LICHEN

S/F 系列硅油导热冷冻干燥机

使用说明书

上海力辰邦西仪器科技有限公司

SHANGHAI LICHEN-BX INSTRUMENT TECHONOLOGY CO.,Ltd

1.概述

1.1 冻干的原理

从冷冻的物质中驱出水份，干燥是在真空状态下直接把结冰的水升华为气态达到的，在干燥过程中物料的温度应该低于共融点。冻干的目的是干燥保存易脱水的产品，在加水以后要恢复原材料的特性。在低温的状况下达到干燥，蛋白质保持无水，而其它主要的化学键保持质的量不变。

通过冷冻干燥，组织、组织提取物、细菌、疫苗及血浆之类的材料，成为干燥状态，从而不会发生酶的、细菌的及化学的改变。可以说，冷冻干燥是保存生物特性敏感的组织及组织成份的最佳方法。

力辰 F 系列电加热冷冻干燥机主要特点

（1）本机采用风冷式全封闭进口法国泰康压缩机或者比泽尔压缩机，制冷量大，搁板热量采用硅油导热，搁板温差小。
（2）可实现原位冻干（预冻和干燥一体），物料可在隔板上预冻和升华，隔板升华时候可分区段实现温度控制，避免快速升温造成冻干物料的坍塌。
（3）冻干室采用透明有机玻璃门板，整个过程用户可视。
（4）带样品温度和真空曲线显示。
（5）带有真空控制和真空控制加热输出功能避免加热过快使物料坍塌（两个功能可切换）。

