

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0001-04

STUDY OF PbO EFFECTS ON THE PROPERTIES OF FOAM GLASS

GUO Hong-wei, GONG Yu-xuan, GAO Shu-ya, TIAN Peng

(School of Materials Science & Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** The high density foam glass is prepared by sintered method using waste cathode ray tubes neck glass and PbO as raw materials, adding a certain quantity SiC, PbF<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The properties of high density foam glass were analyzed by means of XRD and SEM. The results show that the higher the foaming temperature, the lower the density. With the addition of PbO, the foaming temperature gradually decreases density and intensity gradually increasing. There are three needle-like phases PbFeO<sub>2</sub>F、Pb and PbO, to improve the mechanical properties of the sample, which holding 30 min under the foaming temperature 810 °C.

**Key words:** new building material; foam glass; high density

**CLC Number:** TQ171                      **Document Code:** A

0 Introduction

Microcrystal foam glasses can insulate heat, absorb mechanical wave, and proof moisture. Also have the property of high mechanical strength, low thermal conductivity, stable thermal property, non-flammable, stable shape, wide temperature working range, non-radioactive, and easy to process. Without the low mechanical strength of foam glasses and the expensiveness of microcrystal glasses<sup>[1]</sup>.

Recent decades terrorists have attacked national buildings all around the world. Such as, 1993 car bomb in the central garage of World Trade Center, 1998 car bomb attack of US embassy, 2002 disaster of World Trade Center and the Pentagon, all these stressed the necessity of new building materials that can absorb the shock wave of explosions<sup>[2]</sup>. The high density foam glass in this paper is prepared by sintered method using waste cathode ray tubes neck glass and PbO as raw materials, adding a certain quantity SiC, PbF<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Research of holding time and PbO content effect to properties to foam glasses are available and thoroughly discussed.

1 Experimental

1.1 Raw materials and ratios

In this thesis, the main materials of high density foam glass we introduced are mainly some reachable materials. Mainly as waste cathode ray tube, PbO, analytical reagent, SiC, PbF<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. And here in this thesis we take Tab. 1 as the ratios and raw materials of the high density foam glass we discussed.

Tab. 1 Ratios of foam glass/wt%

Waste glasses	PbO	PbF <sub>2</sub>	SiC	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
58~80	3~30	3	3	3	3

We use the procedure below: first pulverize the cathode ray tube, wash, and dry then ball grind (through 200 sieve mesh). Mix the raw materials according to Tab. 1, later ball grind for 15 min, pass 100 sieve mesh to make batch. Dry pressing at 10 MPa, finally put the pressed sample into muffle and heat as the heat curve in Fig. 1. In Fig. 1, from A to D the heating rate is increasing gradually. DE as

\* 收稿日期:2009-12-23  
作者简介:郭宏伟(1979—),男,陕西省周至县人,讲师,硕士,研究方向:玻璃功能材料  
基金项目:陕西科技大学科研自选项目(ZX/09—19)

foam insulation stage, *FG* as annealing insulation stage, *GH* as the slow annealing stage. The foam temperature of each sample is defined as the method reference [3] discussed.

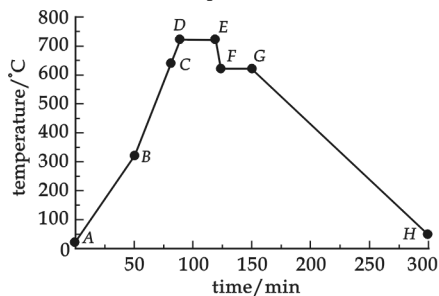


Fig. 1 Heating curve of foam glass

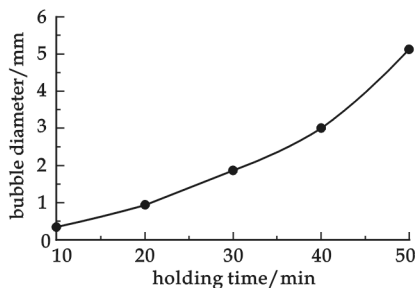


Fig. 2 Curve of holding time and bubble diameter

After the synthesis and sintering of the high density foam glass, we used these technical procedures to determine the chemical and physical properties of the high density foam glass: use JXD- II reading microscope to determine the bubble diameter; use drainage to determine the apparent density; use PT-1036PC material testing machine to determine the bending strength and the compressive strength; use Rigaku D/max 2200PC X-ray to determine the crystalline phase precipitates; use KYKY1000B scanning electronic microscope to determine the surface morphology and pore distribution.

## 2 Results and Discussion

### 2.1 Foam insulation time effects on bubble diameter

Experiment found that under the foaming temperature, the holding time significantly affects the bubble diameter. Fig. 2, with the glass cullet dosage of 70%, is the curve of holding time and bubble diameter under foaming temperature of 800 °C.

As can be seen from Fig. 2, with the extended holding time, the bubble diameter is gradually increasing. When thermal insulated for 10 min, the bubble diameter is about 0.35 mm, there largely existed small pores with the diameter of 0.1 mm, and the density of glass is high. When the holding time ranges 20~30 min, the bubble diameter is about 1~2 mm; and the holding time of 40~50 min, the bubble diameter is larger than 3 mm with lower density than the holding time of 20~30 min. In addition from the sawing cross-sectional area, when thermal insulated for 40~50 min, in the bottom of the specimen exists some large pore, and the pore in the top of the specimen is smaller. This is because in normal circumstances, the gas thermal expansion coefficient is larger than the solid. Meanwhile, the specimen temperature at the bottom is larger than the surface and the pore grown up faster. With the growing up of pores, the thermal conductivity is getting worse, and the difference of temperature becoming larger, and then larger pores were precipitated in the bottom.

### 2.2 PbO effects to the foaming temperature

PbO is a kind of metal oxide with large density, at room temperature its density is 9.375 g/cm<sup>3</sup>, and the glass forming temperature is low. After added 3%~30% PbO in the specimen, foaming temperature of the specimen suffered different degrees of change. Fig. 3 is the curve of the PbO and the foaming temperature.

As can be seen from Fig. 3, with the increasing of PbO dosage the foaming temperature decreases gradually. When added 30% PbO, the foaming temperature decreased to 800 °C. This is because under room temperature, the melting point of PbO is 886 °C, and the boiling point is 1 470 °C; Meanwhile, with the addition of PbF<sub>2</sub> and Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> which have lower melting points, it is easy to form eutectic with PbO. With increasing amount of lower melting point PbF<sub>2</sub> and Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, the eutectic produced more, and the foaming temperature decreased.

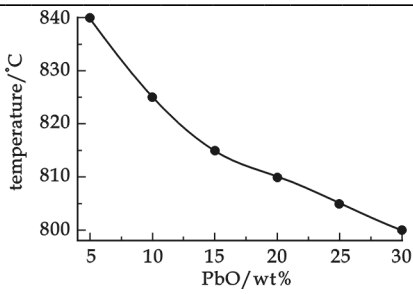


Fig. 3 Curve of the PbO and the foaming temperature

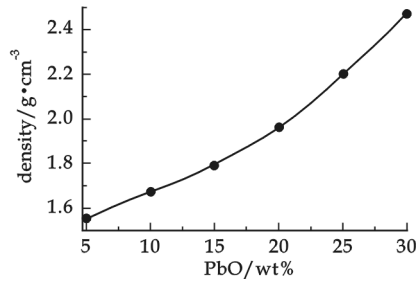


Fig. 4 Curve of the PbO and the density

2.3 PbO effects to the density

High density porous material can be conducive to fully absorb the shock waves generated by explosions. Experiment with certain amount of PbO produced high density foam glass with can absorb shock waves significantly. Fig. 4 is the curve of the PbO and the density. (Density is determined at the average bubble diameter of 1 mm)

As can be seen from Fig. 4, the density of the specimen is increased with the increasing amount of PbO, and join larger more significantly its density increased. This is because when the mass of sample is certain, with the PbO increased, the glass cullet used decreases. Meanwhile, the density of PbO is larger than that of the glass cullet. So, the density is increased significantly with the PbO more added in. When the amount of PbO is 30%, the density of the sample is  $2.47 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ .

2.4 PbO effects to mechanical properties

To absorb the shock waves, the material must have optimized mechanical properties, high density and high porosity. Fig. 5 is the curve of the PbO and the mechanical properties. (Strength is determined at the average bubble diameter of 1 mm)

As can be seen from Fig. 5, the bending strength and the compressive is increased with the increasing amount of PbO. This is because in the foaming procedure there precipitated great quantities of high strength crystals. Also can be seen from Fig. 6 the XRD of specimen, with 20% PbO added and holling time 30 min at the foaming temperature of 810 °C, there precipitated three kinds of crystals:  $\text{PbFeO}_2\text{F}$ , Pb and PbO. This is because in the foam sintering process there are these reactions:

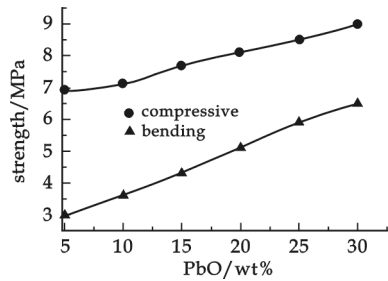
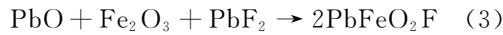
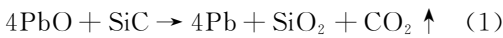


Fig. 5 Curve of the PbO and mechanical properties



After the precipitation of crystals in the sample, when subjected to external forces, the stress transfer can not be a straight line path, but bypass the crystalline particles roundabout forward, and then the crack path becomes longer. In this process, the stresses are absorbed, and the fracture toughness increased simultaneously<sup>[1,4]</sup>. Other report suggested that the precipitated Pb and its compounds can be stably existed in the sample, and will not cause environmental pollution<sup>[5]</sup>.

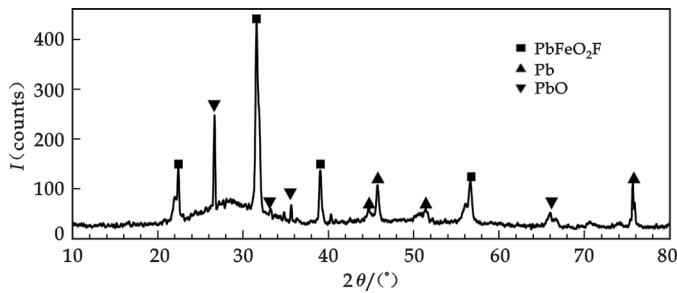


Fig. 6 XRD of foam glass

In addition, seen from Fig. 7 SEM of the specimen, the pores of the specimen are mostly open pores, and are evenly distributed; and in the bubble wall there evenly precipitated large numbers of needle-like crystals, and partly existed in smaller pores, then filled the bubble hole and displayed good me-

chanical properties. Otherwise, combined with other building materials such as steel and cement, the high density foam glass can be used in the critical areas in the internal and external wall of buildings which is vulnerable to terrorist attacks, to absorb the destructive energies of shock waves caused by explosions.

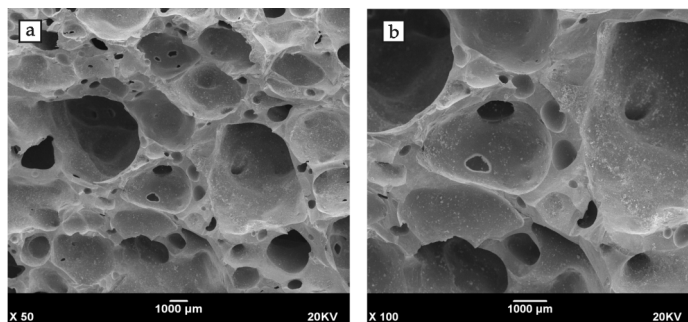


Fig. 7 SEM of foam glass

### 3 Conclusions

With the increasing dosage of  $\text{PbO}$ , the foaming temperature decreased gradually. At the same time, the density, strength increased simultaneously. When hold at  $810\text{ }^{\circ}\text{C}$ , the foaming temperature, for 30 min. Samples precipitated  $\text{PbFeO}_2\text{F}$ ,  $\text{Pb}$ ,  $\text{PbO}$  needle-like crystals and the mechanical performances optimized.

### References

- [1] Guo Hongwei, Gao Dangni, Gao Shuya. Study and characterization of microcrystal foam glass[J]. New Building Materials, 2005, (9):48-50.
- [2] Hojaji, Hamid, Buarque de Macedo. Large high density foam glass tile[P]. US6964809, 2005-11-15.
- [3] Gao Shuya, Guo Hongwei, Liu Xinnian. A device to determine the foam temperature of foam glass[P]. CN201152787Y, 2008-11-19.
- [4] ShaanXi University of Science and Technology. Glass Technology[M]. Beijing: Beijing Light Industry Press, 1982:45-63.
- [5] Mengjun Chen, Fu-Shen Zhang, Jianxin Zhu. Lead recovery and the feasibility of foam glass production from funnel glass of dismantled cathode ray tube through pyrovacuum process[J]. Journal of Hazardous Materials, 2009, 161(2-3):1 109-1 113.

## PbO 对泡沫玻璃性能影响的研究

郭宏伟, 龚煜轩, 高淑雅, 田 鹏

(陕西科技大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**以废阴极射线管颈玻璃和氧化铅为主要原料, 加入一定量的碳化硅、氟化铅、三氧化二铁、氧化钽, 采用烧结法制备高密度泡沫玻璃, 通过 XRD、SEM 等分析手段对泡沫玻璃的性能进行了研究. 结果表明, 发泡温度越高, 制品密度越小; 随  $\text{PbO}$  加入量的增加, 发泡温度逐渐降低, 密度和强度逐渐增大. 试样在发泡温度  $810\text{ }^{\circ}\text{C}$  下保温 30 min, 产生了  $\text{PbFeO}_2\text{F}$ 、 $\text{Pb}$ 、 $\text{PbO}$  等 3 种针状晶体, 试样力学性能提高.

**关键词:**新型建筑材料; 泡沫玻璃; 高密度

中图法分类号: TQ171

文献标识码: A



## EFFECTS OF MTGASE AND SPI ON THE GEL PROPERTIES OF *SAROTHERODON NILOTICA* SURIMI

ZHANG Yin<sup>1</sup>, ZENG Qing-xiao<sup>2</sup>, ZHANG Jia-min<sup>1</sup>, WANG Wei<sup>1</sup>

(1. Chengdu University, Sichuan Province Key Laboratory of Meat Processing, Chengdu 610106, China; 2. College of Light Industry and Food Science, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

**Abstract:** Effects of microbial transglutaminase (MTGase) and soy protein isolate (SPI) on the gel properties of tilapia surimi were investigated. The addition of SPI alone decreased the gel strength of surimi gel significantly ( $p < 0.05$ ) when the concentration of SPI was increased, but the addition of SPI with MTGase increased the gel strength of surimi gels significantly ( $p < 0.05$ ). The gel strength of surimi gels increased when MTGase was added alone. The water holding ability of surimi gels decreased significantly ( $p < 0.05$ ) when MTGase was added alone or with SPI, the whiteness of surimi gels was reduced significantly ( $p < 0.05$ ) when SPI was added with MTGase. SDS-polyacrylamide gel electrophoresis indicated that MTGase induced crosslinking of myofibril proteins or myofibril proteins with SPI. This is the main reason that the gel properties of surimi gels changed after the addition of MTGase alone or with SPI.

**Key words:** surimi; tilapia; soy protein isolate; MTGase

**CLC Number:** S984.2

**Document Code:** A

### 0 Introduction

Soy protein isolate (SPI) is nutritional and functional<sup>[1]</sup>, it has been widely used in meat processing such as in surimi based products<sup>[2]</sup>. Gel functionality, such as texture and color, is most important for surimi-based products. Such properties are greatly influenced by the composite characteristics and level of ingredients as well as by the dispersion and physical state of particulates and the gelling procedure<sup>[3]</sup>. Soybean protein is a common ingredient in many surimi-based foods<sup>[2]</sup>. When it is added into surimi or surimi based products as an ingredient, it influences the gel functionality of surimi or surimi based products differently. Chang-Lee *et al.* suggested that soy protein isolate (SPI) produced no significant alteration to gel strength when it was added in whiting surimi gels<sup>[4]</sup>. Park<sup>[5]</sup> indicated that the shear strain of surimi gel decreased, and the shear stress was increased, when 1 g/100 g SPI was added into medium-grade Alaskan pollock surimi. Furukawa *et al.* reported that the addition of SPI affected the gel properties and modori phenomena of Alaskan pollock surimi<sup>[6]</sup>. Recently, Luo *et al.* found that the breaking force and deformation of silver carp surimi gels decreased as the concentration of SPI increased<sup>[7]</sup>; similar results were obtained when SPI was added into bighead carp surimi<sup>[8]</sup>, Alaska pollock and common carp surimi<sup>[2]</sup>. However, there has been little research on the effects of SPI on the gel properties of tilapia

\* 收稿日期:2009-11-17

作者简介:张 莹(1981—),男,甘肃省平凉市人,讲师,博士,研究方向:食品工程

pia surimi, and little research has been reported on the effects of SPI and microbial transglutaminase (MTGase) on the gel properties of tilapia surimi.

Researchers have found transglutaminase induced cross-linking of myofibrillar/soy protein mixtures<sup>[9]</sup> or surimi proteins<sup>[10]</sup>, and tilapia is a major fresh water fish in China and it will be widely used for surimi production due to its availability<sup>[11]</sup>. Therefore, the objective of this study is to investigate the effects of SPI and MTGase on the gel properties of tilapia surimi.

## 1 Materials and Methods

### 1.1 Chemicals and equipment

MTGase was kindly provided by Shanghai Sungel Biotechnology Co., LTD (100  $\mu\text{g}$ ) and SPI (Jingui 1100) was kindly supplied by Jilin Bu'er Protein Co., Ltd. The protein and water contents of SPI were 92% and 4.81%, respectively. All reagents used in the experiments were analytical grade or better, and purchased from Dongguan Jingke Instrument CO., LTD. (Guangdong, China).

### 1.2 Surimi preparation

Fresh tilapias (<500 g) were purchased in Guangzhou from the Huangsha Aquatic Produce Wholesale Market and transported to the research laboratory within 1 h. The fish temperature was controlled to be lower than 10  $^{\circ}\text{C}$  and they were manually headed, gutted, and washed with cold water (5  $^{\circ}\text{C}$ ). Then a fish meat separator was used to separate the fish bones from the meat, and the minced meat was washed twice at a mince/water ratio of 1 : 3 (w/w) with cold water (5  $^{\circ}\text{C}$ ). Finally, the washed mince was dewatered using a model SSF300 centrifugal machine operating at  $1\,050 \times g$  for 1 min. The moisture content of the washed mince or fresh surimi was 82 g/100 g. Two batches were prepared.

### 1.3 Surimi gel preparation

Fresh surimi (500 g) was placed into a mixer HSN-29 and chopped with salt (2.5 g/100 g, meat weight basis) for 10 min. The temperature of the mixture was kept below 10  $^{\circ}\text{C}$  while it was chopping. SPI (2 or 5 g/100 g), MTGase (0.5 or 1 g/100 g), and the mixture of MTGase and SPI (MTGase 0.5 g/100 g and SPI 2 g/100 g, MTGase 1 g/100 g and SPI 5 g/100 g) were added into the surimi, modulating the moisture content to 82 g/100 g, and mixing thoroughly prior to heating. The meat paste was then manually stuffed into polyvinylidene casings (30 mm diameter) and both ends were closed tightly. The surimi gel was prepared by setting the meat paste in a water bath at  $40 \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$  for 30 min, then heating in a water bath at  $90 \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$  for 20 min. The gels were then cooled with running water and stored for 24 h at 4  $^{\circ}\text{C}$  prior to analysis.

### 1.4 Gel strength analysis

The gel strength of the surimi gels was analyzed using a texture analyzer, TA-XT2i (Stable Micro Systems, UK). Gels were equilibrated and measured at room temperature (28~30  $^{\circ}\text{C}$ ). At least nine cylinder-shaped samples (diameter 30 mm, length 30 mm) were equilibrated and evaluated at room temperature (28~30  $^{\circ}\text{C}$ ). Breaking force (g) and deformation (mm) were measured using the texture analyzer equipped with a spherical plunger (diameter 5 mm; depression speed 60 mm/min). Breaking force (BF), deformation (DM) and breaking force by deformation (BFD, g  $\cdot$  cm) was used to indicate the gel strength<sup>[12]</sup>.

### 1.5 Determination of color

The color of the surimi gels was determined using a CR-400 colorimeter as described by Park<sup>[5]</sup> as

follows:

$$\text{Whiteness} = L^* - 3b^*$$

1.6 Determination of water holding ability (WHA)

A cylinder-shaped gel sample (30 mm diameter) with a thickness of 5 mm was weighed ( $W_1$ ) and placed between three pieces of qualitative filter papers each above and below the sample. A standard weight (5 kg) was placed on the top of each sample and rested there for 2 min. The sample was then removed and weighed again ( $W_2$ ). Expressible moisture was calculated from three determinations and expressed as follows:

$$\text{WHA}(\%) = 100 - \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100$$

1.7 SDS-polyacrylamide gel electrophoresis (SDS-PAGE)

SDS-PAGE analysis was performed according to the method of Laemmli<sup>[13]</sup>.

1.8 Statistical analysis

Analysis of variance (ANOVA) was performed and mean comparisons were run by Duncan's multiple range test using the SAS system for Windows 9.0 (SAS Institute, Cary, NC, USA). Bars in figures represent the standard deviations from the mean of nine determinations and different letters indicate significant differences among the treatments ( $p < 0.05$ ).

2 Results and Discussion

2.1 Effect of SPI on the gel strength of surimi gels

Effects of SPI on the gel strength of surimi gels are shown in Fig. 1. The addition of SPI showed no significant ( $p > 0.05$ ) influence on the breaking force and deformation when it was added at the concentration of 2 g/100 g (sample 2), the breaking force and deformation decreased significantly ( $p < 0.05$ ) when SPI was added at the concentration of 5 g/100 g (Fig. 1, sample 3). The BFD of surimi gels showed changes similar to the breaking force.

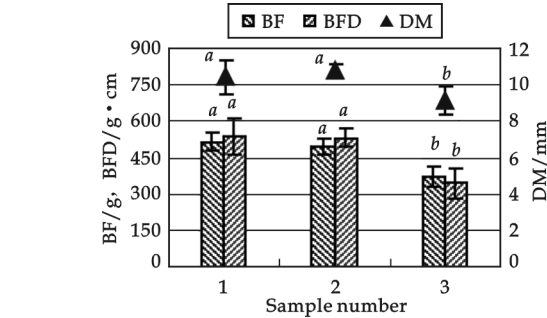


Fig. 1 Effect of SPI on the gel strength of surimi gels

Sample 1 (control) was prepared from surimi without SPI; sample 2 was for the gels with added 2 g/100 g SPI; sample 3 was for the gels with added 5 g/100 g SPI

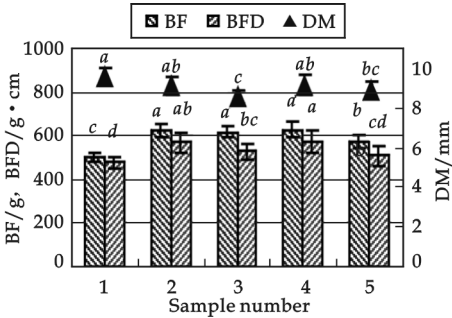


Fig. 2 Effect of SPI and mtgase on the gel strength of surimi gels

Sample 1 (control) was prepared from surimi without SPI; sample 2 had added 0.5 g/100 g MTGase; sample 3 had added 1 g/100 g MTGase; sample 4 had added 0.5 g/100 g MTGase and 2 g/100 g SPI; sample 5 had added 1 g/100 g MTGase and 5 g/100 g SPI

The research of Park<sup>[5]</sup> indicated that the shear stress of medium-grade Alaskan pollock surimi was increased when 1 g/100 g SPI was added. The breaking force and deformation of surimi gels decreased as the concentration of SPI increased<sup>[2,7,8]</sup>. There was no significant ( $p > 0.05$ ) difference in gel strength

when 2 g/100 g SPI was added (samples 1 and 2). The possible reason for this is that the concentration of SPI is not high enough to weaken the gel forming abilities, this can be supported by the observation that gel strength decreased significantly ( $p < 0.05$ ) when 5 g/100 g SPI was added (sample 3).

## 2.2 Effect of SPI and MTGase on the gel strength of surimi gels

The effects of SPI and MTGase on the gel strength of surimi gels are shown in Fig. 2. Compared with the control, the breaking forces of the surimi gels increased significantly ( $p < 0.05$ ) when MTGase was added alone or with SPI, but the deformation decreased. The BFDs of surimi gels with MTGase added alone or with SPI were greater than that of the control.

The addition of MTGase improved the gel strength of surimi gels, MTGase induced cross-linking is the main reason that the gel strength of surimi gels increased<sup>[14,15]</sup>.

The breaking forces of samples 2 and 4 were significantly ( $p < 0.05$ ) higher than that of the control, there were no significant ( $p > 0.05$ ) differences in the deformations. The BFDs of samples 2 and 4 were significantly higher than that of the control. The addition of SPI at the concentration of 2 g/100 g showed no significant ( $p > 0.05$ ) increase in the BFD (sample 2), but the addition of MTGase at a concentration of 0.5 g/100 g, with 2 g /100 g SPI, increased the BFD. This indicates that the addition of MTGase at the concentration of 0.5 g/100 g alone or with 2 g /100 g SPI improved the gel forming of surimi gels.

