

文章编号 1004-924X(2016)增-0287-07

基于折光法的发酵罐总糖含量在线自动测量系统

孙玉梅¹, 刘若晨², 王美春¹, 贾振江¹, 陈祥光^{2*}

(1. 烟台南山学院 电气工程学院, 山东 龙口 265713;

2. 北京理工大学 化工与环境学院, 北京 100081)

摘要:为了解决金霉素发酵罐发酵液黏度大、组分复杂、含有渣质难于在线自动检测的难题,根据折光率测量原理,采用 STM32 系列 32 位微控制器 STM32F103RCT6 作为主控制器, CCD 作为测量传感器,实现了总糖含量在线自动测量系统。分析了光线在不同介质中传播时发生的折射反射现象,给出了总糖含量测量的离线测量原理。该系统从发酵罐自动取出发酵液,经过滤得到被测料液,根据 CCD 传感器的数据计算被测料液的折光率,由此得出料液的总糖浓度值。实验结果表明,基于折光法研制的金霉素发酵罐总糖含量在线自动检测系统的测量精度为 0.1°Brix。该系统在实验过程中运行稳定,能满足企业的实际生产需求。

关键词:金霉素发酵罐;总糖含量;折光法;CCD 传感器;自动测量系统

中图分类号: TP394.1; TH691.9 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20162413.0287

On-line automatic measuring system for total sugar content in chlortetracycline fermentation tank based on refraction method

SUN Yu-mei¹, LIU Ruo-chen², WANG Mei-chun¹, JIA Zhen-jiang¹, CHEN Xiang-guang^{2*}

(1. College of Electronic Engineering, Yantai Nanshan University, Longkou 265713, China;

2. School of Chemical Engineering and Environment,
Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China)

* Corresponding author, E-mail: xgcl@bit.edu.cn

Abstract: It is hard to automatically determine total sugar content due to high viscosity, complex composition and impurities of chlortetracycline fermentation solution, therefore an online automatic measuring system for total sugar content based on refraction method was developed by using an STM32F103R microcomputer as the main controller and a CCD as the imaging sensor. The principles of refraction and reflection occur in the light propagation in different medium were analyzed and applied to measure the total sugar content in chlortetracycline fermentation tank. In the measurement, fermented liquid automatically taken out from the chlortetracycline fermentation tank was filter at first. Then the refractivity of the solution was calculated with the data of CCD, thus the total sugar content of fermented liquid was evaluated. The experimental result demonstrates that the system developed in this paper with the measuring precision of 0.1°Brix runs stably in the process of experi-

收稿日期:2016-05-29;修订日期:2016-06-18.

基金项目:烟台南山学院专项基金资助项目(No. 20161041005)

ment, and can meet the requirements of production in real field.

Key words: Chlortetracycline fermentation tank; Total sugar content; Refractive method; Charge-coupled device sensor; Automatic measuring system

1 引言

发酵工程是现代生物工程的重要组成部分,也是生物工程技术走向工业生产化的关键技术^[1]。金霉素是一种四环类广谱抗生素,是金色链霉菌发酵过程的次级代谢产物,是掺入动物饲料中的八大抗生素产品之一,金霉素以其抑菌、促生长、饲料利用率高、在肌体内残留量低的特点以及其生产技术成熟和生产成本低的优点,成为了目前饲料工业中用量最大的抑菌促生长剂^[2]。金霉素的合成途径与糖代谢密切相关,糖代谢的中间产物是金霉素合成的基础^[3]。糖的代谢为相关反应提供充足的碳源,因此,总糖浓度对整个发酵过程的影响很大,是实现发酵过程优化控制的关键指标之一。

在金霉素发酵的过程中,发酵液中的总糖主要是指具有还原性的葡萄糖、果糖、戊糖、乳糖和在测定条件下能水解为还原性单糖的蔗糖、麦芽糖以及可能部分水解的淀粉^[4]。总糖浓度对微生物的生长具有很大的影响。因此,发酵过程中总糖浓度的快速、准确测定对实际生产具有重大的意义。