1.2 技术指标

干燥面积：
0.1 平方到 10 平方

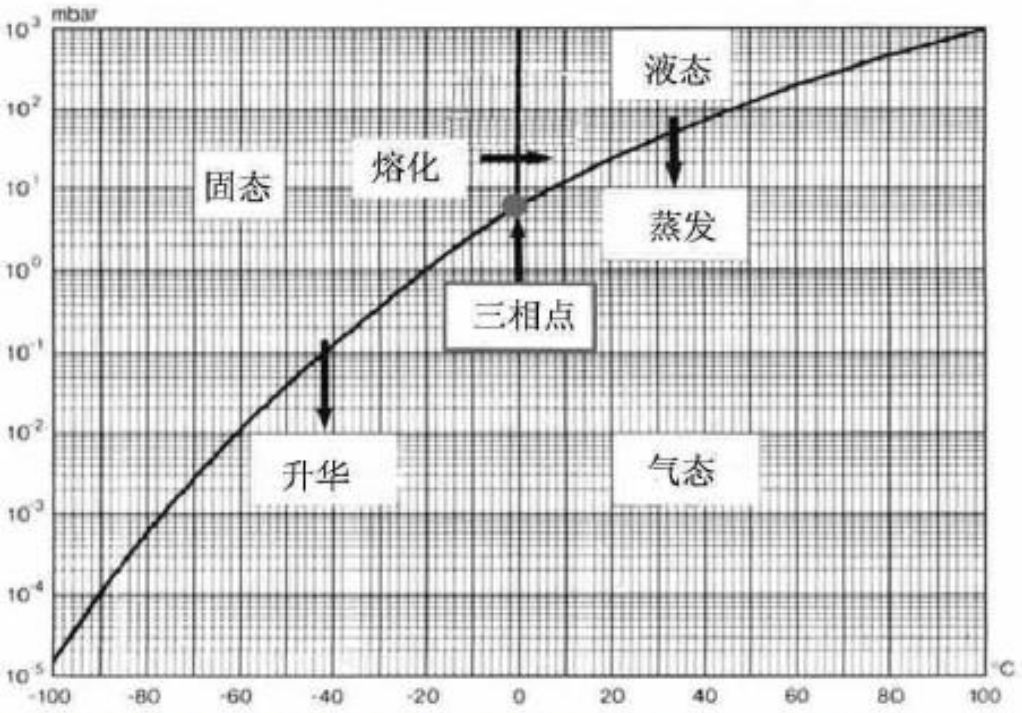
1.3 冻干的一般性原理

冻干是干燥物质的最佳方法。它基于物质的升华这一物理现象，即直接从固态转化为气态。将冷冻的产品放入真空干燥腔中冻干，冷阱就像一个蒸气泵，带走水蒸气，而真空泵相当于一个气体泵，带走空气而不是蒸气。为了给升华提供能量，外挂瓶是一种选择，它可以从环境吸取热量，也可以采用加热搁板。 钟罩式结构的冷冻干燥机在干燥过程中物料是不能继续制冷，物料冻干过程跟环境温度相关，如需要冻干共晶点较低的物质请选择中试型冷冻干燥机，双嘉 LC-20F/30F/50F/100F 为中试型，LC-200F 以上为生产型冻干机。

一旦自由水分从产品中去除，就要去除被分子力束缚的水，也叫做结构水，这一过程又叫后冻干也叫二次干燥，需要提供热量。如果冻干的物料里结构水较多且难升华，请选择带搁板加热功能冻干机。
冻干机的主要部件有：
a) 带预冻和加热的搁板，既能为物料预冻又能为升华过程提供可控的热量；
b) 可选用于西林瓶的密封装置；
真空系统
a) 排除系统中的空气
b) 低于-50℃的盘管冷阱，用于吸附腔体内的蒸气
升华：
其原理一般用水的相图来描述，冻干水成物质用蒸气压曲线来描述更为直接。如果大气压力高于 600pa，

当温度升高或降低时，水在三种形态间变化（固态、液态、气态）。

在压力为 600 pa 时，融化压力曲线、蒸发压力曲线、升华压力曲线交于一点，这点叫做三相点。在这点，三相共存。低于此点，例如压力低于 600 pa，冰直接从固态转变为气态。



"水在各种温度下的饱合蒸气压"(1 mbar = 10^2Pa)

℃	≙mbar	℃	≙mbar	℃	≙mbar	℃	≙mbar
0	6.110	-20	1.030	-40	0.120	-60	0.011
-1	5.620	-21	0.940	-41	0.110	-61	0.009
-2	5.170	-22	0.850	-42	0.100	-62	0.008
-3	4.760	-23	0.770	-43	0.090	-63	0.007
-4	4.370	-24	0.700	-44	0.080	-64	0.006
-5	4.020	-25	0.630	-45	0.070	-65	0.0054
-6	3.690	-26	0.570	-46	0.060	-66	0.0047
-7	3.380	-27	0.520	-47	0.055	-67	0.0047
-8	3.010	-28	0.470	-48	0.050	-68	0.0035
-9	2.840	-29	0.420	-49	0.045	-69	0.0030
-10	2.560	-30	0.370	-50	0.040	-70	0.0026
-11	2.380	-31	0.340	-51	0.035	-71	0.0023
-11	2.170	-32	0.310	-52	0.030	-72	0.0019
-13	1.980	-33	0.280	-53	0.025	-73	0.0017
-14	1.810	-34	0.250	-54	0.024	-74	0.0014
-15	1.650	-35	0.220	-55	0.021	-75	0.0012
-16	1.510	-36	0.200	-56	0.018	-76	0.0010
-17	1.370	-37	0.180	-57	0.016	-77	
-18	1.250	-38	0.160	-58	0.014	-78	
-19	1.140	-39	0.140	-59	0.012	-79	

预冻：冷冻干燥在压下形成冰结构.
干燥：在真空下使水分从固态直接变为气态（需要额外热量）。
物理原理：真空度与材料特性有关。

1.4 用户须知

在您收到本产品时，请检查是否与您订购的产品相符，在运输过程中是否有倾斜、翻倒或者有损坏。如发现以上情况请及时联系本公司。

重要安全信息

为了使您能够安全有效的使用本产品，请您认真阅读，并严格遵守说明书所述的安装、使用、保养和安全保护措施。本产品必须经过专业的人员进行安装、操作和维护。使用本产品时，请遵循本国、本地的安全规定或法令进行安装和使用。

