
Glovebox Operation Manual

Ver. 1.0 edited by Noriaki Takasu

Last Update: 9/5/2011

Glovebox (VAC) 使用マニュアル

Update: 2011.09.05 by N. Takasu

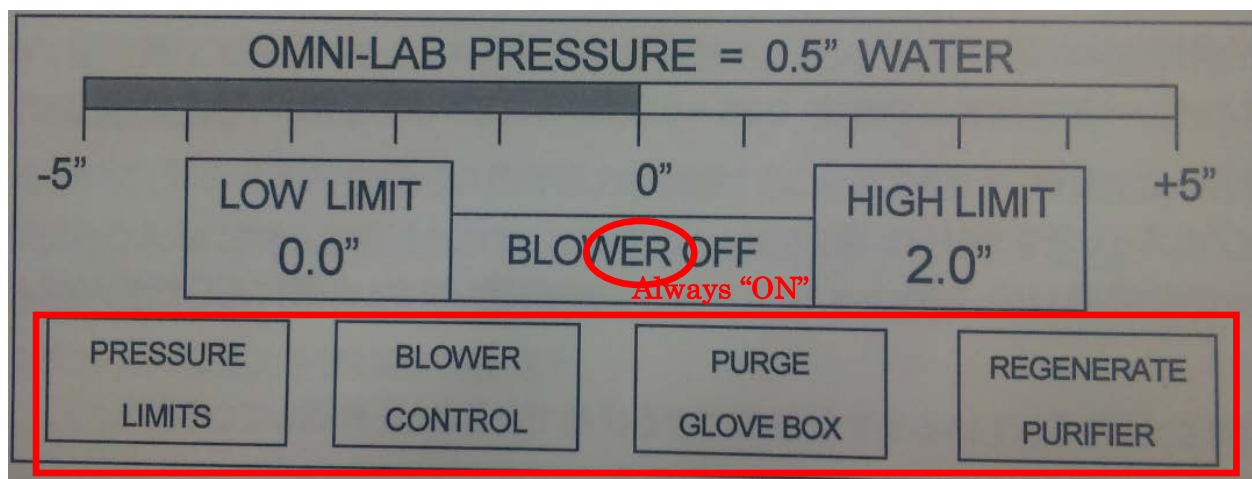
GloveBox 使用者は、必ず本マニュアルを一度は読み、注意事項を肝に銘じてから使用してください。適当な使い方は機器の劣化を早めるだけです。あまりに酷い使い方をする人には、ペナルティとして使用禁止にする場合もあります。

OVAC 社製 Glove Box 使用に際して

本 Glove Box は、本マニュアル更新現在、**Glove Box 内で反応を行う目的で使用すること**を意図しています。その用途で汎用する予定の試薬以外は Box 内に常備しないで下さい。また、適当に扱うとすぐに触媒が傷んで O₂ 濃度が上がってしまいます。**ルールを守って**気を付けて使ってください。

操作やシステムの細かい情報が欲しい人は、山八物産株式会社の取扱説明書を読むことをお勧めします。

○タッチパネルについて



操作は以下の 4 つで行います。

・ PRESSURE LIMITS

BOX 内の圧力の上限、下限値を決める。**変更しないで下さい**。単位は mbar (or inch WATER、上の例では inch WATER 表示)

・ BLOWER CONTROL

Ar ガスの循環精製運転 (Circulation) の ON/OFF スイッチ。**通常時は ON にしておく**。Box 内で溶媒を使用する際や、Purge を行う際は OFF にする。また、**ON の状態の時は、必ず Main Valve を開けた状態にしておく**。Main Valve を閉じた状態で Blower を ON にすると故障の原因となる。

・ PURGE GLOVE BOX

Purge (Glove Box 内の既存雰囲気の不活性ガスに置換) を行う。Box 内雰囲気の汚染、多量の空気の混入、多量の有機溶媒の使用後等に用いる。

・ REGENERATE PURIFIER

精製筒の再生 (Regeneration) に用いる。必要な時に係が行うので、触れないで下さい。

その他表示 ;