国内外专家学者在糖浓度的检测方法上进行了大量研究,并提出了超声波检测法^[5]、微波检测法^[6-9]、电导率检测法、射频检测法、 γ 射线检测法和红外线检测法等新方法。这些方法各有优缺点,有些在国外的应用已经较为成熟,电导率检测法的测量结果容易受糖溶液纯度的影响;又因为该方法需要传感器电极长时间与糖溶液接触,要求电极有较高的抗腐蚀性,因此需要经常维护,清除电极积垢。该方法成本较高,难以普及。射频检测法属于非接触式测量,在测量电极表面包裹一层绝缘材料,并利用射频信号测量糖浓度,克服了电导率法的缺点,但是需要对温度的变化进行三维补偿校正。 γ 射线检测法属于非接触式测量,抗干扰能力强,且测量精度较高,但要求现场必须有严格的防护措施,避免射线对人体造成伤害,且测量结果容易受管道积垢、安装位置和介

质流动状态的影响。红外线检测法也属于非接触式测量,具有检测速度快、过程简单、无污染等优点,其缺点是测量结果的准确性依赖于校正模型的精确度,并且不适用于少量样品的分析。

我国在生物发酵工程领域在线测糖的研究起步较晚。目前,国内金霉素发酵罐总糖含量测量仍依靠人工定时到现场取样,在分析室进行手动过滤、测定和分析后再把检测结果送至生产车间,劳动强度大、耗费时间长(大约 3~5 小时)。

为了实现金霉素发酵罐总糖含量的在线自动检测,本文根据现场实际情况,基于折光率测量原理研制了一种基于折光法的在线自动检测系统。该系统采用 STM32 系列 32 位微控制器中的 STM32F103RCT6 作为主控制器,将 CCD 传感器作为测量传感器,实现了总糖含量的在线自动检测。CCD 图像传感器作为测量部件,具有光电灵敏度高、动态范围大、读出噪声低等优点^[10-12],非常符合总糖含量的检测要求。

2 基于折光率法的总糖含量离线测量

2.1 折光率法的测量原理

光线自一种透明介质进入另一透明介质的时候,由于两种介质的密度不同,光的进行速度会发生变化,即发生折射现象,如图 1 所示。根据折射定律,折射率是光线入射角的正弦与折射角的正弦的比值,即:

$$n = \sin \alpha / \sin \beta, \quad (1)$$

式中: n 为折射率, $\sin \alpha$ 为光线入射角的正弦, $\sin \beta$ 为折射角的正弦。

当光线从光疏介质 A 进入光密介质 B, 它的人射角 α 接近或等于 90° 时, 折射角就达到最高限度, 此时的折射角称为临界角 φ , 此时折射率为:

$$n = \sin \alpha / \sin \beta = 1 / \sin \varphi. \quad (2)$$

因此, 只要测定了临界角, 即可计算出折光

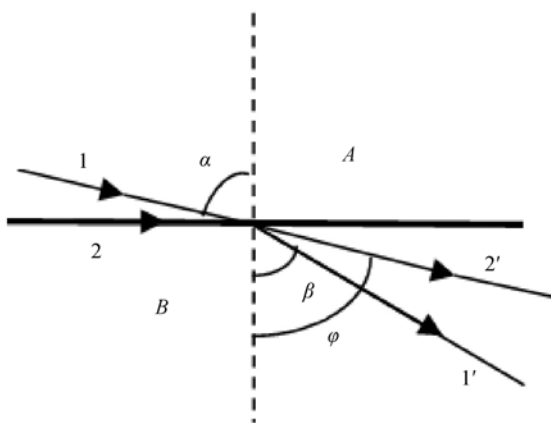


图 1 折光原理示意图

Fig. 1 Schematic diagram of refractive principle

率。若由介质 A 照入的光发生散射,则在介质 B 一边小于临界角范围内有光亮,大于临界角范围内则黑暗无光,明暗交界处的角度即为临界角。计算折光率因素可以对折光率进行校正,使得测量结果更为准确,即:

$$F = (n - n_0) / C, \quad (3)$$

式中: F 为折光率因素; n 为实际测量糖溶液的折射率; n_0 为同温度下蒸馏水的折射率; C 为溶液的浓度。

若光线从光密介质 B 射入光疏介质 A,根据光路可逆原理,当入射角大于临界角时,光线不再折射到光疏介质 A 中,而在分界面上发生反射,这种光学现象称为全反射。本文的总糖含量测量方法就是基于全反射特性而设计的。

