

DOI: 10.13652/j.issn.1003-5788.2020.04.020

一种用于样品前处理的加液仪控制系统设计

Design of a adding liquid instrument control system for sample pretreatment

王正家^{1,2} 吕召雄^{1,2} 翟中生^{1,2}

WANG Zheng-jia^{1,2} LV Zhao-xiong^{1,2} ZHAI Zhong-sheng^{1,2}

赵海涛³ 何嘉奇¹ 王超^{1,2}

ZHAO Hai-tao³ HE Jia-qi¹ WANG Chao^{1,2}

(1. 湖北工业大学机械工程学院, 湖北 武汉 430068; 2. 现代制造质量工程湖北省重点实验室, 湖北 武汉 430068;

3. 湖北三环锻造有限公司, 湖北 襄阳 441000)

(1. School of Mechanical Engineering, Hubei University of Technology, Wuhan, Hubei 430068, China;

2. Hubei Key Lab of Modern Manufacture Quality Engineering, Wuhan, Hubei 430068, China;

3. Hubei Tri-Ring Forging Co., Ltd., Xiangyang, Hubei 441000, China)

摘要:针对人工检测食品或者化学样本时,前处理误差大、效率低等问题,设计了一套用于样品前处理的加液仪控制系统。该系统采用 PLC 作为主控制器,根据前处理仪的控制需求,对系统的软硬件进行设计。结合 S 型加减速算法的特性和非接触式加液的特点,通过控制加液过程中减速阶段的加速度,让针尖悬挂液滴更好地脱落,提出了一种适合加液的分段式电机控制模型,并对加液体积进行了拟合分析和误差补偿。试验结果表明,其加液误差在 $\pm 0.5\%$ 以内,满足了前处理仪设计的加液精度要求($\pm 1\%$),且具有 96 个样品位,适合大批量的样品进行前处理。

关键词:前处理;高精度;PLC;加液;控制模型

Abstract: When manual testing food and chemical samples, there are problems such as large pretreatment errors and low efficiency. In order to solve those problems, a adding liquid instrument control system for sample pretreatment was designed. The system adopts PLC as the main controller, and the software and hardware of the system were designed according to the control demand analysis of the pretreatment instruments. Combined the characteristics of the S-type acceleration and deceleration algorithm and non-contact liquid addition method. By controlling the acceleration of the deceleration phase during the liquid addition process for the droplet hanging on the tip falling off better, a segmented motor control model suitable for adding liquid was proposed. Finally, the fitting analysis and error

compensation were performed on the dosing volume. The experimental results showed that the adding liquid error is within $\pm 0.5\%$, less than the specified $\pm 1\%$, which satisfies the adding liquid precision requirements of the pretreatment instrument, and has 96 sample positions, which is suitable for pretreatment of large batches of samples.

Keywords: pretreatment; high precision; PLC; adding liquid; control model

在化学分析中,样品前处理是非常重要的步骤,常消耗 60% 的检测时间^[1-2],且方法繁多,其中常用的方法有湿式消解、提取与富集、固相萃取等。当采用湿式消解法进行前处理时,常需要向样品中加入试剂,而人工添加试剂误差大,直接影响最后的分析结果。加液精度作为样品前处理仪器的重要参考指标,目前常用的减小加样误差的方法有使用高精度结构件^[3-4]和优化控制算法^[5-6],前者提高机械结构件的精度会使成本上升;后者当待测试管中为固态样本时,通过添加液面传感器来优化控制算法,又会使液面检测产生误差。

试验拟设计一种适合食品安全分析和质量检测的样品前处理仪,结合传统的加减速算法提出适合加液的电机控制模型,并对加液的误差进行分析与补偿,以期提高前处理仪器的加液精度。

1 总体设计

1.1 控制要求

前处理仪控制系统以加注试剂为主要控制对象,需要完成对样品位置的检测与运算、注射泵和超声发生器等设备的控制,且具备精准加液、超声提取、自动清洁、批

基金项目:国家自然科学基金项目(编号:51275158)

