールリング (粉碎ジャー、粉碎ジャー保持ブラケット、凍結ジャケット) に破損がなく、正しく装着されていることを確認します。
- 専用の粉碎ジャーに試料と粉碎ボールを入れ、凍結ジャケットに挿入します。
- 粉碎ジャーを最後までねじ込み取り付けます。

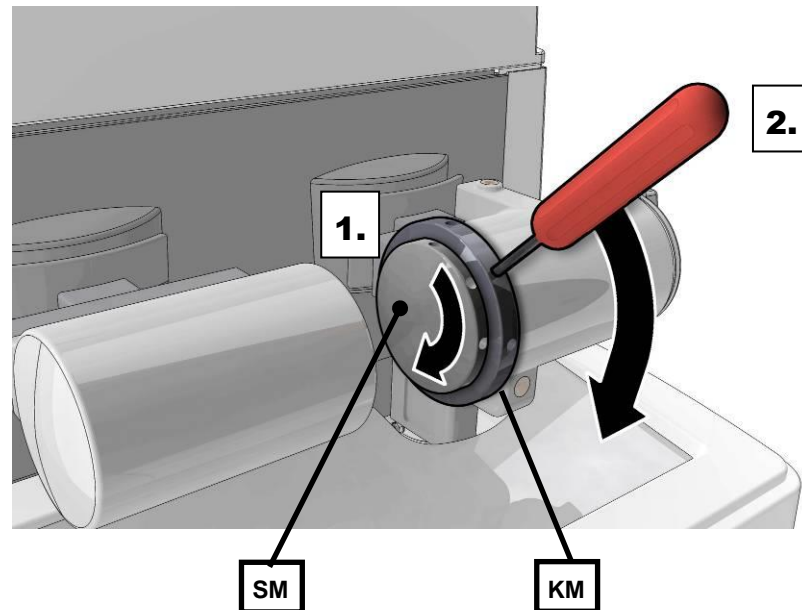


図22: 粉碎ジャーのロック

- まず、ネジ (SM) をスプリングピンでしっかり締めます。
- それから、ロックナット (KM) をスプリングピンで凍結ジャケットにしっかりと締め付けます。

液体窒素が漏れ出ないように、シールリング (粉碎ジャー、粉碎ジャー保持ブラケット、凍結ジャケット) が正しく装着され、破損していないこと、粉碎ジャーが凍結ジャケットにしっかりとねじ留めされていることを確認してください。

ロックネジ (SM) をしっかりと締め、ロックナットで固定して、試料が粉碎ジャーから漏れないようにします。

 **注意**

目や皮膚の外傷の危険

粉碎中、凍結ジャケットと粉碎ジャーは非常に低温になります。

- 重度の凍傷により、目や皮膚に外傷を負う危険があります。
- **凍結ジャケットや粉碎ジャーを開けるときは、必ず保護メガネと保護手袋を着用してください。**



粉碎ジャーの取り外しには、機器の側面に装備されている補助具 (F) を使用します。

- ロックナット (KM) を緩めます。
- ネジ (SM) を緩めます。
- 補助具 (F) を粉碎ジャーに差し込んで開けます。

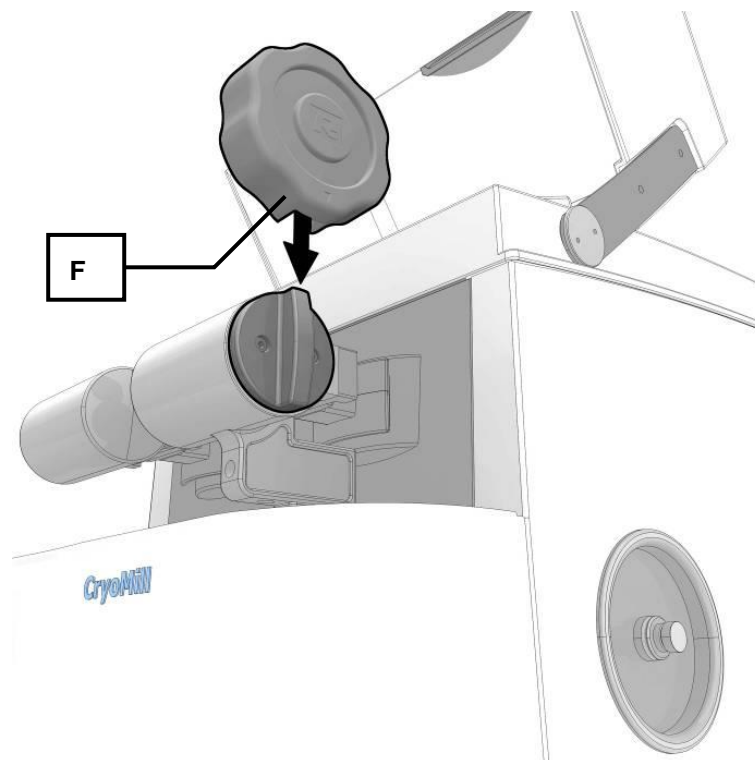


図23: 補助具を使って開ける

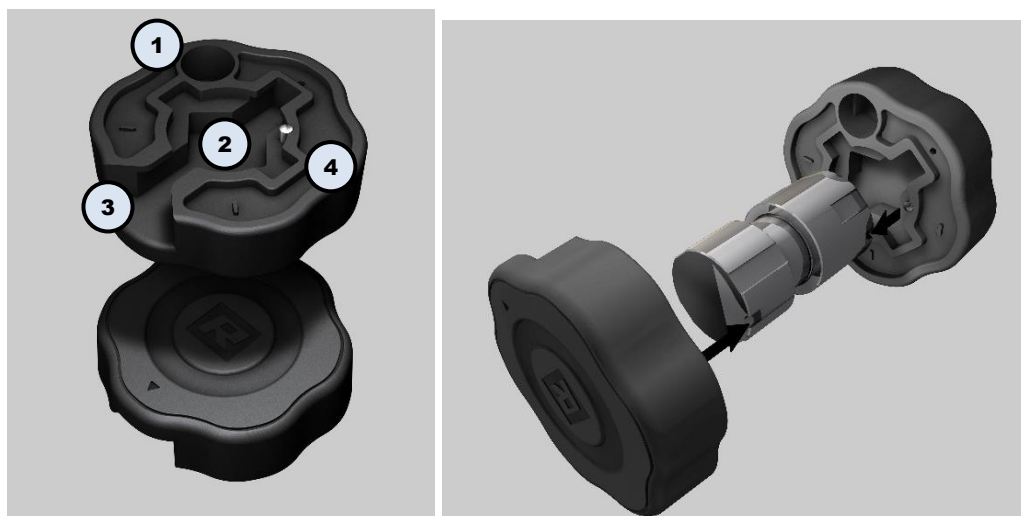


図24: 補助具

以下の粉碎ジャーは、対応する補助具を使用して開閉することができます。

No.	
1	アダプター用5 ml スチール製粉碎ジャー
2	標準粉碎ボウル。35mlと50mlの粉碎ボウルには丸いくぼみ、10mlと25mlの粉碎ボウルには正方形のくぼみ。
3	粉碎カップの蓋に取り付けるためのくぼみ(すべてのサイズで有効)。粉碎ボウルの反対側をロックするには、開口補助器具の位置2を使用します。
4	2mlステンレス製反応チューブ用アダプター。2mlセーフロック反応チューブ用アダプター。5mlスチール製粉碎ボウル用アダプター。

注記

14.H0017

粉碎ジャー PTFEの破損

- 粉碎ジャーのネジ部が破損することがあります。
- PTFE 粉碎ジャーを機器に取り付ける際は、予冷せず、必ず室内温度の状態で行ってください。

5.5.2 冷却ジャケットシーリングの装着

注記

管の詰り

氷結

- 氷や異物により管が詰り、運転異常を来すことがあります。
- 機器を長期間使用しないときは、冷却ジャケットシーリング (KA) を装着してください。

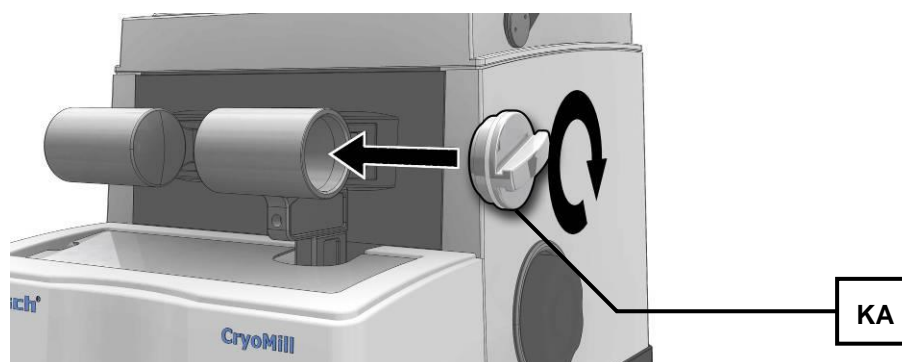


図25: 冷却ジャケットシーリングの装着

5.5.3 粉碎ジャー 4/2 x 5ml 用アダプターの装着

クライオミルは粉碎ジャー（5 ml）を、4個または2個取り付けて運転します。

- シールリング（粉碎ジャー、粉碎ジャー保持ブラケット、凍結ジャケット）が破損なしに正しく装着されていることを確認します。
- 下図のように、5ml容量の粉碎ジャーをアダプタに挿入します。

