

EDWARDS ALTO VUOTO S.p.A.  
Via Carpaccio - Trezzano s/Naviglio  
(Milano)

---

LIOFILIZZATORE EDWARDS  
MOD. E1PTB

ISTRUZIONI D'USO  
INSTALLAZIONE-USO-MANUTENZIONE

---

Vuoto max. della pompa =  $5 \times 10^{-4}$  torr.

---

Novembre 1971.

## 1. INTRODUZIONE

### 1.1 Perché si liofilizza.

La liofilizzazione è, come è noto, l'unico mezzo per essiccare tutti quei prodotti che si alterano al contatto del calore.

L'essiccazione inizia mentre le soluzioni o le sospensioni sono congelate, cosicchè è praticamente impossibile che avvengano delle degradazioni; i prodotti così essiccati possono essere conservati nel tempo.

I prodotti o le sostanze liofilizzabili sono svariati quali: plasma e derivati, sieri, vaccini, enzimi, polivitaminici, estratti d'organo, estratti vegetali, antibiotici, ecc.

### 1.2 Cenni sulla successione delle varie fasi di lavoro.

La sostanza da liofilizzare deve essere prima congelata ad una temperatura inferiore all'eutettico finale.

Per ottenere un buon congelamento occorre raffreddare la sostanza per un periodo oscillante tra due e quattro ore; ciò può essere attuato direttamente entro la camera di essiccazione sulla piastra porta-prodotto. Terminato il congelamento della sostanza, viene raffreddata la superficie del condensatore di vapore e quindi viene ridotta la pressione all'interno del complesso tramite una pompa per vuoto come è descritto in seguito.

Poichè il ghiaccio, sublimando, assorbe una certa quantità di calore (pari al calore latente di sublimazione di circa 700 Kcal/Kg) abbassando così la temperatura del prodotto, sull'impianto è previsto un sistema di riscaldamento a temperatura controllata.

Questo sistema permette di mantenere la temperatura del prodotto ad un valore tale da permettere la sublimazione del ghiaccio e successivamente portare il prodotto alla temperatura positiva voluta.

Il vapor d'acqua prodottosi viene trattenuto, sotto forma di ghiaccio, da una superficie (condensatore) mantenuta a bassa temperatura per mezzo di un compressore frigorifero.

Per seguire in ogni sua fase la lavorazione, sono previsti degli strumenti indicatori di temperatura e di vuoto.

Degli elementi termometrici, oltre che inseriti nella piastra porta-prodotto e nel condensatore, sono completamente immersi nel prodotto in modo da leggere la reale temperatura della sostanza e poter procurare così una curva di lavorazione facilmente ripetibile.

## 2. DESCRIZIONE DELL'APPARECCHIO

### 2.0 Premessa

Poichè, per esigenze di produzione, taluni apparecchi portano diciture in inglese, diamo qui di seguito la traduzione delle scritte relative.

-MAIN	-GENERALE
-CONDENSER	-CONDENSATORE
-PUMP	-POMPA
-SHELF	-PIASTRA
-PRODUCT	-PRODOTTO
-COOLING	-RAFFREDDAMENTO
-HEATING	-RISCALDAMENTO
-VACUUM	-VUOTO
-OPEN	-APERTO
-CLOSED	-CHIUSO
-DRAIN	-DRENAGGIO
-AIR ADMITTANCE	-IMMISSIONE ARIA
-AIR BALLAST	-ZAVORRATORE
-STOPPERING	-IMMISSIONE ARIA POLMONI
-BLADDER ISOLATION	-ISOLAMENTO POLMONI
-AUXILIARY LINE	-LINEA AUSILIARIA
-PUMP EXHAUST	-SCARICO POMPA
-OVERFLOW	-TROPPO PIENO

### 2.1 Camera di essiccazione

La camera di essiccazione di forma cilindrica, realizzata in lamiera di acciaio inossidabile 18/8, fa parte unica con il telaio.