- ・ LOW LIMIT : 下限圧力
- ・ HIGH LIMIT : 上限圧力
- ・ メーター及び数値 : 圧力現在値

○通常状態

使用前及び使用後に、以下の項目を確認してください。

- ・ Ar ボンベが十分残っていることを確認する。残量が残りに少なくなっている（一次圧 1~2MPa 以下）場合は、新しい Ar ボンベに交換する。
- ・ Ar ボンベの二次圧が 0.25-0.35MPa 程度である。真空ポンプが作動している。
- ・ O₂、H₂O 濃度が 1ppm 未満であることを確認する。それより高い場合は使用しない。
- ・ タッチパネルの **BROWER が ON**、本体上部の 2 つの メインバルブが垂直方向（開）になっている（Circulation）。
- ・ Purge バルブが閉じている。

○使用方法 (Mini Ante Chamber)

1. GloveBox 使用欄に日付、名前、開始時間を書く。ノートに書かないで使用しないで下さい。
2. 減圧にしたフラスコ・試験管及び、必要に応じてパスツールピペット、スパーテル、薬包紙などをチャンバーに入れ、外蓋をする。専用のかごを用意してあるのでそれを利用する。
3. レバーを EVACUATE 方向にひねり、チャンバー内を十分に減圧する(1 分程度)。
4. レバーを REFILL 方向にひねり、チャンバー内を Ar 置換する。
5. 3.→4.のサイクルを 最低でも計 3 度繰り返す。
6. もう一度 EVACUATE 方向にレバーをひねり、最低でも 5 分以上減圧する。
7. REFILL で Ar 置換した後、OFF の位置にレバーを戻す。
8. フットスイッチ(左：減圧、右：加圧)で圧力を調整しながら、グローブに手を入れ、密着させる。
※必ず手袋と白衣を着用して行うこと。
※手を出し入れすると大幅に内圧が変わるので、値が落ち着くまで待って下さい。
9. チャンバーの内蓋を開け、容器などを取り出す。
10. 試薬を計量、反応を仕込むなど、適宜必要な操作を行う。
※注意：溶媒や試薬を Box 内で用いる場合、必ず Blower を OFF にして本体上部にある 2 つの Main Valve を閉じて下さい。精製筒に溶媒が入ると、触媒が劣化する原因になります。また反応は必ず溶媒が飛ばないように完全に封をしてください。加熱反応は ScrewCap のバイアルを使うなどした方が良いでしょう。
12. 容器や用具類と 出たゴミ(薬包紙など)をチャンバーに戻し、内蓋をする。
13. グローブから手を抜き、チャンバーの外蓋を開けて容器を取り出して蓋を閉める。
14. 溶媒が拡散する操作を行った場合、Purge 操作を行う (下記参照)。
15. GloveBox が通常状態になっていることを確認した後、GloveBox 使用欄に、終了時刻、反応の内容(使用溶媒や反応回数)、O₂ 及び H₂O 濃度を記入する。後に待っている人がいれば呼びに行く。

○使用方法 (Ante Chamber)

- ・ 基本的な操作方法は small chamber と同様。
- ・ EVACUATE→REFILL の操作を 1 回だけ行う。最低でも 1 時間程度減圧する。
※Refill 時に Ar を大量に消費するので、Ar の残量には注意する。

○Purge (ガス置換)

長時間試薬(液体)、溶媒の蓋を開けて使用したりこぼしたりした場合、Box 内を拡散してしまいますが、その状態で Main Valve を開けると、Circulation によって精製筒に入ってしまう、触媒が劣化する原因となってしまいます。そのためそのような場合には、Purge を行い Box 中のガスを置換する必要があります。

