

CHRIST

ALPHA 1-4 LSC 型

Part. No. 102041

ALPHA 2-4 LSC 型

Part. No. 10204

冷冻干燥机 操作说明



CHRIST ®
Freeze Dryers
Rotational-Vacuum-Concentrators

新研制的 LSC-8 控制器，具备图形显示功能，能以数据表形式显示参数，并可选配控制软件。

LSC-8 1/4 VGA 大屏幕液晶显示；图形用户界面，可用单键进行操作；可清晰形成冻干过程数据的图表；可用表格形式输入最多 32 个冻干程序；可选配基于 Windows NT 的软件。

目录

1. 概述

- 1.1. 导言
- 1.2. 应用
- 1.3. ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC技术规格
- 1.4. 标准
- 1.5. 安全说明
 - 1.5.1. 注意！主电源拔除！
 - 1.5.2. 注意！溶剂！
 - 1.5.3. 建议！维护和清洁！
 - 1.5.4. 警告！防冻！
 - 1.5.5. 建议！运输！
- 1.6. 下列情况禁止进行冻干处理

2. 冻干概述

- 2.1. 冻干的一般原理
- 2.2. 准备
- 2.3. 预冻
- 2.4. 主冻干
- 2.5. 后冻干
- 2.6. 冻干结束及排气
- 2.7. 解冻

3. 冻干过程描述

- 3.1. 在冷阱中的有温度控制的搁板上冻干(方法A)
- 3.2. 在冷阱外的有温度控制的搁板上冻干(方法B)
- 3.3. 在冷阱外的压盖装置上冻干(方法B)
- 3.4. 在冷阱外的液体在外挂瓶中冻干(方法B)
- 3.5. 在冷阱外的液体在安瓿瓶中冻干(方法B)

4. 安装及运行

- 4.1. 安装位置
- 4.2. 主电源
- 4.3. 保险
- 4.4. 检查接地线
- 4.5. 排气
- 4.6. 冷阱和解冻水
- 4.7. 真空泵排气
- 4.8. 开始使用
 - 4.8.1. 功能元件和控制单元
 - 4.8.2. 联接真空泵和安装附件
 - 4.8.3. 开机

5. LSC 控制系统

- 5.1. 简介
 - 5.1.1. LSC 控制面板
 - 5.1.2. 功能键介绍
- 5.2. LSC控制系统的可视元件

5.2.1. Menu bar

5.2.2. 窗口区

5.2.3. 弹出菜单

5.2.4. 状态条

5.3. 功能键

5.4. 手动方式

5.4.1. 手动方式的设定值输入

5.4.2. 设置手动力数据-预冻

5.4.3. 设置手动力数据-主冻干和后冻干

5.5. 自动方式（可选）

5.5.1. 概述

5.5.2. 新建程序

5.5.3. 编辑程序

5.5.4. 载入程序

5.5.5. 拷贝程序

5.5.6. 删除程序

5.6. 信息系统

5.6.1. 信息和注解

5.7. 选择

5.7.1. 信息

5.7.2. 对比度

5.7.3. 语言

5.7.4. 日期和时间

5.7.5. 真空泵维护周期

5.7.6. 处理

5.7.7. 解锁

5.7.8. 安全

5.7.9. 系统校正

5.8. 简要描述

6. 故障处理

6.1. 电源故障

6.2. 真空不足

6.3. 系统失效

6.4. 不能加热

6.5. 冷阱内风扇不转动

6.6. 冷凝或搁板温度不足

6.7. 信息系统

6.7.1. 错误信息

7. 维护

7.1. 冷阱

7.2. 热交换器

7.3. 真空探头 TPR010.的调节和维护

7.4. 橡胶阀

7.5. 真空泵

7.6. 排气过滤器

7.7. 清洁

7.7.1. 冻干机的清洁

7.7.2. 附件的清洁

7.7.3. 排气阀和排水阀的维护

7.7.4. 腔体、盖子和附件的消毒

7.7.5. 操作者检查

8. 选件

8.1. 控制软件 LPC-16

8.2. 控制软件及PC, LPC-16

8.3. 压力增高测试

8.4. 编程模块

8.5. Data Logger

1.概述

1.1. 引言

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，被冻干的材料温度低于-10℃。

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。在非常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。

1.2. 应用

ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC 是冷冻干燥安瓿、小瓶、烧杯、血浆瓶或平皿中的脂类及液类材料的有效工具，为实验室通用设备，可完成冷冻干燥工艺的全部过程：

—预冻

—冷冻干燥

—再干燥

ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC 冷冻干燥机适用于细菌、病毒、血浆、血清、抗体、疫苗以及药品、维生素、酵母、生化研究用植物提取物等的干燥。

1.3. ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC技术规格

Performance data	ALPHA 1-4 LSC	ALPHA 2-4 LSC
最大凝冰量	max. 4 kg	max. 4 kg
24 小时工作能力	max. 4 kg	max. 4 kg
冷凝室温度	-55℃	-85℃
在冷阱中冻干时的搁板温度 (方法 A)	approx. -25℃ ~ +99℃	approx. -50℃ ~ +99℃
在冷阱外冻干时的搁板温度 (方法 B)	室温--- +99℃	室温--- +99℃
在冷阱中冻干时的搁板最大表面积 (方法 A)	1搁板 Φ 200 ≡ 0.031 m ²	1搁板 Φ 200 ≡ 0.031 m ²
在冷阱外冻干时的搁板最大表面积 (方法 B)	10 搁板, Φ 200, 0.031 m ² x 10 5 搁板, Φ 375, 0.110 m ² x 5	10 搁板, Φ 200, 0.031 m ² x 10 5 搁板, Φ 375, 0.110 m ² x 5
在西林中真空或氮气保护下冻干时的搁板最大表面积 (方法 B)	4 搁板, Φ 250, 0.045 m ² x 4	4 搁板, Φ 250, 0.045 m ² x 4
外形尺寸 (mm)	宽: 390 x 高: 415 x 厚: 555	宽: 390 x 高: 415 x 厚: 555
重量	48Kg	60Kg
噪声	54 dB(A)	54 dB(A)
电磁兼容性	B	B
功率	1.84KVA	2.53KVA
电流	8.0A	11.0A
环境温度	+10℃ ~ +32℃	+10℃ ~ +32℃

随机附件：

1 管真空脂；1 升真空泵油（购真空泵附送）；1 必要套维修用的必要工具；0.5 米真空管（9 x 12 mm）；1 本使用说明书。

1.4. 标准

见所附EU声明

1.5. 安全说明

1.5.1. 注意！主电源拔除！



在打开侧面板、前面板或维修前必须关闭主电源开关。

1.5.2. 注意！溶剂！



酸性或高溶解度产品的冻干，必须在有保护的测量或设备如带冷凝器的真空泵的情况下进行。当使用叠氮化物（azides）要特别注意，因为它与铜等有色金属接触时极易产生爆炸。

1.5.3. 建议！维护和清洁！



对于传染、有毒、或放射性物质的使用，要有相应的安全明文规定。

1.5.4. 注意！ Freezing of Limbs to Surfaces!

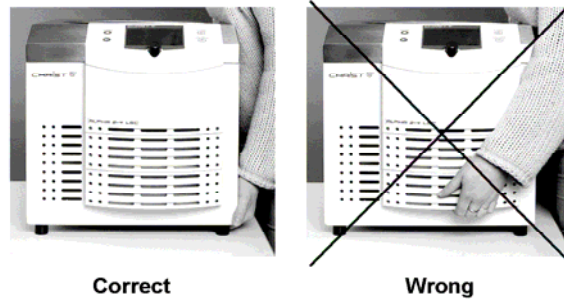


冻干操作时，放入冷阱的搁板的手指不要接触冷阱中的冷凝器，以防冻住。

1.5.5. 建议！运输说明



请保留包装以备今后转运。冻干机应由两人搬运，从两侧抬起，绝对不能让前面板受力。在放到试验台时要注意压伤手。



Correct

Wrong

1.6. 下列情况禁止进行冻干处理

1. 机器未经正确安装的操作。
2. 没有面板控制的情况下操作。
3. 未经指定的人员操作。
4. 搁板未正确安放。
5. 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。
6. 不允许使用未经制造厂商指定的附件（商品的玻璃或塑料容器除外）。不能使用劣质品，冻干过程中发生容器破裂是很危险的。
7. 有爆炸危险的环境；
8. 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。
9. 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。
10. 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。
11. 易燃、易爆物质不允许作冻干。
12. 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。

2. 冻干概述

2.1. 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。一旦自由水分从产品中去除，就要去除被分子力束缚的水，这一过程又叫后冻干。

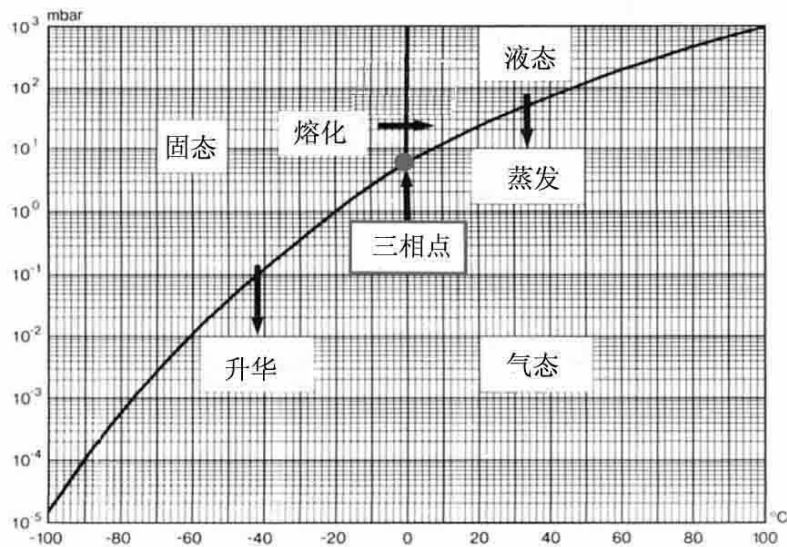
冻干机的主要部件有：

- 带加热装置的冻干腔体
 - a) 带加热或不带加热的圆盘形搁板；
 - b) 用于西林瓶的密封装置；
 - c) 用于外挂瓶的橡胶阀，
 - d) 各种圆底烧瓶
- 真空系统
 - a) 排除系统中的空气
 - b) $-50^{\circ}\text{C} \sim -105^{\circ}\text{C}$ （根据型号）的冷阱去除腔体内的蒸气

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 6.11 mbar，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6.11 mbar 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6.11 mbar，冰直接从固态转变为气态。



"水在各种温度下的饱和蒸气压"(1 mbar = 10^2 Pa)

°C	▲mbar	°C	▲mbar	°C	▲mbar	°C	▲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	

