

DOI: 10.13652/j.issn.1003-5788.2020.01.019

真空冷冻干燥在线测试系统设计与测试

Design and test of an on-line measuring system for vacuum freezing dryer

赵海波¹ 彭鑫¹ 吴坤² 戴家傲³ZHAO Hai-bo¹ PENG Xin¹ WU Kun² DAI Jia-ao³

(1. 烟台大学海洋学院, 山东烟台 264005; 2. 烟台职业学院, 山东烟台 264670;

3. 烟台大学土木学院, 山东烟台 264005)

(1. Ocean School, Yantai University, Yantai, Shandong 264005, China; 2. Yantai Vocation College, Yantai, Shandong 264670, China; 3. Civil School, Yantai University, Yantai, Shandong 264005, China)

摘要:为获得真空冷冻干燥过程的含水率与温度实时数据, 监控干燥过程, 提出了一种新型真空冷冻干燥在线测试系统并开展了试验测试。该系统由单片机、应变式压力传感器、热电阻、模数转换模块、OLED屏等部件组成, 采用无线数据传输, 设计中进行了温度修正与减振设计。试验测试表明, 该系统可用于真空冷冻干燥过程中质量、含水率、温度的实时测量, 且质量在5~50 g范围内, 测量值与实际值的相对偏差为-1.6%~2.7%, 在-40~40℃范围内温度测量偏差在±3%以内, 具有较好的精度。

关键词:真空冷冻干燥; 质量; 含水率; 温度; 在线监控

Abstract: To obtain real-time water contents and temperatures of vacuum freezing drying process, and to facilitate monitoring of drying process, a novel online measuring system (OMS) for vacuum freezing dryer was proposed and experimental tests were carried out. The system was composed of a microcontroller, a strain pressure sensor, a thermal resistance, modulus conversion modules, an OLED screen and other components. Wireless data transmission was used, and temperature correction and vibration reduction were carried out in the design. Experimental tests showed that the system could be used to measure the weight, moisture content and temperature in real time during the vacuum freezing drying process, and the relative deviation between the weight measurement value and the actual value was -1.6%~2.7% in the range of 5~50 g. For the temperature, the deviation was within ±3% in the range of -40~40℃, indicating a good accuracy.

Keywords: vacuum freezing drying; mass; water content; temperature; online measuring system

基金项目:山东省自然科学基金资助项目(编号:ZR2014EL029); 山东省高等学校科技计划(编号:J12LB35)

作者简介:赵海波(1979—), 男, 烟台大学副教授, 博士。
E-mail: zhb01@yeah.net

收稿日期:2019-10-25

真空冷冻干燥是一种在真空条件下将物料中水分直接升华脱除的干燥方法, 用于食品干燥时, 能最大限度地保留食品原有的营养、颜色和形状特征^[1-3], 但该方法所需干燥时间较长, 能耗较大^[4-5]。缩短干燥时间、降低能耗是真空冷冻干燥研究的重要内容, 通过实时含水率变化监控干燥进程是解决此问题的一个重要途径^[6]。目前, 由于测重仪器尺寸与使用条件、冻干箱保冷与真空度等因素限制, 无法采用将天平直接置于干燥箱内或在干燥中定期取出物料测重等方法获得实时含水率数据。干燥进程只能通过经验或反复开展试验来判断^[7], 亟需解决物料含水率的实时检测问题^[8-11]。现有研究中, 黄良瑾等^[12]设计了一种冻干过程在线称重设备, 通过PLC控制干燥箱内的重量传感器测量物料质量, 称重器由一凸轮机机构牵动顶杆周期性地与物料托盘接触后称取质量。李晓斌等^[13]采用图像颜色特征值提取手段实时测量了真空冷冻干燥条件下香蕉的含水率。徐振方等^[14]设计了一种用于间歇式微波真空干燥的在线自动监测设备, 由多路传感器采集现场的温度、压力以及质量信号, 通过RS-485总线及标准通信协议将数据传送给计算机实现可视化在线显示。崔清亮等^[15]设计了一种冻干物料含水率在线测量系统。张湘楠等^[16]、丁莹^[17]分别设计了热风红外联合干燥和远红外干燥的质量实时监控装置。考虑到真空冷冻干燥箱对真空度和保冷性能有极其严格的要求, 现有研究中采用称重连杆穿越箱体壁面连接称重天平或用数据线穿过箱体传输数据等方法获得实时质量数据, 都会引起不同程度的冷量散失和真空度破坏, 导致能源浪费和产品质量下降, 并且上述研究大多直接测量质量指标, 而不是干燥中更关注的含水率尤其是作为干燥进程重要判据的安全含水率指标, 也没有充分考虑机器振动、温度效应等因素对测量结果的影响。为此, 试验拟开发一种新型冷冻干燥过程在线测试系统, 通过实时检测

