

冻干

敏感产品的冷冻干燥





图 1：药物和疫苗通过冷冻干燥保存

药草、水果和药物有一个共同点：它们都可以通过冻干保存。冷冻干燥是许多领域的既定工艺，特别是在保存敏感产品方面，与其他干燥工艺相比，它往往具有最大的优势。对于许多食物，如新鲜采摘的药草或蘑菇，冷冻干燥如今已成为标准的保存方法。此外，冻干法也被用来保存药用物品，如药物和疫苗。该工艺需要特别高的真空。与传统的真空干燥不同，冷冻干燥的产品是通过升华产生的：冰直接进入气相。这意味着产品是以特别温和的方式进行干燥的。

冷冻干燥广泛运用于食品和药物成分的生产。不出所料，此类产品通常对温度或湿度敏感。最著名的可能就是可溶性咖啡，通常被称为“速溶咖啡”。此时，咖啡萃取物通过冻干的方式来处理，使得消费者只需将产生的粉末溶解在热水中即可。粉末可在包装内保存多年，而无需冷藏。

冷冻干燥的典型应用领域

冷冻干燥保留了水果的香气和颜色。比如，可以在披萨上放一些超长保鲜的蘑菇片，而这些蘑菇片绝不亚于新鲜蔬菜。药草和香料的

冻干过程需要特别高的真空。

超长保质期也是一个很大的优势。香草中所含的精油也可作为香料载体保存下来。

冻干法在医药生产和生物技术方面具有优势，尤其在温敏疫苗、抗生素和细菌方面。直接在小瓶或注射器中进行处理后，如有需要，可在几秒钟内将制剂溶解。

真空泵在该过程中的重要性

但是为什么必须在真空中进行冻干呢？对于冷冻干燥过程，必须使压力低于所用溶剂（例如水）的三相点。在抽空过程中，空气中的关键成分（如氧气）也会从干燥室中排出。虽然主要干燥过程中的工作压力通常在 0.5 hPa 和 $1 \cdot 10^{-2}$ hPa 之间，但在随后的干燥过程中或在干燥室的调节过程中，工作压力可高达 $1 \cdot 10^{-3}$ hPa。这种真空需要功能强大的真空泵，能够安全可靠地产生所需的最终压力。选择合适真空泵的标准，除了足够低的极限压力外，还包括能实现所需抽空时间的高抽速。泵的长时间运行和低维护也很重要，其重要性在生产工厂中使用时尤为突出。

当采用冻干机时，通常情况下，泵送至确定压力（通常为 0.1 hPa）的抽气时间是决定性的因素。最终，每个用户都希望计划该过程花费的时间。真空泵的理论抽速仅是一个指示，因为它仅代表一个压力点的最大抽速。

作为强大真空系统的提供商，普发真空为用户提供真空系统的设计和尺寸标注。为了使用合适的泵来提供出色匹配的系统，需要考虑真空泵的整个特性曲线、管道引起的损耗和泄漏。为实现这一目标，供应商使用最新且专门开发的计算程序。普发真空的广泛产品组合包括用于抽空的真空泵、压力计和校准泵站、用于过程监测的气体分析质谱仪和用于定位泄漏的检漏仪。

生产用系统

螺杆泵结合罗茨泵的生产系统主要用于制药行业和食品生产，如咖啡干燥。干式密封泵因其良好的清洗功能而备受用户青睐。普发真空为 HeptaDry 螺杆真空泵和 OktaLine 罗茨泵提供合适的配件，用于清洗转子上的过程沉积物。

如果需要使用较低的投资成本——例如在干燥水果时——则可以使用旋片泵。根据腔室尺寸，将其与罗茨泵结合使用也不失为一个好主意。普发真空为这些应用推荐 HenaLine 单级旋片泵：它们拥有稳健的设计和强大的油雾分离器。得益于广泛的泵抽速范围和尺寸选择，每台冻干机都可以找到合适的解决方案。

精确过程的测量技术

为了使冷冻干燥过程可靠且可重复地进行，必须在干燥室内准确、重复地测量压力。对于冻干中普遍存在的压力范围，使用了两种技术：皮拉尼和电容式真空计。皮拉尼真空计通过与压力相关的气体热导率间接测量压力。一种常用的操作方式是使灯丝处于恒温状态。所需热功率是周围压力的指标。这种真空计的测量范围为从大气压到大约 $1 \cdot 10^{-4}$ hPa。但是，只有在大约 10 到 $1 \cdot 10^{-3}$ hPa 的更窄范围内，才精度最准确的时候。使用优势：皮拉尼真空计是具有电输出信号的最具成本效益的真空计之一。但是，它们取决于气体的类型。