The breaking forces of samples 3 and 5 are significantly higher than that of the control, the deformations of them are lower than that of the control. The BFDs of samples 3 and 5 are higher than that of the control. The BFDs of samples 2 and 4 are higher than that of samples 3 and 5. This indicates that the addition of MTGase at the concentration of 1 g/100 g alone or with 5 g /100 g SPI increased the gel strength less than the addition of MTGase at the concentration of 0.5 g/100 g alone or with 2 g /100 g SPI.

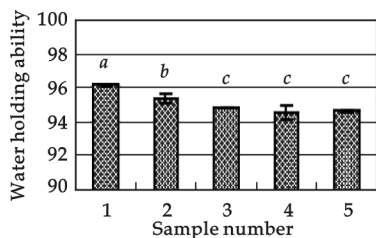


Fig. 3 The water holding ability of surimi gels

The meanings for sample numbers are the same as in Fig. 2

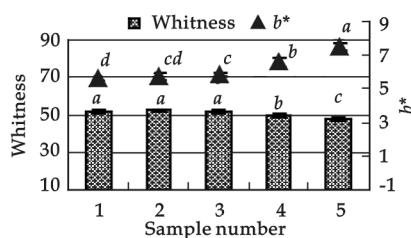


Fig. 4 The color of surimi gels

Numbers in Figure lanes are the sample numbers, the meanings of the sample numbers is the same as in Fig. 2; MHC: myosin heavy chain; AC: actin; a, b, c represent different characterizing bands

## 2.3 Water holding ability (WHA) of surimi gels

The WHA of surimi gels are shown in Fig. 3. In comparisom with the control, the WHA of surimi gels decreased significantly ( $p < 0.05$ ) when MTGase was added alone or with SPI. The WHA decreased significantly ( $p < 0.05$ ) when MTGase was added alone (sample 2, 3), but there was no significant ( $p > 0.05$ ) difference when MTGase was added with SPI (sample 4, 5).

The WHA of surimi gels was decreased when MTGase was added. A possible reason is that the addition of MTGase induced the crosslinking of proteins. Similar results were found when MTGase was added into myofibrillar protein concentrate obtained from beef heart<sup>[15]</sup>.

## 2.4 Color of surimi gels

The whiteness and  $b^*$  values of surimi gels are shown in Fig. 4. Fig 4 indicated that the addition of SPI decreased the whiteness and increased the  $b^*$  value of surimi gels, similar results were reported when SPI was added into Alaska pollock or/and common carp surimi<sup>[2,5]</sup>. A possible reason reported was that the color of SPI was influenced the whiteness of surimi gels<sup>[2]</sup>. The color of SPI is yellow, a higher  $b^*$  resulted in a lower  $L^*$ . This may be the possible reason that the  $b^*$  value increased, but the whiteness of the surimi gels decreased as the concentration of SPI increased.

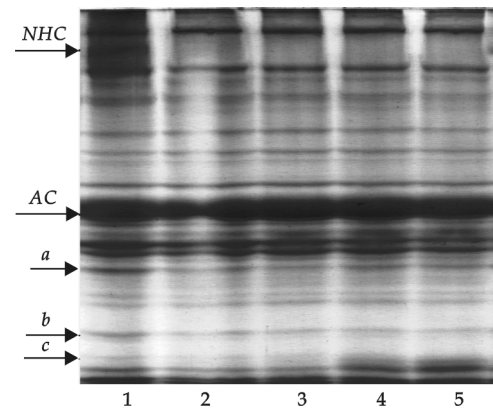
## 2.5 SDS-PAGE image of surimi gels

The SDS-PAGE image of surimi gels are shown in Fig. 5. When MTGase was added alone or with SPI, the MHC band of surimi gels disappeared, the gray of bands  $a, b$  of samples 2, 3, 4, or 5 decreased, but the gray of bands  $c$  of samples 4 or 5 increased; the AC of surimi gels was little changed. Except that the gray of band  $c$  of lanes 4 and 5 is higher than that of lanes 2 and 3, there are no obvious differences between lanes 2 and 4, or lanes 3 and 5.

The MHC of surimi gels disappeared when the MTGase was added. This is similar to the SDS-PAGE image of hairtail surimi, threadfin bream, and pollack surimi gels when MTGase was added<sup>[17]</sup>. The MHC cross linked by MTGase was difficult for SDS to dissociate during SDS-PAGE analysis<sup>[18]</sup>. Therefore, it can be inferred that the disappearance of MHC in tilapia surimi gels was the result of crosslinking induced by MTGase. The decreased gray intensity of bands  $a$  and  $b$  suggest that MTGase induced crosslinking not only in MHC, but also in short chain proteins.

## 3 Conclusions

The gel strength of tilapia surimi gel decreased as the concentration of SPI increased; the addition of MTGase alone or with SPI increased the gel strength of surimi gels. MTGase induced crosslink of myofibril proteins or myofibril proteins and SPI is the main reason. This suggests that the gel strength of surimi can be increased by adding MTGase alone or with SPI. The negative effect of SPI on the gel strength was mitigated by adding MTGase with SPI. The addition of MTGase alone or with SPI may improve the gel functionality of other fish surimi or surimi based product, but more work is needed to validate its application.



**Fig. 5 SDS-PAGE image of surimi gels**  
The meaning of sample number is the same as in Fig. 2

## References

[1] Zhang, Z. S. , Guo, B. Q. , Liu, S. W. ,*et al.* Nutrition value evaluation of WPC and SPI in protein powder[J]. Soybean Bulletin, 2007(5): 22-30.

[2] Luo, Y. K. , Kuwahara, R. , Kaneniwa,*et al.* Effect of soy protein isolate on gel properties of Alaska pollock and common carp surimi at different setting conditions[J]. J Sci Food Agric, 2004, 84: 663-671.

[3] Clark, A. H. and Lee-Tuffnell C. D. Gelation of Globular Proteins, in Functional Properties of Food Macromolecules[M]. London: Mitchell JR and Ledward DR. Elsevier Applied Science Publishers, 1986, 203-272.

[4] Chang-Lee, M. V. , Lampila, L. E. and Crawford, D. L. Yield and composition of surimi from Pacific whiting (*Merluccius productus*) and the effects of various protein additives on gel strength[J]. Journal of Food Science, 1994, 59: 83-86.

[5] Park, J. W. Functional protein additives in surimi gels[J]. Journal of Food Science, 1994, 59: 525-527.

- [6] Furukawa, T., Koyama, S. and Ohta, S. Interactions between fish protein and soy protein as related to their gel forming properties[J]. Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi, 1982,29:208-213.
- [7] Luo Y. K., Shen H. X., Pan D. D. and Bu G. H. Gel properties of surimi from silver carp (*Hypophthalmichthys molitrix*) as affected by heat treatment and soy protein isolate[J]. Food Hydrocolloids, 2008, 22: 1 513-1 519.
- [8] Luo, Y. K., Pan, R. and Ji, B. P. Gel properties of surimi from Bighead carp (*Aristichthys nobilis*): Influence of setting and soy protein isolate[J]. Journal of Food Science, 2004, 69: E374-E378.
- [9] Ramírez-Suárez, J. C., Xiong, Y. L. Effect of transglutaminase induced cross-linking on gelation of myofibrillar/soy protein mixtures[J]. Meat Science, 2003, 65(2): 899-907.
- [10] Ramírez J. A., Rodríguez-Sosa R., MORALES O. G., *et al.* Surimi gels from striped mullet (*Mugil cephalus*) employing microbial transglutaminase[J]. Food Chemistry, 2000, 70: 443-449.
- [11] Li, S. F. Development and bottleneck problems of tilapia industry in China (in Chinese)[J]. Scientific Fish Farming, 2003, 9: 3-5.
- [12] Lee, C. M., and Chung, K. H. Analysis of surimi gel properties by compression and penetration tests[J]. Journal of Texture Studies, 1989, 20: 363-377.
- [13] Laemmli, U. K. Cleavage of structure proteins during the assembly of the head of bacteriophage T4[J]. Nature, 1970, 227: 680-685.
- [14] Sun J. X., Xu X. L., Tang X. Y., *et al.* Effect of transglutaminase product on texture profiles of beltfish meat emulsion product [J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology. 2004, 4(1), 35-38.
- [15] Ionescu, A., Aprodu, I., Darabă, A. and Porneală, L. The effects of transglutaminase on the functional properties of the myofibrillar protein concentrate obtained from beef heart[J]. Meat Science, 2007(3): 69-73.
- [16] Jiang, S. T., Hsieh, J. F., Ho, M. L. and Hung, *et al.* Combination effects of microbial transglutaminase, reducing agent and protease inhibitor on the quality of Hairtail Surimi[J]. J. Food Sci, 2002, 65(2): 241-245.
- [17] Jiang S. T., Leu A. Z. and Tsai G. J. Cross-linking of mackerel surimi by microbial transglutaminase and ultraviolet irradiation [J]. J. Agric. Food Chem, 1998, 46: 5 278-5 282.

## 微生物转谷氨酰胺酶和大豆分离蛋白对罗非鱼鱼糜凝胶性能的影响

张 崑<sup>1</sup>, 曾庆孝<sup>2</sup>, 张佳敏<sup>1</sup>, 王 卫<sup>1</sup>

(1. 成都大学四川省肉类加工重点实验室, 四川 成都 610106; 2. 华南理工大学轻工与食品学院, 广东 广州 510641)

**摘 要:**分析了添加微生物转谷氨酰胺酶(MTGase)和大豆分离蛋白(SPI)对罗非鱼鱼糜凝胶性能的影响,通过测定鱼糜凝胶的强度、保水性及白度,发现随着 SPI 添加量的增加鱼糜凝胶的强度显著降低( $p < 0.05$ ),但是当 SPI 和 MTGase 混合添加时显著提高了鱼糜凝胶的强度( $p < 0.05$ ).单独添加 MTGase 也提高了鱼糜凝胶的强度.单独添加 MTGase 或 MTGase 和 SPI 混合添加都显著降低了鱼糜凝胶的保水性( $p < 0.05$ ),而添加 SPI 显著降低了鱼糜凝胶的白度( $p < 0.05$ ).电泳图显示 MTGase 引起的肌纤维蛋白与肌纤维蛋白、肌纤维蛋白与 SPI 之间的交联是导致鱼糜凝胶的强度提高的主要原因.

**关键词:**鱼糜; 罗非鱼; 大豆分离蛋白; 微生物转谷氨酰胺酶

**中图分类号:**S984.2

**文献标识码:**A

# MODELLING THE STICKIES DISPERSING MECHANISM IN DISK DISPERSERS

ZHU Xiao-lin<sup>1,2</sup>, LIU Huan-bin<sup>1,2</sup>, TAO Jin-song<sup>1</sup>

(1. Pulp & Paper Engineering State Key Laboratory, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China; 2. National Engineering Research Center of Papermaking & Pollution Control, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

**Abstract:** Based on the theory of two-phase flow, the disk thermal dispersing mechanism and influence to stickies was analyzed in this paper. The force between fibers and stickies was focused on when the disk was working. The results showed that stickies were peeled from fibers and dispersed into small particles during the flowing procedure of the pulp, which can be contributed to the force applied on liquid phase by the solid phase and the acceleration force produced by the flowing solid phase.

**Key words:** two-phase flow; disk thermal disperser; fiber; stickies; dispersion

**CLC Number:** TS73                      **Document Code:** A

## 0 Introduction

In the pulping process of waste paper, there is still a small amount of stickies, such as sticky contaminants and small ink spots, after the screening and cleaning. Stickies adhering to fiber are the main reason for paper surface oil stain. To peel sticky contaminants, small ink spots and hot melt glues from fibers and disperse them into invisible particles, disk dispersers are thus widely used in the production line of waste paper pulping, especially in the production of mid-range or high-grade paper with waste paper as raw material<sup>[1-3]</sup>. For this reason, the dispersive dust, sticky contaminants and hot melt glues can't appear in the form of stain in paper machines<sup>[4]</sup>. Generally speaking, a good dispersion system can remove stickies up to 99.5%<sup>[4]</sup>.

The operating temperature of a disk disperser is 90 °C to 130 °C. And the pulp concentration is 25% to 35%. Under these conditions, the stickies in the pulp are softened by heat. Furthermore, they are melted and dispersed. From the existing works, it is deficient in examples of papers which discuss the heat dispersion mechanism in the waste paper recycling process detailedly. Whereas, it is generally believed that a quick shear area is essential. In this area, a large enough shear force will be generated to overcome intrinsic binding of stickies or surface binding between stickies and fiber<sup>[5]</sup>. A limitation of this viewpoint is that it only expresses the effect of heat dispersion. It is also held that the relation among the tooth disc pitch, pulp concentration and speed can be obtained by deriving the pulp with the concentration of heat dispersion as Newtonian fluids when shear stress is considered<sup>[6]</sup>. However, it is impossible for the high concentration pulp with the condition of heat dispersion to reach fluidization. This means

\* 收稿日期:2009-12-12

作者简介:朱小林(1969—),男,江西省高安市人,高级工程师,在读博士生,研究方向:制浆造纸设备以及制浆造纸过程计算机模拟与控制

that the supposed Newtonian fluid isn't true. Therefore, the dispersion mechanism can't also be explained by the latter argument.

In this paper, based on the theory of two-phase flow, the dispersion mechanism of disk dispersers is studied. The force states of fiber and stickies when the disk disperser is working are analyzed. Simultaneously, a mathematical model is established.

## 1 The Principle of Disk Dispersers and Characteristic of Pulp

The conditions that stickies can be dispersed into small particles by a disk disperser include two aspects. Firstly, the characteristic of the pulp should satisfy the process requirement of the heat dispersion. Secondly, it is also decided by the principle of a disk disperser.

On the process condition of the heat dispersion, the pulp concentration is required to be 25% ~ 35%. In this case, the pulp is a three-phase mixture of the solid, liquid and gas. Compared with the medium consistency pulp, its fluidization is more difficult and the phenomenon that the stickies in the pulp are coated by fiber floc is more evident. Thus, it is very insufficient for stickies to be dispersed or peeled from fiber only by mechanical components, e. g. the teeth of the disc. More importantly, the face resistance is applied to the moving fiber and stickies, which can peel stickies from fiber and dispers large particles into small ones. As a result, it is principal for the high concentration pulp to make its fiber floc be fined until single fiber is obtained and the pulp is fluidized. In this way, fiber properties of the high concentration pulp can be effectively improved and the stickies in fiber can be dispersed.

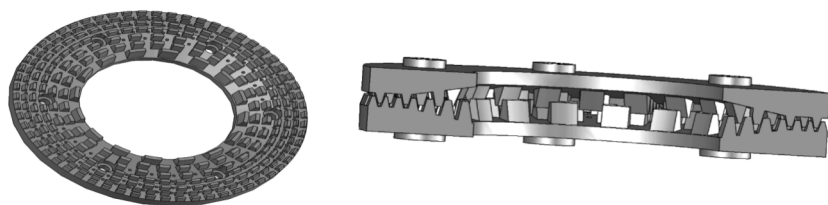


Fig. 1 Grinding teeth of the heat dispersion

As pointed in Ref. [7], stickies can always be separated from good pulp because it has a larger surface tension than fiber. During the pulping process of waste paper, the main role of the heat dispersion is just to peel sticky contaminants, small ink spots and hot melt glues from fiber and disperse the large-size particles into small-size stickies, so that visible spots can't appear in the surface of the finished paper. In other words, the procedure that stickies particles are peeled from fiber and dispersed into small particles by heat dispersion is actually the one that forces are applied to the surfaces of fiber and stickies. In this procedure, the mechanical action applied to fiber by grinding teeth should be limited to a certain range to avoid fiber to be cut off, otherwise unnecessary increase in the concentration of the pulp and change in the properties of fiber will be brought. That is, one should not only protect fiber, but also make the sticky contaminants, ink spots and hot melt glues to be peeled and dispersed. Therefore, grinding teeth for heat dispersion are often designed into the shape as shown in Fig. 1.

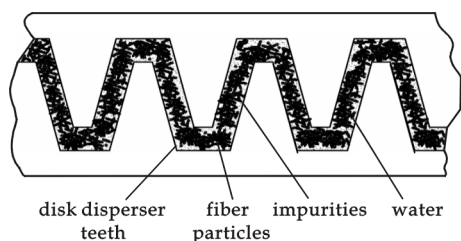


Fig. 2 The solid-liquid two-phase mixture in the heat dispersion

On the process condition of the heat dispersion, the gas phase in the three-phase mixture has little effect on the fluidity and dispersion of waste paper pulp. So one can assume the high concentration pulp to be a two-phase mixture of the solid and liquid, in which the liquid phase is water and the solid phase is particles of fiber and stickies. In the work of a disc disperser, the mixture flows due to mechanical force applied by grinding teeth. In this case, two phases coexist and obvi-



ous flow dynamic relation of the mixture in phase interface exists. As a result, it can be considered that the power of solid-liquid two-phase flow and direct force of grinding teeth are applied to stickies particles. Under these two forces, stickies particles are gradually dispersed into fine ones.

## 2 Force Analysis of Fiber and Stickies in the Heat Dispersion

As illustrated in Fig. 2, in the two-phase flow, the forces applied to fiber and stickies respectively include four categories, namely (1) resistance in the phase interface; (2) acceleration force; (3) interaction force among fibers or between fiber and stickies; (4) friction applied on the pulp by the grinding teeth.

Because stickies is in a relatively small amount in the pulp, the interaction among the stickies can be ignored. This means that one can only consider the interaction force among fibers or between fiber and stickies.

For single fiber or stickies, it is incompressible solid particle in the pulp. Hence, the mass of the fiber or stickies can be characterized by an equivalent sphere at this time as sketched in Fig. 3.

For this reason, in the process of heat dispersion, the forces applied on the particles of fiber and stickies can be classified into three categories, i. e. forces in the phase interface, interaction among the same phases and external force applied by the grinding teeth. Force analysis is as follows.

### 2.1 The analysis of the forces in the phase interface<sup>[8]</sup>

To analyze the forces in the phase interface, one can regard the solid-liquid two-phase mixture as fluid. According to solid-liquid two-phase flow theory, the forces, which solid particles in the fluid are subjected to, are shown in Fig. 4.

In Fig. 4 and the remainder of this paper, the meanings of symbols are as following:

$F_d$ : resistance applied on the particles by fluid;  $F_m$ : apparent mass force;  $F_B$ : Basset acceleration force;  $F_{ML}$ : velocity gradient lateral force generated from uneven fluid;  $F_L$ : velocity gradient shear force generated from uneven fluid;  $F_p$ : pressure gradient force generated from uneven fluid;  $F_N$ : interaction force among the solid-phase particles;  $F_{N1}$ : interaction force between fiber and the stickies particle;  $F_{N2}$ : interaction force among grinding teeth, fiber and the stickies particle;  $V_f$ : the velocity of fluid;  $\rho_f$ : the density of fluid;  $V_p$ : the velocity of the particle;  $S$ : face area of the particle,  $S=4\pi r_p^2$ ;  $C_D$ : resistance factor in phase interface;  $\rho_{mf}$ : the density of the apparent mass, which is equivalent to the density of fluid;  $r_p$ : equivalent sphere radius of the solid particle.

Assuming that particles motion due to the fluid, in accordance with Newton's Second Law, the equation of motion of particles can be written as

$$m_p \frac{dV_p}{dt} = F_d + F_m + F_p + F_B + F_L + F_{ML} + F_N \quad (1)$$

The first two terms on the right hand side of Eq. (1) can be expressed as

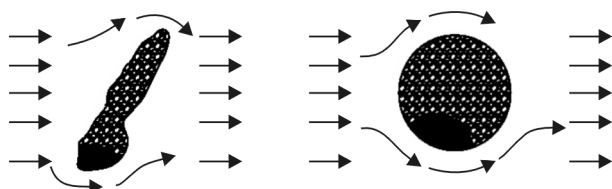


Fig. 3 To characterize the mass of fiber or stickies by an equivalent sphere

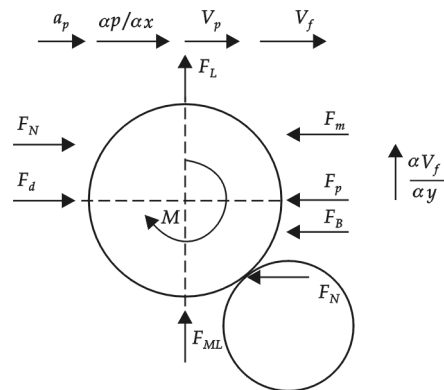


Fig. 4 The received forces of particles in the fluid

$$F_d = C_D \frac{1}{2} \rho_f |V_f - V_p| (V_f - V_p) S \quad (2)$$

$$F_m = K_m \left( \frac{4}{3} \pi r_p^3 \right) \rho_{mf} \frac{d}{dt} (V_f - V_p) \quad (3)$$

Where the parameter  $K_m$  can be formulated as

$$K_m = 1.05 - \frac{0.066}{A_c^2 + 0.12}$$

Where

$$A_c = |V_f - V_p|^2 / (2r_p \frac{d}{dt} (V_f - V_p))$$

And the next four terms can be expressed as

$$F_p = - \left( \frac{4}{3} \pi r_p^3 \right) \frac{\partial p}{\partial x} \quad (4)$$

$$F_B = K_B \sqrt{\pi \mu \rho_{mf}} r_p^2 \int_{t_{p0}}^{t_p} \frac{1}{\sqrt{t_p - \tau}} \left( \frac{d}{dt} (V_f - V_p) \right) d\tau \quad (5)$$

$$F_L = K_{rp} (\rho_f \mu)^{\frac{1}{2}} \left| \frac{\partial V_f}{\partial y} \right|^{\frac{1}{2}} |V_f - V_p| \quad (6)$$

$$F_{ML} = \pi r_p^3 \rho_f \omega \times (V_f - V_p) (1 + O(Re)) \quad (7)$$

Assuming fluid is even, therefore, one can ignore the forces  $F_p$ ,  $F_L$ ,  $F_{ML}$  due to uneven fluid<sup>[8]</sup>. Furthermore, on the process condition of the heat dispersion, one has  $F_m \gg F_B$ . So Eq. (1) can be simplified as

$$m_p \frac{dV_p}{dt} = F_d + F_m + F_N \quad (8)$$

Let densities  $\rho_f, \rho_{mf}$  are equal to 1, respectively. Also let  $\Delta V = V_f - V_p > 0$ . Substituting Eqs. (2) and (3) into Eq. (8), yields

$$m_p \frac{dV_p}{dt} = 2\pi C_D \Delta V^2 r_p^2 + \frac{4\pi}{3} K_m r_p^3 \frac{d(\Delta V)}{dt} + F_N \quad (9)$$

Where

$$F_N = F_{N1} + F_{N2}$$

## 2.2 The analysis of interaction forces among fibers or between fiber and stickies

The interaction forces will be generated from the relative motion among solid-phase particles in the pulp. From Figs. 1 and 2, grinding teeth of heat dispersion divide the pulp into small areas. In each independent area, the linear velocity of solid-phase material can approximately be regarded as equivalent to the one of grinding teeth. Hence, the interaction forces among the solid particles can be negligible, i. e.

$$F_{N1} = 0 \quad (10)$$

## 2.3 The analysis of forces applied to particles of fiber and stickies by grinding teeth

In the staggered area of the grinding teeth, the interval between the moving plate and the fixed plate is small, while the pressure the pulp is subject to is large. So there exist friction forces between grinding teeth and the particles of fiber and stickies in the pulp, which is shown in Fig. 5. The friction force single grinding tooth receives can be formulated as

$$F_{df} = S_H \cdot f \cdot p \quad (11)$$

Where  $F_{df}$  is the friction force between the tooth and the pulp,  $S_H$  is the intersection area between the grinding teeth,  $f$  is the friction coefficient,  $p$  is the intensity of pressure applied on the pulp by single

tooth. Assuming that fiber in the pulp can transfer force, for the grinding teeth of the moving plate, the friction resistance of single grinding tooth due to the friction is defined as

$$F = F_{df1} + F_{df2} \quad (12)$$

Where  $F$  is the total friction resistance applied to single tooth by the particles of fiber and stickies,  $F_{df1}$  and  $F_{df2}$  are respectively the total friction resistances applied on the teeth of the moving plate and the fixed plate by the particles of fiber and stickies. Assuming that the number of the particles of fiber and stickies contacted in unit area of a grinding tooth remains constant, one obtains

$$F_{N2} = \frac{F}{N_i \cdot S_H} = \frac{2fp}{N_i} \quad (13)$$

### 3 Force Model of Fiber and Stickies in the Heat Dispersion

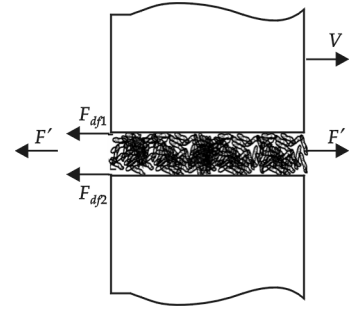
In accordance with Eqs. (9), (10) and (13), the force model of fiber and stickies in the heat dispersion can be shown as follows

$$m_p \frac{dV_p}{dt} = 2\pi C_D \Delta V^2 r_p^2 + \frac{4\pi}{3} K_m r_p^3 \frac{d(\Delta V)}{dt} + \frac{2fp}{N_i} \quad (14)$$

The first term on the right hand side of Eq. (14) indicates that the forces in phase interface, which the particles of fiber and stickies in the motion are subject to, are involved with resistance factor  $C_D$ , solid-liquid two-phase velocity difference  $\Delta V$  and the size of fiber and stickies particles. Under the same condition, the force that the large particle is subject to is larger than the one that the small particle receives. Hence, large stickies particles are easier to be dispersed than the small ones. If these small particles are required to disperse into smaller ones, the solid-liquid two-phase velocity difference should be increased. For this reason, the grinding teeth of heat dispersion are usually designed into the structure that each two teeth are staggered as shown in Fig. 1. As a result, solid particles are blocked by the teeth and their speeds are reduced when fiber and stickies flowing in the staggered area of the grinding teeth. Thus, the solid-liquid two-phase velocity difference is promoted and the larger resistance in phase interface is obtained. In this case, more stickies particles are peeled from fibers and dispersed into the small ones. On the other hand, in order to block more solid particles, the interval between the two adjacent teeth can further be reduced to increase the block applied on solid particles by the teeth.