物料含水率和温度变化情况,判断干燥进程,为真空冷冻干燥机理、工艺与自动化研究乃至实际生产指导提供支持。

1 硬件设计

真空冷冻干燥在线测试系统可以实时测量与显示真空冷冻干燥过程中物料的含水率和温度。该系统由下位机和上位机组成。下位机基于 32 位 STM32F103C8T6 单片机构建,该单片机具有闪存存储器容量大、IO 口数量多、耐受温度范围(-40~105℃)宽等优点。采用 651CW 型铝合金材质应变式压力传感器测量质量后转化为含水率数据,质量测量精度为 0.05 mg,测量范围为 0~100 g。温度传感器采用热电阻。模数转换采用 24 位 HX711 模块进行。由于冻干过程要严格控制真空度,要求干燥箱有良好的密封,为了减少信号线穿孔对箱内真空度的影响,设计采用无线测量模式,通过 2.4G 无线传输模块进行数据上下位机传输。数据显示采用 OLED 屏和上位机两种显示方式。系统的整体设计如图 1 所示。

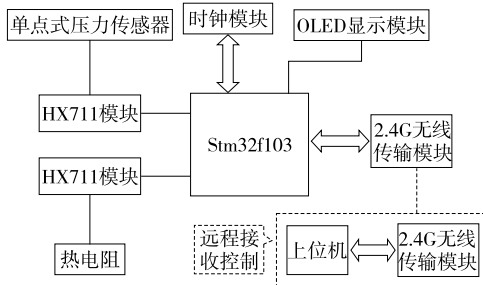
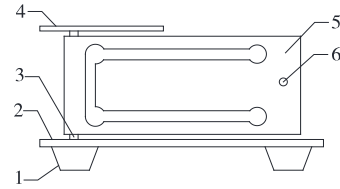


图 1 真空冷冻干燥在线测试系统整体设计图
Figure 1 Overall design of the OMS for vacuum freezing dryer

工作时,单点式压力传感器与热电阻输出的电压模拟量分别经 HX711 模块转化为脉冲值,送入下位机。下位机将上述脉冲信号数据转换后,通过串口经无线传输模块将信号发送到上位机(即电脑),上位机的无线传输接收模块接收后,通过串口软件对上述数据进行实时监控与保存。无线数据传输方式不需要在干燥箱上开孔布线,不会影响箱内真空度和冷量损失,避免了由此引起的能源浪费和产品质量下降。基于单点式压力传感器的质量测量部分外形和支架如图 2 所示。由上到下依次是托盘、单点式压力传感器、支座。为了克服机器运行振动对质量测量的影响,在支座下增设 4 个减震垫。信号传输采用镀银屏蔽信号线防止电波干扰。

2 程序设计

系统在 Keil μVision5 开发环境中,用 C 语言设计程序。主程序框图见图 3。系统开启后,首先进行系统及 OLED 显示界面初始化,接着读取 HX711 脉冲值(1 路质



1. 底座 2. 支架 3. 支架轴 4. 载物台 5. 单点式压力传感器 6. 传输线接口

图 2 单点式压力传感器及其支架

Figure 2 Single point strain pressure sensor and its support

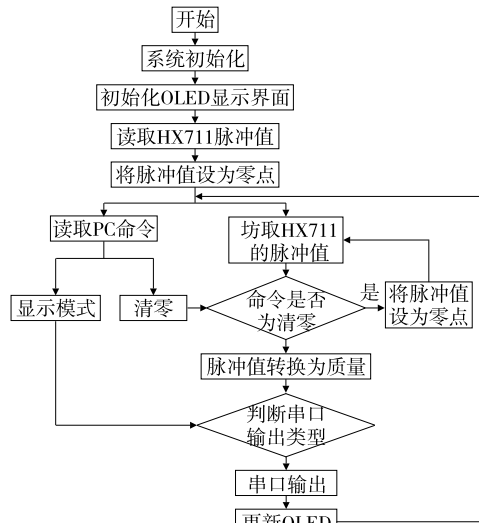


图 3 系统整体流程框图

Figure 3 Overall flow chart of the OMS system

量+1 路温度),计算脉冲数量,并根据上位机的命令确定输出显示模式,并将各路输入脉冲数转化为质量与温度数据。测量到的质量数据经转换后得到含水率,与温度数据一起输出显示。