2.2 总糖含量的离线测量原理

离线测量系统的测量原理如图 2 所示。当待

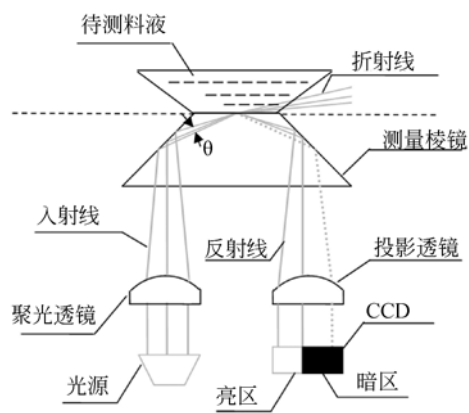


图 2 发酵液总糖含量测量原理图

Fig. 2 Principle diagram of total sugar content measurement in fermented liquid

测料液滴到传感器镜面上时,光源开启。半导体激光光源发出一束发散度极小的光,可看作平行光,利用聚光透镜将光线汇聚成 θ 包角的光锥,并投射到测量棱镜和待测料液的分界面上。入射角大于临界角的光线会发生全反射,亮度大;入射角小于临界角的光线一部分折射到待测料液中,另一部分依旧发生反射,亮度较小。反射光线经投影透镜投射到 CCD 图像传感器上,并呈现出亮区与暗区,出现明显的明暗分界线。

由于在一定温度下待测料液的糖浓度与折光率近似呈线性关系,且明暗分界线的位置随着待测料液折光率的变化而变化,所以通过获取 CCD 传感器上明暗分界线的位置,便能够计算出待测料液的折射率,并进一步得出其糖浓度(即总糖含量)。

3 发酵罐总糖含量在线自动测量系统设计

3.1 在线自动检测系统硬件设计

3.1.1 硬件总体框图

在这套总糖在线自动测量系统中,采用 STM32 单片机控制多个电磁阀、隔膜泵、风机、冲洗喷头,完成自动取样、过滤、清洗、输出废液等功能,并控制 LCD 显示现场检测数据,实现与上位机的数据通信。该系统的硬件框图如图 3 所示。

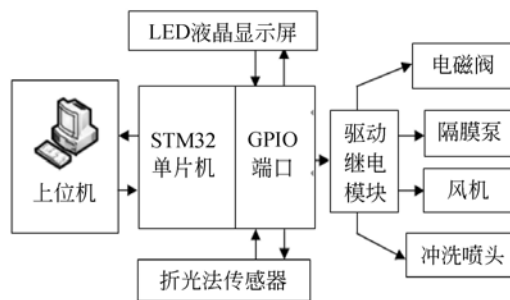


图 3 自动测量系统总体框图

Fig. 3 Scheme of total sugar content automatic measuring system

3.1.2 驱动-继电器模块

STM32 单片机的 GPIO 端口的输出电平一般为 3.3 V,这不能直接驱动系统中额定电压为

24 V 的电磁阀等器件。为了提高电路的带载能力,本文在控制芯片和执行器之间加入了一个基于 ULN2003AN 芯片的驱动-继电器模块。该模块接口如图 4 所示。

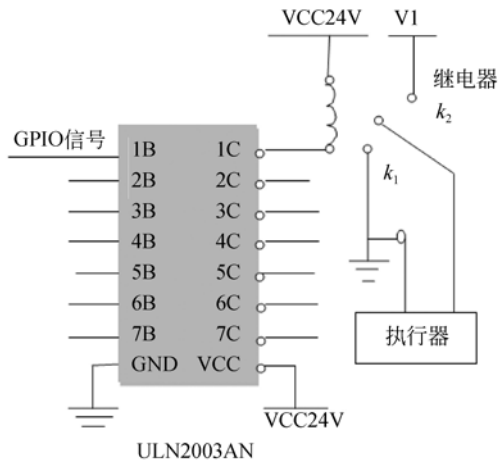


图 4 驱动-继电器模块接口示意图

Fig. 4 Interface diagram of driver module and relay circuit

图 4 中的 ULN2003AN 芯片是一种高耐压、大电流的达林顿阵列晶体管,1B 和 1C 为一组输入/输出,这样的输入/输出共有 7 组。它具有电流增益高、温度范围宽、负载能力强的特点。它的输入输出特性可以简单地概括为反相器,即当输入为高电平时,其输出为低电平;当输入为低电平时,其输出为高电平。继电器连接着执行器和驱动芯片。当 STM32 单片机输出高电平时,经驱动模块信号会变为低电平,此时继电器衔铁的动触点与静触点 k_1 接触,执行器不动作;当 STM32 单片机输出低电平时,经驱动模块信号会变为高电平,此时继电器衔铁的动触点与静触点 k_2 接触,执行器动作。