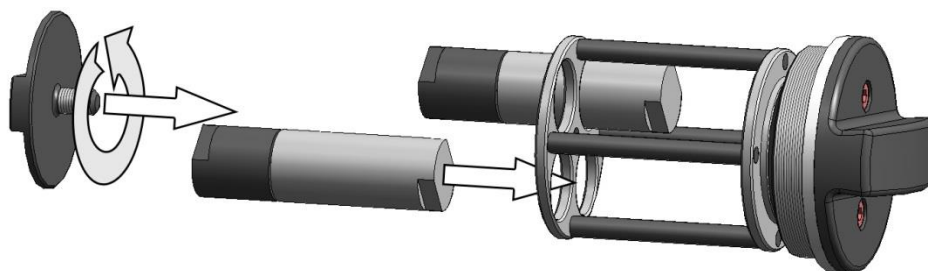


図26 : 5 ml粉碎ジャーの挿入

粉碎ジャーの位置に注意してください。粉碎ジャーを2個使用する場合は、対角線上に装着してください。

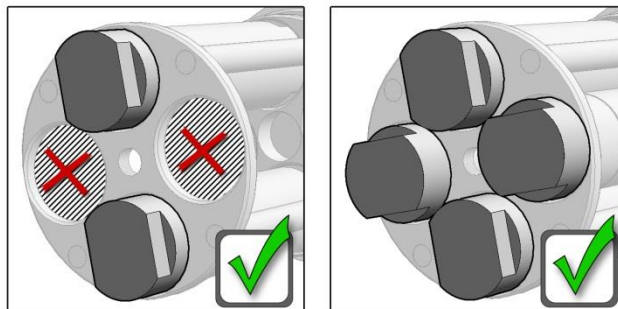


図27：5 ml粉碎ジャーの位置

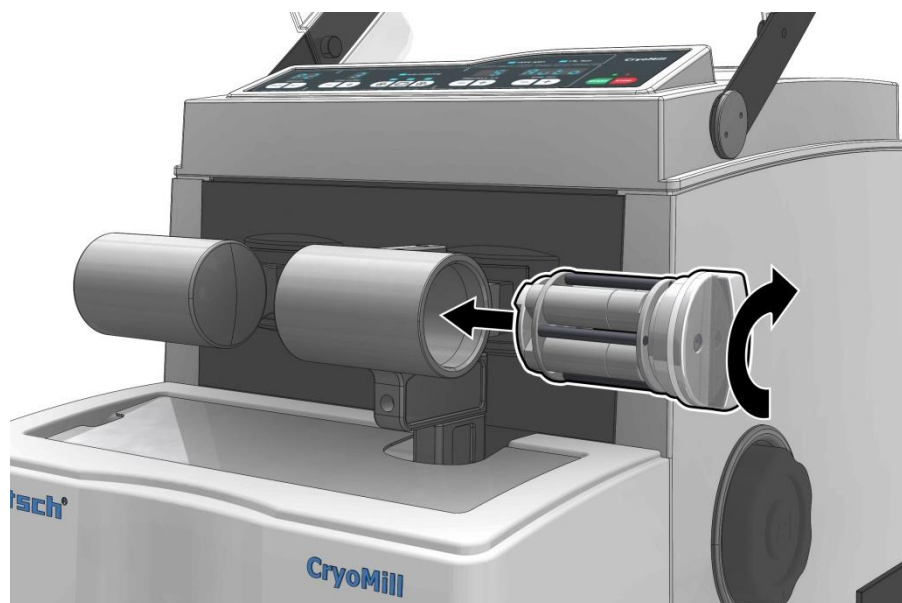


図28：粉碎ジャーアダプタの挿入

5.5.4 エッペンドルフ反応容器6 / 4 / 2 x 2 ml 用アダプターの装着

注記

エッペンドルフ反応容器の破損 材質特性の変化

- 周辺器具としてお求め可能なエッペンドルフ反応容器は、凍結粉碎の際にその材質特性が変化します。
- 凍結粉碎で使用した反応容器は、再使用しないこと。
- 凍結粉碎で使用した反応容器は、遠心分離機に使用しないこと。
- 粉碎は、25 Hz以下でのみ行うこと。

クライオミルは、マイクロ遠心管（2ml）を2個、4個または6個を装着して運転できます。

注意

マイクロ遠心管を使用する場合、振とう数は25 Hz（振とう周波数1Hz=1/s）以下にしてください。

- ・ シールリング（粉碎ジャー、粉碎ジャー保持ブラケット、凍結ジャケット）が破損なしに正しく装着されていることを確認します。
- ・ 下図のように2 mlのマイクロ遠心管を遠心管用アダプタに挿入します。

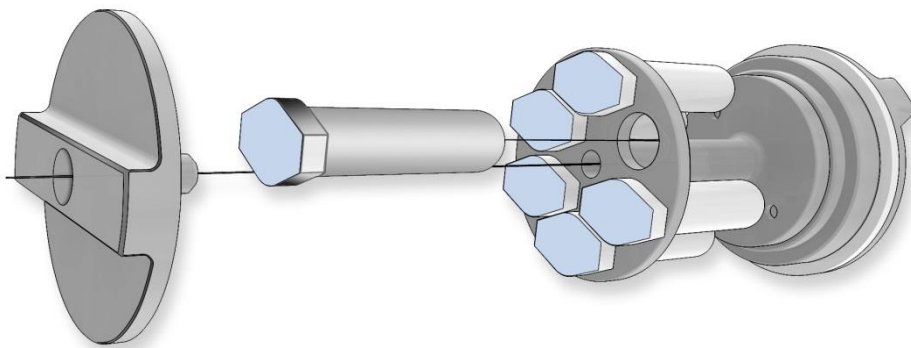


図29：2 mlマイクロ遠心管の挿入

マイクロ遠心管の挿入位置に注意してください。遠心管を2個または4個使用する場合は、対角線上に装着してください。

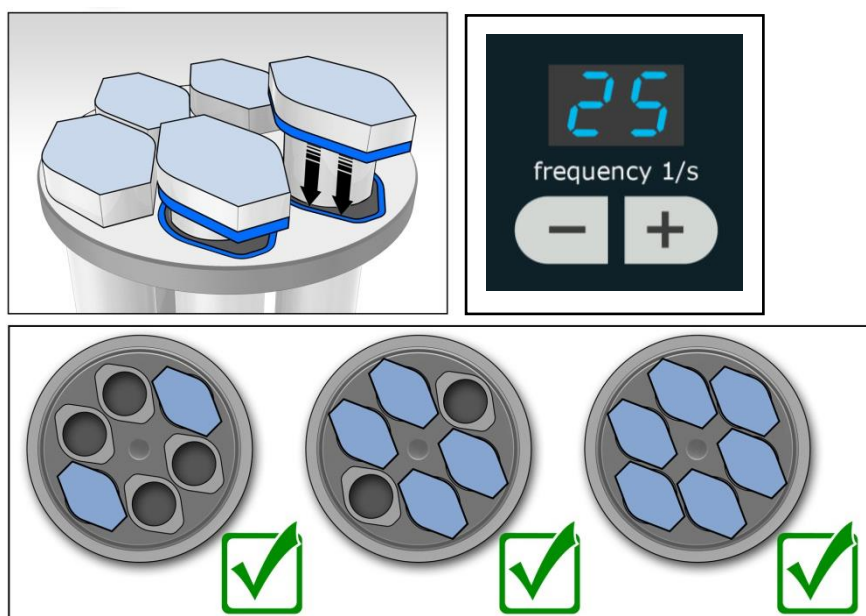


図30：2 mlマイクロ遠心管の装着位置

5.6 粉碎サイクルに関する説明

クライオミルでは、凍結粉碎または常温での粉碎が可能です。

5.6.1 常温での粉砕

- ・ クライオミルのメインスイッチを入れます。
- ・ 凍結サイクル (cryo cycles) を「-」表示にします。



- ・ 粉砕時間を設定します。(B9)+(B11)
 - ・ STARTボタンを押します。
- STARTのLEDランプが点灯します。残りの粉砕時間と設定した振動数が表示されます。

5.6.2 凍結粉砕

凍結粉砕の場合は、以下のプログラム設定が可能です。

- 予冷時間 (Vkz)
- 粉砕時間 (Mz)
- 中間冷却時間 (Zkz)
- 凍結サイクル (冷却 / 粉砕サイクル数)
- 振動数 1/s (粉砕振動数)