注意事项：

（1）机子未经正确安装操作，搬运好需要静止 8 小时以上，才能运行。
（2）专业人员或者经过培训的人员操作。
（3）机子平整安放。
（4）不能冻干腐蚀物质，至少要有安全措施，使之不能导致材料的损坏，不能降低冷阱、腔体等部件的机械强度。
（5）不允许使用未经制造厂商指定的附件，不能使用劣质品，冻干过程中发生容器破裂是很危险的。
（6）有爆炸危险的环境。
（7）运行期间禁止敲击或移动冻干机。身体靠住机器休息也是不允许的。
（8）不要将对机器有危害的物品放在冻干机附近，如盛有水的玻璃杯。
（9）在冻干过程中会发生反应而产生高热量的产品，不允许作冻干。
（10）易燃、易爆物质不允许作冻干。
（11）对于传染、有毒、或放射性物质，要放入适当的容器中才能冻干。
（12） 机子运行的环境温度 10 到 28℃，通风良好，相对湿度小于 90%RH（不可结露）。
（13）电源必须接地良好。

1、 2.装机

2.1 通电

2.1.1 接通相应的电源

LC-5F,LC-20F,LC-30F,LC-3S,LC-5S 为单相 220V 50-60HZ 电源（出口部分国家为 110V 50-60HZ）。

LC-50F 可按照用户要求生产单相或者三相电，默认为三相电。
1 平方以上力辰冷冻干燥机全部为三相电，标准为 380V，50-60HZ（出口部分国家为 220V 三相）。