作者简介:王正家(1970—),男,湖北工业大学讲师,博士。

E-mail: zhengjia.wang@qq.com

收稿日期:2020-01-14

量处理、人机交互、工业通讯等功能。

1.2 系统组成

如图 1 所示,样品前处理控制系统主要由操作部分、采集部分、控制部分、显示部分及执行部分组成。

该系统上位机主要进行参数配置和当前运行状况显

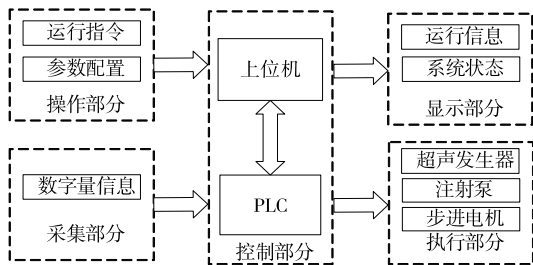


图 1 控制系统结构组成

Figure 1 Structure of control system

示,通过数据接口和下位机进行通讯,发送操作指令等。使用 PLC 作为下位机^[7-8],与其相连接的硬件包含了步进电机驱动模块、位置传感器、注射泵、超声发生器等,电机驱动模块用于驱动步进电机,传感器用于行程定位和原点控制,注射泵用于试剂的定量抽取和注射,超声发生器用于提高试剂与样本之间反应的效率,根据系统结构及控制要求,选用的硬件型号及参数如表 1 所示。

1.3 总体结构及工作原理

样品前处理仪结构见图 2,主要由注射泵 1、X 轴电机 3、Y 轴电机 4、Z 轴电机 6、废液槽 5、加液针管 7、超声池 8 等组成。其工作原理是先在控制面板上设定待添加试剂的种类、剂量、加液方法及待处理的样本序号。点击启动按钮,上位机将设定的参数有序地传给 PLC,PLC 控制 Z 轴电机上升和注射泵抽取试剂,待 Z 轴达到指定

表 1 系统硬件选型

Table 1 System hardware selection

硬件名称	型号参数	厂商
台达 PLC	DVP40EH00T3	台达电子工业股份有限公司
传感器	EE-SX674A-WR	欧姆龙自动化有限公司
注射泵	TecanCavro XLP6000	帝肯贸易有限公司
超声发生器	SY-1200	上海宁商超声仪器有限公司
步进电机	57HS22	雷赛自动化科技有限公司

位置后,控制 X、Y 轴电机移动到指定的样本上方,Z 轴下降,注射泵通过加液管道供样本试管定量加液。当该样本加液完成后,重复上述动作,进行下个样本加液,直到完成所有样本的同一种试剂添加,启动超声,加快试剂与样本之间的反应速率,同时加液针管轴移动到废液槽中清洗,等待下次加液。

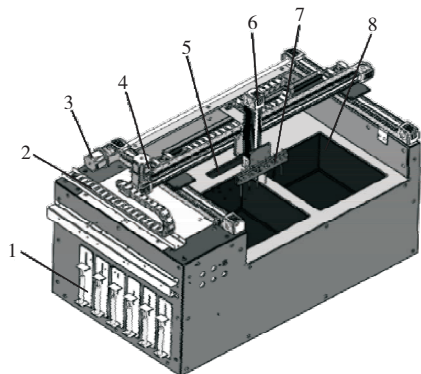
2 控制系统设计

2.1 控制方案设计

样品前处理仪器功能的实现,基于下位机控制系统 PLC 对样品前处理流程的自动化控制,在样品前处理流程中,可将执行部件按功能划分为三维运动模块、加液模块及超声模块 3 部分。前处理仪器工作流程为通过上位机操作界面设置运动参数及要加液的工位,然后上位机将设置的参数转化成对应的指令,并发送给 PLC,PLC 接收到指令后分析其指令中包含的坐标信息,然后 PLC 有序地控制 X、Y、Z 轴电机将注射针管移动到相应的试管上方,同时 PLC 控制多个注射泵开入口阀、抽液、开出口阀、推液体,待该工位加液完成后,将完成的消息反馈给上位机,上位机重新给下位机发送指令,使其反复运行。

2.2 加液控制

加液的运动控制是前处理仪器实现精准加液的关键,要求稳定运行、高精度定位。在传统的加减速控制方法中,直线加减速和指数加减速在过渡节点都存在加速度突变的情况,不适合高精度加液,而 S 型曲线则能很好地避免这种突变现象,为此在针对泵的加液控制上提出了一种优化后的 S 型加减速控制方式,使其更适合加液控制。