The second term on the right hand side of Eq. (14) expresses that forces that stickies particles receive can be enhanced whether the size of particles are increased or the time when the velocity difference is promoted is reduced. For this reason, the stagger frequency of the teeth of the moving plate and the fixed plate should be raised to increase the forces. This means that the tooth number should be increased. This term also confirms that the large stickies receive larger forces and are easier to be dispersed than the small ones.

The last term on the right hand side of Eq. (14) formulates that the dispersion forces are also influenced by the following two factors. The first is the number of the particles contacted in unit area. The second is the friction coefficient between the grinding teeth and the particles of fiber and stickies. Notice that, large force due to these two factors is prone to lead to beating and change in fiber morphology. To reduce the influence of this term, a strategy is to increase the number of fiber particles in unit area of a grinding tooth by raising the concentration of the pulp. Consequently, the effects of beating can be de-



**Fig. 5 The analysis of force between a grinding tooth and the pulp**

creased.

#### 4 Conclusions

(1) In the process of heat dispersion, the forces that fiber and stickies are subjected are mainly brought by the solid-liquid two-phase resistances and the acceleration force produced by the flowing solid phase. What's more, two-phase velocity difference and the time when the velocity difference is promoted are the key factors to influence the dispersion forces.

(2) The teeth increase will help to raise the two-phase velocity difference. Thus, the larger resistance in phase interface is obtained and the effect of heat dispersion is enhanced.

(3) The dispersion forces are also influenced by the friction coefficient between the grinding teeth and solid-phase particles and the pressure between the pulp and the grinding teeth. However, the force component due to the two factors should be controlled within a certain range to decrease effects of beating.

(4) The raise in the concentration of the pulp helps to reduce the direct forces applied on fibers by the grinding teeth, which will decrease the change in fiber morphology.

#### References

- [1] Zhao Li. Disc heat-disperser: structure principles and its application[J]. China Pulp & Paper, 2008, 27(10): 55.
- [2] Xiao Ming-zhen. Disperser settings and technical conditions[J]. Paper and paper making, 1998, (3): 19.
- [3] Kumar, Saurabh. Past, present and future of dispersion and kneading[J]. Progress in Paper, 2003, (3): 51-54.
- [4] Lin Yue-chun. Hazards of sticker and the new technology for its removing and controlling[J]. China Pulp & Paper Industry, 2001, 22(8): 24.
- [5] Kvaerner Pulping. Upgrading recycled fibers by compact dispersion[J]. World Pulp and Paper, 2000, (2): 44.
- [6] Yang Zao-hao. Heat dispersion mechanism of waste paper pulp and application of heat disperser[J]. Shanghai Paper Making, 2001, 32(2): 11-19.
- [7] Chen Jia-xiang. Research results and direction of stickies problems during paper recycling in the world[J]. Paper Chemicals, 2004, (1): 12.
- [8] Guo Lie-jin. Two-phase and Multiphase Flow Dynamics[M]. Xi'an: Xi'an Jiaotong University Press, 2001.

## 盘式热分散机胶粘物分散作用机理模型的研究

朱小林<sup>1,2</sup>, 刘焕彬<sup>1,2</sup>, 陶劲松<sup>1</sup>

(1. 华南理工大学制浆造纸国家重点实验室, 广东 广州 510640; 2. 华南理工大学造纸与污染控制国家工程研究中心, 广东 广州 510640)

**摘 要:**依据两相流理论,对盘式热分散机胶粘物分散作用的机理进行了研究,重点分析了盘式热分散机工作时纤维与胶粘物在热分散过程中的受力状况.研究表明:在浆料流动过程中,由于流相对固相的阻力以及固相在流动中的加速度力的作用,使粘附在纤维上的胶粘物从纤维上剥离,并分散成细小颗粒.

**关键词:**两相流; 盘式热分散机; 纤维; 胶粘物; 分散作用

**中图法分类号:**TS73

**文献标识码:**A

# Z-FACTOR CALCULATION METHOD AND APPLICATION OF THE GAS WELL RICHLY CONTAINING CO<sub>2</sub>

REN Shuang-shuang, YANG Sheng-lai

(College of Petroleum Engineering, China University of Petroleum, Beijing 102249, China)

**Abstract:** The gas well richly containing CO<sub>2</sub> was proposed as research object, certificate the deviation factor ( $Z$ ) combined with pressure, temperature models based on mass, momentum and energy conservation principle and heat transfer theory. To calculate  $Z$  factor of rich contain CO<sub>2</sub>, combined with experiment data, comparatively analysis correlation documents published, we obtained that when CO<sub>2</sub> contain is less than 40%, it is correct to use RK equation. There aren't adaptive state equations for greater than 40% contain CO<sub>2</sub>. Through experiments  $Z$ -factor value were obtained, multivariate cubic spline interpolation was drew support to calculate  $Z$  factor value at various temperature and various pressure. We adopted iteration algorithm, compared with the experimental data and analyzed various temperature and pressure,  $Z$  factor distribution versus depth for separately different diameters, different CO<sub>2</sub> content, and different production. CO<sub>2</sub> content and production have important impact for the well bore pressure, temperature and deviation factor distribution in the wellbore. The result showed that the diameter have relatively litter impact to pressure, temperature and the deviation factor. There were saturated vapor phase, unsaturated vapor phase, gas phase in the flow gas well bore.

**Key words:** CO<sub>2</sub>-rich gas well;  $Z$ -factor; pressure; iteration algorithm

**CLC Number:** TE357.2

**Document Code:** A

## 0 Introduction

With regard to hydrocarbons<sup>[1-3]</sup> as the main body or pure CO<sub>2</sub> gas well, the fluid pressure, temperature distribution of the mathematical models and methods have been set up to calculate, and relative phase parameters such as deviate factor, density, volume fraction were proposed to calculate. But for deviate factor, in 1974, Beggs and Brill generalize empirical formula fitting standing, katz charts, method mentioned<sup>[4-7]</sup> above merely is limited to less than 5% volume content of nonhydrocarbon, and more than 50% volume content of CH<sub>4</sub>, if not, it make major error. Then Wichert and Aziz introduced concentration function of CO<sub>2</sub> and H<sub>2</sub>S adjust empirical formula<sup>[8-10]</sup>, firstly adjust pseudo-critical temperature with correction  $\epsilon$ , afterward calibrate pseudo-critical pressure, then using corrected pseudo-critical pressure and temperature to calculate relative pressure and temperature, lastly calculate deviate factor. Many state equations were developed later, but they are fit for the case that CO<sub>2</sub> content isn't high. At the same time the CO<sub>2</sub>-rich natural gas reservoir was discovered in the deep zone, component analysis of

\* 收稿日期:2009-12-04

作者简介:任双双(1981—),女,湖北省荆州市人,在读博士生,研究方向:油田开采理论  
基金项目:国家重点基础研究发展计划(973计划)项目(2006CB705800)

the natural gas from some prospecting well showed that the hydrocarbon gases content is 80%~20%, while CO<sub>2</sub> content is larger changes (20%~80%), so the development of the gas reservoir provide gas source for CO<sub>2</sub> flooding, but the temperature and pressure distribution for CO<sub>2</sub>-rich natural gas wells research greatly little.

Because of CO<sub>2</sub> gas and hydrocarbon gases different in nature, this paper measured high-pressure phase parameters of CO<sub>2</sub>-rich natural gas and obtained deviation factor ( $Z$ ) with the relationship between pressure and temperature, computation demonstrate when CO<sub>2</sub> content is less than 40%, RK equation was adopt for calculation while more than 40% of CO<sub>2</sub> content was adopted cubic spline interpolation based on experimental data to calculate deviate factor. Correction deviate factor combined with pressure, temperature models based on mass, momentum and energy conservation principle and heat transfer theory was introduced to calculate phase parameters in CO<sub>2</sub>-rich natural gas well.

## 1 CO<sub>2</sub>-rich Gas Deviation Factor ( $Z$ ) Determination

In order to obtain direct and accurate calculation of the deviation factor, laboratory experiment is conducted. Firstly different samples of various CO<sub>2</sub> content were prepared, the second measured gas samples to determine parameters such as molecular weight, critical temperature, critical pressure, etc.

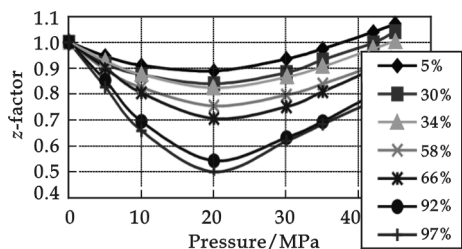


Fig. 1  $Z$  factor measure data for pressure and CO<sub>2</sub> content

The relevant parameters were measured such as bias factor, bulk volume fraction, compressibility coefficient with American-type Ruska 2 730 PVT investigate, by swelling test.

Fig. 1 gave gas deviation factor for the different CO<sub>2</sub> content changes with the pressure at the temperature 80 °C, showed that: (1) the higher is CO<sub>2</sub> content, the more deviation is the  $Z$  factor from the ideal gas (ideal gas  $Z = 1$ ). (2) under high pressure, the CO<sub>2</sub>-rich natural gas deviation factor increased linearly with increasing pressure. In order to facilitate

the following calculate applications, with polynomial fitting the relationship of gas deviation factor with the different temperature and CO<sub>2</sub> content natural and pressure was matched, indicating that the use of 6 times polynomial fitting can be higher accuracy ( $R_2 > 0.99$ ).

## 2 The Deviation Factor Calculation in CO<sub>2</sub>-rich Gas Well

To calculate  $Z$  factor of rich contain CO<sub>2</sub>, combined with experiment data, comparatively analysis correlation documents published, we obtained that when CO<sub>2</sub> contain is less than 40%, it is correct to use RK equation<sup>[9,11]</sup>:

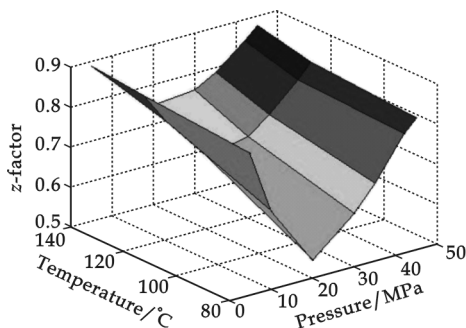


Fig. 2  $Z$ -factor vs. pressure and temperature

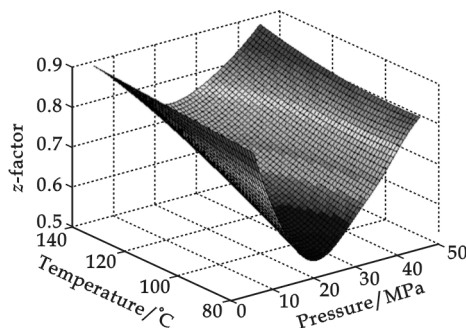


Fig. 3  $Z$ -factor vs. pressure and temperature after interpolation

$$Z=\frac{1}{1-h}-\frac{A^2}{B}\frac{h}{1+h}$$

Where  $A^2=\frac{a}{R^2T^{2.5}}, B=\frac{b}{RT}, h=\frac{Bp}{Z}$ .

Calculation formula mixing coefficient  $a$  and  $b$  is following:

$$b=\sum_{i=1}^ny_ib_i, b_i=\frac{0.086\ 7RT_{ci}}{P_{ci}}, a=\sum_{i=1}^n\sum_{j=1}^na_{ij}y_iy_j, a_{ji}=a_{ij}=(a_ia_j)^{1/2}, a_i=0.427\ 8T_{ci}^{2.5}R^2/p_{ci}$$

There aren't adaptive state equations for greater than 40% contain CO<sub>2</sub>. Through experiments that CO<sub>2</sub> contain is 50%, 70%, 90%, 98%, temperature is 80 °C, 120 °C, 140 °C, pressure is 45 MPa, 42 MPa, 35 MPa, 30 MPa, 20 MPa, 10 MPa, 5 MPa, Z-factor value were obtained, but Z-factor value was too litter to satisfy calculation at various temperature and various pressure, so multivariate cubic spline interpolation was drew support to calculate Z factor value at various temperature and various pressure . Fig. 2 shows at test condition of CO<sub>2</sub> contain 90%, Z factor data change with temperature and pressure . We appromately knowledge change law, but when we calculate parameters along wellbore, the pressure and temperature is various value at some amplitude, that is to say, we didn't know the certain value to calculate. Fig. 3 shows that using cubic spline interpolation, Z factor change with temperature and pressure was obtain, and Z factor certain value was calculated by numerical technique.

3 Verification

By comparing the test and calculation of the deviation factor, the maximum error is about 4%, which demonstrates applicability of the model (As shown in Fig. 4). The following calculation of examples illustrate that the corresponding parameters changes versus depth in CO<sub>2</sub>-rich natural gas well.

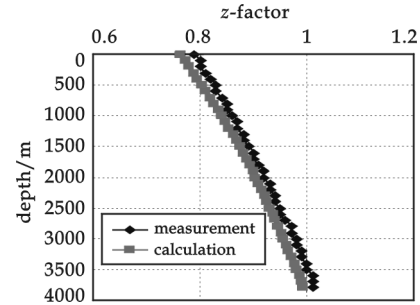


Fig. 4 Comparison of calculation and measurement

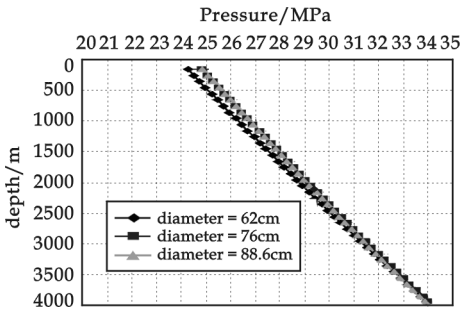


Fig. 5 Chart of pressure vs. the depth (different diameters)

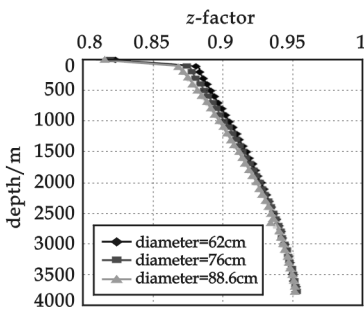


Fig. 6 Chart of deviation factor (Z) vs. depth (different diameter)

4 Example Calculation

CO<sub>2</sub> content of 25%, relative density 0. 826, gas production  $21.25 \times 10^4$  m<sup>3</sup>/d , pseudo-critical pressure 5.26 MPa, the pseudo-critical temperature 217.56 K, wellhead temperature 282.8 K, pipeline roughness 0.000 015 24 m, pipeline diameter 76 mm, depth 3 780 m in a natural gas well were known. Calculated indifferent diameter, different content, such as CO<sub>2</sub> under the conditions of stress, the Z factor, the temperature distribution was as follows.

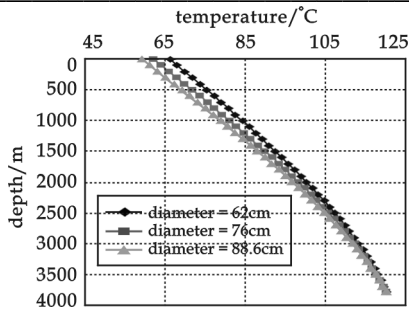


Fig. 7 Chart of Temperature vs. depth (different diameter)

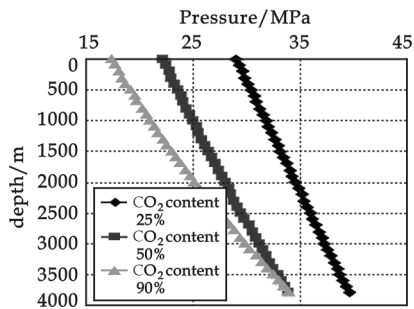


Fig. 8 Pressure vs. depth at various CO<sub>2</sub> content

Fig. 6 shows that changes in diameter make pressure and temperature changes vs. depth, while pressure and temperature alternation makes deviation factor ( $Z$ ) change. Near the wellhead, the  $Z$  factor in the smaller diameter has the greater changes. No matter what the value of diameter, pressure and temperature was increasing as the depth, thereby deviation factor ( $Z$ ) in the overall trend was increasing with depth.

Fig. 7 shows that temperature-depth diagram of different diameter; when the diameter reduced, the flow rate increased, and reduces heat transfer to the formation, so the temperature of well-head increased, but the temperature was not linear relationship with diameter.

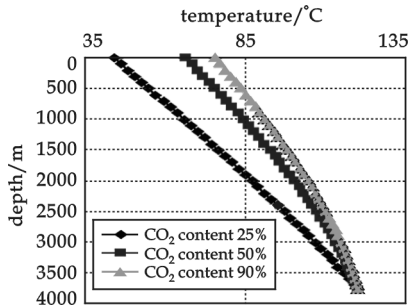


Fig. 10 Temperature vs. depth at various CO<sub>2</sub> content

4.1 Influence of diameter on pressure and deviation factor

Diameter separately is  $D = 76\text{ mm}, 62\text{ mm}, 88.6\text{ mm}$ , while other parameters was the same *ibid*. Seen from Fig. 5: (1) the smaller was the diameter, the greater was the pressure difference, the smaller was the value of well-head pressure. From Tab. 1 we can see that for the smaller diameter the friction factor was the greater, and that was the same for CO<sub>2</sub>-rich gas, that was to say, for the smaller diameter, the friction coefficient was greater, the pressure drop was greater, thus the wellhead pressure was smaller. The pressure, the  $Z$  factor are increased with depth.

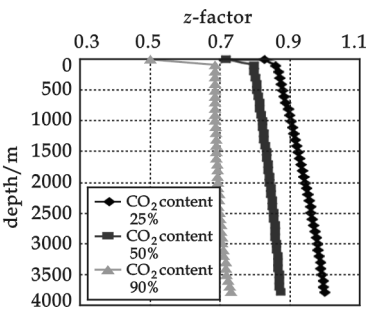


Fig. 9  $Z$  factor vs. depth at various CO<sub>2</sub> content

Tab. 1 List of natural gas friction factor

Diameter/in	Diameter/cm	Friction factor ( $f$ )
1 $\frac{1}{2}$	4.03	0.016 6
2	5.03	0.016 1
2 $\frac{1}{2}$	6.2	0.015 1
3	7.6	0.014 5
4	10.03	0.001 39
5	12.7	0.013 0
6	15.2	0.012 4

4.2 Influence of CO<sub>2</sub> content

Under different CO<sub>2</sub> content, pressure,  $Z$  factor and temperature ( $P, Z, T$ ) changes with depth as shown Fig. 8~Fig. 10. As can be seen from the figures: (1)CO<sub>2</sub> content has important impact on the distribution of the pressure, the  $Z$  factor and the temperature. (2)when depth isn't deep, the increase of CO<sub>2</sub> content make deviation factor a litter changes, as was identical with the experimental data. As the depth increases, temperature increases, the  $Z$  factor make big differences with increasing pressure. As CO<sub>2</sub> content was rather greater, the degree of change of deviation



factor was rather larger. (3)we analysis comparatively the charts of the pressure, temperature, bias factor, and can see when at the same depth the pressure with the increase of CO<sub>2</sub> content become small, while the temperature tends to reservoir temperature with depth increase, and at the well head have a obvious different.

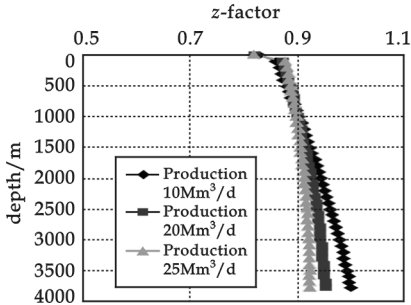


Fig. 11 Pressure vs. the depth for different production

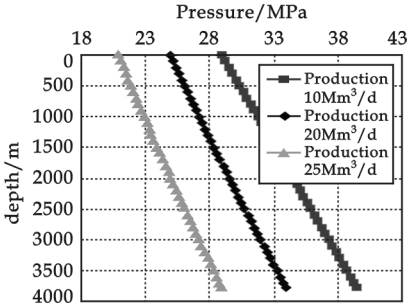


Fig. 12 Factor (Z) changes for different production

Fig. 11 shows that the temperature change at different CO<sub>2</sub> content: at low CO<sub>2</sub> content the temperature trend linear change and change faster. But at high CO<sub>2</sub> content changes was relatively slow, and was not linear. The higher was the content the higher was the temperature of the wellhead, because the density of the higher content of CO<sub>2</sub> gas was the greater thereby heat equivalent increase.

4.3 Influence of production on the pressure and Z factor

In accordance with productivity equation  $P_e^2 - P_{wf}^2 = 1.965\ 55Q + 1.309\ 068Q^2$ , the pressure of the bottom were calculated with difference production, and then the pressure of the bottom was initial condition, calculating the pressure from bottom to wellhead. Fig. 11~Fig. 13 show that for the higher output, bottom-hole pressure was lower, and thereby wellhead pressure was lower. Along the well from top to bottom, with depth increase the pressure and Z factor increase. For lower depth the difference of temperature was larger, and for the higher production, the wellhead temperature was relatively higher, that was because although the difference of pressure was the relatively smaller, the Z factor affected greatly by temperature, and then for the same depth, the pressure and the Z factor has increased with production increase. At deeper depths, the temperature tends to the same, so the pressure was the main effect factor of Z factor, thereby for production increase, the pressure reduces, and the Z factor reduces.

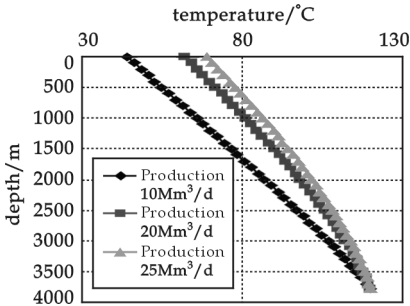


Fig. 13 Temperature changes for different production

Fig. 13 was the chart that temperature changes vs. the depth for different production. As you can see increased production, wellhead temperature increases, which was because the equivalent heat flow increase. But the well-head temperature does not increase in direct proportion with the increase production, so for low yield, the temperature increase significantly.

5 Conclusions

In this paper, CO<sub>2</sub>-rich natural gas Z factor was measured by the experiments, and set up a calculation of CO<sub>2</sub>-rich natural gas pressure distribution in the wellbore for reference with natural gas wells calculation of the pressure. To calculate Z factor of rich contain CO<sub>2</sub>, combined with experiment data, comparatively analysis correlation documents published, we obtained that when CO<sub>2</sub> contain is less than

40%, it is correct to use RK equation. There aren't adaptive state equations for greater than 40% contain CO<sub>2</sub>. Through experiments Z-factor value were obtained, multivariate cubic spline interpolation was drew support to calculate Z factor value at various temperature and various pressure.

The study shows that: CO<sub>2</sub> gas-rich distributions of wellbore pressure and conventional natural gas wells have similar laws. The calculated model existing methods with a reasonable revision CO<sub>2</sub> deviation factor was suitable for the calculation of CO<sub>2</sub>-rich gas.

CO<sub>2</sub> content and production have important impact for the wellbore pressure, temperature and deviation factor distribution in the wellbore, while the diameter have relatively litter impact to those parameters. CO<sub>2</sub>-rich gas and hydrocarbon gas have the same flow characteristics; apply the same methods of theoretical analyzes. For flow conditions CO<sub>2</sub>-rich phase was supercritical gas in the wellbore.

### References

- [1] ZENG Xiang-lin, LIU Yong-hui, LI Yu-jun, *et al.* Mechanism model for predicting the distributions of well bore pressure and temperature[J]. Journal of Xi'an Petroleum Institute(Natural Science Edition), 2003,18(2):40-44.
- [2] Zhu Dewu, He Hanping, *et al.* Calculation of well bore temperature distribution in condensate gas well[J]. Nature Gas Industry, 1998,18(1):61-62.
- [3] Zhang Chuanru. The density and phase performance of the fluids in CO<sub>2</sub> gas wells[J]. Journal of Jiangnan Petroleum Institute, 1994,16(1):52-56.
- [4] Edward Wichert and Khalid Aziz. Compressibility factor of sour natural gases[J]. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 1971,49(4):73-77.
- [5] Guo Xu-qing, Yan Wei. Comparison of methods for calculating compressibility factor of natural gas at elevated high pressure[J]. Journal of the University of Petroleum China, 2000,24(6):36-38.
- [6] Guo Xuqiang. The viscosity model based on prequation of state[J]. Acta Petrolel Sinica, 1999,20(3):56-59.
- [7] G. L. Chierri, G. Sclocchi. Pressure, temperature profiles are calculated for gas flow[J]. Oil and Gas Journal, 1980,(3):41-44.
- [8] Hall K R and Robinson D B. A new two constant equation of state[J]. Chemical Engineering Science, 1972,27:1 197-1 203.
- [9] Cox J C. What you should know about gas compressibility factors[J]. World Oil, 1998,206(4):69-72.
- [10] Zhang Chuanru, Hu Chengxian, Dai Yifu. Analyses on the phases of gas well testings for carbon dioxide[J]. Petroleum Geology & Experiments, 1986,8(4):366-373.
- [11] F Qoakes, J T White. Measurement of CO<sub>2</sub> flow in its supercritical and gaseous phases[J]. SPE Production Engineering, 1987,(4):209-217.