电源连接必须有良好接地，接入到带有漏电保护装置的断路器上，断路器最大耐受电流依据不同机型而定，请咨询厂家。

2.2 连接冷却水

如果为水冷机型，请连接冷却水，冷却水量请参考技术参数。
风冷型不需要连接。

2.3 将真空泵电源线插入到主机后面的相应电源口里。

2.4 将主机电源线接入机子并开启空开开关。

2.5 将托盘擦拭干净，并放入待冻干的物料，放入冻干机隔板上面，关上冻干室门，并锁紧。

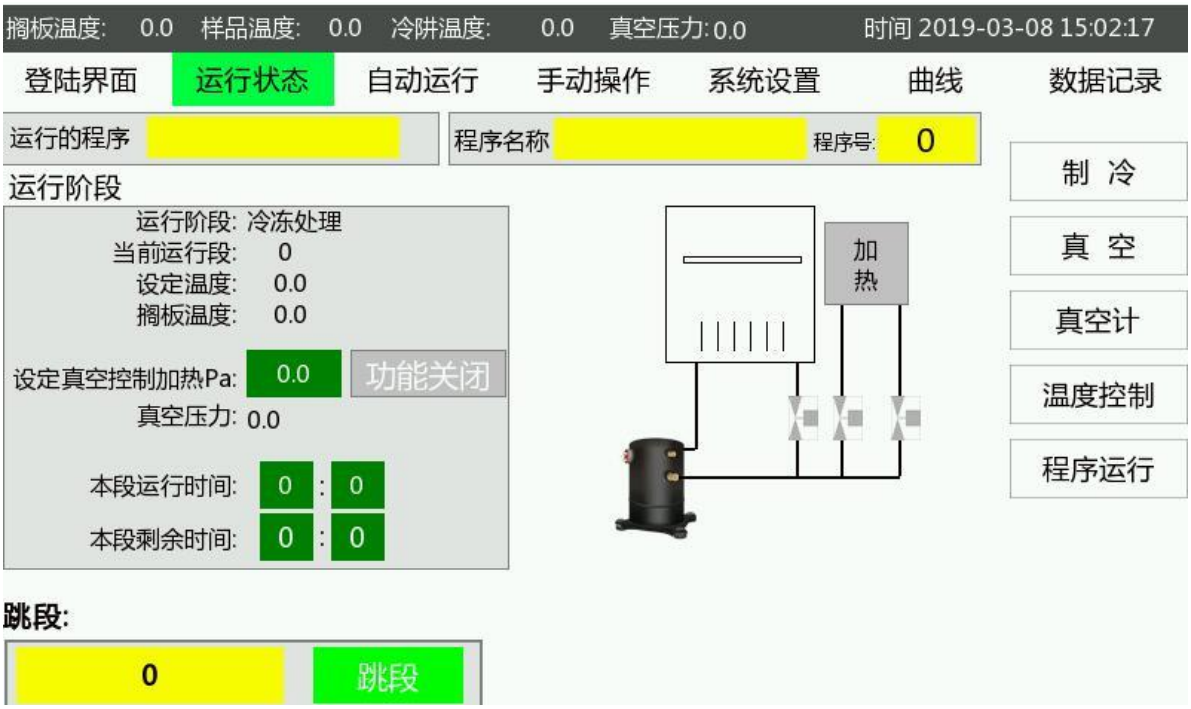
2、 3 控制系统使用

说明：非客户定制，力辰控制系统默认集手动、半自动以及自动和人工干预在一起，方便用户操作。

3.1 开机界面

登陆界面，可做权限控制。

3.2 登陆后点击‘进入系统’按钮，进入操作界面。



（1）运行的程序：显示用户在运行的冻干程序名。

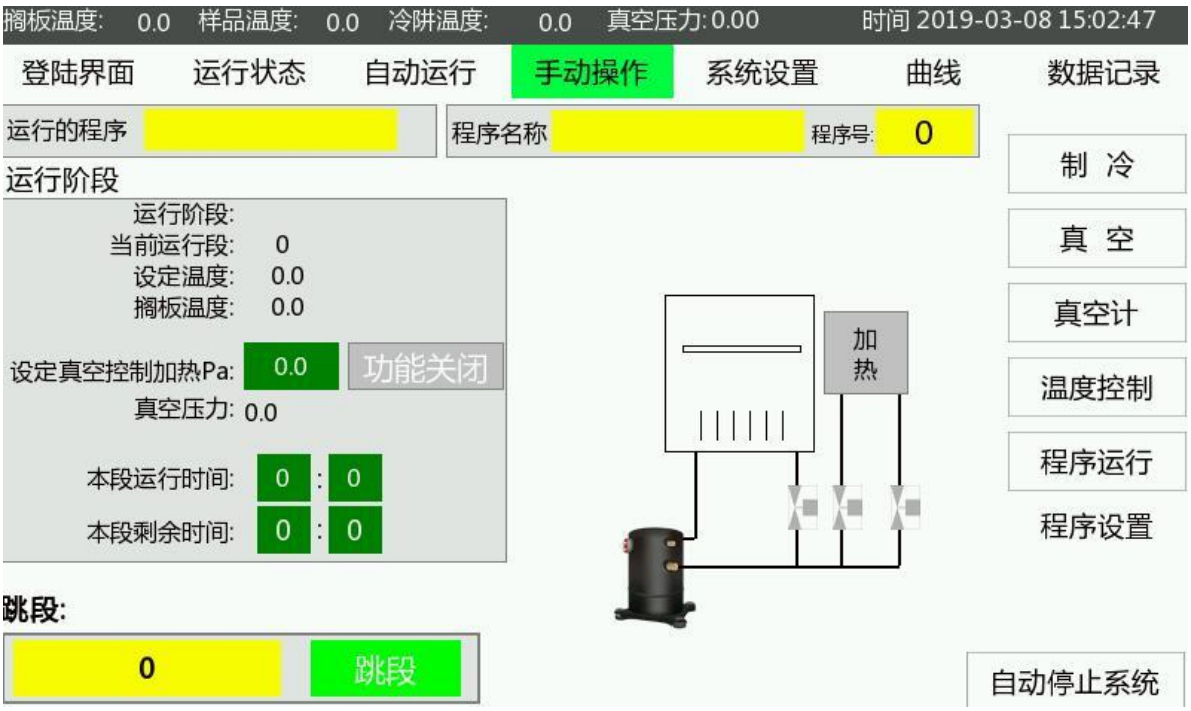
（2）程序名称和程序号：在冻干工艺设定值，可更改程序名，通过程序号来调取相应的程序名称，并进行更改程序设定。