1. 注射泵 2. 拖链 3. Y 轴电机 4. X 轴电机 5. 废液槽
6. Z 轴电机 7. 加液针管 8. 超声池

图 2 样品前处理仪结构图

Figure 2 Structure diagram of the sample pretreatment instrument

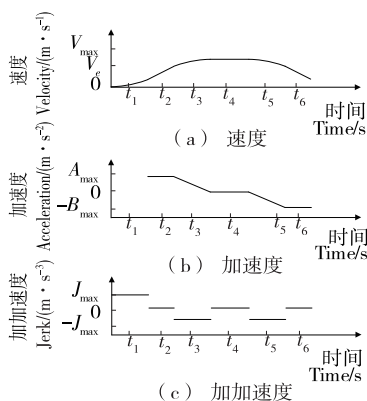


图 3 S 型曲线加减速法的速度、加速度、加加速度曲线图

Figure 3 Velocity, acceleration, and jerk curves of the S-curve acceleration and deceleration method

当采用非接触式加样方式加液时, 减速阶段的停止速度 V_c 和加速度都会对加液的精度产生影响, 若加液结束时 V_c 过小会导致加液针口上有液滴未脱落, 影响加液的精度, 同时减速阶段的加速度越大, 越容易克服黏滯力和张力, 但过大则会导致电机失步^[9], 故在减速阶段需要选择合适的 V_c 和加速度。传统的 S 型加减速模型, 其加速度在加减速的始、末位置数值为 0^[10], 但在加液过程中其减速阶段需要具有一定的加速度才能更好地使液滴脱落, 则优化后的 S 模型主要规划分为 6 阶段, 整个过程包括: 加加速、匀加速、减加速、匀速、加减速、匀减速。

其加速度 J 关于时间 t 的表达式如(1)所示。

$$a(t) = \begin{cases} J_{\max} t & 0 \leq t < t_1 \\ A_{\max} & t_1 \leq t < t_2 \\ A_{\max} - J_{\max}(t - t_2) & t_2 \leq t < t_3 \\ 0 & t_3 \leq t < t_4 \\ -J_{\max}(t - t_3) & t_4 \leq t < t_5 \\ -B_{\max} & t_5 \leq t < t_6 \end{cases} \quad (1)$$

式中:

J_{\max} ——最大加加速度, m/s^3 ;

A_{\max} ——最大加速度, m/s^2 。

对式(1)各个阶段加速度进行积分, 可以得到其相应阶段的速度表达式如(2)所示。

$$v(t) = \begin{cases} v_1 = \frac{1}{2} J_{\max} t^2 & 0 \leq t < t_1 \\ v_2 = v_1 + A_{\max}(t - t_1) & t_1 \leq t < t_2 \\ v_3 = v_2 + A_{\max}(t - t_2) - \frac{1}{2} J_{\max}(t - t_2)^2 & t_2 \leq t < t_3 \\ v_4 = V_{\max} & t_3 \leq t < t_4 \\ v_5 = v_4 - \frac{1}{2} J_{\max}(t - t_4)^2 & t_4 \leq t < t_5 \\ v_6 = v_5 - B_{\max}(t - t_5) & t_5 \leq t < t_6 \end{cases} \quad (2)$$

这种方法在加速阶段避免了柔性冲击, 平滑性好, 在减速阶段有效地防止了针尖挂液, 保证了加液的精度。

3 系统软件设计

3.1 上位机程序及界面设计

全自动样品前处理仪是集自动化控制、系统监控、数据记录、参数配置等一体的仪器。在控制系统中上位机作为用户和下位机之间的桥梁, 需要其在工作中能稳定可靠地处理用户的请求, 且能及时地处理和收发数据, 并提供友好的操作界面, 因此选用 LabVIEW 作为开发软件^[11]。其主控界面如图 4 所示, 包含操作记录、仪器状态、仪器配置、方法编制等模块。操作记录是对操作员身份进行核对以及权限的管理, 仪器状态用于仪器工作过程中其工作状态的显示和报警检测。仪器配置是对加液工作中的工艺参数的设定, 包括注射器规格选择、泵数选择以及阀口对应的试剂选择, 方法编制是对前处理过程中加液方法的编写。

