



(21) 申请号 201510260913.1

(22) 申请日 2015.05.21

(71) 申请人 中国科学院生物物理研究所  
地址 100101 北京市朝阳区大屯路 15 号

(72) 发明人 仓怀兴 唐勇

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

权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种分散物料液氮冷凝真空干燥装置

(57) 摘要

发明“一种分散物料液氮冷凝真空干燥装置”旨在解决生物化工领域真空冷冻干燥机因冷凝能力不足而制约其真空干燥效率的问题,本发明采用液氮作为冷凝器冷媒,使冷凝器工作在低于 $-150^{\circ}\text{C}$ 超低温,相应地可以提高真空度和加热升华温度;配合真空度和加热升华温度的提高,采用环形弹性管道和流体介质加热分散的颗粒状物料,加热器的加热管被埋入物料且与金属筛网接触,可实现对物料的立体加热。同时,设置多层物料和冷凝器交替排布,每层物料内外部的颗粒表面升华的水汽和有机添加剂都可以从物料上面或下面逸出物料层被相邻的冷凝器捕获凝结。具有这种新结构的真空干燥装置可以在2-4小时内干燥千克级的物料。

1. 一种分散物料液氮冷凝真空干燥装置,包括由下盖板(1)通过密封垫圈(24)与干燥器筒(15)和上盖板(16)一起围成密封的真空干燥室,为真空干燥室干燥提供真空的真空泵(30)和真空管(31),为液氮提供压力氮气的单通阀(27)、减压阀(28)和高压氮气瓶(29),其特征在于:该装置还包括真空干燥室内左支架(33)、右支架(23)和下支架(32),第二冷凝器(8)、第三冷凝器(13)和第四冷凝器(18)分别通过真空干燥室内的第二支座(7)、第三支座(12)和第四支座(17)安装在右支架(23)上,第一冷凝器(3)通过第一支座(2)安装在下支架(32)上,第一层物料(6)和第一加热器(5)、第二层物料(11)和第二加热器(10)、第三层物料(21)和第三加热器(19)分别安装在由左支架(33)支撑的第一筛网(4)、第二筛网(9)和第三筛网(20)上面,液氮罐(26)通过液氮总管(25)和液氮管(22)为第一冷凝器(3)、第二冷凝器(8)、第三冷凝器(13)和第四冷凝器(18)提供液氮,加热介质通过热媒总管(34)和热媒管(14)进入第一加热器(5)、第二加热器(10)和第三加热器(19)。

2. 根据权利要求1所述的一种分散物料液氮冷凝真空干燥装置,其特征在于:第一冷凝器(3)、第二冷凝器(8)、第三冷凝器(13)和第四冷凝器(18)通过液氮总管(25)和液氮管(22)与液氮罐(26)相连通,由液氮罐(26)提供液氮实现低于 $-150^{\circ}\text{C}$ 的超低温冷凝。

3. 根据权利要求1所述的一种分散物料液氮冷凝真空干燥装置,其特征在于:第一冷凝器(3)、第一层物料(6)、第二冷凝器(8)、第二层物料(11)、第三冷凝器(13)、第三层物料(21)、第四冷凝器(18)自下而上依次交替安放,形成三明治式排布,每层物料的两面均有冷凝器与之相邻,物料与相邻冷凝器之间距离30-80mm。

4. 根据权利要求1所述的一种分散物料液氮冷凝真空干燥装置,其特征在于:第一层物料(6)、第二层物料(11)和第三层物料(21)呈分散颗粒状,分别铺展在第一筛网(4)、第二筛网(9)和第三筛网(20)上面,每层物料厚度5-20mm,物料颗粒直径0.5-5mm,筛网上筛孔直径0.05-1mm。

5. 根据权利要求1所述的一种分散物料液氮冷凝真空干燥装置,其特征在于:第一加热器(5)、第二加热器(10)和第三加热器(19)分别被埋在第一层物料(6)、第二层物料(11)和第三层物料(21)中,它们上部被物料覆盖,下部贴紧筛网。

6. 根据权利要求5所述第一加热器(5)、第二加热器(10)和第三加热器(19),其特征在于:加热器为管道平面盘绕结构,管道优选表面经过除静电处理的硅橡胶,管道外径4-10mm,内径3-9mm,优选盘绕结构为中间S形,之后为交错双螺旋,相邻管道中心距小于管道直径的2倍。