冻干过程

冷冻

在压下
形成冰结构



干燥

在真空下
使水分保持固态

需要外加能量（热）
但材料仍保持固态
物理原理：真空度与材料特性有关

2.2. 准备

若系统有压力控制阀，真空泵须预热。在接入系统前真空泵达到合适的工作温度，这样会使真空泵的使用寿命延长。为此，真空泵必须预热15分钟。

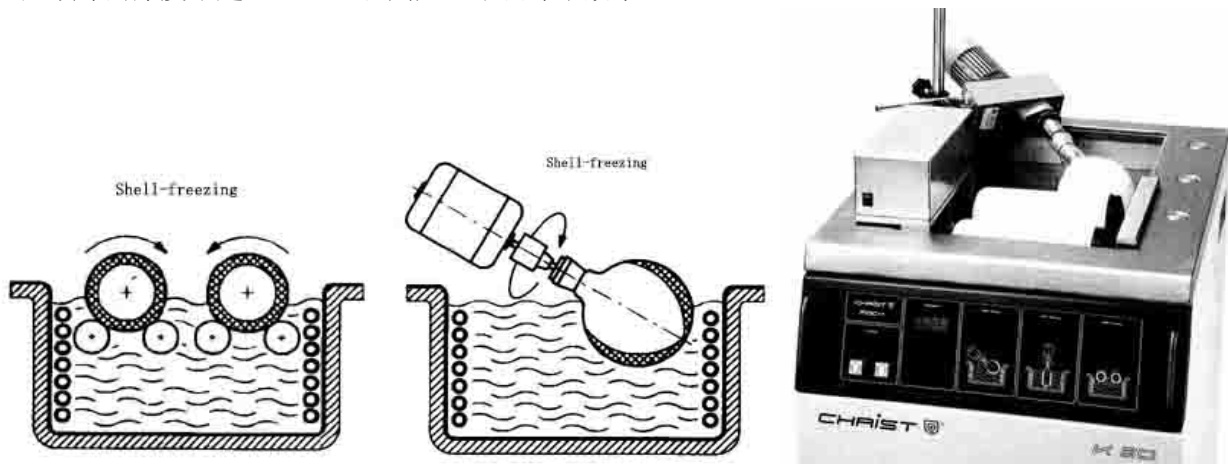
2.3. 预冻

少量产品的预冷可在冷阱室内进行，大量产品的预冷在超低温冰箱内进行。如果装瓶液层厚于1cm，建议用旋转冷冻装置（见下图）在冷浴中预冻，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。

对少量产品，建议让其和搁板一起预冻，这样能避免产品融化腔体内的水分必须去除干净。排水阀和排气阀关闭。

腔体的堵头必须涂上真空脂

产品预冻的厚度不超过2CM，否则产生不良冻干效果。



2.4. 主冻干

真空泵打开。

说明：

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

注意：

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（如 RC5）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干燥室和冷阱室中的压力随着升高。

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。因此，真空泵装有气体镇流装

置，在把镇流阀打开的情况下抽出的可凝结蒸汽和空气一起从排气管排出。

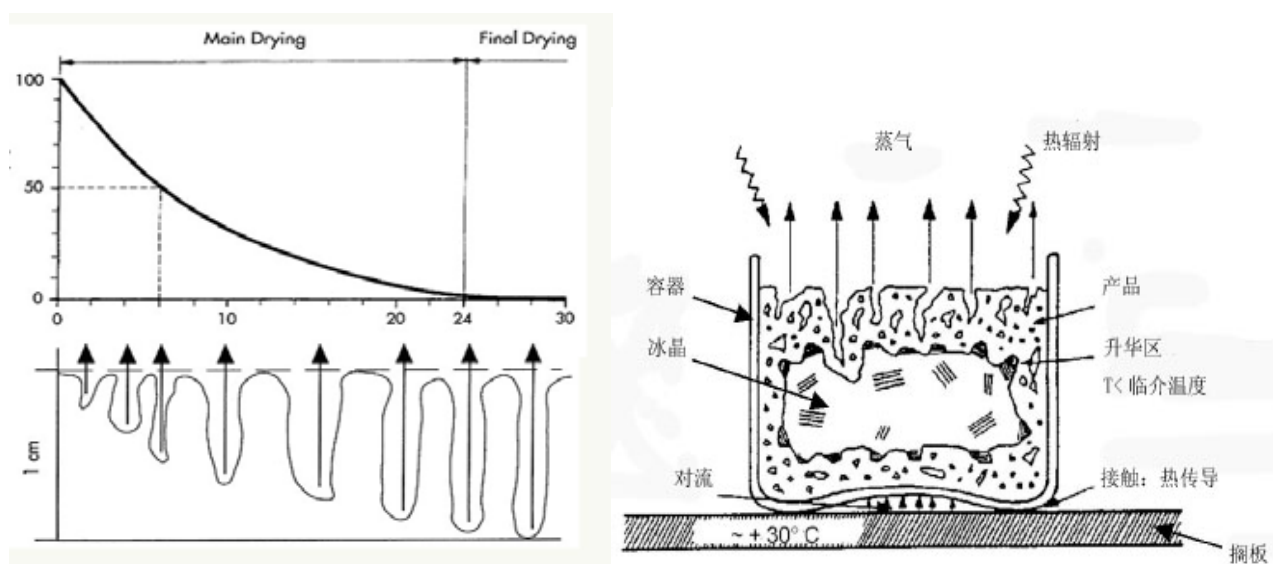
基于这样的理由，在主干燥过程中必须打开空气镇流阀！

只有后干燥过程中才可以关闭空气镇流阀。在主干燥时水份经过升华作用去除而在后干燥过程中水份是通过解吸作用去除。在后干燥过程中产生的微量水蒸气在镇流阀关闭的情况下可以由真空泵吸收（数小时之内）。一般说来不要在关闭镇流阀的情况下工作。所采用的真空泵在空气镇流阀打开的情况下可以达到合适的水蒸气分压。

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 3 K ~ 5 K），主冻干完成。开始后冻干以去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%的水份被浓缩。在第二个周期内又有50%的水份被浓缩，直到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气量尽可能小，必须让冻干靠近三相点进行。



冻干时间取决于真空度，真空度越接近蒸气压曲线的凝固点，冻干时间越短。

有趣的数据：

1.0 克冰在：

1.0 mbar 下 1 m³ 蒸气

0.1 mbar 下 10 m³ 蒸气

0.01 mbar 下 100 m³ 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份物质或厚层。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。

2.5.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°C

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”按钮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, 同时也受产品中残余物或有更高蒸发压力溶剂成份的影响。

2.6. 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。冷阱室不再有负荷并且达到-55℃到-85℃左右。随着凝冰温度的下降, 干燥室的压力也下降。

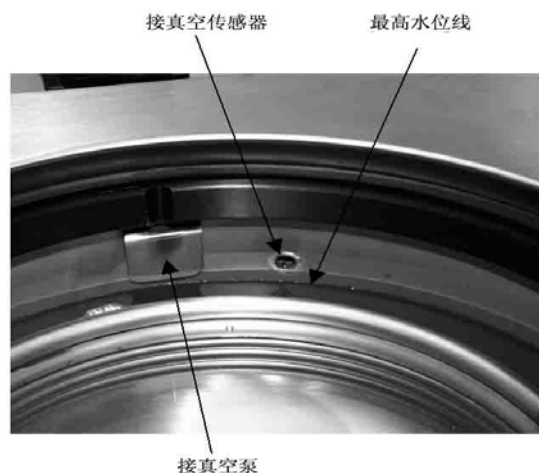
关闭真空泵, 通过真空橡胶密封筏门或者是排水筏门使干燥室通气, 可以选购氮气或其它惰性气体或空气给机器充气的微调充气阀门, 最后关机, 取出产品。

2.7. 解冻

用室温或者用热水使冷阱室的冰溶解, 冷阱室最多只允许加入一半的水。

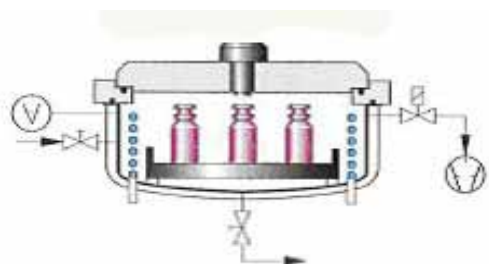
在灌水时一定要注意: 千万不要让水流入真空泵和真空度传感器接口中! 见图。

经过在机器左侧的放水阀可以放掉除霜水。为此, 要用从机器侧箱板伸出的水管头接的水管, 把水放到一个容器中。



3. 冻干过程描述

3.1. A 方式: 在冷阱中的有温度控制的搁板上进行冻干 (单腔)



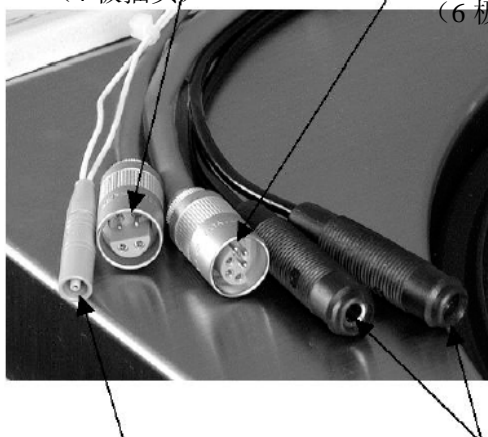
首先残余的水分在冷阱中去除, 排水阀打开使水分排尽。系统开始启动制冷压缩机, 预热真空泵 (此时阀是关闭着的)。如果没有电磁压力阀, 推荐用手动阀。没有阀真空泵不能有效预热。

3.2. B 方式: 在冷阱外的有温度控制的搁板上分别进行冻干 (双腔)



带内置 PT100 的温控搁板
(4 极插头)

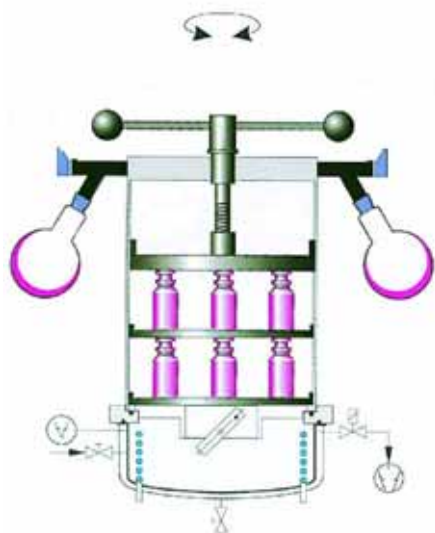
中间阀或风扇
(6 极插头)



PT100 传感器

不带内置 PT100 的温控搁板

3.3. · B 方式 机外预冷腔体内干燥并在真空或惰性气体下用压盖装置



用压盖装置可以最多为 4 个搁板的西林瓶在真空或惰性气体条件下压上橡胶盖。为此要把搁板通过一个传动轴和压力板连接在一起。

压力盘的高度要根据瓶子的高度进行调节。调节时要拆下高度调节平头螺丝。

把镙杆拧入下搁板，使其有缝的杆头大致与框架等高。(每个上缘)