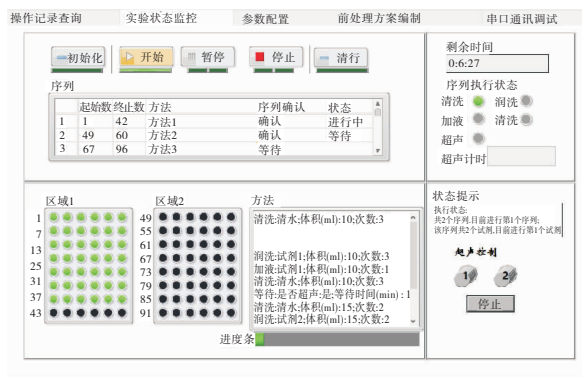


图 4 主控界面

Figure 4 Main control interface

3.2 下位机 PLC 主程序设计

在前处理仪器软件中, 下位机的主要工作是控制执行元件来完成相应的动作和接收检测元件的信号。当前处理仪器运行时, 先对程序进行初始化, 并设定通讯参数, 然后下位机程序处于等待状态, 待上位机数据发送过来后, PLC 判断和对比指令, 若有误则输出报警, 无误则 PLC 控制步进电机和注射泵以及超声发生器进行协同工作, 待加液完成后仪器回到初始化位置, 等待下一轮工作信号, 程序循环执行。

4 试验误差分析及补偿

4.1 试验精度分析

在加液过程中, 根据经验数据和测试结果发现, 影响加液精度的因素有管路两端压强差、进液管的长度, 泵运行的速度、加液针尖的挂液量以及管径等, 通过对加样管路的流动特性、其液体的流动状态, 以及其他影响因素的分析研究来提高加液精度, 从而制定控制补偿方案。

流体流动时因存在黏性而具有两种不同的流态,分别为层流和紊流,可通过雷诺数作为流态判别标准,雷诺数 Re 可由式(3)确定。

$$Re = \frac{\rho v d}{\mu}, \quad (3)$$

式中:

- ρ —— 液体密度, kg/m^3 ;
- v —— 液体速度, m/s ;
- μ —— 液体黏度, $\text{Pa} \cdot \text{s}$;
- d —— 管路直径, m 。

将相关参数代入式(3)求得雷诺参数 $Re > 2\,300$, 因此确定管路中的流动状态为紊流。在紊流状态下求出管路中的沿程和局部压力损失,其中沿程压力损失为:

$$\Delta p_\lambda = \lambda \frac{L}{D} \frac{\rho v^2}{2}, \quad (4)$$

式中:

- Δp_λ —— 沿程压力损失, Pa ;
- L —— 管路长度, m ;
- λ —— 沿程阻力系数。

当因液体在流经过管道的弯头、接头、阀口等处时液体流速大小和方向会发生变化,由此造成的局部压力损失为:

$$\Delta p_e = \xi \frac{\rho v^2}{2}, \quad (5)$$

式中:

- Δp_e —— 局部压力损失, Pa ;
- ξ —— 局部阻力系数。

由于管路中相邻两个产生局部压力损失的接头、弯管、变径之间的距离远大于管路直径(约 20 倍),故管路中所有的局部压力损失之和:

$$\sum \Delta p_e = \sum \Delta p_\lambda + \sum \Delta p_\xi. \quad (6)$$

通过式(4)、(5)可知管径、管路长度及速度都会影响其加液精度。图 5 为仪器在管径和管路长度一定时,4 种不同泵运行速度的加液精度曲线图,从中可以看出加液体积越大其加液精度越高,且相同体积下泵运行速度也会对其加液精度造成影响。

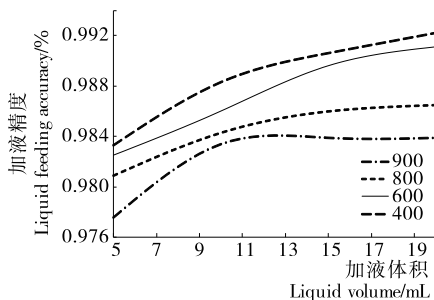


图 5 不同速度下的加液精度

Figure 5 Feeding precision at different speeds

4.2 加样的误差补偿

在加液过程中泵运行速度越慢其产生的噪声越大且在速度从 600 变为 400 时有明显的变化,为了满足精度要求和加液效率的同时保证其设备的使用寿命,则选取泵的运行速度为 600 作为默认速度,并分析该速度下理论体积与实际体积之间的函数关系。通过观察原始数据的曲线并对其分别进行了线性拟合、抛物线拟合、指数拟合,并将 3 种拟合函数得出的数据分别代入式(7),对比其决定系数 R^2 ,发现线性拟合、抛物线拟合相比指数拟合的拟合程度更好。

