

# 一种简易的冷冻干燥方法

张宝亭

(锦州铁路局中心医院检验科)

几年来我们用一种简易的冷冻干燥方法成功地干燥了甲胎蛋白抗血清、A型和B型标准血清及凝血酶等，其保存效果与北京生物制品研究所出售的冻干血型血清相同。现将方法介绍如下。

## 一、样品的冷冻

首先预冷真空罐。方法是：在真空罐内装入干燥剂无水氯化钙，铺成斜坡状，上面敷一层纱布，干燥剂与待干燥物的重量比以1:20较适宜，置冰箱内预冷24小时，或在1:3的盐冰浴中预冷2—3小时。

然后将待干燥样品注入安瓶内，一般为1毫升，如上法预冷后，用下述三种方法之一冷冻。

1. 用化学冷冻剂冷冻：将冰块破碎至约一立方厘米大小，置搪瓷盘内，按5(冰):1:1的用量混入食盐和无水氯化钙，立即插入上述安瓶，将搪瓷盘置冰箱内30分钟，安瓶内液体即可冷冻完全。

2. 干冰致冷：将安瓶埋入干冰中，置冰箱内20分钟即可。

3. 低温冰箱冷冻：将安瓶在-30℃冰箱内冷冻1—2小时。

## 二、真空干燥

将预冷的真空罐放在1:3盐冰浴中，开盖放入冷冻后的样品安瓶，安瓶外部应擦干，倒立在干燥剂上的沙布上，同时放入与样品一起冷冻过的盛有干燥指示剂1—2%氯化钴血清的安瓶1—2支，干燥指示剂应放在易于观察处。在真空罐盖上应事先涂抹真空活塞脂，盖好后

与2X-2型真空泵(抽气速率2.5升/秒，用麦氏真空计检查合格者)连通。一般以5—10分钟内使罐内达到真空最理想，此时用电火花检漏仪检测应有紫色荧光，或真空泵有清脆的排气声。如果安瓶内有气泡，则可能温度升高或真空度不够，则应重新开始操作。

当干燥指示剂由粉红变为蓝色，表明样品已经干燥。再抽气1小时即可完全干燥。完全干燥后，先关闭真空罐上活塞，再扭开管路活塞，并关闭真空泵，以免真空泵油倒流入罐内污染样品。

将真空罐与经灭菌处理的串联着10%硫酸溶液，1/1000高锰酸钾溶液及蒸馏水的滤瓶相连接，缓慢打开真空罐上活塞，向罐内通入无菌空气。待罐内外气压平衡后开盖取出冷冻干燥样品。取出后应立即融封安瓶。

## 三、几点体会

1. 用干冰冷冻样品效果最好。如果干冰量少，可先用化学致冷剂先冷却后再用干冰冷冻。

2. 真空系统管路应以耐真空胶管连接，管路不宜太长，每个连接处均应涂以真空活塞脂。

3. 盛样品的安瓶应留有较大空间，以利于样品升华，还可在冷冻过程中使样品冻成斜面状或粘附在瓶壁上，更利于干燥。我们曾用一个250毫升盐水瓶内，沿瓶壁粘附冷冻，成功地干燥了100毫升血浆。

4. 真空罐预冷必须放在-20℃以下环境下；真空泵大小应与真空罐大小相适合。如真空度过高，真空罐有可能破裂。