（3）跳段：输入数值，可跳到相应的运行段。

3.3 手动运行

点击手动运行，进入手动运行界面。

备注：手动运行过程中，也可随时启动程序控制，进行自动控制即未半自动，但必须先预先设置好运行的工艺。



手动运行界面说明：
运行：进入运行界面。
参数设置：设置冻干机的运行的参数，出厂已经设好，如需设置请咨询厂家工程师。
冻干曲线：进入冻干曲线查看。
工艺程序：设置冻干的工艺。
界面上显示机子运行的各种状态指示灯，以及机子接的保护装置。
控制按钮说明：
‘制冷’：启动系统制冷，同时也开始启动机子运行。
‘真空’：手动启动真空泵，如果在冻干工艺里设定了，真空自动启动，可自动启动。
‘程序运行’：进入自动或者半自动运行，按照用户设定的工艺来运行。
‘温度控制’：是否启动冻干机的温度控制。
‘自动箱阱阀’：全自动运行情况下箱阱阀可自动进行开和关的控制。
‘手动箱阱阀’：手动开和关箱阱阀。
‘结束操作’：冻干过程完成后，进入结束操作控制的页面。
“自动停止系统”：按此按钮后，系统将自动停止运行。
对于带有箱阱阀门的冻干机，自动关机步骤为：关闭箱阱阀--延时后关闭真空泵--关闭制冷系统。

运行参数描述：
搁板温度：测定进入搁板入口的硅油的温度。
冷阱温度：测定冷阱盘管上的温度。
探头温度：测定探头位置的温度，如插入到样品里，则测定样品的实际温度。

在界面顶部有‘系统运行程序名’可查看现在运行的程序名称。
当前运行段：查看当前运行程序的某一段以及下面的参数。
设定搁板温度：查看当前运行段设定的搁板温度。
真空度启动段：在‘程序运行’接入后，可设定真空泵在指定的段自动启动。
加热真空控制：启动后，当系统运行的真空度达到设定值（工艺里可设定）后停止加热输出。

3.4 工艺程序

首次运行需要进行配方设置，选择‘工艺程序’，进入程序设置界面。

说明：

每个程序可设定 36 段；每段可设定温度，运行时间，加热控制的真空值。

每个程序（工艺或者配方）可设定‘工艺名称’（配方名称）。

配方号：通过上下箭头来切换指针到某个保存的‘配方名称’（工艺）。

新建配方：设定配方时候采用‘新建配方’可将配方保存在新的配方组里，而不是直接覆盖当前组。

下发程序：下发当前的配方到系统里。

读取 PLC 到新建：从系统里读取配方，并自动放入到最后设定配方组的后一组去，而不会覆盖用户设定的配方。

3.4.1 一般冻干过程设置：

用户在做冻干的生产之前，可先用力辰的中试型冷冻干燥机进行工艺摸索。不同制品和制剂的属性工艺千差万别，冻干过程可能复杂多样。以下为力辰提供机子的一般操作指导用于用户自行根据制品的属性进行工艺设定和摸索。

手动启动方法

运行界面：

制冷：开关系统制冷。

真空泵：开关真空泵。

温度控制：开启按照配方程序里设定的温度来运行。

配方开/关：开启配方程序功能，否则就不能按照设定的配方程序来运行。

真空控制加热开关：此功能可有效防止加热速度过快而导致物料坍塌。原理是通过，当温度升

高时，升华速度加快，干燥室里水蒸气压力高，如超过零界点，则会发生物料坍塌，开启此功能，则当压力达到某个值时候停止加热，设定的压力值在配方设置里‘控制’栏。一般设定40-80Pa 之间。

注意：此功能在样品太少的情况下效果不佳，因为样品少，本身升华的气态水蒸气少，腔体压力仍不能升高。

（1）预冻

设定第 1 段为预冻温度阶段，设置‘-50℃，时间 5 小时。

点击‘制冷’，进行隔板降温，物料开始冻结，一般物料需要低于冰点温度以下 10℃，再进行 3-4 小时冻结，以保障物料冻结完全。

预冻产品物料厚度在 10mm 左右，如果厚度大于 10mm，建议使用旋转冷冻仪进行，靠离心力提高瓶内壁冰冻的层并使之冻固，以降低温度，从而能够显著减少总的干燥时间。
注意：腔体内的水分必须去除干净，排水阀和排气阀关闭。
腔体的门板必须涂上真空脂。