3.1.3 TFT LCD 液晶显示模块

为了满足生产要求,在系统中添加了现场显示功能。这样车间巡视人员可以不用去控制室就能够看见最新的测量结果。该系统配置了一块 2.8 英寸带触屏功能的 TFT-LCD 液晶显示屏。将 LCD 液晶显示模块的对外接口同 STM32 单片机 MCU 对应的端口连接起来,便可以完成硬件连接。STM32 单片机就可以发送指令控制 LCD 模块进行显示。

3.2 在线自动检测系统软件设计

软件设计是本系统的重要组成部分,它包括主程序、数据采集与数据传输、数据现场显示以及端口操作 4 个部分。

3.2.1 主程序

首先,主程序对系统进行初始化,包括关闭看门狗、STM32 芯片和 LCD 的初始化,I/O 和串口的初始化,设置数据的采集和传输模式,设置 I/O 端口的输入输出模式。

3.2.2 数据的采集、传输及存储

当折光测量传感探头接收到 STM32 的测量指令后,传感器对料液进行测量,随后通过 232 串口将测量结果传回 STM32 芯片,STM32 芯片再将测量数据传输至上位机进行存储和分析。该过程如图 5 所示。

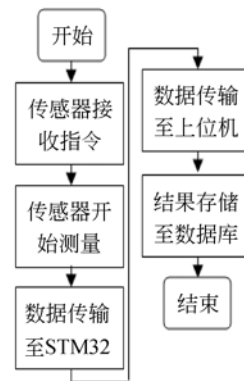


图 5 数据的采集、传输和存储流程图

Fig. 5 Flow chart of data acquisition, transmission and storage

3.2.3 数据现场显示

在主程序完成了 LCD 液晶显示模块的初始化之后,LCD 显示模块会等待 STM32 芯片发出的信号。STM32 芯片在接收到测量数据后,将该数据通过 232 串口传输给 LCD 显示模块,进行现场显示。该过程如图 6 所示。

3.2.4 端口操作

端口操作就是利用 STM32 芯片 I/O 口输出的信号来控制外部执行机构,实现系统功能的过程。通过控制 I/O 口输出高低电平,即能使该系统实现自动采样、过滤、检测、显示、清洗、排放废液等功能。由于 STM32 芯片有一部分端口具有复用功能,容易造成一些干扰,为了保证系统的稳

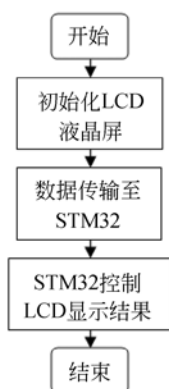


图 6 数据的现场显示流程图

Fig. 6 Flow chart of data display in field

定可靠,在此选用 STM32 芯片上独立的 I/O 端口进行程序的编写。

4 实验测试及结果分析

在工业生物发酵过程中,发酵罐料液黏度较大,且含有大量杂质。若将它直接滴在镜面进行测量,其折光率测量结果易产生偏差,会影响糖浓度的检测准确性;而且测量结束后镜面容易附着杂质,必须尽快洗净,以免影响下一次的测量。因此,在测量之前需要先将待测料液进行过滤。

4.1 实验室配制料液测试

在实验中,首先要测定实验室白糖的实际含糖量。用天平分别量取 1,3,5,7,9,10 g 白糖与清水充分混合,配制成 100 g 溶液,并添加一组不添加白糖的 100 g 清水作为对照。测量结果如表 1 所示,该结果已经进行温度补偿。

表 1 实验室配置糖溶液测量结果

Tab. 1 Measuring result of sugar solution prepared in laboratory

白糖质量/g	0	1	3	5	7	9	10
测量值/g	0	0.9	2.7	4.4	6.2	8.1	9.0

对表 1 数据进行最小二乘法线性拟合,结果如图 7 所示,得出 1 g 白糖的实际含糖量约为 0.9 g。

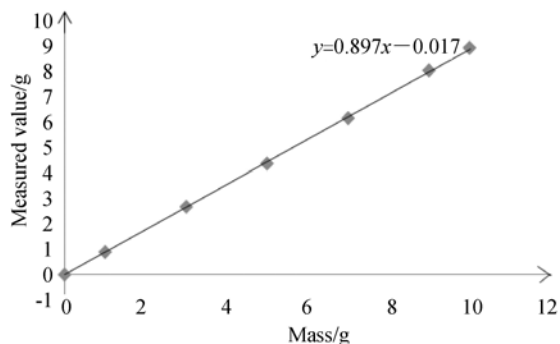


图 7 白糖质量与测量值的线性拟合

Fig. 7 Linear fitting of real data and measured data of surgar mass

随后将 4 种配料小米面、玉米面、小麦粉、黄豆粉同上述 7 种不同浓度的糖溶液混合,模拟金霉素发酵罐发酵液,保证 7 种混合溶液除含糖量不同外其他组分的配比完全相同。7 种混合溶液分别经 1000 目尼龙网过滤,测量结果如表 2 所示。表中结果均为白利糖度值,且已经进行温度补偿。

