



LABCONCO®
Freeze Dry System
冻干机
操作指南

全国服务热线：400-1181167

地址：上海市长宁区江苏路兆丰世贸大厦B座1506室

Email: labconco@163.com

网址: www.us-labconco.cn

目录

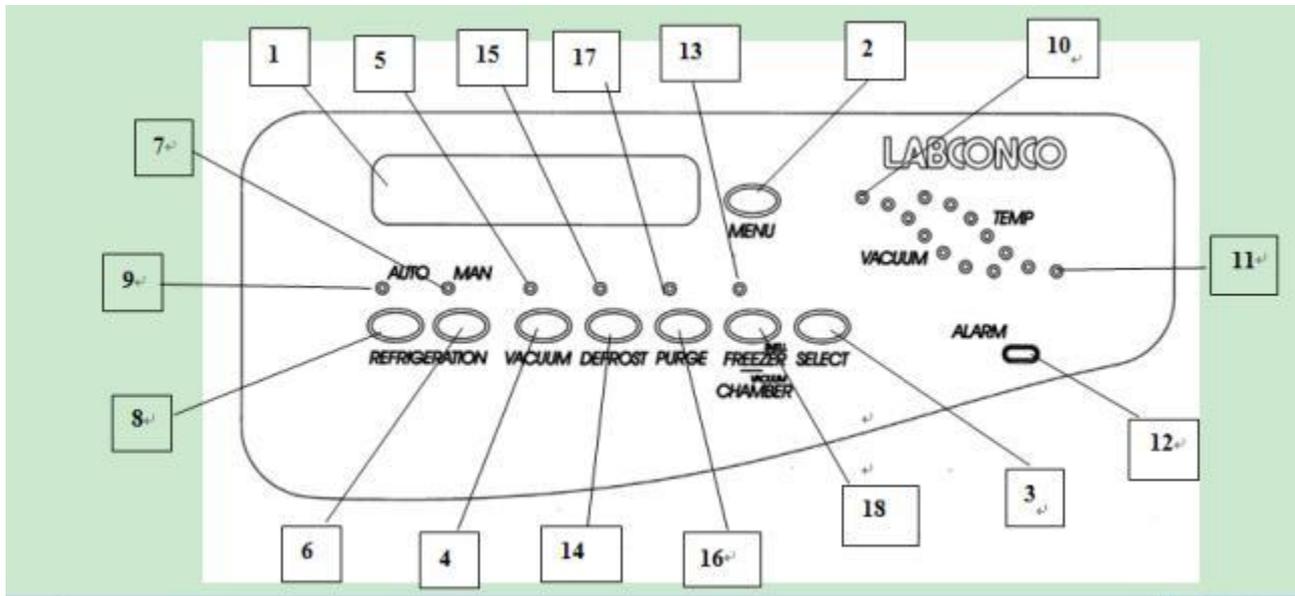
- 一. 开机前检查
 - 二. 开机
 - 三. 加样
 - 四. 关机
 - 五. 报警及报警信息
 - 六. 注意事项
 - 七. 日常维护保养
- 附：冻干知识简介

一. 开机前检查

在使用您的冻干机之前，首先要仔细阅读冻干机随机操作手册（**Instruction Manual**）及本操作指南，然后进行如下检查：

1. 冻干机应放置在空气流通的位置。本系列冻干机的制冷压缩机采用气冷式，室内空气从冻干机前面板格栅处吸入到制冷压缩机，然后从后面排出。因此，在冻干机后面必须至少留有10cm的空间，以方便空气的流通。
2. 用软布或纸巾擦拭冷阱内壁，除去积攒的水分。
3. 检查冷阱排液管内是否还存有水分。并将冷阱排液管塞塞好。
4. 用不会掉毛的软布或纸巾擦拭冷阱盖密封圈，除去任何可能造成真空泄漏的污物。无需在冷阱盖密封圈上涂真空脂，也能保证良好的密封性。
5. 将冻干桶（**Drying Chamber**）从冻干机连接口处取下（4.5L冻干机除外），用不会掉毛的软布或纸巾擦拭连接口处密封垫及连接面，除去任何可能造成真空泄漏的污物。无需在连接口密封垫上涂真空脂，也能保证良好的密封性。
6. 检查样品室上的样品阀是否有外伤或不恰当的安装。将全部样品阀拧到“**VENT**”的位置(斜面与冻干瓶方向相背，即成180°)。