1 粉砕サイクルは、予冷時間と設定した粉砕時間からなります。中間冷却時間は 1 粉砕サイクルに含まれません。

$Vkz + Mz =$ トータル粉砕時間

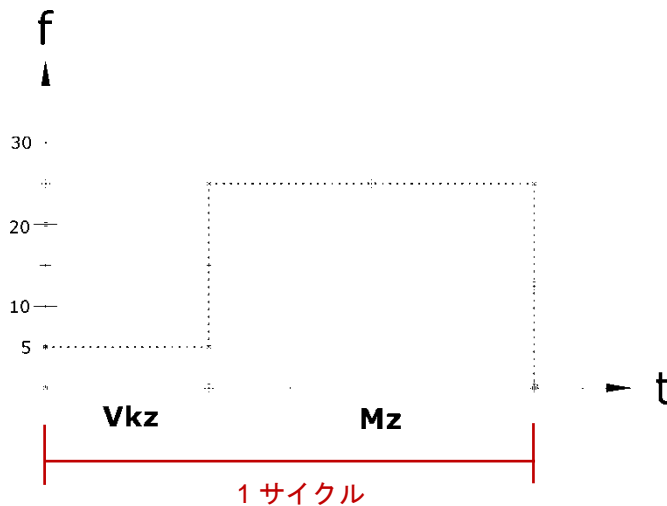


図31: 1 粉砕サイクルの流れ

最初の研削サイクルは、予備冷却し、粉砕時間のセットで構成されています。他のすべての研削サイクルは、中間冷却時間と時間を研削セットで構成されています。

凍結サイクル数: n

$$t_n = (V_{kz} + M_z) + [(n - 1)(Z_{kz} + M_z)]$$

t_n = トータル粉砕時間

V_{kz} = 予冷時間

M_z = 粉砕時間

Z_{kz} = 中間冷却時間

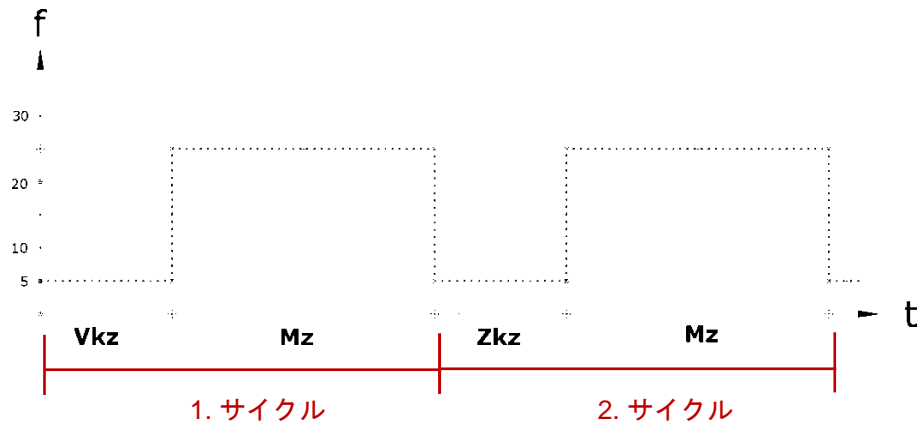


図32: 2粉砕サイクルの流れ

5.7 プログラム運転モード

5.7.1 プログラム設定なしの粉砕運転

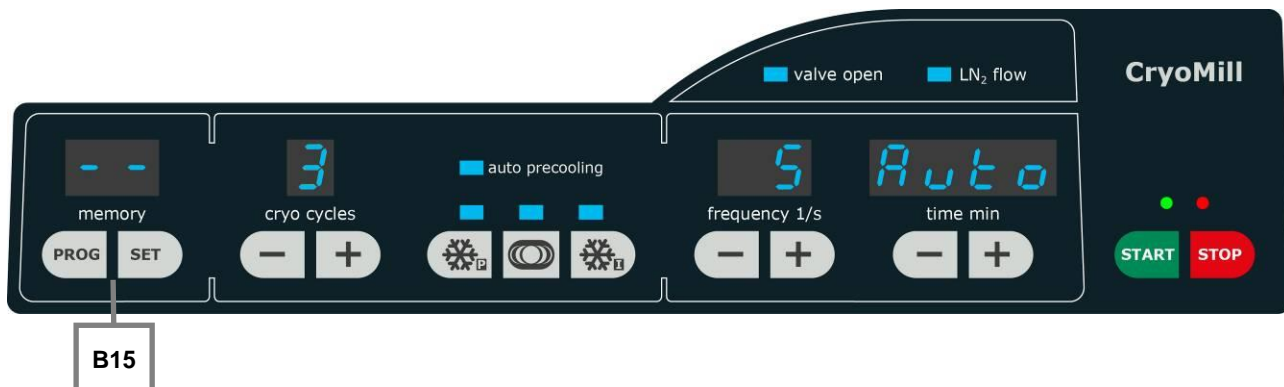


図33: プログラム設定なしの粉砕運転

- ディスプレイの「memory」箇所に「--」が表示されるまで、PROGボタン (B15) を押します。

ボタンを一回押す度に、次のプログラムへ移動します。

--> P1 > P2 > P3 > P4 > P5 > P6 > P7 > P8 > P9

- 「--」モードでは、SETボタン (B15) はブロックされます。

5.7.2 プログラム設定ありの粉砕運転

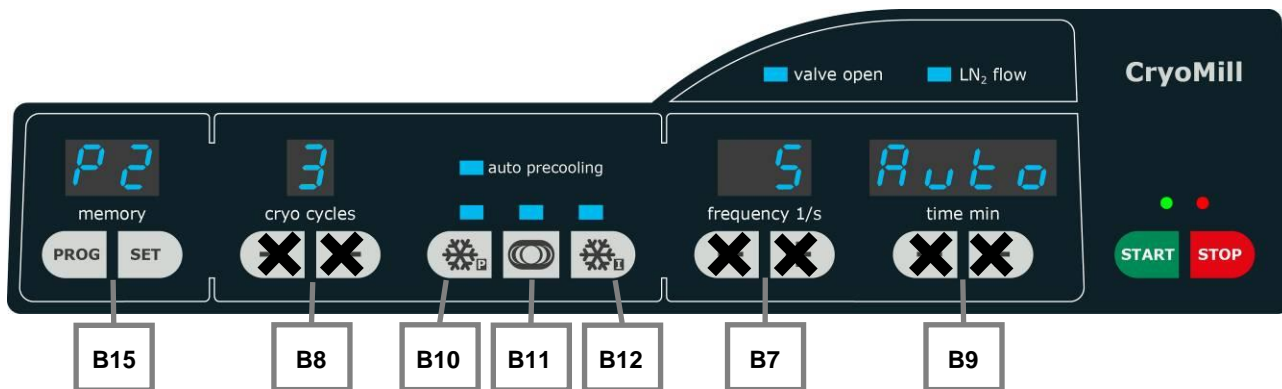


図34: プログラム設定ありの粉砕運転

5.7.2.1 プログラムの選択

- ディスプレイの「memory」箇所に希望のプログラムが表示されるまで、PROGボタン (B15) を押します。
- ボタンを一回押す度に、次のプログラムへ移動します。
 --> P1 > P2 > P3 > P4 > P5 > P6 > P7 > P8 > P9
- プログラム選択の場合、ボタンB8, B7, B9はブロックされます。

5.7.2.2 プログラムの表示 - 粉砕パラメータ

予冷時間

- 予冷時間ボタン (B10) を押します。
- ディスプレイの「time min」(B9) に設定した予冷時間が表示されます。

粉砕時間

- 粉砕時間ボタン (B11) を押します。
- ディスプレイの「time min」(B9) に設定した粉砕時間が表示されます。

中間冷却

- 中間冷却ボタン (B12) を押します。
- ディスプレイの「time min」(B9) に設定した中間冷却時間が表示されます。

5.7.2.3 プログラムの作成 / 変更

- ディスプレイの「memory」箇所に希望のプログラム (メモリー) が表示されるまで、PROGボタン (B15) を押します。
- SETボタン (B15) を押します。
- 設定可能な全てのディスプレイとそれに付随するLEDランプが点灯または点滅します。
- 以下の章の記述に従って、粉砕パラメータを設定します。
 - 粉砕サイクル数
 - 予冷時間
 - 粉砕時間
 - 中間冷却時間
 - 粉砕振動数
- PROG ボタン (B15) でいつでも中止可能です。

- SETボタン (B15) を押します。
- 再度SETボタン (B15) を押すと、全てのパラメータがプログラムに記憶されます。

5.7.2.4 プログラムの消去

- ディスプレイの「memory」箇所に消去するプログラムが表示されるまで、 PROGボタン (B15) を押します。
- SETボタン (B15) と「-」ボタン (B8) を同時に5秒間以上押します。