干燥结束后，向右转动压盖装置的把手直至感到阻力。

压盖必须把搁板摆满。如果材料量小，每层搁板上至少应均匀摆放三个垫片(与盖好盖的瓶子等高)。

3.4. 方法 B 在冷阱外的液体在外挂瓶中冻干

3.5. 方法 B 在冷阱外的液体在安瓿瓶中冻干

4. 安装及运行

4.1. 安装位置



冷冻干燥机应安放平整，环境温度应当在 +15℃ 至 +25℃ 之间。

致冷部分采用风冷散热，必须保证足够的气流循环空间，因此安装位置必须保证机器与墙壁至少有 30 厘米间距，并远离热源。

如通风不良或环境温度过高，致冷系统温度及压力会升高，并通过过压保护开关关闭致冷机。

4.2. 主电源

安装地点备有230V，50Hz电源插座，设10A保险（电源要求见机后铭牌）

CHRIST 冻干机安全等级为：class I，三线电源插头

4.3. 保险

16AG

4.4. 检查接地线

主机后面另备接地桩头

4.5. 排气

排气在机器的左侧上方，用于冷阱排气。当西林瓶密封时，氮气可从从这里输入。

4.6. 冷阱和解冻水

除霜水放水阀门在机器右侧下方。应把排水管接机箱侧板上的下水管通往接水容器。

排水亦可用 1/2 英寸水管直接通向下水道，水管可穿过机箱侧板或后板，须保持流出通畅不得滞流，否则排水阀门开启时，万一出现低压就有吸入水及污物的危险。

4.7. 真空泵排气

在主干燥过程中，真空泵必须在打开空气镇流阀的状况下工作，以导出油雾。

RZ-2 真空泵的排气管接 1/2 英寸管子；RC-5、DUO-4 或 DUO-8 接 3/4 英寸管子通往室外或抽气道。

安装客路时须注意：不要造成管路中凝结的水份有回流真空泵的可能，管路的上升段最好装有分离器（洗瓶等）。

如果不能导出油雾，建议安装排气过滤器，可以防止真空泵在工作压力下排出的油雾污染空气。

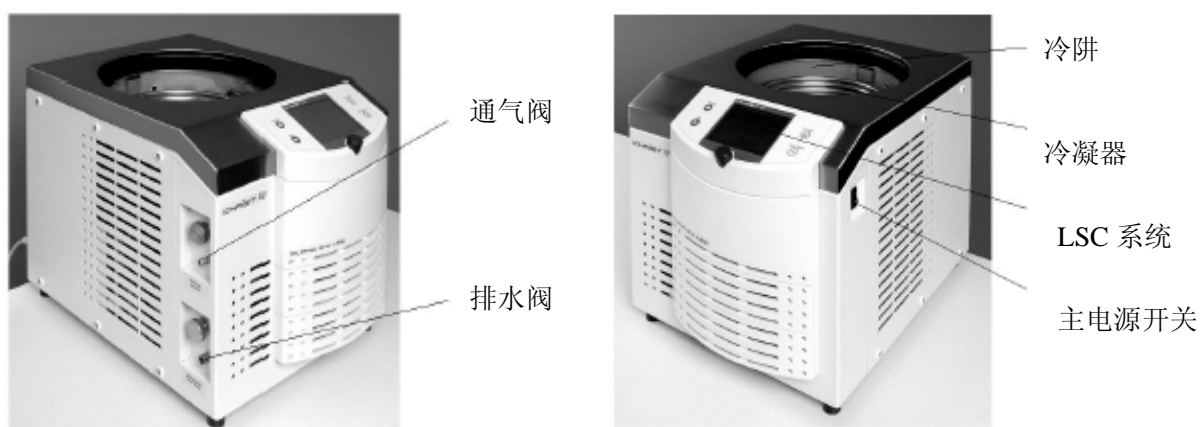
排气过滤器应固定在真空泵排气管上。

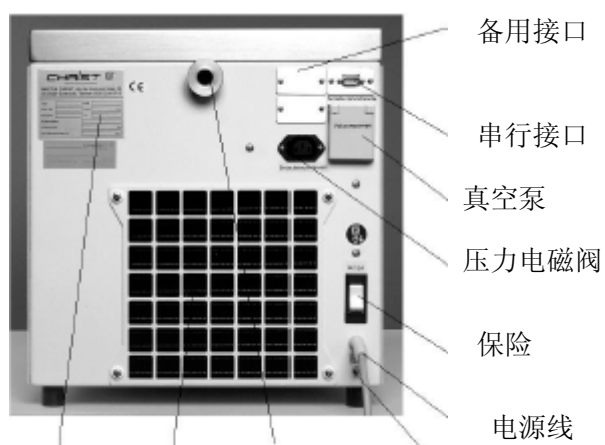
过滤器上有过压阀，指示过滤饱和。最迟要在过压阀动作前清洁或更换过滤器填料。聚集的油可以在观察玻璃处看到并通过排油螺丝排出。

4.8. 开始使用

注意！在开始使用前一定要确认机器已正确安装（见4.1. 安装位置）。

4.8.1. 功能元件和控制单元

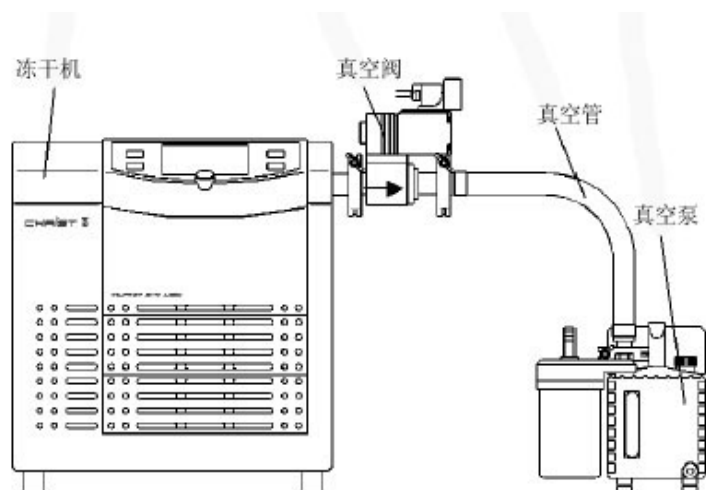




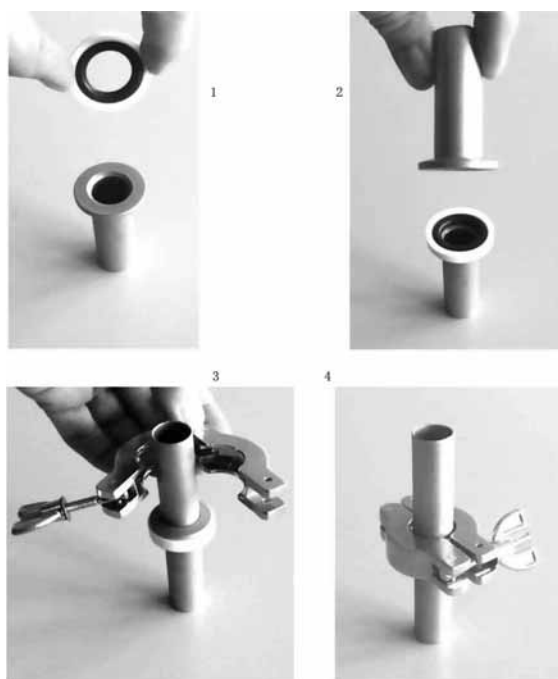
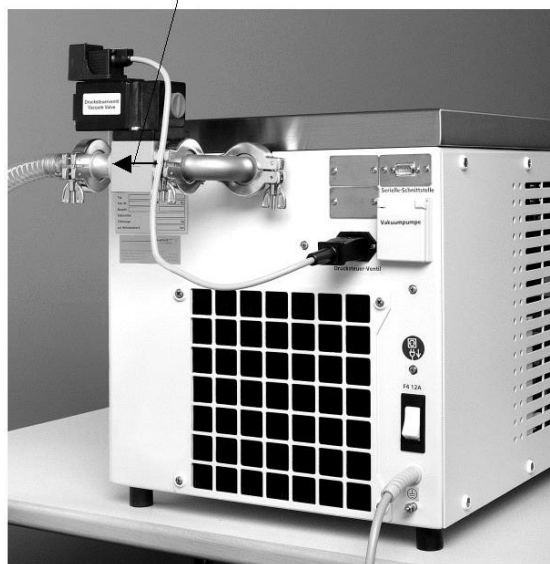
铭牌 散热器 真空接口 保护接地

4.8.2. 真空及附件的连接

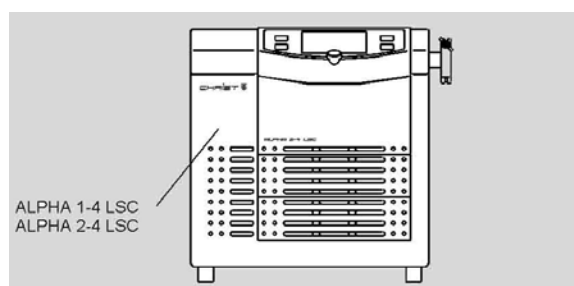
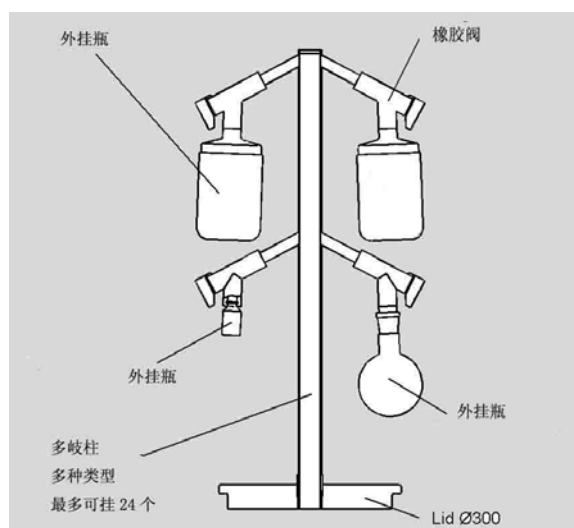
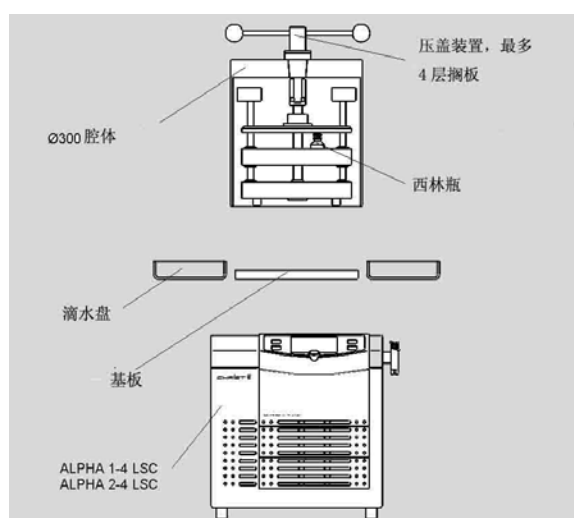
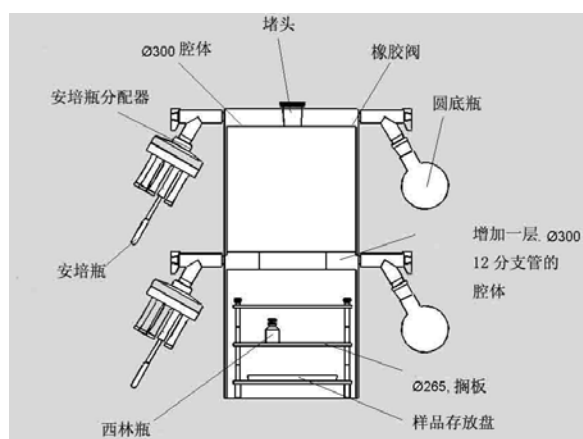
注意压力电磁阀安装的方向！