La porta, totalmente in plexiglass, garantisce, oltre che una ottima visibilità all'interno, un buon isolamento termico sul lato anteriore ed una completa accessibilità all'interno della camera.

La camera è provvista di passanti a tenuta di vuoto, posti sul lato posteriore della medesima, per l'adduzione del fluido frigorifero e per i collegamenti elettrici.

E' previsto anche un passante supplementare, posto sul lato sinistro, costituente una presa ausiliaria utilizzabile sia per il trattamento di prodotto all'esterno della camera, sia per l'applicazione di una valvola di perdita calibrata.

### 2.2 Sistema di condensazione

La superficie condensante consiste in una serie di serpentine concentriche posizionate all'interno di un involucro separato e collegato alla camera di essiccazione tramite una tubazione ad elevata conduttanza.

La refrigerazione di detta superficie avviene per espansione diretta di R502 e la temperatura minima raggiungibile è  $-55^{\circ}\text{C}$  ( $+ 5^{\circ}\text{C}$ ).

### 2.3 Sistema di raffreddamento e riscaldamento della piastra supporto

La piastra porta-prodotto, realizzata in lega leggera, viene raffreddata e riscaldata rispettivamente da una serpentina in rame annegata nella piastra costituente l'evaporatore di un circuito frigorifero ad espansione diretta e da una resistenza elettrica.

La temperatura della piastra suddetta è soggetta ad accurata regolazione ottenuta tramite termostato elettronico con elemento sensibile resistivo.

### 2.4 Circuito frigorifero

Il raffreddamento, sia della superficie condensante che della piastra porta-prodotto, si realizza tramite un unico compressore a singolo stadio, di tipo semi-ermetico, funzionante a R502 e con condensazione ad aria; non è quindi necessario un collegamento alla rete idrica.

Il circuito è dotato di un pressostato di alta pressione, tarato in modo da interrompere il funzionamento del compressore ad una prefissata pressione ed a rimmetterlo in funzione a pressione diminuita, di un pressostato per il recupero automatico del refrigerante a fine ciclo di refrigerazione e di tutti gli accessori necessari al funzionamento del circuito stesso quali: valvola a solenoide, valvole termostatiche, filtro-essiccatore ecc.

La completa intercettabilità di ciascuno dei due evaporatori (condensatore - piastra porta-prodotto) assicura il raggiungimento di basse temperature ed il corretto funzionamento del complesso.

### 2.5 Dispositivo di stoppering.

E' possibile dotare l'impianto, a richiesta, di un sistema di chiusura in vuoto di flaconcini e vampules.

L'aggiunta di detto sistema non comporta alcuna variante all'impianto ed è della massima semplicità.

Ciascun flacone deve essere provvisto, all'atto della carica, di apposito tappo imboccato sul collo.

Un sistema pneumatico in gomma speciale, la cui corsa utile è di circa 100 mm., provvede ad esercitare la necessaria pressione di chiusura sui tappi, scaricando la spinta su di una apposita piastra di "pressione".

Il sistema permette il caricamento e la conseguente chiusura di flaconcini fino ad una altezza massima di 120 mm. ed il caricamento, senza chiusura, previa estrazione del sistema di stoppering, di flaconi fino ad una altezza massima di 150 mm.

## 2.6 Gruppo di pompaggio e linea vuoto

Il sistema di vuotatura è costituito da una pompa rotativa Edwards a doppio stadio, zavorrata, da una valvola manuale di isolamento, da una valvola di immissione aria, da una valvola per il comando a distanza dello zavorratore e dal relativo sistema di tubazioni.

La pompa incorpora un sistema brevettato che impedisce i reflussi d'olio nelle tubazioni all'atto di ogni arresto.

Sono inoltre previste due Speedivalve a comando manuale: la prima per il drenaggio dell'acqua di scongelamento, la seconda per l'isolamento dei polmoni del dispositivo di stoppering.