二. 开机 按键说明:



1. 显示屏 – 显示系统参数, 设置参数和报警信息。
2. 菜单键 – 改变显示屏显示的参数对象
3. 选择键- 用来改变参数的数值。
4. 真空泵按键 – 启动或者停止真空泵。
5. 真空泵指示灯 – 指示真空泵是否开启。
6. 手动按钮 – 只启动冷阱模式
7. 手动按钮指示灯 – 指示手动模式是否运行。
8. 自动按钮 – 启动冷阱和真空泵模式。
9. 自动按钮指示灯-指示自动模式是否运行。
10. 真空度梯度显示-指示真空度达到某一阶段指示灯。
11. 温度梯度显示-指示温度达到某一阶段指示灯。
- 12.报警指示灯-仪器故障报警指示灯。
13. 预冻槽指示灯-指示预冻槽是否开启。
14. 化霜键-用于手动开始或停止化霜操作。
15. 化霜指示灯-指示化霜是否开启。
16. 放气阀按键-打开或者关闭放气阀。
- 17.放气阀指示灯-指示放气阀是否开启。
18. 预冻槽按键-开启后者关闭预冻槽。

(一) 自动运行

1. 按下AUTO按键，自动运行程序开始启动。 AUTO键上面的指示灯点亮，表明压缩机正在工作。冷阱温度开始下降，并在屏幕上及温度指示灯显示冷阱实际温度及温度波形图。当冷阱温度（COLLECTOR TEMPERATURE °C）没有达到-40°C时，冷阱温度指示灯为黄色，并相应顺序点亮，以表示10，0，-10，-20，-30°C；当冷阱温度达到-40°C后，冷阱温度指示灯变为绿色。
2. 当冷阱温度达到-40°C后，真空泵自动启动，面板上的真空泵指示灯点亮，表明真空泵正在工作。并在屏幕上及真空度指示灯显示系统实际真空度。系统实际真空度大于5mBar时，显示“high”，当系统真空度为2~0.450 mBar时，系统真空度（VACUUM）指示灯为黄色，并相应顺序点亮，以表示2，1，0.8，0.6，0.450mBar，当系统真空度低于0.450 mBar接近0.120 mBar时，指示灯为绿色闪亮，当系统真空度达到及低于0.120 mBar时，指示灯为稳定的绿色。此时，可以加样。

(二) 手动运行

1. 按下MAN键，压缩机开始启动。 MAN键上面的指示灯点亮，表明压缩机正在工作。冷阱温度开始下降，并在面板上用LCD数码管及温度指示灯显示冷阱实际温度。当冷阱温度（COLLECTOR TEMPERATURE °C）还没有达到-40°C时，冷阱温度指示灯为黄色；当冷阱温度达到-40°C后，冷阱温度指示灯变为绿色。
2. 当冷阱温度达到所需要的温度后，按真空泵开关VACUUM，真空泵开始启动，VACUUM键上面的指示灯点亮，表明真空泵正在工作。并在面板上显示系统实际真空度。系统真空度大于5 mBar时，显示“high”，当系统真空度为2~0.450 mBar时，系统真空度（VACUUM）指示灯为黄色，当系统真空度低于0.450 mBar接近0.120 mBar时，指示灯为绿色闪亮，当系统真空度达到及低于0.120 mBar时，指示灯为稳定的绿色。此时，可以加样。