表 2 混合溶液中的含糖量测量

Tab. 2 Measurements of sugar content in mixed solution

白糖含量/ g	测量值/ °Brix	真实值/ °Brix	误差值/ °Brix	修正后/ °Brix
0	1.1	0	1.1	—
1	2.4	0.9	1.5	1.0
3	4.1	2.7	1.4	2.7
5	5.9	4.5	1.4	4.5
7	7.7	6.3	1.4	6.3
9	9.5	8.1	1.4	8.1
10	10.5	9.0	1.5	9.1

在实际生产过程中,发酵罐总糖浓度通常控制在 2%~9% 之间,如果剔除第一组不加白糖的溶液数据,将 1.4°Brix 视为固定误差对测量结果进行修正,则修正后的结果精度能达到 0.1°Brix。

4.2 现场发酵罐取样测试

本课题组人员在某金霉素生产企业的发酵罐生产现场进行了取样测量,测量结果如表 3 所示,并已经进行温度补偿。

表 3 现场金霉素发酵液取样测试结果

Tab. 3 Measuring results of chlortetracycline fermented liquid sampling on-site

样品 批号	现场分析室 测量值/°Brix	在线检测装置 测量值/°Brix	修正值/ °Brix
1	4.1	4.0	4.1
2	3.9	3.8	3.9
3	4.0	3.9	4.0
4	3.3	3.2	3.3
5	4.0	3.9	4.0
6	4.2	4.1	4.2
7	4.9	4.8	4.9
8	4.1	3.9	4.0

从表 3 中可以看出,本文设计的金霉素发酵罐总糖在线自动测量系统对实际生产过程中多批次金霉素发酵液样品总糖含量的检测结果与工厂分析室使用的 Maselli LR-01 台式折光仪的检测结果很接近,检测精度基本相同。用 0.1°Brix 的固定偏差去修正该系统的测量值,能将误差控制在 0.1°Brix 以内。

4.3 基于折光法的总糖含量测量分析

通过对实验和现场取样测试的结果进行分析,可以看出本文设计的金霉素发酵罐总糖在线自动测量系统对配制溶液的总糖含量检测和对实际生产中的金霉素发酵液的总糖含量检测都有较好的准确度。系统的检测偏差都控制在较小的范围内,能够满足实际生产过程中对金霉素发酵罐总糖含量的检测要求。

若要进一步提升折光法的测量精度,可以从

以下两个方面着手:

(1) CCD 传感器由多个图像传感器(像素)组成,各个像素之间的距离一定,像素间距越小,检测到明暗分界线的位置就越准确。因此,提高 CCD 传感器单位长度中的像素点数目,就可以提高总糖浓度的测量精度。因此,可以采用较高像素的 CCD 传感器来提高测量精度;

(2) 只有在外界条件稳定以及低悬浮物的情况下,基于折光法的测量数据才是稳定的。因此,实验中对混合液的过滤是必要的,那么提升过滤效果也可以提高测量精度,可以选择孔径更小的过滤网或者进行多层过滤以进一步减少料液中的悬浮杂质。

5 结 论

本文将折光法的测量原理用于发酵罐总糖含量测量,研制了基于折光法的发酵罐总糖含量在线自动测量系统。该系统能够实现对发酵罐料液的自动采集、过滤、检测、清洗、现场显示数据以及自动排放废液等功能。论述了金霉素发酵罐总糖在线自动测量系统的软硬件设计过程,在实验室配制多种溶液进行总糖含量的检测实验,并在实际金霉素生产过程中,人工从发酵罐采取发酵液样品,对其总糖含量进行检测。实验结果表明,本文设计的金霉素发酵罐总糖含量在线自动检测装置的测量精度高、稳定性好,误差可以控制在 0.1°Brix 以内,和离线人工分析的精度基本相同,能满足实际生产过程的要求。