含水率计算公式^[18]为:

$$W_t = \frac{M_t - M_0(1 - W_0)}{M_0} \quad (1)$$

式中:

W_t —— t 时刻的湿基含水率, %;

M_t —— t 时刻物料的质量, g;

M_0 ——初始物料的质量, g;

W_0 ——初始时刻的湿基含水率, %。

该系统可给出实时含水率数值,据此实现干燥进程的判断,达到安全含水率值后,控制系统停机,结束干燥过程。

单片机温度读取为 1 次/s,对上位机命令的扫描速度为 2 次/s。

3 系统测试及验证

由于真空冷冻干燥箱内温度变化范围较大,涵盖了

-40~40 °C, 单点式压力传感器的测量元件受温度影响, 热胀冷缩效应不能忽略, 需要先进行温度修正, 再用于冻干试验检测质量。

3.1 试验材料与仪器

3.1.1 试验材料及其预处理

刺参: 购于烟台某农贸市场。鲜活刺参去除内脏经高温蒸煮, 清洗过后, 放在容器皿中用滤纸吸干表面水分。

3.1.2 试验仪器

恒温槽: DC4006 型, 上海启前电子科技有限公司;

高精度低温试验箱: DW-60 型, 天津首科试验仪器厂;

远红外加热箱: HW-350 型, 龙口市电炉制造厂;

真空冷冻干燥机: ZD-A30 型, 南京载智自动化设备有限公司。

3.2 热电阻标定

采用恒温槽对试验用热电阻在 -40~40 °C 范围内标定。

3.3 温度修正

分低温和高温两部分, 以 0 °C 分隔。

(1) 低温试验时, 将该在线测试系统空载置于低温试验箱内, 设定箱内温度 -40 °C, 实时采集记录质量测量数据。再将 5, 10, 20, 50 g 砝码分别置于在线测试系统托盘, 重复上述试验, 并记录实时质量数据。

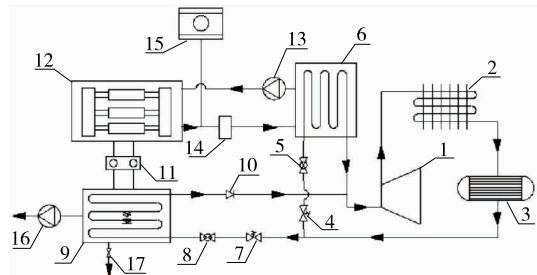
(2) 高温试验时, 将该在线测试系统空载置于远红外加热箱内, 设定箱内温度 40 °C, 重复上述质量测量与采集过程, 并记录数据。

依据上述数据, 得到不同标准砝码经本在线测试系统测出的质量值随温度的变化规律, 并对质量测量结果进行温度修正, 以尽量克服温度对测量结果的影响, 改进测量精度。

3.4 真空冷冻干燥试验

3.4.1 工作原理 采用真空冷冻干燥机开展刺参冻干试验并采集数据。试验用真空冷冻干燥机原理如图 4 所示。真空冷冻干燥过程分预冻、升华、解析 3 个阶段。其工作原理是, 预冻时, 电磁阀 4 开启, 7 关闭。制冷剂从压缩机 1 流出后, 进入冷凝器 2 放热, 凝结后的液体依次经储液罐 3、电磁阀 4 和节流阀 5 进入蒸发器 6, 吸收循环油热量后回到压缩机。从蒸发器 6 流出的低温油进入冻干箱 11 中多层平板内的盘管制冷。在升华和解析干燥阶段, 电磁阀 7 开启, 并通过电磁阀 4 和电加热器 14 的开关保持进口油温为不同的设定值。

3.4.2 工艺参数设置 将该在线监控系统放入到真空冷冻干燥箱中, 刺参放托盘上。热电阻置于刺参体内测量其温度。真空冷冻干燥各段工艺参数设置如表 1 所示。真空度设为 30 Pa。试验过程中, 上位机实时采集并显示



1. 压缩机 2. 冷凝器 3. 储液罐 4, 7. 电磁阀 5, 8. 节流阀 6. 蒸发器 9. 冷阱 10. 单向阀 11. 箱阱阀 12. 干燥箱 13. 泵 14. 电加热器 15. 油箱

