

# 过程参数对玫瑰的真空冷冻干燥时间试验研究

秦红平, 崔伟

(安徽理工大学 土木建筑工程学院, 安徽 淮南 232001)

**摘要:** 采用正交实验设计方案, 对玫瑰花进行了真空冷冻干燥实验, 建立了冻干时间与冻干室压强、加热板温度二次回归数学模型, 并以图形输出。

**关键词:** 玫瑰; 真空冷冻干燥; 数学模型; 优化

**中图分类号:** S 685.12   **文献标识码:** A   **文章编号:** 1001—0009(2010)19—0103—03

在生活中玫瑰主要被用来点缀园林, 美化庭院及居住区环境。玫瑰虽美却容易凋零, 若将玫瑰制成干花, 可延长其观赏寿命。真空冷冻干燥是物质脱水干燥的一种工艺措施<sup>[1]</sup>, 是制成干花最好方法之一。

## 1 试验设备

该试验是在 LGJ-25 型真空冷冻干燥机上进行的, 该机是由军事医学科学院实验仪器厂研制, 北京四环科学仪器厂生产的 LGJ-25 型真空冷冻干燥机。此机的冷阱腔兼作物品预冻室见图 1。

## 2 试验过程

### 2.1 预处理

选择玫瑰时, 选择植株强壮, 花枝上小花开放率 80% 左右的鲜花。花朵形体端庄, 花瓣肥厚丰满, 花色鲜艳纯正, 茎秆挺拔坚实。预冻前将鲜花进行护色处理, 把鲜花置于 10% 酒石酸溶液中浸泡 10 min, 取出吸去多余护色液, 然后再预冻<sup>[2]</sup>。

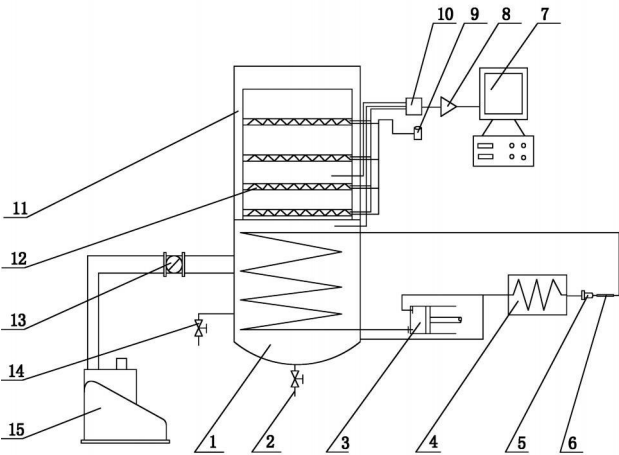


图1 LGJ-25 型真空冷冻干燥机简图

注: 1: 冷阱; 2: 放水阀; 3: 压缩机; 4: 冷凝器; 5: 过滤器; 6: 毛细管; 7: 计算机; 8: A/D 板; 9: 电加热器; 10: 热电偶接线端子; 11: 干燥室; 12: 隔板; 13: 蝶阀; 14: 放气阀; 15: 旋片泵。

### 2.2 试验方法

在该试验过程中, 冷阱的最终温度是 -59℃, 冻结

第一作者简介: 秦红平(1978-), 女, 江西九江人, 硕士, 讲师, 研究方向为低温制冷。E-mail: xwtal@sohu.com。

收稿日期: 2010—06—24

## Effects of Different N, P, K Combined Application on Yield of Marigold

ZHU Ya<sup>1</sup>, ZHAO Yong-ping<sup>k, 2</sup>, ZHOU Yan-fang<sup>1</sup>, LIU Qiang<sup>1</sup>, YANG Xian-zhong<sup>1</sup>, HE Your-ping<sup>1</sup>, HE Yan<sup>1</sup>

(1. Gansu State Farms Academy of Agricultural Reaserches, Wuwei, Gansu 733006; 2. College of Agronomy, Gansu Agricultural University, Lanzhou, Gansu 730070)