三.加样

1.推荐使用旋转冷冻的方法进行样品的预冷，以尽可能地增大预冻样品的表面积，提高冻干效率，缩短冻干时间。冻干所用容器可以是安瓿瓶、血浆瓶或广口冻干瓶。容器的大小至少应是所盛样品体积的2~3倍。

2.将预冷好的样品接到样品阀，转动样品阀上的旋钮到“vac”位置（斜面朝向冻干瓶方向）。

3.当系统真空度重新恢复到0.120 mBar时，再加另一个样品，以保证足够低的冷阱温度和系统真空度，防止预冻样品溶化。

4.当冻干瓶外表面不再有冰霜并用手握住冻干瓶不再有凉的感觉时，样品就接近干燥了。此时，再冻干几小时即可结束冻干。

5.打开一个样品瓶阀门（斜面朝向阀门进气孔方向），卸掉真空（如需要的话，还可在阀门的进气孔上通入惰性气体）。取下此冻干瓶。

6.如果是用安瓿瓶冻干的话，可直接在阀门上用火炬密封。

注意：千万不要烧到阀门，最好在阀门与火炬之间加入防火材料。

四.关机

1.打开一个样品瓶阀门，卸掉真空，并关闭“VAC”键。

3.按AUTO或MAN键,关掉制冷压缩机。此时，AUTO或MAN键上面的指示灯熄灭。

4.取下所有冻干瓶。

5.关掉电源开关。

6.打开冷阱盖，拔出冷阱排液管，拔掉冷阱排液管塞，并将冷阱排液管放置到适当的容器内。

7.若有“Defrost”功能的，亦可快速解冻，按面板上的除霜按键（Defrost），此时，除霜按键上面的指示灯点亮。待冷阱内的冰完全融化后，再按面板上的除霜按键，关掉除霜，此时，除霜按键上面的指示灯熄灭。

8.将冷阱内擦拭干净。

9.将冷阱排液管塞重新装好，并将冷阱排液管放回到原来位置。

注：没有带逆止阀的冻干机，如果关机前，没有卸真空而直接将真空泵关闭，或总电源突然出现断电，就有可能出现真空泵油逆抽的现象，造成泵油将样品、管路、真空探头等污染。

五. 报警及报警信息

如果在冻干机运转过程中，发生如下情况，冻干机报警指示灯(19)发出红色闪烁。提示用户。

1. 电源中断

在冻干机运行过程中，出现断电或用户直接按动主电源开关将冻干机关闭，将会出现报警情况。当电源重新恢复时，冻干机继续运行，而报警指示灯开始闪烁。按MANU会显示报警内容：POWER FAIL（电源故障），按动MANU数次，以观察是否还有其他的报警内容。按压缩机开关AUTO或MAN，将压缩机关掉后，报警指示灯停止闪烁。

2. 在线电压超范围

如果工作电压超出安全工作范围（210V~240V），报警指示灯开始闪烁。按MANU会显示报警内容：LINE VOLTAGE ERROR（在线电压错误），按动MANU数次，以观察是否还有其他的报警内容。当在线电压正常后，报警指示灯停止闪烁。

3. 温度超范围

如果冷阱温度高于 -36°C ，报警指示灯开始闪烁，按MANU会显示报警内容：COLLECTOR TEMP ERROR（冷阱温度错误），按动MANU数次，以观察是否还有其他的报警内容。按压缩机开关AUTO或MAN，将压缩机关掉后，报警指示灯停止闪烁。

六. 注意事项

1. **本仪器所用电源必须要有良好的接地装置。** 否则，本公司不承担由此所带来的仪器损坏及人身伤害，并将取消保修期。
2. 本仪器需要如下稳定的电源：
220V/50Hz
5L，4.5L及6L冻干主机：单相 10安培。
12L，18L冻干主机：单相 15安培。
上箱压盖系统：单相10安培

