

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
F26B 5/06 (2006.01)



[12] 实用新型专利说明书

专利号 ZL 200720093911.9

[45] 授权公告日 2008 年 5 月 14 日

[11] 授权公告号 CN 201059842Y

[22] 申请日 2007.6.14

[21] 申请号 200720093911.9

[73] 专利权人 东北师范大学

地址 130024 吉林省长春市人民大街头 5268 号

[72] 发明人 田尚衣

[74] 专利代理机构 长春市东师专利事务所
代理人 刘延军 李荣武

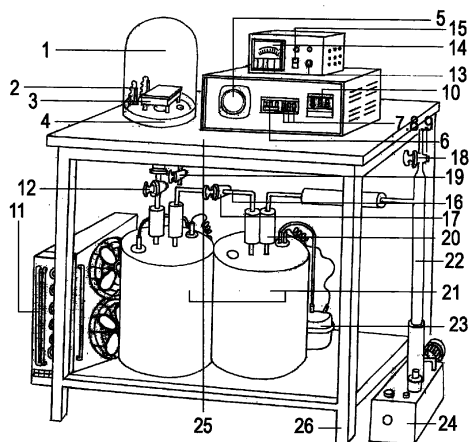
权利要求书 2 页 说明书 5 页 附图 1 页

[54] 实用新型名称

简易立式真空冷冻干燥实验机

[57] 摘要

本实用新型属于用于实验室内土壤、动植物组织、组织提取物、细菌、疫苗及血浆等材料的真空冷冻干燥的实验装置，具体涉及一种简易立式真空冷冻干燥实验机。本实用新型包括样品室（干燥室）、制冷系统、真空系统和控制系统。样品室采用盘式电加热装置的结构，并同时与真空系统和冷冻系统串连，实现了样品冻结、加热同步进行，提高了冻干速率；双压缩机、冷凝器加大了制冷效率；50L 超大容积冷阱室缩短了冻干时间、提高了冻干速率和冻干质量，避免了真空泵腔体内由于冰体升华的水汽进入，延长了真空泵的适用寿命。具有结构简单、操作方便、价格低廉、易于选材加工等优点。



1、简易立式真空冷冻干燥实验机，其特征是：主要包括样品室、制冷系统、真空系统及控制系统，样品室是由金属圆盘底座与玻璃钟罩构成封闭体系，在干燥室内安装有盘式电加热器，在金属圆盘底座上设置孔径不完全相同的圆孔七个，其中四个圆孔为盘式加热器的铜电极位置，铜电极上端在样品室内与盘式电加热器相连接，铜电极下端与数字显示温度控制表及自偶调压器相连接；其中一个圆孔在金属圆盘底座的下面通过焊接无缝钢管与真空系统和冷冻系统串连，该连接系统均用厚壁真空橡胶管和厚壁玻璃管及真空玻璃活塞连接；其中一个圆孔通过在金属圆盘底座下面焊接的无缝刚管及厚壁真空橡胶管与热偶真空表相连；其中一个圆孔在金属圆盘底座的下面通过焊接的无缝钢管及厚壁真空橡胶管与真空玻璃活塞放气阀相连，冷冻系统是由两个压缩机、两个冷凝器和两个容积为 50 升钢瓶制作的冷阱构成，冷阱结构中钢瓶上端中心处有两个出口，冷阱 I 上的一个出口是用于与样品室连接，另一个出口是用于与冷阱 II 串连，冷阱 II 的另一个出口是与真空泵相连，钢瓶底部中心处有一个放水阀，在钢瓶外围套有一个用金属薄板制作的封闭外套，薄板外套与钢瓶的空隙处灌注绝缘隔热物质；真空系统真空泵为真空系统的动力源，控制系统由真空泵的电源开关、热偶真空计开关和自偶调压温度控制开关构成。

