

初级冻干终点的判断方法

通常我们把冻干的过程分为三个主要阶段：预冻，初级冻干和次级冻干。初级冻干阶段是冻干过程中所需时间最长、最为复杂的过程。因此，自动判断初级冻干结束的方法可以加快整个冻干过程，缩短整个冻干周期的时间。

初级冻干的目的是去除样品中的非结合水，优化初级冻干过程可以使用以下几种方法：

1. 产品温度与板层温度比较法

经过预冻，冻结之后的产品温度通常比板层温度要低。可以假设当产品温度接近板层温度或者温度到达 0°C 以上，说明样品中已经不存在冰，此时产品已经完成初级冻干过程。

软件程序可依据这种方法进行判断：用户输入初级冻干终点样品温度（ T_{pe} ），当样品平均温度达到在初级冻干配方中确定的设置点（ T_{pe} ）时，冻干程序将会自动从当前配方提前进入预设的初级冻干完成步骤，然后进入次级冻干步骤。完成步骤用于确保在进入次级冻干步骤之前所有的西林瓶都已完成初级冻干。如果没有设置完成步骤，冻干程序将会自动进入次级冻干。这个方法特别适用于单批西林瓶数量较大的冻干。

2. 电容压力计差别测试法（冻干机应配备电容压力计）

皮拉尼规真空计用于测量相对真空，冻干机样品仓中的水汽会对其产生影响。电容压力计也叫绝对真空计，它可以不受水汽的干扰测量显示绝对真空。当两个压力计的读数差值在预先规定的范围内时，即可认为初级冻干已经结束。

软件程序可依据这种方法进行判断：在接近干燥的系统中，用户识别两个压力计的差值。用户输入可以指使初级冻干结束的压力差值。在初级冻干阶段，当差值消失时，程序将会跳转至完成步骤，然后进入次级冻干阶段。

3. 气压升高测试法（需要隔离阀）

在冰升华为水的过程中会发生气压升高的现象。当冻干机样品腔与冷凝腔及真空泵隔离时，水汽的压力将会使皮拉尼规测量的压力值升高，有冰存在的样品仓比没有冰存在的样品仓，压力升高的要快，进而显示样品还没有结束初级冻干。当压力升高渐渐变慢时，说明存在的冰在渐渐减少。通常认为，在一小时内做 3 次及以上压力升高实验，如果每次在 30 秒内压力升高值不超过 6mT，则认为初级冻干已经结束。

软件程序可依据这种方法进行判断：用户输入测试时间，可接受的压力升高值和重复实验的频率。当达到预设的压力升高频率时，程序将会跳转到完成步骤然后进入次级冻干阶段。