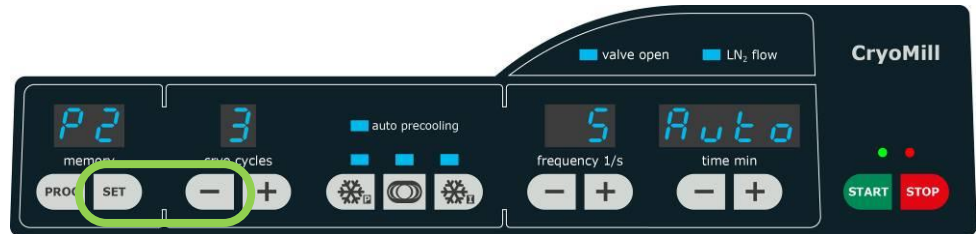


図35: プログラムの消去

- プログラムが消去され、パラメータ値は「0」または「-」となります。
- 消去したプログラムは開始できません。

5.8 粉砕サイクルの設定



図36: 粉砕サイクルの設定

- クライオミルのメインスイッチを入れます。
- 電源入力後、前回使用した粉砕パラメータが表示され、そのまま使用することが可能です。
- 粉砕サイクルは、0 ("-") ~ 9 の間で設定可能です。

注記

凍結サイクル (CryoCycles) を0 ("-") に設定すると、無窒素で粉砕が行われます。この場合、ボタン B10, B11, B12 はブロックされます。

- 最初のサイクルは、予冷プロセスと粉砕時間からなります。
- 第2から第9サイクルは、それぞれ中間冷却1回と粉砕1回からなります。
- 粉砕サイクルを設定するには、該当ボタン (B8) を押します。
- **+**: 短く一回押す毎に数値が上がります。
- **-**: 短く一回押す毎に数値が下がります。
- ボタンを長押しすると、数値が早く可変します。

5.9 予冷時間の設定

注記

予冷および中間冷却中は、機器は振動数 5 Hz で作動し、この振動数を変更することはできません。

予冷時間は、30秒～99分の範囲で設定が可能です。

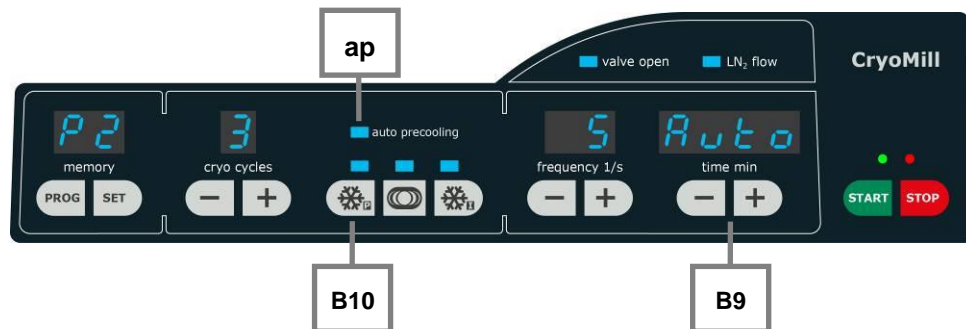


図37: 予冷時間の設定

電源入力後、前回使用した粉碎パラメータが表示され、そのまま使用することが可能です。

- クライオミルのメインスイッチを入れます。
 - 予冷時間を設定するには、ボタン (B10) を押します。
 - 予冷時間のLEDランプが点灯します。

2つの予冷モードから選べます:

5.9.1 時間設定可能な予冷プロセス

- ボタン (B9) を操作して、予冷時間を設定します。
 - + : 短く一回押す毎に時間が延長します。
 - - : 短く一回押す毎に時間が短縮します。
- ボタンを長押しすると、数値が早く可変します。

5.9.2 自動予冷

自動予冷の場合、センサー制御により、システム全体が十分に冷却して初めて粉碎がスタートします。（「冷却剤供給ラインの接続」の章を参考）

自動予冷をオンにする

- ボタン (B10) を2秒以上押します。
 - 自動予冷 auto precooling (ap) のLEDが点灯します。
 - ディスプレイのtime minに「Auto」が表示されます。

自動予冷をオフにする

- ボタン (B10) を2秒以上押します。
 - 自動予冷 auto precooling (ap) のLEDが消えます。
 - ディスプレイのtime minに「08:00」が表示されます。

5.10 粉砕時間の設定

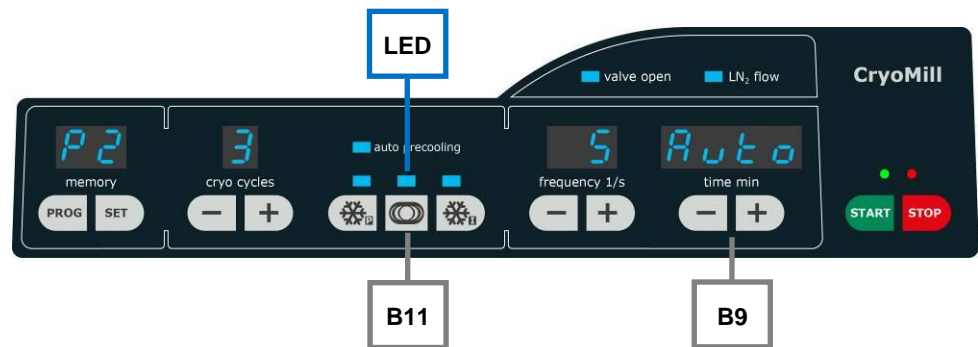


図38: 粉砕時間の設定

- 粉砕時間を設定するには、ボタン (B11) を押します。粉砕時間のLEDランプが点灯します。
 - ボタン (B9) を操作して、粉砕時間を設定します。
 - + : 短く一回押す毎に時間が延長します。
 - - : 短く一回押す毎に時間が短縮します。
- ボタンを長押しすると、数値が早く可変します。

注記

常温で粉砕する場合、粉砕時間をボタン (B9) で直接設定できます。

5.11 中間冷却時間の設定

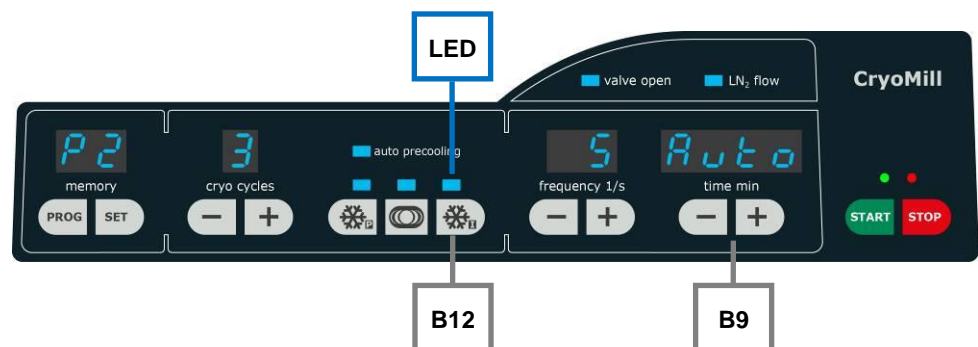


図39: 中間冷却の設定

- 中間冷却時間を設定するには、ボタン (B12) を押します。中間冷却時間のLEDランプが点灯します。
 - ボタン (B9) を操作して、中間冷却時間を設定します。
(30秒～99:00 分の範囲)
 - + : 短く一回押す毎に時間が延長します。
 - - : 短く一回押す毎に時間が短縮します。
- ボタンを長押しすると、数値が早く可変します。

5.12 粉砕振動数の設定

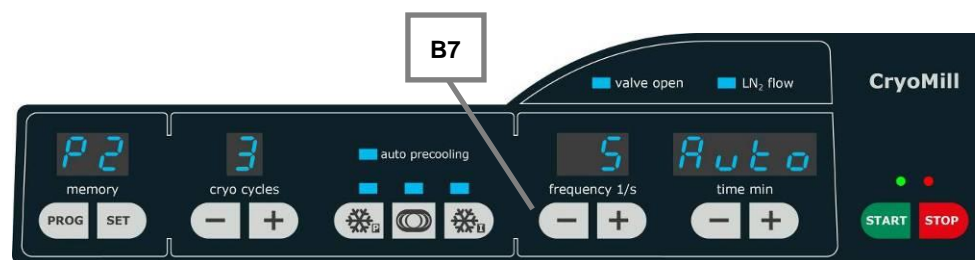


図40: 振動数 (frequency 1/s)

- クライオミルのメインスイッチを入れます。
粉砕パラメータ設定用ボタン (B11) が押され、LED (B11) が点灯している場合のみ、粉砕振動数の設定が可能です。
 - ボタン (B11) を押します。
 - 粉砕振動数 を設定するには、該当ボタン (B7) を押します。
選択可能な振動数域 は、5 ~ 30 Hz です(1 Hz 刻みに可変)。
 - **+** : 短く一回押す毎に振動数が上昇します。
 - **-** : 短く一回押す毎に振動数が低下します。
- ボタンを長押しすると、数値が早く可変します。
予冷および中間冷却の振動数は5 Hz に設定されており、変更不可能です。予冷および中間冷却の設定中も、振動数は変更できません。

5.13 粉砕プロセスの開始

注意

火傷や凍傷の恐れ

液体窒素の漏出

- 液体窒素の温度は-196°Cです。このため、皮膚や目に触れた場合、火傷に似た負傷や凍傷が起こります。
- 凍結ジャケットがしっかり閉めない限り、絶対に装置のスイッチを入れな
ないでください。
- シールリング（粉砕ジャー、粉砕ジャー保持ブラケット、凍結ジャケット）が正しく装着されていない、あるいは破損している場合は、絶対に装置のスイッチを入れな
ないでください。