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n y_i^2 - \frac{(\sum_{i=1}^n [y_i - f(x_i)])^2}{n}}{\sum_{i=1}^n y_i^2}, \quad (7)$$

式中:

- y_i —— 实际测的体积, mL ;
- $f(x_i)$ —— 拟合曲线计算出的体积, mL 。

分析线性拟合、抛物线拟合的函数关系与原函数之间的误差,如图 6 所示,发现在不同加液体积下,其两种拟合的函数关系与原曲线的之间的误差各有高低,为了更好地达到精度要求,其输入与输出体积的函数关系则采用分段函数来表示:

$$f(x) = \begin{cases} ax^2 + bx + c & 5 \leq x < x_1 \text{ 或 } x_2 \leq x < x_3 \\ ax + b & x_1 \leq x < x_2 \text{ 或 } x_3 \leq x \leq 20 \end{cases}, \quad (8)$$

式中:

- x —— 用户输入体积, mL ;
- y —— 仪器输出体积, mL 。

为了使程序满足加液精度要求,通过求上述分段函数[式(8)]将其换算成试验的补偿函数,并将其录入到程序中,从而提高加液精度,为了提高试验的可靠性和准确性,在不同体积下各进行了 10 次试验,结果如表 2 所示。

由表 2 可以看出:样品前处理仪器控制系统的加液

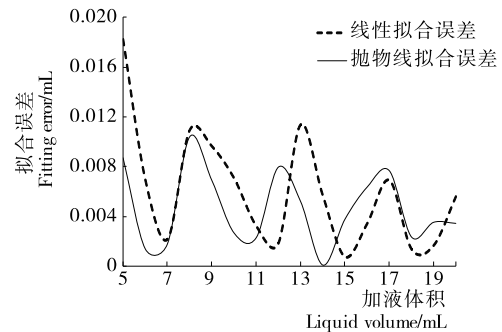


图 6 拟合函数与原数据的误差图

Figure 6 Error diagram of fitting function and original data

表 2 精度试验结果表

Table 2 Table of precision test results

序号	理论体积/mL	试剂体积/mL	偏差值/%	序号	理论体积/mL	试剂体积/mL	偏差值/%
1	10	10.032	-0.120	6	20	20.028	-0.140
2	10	10.011	-0.110	7	20	20.012	-0.060
3	10	10.015	-0.150	8	20	20.006	0.030
4	10	10.011	-0.110	9	20	19.987	0.065
5	10	10.013	-0.130	10	20	20.001	-0.005

误差在±0.5%之内,提高了前处理仪器的剂量精度,符合设计标准(±1.0%)。

5 结语

设计的仪器运用了电器控制及传感器等技术,该仪器的核心控制部件为 PLC 主控单元,操作部分是 LabVIEW 在工控机上机编写的人机界面,具有多个工艺流程,设计合理,界面直观化和人性化设计,且自动化程度高,能同时处理多个样品,提出一种适合加液的电机控制模型,并对加样结果进行了误差分析和补偿,提高了加液精度。由于该仪器采用超声发生器来加快反应,但仅仅只负责通断,没有对超声功率进行控制,若采用算法对不同加样试剂和超声池水位给予对应功率的超声,能更好地缩短反应时间,再次提高处理效率。