## 富含 CO<sub>2</sub> 天然气井井筒偏差因子的计算方法与应用

任双双, 杨胜来

(中国石油大学(北京)石油天然气工程学院, 北京 102249)

**摘 要:**以富含 CO<sub>2</sub> 的天然气为研究对象,选偏差因子(Z)作为修正参数,结合基于质量、能量、能量守恒原理及传热学理论的预测井筒流体压力、温度分布的数学模型进行了计算,通过实验数据筛选出验证计算偏差因子(Z)的状态方程并得出适合于富含 CO<sub>2</sub> 气井参数计算的模型,计算表明 PK 状态方程适用于 CO<sub>2</sub> 含量小于 40% 的情况,并以实验数据为基础,通过数值插值方法,即三次样条插值计算出不同压力、温度下的偏差因子,最后通过建立模型计算了在不同管径、不同 CO<sub>2</sub> 含量、不同产量等情况下压力、温度、偏差因子在井筒中的分布情况,发现管径对各参数影响较小,CO<sub>2</sub> 含量和产量对各参数有一定影响,进一步分析了流动气柱井筒各参数变化与地层传热等热平衡原理的相关规律。

**关键词:**CO<sub>2</sub> 气井; 偏差因子(Z); 压力; 迭代算法

**中图法分类号:**TE357.2

**文献标识码:**A

## EFFECTIVE DESIGN OF CO<sub>2</sub> FLOODING FOR EOR & SEQUESTRATION IN TIGHT RESERVOIRS

LI Bao-zhen<sup>1,2</sup>, LI Xiang-fang<sup>1</sup>, Kamy Sepehrnoori<sup>2</sup>,

YAO Yue-dong<sup>1</sup>, Jorge E. Ramirez Salazar<sup>2</sup>

(1. MOE Key Laboratory of Petroleum Engineering, China University of Petroleum, Beijing 102249, China;

2. The University of Texas at Austin)

**Abstract:** With lower viscosity and higher injectivity, CO<sub>2</sub> flooding has some advantages in tight reservoirs than depletion and water flooding, which can co-optimization the enhanced oil recovery and sequestration. The performance of CO<sub>2</sub> flooding design is determined by different geological as well as engineering aspects. Considering the tight nature and relative permeability hysteresis in tight reservoirs, the CO<sub>2</sub> flooding design is more very complicated with more challenges. The reservoir simulations were often performed in one factor at one time experimental design, in which the interactions between different parameters or factors are not taken into account. In this paper CO<sub>2</sub> flooding optimization was simulated with compositional simulator “GEM” with experimental design to enhance the simulation efficiency and maximize the information gained from each uncertainty analysis. The key parameters and their interactions during CO<sub>2</sub> flooding in tight reservoirs for EOR and sequestration were determined. This paper shows that continuous CO<sub>2</sub> injection using directional injectors coupled producers’ Well Control method is the best scheme during CO<sub>2</sub> flooding in tight reservoirs, which can give higher oil recovery and the most CO<sub>2</sub> sequestration.

**Key words:** tight reservoir; CO<sub>2</sub> EOR; sequestration; experimental design

**CLC Number:** TE357.2

**Document Code:** A

### 0 Introduction

In China, the percent of low permeability reservoirs among the new exploration are getting larger and larger<sup>[1]</sup>. The recoveries from depletion, water flooding and normal EOR methods are greatly limited in these reservoirs; however, some gases like CO<sub>2</sub> or hydrocarbon gases, whose viscosities are much lower than water, would have a higher injectivity. Therefore, the viability of flooding the reservoir with a gas will be much better<sup>[2, 3]</sup>. For CO<sub>2</sub> emission, China is located at the 2nd place in the world now<sup>[4]</sup>. As a coupled method for enhanced oil recovery and greenhouse gas sequestration, CO<sub>2</sub> injection in tight reservoir is being paid more and more attention<sup>[5]</sup>.

In this paper compositional reservoir simulations were performed to investigate different geological

\* 收稿日期:2009-10-20

作者简介:李保振(1979—),男,山东省阳谷县人,在读博士生,研究方向:油气藏开发、数值模拟  
基金项目:国家重点基础研究发展计划(973)项目(2006CB705801)

as well as engineering aspects of the reservoirs to find out key factors that help to reach the maximum oil recovery and maximum CO<sub>2</sub> sequestration. A large number of simulations were needed to quantify the impact of all these factors and their corresponding uncertainties taking into account various combinations of the factors. The design of experiment method was utilized to maximize the information gained from each uncertainty analysis<sup>[6,7]</sup>. The two objective functions were cumulative oil recovery and amount of CO<sub>2</sub> sequestered. This paper demonstrates that continuous CO<sub>2</sub> injection using directional injectors coupled production under Well Control method is the best strategy during CO<sub>2</sub> flooding in tight reservoirs, which can give higher oil recovery and the most CO<sub>2</sub> sequestration.

1   Uncertainties and Different Parameters During CO<sub>2</sub> Flooding in Tight Reservoirs

**Tab. 1   Experimental design parameters for CO<sub>2</sub> flooding in tight reservoirs**

	Factors	High level	Low level
A	$K_v/K_h$	0.5	0.1
B	Dip	10	5
C	Kr-Hysteresis	Y	N
D	Well-Type	Directional	Vertical
E	Schemes	CW	WAG
Response 1	Oil-Recovery	%	
Response 2	CO <sub>2</sub> -Sequestration	ft <sup>3</sup>	

In this paper the effects of 3 reservoir geological parameters including vertical permeability and horizontal permeability ratio ( $K_v/K_h$ ), formation dip angle, gas relative permeability hysteresis and 2 engineering factors including injection and production schemes, injector well types were investigated with compositional reservoir simulation<sup>[7]</sup>. Two-level fractional experimental design were used to as statistical tool to planning different typical CO<sub>2</sub> flooding design

so that the data obtained can be analyzed to yield valid and objective conclusions. Parameters and their levels are given in Tab. 1, and their combination for each run planned by experimental design was given in Tab.2. The analysis of injection and production schemes, the injector Well Types and the relative permeability hysteresis are given below.

**Tab.2   Combination of different factors for each run and their responses**

	Factor 1	Factor 2	Factor 3	Factor 4	Factor 5	Response 1	Response 2
Run	A;A ( $K_v/K_h$ )	B;B (Dip)	C;C ( $K_r-H_y$ )	D;D (W-Type)	E;E (Schemes)	Oil Recovery /%	CO <sub>2</sub> Storage /ft <sup>3</sup>
1	0.1	5	N	Vertical	CW	48.38	818 638 36
2	0.5	5	N	Vertical	WAG	52.59	416 273 85
3	0.1	10	N	Vertical	WAG	53.888	502 916 15
4	0.5	10	N	Vertical	CW	42.9	706 515 57
5	0.1	5	Y	Vertical	WAG	52.402	465 457 07
6	0.5	5	Y	Vertical	CW	44.288	729 948 91
7	0.1	10	Y	Vertical	CW	48.859	822 397 57
8	0.5	10	Y	Vertical	WAG	46.712	379 233 01
9	0.1	5	N	Directional	WAG	64.041 5	760 405 92
10	0.5	5	N	Directional	CW	48.412 6	775 498 48
11	0.1	10	N	Directional	CW	49.356	804 252 58
12	0.5	10	N	Directional	WAG	48.496 3	789 298 05
13	0.1	5	Y	Directional	CW	62.204 5	698 908 18
14	0.5	5	Y	Directional	WAG	60.477 7	576 611 16
15	0.1	10	Y	Directional	WAG	64.245 6	786 219 00
16	0.5	10	Y	Directional	CW	50.045 9	810 867 99

1.1   Injection and production schemes during CO<sub>2</sub> flooding

Injection and production schemes place a very important role during CO<sub>2</sub> flooding for enhanced oil

recovery and sequestration. These strategies include employing different injection and production schemes, applying various Well Control techniques, as well as different mobility control technologies such as water alternative gas injection (WAG) and producer Well Control according to the production gas oil ratio and average reservoir pressure method (CW) to delay early CO<sub>2</sub> breakthrough at production wells due to heterogeneity and its high mobility. In this paper the WAG scheme and producer Well Control (CW) method were tested during the optimization process.

### 1.1.1 Water alternative gas injection and continuous production (WAG)

This strategy is one conventional oil recovery method, which integrates the respective characteristic of gas drive and water drive, it can effectively control mobility ratio and stabilize displacement front to raise macroscopic sweep efficiency, and has been put in extensive use in oilfield production practice<sup>[8]</sup>. However due to the tight nature of low permeability reservoirs, water injection is limited because of higher injection pressure and poor injectivity. Otherwise the water injected will occupy much of the pore volume and reduce the CO<sub>2</sub> sequestration potential.

### 1.1.2 Gas injection with active production and injection well constraints (CI+CW)

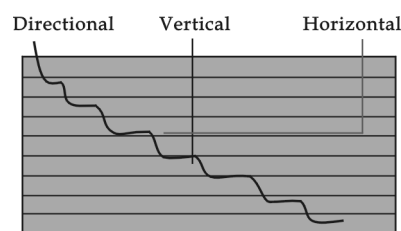
This scheme was introduced by A. R. Kovscek in 2005, it aims to maximize the mass of CO<sub>2</sub> injected while not reducing oil recovery. The Well Control parameters are the producing gas-oil ratio (GOR) and the average reservoir pressure, where the producing GOR is the volumetric flow rate of gas produced upon the oil production rate. Producer GOR refers to the GOR threshold that causes a well to be shut in. The pressure columns are the reservoir pressure where production wells are opened to avoid over pressurizing and thereby damaging the reservoir. Every time a production well is opened, the threshold GOR for shutting in a well is increased by the increment indicated<sup>[6]</sup>. The Well Control strategy provides a benefit by reducing injector to producer cycling of the injected gas and thereby improves the contact of the solvent with the reservoir fluid. In the practical using of this method, average reservoir pressure can be replaced by average static bottom hole pressure of the shut-in producers.

## 1.2 Injector Well Types

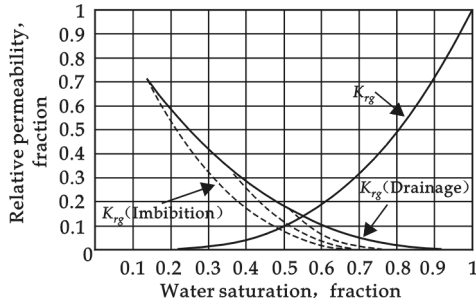
Because the tight nature of low permeability reservoirs, the injectivity is limited, which leads to the poor oil recovery from water or gas injection. In this paper several injector Well Types were test to enhance the CO<sub>2</sub> injectivity and sweeping efficiency. Based on the multi-layer tight reservoirs studied in this paper, the vertical injectors can perforate several layers and can make adjustments easily according to the production performance; but because of the limited perforation thickness, their injectivity is very poor; for the horizontal injectors,

which has more well drainage area, they can obtain higher injectivity and better sweeping efficiency in thick formation reservoirs, but they are not suitable in multi-layered tight reservoirs because only one or two layers are perforated and driven by injectants. In our study the high deviated injector is compared with vertical ones with compositional simulator “GEM”, which has the combination advantages of vertical injectors and horizontal ones. The simulation results show that this kind of injectors can adjust the water injection between several layers with more well drainage area and higher injectivity<sup>[7]</sup>.

### 1.3 Gas relative permeability hysteresis



**Fig. 1 Different injector Well Types during CO<sub>2</sub> flooding in tight reservoirs**



**Fig. 2 Cyclic behavior of the gas relative permeability with hysteresis-included in the model during a WAG process**

Fig. 2 shows cyclic changes between imbibition and drainage gas relative permeability curves. The WAG process is an example of this phenomenon. Therefore, it is critical to include a valid hysteresis model in order to obtain accurate results in the WAG simulations. In the simulations in which hysteresis is not modeled and accounted for, only drainage gas relative permeability data are being used during the drainage and imbibition processes. This can cause the effect of trapped gas on the oil recovery to remain unaccounted for. Moreover, residual gas saturation predictions, which are the most important factors in the CO<sub>2</sub> sequestration studies, can

only be performed by employing a hysteresis model in the simulation.

Trapped gas saturation influences water injectivity and is the primary determinant of the amount of miscible injected fluid retained in the reservoir, and therefore unavailable for oil displacement. In our study, hysteresis in gas relative permeability curves was modeled using a modified Land's equation. In this method, gas relative permeability during the drainage process is calculated using user-defined relative permeability models. During imbibition, gas relative permeability is calculated using shifted gas saturation.

$$K_{rg} = \frac{(1 + C_{g2}) \left( \frac{S_g(\text{shifted}) - S_{gr}}{1 - S_{gr}} \right)^{C_{g1}}}{1 + C_{g2} \left( \frac{S_g(\text{shifted}) - S_{gr}}{1 - S_{gr}} \right)^{C_{g1}(1+1/C_{g2})}} \quad (1)$$

$$S_g(\text{shifted}) = S_{gr} + \frac{(S_g - S_{grh})(S_{gh} - S_{gr})}{S_{gh} - S_{grh}} \quad (2)$$

Where  $S_g$  is the gas saturation,  $S_{gr}$  is the residual gas saturation. And  $S_{gh}$  is the value of  $S_g$  where the shift to imbibition occurs. By definition, the value of  $S_{gh}$  is the value of the gas saturation in a given grid block corresponding to the highest capillary pressure in that grid block during the simulation. The residual gas saturation ( $S_{grh}$ ) is the value of  $S_{gr}$  corresponding to  $S_{gh}$  calculated using the modified Land's equation given below:

$$\frac{1}{S_{gr}^{\max} - S_{gr}} - \frac{1}{S_g^{\max} - S_{gr}} = \frac{1}{S_{grh}^{\max} - S_{gr}} - \frac{1}{S_{gh}^{\max} - S_{gr}} \quad (3)$$

**Tab. 3 Reservoir parameters**

Grid dimation	20 * 5 * 7
Grid DX,DY,DZ/ft	60 * 60 * 10
Average K/md	1.16
Average $\varphi$ /fraction	0.12
Reservoir pressure/Psi	3 480
Pb/Psi	155.585
Gas Oil Rate(scF/stb)	211.4
APT	36.5
Viscosity RC/mPa · s	1.87
Oil in place/bbl	75 543.4
RC * means at reservoir condition	

Where  $S_{gr}^{\max}$  is the user input value for the maximum residual gas saturation, and  $S_g^{\max}$  is maximum gas saturation, which was equal to 1 in this study.

## 2 Reservoir Model Description

To achieve this goal, the compositional reservoir simulations, with “GEM”, a fully compositional, three dimensional finite difference based reservoir simulator, were performed to simulate the CO<sub>2</sub> flooding. The parameters of the reservoir model were produced using results from CMG's Model Builder. The reservoir was a heterogeneous, 3-D, Cartesian reservoir in-

initially containing oil and water with  $S_{wi}=0.4$  and  $S_{oi}=0.6$ . The reservoir parameters and oil properties are given in Tab. 3. Two wells were used in this reservoir, firstly, they both produced for 1 year, after that well B was converted into water injector(Fig. 3). After 3 years of water flooding, the CO<sub>2</sub> flooding plans in Tab. 2 were simulated.

3 Optimization of CO<sub>2</sub> Flooding in Tight Reservoirs with Reservoir Simulation and Experimental Design

Reservoir studies require integration of geological properties of the reservoir, drilling and production strategies, and economic parameters. In our study, to realize the co-optimization the oil recovery and CO<sub>2</sub> storage, we need to understand the CO<sub>2</sub> process in tight reservoir clearly. Compositional reservoir simulations were performed to investigate different reservoir geological as well as engineering aspects to find out key factors that help to get the maximum oil recovery and maximum CO<sub>2</sub> sequestration. A large number of simulations were needed to quantify the impact of all these factors and their corresponding uncertainties taking into account various combinations of the factors. Based on time and simulation expenses limitations, it was almost impossible to achieve a fully inclusive understanding of the process unless simulation runs are chosen and analyzed efficiently. Design of experiment is one of the methods to maximize the information gained from each simulation and to investigate the significance of the different parameters and there interactions. In this paper, two-level factorial designs were used to screen many factors to discover the vital few and how they interact. The parameters and factors for each run and their responses were given in Tab. 2.

Fig. 4 shows the results of statistical analysis on the simulation results. It shows the effects of all 5 factors on both oil recovery and CO<sub>2</sub> storage objective functions using two-level factorial design method. The effect on the X axis represents the change in the average response when a factor varies from its low to high value within the range of uncertainty. The effect is negative when the increase in the factor from the low side to the high side decreases the response value, and the effect is positive when the increase in the factor from the low side to the high side increases the response value<sup>[9,10]</sup>. High-influential factors (first-order effects) on the recovery and storage objective functions are shown in Fig. 4. Based on the parameters and the reservoir conditions studied, the order from most to least influential factors on the recovery objective are injection and production schemes, injector Well Types and their combination; in the case of CO<sub>2</sub> storage the order from most to least influential factors are injection and production schemes, injector Well Types and the combination of injection and produc-

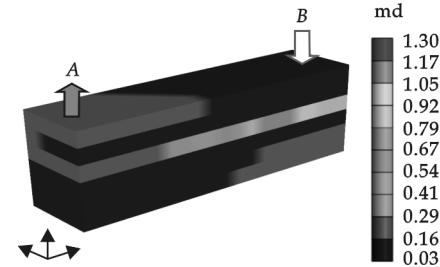


Fig. 3 Reservoir architecture; distribution of horizontal permeability (md)

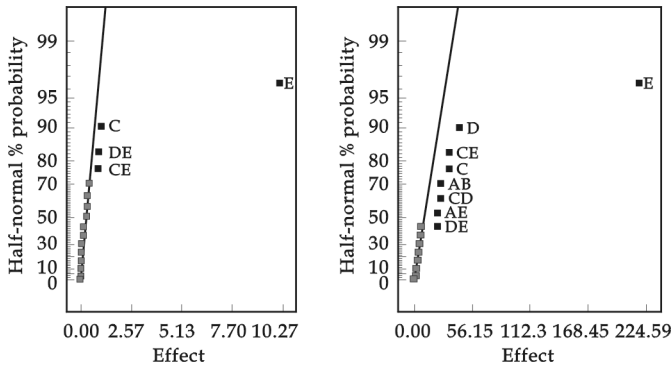


Fig. 4 Evaluating effect of different factors on oil recovery and CO<sub>2</sub> storage with two level factorial design

tion schemes with relative permeability hysteresis.

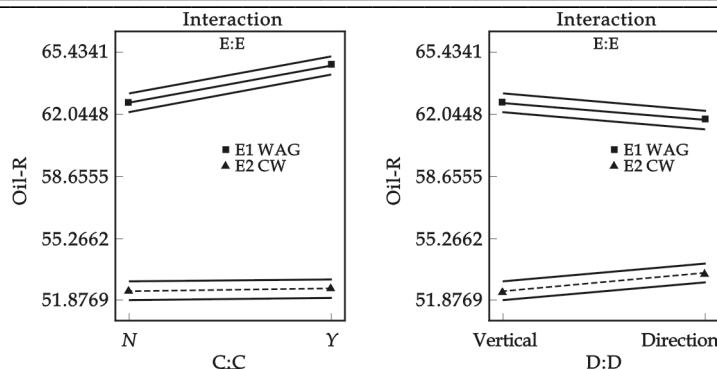


Fig. 5 Interaction of different factors on oil recovery

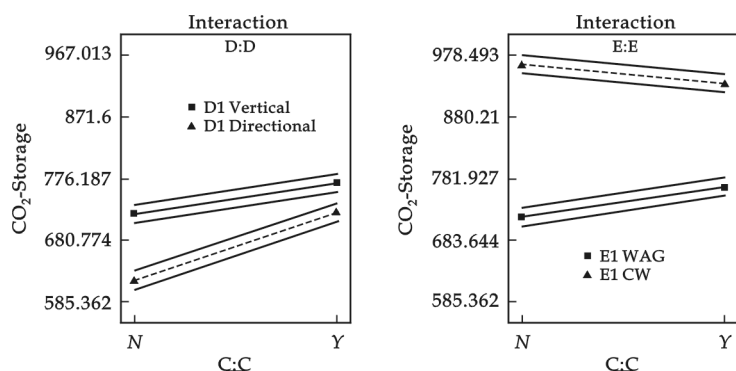


Fig. 6 Interaction of different factors on CO<sub>2</sub> storage

From Fig. 5 and Fig. 6 we can see the interaction of different factors on recovery and CO<sub>2</sub> storage. For the oil recovery:

(1) WAG method can help to obtain 10% more oil recovery than those under Well Control method in most cases.

(2) The directional injector can increase injectivity and better sweep efficiency, which can give 5% more oil recovery than Well Control method.

(3) The hysteresis of relative permeability has an important impact on oil recovery under WAG flooding, which leads to 5% higher oil recovery with hysteresis than that without it. But its effect is negligible under Well Control schemes.

For the CO<sub>2</sub> storage:

(1) Producer under Well Control method can help to store 60% more

CO<sub>2</sub> than that under WAG flooding.

(2) The directional injector can increase CO<sub>2</sub> storage by 10% than vertical injector.

(3) The hysteresis of relative permeability has an important impact on CO<sub>2</sub> storage under WAG flooding, which leads to 20% more CO<sub>2</sub> storage with hysteresis than that without. However, its effect is negligible in Well Control schemes.

## 4 Conclusions

(1) By using experimental design and response surface method, it is possible to optimize a coupled EOR and CO<sub>2</sub> sequestration project in tight reservoirs with acceptable accuracy. In this study, five uncertain parameters were optimized by using two level fractional factorial experimental designs with Design Expert. Sixteen simulation runs were needed to find their effects and interaction on oil recovery and the amount of CO<sub>2</sub> stored. Results of the simulations show that both flooding schemes and injector Well Types place most important role in CO<sub>2</sub> flooding for EOR and CO<sub>2</sub> storage; also the hysteresis of relative permeability was an important parameter in CO<sub>2</sub> storage.

(2) In the multi-layered tight reservoir, continuously CO<sub>2</sub> injection with directional injector combined with production under Well Control can realize the co-optimization of EOR and CO<sub>2</sub> sequestration.

## References

- [1] Li Daopin. Main Problems in Developing Low-permeability Reservoir and Its Improvement Ways[C]. Paper SPE 50921-MS, Presented at SPE International Conference and Exhibition in China held in Beijing, 1998.
- [2] Shehbaz Shoaib, B. Todd Hoffman. CO<sub>2</sub> Flooding the Elm Coulee Field[C]. Paper SPE123176, Presented at the 2009 SPE Rocky



- Mountain Petroleum Technology Conference, Denver, Colorado, USA, 2009.
- [3] GUO Ping, LI Shi-lun, DU Zhi-min, *et al.* Evaluation on IOR by Gas Injection in Low Permeability Oil Reservoir[J]. Journal of Southwest Petroleum University, 2002,24(5):40-50.
- [4] Pingping Shen, Huaiyou Jiang. China utilization of greenhouse gas as resource in EOR and storage it underground[J]. Petro China, 2009,11(5):7-10.
- [5] Zhu Zhihong, Zhou Huizhong. Modeling research on immiscible CO<sub>2</sub> drive in Jilin Xinli oil field[J]. Journal of Tsinghua University, 1996,36(11):58-64.
- [6] A. R. Kovscek, M. D. Cakici. Geologic storage of carbon dioxide and enhanced oil recovery. II. co-optimization of storage and recovery[R]. Energy Conversion and Management, 2004.
- [7] L. Dello, S. Miyskr. Improved Oil Recovery by Pattern Gas Injection Using Horizontal Wells in Tight Carbonate Reservoirs[C]. Paper SPE-36247, Presented at the 7th Abu Dhabi International Petroleum Exhibition and Conference, Abu Dhabi, UAE, 1996.
- [8] LI Zhenquan, YIN Yong, WANG Qiwei, *et al.* Development of the research on EOR mechanism by WAG[J]. Journal of Southwest Petroleum University, 2007,29(2):22-26.
- [9] Yousef Ghomian. Reservoir Simulation Studies for Coupled CO<sub>2</sub> Sequestration and Enhanced Oil Recovery[D]. PHD Dissertation of UT-Austin, 2008.
- [10] S. Kalla, C. D. White. Efficient Design of Reservoir Simulation Studies for Development and Optimization[C]. Paper SPE 95456, Presented at SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Dallas, Texas, U. S. A. , 2005.