注記

粉砕プロセスは、カバーを閉じた状態でないと開始できません。



図41: 粉砕プロセスの開始

- START ボタンを押し、粉砕プロセスを開始します。
- LED ランプのStart (緑) が点灯します。同時にマグネットバルブが開き、液体窒素が冷却装置内に流入可能となります。

5.14 粉砕プロセスの中断と続行

5.14.1 粉砕プロセスの中断

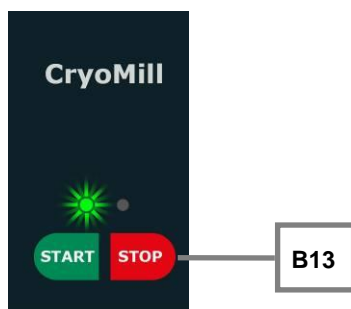


図42: 粉砕プロセスの中断

- STOPボタン (B13) を一回押す。
- 粉砕が中断され、STARTボタン上のLEDランプが点滅します。

5.14.2 粉砕の中止

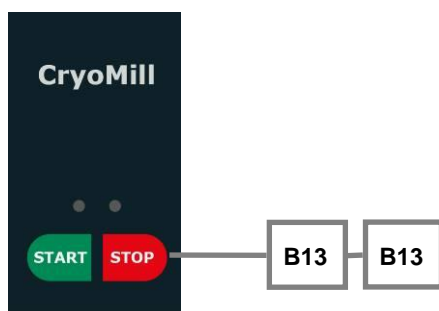


図43:

- STOPボタン (B13) を2回押す。
- 粉砕が終了し、START及びSTOPボタン両方のLEDランプが消えます。

5.15 粉砕プロセスの停止

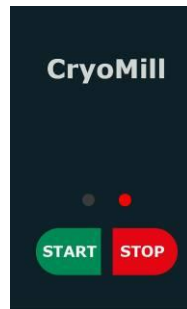


図44: 粉砕プロセスの終了

- STOPボタンを押し、粉砕プロセスを終了します。
STOPボタン上のLEDランプ (赤) が点灯します。同時に、マグネットバルブが閉じます。

運転中に液体窒素の供給が中断された場合は、粉砕時間終了時に残り時間remaining timeのLEDランプ (B6) が点滅し、それを知らせます。

粉砕試料の鑑定等の目的で粉砕プロセスを中断する場合は、ボタンを一回押します。中断中も、粉砕残り時間はディスプレイに表示されたままです。

STARTボタンをもう一度押すと、ミルが粉砕時間終了まで運転を継続します。

STOPボタンを2回押すと、粉砕プロセスが中止され、機器はSTARTモードになります。

STARTボタンを押すと、再びディスプレイが作動し、粉砕時間は前回スタート時の設定値にリセットされます。

粉砕プロセス中も、粉砕時間は変更可能です。粉砕時間終了後、粉砕プロセスは自動的に終了します。ディスプレイは、前回スタート時の設定値にリセットされます。

注記

冷却装置内の液体窒素が少なすぎるため粉砕プロセスが中断した場合は、ディスプレイに「E85」というエラーが表示され、STOPボタンの上にあるLEDが点滅します。STOPボタンを押して、エラーに応答します。STARTボタンとSTOPボタンの上にあるLEDが交互に点滅し、運転の残り時間が表示されます。

- 運転を続行するには、冷却装置に液体窒素を補充してから、STARTボタンを押します。
 - 運転を中止して、元のパラメータを再表示するには、STOPボタンをもう一度押します。
- ただし、自動冷却準備段階（初めて冷却するとき）で運転が中断された場合は例外です。この段階では、運転時間は表示されず、「E85」のエラーが発生しても、運転の残り時間は表示されません。

5.16 運転時間の表示

- メインスイッチで機器の電源を切ってください。

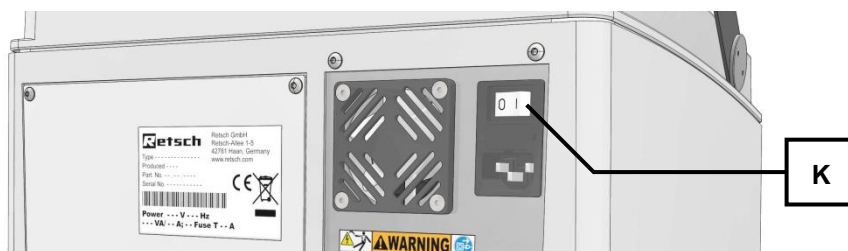


図45: 機器電源の入力・切断

- 凍結サイクルボタン cryo cycles (B8) と振動数ボタン frequency (B7) を同時に押したまま、機器の電源を入れてください。

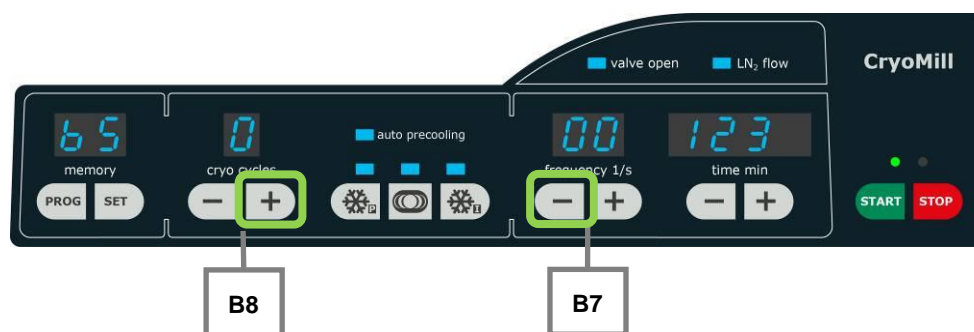


図46: 運転時間ディスプレイ

トータル運転時間は、4箇所ディスプレイ・ウインドウに分割されたかたちで、時間単位で表示されます。表示可能最大値は999999時間です。表示は「bS」の2文字で始まります。

例:

bS0 00 012 = 運転時間12時間

bS1 23 456 = 運転時間123456時間

- 運転時間ディスプレイを終了するには、STOPボタンを押します。

5.17 操作ソフトウェアの表示

- メインスイッチで機器の電源を切ってください。

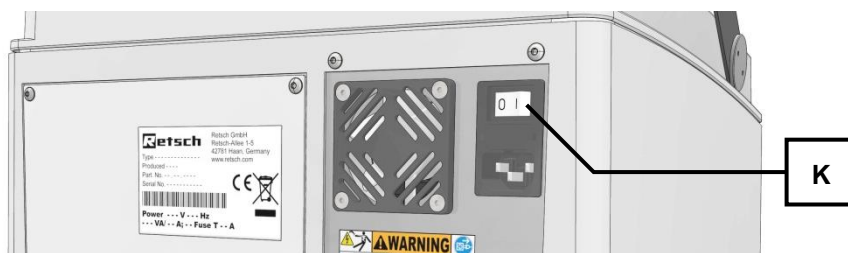


図47: 機器電源の入力・切断

- 凍結サイクルボタン cryo cycles (B8) と振動数ボタン frequency (B7) を同時に押したまま、
- 機器の電源を入れてください。

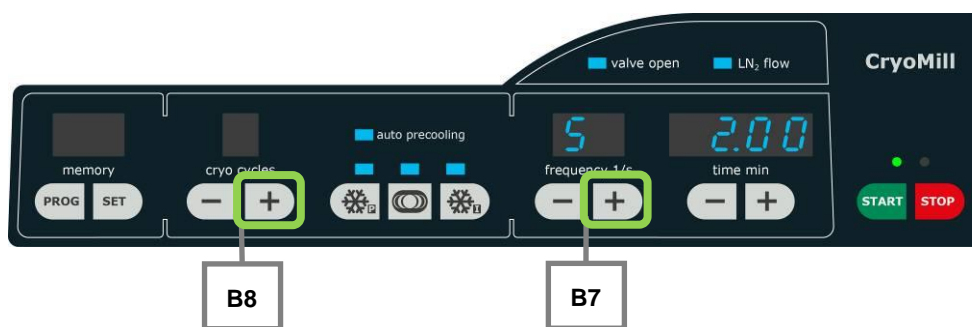


図48: ソフトウェアバージョンのディスプレイ

現在の操作ソフトウェアのバージョンは、右2箇所のディスプレイ・ウインドウに分割されたかたちで表示されます。表示は「S」の文字で始まります。

例:

S 1.23 = 操作ソフトウェアバージョン1.23

S 2.00 = 操作ソフトウェアバージョン2.00

- 操作ソフトウェアのディスプレイを終了するには、STOPボタンを押します。

5.18 ヒューズ交換

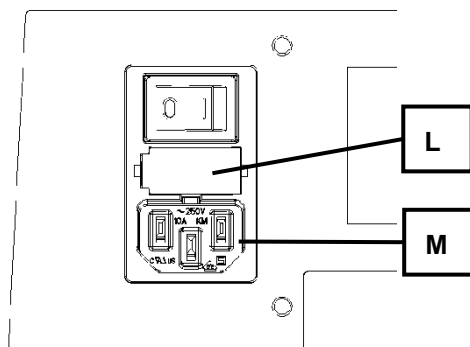


図49: ヒューズの交換

クライオミルには、以下のガラス管ヒューズが必要です：

T4A 2本

- 電源プラグを、機器のコンセント (M) から抜いてください。
 - 横側にあるツメを押さえ、ヒューズトレイ (L) を解除して引き出します。
 - ヒューズを交換します。
 - ヒューズトレイ (L) をツメに掛かるまで押し入れ、元に戻します。

6 操作手順

6.1 一般事項

クライオミルはレッチェ社の最新の高性能製品です。
豊富なアクセサリーを用意していますので、産業用および研究用ラボにて、多様な用途にお使い頂けます。

主に化学、薬学、鉱物学、生物学の分野において使用されています。



注意

15.V0004

爆発または火災の危険

試料の特性変化

- 粉砕中に試料の特性が変化して、試料の危険性が高くなる場合があります。
- **爆発または発火の危険のある試料は、決して本機で粉砕しないこと。**



注意

16.V0006

人身傷害の危険

試料の危険度

- 試料の危険度に応じて、人身事故を避けるために必要な措置を講じて下さい。
- **試料の安全指針と安全データシートに従ってください。**



6.2 粉砕プロセス

- 「粉砕ジャーの装着」の章に記述されている通りに、粉砕試料と粉砕ボールを充填した粉砕ジャーを、粉砕ジャーホルダーに装着してください。
- カバーを閉じる。
- 粉砕パラメータを設定する。
- 外部の液体窒素供給管を開く。
- 機器を作動する。

粉砕中はカバーを開けないでください。

粉砕ジャーは内蔵ブレーキにより即座に停止しますが、粉砕プロセスを残り運転時間で再開することはできません。

機器を改めて始動させる必要があります。その際、始動時のパラメータが再度使えます。

6.3 粉砕試料の仕込量と粒度

Retsch GmbHの極低温ミキサーミル

で満足できる粉砕結果を得るには、装置の設定だけでなく、粉砕ジャーに投入する試料の量も非常に重要です。パルク材を粉砕する場合は、粉砕ジャーの容量の約3分の1を試料が、もう3分の1を粉砕ボールが占めるようにしてください。残りの3分1は、粉砕ボールが動くのに必要な空間です。

粉碎中に試料の見掛けの体積（嵩）が増減する可能性がある場合は、上の表を参考にして、投入量を調節してください。例えば、ウール、木の葉や草などは、嵩張るので、投入量を通常の試料の70～80%に抑えます。直径3 mm以下の粉碎ボールを用いた湿式粉碎では、粉碎ジャーの容量の60%がボールで埋まるようにしてください。

粉碎ジャー 定格容量 [ml]	試料投入量 [ml]	試料投入 最大サイズ [mm]	粉碎ボールの推奨充填数（個数）						
			Ø5 mm	Ø7 mm	Ø10 mm	Ø12 mm	Ø15 mm	Ø20 mm	Ø25 mm
1.5	0.2 – 0.5	1	1 – 2						
5.0	0.5 – 2.0	2		1 – 2	-	-	-	-	-
10.0	2.0 – 4.0	4		5 – 7	1 – 2	1 – 2		-	-
25.0	4.0 – 10.0	6			5 – 6	2 – 4	1 – 2	-	-
35.0	6.0 – 15.0	6			6 – 9	4 – 6	2 – 3	1	
50.0	8.0 – 20.0	8			12 – 14	6 – 8	3 – 4	1	1

Safe-Lock 反応容器	試料投入量	試料投入 最大サイズ	粉碎ボールの推奨充填数（個数）	
			Ø3 mm	Ø5 mm
1.5 ml	0.5 ml	1 mm	10 – 12	2 – 3
2 ml	0.7 ml	1.2 mm	14 – 16	3 – 4

6.4 操作手順

ゴム等の柔らかな試料が粉碎可能となるまで、粉碎ジャーとその充填物が液体窒素 (LN2) により冷却されます。

最適な粉碎温度に達するまで、予冷が必要です。その際、機器の可動部品の凍結を避けるため、モーターは低い振動数 (5Hz) で回転します。予冷時にはファンが作動し、モーターに暖められた空気を、前方のロッカーアーム開口部を通して粉碎室内に吹き入れます。この温風が、ロッカーアームベアリングの冷却を防ぎます。そのため、粉碎停止後も暫くの間、ファンが作動している必要があります。

予備テスト結果で判明した平均予冷時間は、約10～15分です。粉碎時間は約4～5分です。最適な粉碎温度に達すると、バルブが停止します。この時点から粉碎開始が可能です。粉碎温度により、バルブが作動・停止を行います。

凍結せずに粉碎することも可能です。その際、凍結サイクル (cryo cycles) の表示は「-」となります。



(B10) 及び (START B13) の両ボタンを同時に押すと、マニュアル冷却が始まります。両ボタンが押されている間は、バルブが開いています。

7 安全機能とエラー表示

7.1 エラー表示

エラーコード	(FEHLER) BESCHREIBUNG	エラー内容
E10	ANTRIEB ÜBERLASTET	モーターへの過負荷
E21	FEHLER DREHZAHL	エラー：回転数
E22	FEHLER TASTATUR	エラー：キーボード
E24	FEHLER VENTIL	エラー：バルブ
E41	FEHLER DREHZAHLSENSOR	エラー：回転数センサー
E42	FEHLER TEMPERATURSENSOR 1	エラー：温度センサー 1
E43	FEHLER TEMPERATURSENSOR 2	エラー：温度センサー 2
E51	FEHLER SICHERHEITSSCHALTER	エラー：安全スイッチ
E85	KEIN STICKSTOFF	窒素なし
E86	LECKAGE	漏れ
H40	MASCHINE SCHLIESSEN	機器を閉じる

8 クリーニング、磨耗、保守

8.1 クリーニング

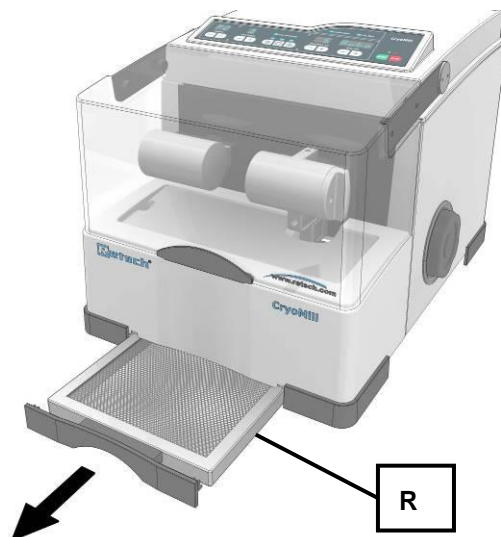


図50: 結露回収フィルターを引き出す

環境条件、使用頻度および一般的な大気中湿度により、結露回収フィルターを定期的に洗浄する必要があります。

- 結露回収フィルター (R) を引き出します。
 - 結露回収フィルターを、市販の洗剤を少量使い、流水の下で洗浄します。
 - 洗浄した結露回収フィルターを乾燥させ、再び機器に装着します。

8.2 磨耗

粉砕頻度と粉砕試料によっては、粉砕用具が磨耗することがあります。粉砕ジャーと粉砕ボールは、定期的に磨耗状態をチェックし、必要であれば交換してください。

8.3 磨耗部品

注意

人身傷害 不適切な修理

- 本取扱説明書には、修理情報は含まれていません。
- **ご自身の安全のため、修理は必ず株式会社レッチェ、またはレッチェ指定の修理業者にお任せください。**

17.V0013

8.4 保守

粉砕頻度と粉砕試料によっては、粉砕用具が磨耗することがあります。粉砕ジャーと粉砕ボールは、定期的に磨耗状態をチェックし、必要であれば交換してください。

8.5 点検

カバースイッチの機能は、定期的に点検する必要があります。

- 機器のスイッチ (K) を入れる。
- STARTボタンで粉碎運転を開始する。
- カバーを引き上げる。

カバー開口部の隙間が数センチになると機器が停止し、ディスプレイに「H40」と表示されます。

- STOPボタンで「H40」表示を消します。



機器が停止しない場合は、速やかにレッチ社サービスセンターによる点検を受けてください。

9 安全と労災防止に関する注記

注意

目や皮膚の外傷の危険

液体窒素による凍傷

- 液体窒素の温度は $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ です。皮膚や目などに接触する事で火傷や凍傷などの怪我をする危険性があります。
- 液体窒素取扱いの際は、常に保護メガネや保護グローブを着用してください。