2、简易立式真空冷冻干燥实验机，其特征是：样品室是由直径为 $\phi 300\text{mm}$ 、厚为 30mmQ235 型材金属圆盘底座与直径为 $\phi 280\text{mm}$ 的玻璃钟罩构成封闭体系，金属圆盘底座上有直径为 280mm、宽 8mm、深是 10mm 的环型凹槽，凹槽内放有耐油橡胶 O 型圈，金属圆盘底座上钻有直径分别为 $\phi 14$ 的圆孔四个、直径为 $\phi 18$ 的圆孔一个、直径为 $\phi 16$ 的圆孔一个、直径为 $\phi 10$ 的圆孔一个，

Φ 18 的圆孔在金属圆盘底座的下面通过焊接长 30mm、Φ 18 的无缝钢管与真空系统和冷冻系统串连，Φ 14 的圆孔为盘式加热器的铜电极位置，Φ 16 的圆孔通过在金属圆盘底座下面焊接有长 30mm、Φ 16 的无缝刚管及厚壁真空橡胶管与热偶真空表相连，Φ 10 的圆孔在金属圆盘底座的下面通过焊接有长 30mm、Φ 10 的无缝钢管及厚壁真空橡胶管与真空玻璃活塞放气阀相连，冷冻系统是由两个压缩机、两个冷凝器和两个容积为 50 升煤气罐制作的冷阱构成，在煤气罐外围 10cm 处套有一个用镀锌薄板制作的封闭外套，镀锌薄板外套与煤气罐的空隙处灌注 AB 发泡剂。

简易立式真空冷冻干燥实验机

技术领域

本实用新型属生物、化学、医药等学科实验室内用于土壤、动植物组织、组织提取物、细菌、疫苗及血浆等材料的真空冷冻干燥过程的实验装置。具体涉及一种简易立式真空冷冻干燥实验机。

背景技术

真空冷冻干燥技术是将湿物料或溶液在较低的温度（ $-10^{\circ}\text{C} \sim -50^{\circ}\text{C}$ ）下冻结成固态，然后在真空（ $1.3 \sim 13$ 帕）下使其中的水分不经液态直接升华成气态，最终使物料脱水的干燥技术。实验室常用的装置是台式小型真空冷冻干燥机。基于目前实验室所使用的真空冷冻干燥机多为进口台式小型双腔真空冷冻干燥机，其最大凝水量为 2.5-4kg，冻干周期为 20 小时左右。冷阱腔（10L）多采用不锈钢型材及无缝不锈钢管盘制而成，其制冷、加热过程多采用异步式循环系统。此种冷冻干燥机的不足之处是冻干容量小、其效率远不能满足大容量、批量处理冻干样品的实验需求。另外进口冷冻干燥机的造价高，普通实验室的经济条件难于承受。国内生产的小型真空冷冻干燥机除具有上述特点外，还存在性能不稳定、噪音大的问题。

发明内容

本实用新型的目的是解决了上述问题。提供一种具有冷冻加热干燥同步、双体大容量 50L 冷阱室、结构简单、操作方便、价格低廉、实用性强、易于选材加工的简易立式真空冷冻干燥实验机。