## 一种分散物料液氮冷凝真空干燥装置

### 技术领域：

[0001] 本发明涉及一种高效真空冷冻干燥装置,利用液氮作为冷媒使分散物料上下两侧的冷凝器均处于超低温状态以快速捕集分散物料升华的水汽,提高干燥效率,属生物化工领域。

### 技术背景：

[0002] 干燥是生物和化工领域很多产品生产过程的环节之一。目前常用干燥技术包括常压干燥、减压干燥、喷雾干燥及真空冷冻干燥等。真空冷冻干燥主要用于液体物料,是将液体物料在熔点以下冻结成固体后,在真空环境中加热固体物料使其中的水不经过液态而直接升华成气态而被冷凝器捕集,最终将物料脱水干燥。真空冷冻干燥适合于热不稳定、低熔点等物质的干燥,比如抗生素、疫苗等药品和实验生物制品等天然活性物质,应用前景非常广阔。

[0003] 相比其它干燥方法,真空冷冻干燥需要更长的干燥时间(一般大于12小时)。真空冷冻干燥的时间除了受物料多少和性质等因素影响外,也取决于真空冷冻干燥设备的结构设计。真空冷冻干燥设备主要由真空系统、加热系统、冷凝系统和控制系统组成,其中核心是加热和冷凝。传统加热方式是采用电或流体介质以加热板形式从物料盘底部加热,传热方向依次是加热板、物料盘、物料底层、物料上层。可以看到,最需要加热的物料上层的升华面最后得到热量、温度最低,这是不利于物料干燥的;另一方面,物料下层虽然受热早,但是受到下部物料盘和上部整块固体物料层的阻挡,水分无法升华。分散物料由于存在堆积缝隙,物料层内部的物料颗粒表面也可以是水分升华面,升华的水分可以穿过缝隙逸出,但是这些内部颗粒的加热是个难题,因为颗粒之间接触面积很小。微波、红外、超声波等加热方式具有非接触和穿透性的优点,但是难以精确限制它们的加热范围,且微波和超声波对物料活性有杀伤作用,结构也比较复杂。冷凝技术应该说是成熟的,采用单级或两级复合压缩机致冷可以实现 $-40^{\circ}\text{C}$ 至 $-70^{\circ}\text{C}$ 低温,能够较好满足对升华水的捕集和冷凝的要求;存在的问题是,待干燥物料,尤其是生物和化工制品,经常含有各种低熔点的有机添加剂或溶剂,它们在上述冷凝温度范围内仍然是易于蒸发的液态,如果没有专门措施,它们通常被抽进真空泵,将破坏系统真空度进而影响干燥效果,该问题对冷冻干燥机的实际使用限制较大。

[0004] 实际上,对于真空冷冻干燥而言,加热、真空和制冷三部分是相互耦合和相互制约的:冷凝温度不够低的话,冷冻干燥室的真空度就上不去,而真空度上不去就不能提高物料的加热温度。这种情况下,只能在较低真空和较低加热升华温度下缓慢干燥,商业化仪器设备的干燥时间大多在十几到几十小时。此时,即使加热升华温度只有几摄氏度或十几摄氏度,如此长的干燥时间对物料活性的影响也是不容忽视的。反之,如果能够使冷凝器工作在超低温,那么使用普通的真空泵就能够很轻松地使冷冻干燥室的真空度达到10帕以下,相当多的物料此时可以承受短时间 $30-50^{\circ}\text{C}$ 的加热升华温度。冷凝器工作在超低温的另一个好处就是可以捕集冷凝上述有机添加剂,使设备使用范围更广。因此,如何匹配好加热系统

和制冷系统是决定设备干燥效率和性能的重要因素。

#### 发明内容：

[0005] 该发明要解决的关键问题是真空冷冻干燥机因冷凝能力不足制约其真空干燥效率的问题,本发明采用液氮作为冷凝器冷媒,使冷凝器工作在低于 $-150^{\circ}\text{C}$ 的超低温,相应地可以提高真空度和加热升华温度;配合真空度和加热升华温度的提高,采用环形弹性管道和流体介质加热分散的颗粒状物料,加热管被埋入物料中实现立体加热;同时,设置多层物料和冷凝器交替排布,每层物料内外部的颗粒表面升华的水分都可以从物料上面或下面逸出物料层被冷凝器捕获凝结。具有这种新结构的冷冻干燥装置可以在2-4小时内干燥千克级的物料。