注意

液体窒素の使用

- Retsch GmbH は、液体窒素使用の際に発生し得るいかなる問題に対しても責任を負いません。
- 液体冷却剤サプライヤーの安全規定に従ってください。



9.1 一般事項

この章では、液体窒素取扱い時の一般的な作業保全規則を総括しています。

注意

液体窒素の取扱い

一般的な危険

- 液体窒素取扱い時には、以下の危険が発生する恐れがあります：酸欠状態、低温火傷、爆発の危険、酸素濃縮
- 作業時の危険を避けるため、液体窒素取扱い時の危険について、操作員全員が熟知していること。

9.2 液体窒素取扱い時の安全に関する注記

9.3 酸欠

空気は、以下の主要成分の割合で組成されています：

- 酸素 O₂ 21 %
- 窒素 N₂ 78 %
- アルゴン Ar 1 %

大気中に含まれているガスは、それ自体に毒性はありませんが、濃度変化（特に酸素濃度の変化）により、生体及び燃焼プロセスに影響をもたらします。そのため、吸込む空気が十分な酸素 (> 19 %) を含んでいる必要があります。

空気の組成要素は無色無臭であるため、人が必要時間内にその組成変化を把握することは出来ません。

9.3.1 危険

通常の液体窒素の蒸発により、空気中の酸素が排除され、窒息の危険が生じます。酸欠状態は危険で、窒息死の恐れもあります。酸欠状態下の臓器の反応は、人により大きく異なります。そのため、一般的かつ詳細な酸欠症状を記すことはできません。

例: 常態下 (20° C; 1013 mbar) では、液体窒素 1 L が蒸発すると 680 L の窒素ガスが発生します。

9.3.2 原因

酸欠は、以下のような作業又は条件下で起こることがあります：

- 液体窒素又は窒素ガス
- 液体窒素の自然蒸発
- 液体窒素の入れ替え
- 液体窒素又は窒素ガス容器の漏れ
- 空気供給又は吸気の不具合
- 容器の転倒

このリストは未完です。

9.3.3 推奨事項

酸欠の危険予防のため、必ず下記の措置を遵守すること。

容器は：

- 必ず垂直に保つこと
 - 適切な絶縁蓋を施すこと
 - 直射日光を避け、熱源体の近くに置かないこと
 - 中に物を詰めた状態で車両運搬しないこと
 - 打撲や急激な動きを避けること
 - 全ての設置場所を常時適切に換気すること
 - 個々人用の保護装備を着用すること（適切な保護グローブ、保護メガネ又は顔面保護マスク、安全シューズ等）
 - 室内の酸素量を随時確認すること
 - 酸素測定器を常に携帯していること
 - 教習を受けた作業員のみが液体窒素を扱うこと
- このリストは未完です。

9.3.4 事故発生時の一般的な対応

酸欠による事故が発生した場合は、必ず以下の規則を遵守すること：

- 後続事故の発生を避けるため、周辺の安全を確保する
 - 迅速に対処する
 - 救助員は、自身の安全措置を取る（呼吸保護用具の装着等）
 - 危険領域から負傷者を運び出す
 - 社内の緊急時注意事項を守る
 - 事故発生場所を十分に換気する
 - 事故原因を特定する
- このリストは未完です。

9.4 低温火傷

液体窒素は極めて低温です (-196° C)。

液体窒素に触れた容器表面（特に充填時）が肌に接触すると、火傷を生じる恐れがあります。

9.4.1 危険

極低温液体は：

- 人体に触れると火傷を生じる恐れがあります
 - 低温に適さない素材（金属及びプラスチック）を脆くする場合があります
- 湿度により、濃霧を発生させる場合があります

9.4.2 原因

2種類の低温火傷があります：

9.4.2.1 飛沫による火傷

試料や液体窒素を取扱う際は、一般的にどのような場合でも、必ず飛沫から自身を保護すること。特に目や顔に飛沫を受けた場合、重い後遺症を伴う低温火傷を生じる恐れがあります。

9.4.2.2 接触による火傷

極低温の素材に肌が触れると、凍傷又は低温火傷が生じます。
容器の内側又は充填材（試料）には決して触れたり、素手で掴まないこと。

9.4.3 推奨事項

火傷の危険予防のため、必ず下記の措置を遵守すること：

- 極低温液体が決して肌に触れないようにする
 - 冷却した、絶縁されていない、又は凍結した容器の壁を決して手で触れない
 - 個々人用の保護装備を着用する（適切な保護グローブ、保護メガネ又は顔面保護マスク、安全シューズ等）
- 容器は必ず垂直に保つ
 - 詰め替えに適した用具（例：金属製ホース、PTFEホース）を使用する
 - 人員の教育

このリストは未完です。

9.4.4 液体窒素飛沫後の一般的な対処方法

9.4.4.1 眼中への飛沫

- 大量の水で15分間洗眼する
- 社内の緊急時注意事項を守る
- 医師に掛かる

9.4.4.2 肌への飛沫

- こすらない
- 可能であれば衣服を脱ぐ又は緩める
- 該当部位を、ゆっくりと徐々に暖める
- 火傷部位には何も触れないようにする
- 社内の緊急時注意事項を守る
- 医師に掛かる

両リストとも未完です。

9.5 爆発の危険

9.5.1 危険

液体窒素の蒸発により、容器内に超過圧が発生することがあります。

9.5.2 原因

容器内の超過圧発生の原因には、以下が考えられます：

- 不適切な設定（密閉可能な蓋の使用）
- ネック部分及び絶縁蓋の凍結

このリストは未完です。

9.5.3 推奨事項

爆発の危険を避けるため、

- 常に適切な絶縁蓋を使用すること（排気口に注意）
- 絶縁蓋の氷結を避けるため、充填レベルを遵守すること
- 容器は、屋根のある乾燥した場所に設置すること
- 設置場所の湿度を点検すること
- 容器を定期点検し、凝結水の蓄積が無いか確認すること
 - 容器を定期点検し、表面の傷や素材の損傷が無いか確認すること

このリストは未完です。

9.5.4 事故発生時の一般的な対応

酸欠による事故が発生した場合は、必ず以下の規則を遵守すること：

- 後続事故の発生を避けるため、周辺の安全を確保する
- 迅速に対処する
- 救助員は、自身の安全措置を取る（呼吸保護用具の装着等）
- 危険領域から負傷者を運び出す
- 社内の緊急時注意事項を守る
- 事故発生場所を十分に換気する
- 事故原因を特定する

このリストは未完です。

9.6 酸素の濃縮

9.6.1 危険

酸素の濃縮により、爆発や火災の危険性が高まる恐れがあります。

9.6.2 原因

酸素の沸点（約-183°C）は窒素の沸点（-196°C）より高いため、液体窒素の使用により、大気中の酸素が凝結・液化することがあります。

9.6.3 推奨事項

酸素濃縮の場合、或いはその予防のため、以下の事項を遵守すること：

- 禁煙
- 燃え易い素材は、出来るだけ容器から遠ざける
 - 全ての火の元を遠ざける（裸火、灯火、電火発生機、マッチ、ライター等）
- 設置場所を常時適切に換気する
- 床を定期的にクリーニングする
- 人員の教育
- 保護装備の着用
- 室内の酸素量を随時確認する
- 酸素測定器を常に携帯する

このリストは未完です。

9.7 機器の周辺

9.7.1 設置場所の環境

機器が設置されている室内は、

- 人員に危険のない操作が行える環境であること
 - 常時、適切な換気がなされていること
 - 床が水平で、多孔性・透過性が無く、容器重量にも耐えうること
 - 液体窒素に関する安全情報が、誰でも閲覧できる状態で置かれていること
 - 関係者以外の入室が妨げられていること
 - 容器の充填が安全に行える環境であること
 - 点検、クリーニング及び保守のため、容器にアクセス可能な環境であること
- このリストは未完です。.

10 廃棄

廃棄に際しては、当該法規を遵守して下さい。

EUにおける電気・電子系機器の廃棄に関する情報

EU内では、電気機器の廃棄に関しては、電気・電子系機器廃棄物 (WEEE) に関するEU指令 2002/96/EC に基づく国内法規により定められています。

これにより、2005年8月13日以降に企業間取引で発送された全ての機器は、自治体又は家庭用ゴミと共に廃棄することが禁止されています。本機も同法規の対象となります。これは、以下のマークで表示されています：

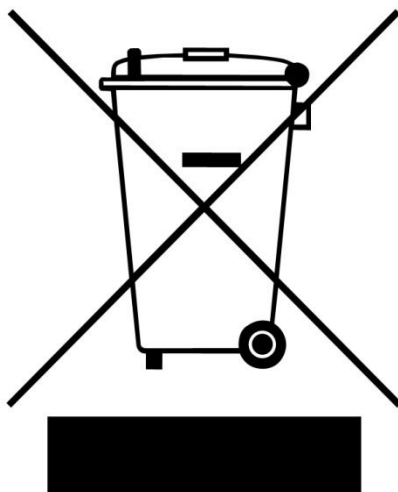


図 51: 廃棄マーク

廃棄関連法規はEU各国により異なる場合もあるため、必要に応じ、お買い求めの販売店にお問合せください。

ドイツ連邦共和国では、2006年3月23日以降、同マークの表示が義務付けられています。同期日より、製造者は、2005年8月13日以降に発送した全ての機器に対し、適切な回収措置を提供していることが義務付けられています。2005年8月13日より前に発送された機器に関しては、機器の最終使用者が、法規に準じた廃棄を行う責任を負います。