本实用新型包括样品室（干燥室）、制冷系统、真空系统和控制系统。

样品室是由金属圆盘底座与玻璃钟罩构成封闭体系。也可根据需要制作容积不同的密封罩。在金属圆盘底座上有环型凹槽，凹槽的底部平面的光滑，光洁度为车工技术指标 1.6，凹槽内放有耐油橡胶 O 型圈。以使玻璃钟罩与金属圆盘底座能够达到真空密闭衔接。在干燥室内安装有盘式电加热器，预干燥的样品就是在钟罩内的加热器上被同时冷冻加热干燥。在金属圆盘底座上钻有直径分别为 $\phi 14$ 的圆孔四个、直径为 $\phi 18$ 的圆孔一个、直径为 $\phi 16$ 的圆孔一个、直径为 $\phi 10$ 的圆孔一个。其中 $\phi 14$ 的圆孔为盘式加热器的铜电极位置，铜电极上端在样品室内与盘式电加热器相连接，铜电极下端与数字显示温度控制表及自偶调压器相连接，以对样品室内的温度通过自偶调压器进行控制。 $\phi 18$ 的圆孔在金属圆盘底座的下面通过焊接无缝钢管与真空系统和冷冻系统串连，该连接系统均用厚壁真空橡胶管和厚壁玻璃管及真空玻璃活塞连接，以保证整体系统真空制冷操作及真空密闭性。 $\phi 16$ 的圆孔通过在金属圆盘底座下面焊接的无缝刚管及厚壁真空橡胶管与热偶真空表相连，在真空制冷运行中随时监测样品室内的真空度。 $\phi 10$ 的圆孔在金属圆盘底座的下面通过焊接的无缝钢管及厚壁真空橡胶管与真空玻璃活塞放气阀相连，在干燥过程结束时通过此阀实现样品室内外的压力平衡；冷冻系统是由两个压缩机、两个冷凝器和两个容积为 50 升钢瓶制作的冷阱构成，冷阱用现有的煤气罐即可制作，冷阱结构中煤气罐上端中心处有两个出口，冷阱 I 上的一个出口是用于与样品室连接，另

一个出口是用于与冷阱Ⅱ串连，冷阱Ⅱ的另一个出口是与真空泵相连。煤气罐底部中心处有一个放水阀，从样品室中抽出的水汽进入冷阱，在冷阱内部凝结成冰时，待融化后由此阀放出。在煤气罐外围套有一个用镀锌薄板制作的封闭外套，镀锌薄板外套与煤气罐的空隙处绝缘隔热物质以达到绝缘隔热的作用；真空系统是以上海真空泵厂生产的 2ZX-4 旋片式真空泵为真空系统的动力源。控制系统由真空泵的电源开关、热偶真空计开关和自偶调压温度控制开关构成。整体装置框架是由 3×3 的方钢焊成的 $1200 \times 100 \times 70$ 的铁架支撑，铁架上部用木质板封盖，铁架下方距地面 25mm 处也是用木板隔开。该装置分上、下两部分，样品室和控制系统安装在整体框架的上面（封盖的木质面板上）构成装置的上半部，制冷系统和真空系统安装在第二层木板上面构成装置的下半部。当该装置整体运行时，预真空干燥的样品在样品室内通过一定时间的真空冷冻干燥过程，最后可达到真空冷冻干燥的目的。

本装置的优点之处：

- ① 样品室采用盘式电加热装置的结构，实现了样品冻结、加热同步进行，提高了冻干速率；
- ② 双压缩机、冷凝器加大了制冷效率。50L 超大容积冷阱室缩短了冻干时间、提高了冻干速率和冻干质量，避免了真空泵腔体内由于冰体升华的水汽进入，延长了真空泵的适用寿命。
- ③ 该装置在选材上采用了简易、价格低廉的材质，在该机的结构与功能不变的前提下即保证了冻干的质量，又降低了造价。同等功能的机型其造价是进口的 1/5-1/7，同等冻干容量的冻干时间是进口冻干机的 1/2-1/3。

附图说明

附图为简易立式真空冷冻干燥实验机结构示意图

附图中 1-玻璃钟罩；2- $\varnothing 14$ 铜电极；3 盘式电加热器-；4-金属圆盘底座；5-自偶调压器旋钮；6-真空泵电源开关；7-、8-制冷开关；9-加热器开关；10-温度数控表；11-冷凝器 1、2；12-样品室与冷阱室的玻璃调节活塞；13-热偶真空计电流调节旋钮；14-热偶真空计表；15-热偶真空计电源开关；16- $\varnothing 10\text{mm}$ 玻璃联通管；17-冷阱室 1 和冷阱室 2 的玻璃联通活塞；18-真空系统压力调节玻璃活塞；19-样品室压力调节玻璃活塞；20-厚壁真空橡胶管；21-冷阱室 I 和冷阱室 II；22- $\varnothing 20\text{mm}$ 的玻璃联通管；23-空气压缩机 I 和空气压缩机 II；24-2ZX-4 真空泵；25-木制板；26-方钢铁架