L'esecuzione delle manovre di stoppering avviene per immissione di aria nei polmoni attraverso una apposita valvola a spillo.

## 2.7 Strumenti di misura e controllo

Per misure di vuoto è impiegato un vacuometro tipo Pirani con testa di misura inserita direttamente sulla camera di essiccazione.

Per misure di temperatura è previsto un indicatore elettronico con elementi sensibili resistivi al platino, con scala  $-80^{\circ}\text{C} + 120^{\circ}\text{C}$ , dotato dei seguenti ingressi indipendenti:

- 1- Temperatura piastra supporto
- 2- Temperatura condensatore
- 3- Temperatura prodotto

La termoregolazione della piastra supporto è garantita da un regolatore elettronico con soglia tarabile da  $-60^{\circ}\text{C} + 120^{\circ}\text{C}$ , comandato da elementi sensibili del tipo sopra indicato.

E' prevista l'installazione, a richiesta, di un registratore di temperatura fino a 6 piste, in sostituzione dell'indicatore sopra citato.

## 2.8 Mobile

E' di tipo metallico, completamente chiuso, con pannelli smontabili, verniciato a smalto.

I comandi elettrici e gli strumenti di misura e di controllo sono disposti su un pannello frontale, dove è possibile montare, a richiesta, il registratore di temperatura.

## 2.9 Accessori a richiesta

L'impianto può essere corredato dei seguenti accessori:

- Sistema di chiusura sotto vuoto (stoppering) di flaconcini e vampules.
- Bacinelle e caricatori speciali per fiale od altri contenitori
- Registratore di temperatura fino a 6 piste (in sostituzione dell'indicatore elettronico) con scala  $-80^{\circ}\text{C} + 120^{\circ}\text{C}$ .
- Linea di aspirazione per prese supplementari di vuoto e relativa valvola.

### 3. CARATTERISTICHE

#### 3.1 Capacità dell'impianto

- Fiale  $\varnothing$  13 mm. No. 480
- Fiale  $\varnothing$  16 mm. No. 330
- Flaconcini  $\varnothing$  23 mm. No. 150
- Flaconcini  $\varnothing$  33 mm. No. 70
- In bulk: in funzione dello spessore del prodotto.

#### 3.2 Camera di essiccazione

- Dimensioni interne della camera:  $\varnothing$  350 mm. , profondità 420 mm.
- No. 1 Piastra supporto delle dimensioni utili di 240 x 310 mm. rispettivamente in larghezza e profondità.
- Superficie totale utile: 744 cm<sup>2</sup> circa
- Luce libera senza stoppering: 160 mm.
- Luce libera con stoppering: 125 mm.
- Porta in plexiglass a piena luce.

#### 3.3 Gruppo di condensazione e refrigerazione piastra

- Superficie condensante: 3000 cm<sup>2</sup> circa
- Capacità massima di condensazione: 2 Kg.
- Compressore frigorifero: di tipo semi-ermetico, funzionante a R502 con condensazione ad aria, della potenza di 500 Kcal/h alla temperatura di espansione di -40°C (condensazione a +35°C); motore da 0,75 HP.
- Temperatura minima del condensatore: -55°C (+ 5°C)
- Termoregolazione piastra: -40/-45°C + +120°C.

#### 3.4 Riscaldamento

- Resistenza elettrica da 200W, con tensione 60V, applicata alla piastra porta-prodotto.

#### 3.5 Gruppo di pompaggio

- Pompa rotativa Edwards mod. ED50, a doppio stadio, zavorrata, della portata massima di 3,15 m<sup>3</sup>/h , capace di un vuoto finale migliore di  $5 \times 10^{-4}$  torr (pressione parziale di gas permanenti) , motore di 1/4 HP.

#### 3.6 Strumenti di misura e controllo

- Vacuometro Pirani 11 con campo di lettura da 3 a 0,001 torr collegato ad una testa di misura M6B.
- Regolatore elettronico di temperatura con scala da -60°C a +120°C.
- Indicatore elettronico di temperatura con scala da -80°C a +120°C e selettore manuale a 3 posizioni.