3. **本仪器制冷系统严禁频繁启动。** 当制冷压缩机被关掉后，至少要间隔15分钟之后，才能再将制冷压缩机重新启动。

4. **如所冻干的样品中含有有机溶剂或放射性物质，应在真空泵前安装相应的吸附材料。** 否则，本公司不承担由此所带来的真空泵损坏、冷阱腐蚀、冷阱及冻干桶有机有机玻璃盖（或上箱压盖系统有机有机玻璃门）的损坏、环境污染及人身伤害。

5. **如用户无意中使用了有机溶剂或酸性物质，应马上更换真空泵油，清洗及中和冷阱、冷阱及冻干桶盖和相应的管路。** 否则，会由于有害物质的沉积，造成真空泵损坏、冷阱及冻干桶有机玻璃盖（或上箱压盖系统有机有机玻璃门）的损坏、冷阱腐蚀、环境污染及人身伤害。

6. **关机时，应严格安装前述关机程序进行。** 否则，将有可能造成真空泵油的逆抽，污染样品

七. 日常维护保养

在日常操作过程中，冻干机需要进行一些维护保养。推荐使用下列方法：

每周：

1. 通过真空泵上的油窗，检查真空泵油的状况及油标高度。如果油标低于下限，加油。如果由于真空泵内进入较多的水分造成真空泵油成浑浊状，换油。如果真空泵内进入较少的水分，拧开真空泵气震阀，排干真空泵油中的潮气。

每月：

1. 橡胶件最终会出现损坏，需要更换。橡胶件的有效使用时间取决于它们的寿命及周围的环境。检查所有的橡胶阀和密封垫，如果出现老化、永久变形及损坏，及时更换。

2. 用软布、海棉或麂皮沾中性、非研磨作用的肥皂水或洗涤剂擦拭有机玻璃盖。

3. 用软布、海棉或麂皮沾中性、非研磨作用的肥皂水或洗涤剂擦拭冻干机前面板及侧板。必要时，可用喷水枪或刷子刷洗。但千万不要用溶剂，因为溶剂会损坏仪器表面涂层。

4. 进行每周所需的检查。

每半年：

1. 用带刷子的吸尘器吸走制冷压缩机前散热器上的灰尘，以保证良好的通风散热性能。如果冻干系统工作在较脏的环境，需要增加吸尘的次数。

2. 进行每月所需的检查。

附：冻干知识简介

FreeZone Freeze CFC-Free Freeze Dry System

冷冻干燥系统

什么是冷冻干燥？

冻干是在真空条件下从冻结的生物产品中去除水分的过程。目的是保留产品的完整的生物和化学结构及其活性。象其它许多的技术步骤，一种冻干的类型被称做升华，是自然发生的。升华指的是溶剂，比如水，象干冰一样，直接从固态变为气态的过程。

传统的干燥会引起材料皱缩，破坏细胞。这种情况将不会发生在冻干里，因为固体构成被在其位置上的坚冰支持着。在冰升华时，它会留下孔隙在干燥的剩余物质里。

为什么要冷冻干燥？

在实验室中，冻干有很多不同的用途。它在许多生物化学与制药应用中是不可缺少的。它被用来获得可长时期保存的生物材料，例如微生物培养、酶、血液、与药品，除长期保存的稳定性以外，还保留了其固有的生物活性与结构。为此，冻干被用于准备用做结构研究(例如电镜研究)的组织样品。冷冻干燥也应用于化学分析中，它能得到干燥态的样品，或者浓缩样品以增加分析敏感度。冻干使样品成分稳定，也不需改变化学组成，是理想的分析辅助手段。

上面已经提到，冷冻干燥可以自然发生。在自然情况下，这一过程缓慢而且不可预测。通过改进、细分了很多步骤，人们加速了这一过程。

冷冻干燥过程包含三个步骤：

- 预冻，为接下来的升华过程准备样品。
- 初级干燥，在此过程中，冰升华而不融化。
- 次级干燥，在此过程中，键和于固体物质的残留水分被除去，从而留下干燥样品，这一步骤对保存样品的稳定性非常重要。