#### 附图说明：

[0006] 下面结合附图和具体实施方式对本发明做进一步详细说明。

[0007] 图1 分散物料液氮冷凝真空干燥装置结构示意图。

[0008] 图2 冷凝器管道盘绕方式示意图。

[0009] 图3 筛网结构示意图。

[0010] 图4 加热器管道盘绕方式示意图。

#### 具体实施方式：

[0011] 装置基本结构如图1所示,由下盖板1、第一支座2、第一冷凝器3、第一筛网4、第一加热器5、第一层物料6、第二支座7、第二冷凝器8、第二筛网9、第二加热器10、第二层物料11、第三支座12、第三冷凝器13、热媒管14、干燥器筒15、上盖板16、第四支座17、第四冷凝器18、第三加热器19、第三筛网20、第三层物料21、液氮管22、右支架23、密封垫圈24、液氮总管25、液氮罐26、单通阀27、减压阀28、高压氮气瓶29、真空泵30、真空管31、下支架32、左支架33以及热媒总管34组成。

[0012] 下盖板1与干燥器筒15和上盖板16一起围成密封的真空干燥室,真空干燥室可以是圆柱形或方形,可以直接利用下盖板1或上盖板16作为真空干燥室取物料口,也可以将干燥器筒15设计为侧开门式。图1所示下盖板1与干燥器筒15之间借助密封垫圈24形成可拆装的连接,干燥器筒15与上盖板16之间为不可拆装胶接。作为优选方案之一,侧开门式干燥器筒15与方形冷凝干燥室相匹配。下盖板1可以是金属或高分子材料,使用金属时厚度5-8mm为宜;使用有机玻璃等塑料材质厚度可取6-20mm。

[0013] 第一支座2、第二支座7、第三支座12和第四支座17用于安装和固定冷凝器,均位于真空干燥室内,分别通过螺丝或铆钉安装在右支架23上,也可以使用带子或金属丝捆绑固定,或者直接插接。这些支座结构相同,可以是方形或圆形薄板,与真空干燥室形状相对应,也可以是金属杆或管连成的平面支架,材质可以是金属或塑料。鉴于它们对冷凝器冷凝效果的影响,优先选用金属材质,对于板型支座,可选铝板,厚度0.5-3mm,上面布满通孔,孔的面积不小于板子总面积的80%。而对于支架型结构,可以用直径3-5mm金属管或杆连成十字形、方形、放射形、螺旋形或口字形等架子。

[0014] 第二冷凝器8、第三冷凝器13和第四冷凝器18分别安装在真空干燥室内的第二支

座 7、第三支座 12 和第四支座 17 上,第一冷凝器 3 通过第一支座 2 安装在下支架 32 上,可以用绳带捆扎、焊接或卡子固定。第一冷凝器 3、第二冷凝器 8、第三冷凝器 13 和第四冷凝器 18 相互连通,且通过液氮总管 25 和液氮管 22 与液氮罐 26 连通,由液氮罐 26 提供  $-196^{\circ}\text{C}$  液氮实现所有冷凝器低于  $-150^{\circ}\text{C}$  的超低温冷凝。四个冷凝器结构和材质相同,可以是铝合金、不锈钢或铜合金,优选纯铜管,直径 4-10mm,壁厚 0.2-1mm,可以弯成螺旋形、曲折形或平型管形,图 2 所示螺旋型是一种优选方案,为半径逐渐增大的半圆连接的螺旋型,最里面的一端按切线走向引出,也可以垂直螺旋面向下引出,相邻两圈螺旋的间距不超过管子直径 3 倍。

[0015] 第一筛网 4、第二筛网 9 和第三筛网 20 分别用于安放第一加热器 5 和第一层物料 6、第二加热器 10 和第二层物料 11、第三加热器 19 和第三层物料 21,筛网一方面起承接物料的作用,另一方面还间接加热物料,对那些不与加热器接触但与筛网接触的物料颗粒加热。它们的结构和材质相同,通过螺丝或铆钉安装在左支架 33 上,也可以使用带子或金属丝捆绑固定,或者直接插接。这些筛网可以是金属或非金属材质,考虑到导热和耐腐蚀性等因素,优选不锈钢,筛网厚 0.1-2mm,孔的面积不小于筛网总面积的 50%,筛孔直径 0.05-1mm,必要时筛网上可固定加强杆。此外,为便于充分铺展物料,可以将筛网周边折起或加装围子以防止物料从侧面洒落。图 3 所示为筛网优选结构之一——圆形结构,小孔交错排布。