# 低渗油藏 CO<sub>2</sub> 驱提高采收率与埋存中的有效设计

李保振<sup>1,2</sup>, 李相方<sup>1</sup>, Kamy Sepehrnoori<sup>2</sup>, 姚约东<sup>1</sup>,  
Jorge E. Ramirez Salazar<sup>2</sup>

(1. 中国石油大学石油工程教育部重点实验室, 北京 102249; 2. 德州大学奥斯汀分校)

**摘 要:** 由于具有较低的粘度和注入能力, CO<sub>2</sub> 驱在低渗油田开发中相比衰竭和注水开发有明显的优势, 而其开发效果受地质条件、油藏能量、流体特征及工艺技术等多种因素影响. 常规的油藏数值模拟方法只能进行单次单因素分析, 且不能分析不同因素之间的交互作用, 难以满足上述低渗油藏 CO<sub>2</sub> 驱中的多因素多水平的研究需要. 作者将实验设计方法引入上述 CO<sub>2</sub> 驱优化设计的数值模拟研究中, 利用该方法可以利用少量具有代表性的 CO<sub>2</sub> 方案, 最大量地获取需要的敏感性分析信息, 从而有效提高数值模拟方法的效率. 采用上述方法分析了低渗油藏 CO<sub>2</sub> 驱中的关键因素以及它们之间的交互作用, 确定了适合低渗油藏条件的 CO<sub>2</sub> 驱注采方式、注采井型及其优化组合. 研究表明, 利用大斜度井连续注 CO<sub>2</sub>, 结合生产井生产气油比和油藏平均压力实施开关井控制方法可以增加注入能力、缩短开发周期, 并能够同时获得油藏采收率和温室气体埋存的联合优化效果; 研究同时发现存在相渗滞后作用的情况下油藏 CO<sub>2</sub> 埋存潜力较大.

**关键词:** 低渗; CO<sub>2</sub> 驱提高采收率; 埋存; 实验设计

**中图法分类号:** TE357.2

**文献标识码:** A

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0030-03

# ELECTROPORATION CONDITIONS OF HIGH TRANSFORMATION EFFICIENCY OF *E. COLI DH12S*

CHEN Li, QI Xiang-jun

(School of Life Science & Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** This paper explored the optimal protocol of transformation of plasmid DNA into *Escherichia coli* (*E. coli*) *DH12S* mediated by electroporation and improved its transformation efficiency, and transferred plasmid pUC19 into *E. coli DH12S* strain by electroporation using different electrotransformation conditions and observed transformation efficiency. The transformation efficiency was affected by ionic strength of electroschock buffer, growth phase of germ, storage duration of competent cells and concentration of plasmid DNA. The optimal transformation parameters for highest transformation efficiency were voltage 2.5 kV, electric resistance 200  $\Omega$ , capacitance 25  $\mu\text{F}$ , pulse time 4.3 ms and electrotransformation buffer with low ionic strength. Optimized electrotransformation conditions can improve transformation efficiency.

**Key words:** electroporation transformation; plasmid pUC19; *E. coli DH12S*

**CLC Number:** Q939.121

**Document Code:** A

## 0 Introduction

There are two methods to transform *E. coli* cells with plasmid DNA, chemical transformation and electroporation<sup>[1]</sup>. For chemical transformation, cells are grown to mid-log phase, harvested and treated with divalent cations such as  $\text{CaCl}_2$ . Cells treated in such a way are said to be competent. To chemically transform cells, competent cells are mixed with the DNA, on ice, followed by a brief heat shock. For electroporation, cells are also grown to mid-log phase but are then washed extensively with water to eliminate all salts<sup>[2]</sup>. Electroporation is a significant increase in the electrical conductivity and permeability of the cell plasma membrane caused by an externally applied electrical field. It is usually used in molecular biology as a way of introducing some substance into a cell. This procedure is also highly efficient for the introduction of foreign genes in tissue culture cells, especially mammalian cells<sup>[3]</sup>. This paper is aim to study the high transformation efficiency of *E. coli* by electroporation and optimize the condition.

## 1 Material and Method

### 1.1 Material

*E. coli DH12S* (TAKALA Co., Ltd); pUC19 plasmid (TAKALA Co., Ltd); LB medium SOC medium; 100% ethanol;  $0.5 \times \text{TE}$  (10 mmol/L Tris, pH 8.3); WB (10% redistilled glycerol, 90% distilled water, v/v); transformation plates contains Ampicillin antibiotics.

\* 收稿日期:2009-12-14

作者简介:陈立(1984—),女,陕西省武功县人,在读硕士生,研究方向:生物制药

Pulse Controller Plus (BIO-RAD); Gene Pulser II (BIO-RAD).

1.2 Method

1.2.1 Preparation of *E. coli DH12S* cells for electroporation<sup>[4,5]</sup>

Use a fresh colony of *E. coli DH12S* to inoculate 5 mL of LB medium overnight at 37 °C. Dilute 2.5 mL of cells into 250 mL of LB in a 1 L flask. Test OD600 each one hour. Harvest cells by centrifugation at 8 000 r/min in a GSA rotor for 10 min in sterile centrifuge bottles. Wash the cell pellet on 250 mL of ice-cold WB. Repeat these two steps twice. Aliquots are dispensed in to 0.5 mL-eppendorf tubes and store at -80 °C.

1.2.2 Electroporation

Thaw an aliquot 20 μL of cells and add 1 μL of DNA pUC19 plasmid. Add a micro pipette 20 μL of the cell-DNA mixture in a Micro-Electroporation Chamber on ice for 5 min. After electroporation add 1 mL SOC medium immediately and remove the entire cell suspension to eppendorf tube, shake for 30~60 min to allow expression of the antibiotic gene. Spread the cells on transformation plates contains Ampicillin antibiotics 37 °C overnight. Measure the result by conversion rate.

2 Results

2.1 Determine OD600<sup>[6]</sup>

Competent cells on different growth periods affect the conversion rate significantly. Incubate *E. coli DH12S* in 5 mL LB medium at 37 °C. Prepare competent cells and test OD600 at 1 h, 2 h, 2.5 h, 3 h, 3.5 h, 4 h and 5 h. Mix 20 μL competent cell and 1 μL DNA pUC19 plasmid to do electroporation at voltage 2.5 kV, electric resistance 200 Ω, capacitance 25 μF, pulse time 4.3 ms. Results are shown in Fig. 1.

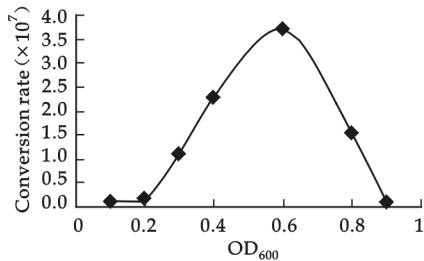


Fig. 1 Optimize CD600

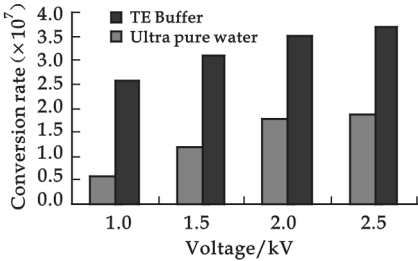


Fig. 2 Effect of buffer on conversion rate

Seen from Fig. 1, when OD600 is below 0.4, the conversion rate is increasing with growing OD600. After OD600 higher than 0.6, the conversion rate reduce with the increased OD600. When OD600 between 0.4 and 0.6, the cells are at the most activity period, it is suitable to prepare competent cells. The optimum OD600 is 0.4~0.6.

2.2 Effect of buffer on conversion rate

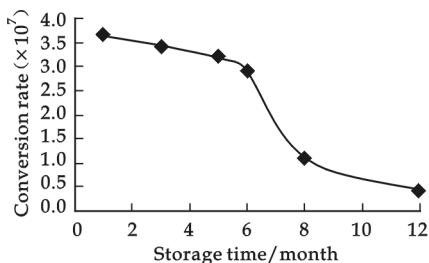
Use ultra-pure water and TE buffer respectively dissolve plasmid DNA to do electroporation at different voltage 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 kV. The results are shown in Fig. 2.

Seen from Fig. 2, whatever the voltage is, the conversion rate of ultra-pure water group is manifestly higher than TE buffer group. When voltage is 2.5 kV, the maximum conversion rate is  $3.68 \times 10^7$  CFU/μg and  $1.89 \times 10^7$  CFU/μg.

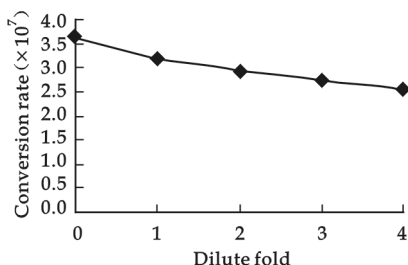
2.3 Effect of competent cell storage time on conversion rate<sup>[7]</sup>

Take the same competent cells conserved for different time to do electroporation at voltage 2.5 kV,

electric resistance 200  $\Omega$ , capacitance 25  $\mu\text{F}$ , pulse time 4.3 ms. Results are shown in Fig. 3.



**Fig. 3 Effect of competent cell storage time on conversion rate**



**Fig. 4 Effect of DNA density on conversion rate**

According to Fig. 3, the fresher the cell is, the higher conversion rate is.

#### 2.4 Effect of DNA density on conversion rate

Plasmid DNA density are diluted by 1-fold, 2-fold, 3-fold, 4-fold. Add 1  $\mu\text{L}$  DNA solution mix with 20  $\mu\text{L}$  competent cell do electroporation at voltage 2.5 kV, electric resistance 200  $\Omega$ , capacitance 25  $\mu\text{F}$ , pulse time 4.3 ms. Results are shown in Fig. 4.

According to Fig. 4, the higher DNA density is, the higher conversion rate is.

### 3 Conclusions

Electroporation is effective with nearly all cell and species types. A large majority of cells take in the target DNA or molecule. The amount of DNA required is smaller than for other methods. Generally we used plasmid DNA with high density. From this paper, it could be seen the higher the DNA density is, the better result is.

The success of the electroporation depends greatly on cell density. It should be less than  $10^8$  cells/mL (log phase of growth—the most healthy activity bacteria). On this research, the optimum OD600 is 0.4~0.6. The purity of the plasmid solution, especially its salt content directly impacted the electroporation result. Solutions with high salt concentrations might cause an electrical discharge (known as arcing), which often reduces the viability of the bacteria. On this research, we test salt content affection respectively on TE buffer and ultra-pure water. It is obvious that ultra-pure water achieve success.

However, if the pulses are of the wrong length or intensity, some pores may become too large or fail to close after membrane discharge causing cell damage or rupture. The transport of material into and out of the cell during the time of electropermeability is relatively nonspecific. This may result in an ion imbalance that could later lead to improper cell function and cell death.

In conclusion, the optimal transformation parameters for highest transformation efficiency of *E. coli* DH12S is voltage 2.5 kV, electric resistance 200  $\Omega$ , capacitance 25  $\mu\text{F}$ , pulse time 4.3 ms on OD600 0.4~0.6 and electrotransformation buffer with low ionic strength.

### References

- [1] Wells DJ. Gene therapy progress and prospects: electroporation and other physical methods[J]. Gene Ther, 2004, 11(18): 1 363-1 369.
- [2] Chen C, Smye SW, Robinson MP, et al. Membrane electroporation theories: a review[J]. Med Biol Eng Comput, 2006, 44 (1~2): 5-14.
- [3] Wei Xiao-ming, Su Ming-quan, Yang An-gang, et al. The effect of electroporation conditions on the transformation efficiency of *Escherichia coli* XL1-Blue[J]. Letters in Biotechnology, 2003, 14(6): 662-668.

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-00033-04

# 石英砂粒度对高硅氧纤维母体玻璃中 $B_2O_3$ 挥发机理的研究

刘新年, 田 鹏, 郭宏伟, 贺 祯, 张红林, 程 飞, 郭晓琛

(陕西科技大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**  $SiO_2$ - $B_2O_3$ - $Na_2O$  系统是熔制高硅氧玻璃纤维常用的母体玻璃系统, 该系统玻璃在熔化过程中常产生  $B_2O_3$  严重挥发的现象. 作者采用石英砂、硼酸、纯碱为原料高温熔制高硅氧玻璃, 分析了石英砂对高硅氧玻璃中  $B_2O_3$  挥发的影响. 研究表明: 石英砂粒度越小, 高温熔制过程组成中的  $B_2O_3$  挥发越小, 粒度为 300~360 目的石英砂可以有效地将  $B_2O_3$  挥发量降低到 4%.

**关键词:** 硼挥发; 石英砂粒度; 高硅氧玻璃; 玻璃纤维

**中图法分类号:** TQ171.1      **文献标识码:** A

## 0 引言

高硅氧玻璃纤维是一种耐高温的无机纤维, 具有优良的耐温、耐腐、绝缘、介电等性能, 长期使用温度在 900 °C 以下, 在 1 450 °C 下工作 10 min, 在 1 600 °C 下工作 15 s 仍可保持完好状态. 由于其具有化学性能稳定、耐高温、耐烧蚀等优良的性能, 因此广泛用作耐高温绝热材料、防火防护材料、高温气体和液体过滤材料、航天飞行器的防热烧蚀及透波材料等<sup>[1-3]</sup>.

$SiO_2$ - $B_2O_3$ - $Na_2O$  系统是高温熔制高硅氧玻璃纤维常用的母体玻璃系统, 该系统最早由 Corning 公司研制, 其中  $B_2O_3$  含量大于 20%, 在 1 400~1 500 °C 高温下熔化成球后经拉丝成为玻璃纤维, 然后再经过一系列处理就可以得到高硅氧玻璃纤维制品. 该系统最大的缺点是熔制过程中  $B_2O_3$  挥发高达 30% 以上, 严重影响了高硅氧玻璃的性能<sup>[3-8]</sup>. 本文从玻璃原料角度研究了石英砂颗粒度在高硅氧玻璃熔制过程中对  $B_2O_3$  挥发的影响, 并分析了  $B_2O_3$  的挥发机理.

## 1 实验

### 1.1 原料与配比

实验所用  $SiO_2$ - $B_2O_3$ - $Na_2O$  系统玻璃基础化学组成如表 1 所示, 其中  $SiO_2$  选用安徽凤阳产水洗石英砂,  $SiO_2$  含量为 99.74%;  $B_2O_3$  由硼酸引入,  $H_3BO_3$  含量为 99.5%;  $Na_2O$  由纯碱引入,  $Na_2CO_3$  含量为 98%. 表 2 是依据上述玻璃化学组成, 以 100 g 玻璃试样为基准经计算得到的玻璃配合料组成及气体率.

### 1.2 实验过程

按照上述配方称取各种原料, 然后混合均匀至均匀度达 95%, 即得合格的玻璃配合料. 其中每组配比中分别选取 3 组不同粒度的石英砂进行实验, 即 40 目(小于 0.1 mm)、300 目(小于 0.045 mm)和 360 目(小于 0.038 mm). 玻璃采用硅钼棒电炉熔化, 选择  $Al_2O_3$  质刚玉坩埚作为玻璃熔化用容器, 在同一熔化工艺实验条件下一次性加料, 加料温度为 1 250 °C, 加料完成后在熔制温度 1 400 °C 下保温 3 h, 然后在高

\* 收稿日期: 2009-11-28  
作者简介: 刘新年(1953—), 男, 陕西省渭南市人, 高级工程师, 研究方向: 功能玻璃

温下将玻璃液倒入钢模中,玻璃成型后送入退火炉中退火即得玻璃试样.

表 1 母体玻璃基础化学组成/%(质量分数)

组成	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>
SiO <sub>2</sub>	68	61	52
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24	30	41
Na <sub>2</sub> O	8	9	7

表 2 实验玻璃配方/g

组成	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>
石英砂	68.2	61.2	52.1
硼酸	42.8	53.5	73.2
纯碱	14.0	15.7	12.2
气体率	20.0%	23.3%	27.2%

1.3 性能测试

用 JXD-Ⅱ 型读数显微镜测量玻璃中未澄清的气泡孔径;用 721 分光光度计测量试样的透光率;用日本理学 D/max2200PC X-射线仪测定试样中析出晶相的种类,衍射条件:CuKα,40 kV,40 mA,石墨单色器,扫描速度为 5°/min,步长 0.01°.

2 结果与讨论

2.1 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 挥发的熔制现象分析

在高硅氧玻璃熔制过程中,定时对玻璃熔化情况进行观察.实验发现,采用粒度大于 300 目的石英

砂为原料进行熔制时,在加完料很短的时间内,坩埚内的配合料快速形成具有大量气泡状的粘稠玻璃液,并有溢出现象(如图 1(a)示意图所示).而当使用 40 目较粗粒度的石英砂时,则无此现象发生,配合料熔化过程中的现象如图 1(b)示意图所示.

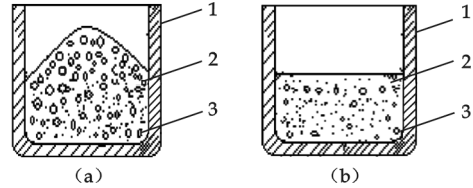
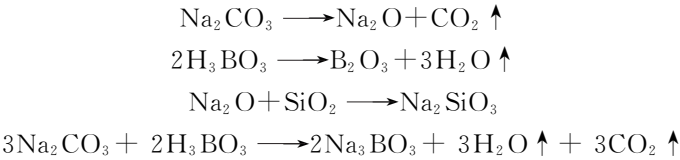


图 1 不同粒度石英砂配合料在熔制中的示意图  
1-坩埚,2-玻璃液,3-气泡

图 1 是加入不同粒度石英砂的配合料在 1 300 ℃ 熔化 1 h 的状态示意图.当石英砂粒度较小时,石英砂与硼酸和纯碱的接触面积增大,包裹在硼酸和纯碱外面的石英砂在高温下快速与硼酸和纯碱发生反应形成熔体,并产生大量气体(CO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O).由于此时玻璃熔体的粘度较大,因此气体不能从内部排出,随着时间的延长大量气体在熔体内部聚集,使玻璃体积不断增大,且溢料程度随组成中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量的增加而越来越严重,其中 3<sup>#</sup> 试样的溢料最为严重.但是,当石英砂粒度较大时,硼酸和纯碱与石英砂接触的面积大大降低,形成硅酸盐熔体的时间加长,发生以上反应所产生的气体可以充分地 从熔体中排除,所以熔制过程中没有出现溢料现象.

2.2 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 挥发机理分析

采用石英砂、纯碱和硼酸熔制高硅氧玻璃时,高温下各原料发生的反应如下:



当使用粒度较小的石英砂熔制时,高温下石英砂与纯碱快速发生反应,形成了硅酸钠,加速了石英砂的熔化,在一定时间和一定温度下,玻璃液的粘度较大,气泡多.在此阶段,玻璃液中大量气泡的存在有效阻碍了玻璃中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的挥发.当石英砂粒度较大时,易于熔化的硼酸和纯碱在熔化中首先熔化并发生分解反应.由于石英砂颗粒度大,玻璃形成速度缓慢,因此在此过程中首先熔化了了的硼酸和纯碱伴随大量气体逸出,随着气体在一定时间内的不断逸出,B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Na<sub>2</sub>O 挥发增大,这对于高硼含量的玻璃来说将会导致最终的玻璃组成发生变化,尤其是对于高硅氧玻璃纤维的制备将会对后序的分相处理和拉丝工艺产生较大的影响<sup>[4,7]</sup>.

选择不同颗粒度的石英砂,在同一实验条件下进行高硅氧母体玻璃熔制实验,结果如表 3 所示.通过测定玻璃总质量发现,采用粒度较小的石英砂熔制得到的玻璃质量损失率为 4%,采用粗石英砂制得的玻璃质量损失率最高达到 19.3%,且组成中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量越高质量损失越大,而当石英砂粒度较小时,玻璃质量损失与 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量没有直接关系,使用细石英砂熔制的玻璃要比使用粗石英砂熔制的玻璃 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 挥发降



低了 10% 左右. 由此分析认为, 对于 SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Na<sub>2</sub>O 系玻璃来讲, 玻璃组成中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量过高时, 对于引入 SiO<sub>2</sub> 的石英砂原料, 适宜选择颗粒度较小的石英砂. 对工厂中试样的数据分析也表明, 采用粒度较小的石英砂玻璃熔制质量较高, 产品一致性好, 所形成的玻璃纤维性能优良, 大大提高了高硅氧玻璃的质量.

表 3 不同粒度石英砂熔制的高硅氧玻璃质量损失率

试样	1 <sup>#</sup>			2 <sup>#</sup>			3 <sup>#</sup>		
石英砂粒度/目	40	300	360	40	300	360	40	300	360
质量损失/%	12.4	5.3	4.0	14.1	5.5	4.8	19.3	6.8	6.5

此外, 选用粒度较小的石英砂熔制出来的玻璃整体均匀透明, 透光率可达 85% 以上; 而用粗石英砂熔制出来的玻璃上下不均匀, 上部为透明状态的玻璃, 而下部为不透明乳浊的玻璃, 试样出现了明显的“分相”. 为此对 3<sup>#</sup> 玻璃试样(石英砂 40 目)从上部和下部分别取样, 测得的 XRD 谱如图 2 所示.

另外, 通过对采用 300 目和 360 目的石英砂熔制的玻璃试样分别进行气泡测定发现, 前者熔化获得的玻璃气泡少, 而后者气泡较多, 且大都在 1~2mm, 说明石英砂颗粒度过细会对玻璃澄清不利, 但可通过适当延长玻璃在炉内的澄清时间加以解决. 工厂中通过适当延长澄清时间 1~3 h 即可消除气泡.

2.3 熔化工艺对 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 挥发的影响

除了选择适宜粒度的石英砂原料来减少 SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Na<sub>2</sub>O 系玻璃的 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 挥发外, 在熔化工艺方面, 熔化温度和成型温度对 SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Na<sub>2</sub>O 系玻璃的 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 挥发也有一定程度的影响. 实验表明, 熔制过程中熔化温度和成型温度不宜过高, 且加料温度不宜过低. 同时选用配合料的含水量要小, 因为水蒸气容易和液态的 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 生成偏硼酸, 从而促进硼的挥发. 但在工业生产中, 对于过细的石英砂粉料, 也有很多测不准的因素, 如飞料、溢料等, 这对硼挥发也会产生一定的影响.

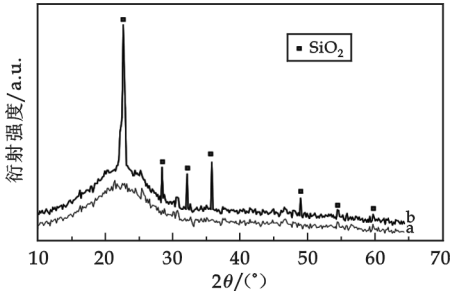


图 2 高硅氧玻璃 1 420 °C 保温 3 h 时的 XRD 图谱

a-上部透明状态的玻璃, b-下部不透明乳浊的玻璃

3 结论

- (1)对于采用 SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Na<sub>2</sub>O 系熔制高硅氧纤维母体玻璃而言, 当玻璃组成中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量过高时, 对于引入 SiO<sub>2</sub> 的石英砂原料, 应选用较细颗粒度的石英砂原料, 可以减少玻璃熔化过程中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的挥发, 有利于玻璃质量的提高.
- (2)使用 300 目粒度的石英砂获得的玻璃质量优于使用 360 目的石英砂获得的玻璃的质量. 前者玻璃的气泡明显少于后者, 说明过细的石英砂会对玻璃的澄清产生影响. 使用 300 目粒度的石英砂与使用 40 目粒度的石英砂相比, 前者 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 挥发量比后者 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 挥发量可降低 10% 左右.
- (3)粒度小的石英砂颗粒加快了与 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Na<sub>2</sub>O 反应的速度, 所产生的气体在玻璃液中形成的气泡起到了隔离层的作用, 阻碍了 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的挥发.

参考文献

[1] 毕鸿章. 高硅氧玻璃纤维及其应用[J]. 高科技纤维与应用, 2003, 28(4): 36-39.

[2] Fujimoto Y, Nakastuka M. A novel method for uniform dispersion of the rare earth ions in SiO glass using zeolite[J]. Non-Cryst. Solids, 1997, 215: 182-187.

[3] Galant E, Gorovaya B, Demskays E, et al. The spectroscopic and luminescent properties of high-silica glasses containing neodymium[J]. Sov. J. Glass Chem. Phys., 1976, 2: 429-435.

[4] 王承遇, 陶 瑛. 玻璃材料手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008: 63-69.

[5] Da N, Yang L, Peng M. High quantum efficiency and high concentration-erbium-doped silica glasses fabricated by sintering nanoporous glass[J]. J. Rare Earths, 2006, 3: 56-60.

[6] 祖 群, 姚正庆. 酸沥滤钠硅酸盐玻璃制造高硅氧玻璃纤维的研究[J]. 玻璃纤维, 2004, (3): 1-4.

[7] 赵彦钊, 殷海荣. 玻璃工艺学[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 145-149.

[8] 戴尚芹. 探讨高硅氧玻璃纤维制备过程中的质量控制[J]. 玻璃纤维, 2009, (3): 14-16.