**Abstract:** Study on the effects of different N, P, K combined application on yield of marigold, utilizing “3414” regression design, research the relationship between different N, P, K combined application and yield of fresh flowers. The results showed that N, P, K combined application would significantly increased the fresh flowers yield of marigold, the yield of each fertilizing treatment was increased 4 312.02 kg/hm<sup>2</sup> to 12 471.92 kg/hm<sup>2</sup> respectively. The optimal yield was 48 382.98 kg/hm<sup>2</sup>, which fertilizer rate was nitrogen fertilizer(N): 169.68 kg/hm<sup>2</sup>, phosphate fertilizer(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>): 111.16 kg/hm<sup>2</sup>, potassium fertilizer(K<sub>2</sub>O): 67.13 kg/hm<sup>2</sup>, and the net income would increased 5 282.04 Yuan per hectare.

**Key words:** marigold; N, P, K; yield; fertilizer

温度是-16℃,保温时间 1 h 比较合理<sup>[2]</sup>。由于冻干时间很费时间,为了保证试验期间试验材料的一致,应该在尽量短的时间里完成试验内容<sup>[3]</sup>。

根据试验可知 降温速率对干燥时间几乎没有影响,在正交实验中不考虑降温速率。因此考虑 2 个因素:隔板温度  $T$ 、冻干室压强  $P$ 。因素取 4 水平,选用  $L_{16}(4^5)$  正交表,各因素的各水平值如表 1 所示。根据因素水平表列出正交实验表 2。该试验的试验指标为真空冷冻干燥的干燥时间,根据提高升华速率,缩短干燥周期的目的,干燥时间的数值越小越好。

2.3 回归方程分析

将试验数据输入到 Excel 表中,通过 Excel 中的数据分析,可以求出方程中的系数从而得到方程。

(1)一次函数: $y=9.52625-0.04425t+0.004167p$ ;  
(2)二次多项式: $y=9.962188-0.04925t-0.01042p+6.25\times 10^{-5}t^2+13.9\times 10^{-5}p^2$ ;  
(3)三次多项式: $y=0.754687+0.831458t-0.10681p-0.02294t^2+0.002083p^2+19.2\times 10^{-5}t^3-1.2\times 10^{-5}p^3$ ;  
(4)含交叉项的二次多项式: $y=10.10219-0.05275t-0.01308p+6.25\times 10^{-5}t^2+13.9\times 10^{-5}p^2+6.67\times 10^{-5}t\times p$ 。为了方便比较,将 4 个回归方程相应的评价指标列于表 4 中。它们是  $s$ —残差平方和,  $R$ —相关系数,  $F$ — $F$  检验值。  $s$  越小,回归精度越高;  $R$  和  $F$  值越大,回归方程越显著。

从表 4 可以看到,三次多项式的  $s$  最小,  $R$  和  $F$  最大。所以三次多项式最好。

表 1 过程参数的因素水平

水平	列号	
	隔板温度 $A/^{\circ}\text{C}$	干燥室压强 $B/\text{Pa}$
1	25	30
2	35	45
3	45	60
4	55	75

表 2 正交实验表  $L_{16}(4^5)$

	A	B	干燥时间 $y$
1	25	30	8.55
2	25	45	8.50
3	25	60	8.65
4	25	75	8.65
5	35	30	8.30
6	35	45	8.25
7	35	60	8.40
8	35	75	8.50
9	45	30	7.55
10	45	45	7.50
11	45	60	7.60
12	45	75	7.65
13	55	30	7.30
14	55	45	7.25
15	55	60	7.40
16	55	75	7.55

