



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 220169846 U

(45) 授权公告日 2023. 12. 12

(21) 申请号 202321423438.1

(22) 申请日 2023.06.06

(73) 专利权人 上海组波智能仪器科技有限公司

地址 201603 上海市松江区明南路85号

(72) 发明人 齐义舟 胥波 朱建民 齐培州
张强

(74) 专利代理机构 上海胜康律师事务所 31263

专利代理师 李献忠 张华

(51) Int. Cl.

F26B 11/18 (2006.01)

F26B 5/06 (2006.01)

F26B 25/18 (2006.01)

B01L 9/06 (2006.01)

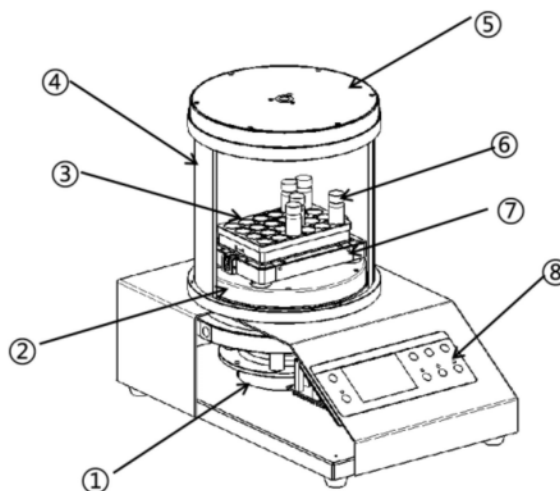
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54) 实用新型名称

一种液体物料冷冻干燥装置

(57) 摘要

本实用新型提供一种液体物料冷冻干燥装置及方法,涉及生物实验设备领域,其包括:样品架,用于放置至少一个装有液态样品的样品管;旋转单元,用于驱使样品架旋转,使得液态样品贴附于样品管的内壁面动态流动;温度调节单元,用于对样品管进行降温操作,使得液态样品冻结在样品管的内壁面上;以及升华干燥单元,用于对冻结在样品管的内壁面上的液态样品进行升华干燥处理,以获得冷冻干燥的样品。通过采用本实用新型实施例提供的设备把液态样品均匀地冻结在容器内壁,这样在升华操作时,大大的增加了升华面积,预冻和升华时整个样品瓶壁都参与热传递交换,整个过程热效率高、速度快,也容易控制每个样品的“晶体塌陷温度”,多样品操作时均匀性极佳。



1. 一种液体物料冷冻干燥装置,其特征在于,包括:
样品架,用于放置至少一个装有液态样品的样品管;
旋转单元,用于驱使所述样品架旋转,使得所述液态样品贴附于所述样品管的内壁面动态流动;
温度调节单元,用于对所述样品管进行降温操作,使得所述液态样品冻结在所述样品管的内壁面上;以及
升华干燥单元,用于对冻结在所述样品管的内壁面上的所述液态样品进行升华干燥处理,以获得冷冻干燥的样品。
2. 根据权利要求1所述的液体物料冷冻干燥装置,其特征在于,所述旋转单元包括与所述样品架固定连接的样品台,以及驱动所述样品台做偏心旋转运动的马达。
3. 根据权利要求2所述的液体物料冷冻干燥装置,其特征在于,所述样品架和所述样品台的材质均为金属材质。
4. 根据权利要求2所述的液体物料冷冻干燥装置,其特征在于,所述马达通过偏心轴传动装置连接所述样品台。
5. 根据权利要求2所述的液体物料冷冻干燥装置,其特征在于,还包括与所述马达连接的控制系统,所述控制系统用于控制所述马达的转速。
6. 根据权利要求5所述的液体物料冷冻干燥装置,其特征在于,还包括与所述控制系统连接的控制面板,所述控制面板用于供操作者输入控制指令以及显示所述液体物料冷冻干燥装置的工作状态。
7. 根据权利要求2所述的液体物料冷冻干燥装置,其特征在于,所述温度调节单元包括对所述样品台进行温度调节的加热/制冷循环泵以及设于所述样品台内的电加热模块。
8. 根据权利要求1所述的液体物料冷冻干燥装置,其特征在于,所述升华干燥单元包括用于将所述样品架密封其内的密封罩和用于将密封罩内抽真空的真空泵。
9. 根据权利要求8所述的液体物料冷冻干燥装置,其特征在于,所述密封罩呈透明状态。