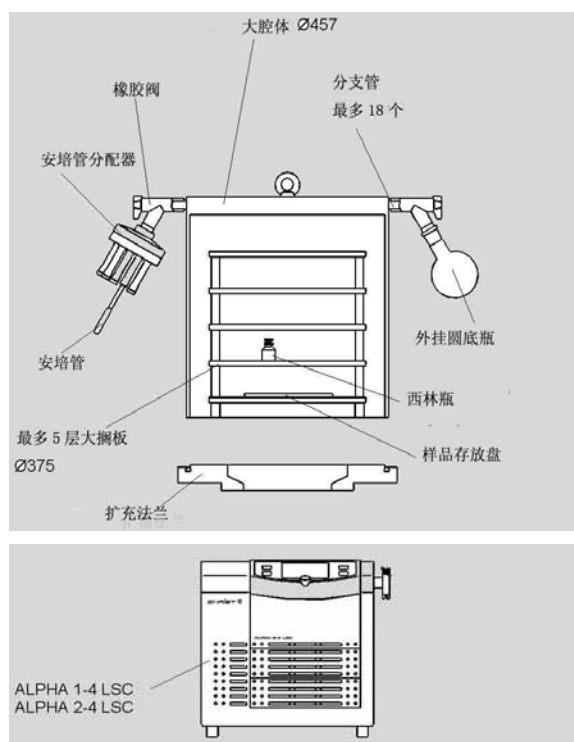


注意真空阀的安装方向



附件图





4.8.3. 开机

电源开关在机器右侧。开机后会有几秒钟的初始化延时。

5. LSC 控制系统

5.1. 描述

5.1.1. LSC 控制面板

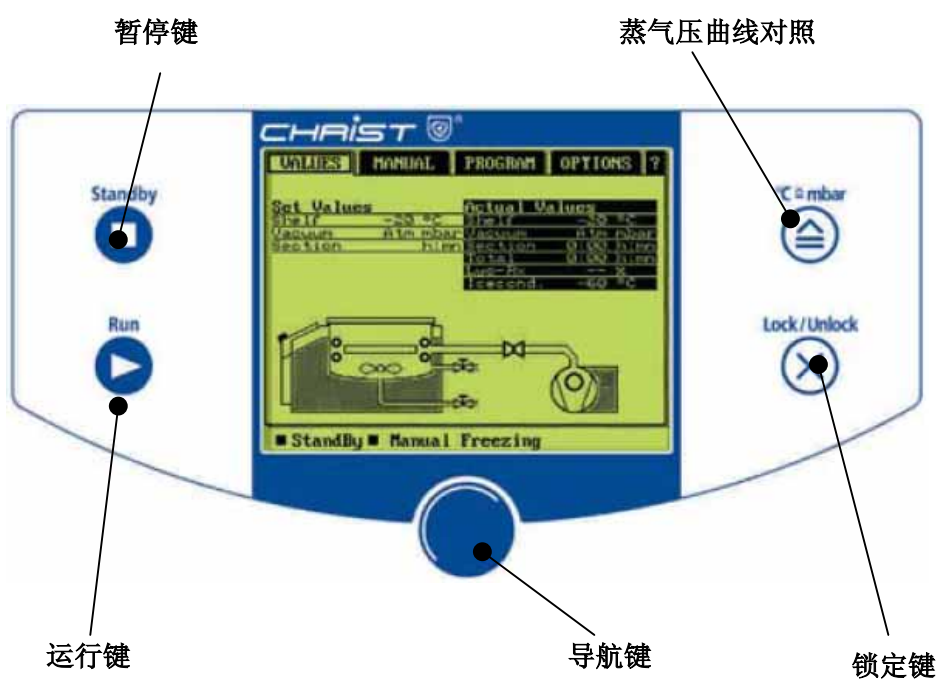







Fig.1 LSC 控制面板


5.1.2. 功能键介绍

LSC 系统操作通过导航键  进行，四个功能键分布在面板两边 。功能键是主要的操作键。旋动功能键，将光标移动到指定位置，按下即可激活所选的功能。通过它也可实现数值的输入。

 **暂停键**：使仪器处于待机状态，常用于冻干结束后，手动排气前。

 **运行键**：启动在“Manual”菜单中预设的阶段，或直接启动一个程序。冻干阶段之间的变化在运行中就实现了。所以这个键的功能在在窗口中所有菜单都关闭后才有用。

 **蒸汽压曲线对照**：水的冰上蒸气压转换表移到另一个窗口。这个键的功能在摹拟图、数值窗口和编程模块或调整设定值中才有用

 **锁定键**：可将其它键都锁住以防止无意识的误操作。长按该键 2 秒钟后，各键将会所死。避免误操作。再次长按 2 秒可解锁

5.2. LSC 系统的可视元件

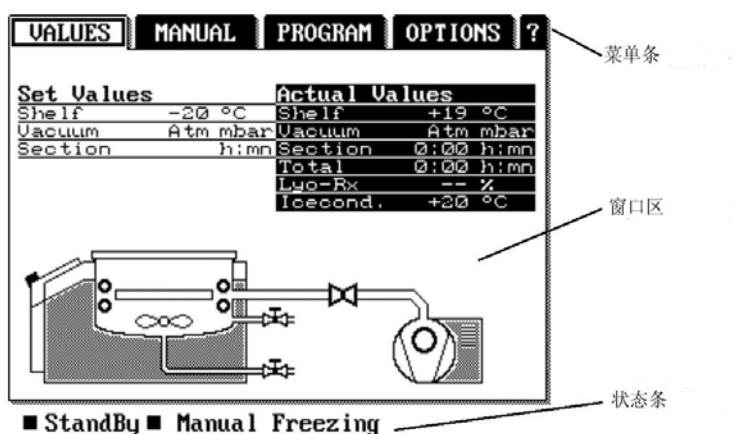


Fig2.LCD

5.2.1. Menu bar


菜单条有5个表符：**VALUES, MANUAL, PROGRAM, OPTIONS, ?**（简易描述）它们提供了所有的设定、参数和操作模式。用导航键  将光标移动到指定的表符位置：



Fig.3 Menu bar 的光标移动


按下导航键 ，确认：



Fig.4 光标选中

系统打开一个弹出菜单：

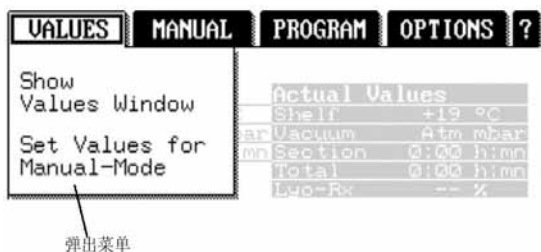


Fig.5 弹出菜单

5.2.2. 窗口区

窗口区包括全部窗口，弹出菜单和对话框等前景出现在窗口背景之上。无论如何修改只能在被激活出来的前景上进行。例如：当一个菜单打开后，主窗口的当前值就不能被修改。请注意不同类型窗口下的描述：

1. POP-UP Menus 弹出菜单
2. Dialogue boxes 对话框
3. Main windows 主窗口
 - a. unit diagram 单元程序
 - b. values window 数值窗口

5.2.3. 弹出菜单

有两个不同的弹出菜单：从主菜单选择打开一级弹出菜单；从一级弹出菜单的标题中选二级弹出菜单。

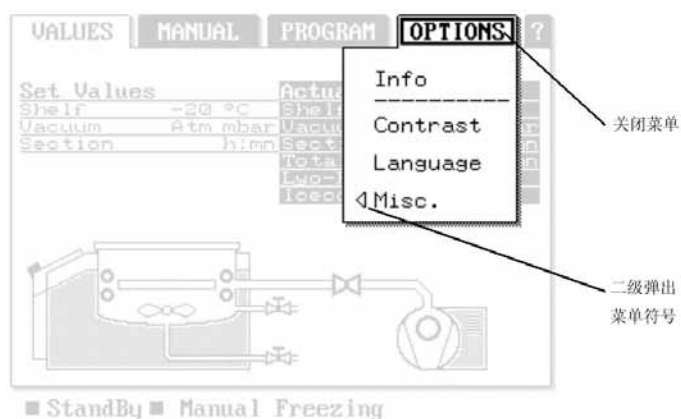


Fig.6 一级弹出菜单

点击 **Close** 关闭二级弹出菜单。见 Fig.7

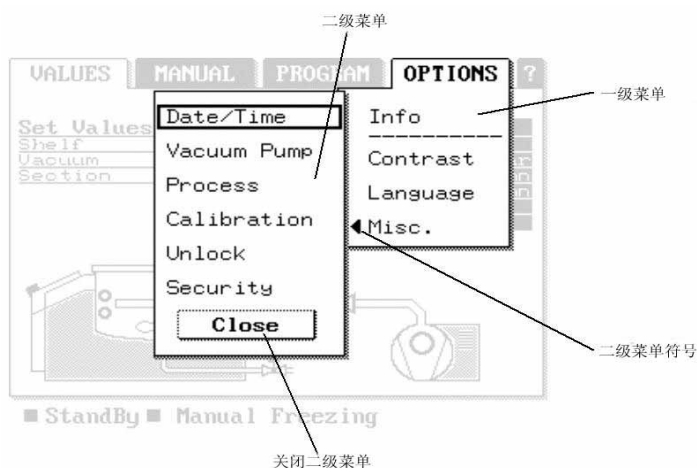
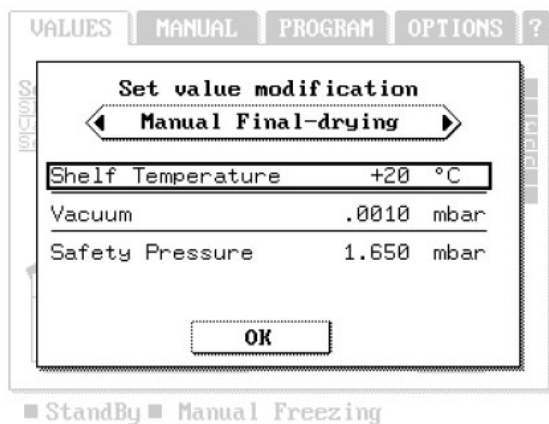