手順；

1. Purge Vent の廃棄ホースを窓の外に向ける。
2. タッチパネルの BLOWER を押し、Blower を OFF にする。
3. Main Valve を閉じた状態(水平方向)でタッチパネルの PURGE GLOVE BOX → “PRESS TO START PURGE”を押し。自動的に内部圧力の上限が 12mbar、下限が 7.5mbar に変更される。
4. 内部圧力が範囲内に収まったら、圧力が 4~5mbar 程度に収まるくらいまでゆっくりと Purge Valve を開ける。
5. その状態で 10 分程 Purge を行う。O₂ レベルがあまりに高い場合はさらに 10 分程行う。
6. 終了後、Purge Valve を素早く確実に閉じて、タッチパネルに表示されている “STOP PURGE” を押し。
7. Main Valve を開け(垂直方向)、その後 Blower を ON にする。
8. O₂、H₂O レベルが下がるまで待つ。

※溶媒を大量にこぼしてしまったなど、溶媒を大量に拡散させてしまった場合、また誤って酸素が大量に入ってしまった場合などは、20 分以上 Purge させて下さい。

※その他精製筒を極端に劣化させる化合物群が取扱説明書に書いてありますので、そちらの方も参照して下さい(P.33)。

○その他使用ルール及び注意事項

- GloveBox 使用の際は、必ず**白衣と手袋**をつけて下さい。
- Box 内反応で汎用するために試薬を Box 内に入れておきたい場合は、係りに伝えてください。その場合、試薬名もしくは構造、会社、入れた人の名前などを記載して下さい。必要が無くなって外に出すときも同様に伝えて下さい。
- 一部の汎用する溶媒は Box 中に常備しておいて構いませんが、その他の溶媒を使用する際は毎回使用時に出し入れするようにして下さい。その場合、**必ず溶媒が外に漏れないようにして下さい。**
- 溶媒使用時は、できるだけ**溶媒が拡散してしまわないように**心掛けて下さい。
- アンプルを開ける時や、その他グローブを汚してしまいそうな場合は、サニメント手袋を重ねるようにして下さい。
- ゴミが置きっぱなしになっていることが多々あります。**必ず持ち帰って下さい。**
- 試薬をこぼしてしまったら、**必ず GloveBox 内を掃除してください。**
- 消耗品はなくなったら補充しますが、**紙類やサニメント手袋を入れる場合は側面を開けチャンパー内で一晚以上引くか、事前に加温吸引デシケーターで一晚引いてから入れて下さい。**特に紙類はかなり水を含んでいるため、必ず行ってください。自信がないようなら、勝手に入れずに係りに伝えて下さい。
- **Regeranetion 作業中は、Box の操作を行わないで下さい。**なるべく**グローブにも触れないで下さい。**内部の圧力変化により行程が中断されることがあります。
- 何かトラブルや気付いたことがあったら、ノートに書いて係りスタッフ、危機に詳しい人に伝えて下さい。O₂濃度が高い時など、**明らかにおかしいと思った場合は使用しないで下さい。**わからないことを自分一人で何とかしようとししないで下さい。
- 適当な使い方は機器の劣化を早めるだけです。従って、あまりに酷い使い方をする人には、ペナルティとして使用禁止にする場合もあります。ご了承下さい。
- Box 内に常備したい器具、試薬、溶媒などありましたら、係りまで伝えて下さい。検討します。
- Box の内部状態が急激に変化したり、大きなトラブルがあった場合、本 GloveBox は自動的に停止することがあります。そのような場合は、すぐに係りまで知らせて下さい。