一种液体物料冷冻干燥装置

技术领域

[0001] 本实用新型涉及生物实验设备领域,具体而言,涉及一种液体物料冷冻干燥装置及方法。

背景技术

[0002] 目前,在科学研究、工业研发及工业生产过程中,真空冷冻干燥技术已经被广泛应用于各类含水物料样品(液态或固态物料样品)的脱水干燥操作。真空冷冻干燥的基本原理是“固态冰直接真空升华成水蒸气脱除”,基本操作过程是:先把要干燥的物料样品低温预冻,确保物料样品内部的水变成固态的冰,然后将预冻好的样品转移(或者原位)至真空腔内,在低温状态下抽真空,此时固态冰直接升华成气态的水,被真空抽走,完成真空冷冻干燥过程。

[0003] 真空冷冻干燥技术在低温、低氧环境下进行,大多数生物反应停滞,且处理过程无液态水存在,水分以固体状态直接升华,使物料原有结构和形状得到最大程度保护,最终获得外观和内在品质兼备的优质干燥制品,因而在研究研发实验室和工业生产领域广泛使用。

[0004] 然而,现有的真空冷冻干燥技术在处理液态样品时,普遍采用的是比较简单的样品处理方法,比如在处理液态样品时,通常是将液态样品直接放置在容器中(比如玻璃样品瓶或其它容器)静态操作,比如静态预冻/速冻。

[0005] 液态样品静态操作的天然缺点是效率低、速度慢、时间长和能耗高。比如真空冷冻干燥2ml的mRNA生物样品,现有方法是将液态的mRNA样品放置在5ml西林瓶(内径16mm高度30mm)内直接预冻成固态形状,然后转移(或者原位)至真空腔内进行升华操作;此时的冷冻样品形态是直径16mm的圆柱形“冰块”,升华过程就是以这种“冰块”状态进行,其升华面积就是圆柱形“冰块”的横截面积,只有“2.0096平方厘米(0.8x0.8x3.14)”;并且这种物料静止状态的操作,预冷冻和升华时,热交换速度有限,特别是升华过程是在真空状态下进行时热交换速度更慢,此时也很难精准控制升华时的“晶体塌陷温度”。

实用新型内容

[0006] 本实用新型的目的在于提供一种液体物料冷冻干燥装置及方法,以解决以上问题。

[0007] 在第一方面,本实用新型实施例提供一种液体物料冷冻干燥装置,包括:

[0008] 样品架,用于放置至少一个装有液态样品的样品管;

[0009] 旋转单元,用于驱使所述样品架旋转,使得所述液态样品贴附于所述样品管的内壁面动态流动;

[0010] 温度调节单元,用于对所述样品管进行降温操作,使得所述液态样品冻结在所述样品管的内壁面上;以及

[0011] 升华干燥单元,用于对冻结在所述样品管的内壁面上的所述液态样品进行升华干

燥处理,以获得冷冻干燥的样品。

[0012] 在一些实施例中,所述旋转单元包括与所述样品架固定连接的样品台,以及驱动所述样品台做偏心旋转运动的马达。

[0013] 在一些实施例中,所述样品架和所述样品台的材质均为金属材质。

[0014] 在一些实施例中,所述马达通过偏心轴传动装置连接所述样品台。

[0015] 在一些实施例中,还包括与所述马达连接的控制系統,所述控制系统用于控制所述马达的转速。

[0016] 在一些实施例中,还包括与所述控制系统连接的控制面板,所述控制面板用于供操作者输入控制指令以及显示所述液体物料冷冻干燥装置的工作状态。

[0017] 在一些实施例中,所述温度调节单元包括对所述样品台进行温度调节的加热/制冷循环泵以及设于所述样品台内的电加热模块。

[0018] 在一些实施例中,所述升华干燥单元包括用于将所述样品架密封其内的密封罩和用于将密封罩内抽真空的真空泵。

[0019] 在一些实施例中,所述密封罩呈透明状态。

[0020] 在第二方面,本实用新型实施例提供一种液体物料冷冻干燥方法,包括如下步骤:

[0021] 通过对至少一个装有液态样品的样品管施加旋转操作,使得所述液态样品贴附于所述样品管的内壁面动态流动;

[0022] 通过对所述样品管进行降温操作,使得所述液态样品冻结在所述样品管的内壁面上;

[0023] 通过对冻结在所述样品管的内壁面上的所述液态样品进行升华干燥处理,以获得冷冻干燥的样品。

[0024] 技术效果如下:

[0025] 通过采用本实用新型实施例提供的设备,预冻是采用动态操作,把液态样品均匀地冻结在容器内壁,这样在升华操作时,就大大的增加了升华面积(上述实例中升华面积增加至约15.072平方厘米),并且预冻和升华时整个样品瓶壁都参与热传递交换,整个过程热效率高、速度快,也容易控制每个样品的“晶体塌陷温度”,多样品操作时均匀性极佳。这种液体样品动态操作的工作方法,由于升华时样品被最大限度“摊薄”,最终产品的“残余水含量”极低。采用本实用新型实施例提供的设备是同时提高了传热和传质效率,也大大增加了升华面积,因而干燥速率快、物料冻结快、内部结晶小,因而对物料细胞的机械损伤也很小,因而冻干产品质量极佳。

[0026] 此外,当样品管数量较多时,金属材质的样品架能够对整个样品管进行降温/加温操作,从而达到最快的速度和效率。

附图说明

[0027] 为了更清楚地说明本实用新型实施例的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,应当理解,以下附图仅示出了本实用新型的某些实施例,因此不应被看作是对范围的限定,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他相关的附图。

[0028] 图1为本实用新型一实施例提供的液体物料冷冻干燥装置第一角度下的结构示意图

图;

[0029] 图2为本实用新型一实施例提供的液体物料冷冻干燥装置第二角度下的结构示意图;

[0030] 图3为本实用新型一实施例提供的液体物料冷冻干燥装置的控制部分的电性模块图;

[0031] 图标:1、马达;2、偏轴传动装置;3、样品架;4、密封罩;5、真空盖;6、样品管;7、样品台;8、控制面板;9、外置循环泵接口;10、真空/气体接口;11、电源接口。

具体实施方式

[0032] 为使本实用新型实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本实用新型实施例中的附图,对本实用新型实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本实用新型一部分实施例,而不是全部的实施例。通常在此处附图中描述和示出的本实用新型实施例的组件可以以各种不同的配置来布置和设计。

[0033] 因此,以下对在附图中提供的本实用新型的实施例的详细描述并非旨在限制要求保护的本实用新型的范围,而是仅表示本实用新型的选定实施例。基于本实用新型中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本实用新型保护的范围。

[0034] 应注意到:相似的标号和字母在下面的附图中表示类似项,因此,一旦某一项在一个附图中被定义,则在随后的附图中不需要对其进行进一步定义和解释。

[0035] 在本实用新型的描述中,需要说明的是,术语“中心”、“上”、“下”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“内”、“外”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,或者是该实用新型产品使用时惯常摆放的方位或位置关系,仅是为了便于描述本实用新型和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本实用新型的限制。此外,术语“第一”、“第二”、“第三”等仅用于区分描述,而不能理解为指示或暗示相对重要性。

[0036] 此外,术语“水平”、“竖直”等术语并不表示要求部件绝对水平或悬垂,而是可以稍微倾斜。如“水平”仅仅是指其方向相对“竖直”而言更加水平,并不是表示该结构一定要完全水平,而是可以稍微倾斜。