在冷冻干燥中，使用以下气体类型相关性：例如，针对氮气或空气进行校准的皮拉尼真空计显示出明显更高的水蒸气压力。如果同时测量与气体类型无关的真空计的压力信号（通常为电容性信号），则可以通过比较测量值来推断出干燥室内的水蒸气含量。调节皮拉尼和电容式真空计的压力信号，是确定初步干燥结束的有用指标。此方法也称为比较压力测量法。

泵抽速范围大确保为每个冻干机提供正确的解决方案。

得益于脉冲技术，普发真空的 TPR 270 和 TPR 271 真空计比传统的皮拉尼真空计精度更高。TPR 270 适用于所有标准的冷冻干燥应用，而 TPR 271 拥有坚固的铂铑螺旋灯丝和不锈钢孔，对各种溶剂和腐蚀性介质具有很高的抵抗力。

蒸汽灭菌冻干机的解决方案

电容式真空计比皮拉尼真空计具有更高的精度。绝对压力通过薄膜的偏转来确定，隔膜是冷凝器的一部分。测得的电容变化是绝对压力的量度。最大测量范围为 1 hPa 或 10 hPa 的电容式真空计可为冷冻干燥提供最佳精度。普发真空开发了 CLR 系列的电容式真空计，专门用于蒸汽灭菌冻干机。它包括三种不同的型号。这些真空计被主动加热到 160 °C，这减少了真空计内部冷凝的风险；此外，电子设备不在隔膜和测量室附近。这意味着它们不会被热蒸汽损坏。

校准确保产品质量

为确保压力测量的准确性和重复性，从而保证过程的长期稳定性，有必要定期对真空计进行校准。如果传感器被污染，则测量信号可能会改变。普发真空提供真空计的出厂校准和 DAkkS 校准。根据高质量标准并按照相关的 ISO 3567 规定进行校准。记录的测试条件和差异会记录在发布的校准证书中。

如果客户有大量真空计正在使用，则现场校准会更经济高效且更容易。普发真空还为此提供了合适的解决方案：专门开发的基础和专业校准泵站。该系统包括一个集成的涡轮分子泵站，提供精确零点调整所需的压力。符合 ISO 3567 规定的真空室可确保在相同高度处的压力分布均匀和真空计的对称排列。进气口和泵输入口也位于对称轴上。使用这些校准系统和相应的参考真空计，可以轻松进行校准。



图 2：检漏仪 ASM 340

质量保证和过程优化

通过过程分析技术 (PAT)，在冻干中使用质谱仪，以保证质量并优化过程。它们可以记录整个生产过程。凭借其成熟的质谱仪技术，普发真空的 PrismaPro 代表了一种出色的解决方案，可在硅油泄漏发生时对其进行检测，从而保护有价值的批次免遭污染。得益于其自身的高灵活性，质谱仪也可用来监测水蒸气浓度和其它存在的气体，如氮气和氧气。通过监测水蒸气含量，可以更准确地确定主干干燥过程及后续干燥过程的终点。

可靠定位泄漏

要实现冷冻干燥过程所需的真空度，干燥系统和所连接组件的良好密封性是必不可少的。特别是在制药领域，无菌冻干过程中不可有微生物进入系统。凭借其 ASM 340 检漏仪，普发真空还为这一领域的质量保证提供了功能强大且普遍适用的解决方案。如果需要移动使用，则对于如服务技术人员而言，紧凑且便携的 ASM 310 便是首选。

针对所有应用的定制解决方案

从概念到实施，普发真空的专家与来自各个领域（从制药生产到食品生产）的客户密切合作，开发出定制的解决方案，这些解决方案可根据各自的应用需求精确定制。数十年的冷冻干燥经验和深入的行业知识保证了令人印象深刻的解决方案。



图 4：CLR 真空计



图 3：对许多食物而言，冷冻干燥是标准的保存方法

所有数据若有变更，恕不另行通知。PI0499PZH (2019 年 10 月/0)



您是否正在寻找
完美的真空解决方案？
请联系我们：

www.pfeiffer-vacuum.com

普发真空技术 (上海) 有限公司
Pfeiffer Vacuum
(Shanghai) Co., Ltd.
T +86 (21) 3393 3940
info@pfeiffer-vacuum.cn