产品预冻的厚度不超过 2CM，否则产生不良冻干效果。

（2）升华干燥

真空泵打开，开启‘配方开’开关，如果需要重新计算配方运行的时间，点击‘清零’按钮，进行配方运行时间重新计算，清晰观察各段的运行时间。

力辰 LC-F 系类冷冻干燥机，可实现自动控制，在运行界面上设定‘真空泵启动段’并且开启配方和温度控制功能后，当运行到设定的段数后，真空将自动运行。

3.4.2 自动运行

1. 设定工艺：

（1）冷冻处理，此阶段为产品的冷冻，可分 8 段对产品进行冷冻处理。

备注：一般情况下预冻只需要设置一段即可，剩余的七段时间设置为 0。

（2）主要干燥

（3）此阶段为主要干燥阶段，可分 24 个段进行控制，包括每段的温度，真空度和运行时间。此时间计算从开始往此段开始运行计算，并不是到达设定温度后计时。

（4）二次干燥

二次干燥又叫解析干燥，主要为去除产品的结构水，可分四段。

（5）冻干结束保持段

冻干结束后，在用户取出产品前，需要设定产品的保持温度。

备注：以上工艺皆为客户自行按照产品的冻干工艺设定。

注意：

含有溶剂的材料或者盐浓度高的材料在干燥的过程中又可能出现化霜现象。（明显起泡）。这时要求尽量的降低冷冻温度，例如用液氮。

溶剂浓度高的产品或者是含酸的预冷冻产品不能没有特殊的保护措施，例如：用化杂交真空泵进行干燥。

处理叠氮化物时请特别小心，因为与铜或有色金属反应可以产生危险的爆炸物质，一定要在工厂里查询！

冷冻的材料一出现升华就要吸热，从而进一步降温。

开始干燥，达到最高的升华速度。

随着升华速度的提高，凝冷温度的升高从而使腔体中的压力随着升高，避免物料坍塌，LC 冷冻干燥机提供真空控制加热功能，当腔体压力达到某个值时候停止搁板加热。

主干燥的时间主要由以下各点决定：

产品的厚度；

产品的固体含量；

在物体干燥过程中所加的热量；

干燥过程中干燥室里的压力。压力升高，升华速度加快而干燥时间减少。

在主干燥过程中产生的水蒸气不是由真空泵抽走，而是由冷阱捕捉。真空泵的作用是，降低不凝结气体的分压使得水蒸气由产品转移到冷阱。当然也有少数的水蒸气被真空泵抽走。

冷干产品的残留水份主要取决于：

后干燥时的干燥物品温度

后干燥时所达到的真空度。当产品温度接近搁板温度（温差约 3K-5K），主冻干完成。开始后冻干以后除被分子力束缚的水分。

下面的曲线表示含 10%固体物质的产品的冻干过程。在主冻干的第一个 1/4 周期内，50%的水分被浓缩。在第二个周期内又有 50%的水分被浓缩，知道冻干曲线接近时间轴。随冻干过程的进行，升华区退入产品内部，其蒸气要通过已冻干区域升华出来，阻力越来越大。因而冻干取决于升华热和蒸气传输速率。为了提高被冻干产品的热传导速度并保持蒸汽量尽可能小，必须让冻干靠近三相点进行。

冻干时间取决于真空度，真空度越接近蒸汽压曲线的凝固点，冻干时间越短。

数据：

1.9 克冰在：

1.0mbar 下 1m^3蒸气

0.1mbar 下 10m^3蒸气

0.01mbar 下 100m^3蒸气

冻干过程中的供热：

冻干产品所需热能主要通过热传导和对流获得。热量从加热搁板通过瓶底传导或对流到产品。

在开始，从容器壁的热传导非常有效。但很快出现一个无冰、多孔、干燥的区域，在容器壁与产品之间形成温度梯度。已冻干的产品的导热性能差，使得冰核的温度升高。一旦高于凝固温度，产品开始解冻。这个现象常见于多成分物质或厚层。在这个冻干阶段，调节热量和精确地控制压力及温度是很重要的。