[0037] 在本实用新型的描述中,还需要说明的是,除非另有明确的规定和限定,术语“设置”、“安装”、“相连”、“连接”应做广义理解,例如,可以是固定连接,也可以是可拆卸连接,或一体地连接;可以是机械连接,也可以是电连接;可以是直接相连,也可以通过中间媒介间接相连,可以是两个元件内部的连通。对于本领域的普通技术人员而言,可以根据具体情况理解上述术语在本实用新型中的具体含义。

[0038] 请结合参照图1至图3,本实施例提供一种液体物料冷冻干燥装置,包括:样品架3,旋转单元,温度调节单元,控制系统,以及升华干燥单元。

[0039] 其中,样品架3用于放置至少一个装有液态样品的样品管6。

[0040] 旋转单元用于驱使样品架3旋转,使得液态样品贴附于样品管6的内壁面动态流动,旋转单元包括与样品架3固定连接的样品台7,以及驱动样品台7做偏心旋转运动的马达1,马达1通过偏心轴传动装置2连接样品台7。控制系统与马达1电性连接,用于控制马达1的

转速。具体地,马达1通过一个偏心轴传动装置2来带动上部的金属样品台7进行偏轴旋转,旋转速度通过控制系统调节。

[0041] 温度调节单元用于对样品管6进行降温操作,使得液态样品冻结在样品管6的内壁上,温度调节单元包括对样品台7进行温度调节的加热/制冷循环泵以及设于样品台7内的电加热模块(如电热丝等)。

[0042] 升华干燥单元用于对冻结在样品管6的内壁面上的液态样品进行升华干燥处理,以获得冷冻干燥的样品,升华干燥单元包括用于将样品架3密封其内的密封罩4和用于将密封罩4内抽真空的真空泵。

[0043] 在本实施例中,该液体物料冷冻干燥装置还可以包括与控制系统连接的控制面板8,控制面板8用于供操作者输入控制指令以及显示液体物料冷冻干燥装置的工作状态。

[0044] 以下对上述液体物料冷冻干燥装置进行更为详细的说明:

[0045] 作为一个示例,一个或者多个样品管6放置在金属样品架3内,金属样品架3底部跟金属样品台7通过螺丝或者卡扣紧密牢固连接。样品台7带动样品架3做高速偏心旋转运动,在偏心旋转运动产生的离心力作用下,样品管6内的液态样品物料沿着样品管壁呈液膜状态均匀分布,液膜的厚度和高度通过调节旋转速度来控制。

[0046] 金属样品台7内设置有电加热片或者电加热丝,热量通过紧密连接的金属样品架3给反应样品管6传递热量,达到对反应样品管6内的化学试剂进行加热的效果,加热温度由设备的控制系统(未示出)调节和控制。

[0047] 金属样品台7以连接口9连接外置的加热/制冷循环泵,对样品台7进行加热和制冷操作,来实现低温预冻操作,温度由外置的加热/制冷循环泵直接控制。加热/制冷循环泵是市售产品。

[0048] 在样品架3外面,设计有一个可拆卸式的透明圆形的真空密封罩4,下部跟设备密封连接,通过管接口10连接外部的真空泵和气体钢瓶(氮气/氩气/氦气/干燥空气),实现对样品管6的抽真空、充惰性气体保护(可多次进行抽真空、充气来达到需要的效果)。

[0049] 圆形真空密封罩4通常采用透明的硅玻璃或者透明的有机玻璃材料制造,以方便对内部工作状态的直接监控。真空度由外接的真空泵控制调节,真空泵是市售产品。

[0050] 以下给出一个使用本实施例提供液体物料冷冻干燥装置进行冷冻干燥的工艺步骤示例,具体的工作方法步骤如下:

[0051] S1.将单个或者多个装有液态样品的样品管6放置在设备的金属样品架3内,并盖好密封罩4(可配置一个真空盖5)。

[0052] S2.启动设备的电源开关(预先给电源接口11插上电),通过偏轴离心旋转运动对样品管6进行旋转操作,此时液态样品会逐渐沿着样品管6内壁爬升,爬升高度可以通过调节旋转速度来控制,直至稳定旋转状态。