11 索引

1		ガ	
1 粉碎サイクル.....	38	ガラス管ヒューズ	49
1 粉碎サイクルの流れ.....	38	き	
2		機能	30
2 粉碎サイクルの流れ.....	39	ク	
4		クライオミル用特殊粉碎ジャーの装着と取り外し	31
4 A.....	49	く	
5		クリーニング	54
5 ml 粉碎ジャーの位置	36	グ	
5 ml 粉碎ジャーの挿入	35	グリップ.....	19
B		こ	
bS.....	47	梱包	14
C		シ	
CEマーク	20	シーリング	22
G		し	
G 1/4 インチ	24	質量	20
H		修理	10
H40	55	じ	
L		重量	13
L _{pAeq}	12	し	
L _{WA}	12	所要設置面積	13
T		シリアル番号	20
T 4 A	49	す	
U		寸法	13
UKCAマーク	20	せ	
あ		製造年	20
安全標識に関する説明	8	製品コード番号	20
安全ロック	12	設置	14, 15
ア		設置場所の条件	14
アンペア数.....	20	そ	
い		騒音	12
一般的な安全注意事項	9	操作パネル	30
エ		操作ボタン	30
エッペンドルフ	36	装置の操作	27
え		装置の正しい使用方法	27
エラー表示	53	装置名称	20
お		ソ	
奥行	13	ソフトウェア	48
カ		ソフトウェアバージョンのディスプレイ	48
カバー	50		
カバースイッチの機能	55		

た		ふ	
高さ.....	13	粉碎ジャー	
て		試料の投入量.....	50
定格出力.....	13	粉碎ジャーアダプタの挿入.....	36
て		粉碎ジャーの装着.....	31
テクニカルデータ.....	12	粉碎中の試料の体積の減少.....	51
で		粉碎中の試料の体積の増加.....	51
電圧.....	20	ほ	
電源周波数.....	20	保護等級.....	13
電源接続.....	21	保守.....	54
電力.....	20	ま	
と		マイクロ遠心管.....	37
凍結ジャケット.....	35, 37	マイクロ遠心管の挿入.....	37
と		磨耗.....	54
トータル運転時間.....	47	め	
と		銘板の説明.....	20
取扱説明書.....	7	メーカー住所.....	20
取扱説明書について.....	7	め	
ネ		メモリーの使用 / 変更.....	40
ネジコネクター.....	24	ゆ	
ノ		輸送.....	14
ノイズレベル.....	12	輸送用固定ボルト.....	16
バ		輸送用固定ボルトの取り外し.....	16
バーコード.....	20	一	
ば		一般事項.....	50, 56
バージョン.....	7	中	
は		中間冷却時間.....	43
廃棄.....	62	中間冷却時間.....	38
廃棄マーク.....	20	中間冷却時間の設定.....	43
幅.....	13	予	
ひ		予冷時間.....	42
ヒューズ規格.....	20	予冷時間.....	38
ヒューズ強度.....	20	予冷時間の設定.....	42
ヒ		事	
ヒューズトレイ.....	49	事故発生時の一般的な対応.....	58, 60
ヒューズ交換.....	49	低	
ぶ		低温火傷.....	58
プログラム運転モード.....	39	供	
ブ		供給管の圧力.....	24
プログラムの作成 / 変更.....	40	保	
プログラムの消去.....	41	保守サービスアドレス.....	10
プログラムの選択.....	40	充	
プログラム設定ありの粉碎運転.....	40	充填率.....	27
プログラム設定なしの粉碎運転.....	39		

冷		振	
冷却ジャケットシーリング.....	22	振動数 1/s	38
冷却ジャケットシーリングの装着.....	35	振動数域.....	44
冷却剤供給管の取り外し.....	25	排	
冷却剤供給管の接続.....	21	排気ホース.....	26
冷却装置図解.....	23	接	
冷氣放出.....	26	接続ケーブル.....	21
凍		推	
凍結サイクル.....	38	推奨事項.....	58, 59, 60
凍結ジャケット.....	32	操	
凍結粉碎.....	38	操作ソフトウェアのバージョン.....	48
分		操作ソフトウェアの表示.....	48
分電盤ブレーカー.....	21	操作手順.....	50, 52
危		時	
危険.....	57, 58, 59, 60	時間設定可能な予冷プロセス.....	42
原		最	
原因.....	57, 58, 59, 60	最終粉碎粒度.....	27
反		最適な試料投入量.....	27
反応容器.....	36	材	
各		材料.....	27
各部の概要.....	29	機	
周		機器の周辺.....	61
周囲温度.....	14	機種.....	27
周囲温度.....	14	正	
圧		正面図.....	28
圧抜き.....	25	残	
変		残り時間remaining time LEDの点滅.....	46
変更.....	7	残り運転時間.....	50
始		氷	
始動時のパラメータ.....	50	氷層.....	24
安		洗	
安全と労災防止に関する注記.....	56	洗浄.....	54
安全機能とエラー表示.....	53	液	
安全警告.....	8	液体窒素の供給中断.....	46
実		液体窒素取扱い時の安全に関する注記.....	57
実験用粉碎機.....	12	液体窒素飛沫後の一般的な対処方法.....	59
対		温	
対象者.....	27	温度変化・結露.....	14
対象者.....	9	湿	
常		湿度.....	14
常温での粉碎.....	38	点	
廃		点検.....	55
廃棄マーク.....	62		

爆		背	
爆発の危険.....	59	背面図.....	28
特		自	
特殊粉碎ジャー.....	27	自動予冷.....	42
確		著	
確認書.....	11	著作権.....	7
磨		蒸	
磨耗.....	54	蒸気流.....	15
磨耗部品.....	54	装	
窒		装置の外観と操作パネル.....	28
窒素ガス放出口.....	26	補	
等		補助具.....	34
等価騒音レベル.....	12	設	
粉		設置場所に適用される規制.....	21
粉碎サイクル.....	41	設置場所の環境.....	61
粉碎サイクルに関する説明.....	37	設置場所の高度.....	15
粉碎サイクルの設定.....	41	試	
粉碎ジャー 4/2 x 5ml 用アダプターの装着.....	35	試料の回収.....	27
粉碎ジャーのロック.....	32, 33	軽	
粉碎ジャーのロック解除.....	32	軽傷または中程度の負傷.....	8
粉碎ジャーの取り付け.....	32	輸	
粉碎ジャーの取り外し.....	33	輸送.....	14
粉碎ジャーの容量.....	27	運	
粉碎パラメータの表示.....	40	運転時間.....	47
粉碎プロセス.....	50	運転時間.....	47
粉碎プロセスの中断と続行.....	45	運転時間ディスプレイ.....	47
粉碎プロセスの停止.....	46	運転時間の表示.....	47
粉碎プロセスの終了.....	46	酸	
粉碎プロセスの開始.....	44, 45	酸欠.....	57
粉碎後に嵩比重が著しく減る試料.....	27	酸素の濃縮.....	60
粉碎振動数.....	44	重	
粉碎振動数の設定.....	44	重傷.....	8
粉碎時間.....	43	銘	
粉碎時間.....	38	銘板.....	21
粉碎時間の設定.....	43	開	
粉碎試料の仕込量と粒度.....	50	開口部の隙間.....	55
結		音	
結露.....	24	音響パワーレベル.....	12
結露回収フィルター.....	54		
結露回収フィルター.....	17		
結露回収フィルターを引き出す.....	17		

極低温ミキサーミル

CryoMill | 20.749.xxxx

EU適合宣言書

上記の装置が、以下の指令および整合規格に適合していることをここに宣言します：

機械指令2006/42/EC

主な適用規格：

DIN EN ISO 12100	機械の安全性 — 設計のための一般原則
DIN EN 61010-1	電気計測器、制御機器、実験用機器に関する安全規則

電磁両立性(EMC)指令2014/30/UE (230 V、50 Hzでテスト)

主な適用規格：

EN 55011	工業用、科学用、医療用機器 — 電波干渉 — 限界値と測定方法
DIN EN 61326-1	計測・制御・実験用電気機器 - EMC要求事項

危険物質の使用制限 (RoHS) 2011/65/UE

技術資料作成の権限を有する者：

Julia Kürten (技術文書)

加えて、上記装置の関連技術文書が機械指令の附属書 VII パート A に則って作成されていることを宣言し、要請があればこの文書を市場監視当局に提出することを約束します。

レツェ社 (Retsch GmbH) の同意なしに機器の改造を行った場合や、承認のないスペアパーツや付属品を使用した場合においては、この宣言書は効力を失います。

Retsch GmbH

ドイツ ハーンにて, 09/2023



Dr. Frank Janetta, 開発部 部長





Retsch[®]

コピーライト

© Copyright by
Retsch GmbH
Retsch-Allee 1-5
42781 Haan
ドイツ