### 3.7 Dimensioni e peso

- Dimensioni esterne dell'impianto: 1650 x 600 x 800 mm. circa rispettivamente in altezza, larghezza e profondità.
- L'impianto è però montato su ruote piroettanti per facilità di spostamento che aumentano l'altezza sopra citata di circa 70 mm.
- Peso approssimativo: 300 Kg.

### 3.8 Alimentazione e consumi

- Tensione di alimentazione: 380V in c.a. trifase con neutro a terra, 50 Hz.
- Consumo di energia elettrica: 1 KW.

## 4. DISIMBALLAGGIO ED INSTALLAZIONE

### 4.1 Disimballaggio

Aprire con cura il cassone di imballaggio, facendo attenzione a non danneggiare il mobile metallico ed a non rigare il disco di plexiglass della portella.

Generalmente l'impianto viene spedito con tutte le parti principali montate e già fissate nella loro posizione. Alcuni componenti particolarmente delicati, quali la testa di misura per vuoto, vengono imballati a parte e devono pertanto essere posizionati nella loro sede di lavoro (la testa di misura va posizionata su un passante sul lato posteriore dell'autoclave e collegata al Pirani tramite la spina unidirezionale di cui è provvista).

In alcuni casi, trasporti particolarmente lunghi o disagiati, la pompa rotativa può essere fissata rigidamente al telaio evitando così di gravare sui molleggi. Se così fosse, occorre smontare i pannelli inferiori laterali, liberare la pompa e rimontarli, dopo aver eseguito alcune manovre riportate in seguito.

### 4.2 Sistemazione dell'apparecchio

Nello scegliere il posto in cui andrà definitivamente sistemato l'impianto devono essere tenute presenti le seguenti necessità:

- L'impianto, essendo provvisto di compressore raffreddato ad aria, deve essere posizionato in modo da garantire una buona circolazione d'aria. Possiamo precisare che il rendimento frigorifero del compressore è direttamente proporzionale con la temperatura e la quantità di aria disponibile.
- L'impianto deve essere facilmente spostabile per poter accedere, in caso di necessità o manutenzione, a tutti i lati dello stesso.

### 4.3 Preparazione della pompa per vuoto

Riempire la pompa di olio Edwards del tipo prescritto. Per poter procedere al riempimento occorre svitare il tappo contrassegnato "Oil filling plug" (vedi istruzioni particolareggiate della pompa allegate).

Il riempimento deve essere fatto sino a quando l'olio arriva alla linea centrale della spia trasparente; terminato il riempimento si dovrà riavvitare con cura il tappo.

#### 4.4 Preparazione del compressore frigorifero

Il compressore viene spedito con tutto il fluido frigorifero pompato nel serbatoio e con le valvole manuali chiuse.

Ogni valvola viene normalmente corredata di un apposito cartellino portante la scritta: "Valvola chiusa". Può succedere che durante il trasporto si stacchi un cartellino con la relativa scritta; è bene comunque considerare che tutte le valvole siano chiuse e procedere come segue:

- a) Togliere il cappuccio di protezione delle valvole con una comune chiave inglese, facendo attenzione di non perdere le guarnizioni in rame contenute nel cappuccio.
- b) Aprire, con l'apposita chiave quadra, tutte le valvole della linea e rimettere al loro posto i cappucci assicurandosi che le guarnizioni siano al loro posto e serrarli a fondo.

ATTENZIONE! Perchè i pressostati possano funzionare, le valvole alle quali sono collegati, non devono essere completamente aperte, pertanto una volta girate completamente le valvole in senso anti-orario, richiuderle di circa mezzo giro in senso orario.

#### 4.5 Collegamento alla linea elettrica

La potenza della linea elettrica deve essere sufficiente ad alimentare l'impianto. Nel nostro caso occorre almeno 1 KW.