## STUDY ON MECHANISM OF QUARTZ SAND PARTICLE SIZE TO AFFECT $B_2O_3$ VOLATILIZATION IN THE MATRIX GLASS OF HIGH SILICA GLASS FIBER

LIU Xin-nian, TIAN Peng, GUO Hong-wei, HE Zhen, ZHANG Hong-lin,  
CHENG Fei, GUO Xiao-chen

(School of Materials Science & Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:**  $SiO_2$ - $B_2O_3$ - $Na_2O$  system is always the matrix glass system of melting high silica glass fiber at high temperature, the glasses in the melting process have serious  $B_2O_3$  volatilization phenomenon. Quartz sand, boric acid, sodium carbonate are used as raw material to melt glass silica glass at high temperature and then the influence of quartz sand to  $B_2O_3$  volatilization in high silica glass is analyzed, the results indicate that the smaller quartz sand grain size is, the smaller  $B_2O_3$  volatilization in smelting process at high temperature is and quartz sand grain size of 300~360 mesh can effectively reduce  $B_2O_3$  volatilization quantity up to 4%.

**Key words:**  $B_2O_3$  volatilization; quartz sand particle size; high silica glass; glass fiber

(上接第 32 页)

- [4] LI Dai-zong, Zhao Xiao-yu, Ni Zhi-hua, *et al.* Study on the preparation of the competent cells of *Escherichia coli*[J]. Biotechnology, 2006, 16(6): 257.
- [5] Luo Chan, Tang Gang-bin, Xie Ti-san, *et al.* Comparative study on preparation and storage of competent *Escherichia coli* Cells[J]. Biotechnology, 2005, 15(1): 52-54.
- [6] Zhang Jian-qiong, Zhang Xue-ping, Xie Wei, *et al.* Survey the highest of transformations-efficiency of the competent cell [J]. Journal of Nanjing Normal University (Natural Science Edition), 2000, 23(2): 274.
- [7] LING Li-jun, Zhu Yan, Wang Hong-mei, *et al.* The effect of storage time and temperature on transformation rate of *E. coli* competent cells[J]. Letters in Biotechnology, 2004, 15(1): 252.

## 大肠杆菌 *DH12S* 菌株高效电击转化条件的探讨

陈 立, 齐香君

(陕西科技大学生命科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:** 探讨了电击转化法介导质粒 DNA 转化到大肠杆菌 *DH12S* 的最佳条件, 以提高其转化效率. 将 pUC19 质粒转化大肠杆菌 *DH12S* 菌株, 观察不同的电击转化条件对转化效率的影响. 结果表明, 电击缓冲液的离子强度、细菌生长状态、感受态细胞保存时间及质粒 DNA 浓度对转化效率均有不同程度的影响; 在电压 2.5 kV, 电阻 200  $\Omega$ , 电容 25  $\mu F$ , 脉冲时间 4.3 ms 和低离子强度电击缓冲液的条件下能获得较高的电击转化率, 证明该优化电击转化条件能提高转化效率.

**关键词:** 电击转化; 质粒 pUC19; 大肠杆菌 *DH12S*

中图分类号: Q939.121

文献标识码: A



\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0037-04

# 玻璃纤维/微孔不饱和聚酯复合材料配方的研究

赵雪妮, 李瑞虎, 李 明

(陕西科技大学机电工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**研究了采用超饱和气体法制备玻璃纤维/微孔不饱和聚酯复合材料的配方,并用显微镜对试样进行了分析,确定了微孔复合材料的泡孔直径及密度,分析了影响泡孔直径及密度的因素.结果表明:纤维长度是主要影响因素,较优配方所制备的微孔复合材料的泡孔直径为 12  $\mu\text{m}$ ,泡孔密度为  $1.44 \times 10^{11}$  个/ $\text{cm}^3$ .

**关键词:**不饱和聚酯;玻璃纤维;微孔塑料;泡孔密度

**中图法分类号:**TQ232.4<sup>+</sup>2 **文献标识码:**A

## 0 引言

不饱和聚酯塑料具有优良的电性能、耐化学腐蚀性和耐环境老化性以及硬度较高和加工工艺简便等优点,在工业、农业、交通及建筑等领域有着广泛的用途.但不饱和聚酯塑料脆性较大,使其应用受到了限制,故增强增韧改性是不饱和聚酯塑料改性研究的重要内容.纤维增强是不饱和聚酯塑料的改性方法之一,其中玻璃纤维增强不饱和聚酯复合材料具有良好的性价比、优异的加工性和较高的耐化学、耐腐蚀性等优点,在航空、汽车、印刷集成电路等领域有着极为广泛的应用.但玻璃纤维增强不饱和聚酯复合材料亦存在力学性能较差等缺点,从而限制了其应用领域,因此有必要进一步采用新方法增强增韧,提高其力学性能<sup>[1-5]</sup>.纤维增强热固性泡沫材料,特别是纤维增强硬质聚氨酯泡沫,因具有优异的抗冲击强度和能量吸收性能且弯曲疲劳特性良好已在国内外得到了广泛的应用.

微孔塑料的概念和制备方法于 1981 年由美国麻省理工学院首先提出.与未发泡的塑料相比,微孔塑料密度可降低 5%~95%,具有较高的冲击强度、韧性、比刚度、疲劳寿命以及较低的介电常数和热传导系数,而且由于微孔的存在,其许多力学性能优于普通发泡和未发泡塑料.同时,在超饱和气体法<sup>[6-9]</sup>制备微孔塑料的过程中未使用化学和氯、氟烃等发泡剂,无环境污染的问题,被认为是一种新型绿色材料,在建筑、航空、汽车和生物医学等领域有着广阔的应用前景.目前发达国家对热塑性微孔发泡技术的实际应用开发及商业化推广较多,我国对这项技术的研究尚处于起步阶段,在理论上取得了一定进展,并已在实验室制备出了多种型号的热塑性微孔塑料,但离热塑性微孔塑料的产业化还有一定距离.

本文在热塑性微孔塑料<sup>[10-12]</sup>和热固性不饱和聚酯微孔塑料<sup>[13,14]</sup>的研究基础上,研究了玻璃纤维/微孔不饱和聚酯复合材料的制备工艺,以期在不损害玻璃纤维增强不饱和聚酯复合材料高强高硬等优势性能的前提下降低其密度,进一步提高强韧性.

## 1 试样制备与实验方法

### 1.1 实验材料及设备

实验中采用 191<sup>#</sup> 不饱和聚酯树脂,质量为 30 g,稀释剂苯乙烯、重质碳酸钙的用量分别为 40%、

\* 收稿日期:2009-12-09  
作者简介:赵雪妮(1974—),女,陕西省礼泉县人,副教授,硕士,研究方向:复合材料及材料加工  
基金项目:陕西科技大学自然科学基金资助项目(编号:ZX07—24)

8.8%,所用的玻璃纤维为经硅烷表面处理的无碱玻璃纤维,固化剂为液态过氧化甲乙酮,促进剂为环烷酸钴.实验中各种试剂的用量均为相对于不饱和聚酯树脂的质量分数.超饱和气体法选用惰性气体 CO<sub>2</sub> 做发泡剂.

玻璃纤维/微孔不饱和聚酯复合材料采用自制热固性微孔塑料成型设备制备,制备时使用 T071-45A 型塑料制品液压机将装有密封圈的成型设备端面密封.

1. 2 实验步骤

称取一定质量的聚酯树脂和苯乙烯注入到容器中,混合均匀后加入一定量的碳酸钙和玻璃纤维,取一定质量分数的固化剂充分混合搅拌均匀,5 min 后加入一定质量分数的促进剂,搅拌均匀后放入热固性微孔塑料成型设备中,通入 CO<sub>2</sub>,排净其中的空气.充入 CO<sub>2</sub> 达 5 MPa 保压 30 min 后(I 阶段),降压到 2 MPa 保压 30 min(II 阶段),取出复合材料在室温下继续固化成型 60 min.

1. 3 样品表征

固化成型后的试样用显微镜(×400,×1 600)观察泡孔直径及单位截面上的泡孔数目.

当采用显微镜分析试样的发泡状况时,试样断面中的气泡密度可用下式求出<sup>[15,16]</sup>:

$$N_0 = \left(\frac{nM^2}{A}\right)^{3/2} \left(\frac{1}{1-V_f}\right) = \left(\frac{nM^2}{A}\right)^{3/2} \left(\frac{\rho}{\rho_f}\right)$$
$$V_f = 1 - \frac{\rho_f}{\rho}$$

式中:

- N<sub>0</sub>—气泡密度,个/cm<sup>3</sup>;
- n—显微图片中的气泡个数;
- M—显微图片的放大倍数;
- A—显微图片的面积,cm<sup>2</sup>;
- V<sub>f</sub>—气泡孔隙率,%;
- ρ<sub>f</sub>—发泡材料密度,g/cm<sup>3</sup>;
- ρ—未发泡材料密度,g/cm<sup>3</sup>.

表 1 正交试验因素与水平

水平	因素			
	纤维长度/mm	纤维含量/%	固化剂含量/%	促进剂含量/%
	A	B	C	D
1	A <sub>1</sub> (2.0)	B <sub>1</sub> (5)	C <sub>1</sub> (1)	D <sub>1</sub> (1)
2	A <sub>2</sub> (3.0)	B <sub>2</sub> (10)	C <sub>2</sub> (2)	D <sub>2</sub> (2)
3	A <sub>3</sub> (4.0)	B <sub>3</sub> (15)	C <sub>3</sub> (3)	D <sub>3</sub> (3)
4	A <sub>4</sub> (5.0)	B <sub>4</sub> (20)	C <sub>4</sub> (4)	D <sub>4</sub> (4)

2 实验结果与分析

2.1 正交表设计与实验结果

根据前期探索性实验的结果,设计了 L<sub>16</sub>(4<sup>4</sup>) 正交试验表,以纤维长度、纤维含量、固化剂含量、促进剂含量作为主要影响因素进行研究,结果见表 1、表 2.

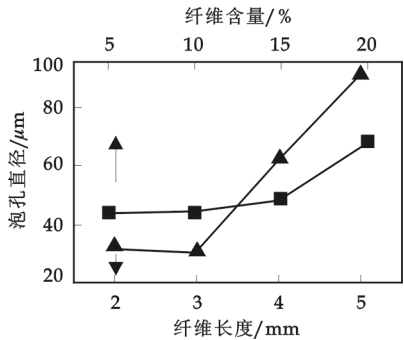


图 1 纤维长度及含量水平对泡孔直径的影响

2.2 实验配方对微孔复合材料泡孔直径的影响

由表 2 可以看出各因素对泡孔直径影响的主次顺序依次为:纤维长度>纤维含量>固化剂>促进剂.制备微孔复合材料的 II 阶段,不饱和聚酯液、固(纤维、碳酸钙)物料体系中液态 CO<sub>2</sub> 变为气态时,纤维长度影响单位体积内的泡孔形核点数目,从而影响泡孔的长大速率和泡孔直径.促进剂在聚酯固化过程中能单独使用以促进固化剂分散的活化剂,其作用是能使有机过氧化物固化剂在成型温度下形成游离基.根据其用量的多少,可以控制固化速度.促进剂基本上都具有还原剂的性质,使过氧化物得到电子被还原,本身却失去电子被氧化,因此过氧化物与促进剂可组合成氧化-还原引发体系.作用原理是促进过氧化物形成游离基,游离基又使树脂和交联剂中的双键打开,构成反应链,继而各自又形成新的游离基,使反应链不断增长,直到过氧化物耗尽为止.

本实验所用的促进剂为环烷酸钴,其用量范围为 1%~4%,基本满足过氧化物的用量,因此对泡孔直径的影响为次要因素.图 1 为纤维长度、纤维含量水平对微孔复合材料泡孔直径的影响.如图 1 所示,随纤维长度的增大,泡孔直径呈增加趋势,纤维长度为 3 mm 时的泡孔直径比 2 mm 时略有降低,但变化不是很明显.因为随纤维长度的增加,单位体积内的泡孔形核点减少,泡孔长大速率提高,泡孔直径增大.在实验范围内,随纤维含量的增大,泡孔直径增加,但趋势不是很明显.

表 2 配方参数  $L_{16}(4^4)$  正交试验结果

	纤维长度(A)	纤维含量(B)	固化剂含量(C)	促进剂含量(D)	泡孔直径	泡孔密度/( $\times 10^9$ 个/ $\text{cm}^3$ )
	/mm	/%	/%	/%	/ $\mu\text{m}$	
1	$A_1(2.0)$	$B_1(5)$	$C_1(1)$	$D_1(1)$	20	52.86
2	$A_1(2.0)$	$B_2(10)$	$C_2(2)$	$D_2(2)$	34	105.64
3	$A_1(2.0)$	$B_3(15)$	$C_3(3)$	$D_3(3)$	26	88.80
4	$A_1(2.0)$	$B_4(20)$	$C_4(4)$	$D_4(4)$	47	24.78
5	$A_2(3.0)$	$B_1(5)$	$C_3(3)$	$D_4(4)$	30	65.03
6	$A_2(3.0)$	$B_2(10)$	$C_4(4)$	$D_3(3)$	12	144.23
7	$A_2(3.0)$	$B_3(15)$	$C_1(1)$	$D_2(2)$	19	71.64
8	$A_2(3.0)$	$B_4(20)$	$C_2(2)$	$D_1(1)$	60	77.31
9	$A_3(4.0)$	$B_1(5)$	$C_4(4)$	$D_2(2)$	50	16.96
10	$A_3(4.0)$	$B_2(10)$	$C_3(3)$	$D_1(1)$	52	26.31
11	$A_3(4.0)$	$B_3(15)$	$C_2(2)$	$D_4(4)$	70	11.98
12	$A_3(4.0)$	$B_4(20)$	$C_1(1)$	$D_3(3)$	78	5.65
13	$A_4(5.0)$	$B_1(5)$	$C_2(2)$	$D_3(3)$	88	8.22
14	$A_4(5.0)$	$B_2(10)$	$C_1(1)$	$D_4(4)$	92	5.49
15	$A_4(5.0)$	$B_3(15)$	$C_4(4)$	$D_1(1)$	90	2.87
16	$A_4(5.0)$	$B_4(20)$	$C_3(3)$	$D_2(2)$	96	0.97
I 直径	127	188	209	222	$T_{\text{直径}}=864$	
II 直径	121	190	252	199		
III 直径	250	205	204	204		
IV 直径	366	281	199	239		
R 直径	245	93	53	40	$T_{\text{密度}}=708.74$	
I 密度	272.08	143.07	135.65	159.35		
II 密度	358.20	281.68	203.14	195.22		
III 密度	60.91	175.29	181.12	246.90		
IV 密度	17.55	108.71	188.84	107.28		
R 密度	340.65	172.97	67.49	139.63		

2.3 实验配方对微孔复合材料泡孔密度的影响

由表 2 可以看出各因素对泡孔影响的主次顺序依次为:纤维长度>纤维含量>促进剂>固化剂.纤维长度影响单位体积内泡孔形核点的数目,对泡孔密度的影响最显著.图 2 分别为纤维长度、纤维含量水平对微孔复合材料泡孔密度的影响.如图 2 所示,随纤维长度的增大,泡孔密度下降,纤维长度为 3 mm 时的泡孔直径比 2 mm 时略有增加,但变化不是很明显.因为随纤维长度的增加,单位体积内的泡孔形核点减少,因此泡孔密度减小.

3 结论

通过采用超饱和气体法制备玻璃纤维/微孔不饱和聚酯复合材料

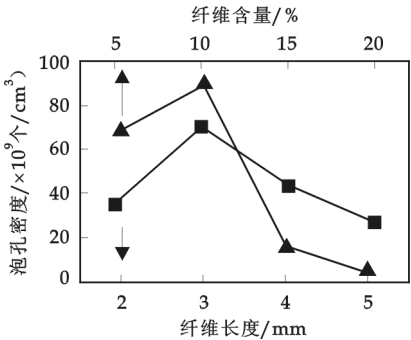


图 2 纤维长度及含量水平对泡孔密度的影响

的配方实验,得到如下结论:

(1)泡孔直径和密度最主要的影响因素是纤维长度,固化剂和促进剂对其有一定的影响,但是比玻璃纤维影响要小,影响趋势比较平缓.

(2)Ⅰ阶段 5 MPa 和Ⅱ阶段 2 MPa 压力各保压 30 min 时,玻璃纤维/微孔不饱和聚酯复合材料较优的配方为:稀释剂苯乙烯、重质碳酸钙的用量分别为 40%、8.8%,纤维长度 3 mm,纤维含量 10%(质量分数),固化剂含量 4%,促进剂含量 3%,所制备的微孔复合材料的泡孔直径为 12  $\mu\text{m}$ ,泡孔密度为  $1.44 \times 10^{11}$  个/ $\text{cm}^3$ .

### 参考文献

- [1] 周文英,齐暑华,涂春潮,等. 不饱和聚酯纳米复合材料研究进展[J]. 合成树脂及塑料, 2005,22(4): 76-80.
- [2] 袁 莉,马晓燕,黄 韵,等. 有机累托石不饱和聚酯玻璃纤维三元复合材料的研究[J]. 高分子材料科学与工程, 2005,21(3):294-297.
- [3] 李洪春,张广成,顾军渭,等. 微孔塑料的成型原理、制备和最新发展[J]. 工程塑料应用, 2006,34(12):76-79.
- [4] 陶 潜,游长江,莫 海,等. 不饱和聚酯复合材料的研究进展[J]. 广州化学, 2005,30(1):46-51.
- [5] 冯健中,游长江,鲁 光. 不饱和聚酯/玻璃纤维复合材料的研究[J]. 广州化学, 2006,31(3):46-56.
- [6] Han X., Zeng C., Lee L. J., *et al.* Extrusion of polystyrene nanocomposite foams with supercritical  $\text{CO}_2$ [J]. Polymer Eng. Sci., 2003,43(6), 1 261-1 268.
- [7] Cooper, A. I.. Polymer synthesis and processing using supercritical carbon dioxide[J]. J. Mater. Chem., 2000,(10): 207-215.
- [8] 张艳君,刘亚青,张弘胤. 超临界流体辅助挤出微孔塑料的研究[J]. 塑料工业, 2006,34(增刊):88-94.
- [9] 牟文杰. 动态条件对微孔塑料用超临界  $\text{CO}_2$  发泡成核的影响[D]. 广州:华南理工大学博士学位论文, 2003.
- [10] Ulrich Daum, Dietmar Rakutt. Microcellular thermoset foams and method for producing the same[P]. US:6506808B1, 2003-01-14.
- [11] Ernest R. Kamens, Tonawanda, John P. Cassoni, *et al.* Foaming of unsaturated polyester resin at elevated temperatures[P]. US: 4636528, 1987-01-13.
- [12] Ennio Cozzi, Cantalupo, Messimo Tardani, *et al.* Unsaturated polyester resin capable of entrapping an inert gas to form a structural foam[P]. US:4151335, 1979-04-24.
- [13] 刘培生. 多孔材料引论[M]. 北京:清华大学出版社, 2004.
- [14] 吴 磊,权 衡,蔡璋喆,等. 丁酮对聚氨酯微孔膜性能的影响[J]. 化纤与纺织技术, 2006,(3):15-20.
- [15] C. B P ark, L. K Cheung, S. W Song. The effect of talc on cell nucleation in extrusion foam processing of polypropylene with  $\text{CO}_2$  and isopentane [J]. Cellular polymers, 1998,17(4):221-251.
- [16] Quan Huang, Bernd Seibig, Dieter Paul. Melt extruded open-cell microcellular foams for membrane separation: processing and cell morphology relationship [J]. Cellular Plastics, 2000,36(3):112-125.

## STUDY ON GLASS FIBRE/MICROCELLULAR UNSATURATED POLYESTER RESIN COMPOSITES PREPARATION TECHNOLOGY

ZHAO Xue-ni, LI Rui-hu, LI Ming

(School of Mechanical & Electrical Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** Glass fibre/microcellular unsaturated polyester resin composites preparation technology were studied in the paper. Porous structure and size of microcellular unsaturated polyester resin composites were studied by using optical microscopy. The factor of the cell size and density were analyzed as well. The results indicated that: fiber length is the main factor, the cell size of the composite materials was 12  $\mu\text{m}$ , the cell density was  $1.44 \times 10^{11}$  /  $\text{cm}^3$  by using the glass fiber/porous unsaturated polyester composite optimum formula.

**Key words:** unsaturated polyester resin; glass fibre; microcellular plastics; cell density

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0041-05

# 憎水性二氧化硅膜的制备及其气体分离性能研究

刘 羽

(延安大学能源与环境工程学院, 陕西 延安 716000)

**摘 要:**采用甲基三乙氧基硅烷(MTES)通过溶胶-凝胶法制备了憎水性 SiO<sub>2</sub> 膜并进行了气体分离实验. 实验结果表明,随着 MTES 的加入,接触角从 32.76°增大到改性后的 98.16°,在潮湿空气中放置 90 天,膜的憎水性仍能够保持; MTES/TEOS=0.8 时,薄膜的憎水性可以保持到 400 ℃. 气体渗透实验表明,在 0.1 MPa 下,循环焙烧 3 次后 N<sub>2</sub> 的渗透通量为  $0.44 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ , CO<sub>2</sub> 的渗透通量为  $0.45 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ , H<sub>2</sub> 的渗透通量为  $1.90 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ . H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> 的分离因子为 4.32, H<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> 的分离因子为 4.22,焙烧 3 次后气体渗透已经有了超越努森扩散机理的趋势,膜孔结构比较稳定,所制 SiO<sub>2</sub> 膜具有较好的耐水汽性能.

**关键词:**溶胶-凝胶法; 二氧化硅膜; 憎水性; 气体分离

**中图法分类号:**O484 **文献标识码:**A

## 0 引言

CO<sub>2</sub> 等酸性气体的膜分离技术研究已成为倍受世界瞩目的关于能源和环境问题的重大课题之一. 二氧化硅膜以其优异的化学稳定性和热稳定性,成为近十多年来新型膜分离技术研究和开发的一个重要方向,其中憎水改性后的二氧化硅气体分离膜尚属一崭新的研究领域. 普通二氧化硅膜孔表面的羟基很容易吸附环境中的水汽,继续发生缩合反应并导致孔结构的崩溃,影响气体的分离效果,从而限制了其在水蒸汽环境中的应用,成为工业应用的瓶颈. 尽量消除孔表面的羟基团以提高二氧化硅膜抵抗水汽的性能是改善二氧化硅膜的性质并促进其推广应用的重要思路之一<sup>[1-3]</sup>. 本文正是以此为背景,在溶胶-凝胶法制备憎水性二氧化硅膜的憎水性、耐水性及气体分离方面进行了研究和探索,以期对二氧化硅膜的应用打下基础.

## 1 实验部分

### 1.1 实验试剂

正硅酸乙脂(TEOS, 西安化学试剂厂), 甲基三乙氧基硅烷(MTES, 天津市化学试剂厂), 硝酸(HNO<sub>3</sub>, 西安化学试剂厂), 无水乙醇(EtOH, 西安化学试剂厂), N,N-二甲基甲酰胺(DMF, 天津科密欧化学试剂开发中心), 以上试剂皆为分析纯. 多孔陶瓷支撑体(平均孔径约为 10 nm, 合肥世杰膜工程有限责任公司).