Fig.7 一级和二级弹出菜单

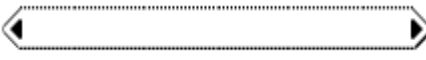
5.2.3.1. 对话框

对话框用于参数和其它表达式（如：冰上蒸气压曲线等）的输入。通常，对话框用菜单标题的选择或功能键打开，过程和仪器信息系统除外---由系统自动显示。



下列控制单元用于不同的对话框：

按键:  用于确认或关闭窗口；

滚动条: 

输入高级参数；

比例键: 选择相应的设置

参数区: 所有光标可以到达的其它区域用于输入

Fig.8 对话框 参数，如：设定数值、时间常数等。

5.2.3.2. 主窗口

摹拟图表: 显示过程的设定值和实际值。所有制显示的设定值总是对应于预设的或当前的阶段（见状态条）。窗口下方的仿真摹拟图由元件图组成，未工作的部分是空心图；工作的部分是实心图（见Fig.11,12）

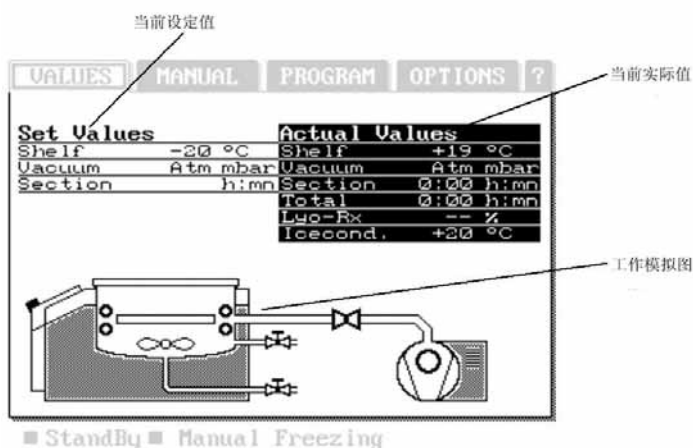


Fig.9 摹拟图表

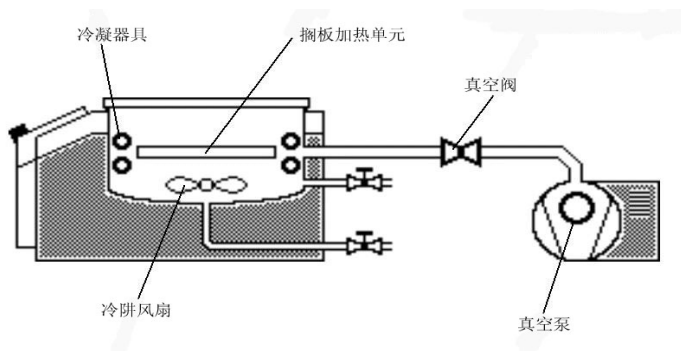


Fig. 10 摹拟图

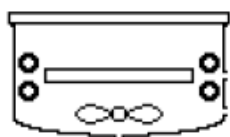
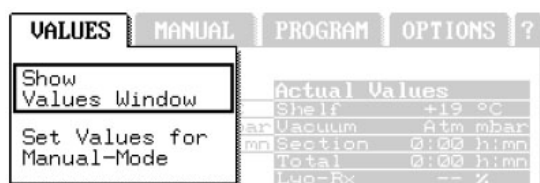


Fig. 11 未工作状态



Fig.12 工作状态

冻干机一旦开机，摹拟图便保持在窗口上，选择菜单：**VALUES** → **Show values window**.
可使摹拟图转到数值窗口：



打开数值窗口

Fig.13 打开数值窗口

数值窗口：以清晰排列的方式对比显示设定值和当前值

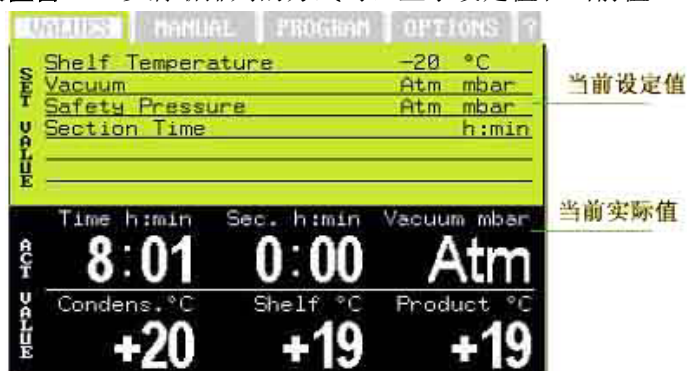


Fig.14

实际值显示提供了特殊功能：操作者可选择6个最重要的实际值并指定放入不同的显示位置。为指定显示位置，选择菜单：**VALUES** → **Display configuration**.

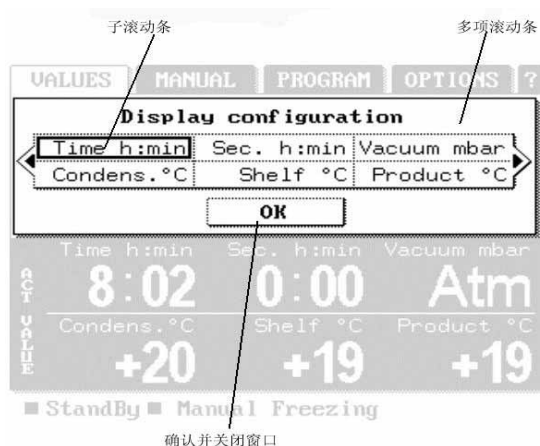


Fig.15 6个实际参数的显示位置的设定对话框

多项滚动条的6个子滚动条反映了实际数值所在位置，下列实际数值可通过这6个子滚动条来选择

- Time h:min（当前时间）
- Tot. h:min（总计处理时间）
- Sec. h:min（阶段处理时间）
- Vacuum mbar
- Condens. °C（冷阱温度）
- Shelf °C（搁板温度）
- Product °C（产品温度）
- Lyo Rx %
- Lyo Prod. °C（冻干产品温度）

如果一个位置中不需要显示内容，就从子滚动条中选择“空出”：--blank--

选择菜单标题：**VALUES** → **Show mimic diagram**.从数值窗口转到摹拟图窗口。见Fig.16:



Fig.16

5.2.4.状态条

状态条总是显示当前的操作方式、预设的或当前的处理阶段。在程序方式下它还增加显示当前程序段和程序段总数。

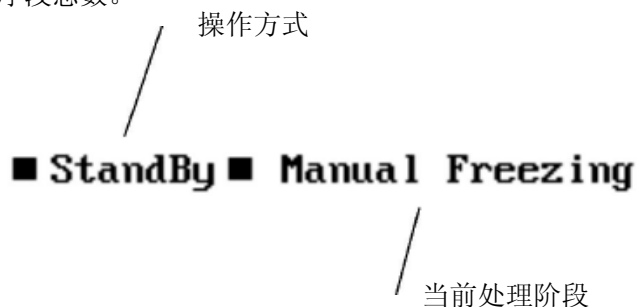




Fig.17 手动方式下的状态条

5.3.功能键

Standby  **暂停键**: 这个键可关闭所有的工作。在每个打开的窗口中都适用。通常，在进行人工排放前都用它中止干燥处理过程。使仪器处于待机状态。

Run  **运行键**: 启动冻干处理。在手动 (Manual) 方式下，根据不同的阶段，启动进一步的处理。当程序已选定，它可从相应的工作段启动。手动方式下的各阶段之间的变换也可在运行状态下进行。这个的功能键是唯一能在窗口中所有菜单都关闭后有效，同时，也是唯一能在数据窗口和摹拟图表中被激活。

注意，机器的功能部件在开启后经过短暂延时后逐一启动的。其延时时间见 **Table.1**

型号	延时 (秒)	有延时作用的部件
ALPHA 1-4	0	第一级压缩机
	5	真空泵
	10	其它部件
ALPHA 2-4	0	第一级压缩机
	150	第二级压缩机
	155	真空泵
	160	其它部件

Table.1各功能部件开启延时时间







Lock/Unlock  **锁定键**: 长按该键2秒钟后，各键将会锁死，避免误操作。这意味着，所有其它键，、、、包括导航键  的输入都不被系统接受。再次长按2秒可解锁。



Fig.18


$^{\circ}\text{C} \rightleftharpoons \text{mbar}$  **蒸汽压曲线对照：**根据冰上蒸气压曲线图，转换冷阱中的温度或干燥腔内的真空度。转换蒸气压曲线对于更好地指导和理解在冻干过程中压力与样品温度之间的关系很有必要（见第2.1章节）。请注意，只有当单元图、一个数值窗口或一个设定数值窗口被打开后，转换表才能打开。有弹出菜单或其它对话框时，转换表功能被锁住。


Vapour pressure curve above ice					
$^{\circ}\text{C}$	mbar	$^{\circ}\text{C}$	mbar	$^{\circ}\text{C}$	mbar
0	6.110	-10	2.550	-20	1.030
-1	5.620	-11	2.390	-21	0.940
-2	5.170	-12	2.170	-22	0.850
-3	4.760	-13	1.980	-23	0.770
-4	4.370	-14	1.810	-24	0.700
-5	4.020	-15	1.650	-25	0.630
-6	3.690	-16	1.510	-26	0.570
-7	3.380	-17	1.370	-27	0.520
-8	3.010	-18	1.250	-28	0.470
-9	2.840	-19	1.140	-29	0.420

Fig.19 蒸汽压曲线对照表

5.4. 手动方式 (Manual Mode)

Manual Mode方式可以手动单独控制各处理阶段：预冻、预冻+ 预热真空泵、主冻干、后冻干。在手动方式下，不同冻干阶段的设定值必须在该处理过程开始前输入，然后，这个处理阶段才能被预选。按启动

(RUN)  键，开始一个阶段的处理，本阶段完成后必手动转入下一阶段，不必将系统先进入暂停

(Standby) 状态。当所有阶段都已完成（通常是后冻干阶段完成）后，用暂停 (Standby)  键结束处理过程。在手动方式下不同阶段的处理周期取决于操作者，不由定时器控制。