参考文献

- [1] 刘家常,刘芳芳. 仪器分析中的样品前处理技术[J]. 食品研究与开发, 2012(9): 236-238.
- [2] 周晓萍,汪雨,邵鹏,等. 高效前处理装置及快速检测仪器在第三方检测实验室中的应用[J]. 分析仪器, 2017(5): 77-80.
- [3] 周洋平. 高精度微量液体加样装置的设计[D]. 重庆: 重庆大学, 2013: 8-9.
- [4] 刘爽. 全自动生化分析仪精密取样系统的研究与开发[D]. 沈阳: 东北大学, 2014: 7-10.
- [5] 田丹. 全自动多通道高精度分液系统设计与实现[D]. 重庆: 重庆大学, 2017: 18-22.
- [6] 赵明俐. 基于 FPGA 的自动加样器设计与实现[D]. 重庆: 重庆大学, 2015: 6-8.
- [7] 韩慧,倪荣军,孙计赞. 基于 PLC 食品检测实验室自动加液装置的设计与实现[J]. 食品与机械, 2014, 30(1): 130-132.
- [8] 李湘伟,刘尉. 基于 PLC 控制的全自动在线清洗系统的设计[J]. 食品与机械, 2015, 31(6): 130-133.
- [9] 肖亚男,周哲海,郭阳宽,等. 非接触式微量加样方法研究[J]. 自动化仪表, 2017, 38(3): 79-81.
- [10] 李志杰,蔡力钢,刘志峰. 加加速度连续的 S 型加减速规划算法[J]. 计算机集成制造系统, 2019, 25(5): 1 192-1 201.
- [11] 万娟,张莉,张冰洋,等. 基于 TMCM-6110 和 LabVIEW 的全自动酶联免疫前处理仪的设计[J]. 制造业自动化, 2016, 38(10): 1-6.
- [12] 卢可可,郭晓晖,李富华,等. 不同热风干燥方式对香菇多酚组成及其抗氧化活性的影响[J]. 现代食品科技, 2015, 31(9): 185-190.
- [13] ZHUANG Yong-liang, SUN Li-ping. Nutritional characteristics of proteins from the volva and pileus in cultivated mushroom *Dictyophora rubrovolvata* [J]. International Journal of Food Sciences and Nutrition, 2011, 62 (4): 392-396.
- [14] 饶先军,汪立成,刘春梅,等. 红托竹荪中营养成分的测定与研究[J]. 食品与发酵科技, 2013, 49(2): 78-80.
- [15] 王石磊,雷文波,姚丽文,等. 云南竹灵芝中三萜类成分的提取工艺优化[J]. 山东化工, 2018, 47(24): 13-15.
- [16] OKARTER N, LIU Chang-shu, SORRELLS M E, et al. Phytochemical content and antioxidant activity of six diverse varieties of whole wheat[J]. Food Chemistry, 2010, 119 (1): 249-257.
- [17] ABU BAKAR M F, MOHAMED M, RAHMAT A, et al. Phytochemicals and antioxidant activity of different parts of bambangan (*Mangifera pajang*) and tarap (*Artocarpus odoratissimus*)[J]. Food Chemistry, 2009, 113(2): 479-483.
- [18] 石芳,李瑶,杨雅轩,等. 不同干燥方式对松茸品质的影响[J]. 食品科学, 2018, 39(5): 141-147.
- [19] 徐耀. 红托竹荪不同部位多糖提取及体外抗氧化活性研究[J]. 食品工业科技, 2012, 33(24): 350-352.
- [20] LI Jun-jun, ZHAO Ai-ping, LI Dong-mei, et al. Comparative study of the free amino acid compositions and contents in three different botanical origins of Coptis herb[J]. Biochemical Systematics and Ecology, 2019, 83: 117-120.
- [21] ERKAN N, ÖZDEN Ö. The changes of fatty acid and amino acid compositions in sea bream (*Sparus aurata*) during irradiation process[J]. Radiation Physics and Chemistry, 2007, 76 (10): 1 636-1 641.
- [22] P EREZ-SANTAESCOL ÁSTICA C, CARBALLO J, FUL-LADOSA E, et al. Influence of high-pressure processing at different temperatures on free amino acid and volatile compound profiles of dry-cured ham[J]. Food Research International, 2019, 116: 49-56.
- [23] MANNINEN H, ROTOLA-PUKKILA M, AISALA H, et al. Free amino acids and 5'-nucleotides in Finnish forest mushrooms[J]. Food Chemistry, 2018, 247: 23-28.
- [24] 付娜,王锡昌. 电子舌分析和感官评价在游离氨基酸对中华绒螯蟹整体滋味贡献评价中的研究[J]. 食品工业科技, 2014, 35(20): 91-96.

(上接第 76 页)