（3） 后冻干

在干燥室里所调节的中压由对应于冰蒸气压力曲线的凝冰温度决定：

例如：

1.030mbar 对应于-20℃

0.370mbar 对应于-30℃

0.120mbar 对应于-40℃

0.040mbar 对应于-50℃

0.011mbar 对应于-60℃

当凝冰温度低于-50℃，而且压力小于 0.120mbar 时，机器的工作效率高。

提示：

例如：凝冰温度显示-50℃时，按“℃/mbar”按键就可以换算出对应于-50℃的冰蒸气温度曲线。在显示器上显示 0.04mbar。在真空度显示器上显示的却不是计算出来的值，而是显示实际值，例如：0.120mbar，这一差距主要是由在冷阱室结冰位置上的最热处所需要对应的系统压力所决定，同时也受产品残余物或由更高蒸发压力溶剂成分的影响。

（4）冻干结束及排气

关于冷冻终结的大概描述可以借助于真空度和冷阱温度进行。在冷阱不再有负荷并且达到-55℃以下。随着凝冰温度的下降，干燥室的压力也下降。

关闭真空泵，通过真空橡胶密封阀门或者排水阀门使干燥室通气，可以选购氮气或者其他惰性气体或空气给机器充气的微调充气阀门，最后关机，取出产品。

（5）解冻

F 系列冷阱盘管化霜为电加热化霜，可从抽真空管道冲入热气来加速冷阱盘管化霜。

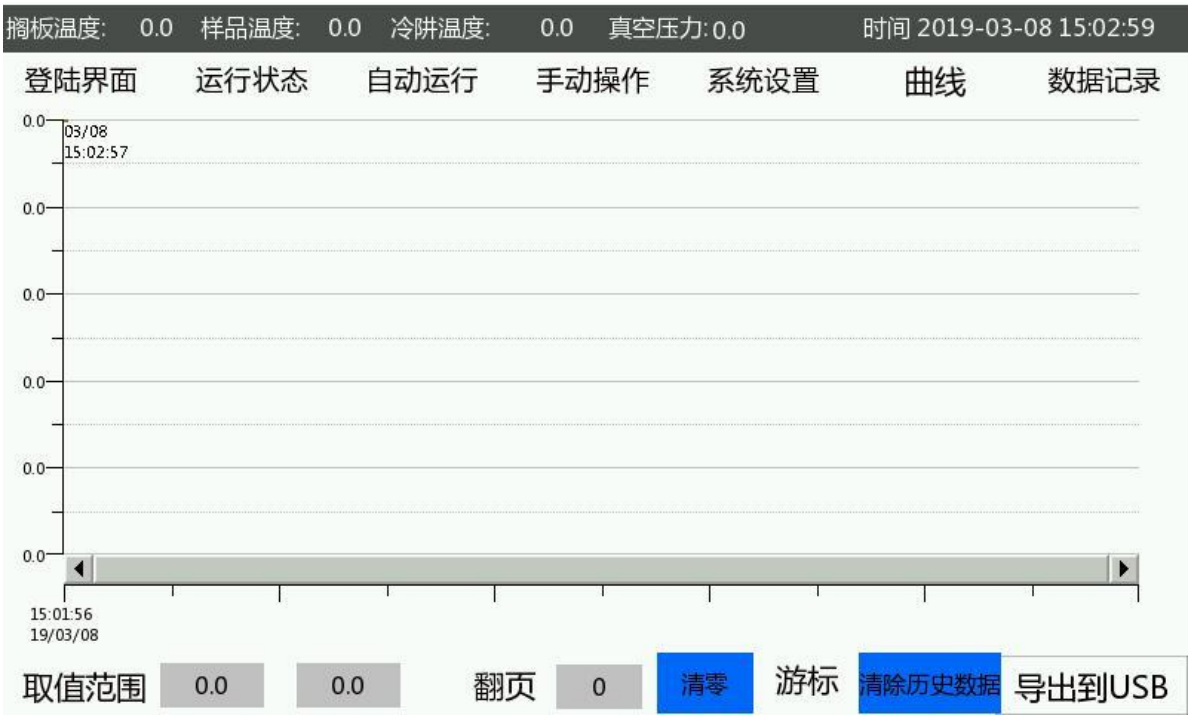
F-C 系列为自然化霜。

注意：当做完一批试验后，搁板在后干燥阶段温度较高，如果搁板温度高于 50℃，不能直接开启制冷，否则制冷系统负载过高，待搁板温度降低到 40℃以内再运行降温功能。

（4）冻干完成后操作

1、采用浸泡化霜的机子，需要开启化霜水阀开，阀门为气动阀，开启和关闭按钮为点动型。化霜完成后关闭化霜水阀门。进入下一次操作前务必要关闭阀门。
2、阱排水开/关，化霜完成后，排出冷阱的水。进入下一次操作前务必要关闭阀门。
3、箱排水开/关：带有在位清洗功能的机子带有气动排水阀。清洗后开启阀门排水。进入下一次操作前务必要关闭阀门。
4、箱进气开/关：冻干完成后，开启箱体进气，进入气体，用户也可将进气口连接惰性气体。如果进气量太大，可外接一个阀门调节气压。力辰可选配脉冲回填进气装置，可慢速、中速、快速三种回填模式选择，避免了对于冻干结束后颗粒状及絮状物质充气产生有效物质被吹跑流失的问题。