在壳式预冻中，冻干瓶中的样品浸放在低温热传导液体里旋转，液体样品沿冻干瓶圆周内壁结冻，以达到更大的表面积。该结冻层能让水分子更加容易地穿过。一旦样品结冰，就可以与冷冻干燥系统连接了。

一个基本的冷冻干燥系统包括：

- 一个干燥室或者多歧管
- 一个抽真空系统克服阻碍因素和加速气体流动
- 一个热源提供能量
- 一个低温冷凝器，用于使蒸气压差最大化并捕捉蒸气使之冻结，避免水蒸气污染真空泵

初级和次级干燥发生在样品瓶被连接到冻干系统时，样品立刻暴露在一个真空条件下，从而克服气流阻力。同时热量被提供做能量。为接在干燥箱或多歧管的冻干瓶和其它玻璃容器提供热量的热源是室温空气浴。在自动压盖上箱，是加热层供给。真空和热量这些条件可帮助从冰中升华出的水蒸气更容易地流离样品和表层已冻干的物质。

冰冻样品的升华效率取决于几个因素。其中最重要的冷冻产品与收集器之间的气压差。最有效的冷冻干燥发生在样品在它所能承受的最高温度，同时仍能保持冰冻状态，与此同时收集器温度和系统真空度保持在所能达到的最低值。干燥时间的变化依赖于被冷冻干燥的材料的低共熔温度。对于绝大多数的生物材料，这个温度低于0°C，有的甚至要低至-40 °C。高的气压差和温差将产生有效的干燥。

在初级冻干完成后，所有的冰即被升华。但是结合水仍旧存在于产品中，在次级干燥时，最后相的干燥，牢固键合于固体样品的水，被称为吸收水转变成气态。这一过程被称为解吸作用。解吸是一个缓慢的过程，因为吸收水比液体水在同一温度下气压更低。冷冻干燥在样品和收集器的蒸气压力相等时彻底完成。如果样品在未完全干燥时过早的脱离系统，它也许会很快的降解和失去结构及生物性能。

为什么FREEZONE系统是理想的选择？

Labconco发展和生产实验室冷冻干燥设备，始自1974年。我们的客户的需要一向被仔细考虑，最新的冷冻干燥技术也被不断采用，我们的Labconco工程师正发展着它。至此已有了六代冷冻干燥产品。四个如下的理由将让您决定您的下一个购买目标是Freezone 冷冻干燥系统。

- **环境安全：**所有Freezone冷冻干燥系统和Freezone Plus Cascade冷冻干燥系统的制冷系统都使用无氟CFC-free制冷剂，不破坏大气臭氧层。其它的自动压盖系统和台式壳式冻干系统也使用的是环境安全、无氟的制冷剂。
- **使用方便：**Freezone冷冻干燥系统被设计提供简洁、方便的使用。
 1. 自动启动，按一个按钮启动收集器制冷和真空泵工作。设立真空延迟，使收集器有充分时间冷却至收集器可以冻结捕捉水分，能防止对泵的污染。
 2. 光“波型”图，远处可视，黄灯亮后绿灯亮，指示温度和真空水平已适合上样品。
 3. 液晶显示系统真空度，收集器温度和警告信息，持续和即时监测参数。
 4. 直立式冷阱除冰容易。一些型号有电热除冰加热器，围绕在槽内，融解收集到的冰。所有型号都可以浇水于收集器槽内，融解收集到的冰，来手动除冰。冷凝排水管可从柜冻干机的正面方便地排出融化的冰水。
- **按要求改制：**大多数的冷冻干燥机型号里都可增加几个选配性能。订购简单，你只需选择心仪的功能，订购Freezone目录里的分类货号。
 1. 一个止逆阀，隔离泵与收集器。当收集器冷却时，阀关闭，允许泵预热，净化污物，延长泵的使用寿命。它同样可以防止泵油回逆，如果电源断路发生。
 2. 一个壳式预冻槽，转动装着液体样品的快速冻干瓶在低温热传导溶液里，液体样品沿冻干瓶圆周内壁结冻成一薄壳。加入的壳式预冻槽有独立的制冷系统。
 3. Teflon* 特富龙表面的冷阱和盘管，当你的样品具有腐蚀性，选配此对这些材料予以保护。
 4. Freezone自动压盖上箱，当冻干血清瓶等的多数少量样品，需要在真空条件下密封或要冻干大盘样品等，请选用上箱系统。
- **值得信赖的阀：**所有Freezone干燥箱和多歧管的样品阀口皆防漏。这些阀口开关容易，同时适合1/2英寸和3/4英寸直径的接头。简洁的设计使可以一目了然地观察阀口的开关状况。