表 3 回归方程模型数据

试验号	温度 ( $x_1$ )	压强 ( $x_2$ )	$x_1^2$	$x_2^2$	$x_1x_2$	$x_1^3$	$x_2^3$	干燥时间 $y$
1	25	30	625	900	750	15 625	27 000	8.55
2	25	45	625	2 025	1 125	15 625	91 125	8.50
3	25	60	625	3 600	1 500	15 625	216 000	8.65
4	25	75	625	5 625	1 875	15 625	421 875	8.65
5	35	30	1 225	900	1 050	42 875	27 000	8.30
6	35	45	1 225	2 025	1 575	42 875	91 125	8.25
7	35	60	1 225	3 600	2 100	42 875	216 000	8.40
8	35	75	1 225	5 625	2 625	42 875	421 875	8.50
9	45	30	2 025	900	1 350	91 125	27 000	7.55
10	45	45	2 025	2 025	2 025	91 125	91 125	7.50
11	45	60	2 025	3 600	2 700	91 125	216 000	7.60
12	45	75	2 025	5 625	3 375	91 125	421 875	7.65
13	55	30	3 025	900	1 650	166 375	27 000	7.30
14	55	45	3 025	2 025	2 475	166 375	91 125	7.25
15	55	60	3 025	3 600	3 300	166 375	216 000	7.40
16	55	75	3 025	5 625	4 125	166 375	421 875	7.55

表 4 检验比较结果

方程形态	残差平方和 $s$	相关系数 $R$	$F$ 检验值	说明
一次函数	0.30575	0.96	84.91	最好
二次多项式	0.28590	0.97	38.10	
三次多项式	0.17793	0.99	514.50	
含交叉项的二次多项式	0.28701	0.97	27.97	

由此得到试验的最优回归方程为: $y=0.754687+0.831458t-0.10681p-0.02294t^2+0.002083p^2+0.192000\times 10^{-3}t^3-0.120000\times 10^{-4}p^3$ ;回归方程的有效范围为  $25\leq t\leq 55; 30\leq p\leq 75$ 。

根据最优回归方程 列出其相对误差。

2.4 回归方程各参数关系图形化输出

由最优的回归方程,可以作出单因素变化曲线:固定压强( $P=45\text{ Pa}$ ),得到干燥时间  $y$  和隔板温度  $t$  的关系曲线(图 2);固定温度( $T=35^{\circ}\text{C}$ ),可得到干燥时间  $y$  和压强  $P$  的关系曲线(图 3)。

表 5 最优回归方程的相对误差

试验号	温度 $/^{\circ}\text{C}$	压强 $/\text{Pa}$	试验值 $y/\text{h}$	回归计算值	相对误差 $/\%$
1	25	30	8.55	8.5500	0
2	25	45	8.50	8.5218	0.2565
3	25	60	8.65	8.7018	0.5988
4	25	75	8.65	8.8473	2.2809
5	35	30	8.30	8.3326	0.3928
6	35	45	8.25	8.3043	0.6582
7	35	60	8.40	8.4844	1.0048
8	35	75	8.50	8.6298	1.5271
9	45	30	7.55	7.5592	0.1219
10	45	45	7.50	7.5309	0.4120
11	45	60	7.60	7.7110	1.4605
12	45	75	7.65	7.8564	2.6980
13	55	30	7.30	7.3818	1.1205
14	55	45	7.25	7.3535	1.4276
15	55	60	7.40	7.5336	1.8054
16	55	75	7.55	7.6790	1.7086

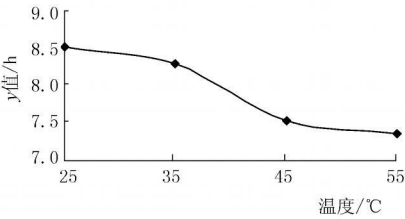


图2  $y-t$  曲线

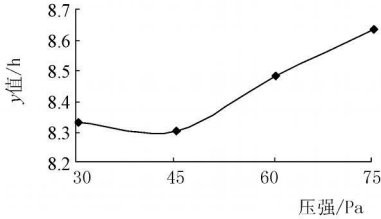


图3  $y-p$  曲线

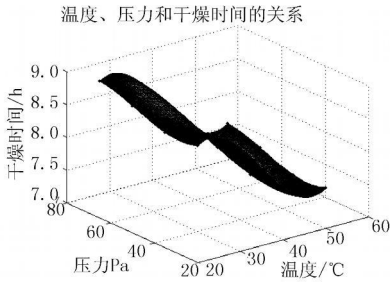


图4  $y-f(t, p)$  关系图

由最优回归方程,可以对隔板温度  $t$ 、干燥室压强  $P$  与干燥时间  $y$  之间的关系做定量分析。可以得到  $y$  与  $t$  和  $P$  之间关系的三维曲面图(图4)。图5为最优回归方程输出的计算值和试验数据的比较图。

