

实验室用冷冻干燥机实现高精度压力和真空度控制的解决方案

Solution to Achieve High-Precision Pressure and Vacuum Control with Laboratory Freeze Dryer

摘要：本文针对实验室用冷冻干燥机的真空度控制，提出了干燥过程中的真空度精密控制解决方案。解决方案主要是采用双真空计（电容真空计和皮拉尼真空计）测量干燥过程中的真空度变化，双通道PID真空度控制器一方面采集电容真空计信号并通过电动针阀对干燥腔室的真空度进行高精度控制，同时采集皮拉尼真空计信号显示和记录整个干燥过程中的真空度变化曲线。此解决方案可完美的实现干燥过程中的真空度精密控制和监测。

在典型的真空冷冻干燥过程中，为了监控整个过程的真空度变化，一般会采取真空度比较测量方式，即在腔室和冷凝器上分别配置电容真空计和皮拉尼真空计。由此在冷冻干燥过程中，用电容真空计测量和控制腔室真空度，同时使用皮拉尼真空计进行真空度监测。这种方法利用了皮拉尼真空计的气相成分依赖性，该皮拉尼计的输出变化反映了当过程从一次干燥过渡到二次干燥时气相成分的变化。这个典型过程中的真空度和温度变化如图1所示。一般是基于电容真空计来控制腔室真空度，这不仅仅是因为它独立于气相成分而测量绝对压力（绝对真空度）。电容式压力计比皮拉尼压力计更准确、线性和稳定。

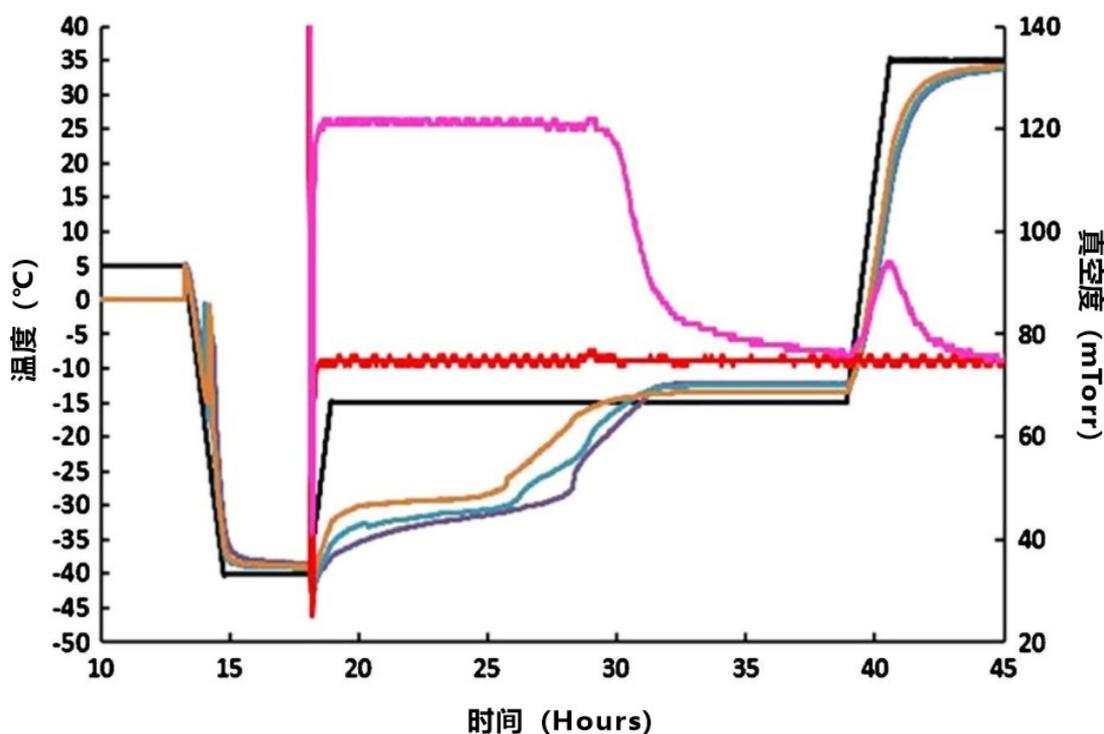


图1 真空冷冻干燥过程中的典型真空度和温度变化
皮拉尼压力表（洋红色），电容压力计（红色）
隔板温度用黑线表示，其他线是热电偶测量的单个产品温度

从上述真空冷冻干燥过程中可以看出，冷冻干燥机上需要配备两只真空计，一个是电容真空计，另一个是皮拉尼计。其中电容真空计用来控制腔室真空度，真空度控制范围在几十豪托左右，而皮拉尼计则用来监控整个真空度的变化过程并用来判断干燥过程的变化。为此，我们设计了如图2所示的冷冻干燥机真空度控制系统。