具体实施方式

下面结合附图进一步说明该装置的结构及操作流程及功能：

样品室是由直径为 $\varnothing 300\text{mm}$ 、厚为 30mm Q235 型材金属圆盘底座与直径为 $\varnothing 280\text{mm}$ 的玻璃钟罩构成封闭体系。也可根据需要制作更大容积的密封罩。在金属圆盘底座上有直径为 280mm 、宽 8mm 、深是 10mm 的环型凹槽，凹槽的底部平面的光滑，光洁度为车工技术指标 1.6，凹槽内放有耐油橡胶 O 型圈。以使玻璃钟罩与金属圆盘底座能够达到真空密闭衔接。在金属圆盘底座上钻有直径分别为 $\varnothing 14$ 的圆孔四个、直径为 $\varnothing 18$ 的圆孔一个、直径为 $\varnothing 16$ 的圆孔一个、直径为 $\varnothing 10$ 的圆孔一个。其中 $\varnothing 14$ 的圆孔为盘式加热器的铜电极位置，铜电极上端在样品室内与盘式电加热器相连接，铜电极下端与数字显示温度控制表及自偶调压器相连接，以对样品室内的温度通过自偶调压器进行控制，一

般的操作温度在 30℃ 的恒温下进行。Φ 18 的圆孔在金属圆盘底座的下面通过焊接长 30mm、Φ 18 的无缝钢管与真空系统和冷冻系统串连，Φ 16 的圆孔通过在金属圆盘底座下面焊接有长 30mm、Φ 16 的无缝刚管及厚壁真空橡胶管与热偶真空表相连，Φ 10 的圆孔在金属圆盘底座的下面通过焊接有长 30mm、Φ 10 的无缝钢管及厚壁真空橡胶管与真空玻璃活塞放气阀相连；冷冻系统是由两个压缩机、两个冷凝器和两个容积为 50 升钢煤气罐作的冷阱构成，在煤气罐外围 10cm 处套有一个用镀锌薄板制作的封闭外套，镀锌薄板外套与煤气罐的空隙处灌注 AB 发泡剂以达到绝缘隔热的作用；真空系统是以上海真空泵厂生产的 2ZX-4 旋片式真空泵为真空系统的动力源。控制系统由真空泵的电源开关、热偶真空计开关和自偶调压温度控制开关构成。

进行真空冷冻干燥时，将事先置于玻璃容器内的预冰冻样品放入干燥室内加热器 3 上，盖上玻璃钟罩 1，接通真空泵电源开关 6，关闭真空玻璃活塞 12、18、19，打开真空玻璃活塞 17，打开制冷开关 7、8，打开热偶真空计开关 15。此时是对冷阱 1、2 进行真空制冷作用。当热偶真空计表的指针位置不发生变化时，打开真空玻璃活塞 12，此时开始对样品室开始进行真空制冷作用。此系统分两步进行真空制冷过程是为了使样品室迅速达到真空制冷的效果。当热偶真空计表的指针位置不发生明显变化时，打开盘式电加热器开关 9。用自偶调压器旋钮 5 调节温度至 30℃ 即可。这时样品室内的样品真空制冷及加热干燥同步进行。冷冻干燥结束时依次关闭真空玻璃活塞 12、17，然后依次关闭电加热器开关 9，制冷开关 7、8，热偶真空计开关 15，真空泵电源开关 6。轻轻打开真空玻璃活塞 19，待样品室内外的压力平衡时取下玻璃钟罩。样品的真空制冷干燥过程全部完成。