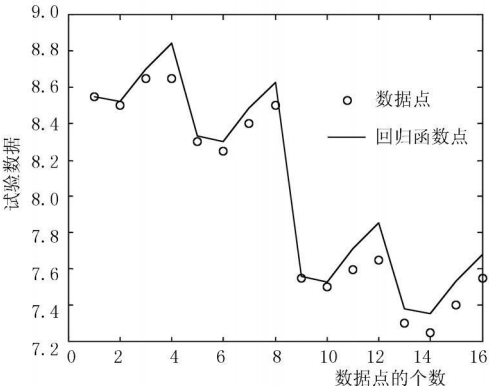


图5 最优回归方程输出的计算值

挑选一组参数:  $t=45\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $p=45\text{ Pa}$ , 做验证试验, 干燥时间为  $7.50\text{ h}$ , 由回归方程得到的干燥时间为  $7.53\text{ h}$ , 相对误差为  $0.3984\%$ 。图6为验证试验得到的冻干曲线, 曲线显示了冷阱温度、隔板温度、玫瑰花的温度。

3 结论

在试验研究的基础上,建立了隔板温度  $t$ 、干燥室压强  $P$  与干燥时间  $y$  之间最优回归方程。

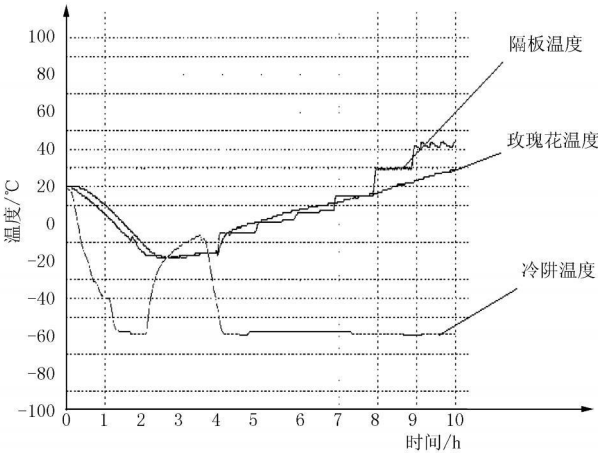


图6 验证试验的干燥曲线

试验过程中由于时间的紧迫,所作的试验对象主要是玫瑰花瓣,今后应该深入发展,冻干最好以整支花朵为对象。

在干燥时间分析中没有考虑物料预处理时间,所以这一指标的结果与生产有一定的偏差,在进行类似的分析时,应考虑该因素的影响。

参考文献

[1] 徐成海, 邹惠芬, 张世伟. 真空冷冻干燥技术的现状及发展趋势[J]. 真空与低温, 2000(6): 71-74.  
[2] 赵鹤皋, 林秀诚. 冷冻干燥技术[M]. 武汉: 华中理工大学出版社, 1990.  
[3] Hajime tamon, Hajime ishizaka. Freeze drying for preparation of areogel-like carbon[J]. Drying Technology, 2001, 19(2): 313-324.

Study of Process Parameters on the Vacuum Freeze-drying Time of the Rose

QIN Hong-ping, CUI Wei

(College of Civil Engineering and Architecture, Anhui University of Science and Technology, Huainan, Anhui 232001)

**Abstract:** The vacuum freeze drying of rose was conducted according to the methods of quadratic thogonal experiment. Based on the result, the mathematical models of productivity with heating temperature and pressure of drying chamber were established, and graphics output.

**Key words:** rose; vacuum-freezing drying; mathematical model; optimization