参考文献:

- [1] 李艳. 发酵工程原理与应用[M]. 北京:高等教育出版社,2007.
LI Y. *Fermentation Engineering Principle and Technology* [M]. Beijing: Higher Education Press, 2007. (in Chinese)
- [2] 扶教龙,储炬,刘玉伟,等. 金霉素发酵过程的代谢特性及调控策略[J]. 中国抗生素杂志,2002,27(3): 141-144.
FU J L, CHU J, LIU Y W, *et al.*. The metabolic characteristics and the regulative strategy of chlortetracycline fermentation process [J] *Chinese Journal of Antibiotics*, 2002, 27(3): 141-144. (in Chinese)
- [3] CINQUINA A L, LONGO F, ANASTASI G, *et al.*. Validation of a high-performance liquid chromatography method for the determination of oxytetracycline, tetracycline, chlortetracycline and doxycycline in bovine milk and muscle [J]. *Journal of Chromatography A*, 2003, 987(1): 227-233.
- [4] 吴小员. 蔗糖加工过程中色值及液体糖总糖分的测定研究[D]. 广州:华南理工大学,2013.
WU X Y. *Study on Determination of the Color Value in the Process of Sugar and Total Sugar of Sugar Products* [D]. Guangzhou: South China U-

- niversity of Technology, 2013. (in Chinese)
- [5] PAL A, KUMAR H. Thermodynamic parameters of binary liquids of mixtures of some n-alkoxyethanols with water at 298.15 K deduced from ultrasonic speed and viscosity data [J]. *Physics and Chemistry of Liquids*, 2003, 41(4): 405-421.
- [6] MAKOTO, ATSUSHI, KIICHIRO. Non-destructive measurement of sugar content in apples using millimeter wave reflectometry and artificial neural networks for calibration [C]. *Asia-Pacific Microwave Conference*. Australia: IEEE, 2011: 1386-1389.
- [7] HOFMANN M, FISCHER G, WEIGEL R, *et al.*. Microwave-based noninvasive concentration measurements for biomedical applications [J]. *IEEE Transactions On Microwave Theory and Techniques*, 2013, 61(5): 2195-2204.
- [8] GUARIN G, HOFMANN M, WEIGEL R, *et al.*. Determination of sugar concentration in aqueous solutions using ultra-wideband microwave impedance spectroscopy [J]. *IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest*, 2013, 9(1): 2141-2144.
- [9] BAKLANOV A N, BOKHAN Y V, CHMILENKO F. A. Analysis of food products using carbonization and ultrasonic techniques [J]. *Journal of Analytical Chemistry*, 2003, 58(5): 489-493.
- [10] 马庆军, 宋克非, 曲艺, 等. 紫外临边成像光谱仪 CCD 电路系统的设计 [J]. *光学精密工程*, 2011, 19(7): 1538-1545.
- MA Q J, SONG K F, QU Y, *et al.*. Design of CCD circuit systems for ultraviolet limb imaging spectrometers [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2011, 19(7): 1538-1545. (in Chinese)
- [11] 卢振华, 郭永飞, 李云飞, 等. 利用 CCD 拼接实现推扫式遥感相机的自动调焦 [J]. *光学精密工程*, 2012, 20(7): 1559-1565.
- LU ZH H, GUO Y F, LI Y F, *et al.*. Realization of auto-focus on APRC using CCD stitching [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2012, 20(7): 1559-1565. (in Chinese)
- [12] 武奕楠, 李国宁, 张宇. 空间相机焦平面 CCD 交错拼接重叠像素计算 [J]. *光学精密工程*, 2016, 24(2): 422-429.
- WU Y N, LI G N, ZHANG Y. Calculation of overlapping pixels in interleaving assembly for CCD focal plane of space camera [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2016, 24(2): 422-429. (in Chinese)

作者简介:



孙玉梅(1974—),女,山东烟台人,副教授,硕士研究生,1997年于成都理工大学获得学士学位,2009年于青岛大学获得硕士学位,主要从事智能检测技术、嵌入式、建模优化方向的研究。E-mail: sun5185@163.com

通讯作者:



陈祥光(1953—),男,福建福安人,教授,博士生导师,1986年于北京工业学院获得硕士学位,2000年于北京理工大学获得博士学位,主要从事智能测控技术、智能仪器仪表研发技术、过程数学建模与优化方法的研究。E-mail: xgc1@bit.edu.cn