Controllare che tutti gli interruttori sul pannello di comando siano in posizione di riposo.

Collegare l'impianto alla linea elettrica mediante il cavo di alimentazione e la relativa spina ad una presa con contatto di terra, controllando che la tensione di rete corrisponda alla tensione richiesta dall'apparecchio.

ATTENZIONE! Con alimentazione elettrica trifase, è strettamente necessario controllare il senso di rotazione della pompa rotativa.

Per effettuare tale controllo occorre smontare provvisoriamente il carter della pompa e le cinghie di trasmissione; quindi chiudere per qualche istante l'interruttore MAIN (Generale) e l'interruttore PUMP (Pompa).

Il senso di rotazione della puleggia motrice deve essere ORARIO guardando la puleggia stessa; in caso contrario, invertire tra loro due fasi sul cavo di alimentazione dell'impianto.

### 5. PROVE DI FUNZIONAMENTO

Non appena l'apparecchio è installato al suo posto e pronto per funzionare, si consiglia di eseguire alcune prove preliminari per accertarne le prestazioni. Tali prove potranno anche essere eseguite saltuariamente durante il periodo di normale impiego o dopo un intervallo abbastanza lungo di inattività, onde controllare l'efficienza di tutti i componenti.

### 5.1 Refrigerazione

Chiudere l'interruttore MAIN (Generale).

A questo punto il compressore frigorifero può mettersi istantaneamente in moto. Il funzionamento del compressore è comandato, in questo caso, dal pressostato di bassa che, ad impianto fermo, impedisce alla pressione in aspirazione di salire oltre un valore prestabilito imponendo al compressore il recupero del fluido contenuto nell'evaporatore.

Accertarsi che la camera di essiccazione sia isolata su se stessa ed a pressione atmosferica (porta e valvole manuali chiuse).

Portare il selettore SHELF (piastra) sulla posizione COOLING (Raffreddamento).

Posizionare l'indice del termostato elettronico (reperibile sul pannello comandi) ad una temperatura inferiore ai  $-45^{\circ}\text{C}$  e controllare sull'indicatore l'abbassamento della temperatura della piastra; in circa 1 ora la piastra si deve portare ad una temperatura inferiore a  $-30^{\circ}\text{C}$ .

Terminato il controllo del raffreddamento della piastra, portare il selettore in posizione di riposo ed inserire il selettore "CONDENSER" (Condensatore).

Controllare anche in questo caso l'abbassamento della temperatura della superficie condensante che deve raggiungere la temperatura di  $-40^{\circ}\text{C}$  in 10-15'.

Se debbono essere eseguite ulteriori prove, lasciare inserito sia il MAIN (Generale) che il CONDENSER (condensatore).

In caso contrario, disinserire il condensatore e dopo un periodo di circa due ore il Generale in modo da permettere il recupero del fluido frigorifero.

### 5.2 Vuoto

Controllare che tutte le valvole manuali siano chiuse, esclusa quella di isolamento tra pompa e condensatore, che il condensatore sia inserito e sia ad una temperatura di almeno  $-45^{\circ}\text{C}$ , quindi inserire la pompa per vuoto agendo sul relativo comando PUMP (Pompa).

ATTENZIONE! Se l'impianto è provvisto del dispositivo di stoppering, aprire la valvola 'BLADDER ISOLATION' (Isolamento polmoni); ciò ad evitare che le sacche di gomma si gonfino per la depressione che si crea nella camera.

Dopo circa 20 minuti, il vacuometro deve indicare una pressione inferiore a 50 mtorr o /ullg.

Può darsi che tale valore venga raggiunto più o meno lentamente e ciò può dipendere dalle condizioni dell'olio della pompa per la quale è consigliabile tenere lo zavorratore leggermente aperto (la relativa manopola di comando è accessibile sul pannello frontale del mobile).