图 4 真空冷冻干燥机原理图

Figure 4 Principle chart of vacuum freezing dryer

表 1 真空冷冻干燥工艺参数

Table 1 Vacuum freeze-drying process parameters

工序	设定温度/°C	时间/h
预冻阶段	-40	4.0
升华阶段	-20	10.0
解析阶段	1	-10
	2	0
	3	15
	4	25
	5	40

含水率、温度等参数。

3.4.3 测试结果及分析 图 5 为经过温度修正后, 单点式压力传感器的质量测量相对偏差随环境温度变化情况。可以看出, 对一定质量的标准砝码, 单点式压力传感器给出的测量值随环境温度变化而变化, 且环境温度较低时其测量值小于实际值, 而环境温度较高时其测量值高于实际值。在 5~50 g 范围内, 质量测量值与实际值的

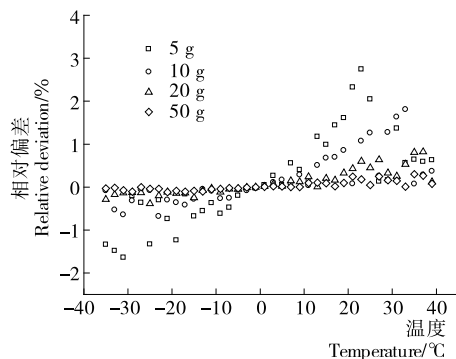


图 5 单点式压力传感器测得的质量相对偏差随环境温度变化情况

Figure 5 Variation of relative deviations of mass measured by single point pressure sensor with ambient temperatures

相对偏差为-1.6%~2.7%,表明该传感器具有较好的精度。

图6为试验测得的真空冷冻干燥过程中刺参质量和含水率的变化情况。可以看出,通过该在线测试系统可以得到整个冷冻干燥过程的实时质量和含水率数据。在干燥箱降温和预冻过程(0~440 min)中,刺参体内水分充分冻结,质量和含水率基本不变,此后干燥进入到升华阶段(440~1 060 min),真空泵开启,干燥箱内真空度快速下降并保持在较低水平,平板温度开始升高但低于刺参的共晶点温度(-15℃^[19-20]),此过程中刺参体内水分升华并快速脱除,质量和含水率快速下降,分别从19.8 g和76.1%降至14.3 g和48.3%,接着进入到解析阶段(1 060~1 600 min),随着平板温度的继续升高,水分继续脱除,质量和含水率加速下降,分别降至8.1 g和17.0%。

为进一步验证质量和含水率的测量精度,用电子天平称取干燥前后质量并用常压干燥法^[21]测得对应含水

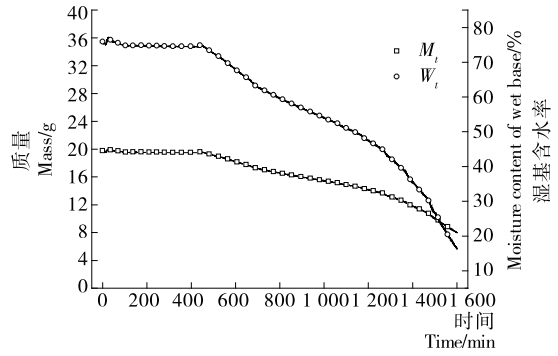


图6 真空冷冻干燥过程中刺参质量和含水率变化情况
Figure 6 Changes of the weights and water contents of sea cucumbers during vacuum freeze drying

率,见表2。由表2可知,该在线测试系统测得的干燥前后质量数据与电子天平测量值的偏差分别为0.61%和1.13%,干燥后含水率偏差为0.89%,均具有较好的精度。

表2 干燥前后刺参质量和含水率数据

Table 2 Data on weights and water contents of sea cucumbers before and after drying

方法	干燥前		干燥后	
	质量/g	湿基含水率/%	质量/g	湿基含水率/%
在线测试系统	19.80	76.10	8.02	17.00
天平测定/常压干燥法	19.68	76.10	7.98	16.85
相对偏差/%	0.61		1.13	0.89

图7为真空冷冻干燥过程中温度设定值与刺参体内实测值变化情况。测试前,通过恒温槽在-40~40℃范围内对热电阻进行标定,精度在±3%以内。由图7可知,在干燥箱降温和预冻过程(0~440 min)中,制冷机制取的低温油进入干燥箱内,吸收刺参热量,刺参温度急剧下降至设定的-40℃,4 h后刺参体内的水分充分冻结。干燥进入到升华阶段(440~1 060 min)后,真空泵开启,箱内真空度快速下降,油温开始升高并在调节阀门4和加热器14作用下稳定在共晶点温度以下,刺参体内水分