### 1.2 实验设备

94-2 型恒温磁力搅拌器(上海梅颖浦仪器仪表制造有限公司), AL204 型电子天平(梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司), Nicolet 5700 型红外光谱分析仪(美国 Thermo Electron 公司), JY-82 型接触角测定仪(承德试验机厂), DGH-P023A 型电子恒温鼓风干燥箱(上海恒科技仪器有限公司). 膜渗透装置(自制)

\* 收稿日期:2009-12-05

作者简介:刘 羽(1982—),女,黑龙江省佳木斯市人,助教,硕士,研究方向:膜分离技术  
基金项目:延安大学研究生科研启动项目(KYQD2007048)



如图 1 所示。

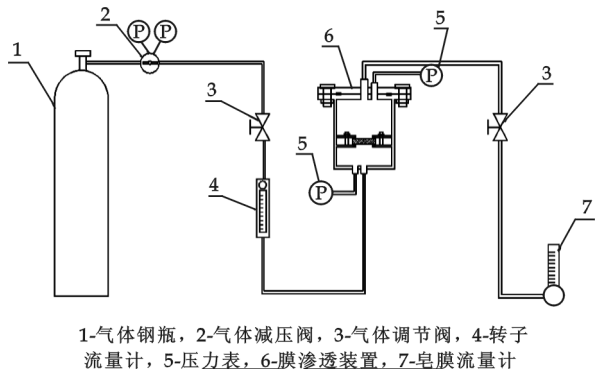


图 1 气体渗透实验装置图

采用浸渍提拉法进行涂膜。自然条件下干燥 30 min 后放入马弗炉内程序焙烧, 每次焙烧前经过两次浸涂-干燥循环, 制得不同焙烧次数的憎水性  $\text{SiO}_2$  气体分离膜。

#### 1.4 性能表征

实验中采用单一纯气体对制备的憎水性  $\text{SiO}_2$  气体分离膜进行气体渗透测试, 所用的气体为  $\text{H}_2$ 、 $\text{CO}_2$  和  $\text{N}_2$ , 测试在室温下进行。气体渗透通量可以间接反映膜的孔径大小和分离性能。将制备的憎水性  $\text{SiO}_2$  气体分离膜密封安装在自制膜器中, 计算出膜片的有效面积为  $4.15 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ 。利用气体渗透装置, 测定不同压差下纯气体透过膜的渗透性, 按下式计算气体渗透通量:  $F_A = V / (22.4 \cdot t \cdot S \cdot p)$ 。式中,  $F_A$ : A 气体的渗透通量 ( $\text{mol/m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa}$ );  $t$ : 透过时间 (s);  $V$ : 通过的 A 气体体积 (L);  $S$ : 有效膜面积 ( $\text{m}^2$ );  $p$ : 测定压力 (Pa)。

用分离因子  $\alpha$  表示气体渗透选择性。本实验只进行纯气体渗透实验, 直接计算理想分离因子:  $\alpha_{A/B} = F_A / F_B$ ,  $\alpha_{A/B}$ : 气体 A 对 B 的分离因子;  $F_A$ ,  $F_B$ : 气体 A, B 的渗透通量。

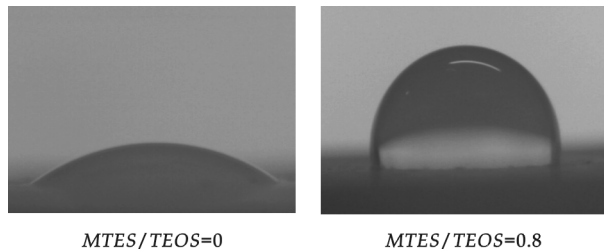


图 2 不同 MTES/TEOS 的  $\text{SiO}_2$  膜表面液滴形状图

表 1 MTES/TEOS 对  $\text{SiO}_2$  膜接触角的影响

MTES/TEOS	0	0.8
新样接触角/°	32.76	98.16
90 天后接触角/°	17.68	98.13

环境下憎水性能能够保持较长时间, 具有较好的稳定性。

实验选取 MTES/TEOS=0, 0.8 的膜样品在 80 °C 下烘干后进行红外光谱分析, 进一步验证其憎水基团的变化, 测试结果如图 3 所示。

从图 3 中可以看到,  $1\,051 \text{ cm}^{-1}$ 、 $796.5 \text{ cm}^{-1}$  附近出现的峰分别代表  $\text{Si-O-Si}$  的反对称伸缩振动、对称伸缩振动。 $948.9 \text{ cm}^{-1}$  附近的吸收峰是没有完全缩聚反应残留的  $\text{Si-OH}$  的伸缩振动峰, 随着 MTES 的加入,  $\text{Si-OH}$  伸缩振动峰减弱, 说明二氧化硅在憎水处理后仍含有少量硅羟基, 但是数量比憎水处理前显著减少。 $1\,284.1 \text{ cm}^{-1}$  处的吸收峰为  $\text{Si-CH}_3$  的特征吸收峰, 随着憎水物质的加入,  $\text{Si-CH}_3$  的特征吸收峰出现, 说明有憎水基团  $\text{-CH}_3$  连接到了 Si 原子上, 材料的憎水性增强<sup>[7,8]</sup>。

#### 1.3 实验方法

(1) 憎水性  $\text{SiO}_2$  溶胶的制备: (TEOS+MTES) : EtOH :  $\text{H}_2\text{O}$  :  $\text{HNO}_3$  = 1 : 3.8 : 6.4 : 0.085, 其中 MTES/TEOS = 0.8。首先将 TEOS、MTES 与乙醇按比例充分混合成均相溶液, 放置在冷水浴中避免过早水解, 在磁力恒温搅拌器强烈搅拌下逐滴滴加酸和水的混合物, 滴加完毕后将反应混合物在 70 °C 水浴中搅拌回流 3 h, 冷却即得憎水性  $\text{SiO}_2$  溶胶。

(2) 支撑体  $\text{SiO}_2$  气体分离膜的制备: 将新制的溶胶用无水乙醇稀释 3 倍, 按 30% 的体积分数加入 N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) 作为化学控制添加剂,

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 $\text{SiO}_2$ 气体分离膜的憎水性及稳定性

添加 MTES 与否的  $\text{SiO}_2$  气体分离膜液滴形状如图 2 所示。完全由 TEOS 水解反应制成的膜样品接触角小于 35°, 当 MTES/TEOS=0.8 时, 接触角达到 98.16°, 这主要是由于 Si 原子表面接连上了  $\text{-CH}_3$ , 对极性水分子有排斥作用所引起的<sup>[4-6]</sup>。

表 1 为相对湿度 70%~80% 的环境下放置 90 天后 MTES/TEOS=0, 0.8 的  $\text{SiO}_2$  气体分离膜的接触角变化情况, 结果表明未添加 MTES 膜的接触角变小, 这是由于材料吸附空气中的水汽, 使孔结构发生塌陷而引起的, 添加了 MTES 膜的接触角几乎没有变化, 说明其在潮湿环

2.2 SiO<sub>2</sub> 气体分离膜的耐热性

为了考察憎水性二氧化硅膜的耐热性能,实验中将憎水性 SiO<sub>2</sub> 气体分离膜以 1 °C/min 的升降温程序在 100 °C、200 °C、300 °C、400 °C、500 °C、600 °C 焙烧,并在设定温度保温 3 h,测试烧成后样品的接触角变化,结果如表 2 所示。

从表 2 中可以看出,改性膜在 400 °C 以下的热处理条件下与水的接触角都比较大,达到 500 °C 时,接触角明显变小,憎水性有下降趋势;达到 600 °C 时,薄膜与水的接触角甚至小于未改性膜。这是因为在 600 °C 下,大部分 -CH<sub>3</sub> 基团发生了氧化分解,使薄膜表面的一 OH 又恢复到未修饰状态,薄膜的憎水能力大大降低,同时高温处理会对膜孔结构产生一定的破坏作用,最终导致接触角的减小。

2.3 支撑体气体渗透通量与压差的关系

图 4 是 H<sub>2</sub>、CO<sub>2</sub>、N<sub>2</sub> 3 种气体在支撑体上的渗透通量与压差的关系曲线,从图中可以看出,实验中采用的平均孔径为 10 nm 的多孔陶瓷支撑体对 3 种气体的渗透通量随压差的增大有增加的趋势,这主要是由于对于 10 nm 孔径的多孔膜而言,气体渗透机理由层流扩散和 Knudsen 扩散共同作用,气体渗透通量随着压差线性增加,直线截距和斜率分别表示与气体的 Knudsen 扩散和层流扩散相关的常数,两种机理共同作用的结果使 3 种气体的渗透通量相差不大,分离效果不明显。

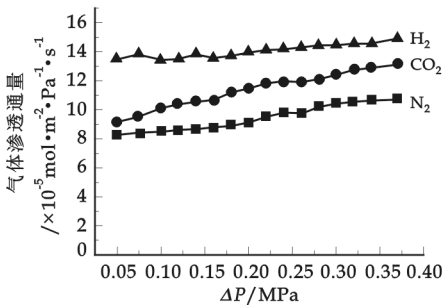


图 4 支撑体气体渗透通量与压差的关系

表 2 焙烧温度对 SiO<sub>2</sub> 膜接触角的影响

温度/°C	100	200	300	400	500	600
接触角/°	85.50	90.54	91.06	90.24	58.52	24.86

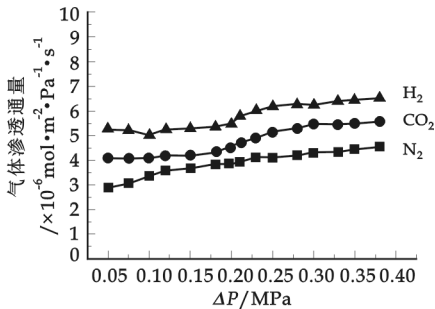


图 5 焙烧 1 次样品气体渗透通量与压差的关系

2.4 焙烧次数对气体渗透通量的影响

本实验对涂膜样品进行 3 次焙烧,每次焙烧前采用两次浸涂-干燥循环,对膜的气体渗透性能进行了测试,结果见图 5、图 6、图 7<sup>[9,10]</sup>。

由图 5 可以看到,气体渗透通量比多孔支撑体下降了一个数量级,相对而言气体渗透通量随压力的变化减小,这表明气体的 Knudsen 扩散传质在膜材料中表现得更加明显,因此 SiO<sub>2</sub> 微孔膜中的平均孔径比支撑体的要小得多。从图可以看到,气体的渗透通量虽然下降了很多,但是还与压差存在线性关系,这可能与膜表面存在的微小裂纹有关<sup>[11]</sup>。

由图 6 可以看到,在 0.1 MPa 情况下,憎水性 SiO<sub>2</sub> 涂膜样品焙烧两次后气体渗透通量比焙烧一次的膜又下降了一个数量级,气体渗透通量随压差的变化更小。图 7 为不同压差下 N<sub>2</sub>、CO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub> 在焙烧 3 次后 SiO<sub>2</sub> 膜中的气体渗透情况,气体的渗透通量不随压力的变化而变化,基本遵守努森扩散机理。根据惰性气体在多孔陶瓷膜中的运输理论,当气体的渗透通量与压力的关系平行于压力坐标轴时,表明膜材料的孔径尺寸至少小于气体分子的平均自由程,这时膜被认为是完整无缺陷的。焙烧 3 次后 N<sub>2</sub> 的渗透通量为 0.44 × 10<sup>-7</sup> mol · m<sup>-2</sup> · Pa<sup>-1</sup> · s<sup>-1</sup>, CO<sub>2</sub> 的渗透通量为 0.45 × 10<sup>-7</sup> mol · m<sup>-2</sup> · Pa<sup>-1</sup> · s<sup>-1</sup>, H<sub>2</sub> 的渗透通量为 1.90 × 10<sup>-7</sup> mol · m<sup>-2</sup> · Pa<sup>-1</sup> · s<sup>-1</sup>。

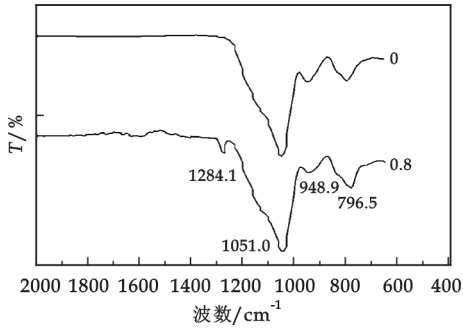


图 3 MTES/TEOS = 0, 0.8 的 SiO<sub>2</sub> 膜红外光谱图

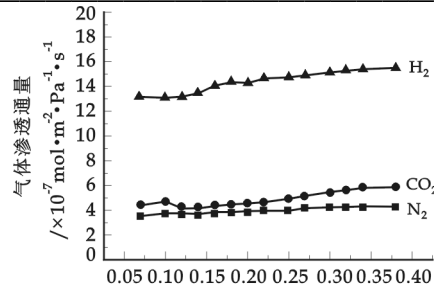


图 6 焙烧 2 次样品气体渗透通量与压差的关系

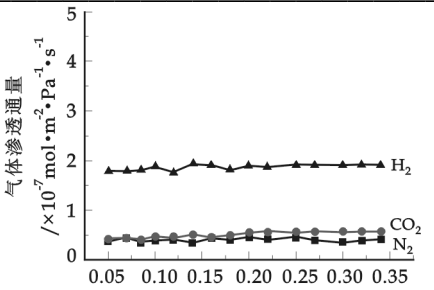


图 7 焙烧 3 次样品气体渗透通量与压差的关系

2.5 焙烧次数对气体分离因子的影响

实验中考察了不同焙烧次数对气体分离因子的影响,如图 8 所示,计算分离因子时选取了 0.1 MPa 下的气体渗透通量数据.

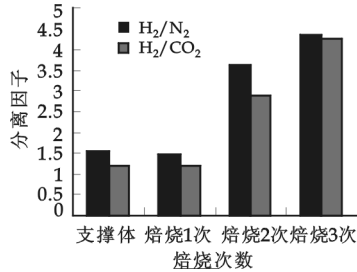


图 8 焙烧次数对气体分离因子的影响

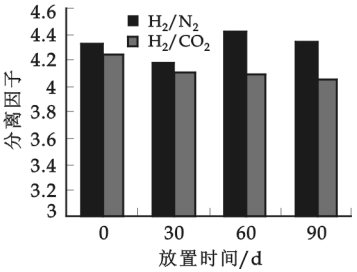


图 9 潮湿环境放置时间对气体分离因子的影响

通过前面的分析发现,焙烧一次的憎水性 SiO<sub>2</sub> 气体分离膜虽然在渗透通量上降低了一个数量级,但是其分离因子并没有因为薄膜孔洞的减小而降低,这主要是因为膜的表面存在针孔和裂纹等缺陷,从而影响膜的分离选择性. 焙烧 2 次以后,SiO<sub>2</sub> 膜的气体分离因子有了明显的增加<sup>[12]</sup>. 焙烧 3 次后 H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> 的分离因子为 4.32,略大于努森扩散的理论分离因子 3.74,可能是因为随着焙烧次数的增加,附着在膜表面上的二氧化硅量增多,平均孔径继续变小,从而使膜表面的气体渗透有了超过努森扩散机理的趋势. H<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> 的分离因子为 4.22,比努森扩散的理论分离因子 4.69 略小.

2.6 潮湿环境对 SiO<sub>2</sub> 膜渗透通量和分离因子的影响

为了研究憎水性膜的耐水汽性能,实验中将焙烧 3 次后的 SiO<sub>2</sub> 膜放置在相对湿度为 70%~80% 的潮湿环境中,每 30 天测一次气体渗透通量(0.1 MPa),计算分离因子,结果如表 3 和图 9 所示.

表 3 潮湿环境放置时间对 SiO<sub>2</sub> 膜渗透通量的影响

时间 /d	$F_{N_2}$		$F_{CO_2}$		$F_{H_2}$	
	/( $\times 10^{-7}$ mol·m <sup>-2</sup> ·Pa <sup>-1</sup> ·s <sup>-1</sup> )		/( $\times 10^{-7}$ mol·m <sup>-2</sup> ·Pa <sup>-1</sup> ·s <sup>-1</sup> )		/( $\times 10^{-7}$ mol·m <sup>-2</sup> ·Pa <sup>-1</sup> ·s <sup>-1</sup> )	
0	0.440 3		0.448 0		1.903 6	
30	0.431 5		0.438 9		1.805 6	
60	0.422 9		0.456 9		1.869 5	
90	0.416 4		0.445 9		1.806 9	

由表 3 可以看出,N<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub> 的渗透通量有很小的降低趋势,这可能是由于表面很细微的残余羟基的存在使膜孔结构发生了微小的收缩变化所致,而由于表面扩散机理的存在使 CO<sub>2</sub> 的气体渗透通量没有明显的变化,基于上述原因,从图 9 所示的分离因子可以看出,H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> 变化趋势不明显,而 H<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> 有较小的降低趋势.

3 结论

(1)采用 MTES 对 SiO<sub>2</sub> 进行憎水改性,实验结果表明,随着 MTES 的加入,接触角从未改性前的 32.76° 增大到改性后的 98.16°,在相对湿度为 70%~80% 的潮湿空气中放置 90 天,膜的憎水性仍能够保持;红外光谱分析同样证明了膜的憎水性有所增强;MTES/TEOS=0.8 时,薄膜的憎水性可以保持到



400 ℃.

(2)采用浸渍提拉法制备了憎水性 SiO<sub>2</sub> 气体分离膜,并进行了气体渗透实验,在 0.1 MPa 下,循环焙烧 3 次后 N<sub>2</sub> 的渗透通量为  $0.44 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ , CO<sub>2</sub> 的渗透通量为  $0.45 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ , H<sub>2</sub> 的渗透通量为  $1.90 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ . H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> 的分离因子为 4.32, H<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> 的分离因子为 4.22,焙烧 3 次后气体渗透已经有了超越努森扩散机理的趋势.

(3)将焙烧 3 次的膜在相对湿度为 70%~80%条件下放置 90 天,发现其渗透通量和分离因子变化不大,说明膜孔结构比较稳定,所制 SiO<sub>2</sub> 膜具有较好的耐水汽性能.

### 参考文献

- [1] 刘 羽,张建民. 反应条件对 SiO<sub>2</sub> 溶胶粒径及粒径分布的影响[J]. 西安工业大学学报,2009,29(3):244-248.
- [2] 廖传华,徐南平,时 钧. 气体分离无机膜的应用及研究进展[J]. 中国陶瓷, 2003, 39(2):15-17.
- [3] 韦 奇. 微孔二氧化硅膜的制备、氢气分离以及水热稳定性研究[J]. 无机材料学报,2004,19(1):133-139.
- [4] 王 娟,张长瑞,冯 坚. 纳米多孔二氧化硅薄膜的制备及其光学性质研究[J]. 高技术通讯,2005,15(6):55-57.
- [5] 吴 琼,李发永,李阳初,等. SiO<sub>2</sub> 气体分离膜的制备工艺优化[J]. 硅酸盐通报,2004,4:3-5.
- [6] 李春红,赵之彬,陈玉清. 溶胶-凝胶法制备疏水型 SiO<sub>2</sub> 薄膜的研究[J]. 化工科技, 2005,13(5):26-29.
- [7] 韦 奇,李健林,宋春林,等. 憎水二氧化硅膜的制备、表征及水热稳定性研究[J]. 无机材料学报,2004,19(2):417-423.
- [8] 李春红,赵之彬,陈玉清. 溶胶-凝胶法制备疏水型 SiO<sub>2</sub> 薄膜的研究[J]. 化工科技, 2005,13(5):26-29.
- [9] Masashi Asaeda, Shin Yamasaki. Separation of inorganic/organic gas mixtures by porous silica membranes[J]. Separation and Purification Technology,2001,25: 151-159.
- [10] 徐 耀,李志宏,王 俊,等. TEOS-MTES 基 SiO<sub>2</sub> 溶胶微结构的 SAXS 研究[J]. 物理化学学报,2002,18(9):781-785.
- [11] Tomanos R E, Steriotis T A. Innovative methods for preparation and testing of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> supported silicate-1 membranes[J]. J. Euro. Ceram. Soc,2000,21:119-126.
- [12] M. Naito, K. Nakahira, Y. Fukuda, *et al.* Process conditions on the preparation of supported microporous SiO<sub>2</sub> membranes by sol-gel modification techniques[J]. J. Membr. Sci., 1997,129:263-269.

## STUDY ON THE PREPARATION AND GAS SEPARATION PERFORMANCE OF HYDROPHOBIC SILICA MEMBRANES

LIU Yu

(College of Energy and Environmental Engineering, Yan'an University, Yan'an 716000, China)

**Abstract:** Methyl-modified silica membranes were prepared by added methyl-tri-ethoxy-silane (MTES) by Sol-Gel process. With the adding of MTES/TEOS, the silica membranes were characterized by IR and the measurement of contact angle, we found that the contact angle was 98.16° of modified membrane, and the unmodified membrane was 32.76°. The hydrophobicity of modified silica membranes could maintain 90 days. The effect of calcinations temperature on the hydrophobicity of modified silica could keep hydrophobic at temperature 400 ℃ with the MTES/TEOS molar ratio of 0.8. Gas separation experiment showed that when dipping-calcination process was circulated for three times and the system was at a pressure of 0.1 MPa, the gas permeance of N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> was  $0.44 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $0.45 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  and  $1.90 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ , respectively. The H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> separation factor was 4.32 and the H<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> separation factor was 4.22. It showed that the pore structure was stable and this modified silica membrane had good property of hydrophobicity.

**Key words:** silica membrane; hydrophobicity; Sol-Gel process; gas separation

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0046-04

# 复相乳液法中药微胶囊的制备与性能研究

张琦, 王进美, 王卫

(西安工程大学纺织与材料学院, 陕西 西安 710048)

**摘要:**研究了采用复相乳液法制备抗菌抗病毒微胶囊的技术,并对制得的胶囊进行了性能测试和分析.测试结果表明:在优化条件下制得的微胶囊的粒度为  $0.4\text{ }\mu\text{m}$  左右,比一般工艺制得的胶囊粒度小.将胶囊整理到织物上进行缓释性测试,在 100 天内微胶囊的释放率仅为 45%,体现了胶囊小粒径的优越性.

**关键词:**微胶囊;复相乳液法;抗病毒;抗菌;整理;持久性;保健

**中图法分类号:**TQ062<sup>+</sup>.1;TS109

**文献标识码:**A

## 0 引言

日常工作、生活离不开各式各样的纺织品,包括服装、袜子、鞋衬布、婴儿的尿布;医院、宾馆、家庭的床单、被套、毛毯、毛巾、沙发布、地毯;医药、食品、服务行业的工作服、部队的服装以及绷带、纱布等;还有与人较密切的贴身内衣、床单、被罩等,赋予这些纺织品以特殊的保健功能,符合人们对纺织品“生态、时尚、舒适、健康和功能性”的要求.保健功能纺织品预防了疾病的发生,保证了人体穿着的健康舒适,具有广阔的市场前景<sup>[1]</sup>.使用具有保健功能的纺织品是一种自助保健,主动养生的行为.我国的植物资源储藏丰富,天然中草药除了毒性低、安全性高、广谱抗菌的特点外,一些抗菌药还兼有消炎、镇痛、保湿、滋润皮肤、促进血液循环,调节人体免疫功能的保健作用,所以开发顺应社会需求的天然抗菌剂纺织品,尤其是天然中草药是纺织品抗菌加工的一大趋势.目前使用天然抗菌剂处理织物的主要方法之一就是微胶囊技术,该技术是将一种或几种天然抗菌物质提取物的活性成分包裹在微胶囊中,并将其固着在织物上,使其成为保健织物,如钱坤等人<sup>[2]</sup>利用界面聚合法制成了具有一定抗菌效果的微胶囊,再利用后整理法将微胶囊粘合到普通毛巾上,实验表明,抗菌毛巾对于抑制和消灭致病菌效果显著,且有很高的持久性.黄玲<sup>[3]</sup>等人探讨了以壳聚糖作壁材、艾蒿油作芯材,采用单凝聚法制备绿色环保型微胶囊抗菌剂,整理后的织物对金黄色葡萄球菌和大肠杆菌均有较高的抑菌率.本文中,作者用复相乳液法对复提取的中药进行微胶囊包覆,并对包覆中的影响因素进行优化,以确定最佳工艺,再把制备得到的微胶囊分别整理到机织物上,测试其耐洗度以及对织物外观、内部结构的影响.

## 1 实验部分

### 1.1 材料与仪器

#### 1.1.1 实验材料

二氯甲烷:天津市富宇精密化工有限公司;明胶:国药集团化学试剂有限公司;司本-80:上海大众化学试剂厂;复提取中药:自制(金银花、连翘、甘草比例为 2:2:1,采用超声回流法进行复方中药提取);去离子水:国药集团化学试剂有限公司.

\* 收稿日期:2009-11-20

作者简介:张琦(1983—),女,陕西省西安市人,在读硕士生,研究方向:功能性纺织产品的研究与开发  
基金项目:陕西省教育厅专项科研计划项目(08JK299)

### 1.1.2 实验仪器

JA2003 电子天平:上海良平仪器仪表有限公司;BME100LX 高剪切混合乳化机:上海威宇机电制造公司;DJ1C-60 DJ1C 增力电动搅拌器:上江苏大地自动化仪器厂;TG16A-W 微量高速离心机:湘仪离心机仪器有限公司;DHZ-D(Ⅲ) 循环水真空泵:巩义市英峪华玉仪器厂;HHS-9S 电子恒温不锈钢水浴锅:上海光地仪器设备有限公司;KQ-100E 超声波清洗器:昆山市超声波仪器有限公司;DZ-2A 真空干燥箱:天津市泰斯特仪器有限公司;Mastersizer-2000 纳米激光粒度仪:英国马尔文(MALVERN)仪器公司;722 型分光光度计。

### 1.2 实验工艺

#### 1.2.1 实验工艺流程

微胶囊制备的工艺流程如图 1 所示。

#### 1.2.2 操作工艺

在微胶囊的制备过程中,首先将明胶完全溶解于二氯甲烷中,形成具有一定粘度的高分子溶液. 在一定的乳化条件下,将乳化剂及提取的药物水溶液加入到溶解了明胶的二氯甲烷中得到 W/O 初乳,在乳化条件下将上述 W/O 初乳分散到保护性胶体的水溶液中,形成相对稳定的乳浊液,最后在搅拌和加热的条件下,二氯甲烷不断挥发,明胶在内水相芯材上沉积、固化形成微胶囊,经过蒸馏水洗涤、离心得到微胶囊的悬浊液<sup>[4,5]</sup>。

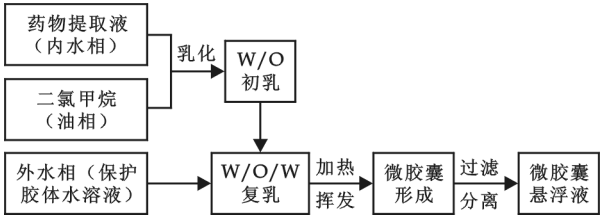


图 1 微胶囊的工艺流程

### 1.3 测试

#### 1.3.1 微胶囊外观形态及粒径

(1)外观形态:将制备好的自然芳香微胶囊整理到棉织物上,真空干燥、喷金后在 VEGA II XMUIN-CA 扫描电子显微镜下观察。

(2)粒径分布:测定微胶囊粒径分布的方法很多,有显微镜法、筛分法、比重计法、光透过法等,本文采用显微镜法测定微胶囊粒径分布. 取微胶囊悬浮液涂抹于载玻片上,通风凉至干燥,在显微镜下观察微胶囊状态并拍照,用测微尺准确读取每个微胶囊的大小,随机统计 500 个微胶囊粒径数据。

#### 1.3.2 微胶囊缓释性测试

量取一定的微胶囊分散溶液,定时定量利用高速乳化机摇动微胶囊溶液,使中药微胶囊的中药溶出<sup>[6]</sup>,定时用 722 型分光光度计在最大吸收波长 368 nm 处扫描测量微胶囊溶液的吸光度 A,经计算得到微胶囊在不同天数 1 d 至 90 d 的释药量,得到微胶囊的药物释放曲线。

## 2 实验过程及结果分析

### 2.1 单因素分析

应用单因素分析法对壁材用量、初乳中乳化剂的用量、乳化速度、中间相用量、保护性胶体等进行实验,结果表明,当壁材用量为 2.5%,初乳中乳化剂用量为 4%、乳化速度为  $1\,500\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 、中间相用量为 1:7、保护性胶体用量为 2%时,分别制得的微胶囊在粒度和数量上较好。

### 2.2 正交试验分析

在微胶囊制备过程中,影响微胶囊性能的因素很多,如粒径的大小、壁厚、释放速率、渗透性能、芯材、壁材性质、乳化剂性质等,因此对于微胶囊的评价需要涉及多个指标,要根据多个指标对微胶囊作综合评价. 本文采用正交试验法对复相乳液法制备药物微胶囊工艺进行优化<sup>[9]</sup>,优化数据以上述单因素实验所得数据为基础. 表 1 为  $L_{16}(4^5)$  正交试验中所选的因素及水平表:A(明胶用量),B(W/O 初乳中乳化剂的用量),C(乳化速度),D(中间相用量),E(保护型胶体用量)。

表 1 正交试验因素水平设计表

明胶用量 (A)/%	乳化剂用量 (B)/%	乳化速度 (C)/ r · min <sup>-1</sup>	中间相用量 (D)	保护性胶体 (E)/%
2.0	2	1 200	1 : 5	1
2.5	3	1 500	1 : 6	1.5
3.0	4	1 800	1 : 7	2
3.5	5	2 100	1 : 8	2.5

表 2 正交试验结果表

序列号	A	B	C	D	E	粒度/ $\mu\text{m}$
1	1	1	1	1	1	0.92
2	1	2	2	2	2	0.39
3	1	3	3	3	3	0.38
4	1	4	4	4	4	0.76
5	2	1	2	3	4	0.6
6	2	2	1	4	3	0.9
7	2	3	4	1	2	1
8	2	4	3	2	1	0.3
9	3	1	3	4	2	0.4
10	3	2	4	3	1	0.5
11	3	3	1	2	4	0.6
12	3	4	2	1	3	0.5
13	4	1	4	2	3	0.46
14	4	2	3	1	4	0.36
15	4	3	2	4	1	0.37
16	4	4	1	3	2	0.32
$k_1$	0.613	0.595	0.685	0.695	0.522	
$k_2$	0.360	0.537	0.465	0.438	0.527	
$k_3$	0.500	0.588	0.360	0.450	0.560	
$k_4$	0.378	0.470	0.680	0.608	0.580	
R	0.322	0.125	0.325	0.257	0.058	
最优组合	$A_2B_4C_3D_2E_1$					

(1)直观分析:从正交试验的结果可以得出,按照复相乳液法制得的微胶囊的粒径为 0.3~2  $\mu\text{m}$ ,其中第 5 号试验,即当各因素分别为明胶用量 2.5%, W/O 初乳中乳化剂的用量 5%,乳化速度 1 800 r/min,中间相用量 1 : 6,保护型胶体用量 1%时所制得的微胶囊的平均粒径最小,为 0.4  $\mu\text{m}$ .