5、液压压塞：带有压塞功能的机子，采用液压机械为动力使板层上下移动来完成压塞功能。

4、曲线查看和数据记录



（1）取值范围：获得曲线的取值范围，比如-50 到 50℃，既曲线显示在此温度范围内数据。
（2）清零：清除屏幕上数据。
（3）清除历史数据：清除掉整个控制系统里面保存的全部历史数据。
（4）导出到 USB，可将曲线导出到 USB 进行数据分析，格式为 csv,用 excel 即可打开。

5、常见故障及排除方法

1、真空度达不到指标。
检查放气阀是否关闭。也可在抽气过程中反复开、关该阀，让外界空气吹冲阀孔，以吹除阀内可能有的杂质，从而保证阀的密封。
真空泵与主机之间由真空管连接，检查两个连接处的卡箍是否拧紧。
检查有机玻璃门硅胶条底面是否光洁平整。
检查真空泵油质量，从视油镜观察泵油是否变浊或混入杂质，一般情况下，连续工作 200 小时左右，需要更换真空泵油。
真空泵漏油。
检查漏油部位（主要可能是视油镜和密封垫），更换相应新配件。
3、冷阱温度偏高。一般由于散热不良，或环境温度偏高所致。
4、搁板温差大，直冷式搁板在制冷阶段没开启温控时候温度较大。如需要隔板无温差，请选择力辰硅油导热的冷冻干燥机系列。

6、保修条款

本产品经公司内严格检查后出货，自发货之日起质保一年，如质保期内产品存在制造上的不良、或者非人为损坏的故障，两个月内本公司免费更换或维修，超过两个月但是在一年内免费维修。
本机的保修期为一年。在正确使用前提下，如发生损坏，由公司负责维修。

7、免责事项

（1）超出质保期的产品。
（2）人为损坏或因不可抗拒的外在因素（自然灾害等）造成的损坏。
（3）不按照使用说明书规定的内容，采用错误的使用方法引起的故障或者不良。
（4）未经过我公司统一的任何改造、分解、修理过的产品。
（5）异常工作环境（强电磁、放射性环境；高温、高湿、易燃性气体环境；腐蚀性气体环境、粉尘等）引起的故障或者不良。
（6）在不符合本产品适当的使用条件下使用发生的故障。

上海力辰邦西仪器科技有限公司
地址：上海市松江区三浜路 469 号 9 幢
联系方式：400-840-9177