可在手动方式下被选取的阶段有：

4. 预冻（仅仅适用于过程A方式）（Freezing (Only available with process A)）
5. 预冻+真空泵预热（Freezing + Warm-Up VP）
6. 主冻干（Main-drying）
7. 后冻干（Final-drying）

Warm-UP VP是预热阶段，打开真空泵而关闭压力控制阀，这个阶段至少持续20分钟，从而延长泵的使用寿命。



Fig.20 手动方式的弹出菜单

5.4.1. 手动方式输入设定值

每个阶段的设定值都由名义设定值来进行，修改设定值的对话框由菜单标题：用 **VALUES** → **Set Values for Manual Mode** . 打开。

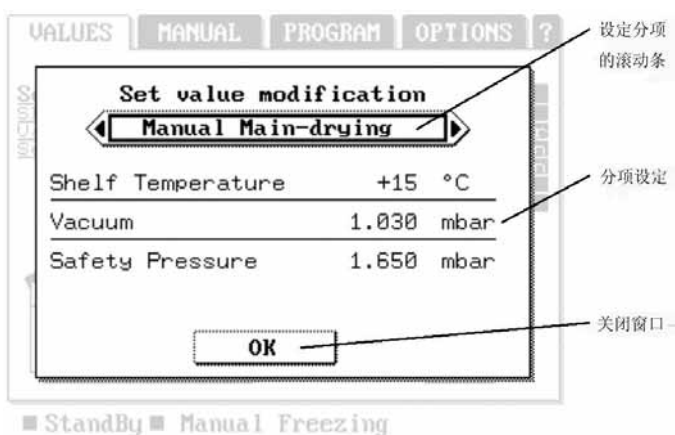


Fig.21 手动方式输入设定值


要进行新的设定，请从滚动条中选择相应的名义设定值（阶段）滚动条。旋导航键  移动光标，按导航键确定。该阶段的当前值就显示出来。再用键退出设定。



Fig.22



Fig.23

5.4.2. 设定手动冻干值

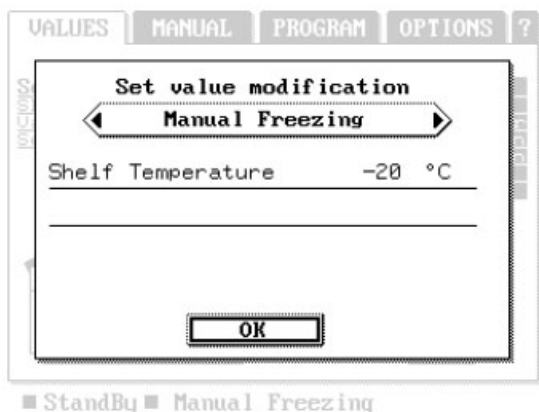


Fig.24 设置预冻及预冻+ VP预热

常规取值范围：

搁板温度：-100℃ ~ +100℃

最大取值范围:

搁板温度: $-100^{\circ}\text{C} \sim +100^{\circ}\text{C}$

5.4.3. 设定手动主冻干值和后冻干值



Fig.25

“vacuum”（真空）与“safety pressure”（安全压力）是互锁的，因此可避免误操作。

常规取值范围:

- Shelf（搁板温度）: $-100^{\circ}\text{C} \sim +100^{\circ}\text{C}$
- Vacuum（真空度）: 0.0010 mbar ... safety pressure: $- 5^{\circ}\text{C}$
- Safety pressure（安全压力）: vacuum + 5°C ... 6.110 mbar and Atm

最大取值范围:

- Shelf（搁板温度）: $-100^{\circ}\text{C} \dots +100^{\circ}\text{C}$
- Vacuum（真空度）: 0.0010mbar ... 4.020 mbar
- Safety pressure（安全压力）: 0.0023mbar ... 6.110 mbar and Atm

真空度和温度的比率见2.1节的“冰上蒸气压曲线”。

5.5.编程模块（选购）

5.5.1. 简介

编程模块用于有时间控制的冻干过程，最大可存储30个程序，每个程序含32个程序段。

每个程序段对应一个处理阶段（冷冻、主干燥、后干燥），并包括下列段值：周期、搁板温度、真空度和加热单元的安全压力。

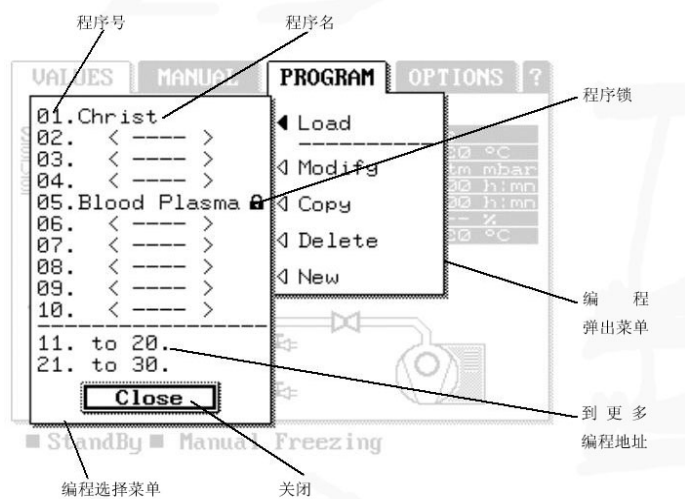


Fig. 26 编程模块的弹出窗口

选择**Program**菜单激活编程模块。先决条件是尚未载入任何程序，系统处于待机（**Standby**）状态。在弹出菜单中选择编程功能。

5.5.2. 新建程序

选**PROGRAM** → **New**，在编程选择菜单中出现一个自由位置 < ---- >。选取后，程序编辑方式就被激活。标准程序名为“**Christ**”，新增数据在当前数据（**Current Data**）中编辑。

5.5.3. 编辑程序

选取**PROGRAM** → **Modify**，可将一个已有程序转化为所需的特定程序。从程序单中选一个要修改的程序，用户密码由**OPTIONS** → **Misc.** → **Security**定义。

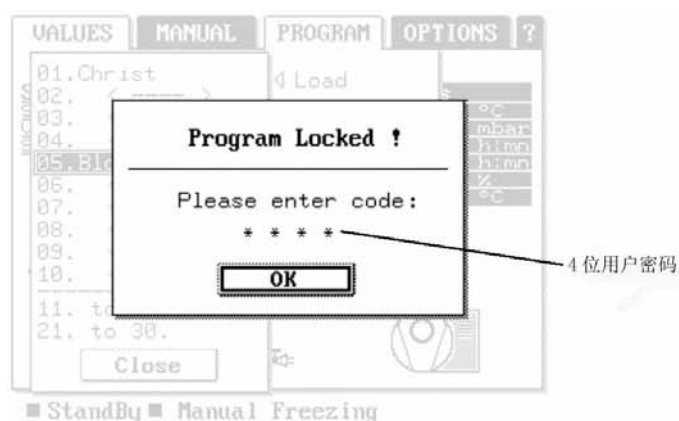


Fig.27 输入用户密码的对话框

程序模块显示三个程序段，这样，前后段的关系很清楚。“**Load**”段是固定的，程序的初始条件已输入。其它段段依次输入。注意：其次序总是“**Load**”、“**Freezing**”、“**Main Drying**”和“**Final Drying**”。这些段不可更改其次序。例如，“**Main Drying**”（主冻干）不能定义在“**Freezing**”（预冻）之前。

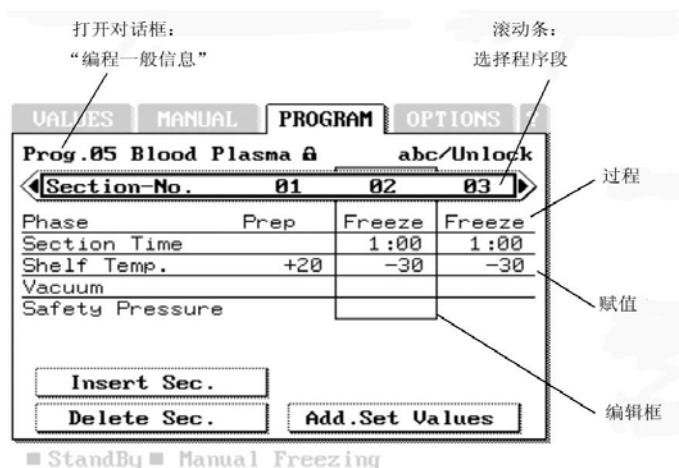


Fig.28 编程模式

选菜单**PROGRAM**关闭编程模块，数值只能在关闭模块后自动存贮。

Modify a Program (修改程序)

要修改的程序段必须用滚动条选定，并出现在滚动条的中部（在编辑框内）。退出滚动条后，光标跳到编辑框上。现在就可以修改阶段的数据了。要退出编辑框，选顶部的光标位置（程序段号）。

Insert a Section (插入段)

Insert Sec.

在编辑框中插入程序段，数值只能在段的光标处输入。程序段最多允许32段。

Delete a Section (删除段)

Delete Sec.

在编辑框中删除程序段，一个程序至少有3个程序段。

Additional Set Values (添加设定值)

Add.Set Value

定义真空泵预热时间，因为泵的开启是由编程模块自动进行的。

General Program Information (全部程序信息)

这个对话框用于输入程序名和程序加锁。

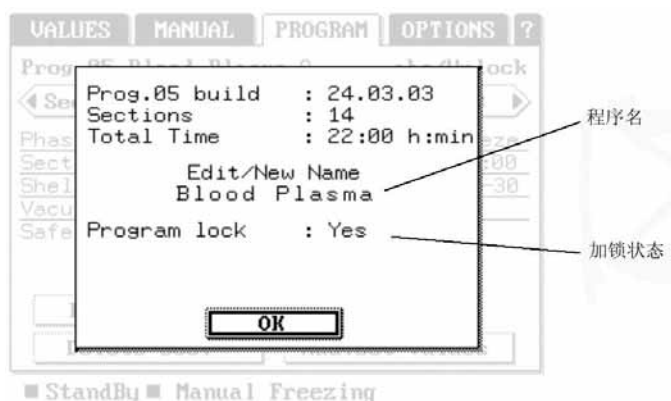


Fig.29 全部程序程序信息

5.5.4. Load a Program (载入程序)

选PROGRAM → Load.对话框显示出全部程序程序信息。选Load, 载入程序后，对话框关闭，状态

条更新。按运行键  程序开始运行。

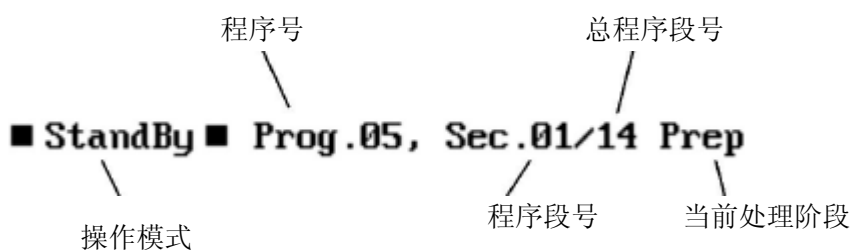
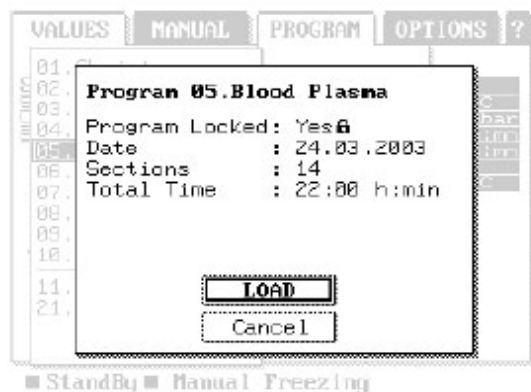