[0053] S3.待液态样品在样品管6内壁高度稳定后,启动外置的冷冻循环泵,将冷冻液输送至设备的金属样品支架内,借助金属的快速热传递性能,样品管6内“分摊”在样品管6内壁的液态样品就会逐步降温,直至完全冷冻在样品管6内壁,完成样品预冻过程。

[0054] S4.待液态样品完全冻结在样品管6内壁后,启动真空泵,样品内的固态冰晶直接升华成气态水蒸气,被真空泵抽走,直至冷冻干燥过程完成。

[0055] S5.待升华干燥完成后,打开密封罩4的泄气阀卸除真空,再打开密封罩4,取出样

品管6即完成真空冷冻干燥操作。

[0056] 本实施例提供液体物料冷冻干燥装置在做冷冻干燥操作时,马达1通过金属样品台7带动样品架3内的样品管6做高速偏轴离心旋转运动,产生的离心力让样品管6内的液态样品沿着样品管壁呈液膜状态均匀分布;在样品预冻阶段,液态样品会均匀“分摊”的冻结在样品管6内壁,(现有方法都是静态预冻,液态样品只能够以“冰块”状态冻结在样品管6底部);在升华阶段,本实施例方法的升华面积也会极大,因此干燥时间短、效率高,并且能源消耗也大大减低。

[0057] 需要强调的是,当样品架3上的样品管6数量较多时,金属材质的样品台7能够对整个样品管6进行降温/加温操作,从而达到最快的速度 and 效率。

[0058] 现有最好的技术,都是采用“静态样品预冻”方法来操作单个或者多个液态样品冷冻干燥过程,然而,本实施例宣示的方法和设备,创造性的提出了一种“真空动态冷冻干燥技术”,极大的提高了样品的“升华面积”,因而效率极高。并且本实施例的技术方法,在预冻和升华操作阶段,都是金属块直接导冷或者导热,因而热传导效率很高,本实施例的冷冻干燥后产品,残余含水量也大大低于现有“静态冷冻干燥法”,产品质量极优。

[0059] 此外,需要强调的是,本实施例提供的方法思路和装置,既可以广泛应用于各类实验室的样品冷冻干燥,也可以设计用于生产制造的各类产品冷冻干燥工业生产,比如生物医药产品的冻干生产。

[0060] 以上所述仅为本实用新型的优选实施例而已,并不用于限制本实用新型,对于本领域的技术人员来说,本实用新型可以有各种更改和变化。凡在本实用新型的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本实用新型的保护范围之内。