数字控制仪表盘显示在线系统状态：

- **ON/OFF**：开关电源。
- **AUTO Mode带LED指示灯的自动开关**：控制制冷和真空的自动程序，当按钮被按动后，LED指示绿灯亮。在自动程序里，当收集器温度冷却至-40°C，系统启动真空泵。
- **MANUAL Mode带LED指示灯的手动开关**：按这个键启动制冷系统，要使用者手动控制制冷系统和真空泵。当冷冻干燥系统是手动操作状态时，LED指示绿灯亮。
- **带LED指示灯的真空开关**：当真空泵电源插头插到冷冻干燥系统背面的真空泵的插座上时，手动控制真空泵。
- **带LED指示灯的除冰键**：控制收集器槽的除冰加热器。当加热器工作时绿灯亮。
- **带LED指示灯的止逆阀**：控制选配的止逆阀。当阀关闭时绿灯亮，隔离泵与冷阱。在样品真空前允许泵预热，净化泵油中挥发性污物，延长泵的使用寿命。它也可以在电源断路发生时防止泵油回吸入冷阱。
- **带LED指示灯的壳式预冻槽**：控制选配的壳式预冻槽制冷组件和转杆，当预冻槽执行操作时绿灯亮。
- **警告灯**：红灯闪烁表示系统紧急事件已经发生，这些事件包括：1.电路中断，2.电源在线电压波动，3.冷阱温度高于 -34 °C，4.真空泵需要服务时。按MENU键，LCD显示具体警报信息。
- **液晶显示屏**：显示系统参数和警报信息。其中参数包括系统真空度(10^{-3} m Bar)、冷阱温度(°C)和预冻槽温度(°C)。
- **MENU键**：改变显示内容，从系统参数到警告信息。
- **温度图形显示**：七个发光晶体二极管固定成波型线型，最顶端的黄灯亮说明收集器温度为10°C，降序排列逐次降10°C，依次为10°C、0°C、-10°C、-20°C、-30°C、-40°C。当收集器温度达到 -40 °C或更低时，最低端的绿灯亮。
- **真空度图形显示**：七个发光晶体二极管固定成波型图，最顶端的黄灯亮说明冷阱真空度为 2000×10^{-3} m Bar，降序排列，依次为2000、1000、800、600、450、 133×10^{-3} m Bar。当真空度水平介于450和 133×10^{-3} m Bar之间时，最低端的绿灯闪烁。低于 133×10^{-3} m Bar，最低端的绿灯持续亮，说明样品已可以连接到冷冻干燥系统上了。
- **记录器插口**：允许使用一个记录器或计算机去存档系统温度和真空度以及三层的样品温度和程序段。通过使用照生公司的专利软件，可方便地将主机冷阱温度、主机真空度、上箱系统温度、上箱三层隔板的样品温度、上箱真空度绘制成冻干曲线，进行进一步的分析比较。

自动压盖上箱的说明：

上箱48.9cm高x 81.3cm宽x 60.3cm深，环氧树脂涂层钢柜，3/4英寸厚有机玻璃门。自动压盖上箱用三层样品板执行压盖功能，上箱每层为41.9cm x 30.5cm，提供1264 cm²的面积放置样品瓶。总冻干面积为0.38 M²。鉴于层间距离，若用三层板，可放置最大高度75毫米，最小高度38毫米的样品瓶。若用二层，可放置最大高度107毫米，最小高度56毫米的样品瓶。若只用一层，可放置最大高度196毫米，最小高度114毫米的样品瓶。