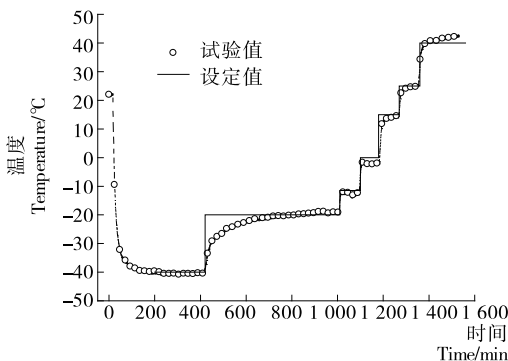


图7 真空冷冻干燥过程中温度变化情况

Figure 7 Changes of the temperatures of sea cucumbers during vacuum freeze drying

开始升华,1 060 min后,进入到多级解析阶段(1 060~1 600 min),油温分段阶跃上升,刺参体内温度随着变化,体内水分继续脱除。从上述分析可以看出,真空冷冻干燥预冻、升华和解析各阶段的温度测试值均较好地复现了设定温度的分段变化。

4 结论

(1) 该在线测试系统采用无线测量模式,通过2.4G无线传输模块进行数据上下位机传输,避免数据线穿过干燥箱,保证了干燥箱密封性良好,在不影响箱内真空度条件下实现了含水率与温度数据的实时采集。

(2) 为克服温度对测量结果的影响,开展了温度修正试验,并据此对质量测试结果进行修正。结果表明,在5~50 g范围内,质量测量值与实际值的相对偏差为-1.6%~2.7%;通过恒温槽在-40~40℃范围内对热电阻进行标定,温度偏差在±3%以内,精度良好。

(3) 将该系统用于刺参真空冷冻干燥试验,得到刺参在真空冷冻干燥过程中的实时质量、含水率和温度数据,达到了设计目的,证明了该系统在真空冷冻干燥中具有较好的实用性。