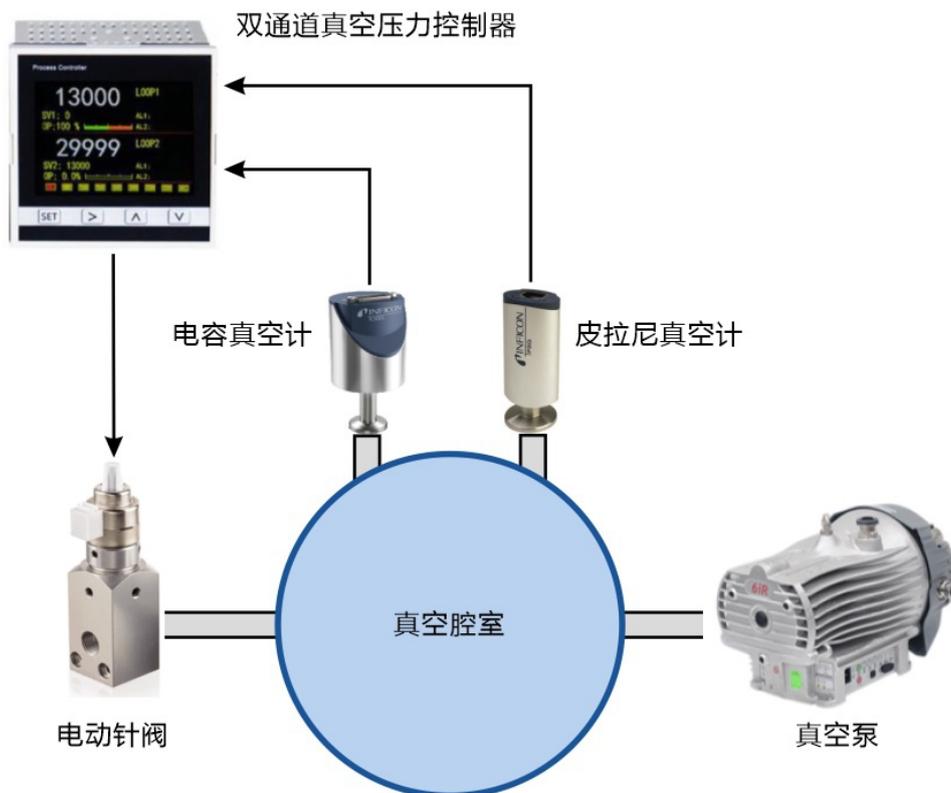


图2 真空冷冻干燥机真空度控制系统结构示意图

图2所示的控制系统主要四个部分组成，分别描述如下：

(1) 真空泵：主要用于抽取真空。在冷冻机干燥过程中，由于真空腔室一般工作在较高真空范围，所以真空泵要求处于全速开启抽取状态而无需调节排气速率。

(2) 真空计：真空计包含了电容真空计和皮拉尼真空计，其中高精度的真空计为绝对真空传感器，用来作为真空度控制用传感器。精度稍差的皮拉尼真空计由于测试量程较大，用来监视整个过程的真空度变化，并作为第一次和第二次干燥变化的判断。

(3) 电动针阀：通过步进电机来快速调节针阀的开度，以调节进气流量。

(4) 双通道PID真空度控制器：此控制器为带有PID参数自整定功能的双通道控制器，其中第一通道与电容真空计和电动针阀组成闭环控制回路用来控制腔室真空度，第二通道与皮拉尼真空计连接作为测试和显示。此双通道PID控制器具有24位AD和16位DA，采用了双浮点计算方法可使得最小输出百分比达到了0.01%的高控制精度，非常适合冷冻干燥过程中的真空度控制。而且此控制器具有标准的MODBUS协议，可与上位机进行通讯实现远程遥控。

总之，本文所述的解决方案非常适合实验室冷冻干燥机的真空度精密控制和干燥过程的监测，强大的双通道PID控制器除了可保证真空度控制精度和自动控制之外，还可以通过随机配备的计算机软件独立进行冷冻干燥机真空度控制过程的参数设置、PID参数自整定、自动运行、真空度设置和测量值的测量、曲线显示和存储。