[0016] 第一加热器 5、第二加热器 10 和第三加热器 19 分别安放在第一筛网 4、第二筛网 9 和第三筛网 20 上,用于给待干燥物料加热,上部被物料覆盖以加热物料,下部紧贴筛网可以通过筛网给只接触筛网的物料颗粒加热。它们的结构和材质相同。加热器为管道盘绕结构,管道内部为流动的液体或气体,管道可以是金属材质、橡胶或塑料,优选表面经过除静电处理的硅橡胶材质,管道外径 4-10mm,内径 3-9mm,采用硅橡胶的优点是其弹性变形有助于更好地与物料接触而利于传热;一种优选的盘绕方式如图 4 所示,中间为 S 形,之后为交错双螺旋,相邻管道中心距小于管道直径的 2 倍,该样式的优点是管道盘绕在同一平面上。

[0017] 第一层物料 6、第二层物料 11 和第三层物料 21 分别铺展在第一筛网 4、第二筛网 9 和第三筛网 20 上面,并分别将第一加热器 5、第二加热器 10 和第三加热器 19 埋在其中,实现加热器对物料的立体加热,有效增加了与物料的传热面积,从而提高加热效率。每层物料厚度 5-20mm。物料为采取刮刨或碾压方式获得的线性尺度 0.5-5mm 的细小颗粒。第一冷凝器 (3)、第一层物料 (6)、第二冷凝器 (8)、第二层物料 (11)、第三冷凝器 (13)、第三层物料 (21)、第四冷凝器 (18) 自下而上依次交替安放,形成三明治式排布,每层物料的两面均有冷凝器与之相邻,物料层与相邻冷凝器之间距离 30-80mm,从物料层上下表面升华的水汽以及有机溶剂被相邻的冷凝器就近捕集冷凝,水汽行程短,冷凝效率高。

[0018] 热媒管 14 用于将加热物料的流体从真空干燥室外导入到各加热器,可以是金属材质或塑料材质,为避免沿途热损失,优选硅橡胶管,管子外径 6-12mm,内径 7-15mm。热媒管 14 捆扎在左支架 33 上。

[0019] 干燥器筒 15 与下盖板 1 和上盖板 16 围成真空干燥室,可以是金属或非金属材质,综合性价比优选有机玻璃,对应圆筒形结构时直径 150-350mm 为宜,长度 200-600mm,厚度 6-20mm。干燥器筒选方形结构时,优选金属材质和侧开门结构。

[0020] 上盖板 16 与干燥器筒 15 和下盖板 1 围成真空干燥室,金属材质时厚度 5-8mm 为

宜,有机玻璃材质时 6-20mm,优选有机玻璃。

[0021] 液氮管 22 用于将冷凝介质液氮从真空干燥室外导入到各冷凝器,可以是金属材质或高分子材料,优选金属材质,管子外径 4-10mm,内径 3-9mm。液氮管 22 捆扎或卡紧在右支架 23 上。

[0022] 右支架 23 用于固定冷凝器及其支座以及液氮管 22,可以用金属或有机材料制造,也可以使用双层复合材料。右支架 23 通过底部借助螺栓或胶粘剂固定在下盖板 1 上,采用金属制造时也可以焊接。

[0023] 密封垫圈 24 用于密封干燥器筒 15 与下盖板 1 之间的活动安装面,采用橡胶或塑料,优选硅橡胶。

[0024] 液氮总管 25 用于连接液氮罐 26 和液氮管 22,可采用双层波纹管或金属管外加保温层结构,或内层金属管加外层波纹管结构。优选双层波纹管,夹层填充隔热材料。优选不锈钢材质。

[0025] 液氮罐 26 储存液氮,采用双层金属设计,中间夹层抽真空或填充隔热材料,以减少内部液氮吸收外界热量。液氮罐 26 顶盖有连接高压氮气瓶 29 的接口,有一个卸压阀,以及液氮总管 25。液氮罐 26 和高压氮气瓶 29 之间有一单通阀 27。