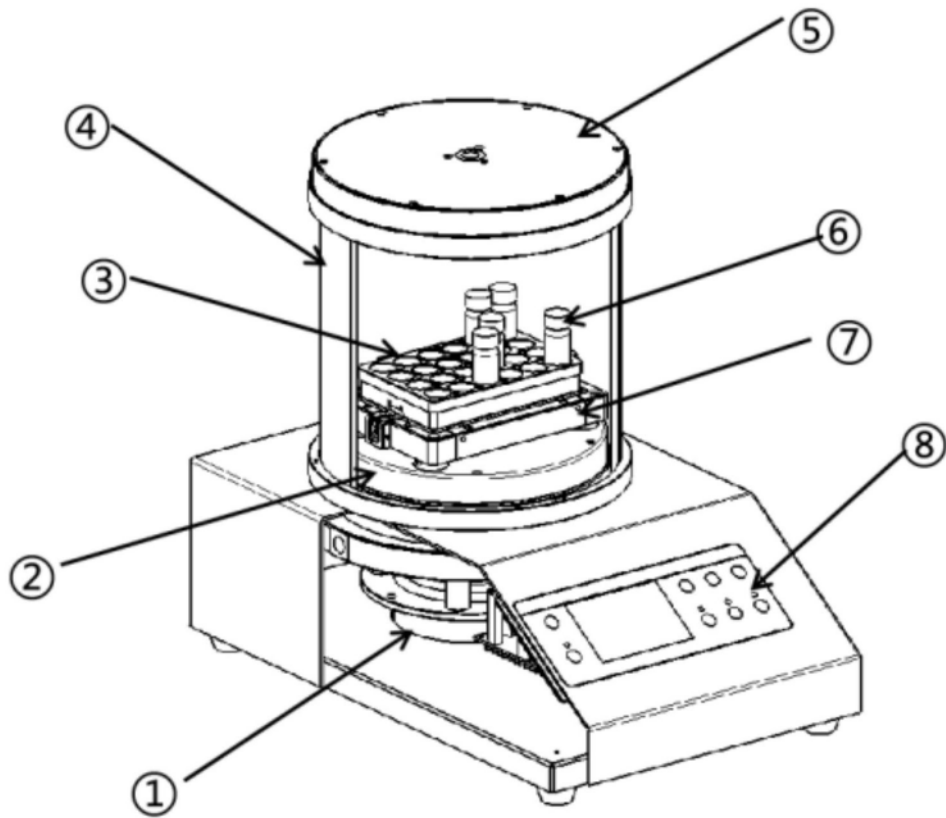


图1

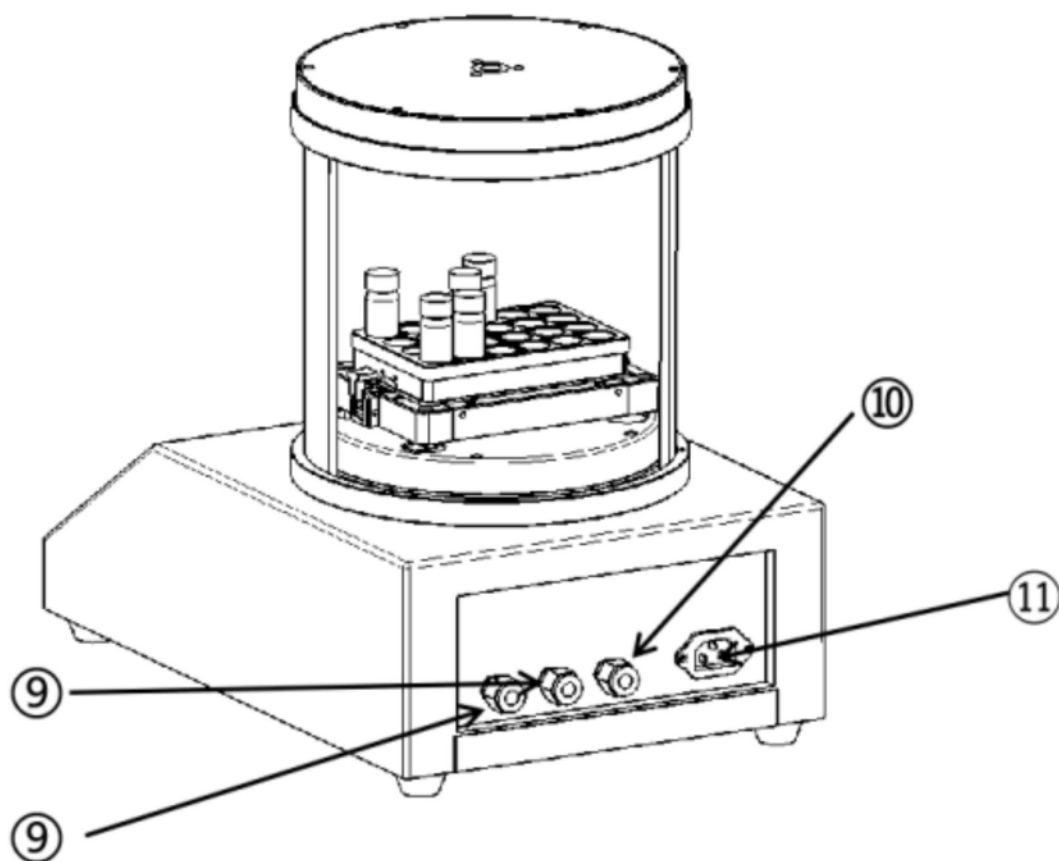


图2



图3