自动压盖上箱对血清瓶的容纳量为2ml, 1197个; 3ml, 888个; 5ml, 765个; 10ml, 585个; 20ml, 396个; 30ml, 258个; 50ml, 144个; 100ml, 84个; 125ml, 36个。

上箱技术性能:

选配的隔离阀: 隔离压盖上箱和冷冻干燥系统, 用以缩短重建工作状态的真空水平的的时间, 以及提供一个方法检测终点是否到达。当研究人员放置和预冻样品在层板上时, 隔离阀可以关闭, 让冷冻干燥系统的达到工作水平的真空度和收集器温度。在冻干即将结束时, 也可以将阀关闭, 检验一下上箱真空衰竭的速度, 如果衰竭的很快则说明终点还未到达。

警示灯提醒研究人员电源断路、温度波动或真空衰竭。 电源指示灯闪烁, 如果电路被切断时间大于5秒。LCD显示的温度闪烁表示手动设定的温度或自动控制保持的温度变化超过 ± 3 度。LCD显示的真空闪烁, 表示真空度在一度稳定后衰减量大于 50×10^{-3} m Bar。

独立的1/2hp CFC-free 制冷系统和1000 瓦加热器: 保证对层板有效的冷却和加热。在板内部管循环的液体温度可以设定在 -34°C 和 $+40^{\circ}\text{C}$ 之间。一个微处理器维持系统温度在设立温度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 上下。系统的冷酶是无氟阻燃制冷剂, 不破坏臭氧层。

1/8英寸内径进气口: 可进无菌或惰性气体使样品免受空气水份和其它污染。

三个探针监测样品温度: 数字式显示在LCD屏上。

透明有机玻璃可视门: 完全可以观察到全部3层板。

三层板: 放置血清瓶, 小玻璃瓶, 或安瓿。样品能直接在板被预冻。减少独立预冻槽和产品递送装置的需要。

自动控制温度: 增加了重复操作规程的一致性和便捷性。一个微处理控制系统, 可程序化地分五个时间段进行时间跨度和温度设定, 并自动存储。

操作者使用方便的仪表盘:

- **LCD:** 执行研究人员设立程序参数; 显示系统和探针温度($^{\circ}\text{C}$), 真空度(10^{-3} m Bar)。如果选择执行自动模式, 显示器也会显示出正在执行程序里哪一个时间段及完成此时间段所需的剩余时间。
- **INCREASE键:** 增加程序参数的设立值。
- **DECREASE键:** 减小程序参数的设立值。
- **ENTER键:** 确认键。
- **DISPLAY selector 显示选择键:** 转换数据格式, 从MONITOR 监视器, 到AUTO自动模式, 再到MANUAL 手动模式。
- **压盖控制:** 在真空条件下, 调整层板的上下运动。
- **真空释放控制阀:** 是上箱的进风孔, 释放真空, 这个控制也能被用来进无菌或惰性气体。
- **RUN/STOP键:** 启动或停止冻干过程。
- **黄RUN/STOP指示灯:** 当冻干持续运行时, 持续亮; 程序完成或被中断时, 不亮。如果温度或真空度变化出特定范围时, 灯闪烁。
- **MODE键:** 选择手动或自动操作。
- **Mode indicator(黄MODE指示灯):** 灯亮显示控制被设定在自动或手动操作上。

- **记录器插口：** 允许使用一个记录器或计算机去存档系统温度和真空度以及三层的样品温度和程序段。
- **POWER键：** 开或关压盖上箱的所有电力控制。
- **绿色power指示灯：** 当电力接通时,持续亮。如果在程序运行时发生电力故障,灯闪烁。

FREEZONE冻干的类型：

2.5升台式、4.5、6升台式/落地式, 12升落地式, 18升落地式。配置及应用详见冷冻干燥机选型表。