Glovebox 使用ルール

update 9/5/2011 by Noriaki Takasu

○試薬関係

- ・ 新しい試薬を入りたい時は、必ず係に連絡してください。 GB に入れる必要があると判断された場合のみ、試薬を入れることを許可します。その場合、試薬瓶に入れた日にちと入れた人の名前、蓋の上に元素名や略称を書いて下さい。また試薬表に記載して下さい。
- ・ GB に入れなくても平気そうな試薬は入れないで下さい。
- ・ アンプル瓶に入っている試薬は、必ず GB 内でバイアルに移して下さい。 アンプルのまま入れると、GB 内で破損してばらまかれてしまう可能性があります。
- ・ 大きい試薬はそのまま入れないで下さい。 使用時に毎回 GB 内に入れて使うか、もしくは 20ml 以下のバイアルに小分けして入れておくようにしてください。その場合、試薬名もしくは構造、会社、入れた人の名前などを記載するようにしてください。
- ・ フラスコを直接入れることは理由がない限り不許可。 また、ガラス面に直接マジックで書いただけのものは、擦れていずれ消えてしまうので、必ず紙のラベルなどに書いてそれを貼るようにすること。
- ・ 個人で調製した試薬に関しても同様。許可無く入れないで下さい。基本情報（構造式・名称・ノート番号など）や日にち、作成者の名前を書いてください。
- ・ 試薬を使い終わった場合は、責任持って試薬を廃棄してください。またその時係に伝えて下さい。死んでる試薬を発見した場合も係りに伝えて下さい。自分の試薬ではなくてもいらないものは気づいた人が積極的に廃棄する。 見て見ぬふりは NG。結局そういうものは、いつまでも残り続けます。

○GloveBox 関係

- ・ 操作マニュアルに記載されていることは必ず守って下さい。
- ・ O₂、H₂O レベルが下がらない場合は、その旨をノートに書き係に伝えて下さい。
- ・ グローブが汚れそうだと判断した場合、予めサニメント手袋で保護して行って下さい。汚してしまった場合はしっかり拭きとって下さい。
- ・ GloveBox 内でアンプル等を扱う場合も、念のためサニメント手袋などをして、グローブに傷がつかないようにケアして下さい。
- ・ ゴミが置きっぱなしになっていることが多々あります。必ず持ち帰って下さい。
- ・ 試薬をこぼしてしまったら、必ず GloveBox 内を掃除してから終了して下さい。
- ・ GloveBox 内にある器具など(鉋、ピンセット、マジック、ZEROSTAT、トングなど)は持ち出さないで下さい。
- ・ 薬包紙・サニメント手袋・キムワイプ・マジックは使い切ったら補充して下さい。
※キムワイプを追加するときは、LargeChamber を使用しなくてはならない。紙が重なりあった箇所の空気は減圧しても置換されにくい。箱の側面を開け、空気が完全に出入り・置換され得る状態にしてからチャンバーに入れる。紙は水を吸っているのので、必ず一晩減圧にしてから入れる。サニメント手袋・薬包紙なども同様。

○その他

- ・ トラブルが起きたら即対処。自分ひとりで無理だと思ったら、すぐにわかる人に聞いて下さい。わからないことを自分一人で何とかしようとししないで下さい。

○ペナルティについて

使用マニュアルの内容及び以上に記載したルールを守れない人は、その度合いによって使用制限のペナルティを課す場合があります。ある一定期間本人には一切使用させず、どうしても GloveBox 内の試薬を使用したい場合は、他の人に取ってもらうか、係及びスタッフの許可を得てからでないとは使用できないようにします。それも破って黙って使用しようとしてそれが発覚した場合、使用を完全に禁止することもあり得ます。

金井研究室にいる限り Glove Box が使えないと実験が進まなくて困るという方は少なくないと思います。ルールを守らないことで迷惑を受けるのは周りの人間です。周りの人に対してかけた迷惑の報いとしてのペナルティです。とりわけ確信犯的に守らなかった場合は、有無を言わずペナルティを受けてもらうのでそのつもりでいて下さい。

将来的に化学で身を立てる（お金を稼ぐ）つもりがあるのなら、プロフェッショナル（の卵）としての自覚を持つように。共通器具を使うとき、自分だけが良ければ OK、という考えはその意識からは程遠いところにある。そのような態度は、いずれ誰からも相手にされなくなる結果に至ると知るべし。周りの助けを適当に得られる立ち位置を確保するのも、プロとして重要たる振る舞いです。