[0026] 单通阀 27 用于给液氮罐 26 增压,手动或电磁阀均可。

[0027] 减压阀 28 用于将高压氮气瓶 29 中的高压氮气减为适于液氮罐 26 使用的压力。

[0028] 高压氮气瓶 29 为输送液氮提供压力,一般不少于 10 个大气压。

[0029] 真空泵 30 借助真空管 31 为真空干燥室提供真空,从性价比考虑优选单级旋片泵,功率不大于 300 瓦,极限真空度应优于 5 帕。

[0030] 真空管 31 用于连通真空泵 30 和真空干燥室,可采用金属、塑料或橡胶管。

[0031] 下支架 32 用于支撑第一支座 2 及第一冷凝器 3,为减少外部热量传入而损耗冷凝性能,下支架 32 优选隔热效果好的非金属材料,如尼龙、有机玻璃、泡沫陶瓷等。

[0032] 左支架 33 用于固定筛网和加热器,可以用金属或有机材料制造,也可以使用双层复合材料。左支架 33 通过底部借助螺栓或胶粘剂固定在下盖板 1 上,采用金属制造时也可以焊接。

[0033] 热媒总管 34 用于将外部加热介质送入真空干燥器内的热媒管 14,可采用金属管、塑料管或橡胶管。

[0034] 装置工作流程:

[0035] 第一步:打开高压氮气瓶 29,调节减压阀 28 至 0.01-0.1MPa,打开单通阀 27,压力气体由高压氮气瓶 29 进入液氮罐 26 并将液氮通过液氮总管 25 和液氮管 22 分别进入到第一冷凝器 3、第二冷凝器 8、第三冷凝器 13 和第四冷凝器 18,对系统进行预冷;

[0036] 第二步:从密封圈 24 处打开真空干燥室,将第一物料层 6、第二物料层 11 和第三物料层 21 分别铺展到第一筛网 4、第二筛网 9 和第三筛网 20 上,迅速封闭真空干燥室;

[0037] 第三步:启动真空泵 30,对真空干燥室抽真空;

[0038] 第四步:当真空干燥室真空度达到 10-13 帕时,通过热媒总管 34 和热媒管 14 向第一加热器 5、第二加热器 10 和第三加热器 19 导入加热介质,并将加热温度控制在 25℃ 以下;

[0039] 第五步:当真空干燥室真空度达到 3 帕以下时,可以根据物料性质将第一加热器

5、第二加热器 10 和第三加热器 19 温度继续升高,但最高不宜超过 50℃ ;

[0040] 第六步 :在确认各层物料完全干燥时,停止对物料的加热,关闭真空泵 30 并卸去真空,从密封圈 24 处打开真空干燥室,将干燥物料从各层筛网上扫下 ;