Se devono essere eseguite altre prove (es. quella del riscaldamento), lasciare inserito il MAIN, CONDENSER e PUMP con la valvola VACUUM (Vuoto) aperta; altrimenti chiudere la suddetta valvola (se è previsto il dispositivo di stoppering, chiudere anche la valvola 'BLADDER ISOLATION'), aprire la valvola 'AIR ADMITTANCE' (aria nella camera), quindi disinserire PUMP E CONDENSER posizionando il relativo indice degli interruttori nella posizione di riposo.

Il Generale, è consigliabile lasciarlo inserito per qualche ora per un buon recupero del refrigerante da parte del compressore.

### 5.3 Riscaldamento

La prova di riscaldamento della piastra può essere fatta di seguito alla prova di refrigerazione della piastra.

Posizionare il termostato elettronico alla temperatura voluta e posizionare il selettore SHELF (Piastra) sulla posizione HEATING (Riscaldamento).

Con camera a pressione atmosferica, in circa 30 minuti, la piastra dovrà riscaldarsi di circa 50°C. L'incremento della temperatura della piastra può essere seguito sull'indicatore elettronico di temperatura posizionando l'indice del commutatore sulla posizione di lettura della piastra.

### 5.4 Stoppering (se l'impianto ne è provvisto)

- a) Disporre sulla piastra uniformemente i flaconcini di altezza uguale, con i tappi (del tipo fessurato) imboccati nel collo di ogni singolo flaconcino.
- b) Evacuare la camera ed i polmoni come indicato al punto 5.2 quindi:
- c) chiudere la valvola 'BLADDER ISOLATION' (isolamento polmoni) ed aprire gradualmente quella dello 'STOPPERING' (immissione aria nei polmoni).  
Con tale operazione si provocherà un rigonfiamento delle sacche in gomma che spingeranno verso il basso l'apposita piastra di chiusura fino a premere i tappi nelle loro sedi.
- d) Chiudere quindi la valvola STOPPERING (Immissione aria nei polmoni) e chiudere la valvola VACUUM (Vuoto). Successivamente aprire la valvola BLADDER ISOLATION e quella AIR ADMITTANCE (Immissione aria in camera).
- e) Lasciare che la pompa prevuoti i polmoni in gomma per circa 1/2 ora, quindi chiudere la valvola BLADDER ISOLATION.
- f) Fermare la pompa e la refrigerazione del condensatore con le prassi già menzionate ai punti precedenti. Quindi disinserire anche il MAIN (Generale).

## 6. IMPIEGO

### 6.1 Precongelamento (in camera di essiccazione).

- a) Con tutti gli interruttori disinseriti, chiudere il MAIN (Generale) e posizionare il termostato alla temperatura voluta.
- b) Con tutte le valvole manuali (VACUUM, BLADDER ISOLATION, DRAIN (Drenaggio), STOPPERING, ecc. chiuse, aprire la porta della camera e caricare il prodotto sulla piastra supporto avendo cura di immergere l'apposito termometro a resistenza nel prodotto stesso. Nel caso sia montato il dispositivo di stoppering, il flaconcino con termometro dovrà essere tagliato in modo che i fili non vengano interessati dal dispositivo di chiusura.

- c) Chiudere accuratamente la porta badando che i fili dei termometri non vengano intrappolati dalla guarnizione di tenuta.
- d) Posizionare il selettore SHELF sulla posizione COOLING
- e) Attendere che il prodotto sia ben congelato, tenendo presente che il tempo richiesto può variare da due a quattro ore, in dipendenza della quantità di prodotto caricato, dei contenitori usati e del punto eutettico del prodotto stesso.

#### NOTE

Durante il precongelo, la camera di essiccazione deve essere tenuta ben chiusa evitando, nei limiti del possibile, le aperture per evitare eccessivi disperdimenti termici e la formazione di brinatura all'interno della camera stessa. Una grossolana idea del punto eutettico può essere ricavata osservando la curva di discesa della temperatura del prodotto che tende a rimanere costante (a volte subisce un repentino riscaldamento di alcuni gradi), per un certo tempo, a tale valore a causa dell'emissione del calore latente di solidificazione.