Fig. 31 编程方式下的状态条

5.5.5. Copy a Program (拷贝程序)

用PPROGRAM → Copy 在源程序位置选择要拷贝的程序。选中后，对话框被打开，显示出全部程序

信息。LSC系统推荐一个自由程序位置，必要时它可以修改（只有自由程序位置不可选）。选**Copy**将原程序拷贝到目标程序位置。然后，对话框消失。选**Cancel**退出拷贝模式，返回程序段。

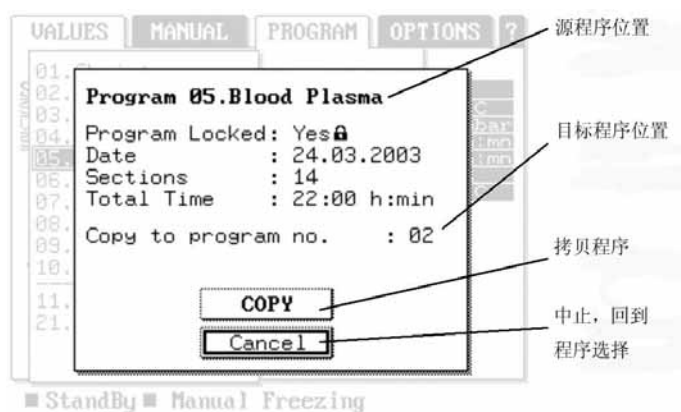


Fig.32 拷贝程序

5.5.6. Delete a Program (删除程序)

用**PROGRAM** → **Delete**. 在未加锁的程序位置选取要删除的程序，选定后，一个确认对话框打开，选**Delete**，删除程序，然后，对话框消失。选**Cancel**退出拷贝模式，返回程序段。



Fig.33 对话框“删除程序”

5.6. 处理和仪器信息系统

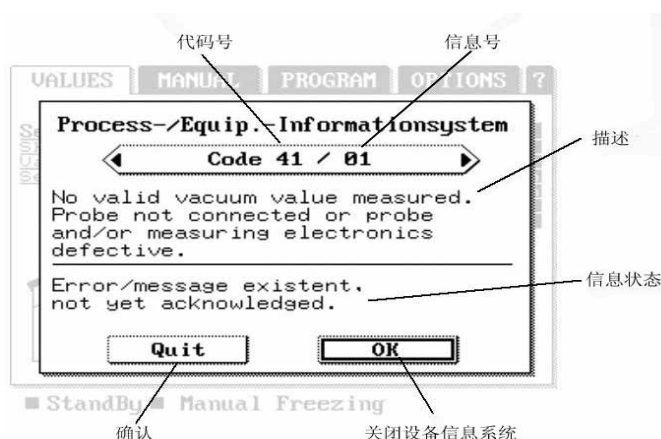


Fig.34

当有故障发生时，系统会显示和存贮错误信息，系统能区分信号、过程或硬件的错误信息。系统自动在屏幕上显示错误信息并伴有5次讯响声（间隔16秒）直到错误被确认。当有硬件错误发生时**Run**或**Standby**键的灯会闪烁，当所有错误被确认一遍后，信息窗口才能关闭。

5.6.1. Messages and Notes (信息和注解)

有关硬件的错误代码见6.7.1

Code 03

Safety pressure was fall below and exceeded again during the drying process . 干燥处理过程期间的安全压力过高或过低。

压力低于预设安全压力，稍后又超过它。检查安全压力是否过低；或预设的干燥样品量过大；或预设的搁板温度过高。在这种情况下冷阱中的温度会因负载过大而不正常升高。环境温度不要超过32℃。

Code 25

Note: Shelf temperature has not been reached at section end . 注意：在程序段运行结束时温度指标未达到。

仅仅在编程模式下发生。预设温度（+/-1℃）未达到。

Code 26

Note: Programmer is finished. Freeze Dryer was switched into manual mode . 注意，程序已完成，冻干机转到手动模式。

仅仅在编程模式下发生。

Code 29

Note: Maintenance of the vaccum pump is necessary.Please maintenance the vacuum pump and reset the working hour meter . 注意：须维护真空泵，并重置计时器。选OPTIONS → Misc.

→ Vacuum Pump（在“Options”下面）。上述的信息就会显示。错误信息必须确认一次，选OPTIONS

→ Misc. → Vacuum Pump重置计时器：RESET。

5.7. Options（选择）

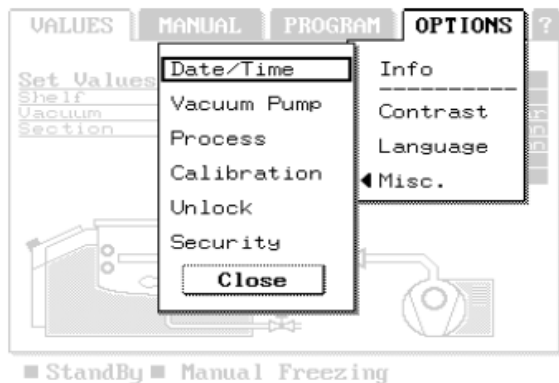


Fig. 35 Options menu

标题菜单Option用于输入一些控制系统的基本设定

5.7.1. Info

标题菜单Info 用于打开信息系统。所有已存入的信息和默认值都会在这里显示出来。

5.7.2. Contrast of Display（对比度）

选择OPTIONS →contrast可以改变液晶显示对比度；用导航键选择和和确认。

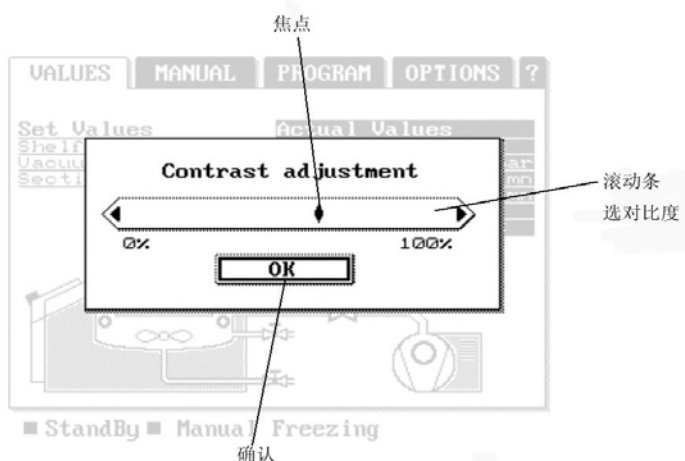


Fig.36 屏幕对比度

5.7.3. Language (语言)

选择OPTIONS → *language* 可以选择语言（英语和德语）；用导航键选择和和确认。

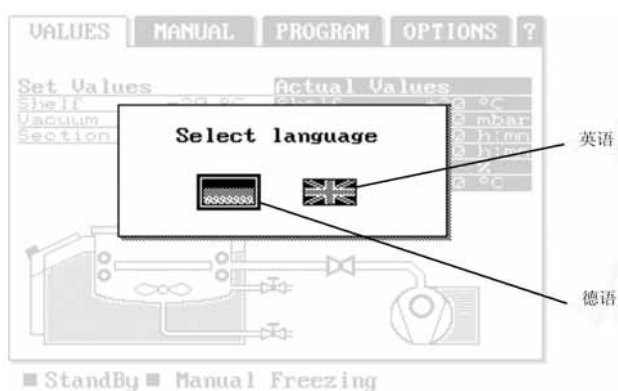


Fig.37 语言

5.7.4. Change Date and Time (改变日期和时间)

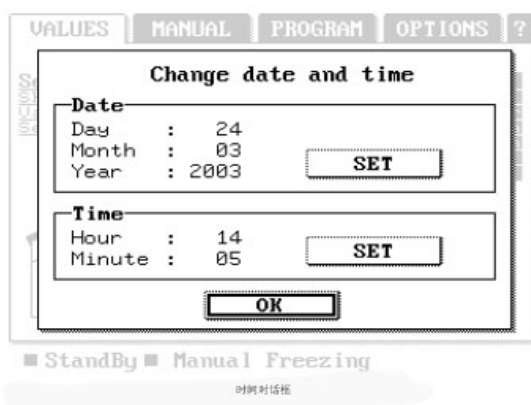


Fig.38 日期和时间

LSC系统内置时钟和电池，电池失效后须设置，选OPTIONS → *Misc.* → *Date/Time* 打开窗口设好日、月、年，按**Set**确认。设好时、分，当系统跳到下一分，按按**Set**确认，计时器重置为0。例：当前时间为10:23:15，设到10:24，当时间跳到10:24:00时**Set**确认。

5.7.5. 真空泵的维护周期

OPTIONS → *Misc.* → *Vacuum Pump*

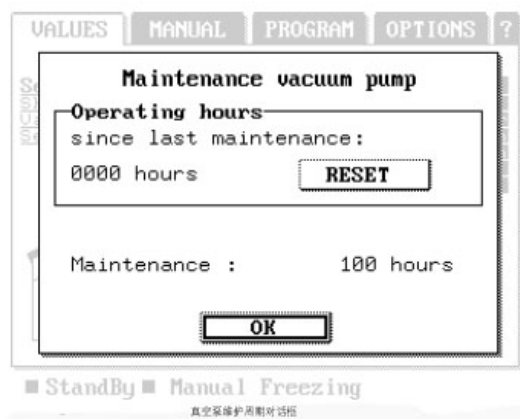


Fig.39 真空泵维护（换泵油）周期

可选下列时间间隔：100, 200, 300, 400, 500, 1000, 2000, 3000, 4000小时。当选择 ∞ 时，系统不再显示维护周期的信息。

5.7.6. Process（处理）

选OPTIONS \rightarrow Misc. \rightarrow Process.打开对话框，它用来预设干燥处理阶段的类型，可视的摹拟图相应改变，当用方法B时，选Manual freezing是不适当的，因为样品是在腔体外冷冻；可选Manual cooling IC+ warm-up VP，因为它总是预热真空泵和预冷冷阱。