(4) 该系统经济适用,除了可用于真空冷冻干燥试验的含水率与温度测量外,后续还可将含水率实测数据用

于真空冷冻干燥设备的自动控制,实现干燥过程的自主自动运行。

参考文献

- [1] 李新建, 王辉, 彭菲菲. 真空冷冻干燥糯米方便粥的工艺研究[J]. 食品工业, 2019, 40(1): 74-78.
- [2] 陈健旋. 响应面法优化超声辅助提取佛手瓜多糖工艺[J]. 山东农业大学学报: 自然科学版, 2017, 48(2): 171-177.
- [3] WU Xiao-fei, ZHANG Min, BHANDARI Bhes. A novel infrared freeze drying (IRFD) technology to lower the energy consumption and keep the quality of *Cordyceps militaris*[J]. Innovative Food Science and Emerging Technologies, 2019, 54: 34-42.
- [4] JIA Yang-yang, KHALIFA Ibrahim, HU Lan-lan, et al. Influence of three different drying techniques on persimmon chips' characteristics: A comparison study among hot-air, combined hot-air-microwave, and vacuum-freeze drying techniques[J]. Food and Bioproducts Processing, 2019, 118: 67-76.
- [5] DUAN Xu, ZHANG Min, MUJUMDAR Arun S. Microwave freeze drying of sea cucumber (*Stichopus japonicus*) [J]. Journal of Food Engineering, 2010, 96(4): 491-497.
- [6] 贺素艳, 李云飞. 冻干工艺中升华结束点和残余水分测量方法简述[J]. 真空与低温, 2002, 8(3): 135-139.
- [7] 李晓斌. 运用图像处理技术在线监测真空冻干果蔬含水率[D]. 晋中: 山西农业大学, 2013: 3-4.
- [8] 刘飞, 王云, 李春华, 等. 茶叶干燥技术研究现状及展望[J]. 中国农学通报, 2015, 31(6): 210-215.
- [9] 陈锐鸿. 在线动态称重系统开发及质量采集算法研究[J]. 食品与机械, 2019, 35(3): 94-98.
- [10] 金作徽, 翟志强, 张若宇, 等. 基于支持向量回归的核桃在线称重系统[J]. 食品与机械, 2018, 34(7): 90-92, 126.
- [11] 汪安, 吴扬, 刘权. 针刺式谷物含水率检测仪设计[J]. 食品与机械, 2016, 32(9): 67-70.
- [12] 黄良瑾, 叶范年. 冻干过程在线称重与在线显微观察初探[C]// 第八届全国冷冻干燥学术交流会. 上海: [出版者不详], 2005: 132-133.
- [13] 李晓斌, 崔清亮, 张静, 等. 用颜色测量法在线监测真空冻干香蕉含水率[J]. 食品科技, 2016, 41(5): 296-299.
- [14] 徐振方, 侯燕, 孟艳花. 间歇式微波真空干燥试验设备及其自动化监测系统研究[J]. 河南工业大学学报: 自然科学版, 2008, 29(6): 69-71.
- [15] 崔清亮, 郭玉明, 郑德聪. 冷冻干燥物料水分在线测量系统设计及试验[J]. 农业机械学报, 2008, 39(4): 91-96.
- [16] 张湘楠, 姚雪东, 黄勇, 等. 盘式热风与红外联合干燥机设计与试验[J]. 农机化研究, 2019(1): 253-257.
- [17] 丁莹. 萝卜远红外干燥的试验研究[D]. 淄博: 山东理工大学, 2009: 20-25.
- [18] 朱文学. 食品干燥原理与技术[M]. 北京: 科学出版社, 2009: 15-19.
- [19] 苏秀榕, 徐静, 向怡卉, 等. 水发刺参的冷冻干燥技术研究[J]. 食品科学, 2008, 29(10): 277-280.
- [20] 段续. 海参微波一冻干联合干燥工艺与机理研究[D]. 无锡: 江南大学, 2009: 32-35.
- [21] 吴娟, 马强, 程美蓉, 等. 远红外辅助热泵干燥鳕鱼片工艺[J]. 上海交通大学学报: 农业科学版, 2011, 29(5): 87-91.
- [13] 李海亮, 汪春, 胡军, 等. 气力式水稻穴盘成型机气流分配室流场仿真与优化设计[J]. 农业机械学报, 2018, 49(4): 94-101.
- [14] 陈育辉. 水汽浴与超声波技术在蔬菜洁净加工中的应用研究[J]. 现代农业装备, 2008(12): 44-46.
- [15] 田济扬, 白丹, 于福亮, 等. 基于 Fluent 软件的滴灌双向流道灌水器水力性能数值模拟[J]. 农业工程学报, 2014, 30(20): 65-71.
- [16] 王福军. 计算流体动力学分析: CFD 软件原理与应用[M]. 北京: 清华大学出版社, 2004: 92-101.
- [17] 张德胜, 施卫东, 张华, 等. 不同湍流模型在轴流泵性能预测中的应用[J]. 农业工程学报, 2012, 28(1): 66-71.
- [18] 丛国辉, 王福军. 湍流模型在泵站进水池漩涡模拟中的适用性研究[J]. 农业工程学报, 2008, 24(6): 31-35.
- [19] 陈永刚, 阎秋生. 鸡蛋清洗喷雾系统中喷嘴的模拟优化[J]. 食品与机械, 2015, 31(5): 100-103.
- [20] 陈钰. 基于速度分布控制的涡轮流量计优化设计[D]. 杭州: 中国计量学院, 2015: 55-60.
- [21] 陈魁. 试验设计与分析[M]. 2 版. 北京: 清华大学出版社, 2005: 34-65.

(上接第 115 页)

- [7] 郭俊先, 努尔夏提, 梁勤安. 滚筒式饲用甜菜清洗机的清洗机理研究[J]. 农业机械, 2005(6): 95-96.
- [8] BURFOOT D, LIMBURN R, BUSBY R. Assessing the effects of incorporating bubbles into the water used for cleaning operations relevant to the food industry[J]. International Journal of Food Science & Technology, 2017, 52(8): 1 894-1 903.
- [9] AGARWAL A, NG W J, YU Liu. Principle and applications of microbubble and nanobubble technology for water treatment[J]. Chemosphere, 2011, 84(9): 1 175-1 180.
- [10] CHAHINE G L, KAPAHI A, CHOI J K, et al. Modeling of surface cleaning by cavitation bubble dynamics and collapse [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2015, 29(6): 528-549.
- [11] 李根生, 沈晓明, 施立德, 等. 空化和空蚀机理及其影响因素[J]. 石油大学学报: 自然科学版, 1997, 21(1): 97-101.
- [12] 李中华, 王德成, 刘贵林, 等. 气流分配式排种器 CFD 模拟与改进[J]. 农业机械学报, 2009, 40(3): 64-68.