Qualora si desiderasse ottenere un precongelo più rapido, il prodotto può essere caricato sulla piastra supporto dopo che questa è stata refrigerata, vale a dire portata alla minima temperatura possibile.

- f) Circa 1/2-1 ora prima del termine del precongelo è opportuno mettere in funzione la pompa per vuoto per portarla in condizioni di regime.

Attenzione: se è montato il dispositivo di stoppering, aprire anche la valvola BLADDER ISOLAT.

#### 6.2 Essiccazione

Dopo il precongelo si può iniziare l'essiccazione della sostanza in lavorazione operando come segue:

- a) Disinserire il raffreddamento della piastra posizionando il selettore SHELF in posizione di riposo ed inserire il raffreddamento del condensatore chiudendo il selettore CONDENSER.
- b) Con il condensatore a temperatura di almeno  $-35 + -40^{\circ}\text{C}$ , aprire la valvola VACUUM (Vuoto) per iniziare l'evacuazione della camera.
- c) Raggiunta la pressione di circa 100 mtorr si inizia l'essiccazione vera e propria.

N.B. Si potrà notare che la temperatura del prodotto ha tendenza a scendere a causa dell'assorbimento del calore latente di sublimazione.

Occorre pertanto fornire una certa quantità di calore dipendente dal prodotto, dal suo spessore, dal tipo del contenitore e da altri fattori.

Per questo motivo, per ogni singolo caso, occorre ricercare sperimentalmente la curva di lavorazione che sarà poi riproducibile per tutti i processi di liofilizzazione del medesimo prodotto.

Per fornire calore occorre:

- d) Posizionare il termostato alla temperatura voluta ed il selettore SHELF in posizione HEATING (riscaldamento).

- e) Può rendersi necessario, durante l'essiccazione, riscaldare a temperature superiori di quella di partenza. In questo caso è sufficiente spostare l'indice del termostato elettronico al valore desiderato.

Si può stimare che la liofilizzazione è terminata quando la temperatura del prodotto si è mantenuta ad un valore prossimo di quella della piastra per un periodo di 3-4 ore.

### 6.3 Scarico (In assenza del dispositivo di stoppering).

A liofilizzazione ultimata, per scaricare la sostanza si procede come segue:

- a) Spegnere il riscaldamento se ancora inserito, posizionando il selettore SHELF in posizione di riposo.
- b) Chiudere la valvola VACUUM ed aprire quella di AIR ADMITTANCE (Immissione aria nella camera).
- c) Aprire la camera di essiccazione e scaricare la sostanza.
- d) Fermare tutti gli altri componenti.

### 6.4 Impiego del dispositivo di stoppering e scarico

A liofilizzazione ultimata, procedere come segue:

- a) Spegnere il riscaldamento se ancora inserito.
- b) Chiudere la valvola manuale 'BLADDER ISOLATION'
- c) Aprire gradualmente la valvola STOPPERING (immissione aria nei polmoni) sino a che si saranno chiusi tutti i flaconcini, quindi richiuderla.
- d) Chiudere la valvola VACUUM, riaprire quella BLADDER ISOLATION, quindi aprire la valvola AIR ADMITTANCE (immissione aria nella camera).
- e) Scaricare il prodotto.
- f) Dopo circa 30 minuti, chiudere la valvola BLADDER ISOLATION, fermare la pompa ed il condensatore agendo sui relativi interruttori.

### 6.5 Decongelamento del condensatore

Dopo le fasi 6.3 oppure 6.4 il MAIN (Generale) deve essere lasciato inserito fino a decongelamento ultimato del condensatore.

Il decongelamento può essere accelerato con l'impiego di un semplice "phon" introdotto dalla camera di essiccazione nella tubazione di collegamento tra autoclave e condensatore.

Durante la fase di scongelamento deve restare aperta la valvola di drenaggio.