[0041] 第七步 :最后关闭单通阀 27 和减压阀 28,卸去液氮罐内压以停止对冷凝器的液氮供应。

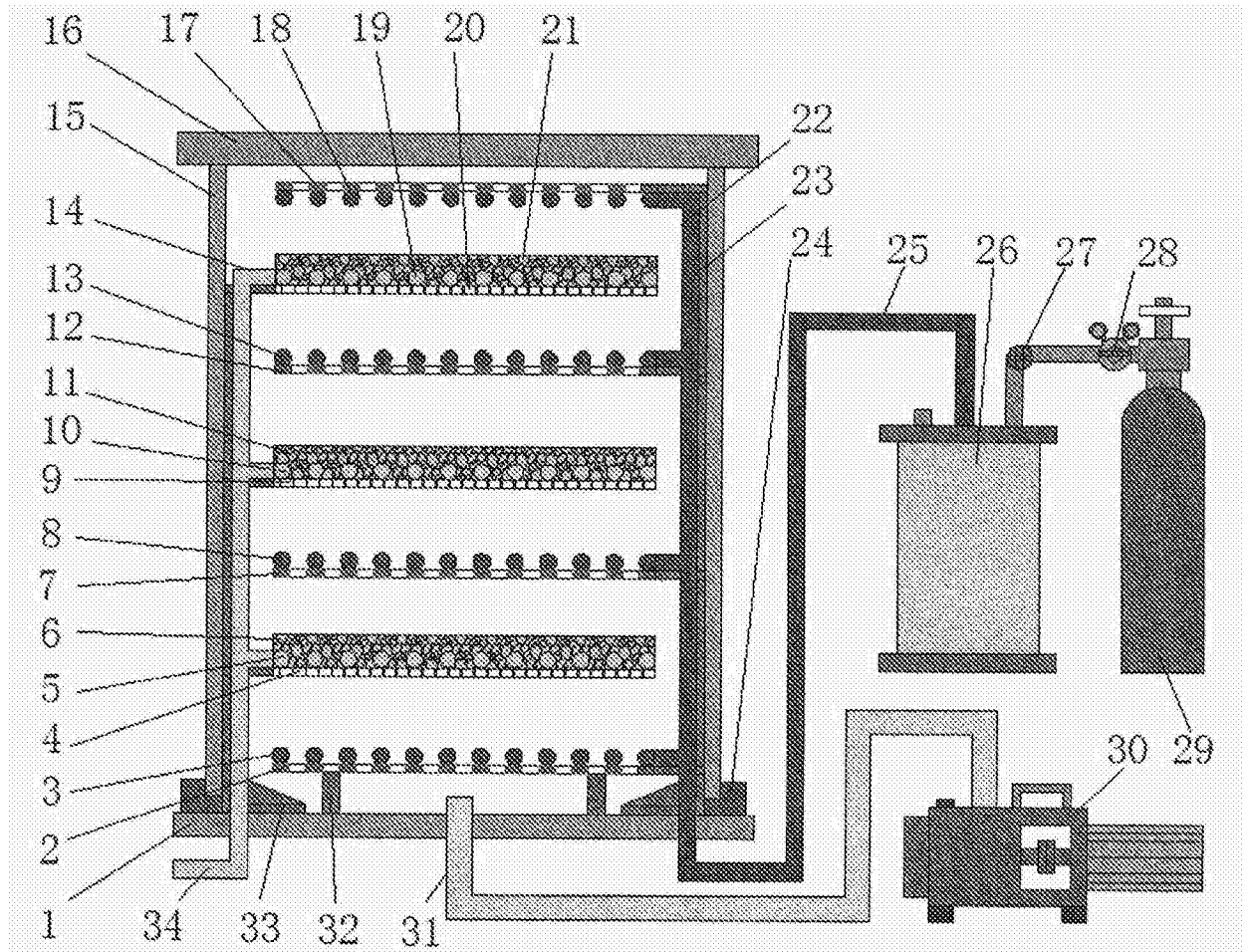


图 1

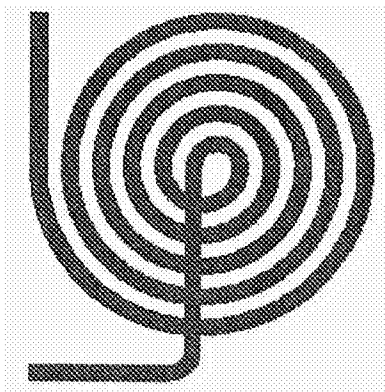


图 2

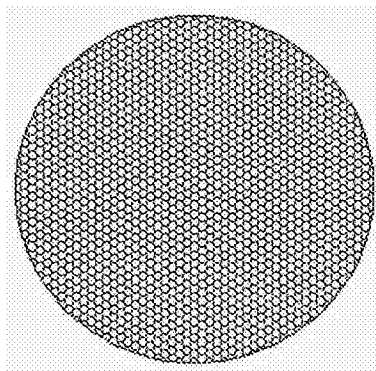


图 3

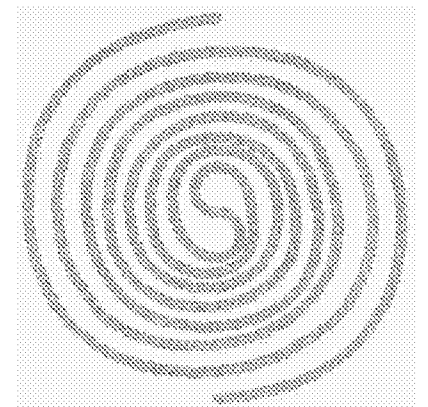


图 4