GloveBox(VAC)メンテナンスマニュアル (係用)

update 9/5/2011 by Noriaki Takasu

細かいことは全て山八物産の取扱説明書に書いてあります。そちらも参照して下さい。

○Regeneration(P.34~P.40)

Box 内の O₂ 及び H₂O は、Blower を ON にしておくことで精製筒内の銅触媒及びモレキュラーシーブで捕捉して除去されているが、長く使っているとこの触媒活性が落ちてくるので、この操作により触媒を再生させる。定期的(約 6 ヶ月に 1 回)に再生を行う。また、O₂ 濃度が 1ppm を超えて下がらなくなった場合も Regeneration を行う。

手順 ;

1. **Ar に 5%程度 H₂ を含んだ混合ガスボンベ**を用意し、接続しておく (通常は閉じておく)。ガス残量を確認しておく。システムが通常運転していることを確認する。また、電気を使うのでブレーカーが落ちる可能性があるため、**部屋にある不必要な電気機器の電源を切っておく**。
2. Regeneration 用の廃棄ベントを外に向ける。
3. **Blower を OFF にしてから Main Valve** を 2 つとも水平方向(閉)にする。また、Purge Valve が閉じていることを確認する。
4. ガスボンベの弁を開ける (0.25~0.35MPa が目安。GloveBox 内部で圧力が 0.25~0.35MPa に調整されるため、二次圧は多少高くても問題ない)。
5. タッチパネルの **REGENERATE PURIFIER** を押す。
6. **START STANDARD REGENERATION** を押す。触媒が大量の有機溶媒を吸ってしまっている場合は、**START REGENERATION WITH SOLVENT REMOVAL** を押す。
※Main Valve 及び Purge Valve の閉止が不完全であったり、バルブに内部リークがあったりすると、再生が中断されアラームが鳴ります。問題に対処して **CONTINUE** を押して下さい。
7. 再生が開始。時間がカウントダウンされる。12 時間。
※途中で中断することもできますが、基本的には中断はしないでください。仮に中断した場合、再開する際は 12 時間以上の冷却時間を置いてから再開してください。
8. 再生が終了すると画面にその旨が表示されるので、**CONTINUE** を押す。その後、**最低 5 時間冷却する**。
9. Main Valve を開き(垂直方向)、**BLOWER** を ON にする。

○真空ポンプ

オイル交換が定期的に必要なだが、エドワーズ製の特別なオイルが好ましいが、通常の真空ポンプのオイルでも可。

1. Oil Mist Filter を取り外し Filter に溜まっているオイルと真空中ポンプに残っているオイルを抜く。
2. 真空ポンプにオイルを入れる。
3. Oil Mist Filter を取りつける。

○グローブ交換(P.51~P.52)

小さな孔程度であれば、生協で買える自転車パンク補修用のパッチで修理する。完全に破損している場合は予備のグローブを注文して、交換する。

細かい手順は取扱説明書参照。

○その他定期点検及びメンテナンス

取扱説明書参照 (P.48、他)。

※VAC 社製 GloveBox 取扱社
山八物産株式会社
本社 〒166-0003 東京都杉並区高円寺南 4-27-8
TEL : 03-5377-0631 FAX : 03-5377-0622

GloveBox(MBrown)使用マニュアル

update 9/5/2011 by Noriaki Takasu

GloveBox 使用者は、必ず本マニュアルを一度は読み、注意事項を肝に銘じてから使用してください。適当な使い方は機器の劣化を早めるだけです。あまりに酷い使い方をする人には、ペナルティとして使用禁止にする場合もあります。

○MBrown 社製 Glove Box 使用に際して

本 Glove Box は、本マニュアル更新現在、不安定物質の保存や Ar 雰囲気下での試薬の計量を行う目的で使用することを意図しています。本 GloveBox 内で溶媒を使用したり反応をかけたりしないで下さい。また、適当に扱うとすぐに触媒が傷んで O₂濃度が上がってしまいます。ルールを守って気を付けて使ってください。