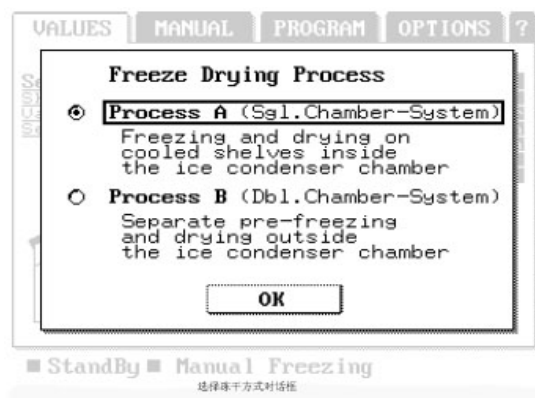


Fig. 40 选择冻干处理的类型

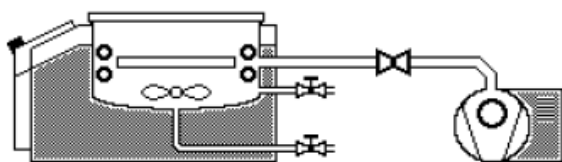


Fig. 41 方法A摹拟图

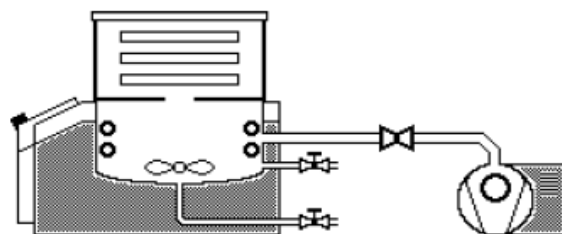


Fig. 42 方法B摹拟图

5.7.7. Unlock（解锁）

OPTIONS \rightarrow Misc. \rightarrow Unlock解锁对话框打开，需要输入6位密码。

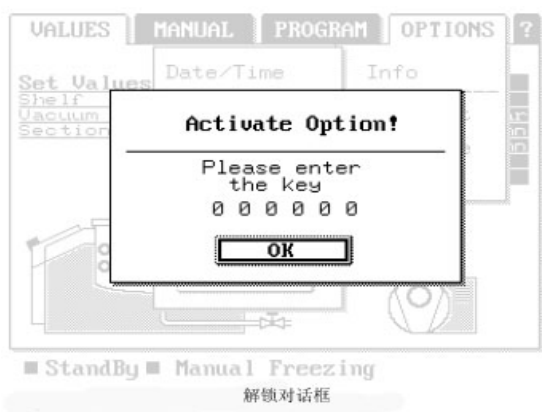


Fig. 43 解锁

5.7.8. Security (安全性)

菜单标题 **OPTIONS** → **Misc.** → **Security** 用于定义四位用户密码，以防未经许可的使用。选择后首先打开密码的对话框，新的密码须在当前密码被接受后才能设置，然后可以通行于所有程序数据。



Fig.44 在对话框中输入当前（老）用户密码



Fig.45 在对话框中输入新用户密码

5.7.9. System Calibration (系统校正)

选**OPTIONS** → **Misc.** → **Calibration**打开对话框呈现校正数据。必区分传感器I/O卡和外部测量模块（真空、冻干）。因为**LSC I/O Sensor** 是模拟信号，由系统将基处理为数字信号。要对基电子系统进行校正就必须实现两个调节。

5.8. Integrated Brief Description (简要描述)

简要描述不能取代操作手册，但能提供一个运行、参数设置和操作方式的一览个表。

简要描述由菜单条的? 打开。标题单出现在窗口中。用《 或 》翻页，用Cload退出并返回主窗口。

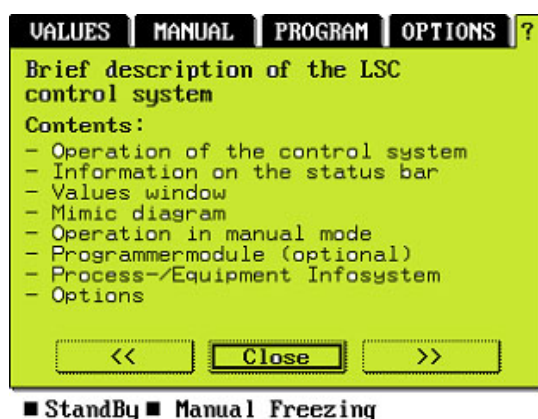


Fig.47 简要描述

6. Error Correction 纠错

6.1. Power Failure (掉电)

掉电后，操作系统继续工作，预设条件自动存储。在冻干过程中掉电后的数据缓存将不可使用，数据缓存是否可被存储取决于在掉电时产品处于哪个干阶段。

所以区别主冻干和后冻干阶段是很重要的。

产品处于后冻干阶段，残余水分<5%，这时掉电一般不会损坏产品；

如果产品处于主冻干阶段，我们建议系统单元排放，拿出产品置于深冷中，在作进一步操作之前，必须将解冻的冷凝物排放掉。

6.2. 真空不足

要对高真空的阀给予足够重视，排放阀、微通气阀、橡胶阀都要作检查。

如果系统未达到必须的压力，阀内一定有泄漏，这是由于干燥过程中的残渣引起的。清洁O形密封圈。为解决这个不足，建议用排气阀排放，有必要将O形密封圈也换掉。

6.3. 系统失效

如果打开电源后面板无显示，检查下列方面：

电源插头；

电源保险；

背面的电流断路器1F1；

内部保险202F3。

6.4. 加热单元失效

注意加热单元仅在主冻干或后冻干过程中的预设安全压力到达后才能被激活。当压力低于预设值时加热单元仍不工作，请检查202F1保险。

6.5. 冷阱风扇失效

检查冷阱内的联接线；

检查202F2保险。内部保险202F1, 202F2 和 202F3 在左边盖内。



Internal fuses

6.6. 冷凝或搁板板温度不足

制冷系统设有过压、过热保护装置。

保护装置在以下遇情况动作时自动关闭制冷系统：

环境温度过高；

散热器失效；

制冷系统过载。

一旦再次达到工作条件（几分钟后），制冷系统会通过电机保护开关或压力保护装自动启动。

重要的错误信息会在处理过程中通过仪器系统显示出来。

6.7. 信息系统

6.7.1. 错误信息

Code 01

Vacuum of 6.11 mbar has not been reached within 15 minutes. Vacuum pump was swithed off. Vacuum leakage or pump defective.

运转15分钟后，冷阱的真空度没有达到6.11 mbar。这可能是真空泄漏，要关闭真空泵，以免直接对大气抽真空。

Code 02

Safety pressure has not been reached within 20 minutes.

运转20分钟后预压力没有达到。检查安全压力是否设得过低。

Code 03

见5.6.1.

Code 04

Excess temperature "ice condenser" . Temperature "ice condenser" is 65°C or more! Freeze Dryer was switched into Standby.

冷阱温度超过+65℃。

Code 23

AC power failure

在运行时外部电源中断

Code 25

见 5.6.1.

Code 26

见 5.6.1.

Code 27

Note: Invalid Control System

操作系统不正确，立即与厂商联系

Code 28

Note: Invalid System Module

操作系统不正确，立即与生产厂商联系。

Code 29

见 5.6.1..

Code 31

请联系Christ的工程师。

注：设定值存储区故障。工厂设定被载入！请检查电池

Code 32

Overpressure refrigerator RM1.

一级压缩机过热。环境温度过高或散热不良。

Code 33 (only ALPHA 2-4 LSC)**Overpressure refrigerator RM2.**

二级压缩机过热。环境温度过高或散热不良。

Code 40**Temperature sensor "ice condenser" defective or not connected.**

温度传感器坏。请与Christ的工程师联系。

Code 41**No valid vacuum value measured. Probe not connected or probe and/or measuring electronics defective.**

真空传感器的灯丝断。.

7. 维护

7.1. 冷阱

每次使用前确认冷阱中的残余水分是否清除干净。建议次使用前开关一次排水阀

7.2. 热交换器

每几个月要检查并清洁热交换器，其散热片太脏会使制冷效果变差，严重时会造成停机。

Please note: 不可将机器倒置！

7.3. 真空调节和维护

Sensor TPR010的维护

真空探头的使用寿命有限。因其与外界气体反应生成碳化钨，钨丝会变短、变脆。对皮拉尼真空探头而言，唯一的延长使用的办法是避免接触含碳的物质。

冻干完成后，打开系统，取出产品。用温水解冻（最高60℃），最后擦干冷阱。

不推荐让冷阱在室温下长时间自然解冻，这样会使钨丝与外界气体反应！

7.4. 橡胶阀

清洁以防止硬化，及时涂真空脂增加密闭性。

7.5. 真空泵

真空泵保养请阅所附说明书。这里仅补充以下方面。

应经常从观察小窗处检查真空泵油（连续工作，至少每周一次），缺油应补充。由于空气镇流器经常工作，不可避免要耗油。补充油请参阅真空泵具体使用说明。

工作 100 小时左右换第一次油，以后换油间期根据使用条件不同而定，一般要求 500 至 1000 小时换一次油。原则上应在热泵下换油。

7.6. 排气过滤器

冷凝物过多时要排放。（见产品说明书）

7.7. 清洁

7.7.1. 冻干机的清洁

用肥皂等中性洗洁。不能用碱性、有机溶剂、含研磨剂的物质清洗。不工作时还将地盖子、搁板等到取出。
如果使用有毒、放射性、传染性污染物，要采取相应防护措施。

7.7.2. 附件的清洁

清洁对于安全使用是非常重要的。

化学应力腐蚀会损坏材料，开始时这些损伤都很微小。当已被观察到时就应当更换。

风扇、盖子、密封圈、容器、搁板架、腔体等必须定期清洁，以防损坏。

要求每周将这些附件从冻干机中取出清洗。最好是每次使用后都作一次这样的清洗。

如果使用有毒、放射性、传染性污染物，要采取相应防护措施。

铝是容易受腐蚀的，要用中性的清洗剂，pH值6~8。碱性清洗剂pH>8，不能使用。

7.7.3. 排气阀和排水阀的维护

如果管路中有残余物一定要清理干净。

7.7.4. 腔体、盖子和附件的消毒

所有常规消毒剂如： INCIDUR, Melisiptol, Sagrotan, Buraton or Terralin 都可使用。

要认识到冻干机是由不同材料组成的，相互之间可能会有不相容性。对各个部件在高温灭菌下的温度稳定性也是要检查的。如果有疑问，请与厂商联系。

如果使用了危险的材料，冻干机及附件一定要消毒！

7.7.5. 操作者检查

操作者必须对可能造成不安全的重要部件进行检查确认：

1. 盖子或腔体
2. 密封圈
3. 真空泵的油标尺
4. 任何不良变化如：腐蚀、磨损、伤痕等。此外还有接地线也是要定期检查的。

8. 选件

8.1. 控制软件 LPC-16

见产品说明书

8.2. 控制软件及PC, LPC-16,

硬件

见产品说明书

8.3. 压力增高测试

8.4. 编程模块

8.5. Data Logger