○タッチパネルについて

通常使用するのは以下のボタン。それ以外は触れないように。

- circulation
Box 内の Ar ガスの循環精製運転スイッチ。通常は ON にしておく。vacume pump が ON になっていないと稼働しない。
- vacume pump
真空ポンプのスイッチ。通常は ON にしておく。GloveBox を停止させる時などしか OFF にしないので、係以外は触ることはほとんどない。
- light
照明の ON/OFF。
- analyzer
Analyzer の ON/OFF。使用時は、奥のつまみを上に向ける。下記参照。
- evacuate ante chamber • refill ante chamber
Ante Chamber の内部を真空にする / Ar で満たす。

○通常状態

使用前及び使用後に、以下の項目を確認してください。

- Ar ボンベが十分残っていることを確認する。残量が残り少なくなっている（一次圧 1~2MPa 以下）場合は、新しい Ar ボンベに交換する。
- Ar ボンベの二次圧が 0.35MPa 以上である。
- 操作パネルの circulation、vacume pump が ON になっていることを確認する(常時 ON にしておく)。

○Small Chamber 使用マニュアル

1. GloveBox 使用欄に日付、名前、開始時間を書く。ノートに書かないで使用しないで下さい。
2. 減圧にしたフラスコ・試験管及び、必要に応じてパスツールピペット、スパーテル、薬包紙などを入れ、外蓋をする。専用のかごを用意してあるのでそれを利用する。
3. 下方レバーを EVACUATE 方向にひねり、チャンバー内を十分に減圧する。
4. レバーを REFILL 方向にひねり、チャンバー内を Ar 置換する。
5. 3.→4.のサイクルを最低でも計 3 度繰り返す。
6. もう一度 EVACUATE 方向にレバーをひねり、最低でも 5 分以上減圧する。
7. REFILL で Ar 置換した後、CLOSED の位置にレバーを戻す。
8. 足元の減圧ペダルを踏みながら、グローブに手を入れていく。
※必ず手袋と白衣を着用して行うこと。Circulation が止まった場合、つけてからフットペダルを踏むようにして下さい。
9. 両手が入ったら、圧を足元のペダルで適宜調節し、グローブを手手に密着させる。
10. チャンバーの内蓋から開け、容器などを取り出す。

11. 試薬を計量する。

※棚の奥にある試薬等は備え付けのトングを用いて下さい。無理にとろうとすると試薬を散乱させたりグローブを傷めたりする原因になります。

※量り終わった試薬は、必ず元の位置に戻して下さい。

12. 容器や用具類と出たゴミ(薬包紙など)をチャンバーに戻し、内蓋をする。

13. グローブから手を抜き、チャンバーの外蓋を開けて容器を取り出して蓋を閉める。Light を OFF にする。この時も circulation が OFF になっていたら ON にする。

14. 操作パネルの後ろにあるレバーを下に向け、パネルの analyzer ボタンを押す。O₂、H₂O 濃度が下がったら再度 analyzer を OFF にし、レバーを横にひねる。

※O₂、H₂O 濃度はできるだけ 10ppm 以下まで下げようとして下さい。それより低ければなお好ましい。

15. GloveBox 使用欄に、終了時刻、使用試薬、O₂ 及び H₂O 濃度を記入する。後に待っている人がいれば呼びに行く。

その他

- ・チャンバーの内外の蓋は、固く閉めすぎないようにしてください。蓋が壊れます。
- ・何かトラブルや気付いたことがあったら、ノートに書いて係かスタッフに伝えて下さい。O₂ 濃度が高い時など、明らかにおかしいと思った場合は使用しないで下さい。

○Large Chamber 使用マニュアル

- ・操作はパネルで行う (evacuate, refill)。
- ・基本的な操作方法は small chamber と同様。
- ・EVACUATE→REFILL の操作を 1 回だけ行う。最低でも 30 分~1 時間以上減圧する。
※Refill 時に Ar を大量に消費し、また酸素の混入も起きやすいので、特別な理由がない限り使用しないで下さい。使いたい場合は係に一言尋ねて下さい。

○Analyzer について

- ・Analyzer を ON にした時、後ろのつまみを回すと思いますが、上向きが測定用(M : Measurement)です。必ず上向きに回してください。下はキャリブレーション用です(C : Calibration)。
- ・Analyzer はあくまでも Box 内の O₂、H₂O 濃度を測るためのもので、濃度を下げるためのものではありません。使用后 Analyzer で O₂、H₂O レベルを測定したら、次の使用者は基本的には使用前に Analyzer をつける必要はありません(そもそも本来は、一日に数度確認すれば良いもののようなので、高頻度で不特定多数がいろんなものを持ち込むうちのラボの使い方だと毎回測った方が良いかもしれない、とは言われましたが)。
- ・ただし、値が下がるまでに時間がかかるので、後がつかえている場合はつけっぱなしで GloveBox を用いても問題はありません。
- ・値が安定する(下がる)までに時間がかかってしまうのは、機械の調子の問題もありますが、ある程度仕方ないものです。待って下さい。

GloveBox(MBraun)メンテナンスマニュアル (係用)

update 9/5/2011 by Noriaki Takasu

○Regeneration

Box 内の O₂ 及び H₂O は銅触媒及びモレキュラーシーブで捕捉して除去されているが、長く使っているとこの触媒活性がくるので、この操作により触媒を再生させる。定期的(約6ヶ月に1回)に再生を行う。また、O₂濃度が下がらなくなった場合も Regeneration を行う。

1. **Ar に 5%程度 H₂ を含んだ混合ガスボンベ**を用意し、接続しておく (通常は閉じておく)。ガス残量を確認しておく。システムが通常運転していることを確認する。
2. 混合ガスのボンベを開ける。
3. Ar ガスのボンベを閉じ、circulation をストップする。
4. Regeneration のスイッチを押す。開始から終了まで 16 時間程度。終了すると Regeneration のランプが消える。
5. 混合ガスボンベを閉め、Ar ボンベを開け、circulation をスタートする。
6. しばらく後に、analyzer で O₂、H₂O 濃度を測定する。下がっていたら使用可能。

○真空ポンプ

オイル交換が定期的に必要だが、エドワーズ製の特別なオイルが好ましいが、通常の真空ポンプのオイルでも可。

1. Oil Mist Filter を取り外し Filter に溜まっているオイルと真空中ポンプに残っているオイルを抜く。
2. 真空ポンプにオイルを入れる。
3. Oil Mist Filter を取りつける。

○グローブ交換

小さな孔程度であれば、生協で買える自転車パンク補修用のパッチで修理する。完全に破損している場合は予備のグローブを注文して、交換する。

- ①グローブを固定している O リングごと取り外す。
- ②新しいグローブの端をグローブポートの最も内側の溝に入れる。
- ③グローブポートの外側の 2 つの溝に O リングを取りつけて、グローブを固定する。

※正しい形状のグローブを選択して下さい。大きさ、左右用、など。

※グローブを交換する前に、グローブボックス内のガスを吸い込まないように安全を確保する。必要なら、グローブ交換を行う前に、GloveBox 内に空気を十分満たしておく。

○Analyzer

Analyzer 装置の Cancer Cell 中の 2 つのセル、CAL CELL と PROBE CELL 中の水量が下限に近付いたら、蒸留水を注入する。シリンジを用い上の穴から入れる。上限は超えないようにする。また、できる限り酸素は入らないようにする。入れ終わった後は一時的に Analyzer で表示される O₂濃度が高くなるので、Analyzer をつけて数値が低くなるのを確認する。

※MBroun 社製 GloveBox 取扱社 株式会社ブライト 本社：〒351-0114 埼玉県和光市本町 6-32 吉川ビル 3 階 TEL：048-450-5770 FAX：048-450-5771