(2)极差分析:对正交试验设计制备的微胶粒径的结果进行极差分析,结果可以发现,各因素对粒径影响的强弱顺序是:因素 C > 因素 A > 因素 D > 因素 E > 因素 B,每个因素不同水平的优劣为  $A_2 > A_4 > A_3 > A_1$ ,  $B_4 > B_2 > B_3 > B_1$ ,  $C_3 > C_2 > C_4 > C_1$ ,  $D_2 > D_3 > D_4 > D_1$ ,  $E_1 > E_2 > E_3 > E_4$ ,从而最优组合是: $A_2B_4C_3D_2E_1$ .

2.3 扫描电镜形貌观察

将最优工艺下制备的自然芳

香微胶囊经真空干燥,喷金后,在 VEGA II XMUINCA 扫描电子显微镜下观察,结果如图 2 所示.

把粒度较小的微胶囊,按浴比 1 : 1,以织物质量 5%的比例整理到织物上,用扫描电镜观察,得到的 SEM 如图 3 所示.

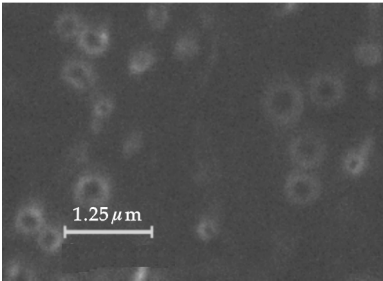
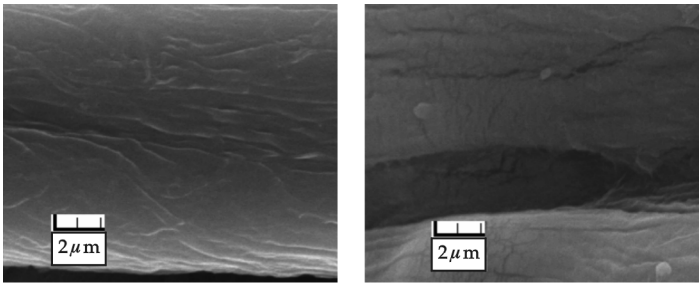


图 2 最优工艺制备的微胶囊 SEM 照片



(1) 对比样 (2) 整理样

图 3 整理到织物上的微胶囊 SEM 照片

从整理到织物上的微胶囊的 SEM 照片可以看出,微胶囊表现出近球形的表面形态,表面光滑圆整,且粒径分布在 0.4  $\mu\text{m}$  左右,分散良好,与测定的粒径一致.由此可以得到,本优化工艺条件下整理的织物,胶囊的包覆性较好,颗粒较小,不易被洗掉或因外力而脱落,但在整理过程中,对整理工艺还需要再进一步优化,使整理效果更好.

2.4 缓释性分析

对最优工艺条件下制得的微胶囊的缓释性能进行测试.首先得到中药的标准曲线如图 4 所示.

图 4 中的标准曲线实际应该为一条直线,由于在测量过程中的误差引起了稍微的偏差.

把微胶囊溶液以同样浓度稀释,在分光光度计上读出不同时间下测出的溶液吸光度,由吸光度计算出微胶囊的浓度,得到微胶囊在不同时间 1 d、2 d、4 d、8 d、12 d、16 d、20 d、30 d、40 d、60 d、80 d、90 d、100 d 的释药量,得到微胶囊的药物释放曲线如图 5 所示。

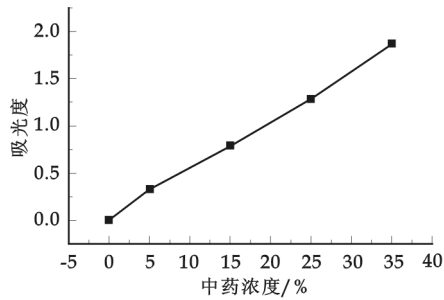


图 4 中药标准吸光度曲线

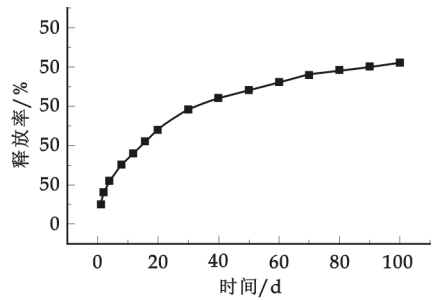


图 5 中药的缓释曲线

由图 5 可见,药物微胶囊在初期有突释现象,释放速率较稳定,微胶囊药物释放曲线的斜率即能代表芯材的释放速率.在 100 d 后微胶囊的累计释放量达 45%,此较高的缓释性是由胶囊的小粒度形成的.药物微胶囊在最初阶段的释放效应可能来源于吸附于药物微胶囊表面的药物分子或药物细小粒子,在之后一段的释放则主要是由于粘连在纤维间的胶囊受到了两方面外力的作用或与纤维结合力较弱的一部分胶囊引起的.后期的稳定缓释则是包封在微胶囊中的药物成分以扩散的形式释放。

### 3 结论

- 对于干燥浴法制得的微胶囊的性能及应用性能的测试可得以下结论:
- (1)对正交试验的结果进行直观分析,可得当明胶用量为 2.5%,W/O 初乳中乳化剂的用量为 5%,乳化速度为 1 800 r/min,中间相用量为 1:6,保护型胶体用量为 1%时所制得的微胶囊的平均粒径最小,为 0.4 μm.
- (2)对正交试验制备的微胶粒径的结果进行极差分析,可以发现,各因素对粒径影响的强弱顺序分别是:因素 C>因素 A>因素 D>因素 E>因素 B,每个因素不同水平的优劣为  $A_2>A_4>A_3>A_1$ ,  $B_4>B_2>B_3>B_1$ ,  $C_3>C_2>C_4>C_1$ ,  $D_2>D_3>D_4>D_1$ ,  $E_1>E_2>E_3>E_4$ ,最优组合是: $A_2B_4C_3D_2E_1$ .
- (3)把胶囊整理到织物上进行缓释性测试,可得在 100 d 后微胶囊的累计释放量为 45%,此较高的缓释性是由胶囊的小粒度形成的,体现了胶囊小粒径的优越性。

### 参考文献

[1] 梁玉敏,王进美.微胶囊技术在医疗保健纺织品中的应用[J].纺织科技进展,2007,(5):31-32.

[2] 黄 玲.单凝聚法制备壳聚糖-艾蒿油微胶囊抗菌剂的研究[J].印染助剂,2006,12(23):13-15.

[3] 钱 坤,曹海建,盛东晓.微胶囊技术在抗菌毛巾中的应用[J].印染,2004,17:32-34.

[4] 刘晓庚,谢亚桐.微胶囊制备方法的研究[J].粮食与食品工业,2005,12(1):28-30.

[5] 王忠合.微胶囊技术的新发展[J].现代食品科技,2005,21(3):165-168.

[6] 赵广明.织物抗菌整理及整理剂的现状与发展趋势[C].第六届功能性纺织品及纳米技术研讨会论文集,2006.

[7] 孙 锋.复凝聚法制备香蕉油香精微胶囊技术的研究[J].中国调味品,2009,34(3):69-71.

[8] 闫玉霄,沈兰萍.微胶囊缓释性能的理论研究及影响因素分析[J].北京纺织,2002,23(4):47-49.

[9] 沈邦兴.实验设计及工程应用[M].北京:中国计量出版社,2005.

[10] Chu Liang-Yin,Liang Yi-Jian, Chen Wen-Mei, *et al.* Preparation of glucose-sensitive microcapsules with a porous membranes and functional gates[J]. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces,2004,(37):9-14.

[11] Hong KJ, Park SM. Preparation of poly(1-lactide) microcapsules for fragrant fiber and their characteristics[J]. Polymer,2000,41(4):567-572.

# 反褶积在凝析气中的应用

郑世毅, 聂法健, 张艳玉

(中国石油大学(华东)石油工程学院, 山东 东营 257061)

**摘要:**永久压力计(PDG)的应用使得反褶积方法的研究成为了目前最为热门的试井研究领域,反褶积技术可以将一个复杂并带有随机噪音的变产量生产压力历史转化为理想化的定产量压降数据,通过反褶积方法,可以得到更多、更准确的地层和流体参数.作者将现有的反褶积方法引入到凝析气藏这样的多相流油气藏中,通过若干试井设计例子和现场实例,找到了适合拟压力和凝析气两相流试井的应用方法.

**关键词:**凝析气;干扰试井;压力动态

**中图法分类号:**TE3

**文献标识码:**A

## 0 引言

试井解释是获取油气藏动态和静态特性的一种行之有效并且十分重要的手段,在压力恢复和压力降落过程中,通过压力随时间变化的关系可以得到油藏和井的评价参数.但在实际的油气井生产历史中,试井测试之前的产量或者试井过程中的产量不可能维持在一个恒定的值.也就是说,测试取得的试井压力数据实际上是变产量情况下的压力数据,但通常制作的压力和压力导数曲线图都是基于定产量条件绘制的,这样对实际数据进行分析时必然会带来一定的误差.

针对这一问题,研究者开始尝试采用反褶积方法解决这一问题,Von Schroeter 等提出的算法被证明是稳定可靠的反褶积算法,虽然该反褶积方法本质上是一个非线性回归问题,在反褶积过程中产生的误差都将积累并影响随后的整个过程.但只要应用得当,操作者有丰富的经验,该算法完全可以实现工业化的应用.

本文采用拟压力方法并将反褶积算法引入到凝析气多相流试井中,根据凝析气藏的渗流规律分析了凝析气独特的特征对反褶积方法应用的影响,验证了反褶积方法在凝析气试井中的可行性,找到了适用方法.

## 1 凝析气的渗流特性

凝析气藏井周围渗流特征复杂,主要表现在凝析气在露点下会凝析出液体,并且根据各处不同的压力表现出不同的含凝析油饱和度,而凝析油的饱和度分布会影响凝析气的相对渗透率,使凝析气藏成为一个复合型油藏.在近井地带,流体流动速度较高,在高速流动的情况下,必然要考虑随流量相关表皮的影响.

### 1.1 凝析堵塞现象

当油藏中压力低于露点压力时将会发生反凝析现象,凝析油析出,如图 1 所示.在各个区域因为压力的不同油藏的含油饱和度也会不同,这个过程是不可逆转的,即便油藏压力恢复到露点压力之上,析出的凝析油仍然会对油藏形成持续的影响.并且在含凝析油饱和度低于临界值时,虽然存在凝析油,但其并不

\* 收稿日期:2009-11-04

作者简介:郑世毅(1957—),男,英国人,客座外籍教授,博士生导师,研究方向:不稳定试井分析、数值试井、凝析气藏评价



参与流动.

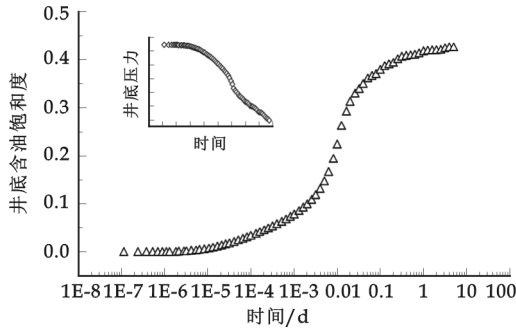


图 1 凝析井底含油饱和度与井底压力对照图

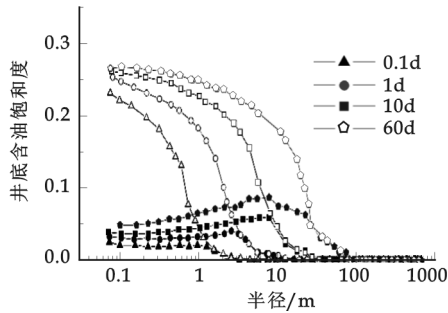


图 2 凝析油饱和度随半径变化图

### 1.2 流量相关表皮

凝析气井的流量相关表皮在渗流机理上称为毛细管数效应,表现为气体相对渗透量随着井底流动速度的增加而增加.毛细管数的数值大小反映了毛细管力和粘滞力的强弱.如图 2 所示,如果不考虑毛细管数效应,近井周围含油饱和度最高.如果考虑毛细管数效应,近井周围受流速影响,部分凝析油被举升到井口,虽然近井压力最低,但凝析油饱和度反而会降低.

只有干气才会表现出比较明显的毛细管数效应,湿气虽会受到毛细管力效应的影响,但不会出现环形.

## 2 反褶积算法

由实际测量的井的历史中不同的压降和压力恢复时期的数据,采用非线性回归方法构造出与油藏模型相对应的恒定产量生产条件下的压力变化数据.根据得到的数据进行试井分析,可以扩大测试范围,并且不会受到叠加计算带来的影响,从而得到更多更可靠的解释结果,这就是反褶积方法的实质.

### 2.1 Von Schroeter 反褶积算法

通过叠加原理可以得到变产量数据与构造的定产量数据的褶积积分:

$$p(t)=p_0-\int_0^t q(\tau)\frac{dp_u(t-\tau)}{dt}d\tau$$

定义两个新变量,替换到原有方程,最终要进行非线性回归得到 $\frac{d\Delta p_u}{d\ln t}$ :

$$z(\sigma)=\ln\left(\frac{dp_u(\sigma)}{d\sigma}\right)\qquad\sigma=\ln(t)$$

求解  $p_u(t)$  的思路是假设或者说预设一个压力导数  $\frac{dp_u(\sigma)}{d\sigma}$ ,反过来计算  $p(t)$ 、 $q(t)$ ,把这个压力和产量值与实际的压力和产量拟合,并计算实测和反算出来的值的平方差,采用优化方法拟合两组数值,直到计算处理的压力与产量和实测的误差最小,即认为此时的导数曲线就是这个井的生产历史中所有压力共同反映的导数曲线.

### 2.2 反褶积算法在凝析气试井的应用分析

油井的状态方程假设流体是微可压缩的,并且压缩系数是常数,但气体并不满足这样的假定,气体的粘度和压缩系数都是压力的函数,真实气体还牵扯到气体定律的偏差因子,也是压力的函数.因此,反褶积能否应用到凝析气试井的关键在于反褶积能否与拟压力相适应.对于采出的凝析油和凝析气如何换算,这对反褶

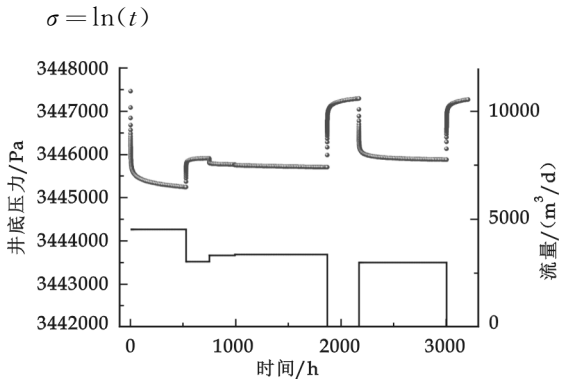


图 3 某凝析气井的历史产量与压力

积方法的稳定性要求更高。

凝析气井与普通气井不同的是所产出的流体中含有一定的凝析油,因此在本文中对于凝析气的拟压力处理方法采用基于 wellstream equivalent gravity 的单相拟压力处理方法.对井口采出的凝析油进行换算,从而得到整个的质量产出。

如图 3 所示,某凝析气井的压力历史包括两个压力恢复阶段,针对这两个压力恢复阶段分别绘制双对数压力和压力导数曲线.由图 4 可以看出,两个阶段的试井模型没有发生变化,可以应用反褶积算法。

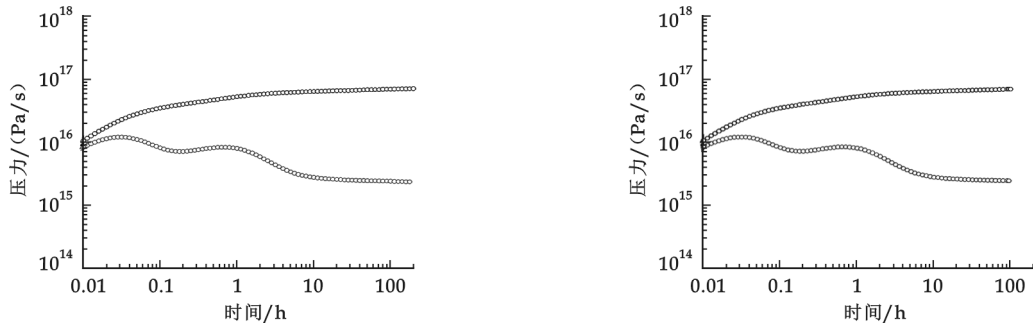


图 4 两个独立时间周期的试井曲线

根据多个时期的产量-压力数据,应用反褶积方法将变产量的压力数据转化为定产量的压力数据,如图 5 所示,所绘制的反褶积双对数压力导数曲线与单阶段压力恢复时期的曲线拟合较好。

流量相关表皮在相当程度上限制了反褶积在凝析气试井中的应用,这是因为流量相关表皮随着流量(时间)发生了变化,导致试井模型发生变化,用这样的数据容易导致反褶积应用的失败。

针对这一情况,应该尽量只采用各个压力恢复段的数据应用反褶积方法.如果一定要利用压力降落段数据,则应该尽量选取流量相似的阶段作为反褶积的数据,并且不能与压力恢复段数据混合使用。

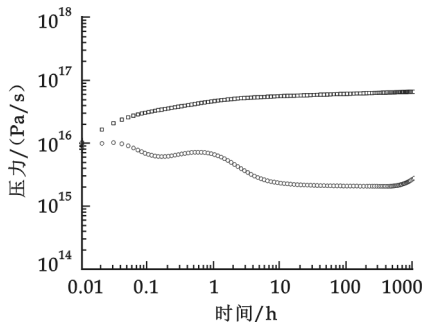


图 5 反褶积后的试井曲线

值得注意的是,当凝析气井底压力降低到露点之后,井筒存储发生变化.因此,在凝析气试井过程中应用反褶积方法时需要将整个产量历史分为两个部分.可以在压力高于露点压力之前不同的产量时期应用反褶积算法,同样反褶积算法也可以在压力低于露点压力之后各个产量时期应用,但在压力在露点压力之上和之下的阶段应用反褶积算法会存在较大的误差积累。

### 3 结论

将在常规油藏中已得到广泛应用的反褶积方法引入到渗流特征更为复杂的凝析气试井中,通过以上研究得到了如下的结论:

- (1) Von Schroeter 反褶积方法对于多相流都是稳定、可靠的,通过这种反褶积方法,我们可以根据有限的试井数据得到更多的地层和流体参数。
- (2) 针对凝析气井的反褶积应用,可以采用拟压力的方法,但凝析油的产量应该折算为凝析气的产量。
- (3) 凝析气井底压力保持在露点压力之上或者保持在露点压力以下时,可以分别进行反褶积试井,但两个阶段之间不能应用反褶积算法,所以在凝析气试井中利用反褶积必须要特别注意井筒存储的变化。
- (4) 凝析气试井存在毛细管数效应,限制了反褶积方法的应用,应该尽量只采用各个压力恢复段的数据应用反褶积。

### 参考文献

- [1] Jose Umberto A. Borges/Petrobras, Mahmoud Jamiolahmady/Heriot-Watt University. Well Test Analysis in Tight Gas Reservoirs [C]. SPE 121113, 2009: 8-11.
- [2] Thomas von Schroeter, Florian Hollaender, Alain C. Gringarten. Imperial College. Deconvolution of Well Test Data as a Nonlinear Total Least Squares Problem[C]. SPE 71574, 2001:1-12.



- [3] Thomas von Schroeter, Florian Hollaender, Alain C. Gringarten. Analysis of Well Test Data From Permanent Downhole Gauges by Deconvolution[C]. SPE 77688, 2002:1-13.
- [4] Michael M. Levitan, BP. Practical Application of Pressure-Rate Deconvolution to Analysis of Real Well Tests[C]. SPE 84290, 2003:113-121.
- [5] Michael M. Levitan, BP. Practical Considerations for Pressure-Rate Deconvolution of Well Test Data[C]. SPE 90680, 2004: 26-29.

## ANALYSIS OF CONDENSATE GAS WELL TEST DATA BY DECONVOLUTION

ZHENG Shi-yi, NIE Fa-jian, ZHANG Yan-yu

(China University of Petroleum, Shandong Dongying 257061, China)

**Abstract:** The application of PDG (permanent downhole pressure gauge) makes deconvolution method becomes the most popular research filed of well test. Utilizing deconvolution technique can transmit complex variable output production with random noise into idealized constant output pressure drop data. However because gas condensate reservoir has many complex features, there exist many difficulties in the application of deconvolution method to gas condensate reservoir. This paper introduces existing deconvolution method into multi-flow reservoirs such as gas condensate reservoir. Focus on problems of gas-liquid two phase flow near the bottom of gas condensate reservoir, traffic-related skin, variable shaft and so on, we find suitable pseudo-pressure and gas condensate well test application principle through testing and analyzing of several well test design examples. The conclusion of this paper has practical significance guidance for the application of deconvolution technique in condensate gas reservoir industrial.

**Key words:** condensate gas; welltest; pressure behavior

~~~~~  
(上接第 49 页)

## RESEARCH ON THE PREPARATION AND PERFORMANCE OF MICROCAPSULE BY COMPOSITE PHASES EMULSION METHOD

ZHANG Qi, WANG Jin-mei, WANG Wei

(Faculty of Textile & Material, Xi'an Polytechnic University, Xi'an 710048, China)

**Abstract:** This paper mainly studied on the preparation technique of antibacterial and antiviral microcapsules and then test and analysis the property of the microcapsules. At last we got the microcapsule which have a more good diameter of nearly half a micron-meter and the maintenance is forty percent in one hundred days, all of this show the advantage of small size.

**Key words:** microcapsule; composite phases emulsion method; antibacterial; antiviral; finishing; maintenance; health care

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0054-04

# 六价铬快速检测标准比色板的研制

丁绍兰, 刘 静, 赵永超

(陕西科技大学资源与环境学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**依据二苯碳酰二肼分光光度法实验原理,通过不同布料和滤纸的基材试验,经比较筛选,发现吸水性强而亲油性弱的材料对  $\text{Cr(VI)}$  与 DPC 反应生成的紫色络合物吸附能力弱;表面活性剂能有效地改变滤纸对这种紫红色络合物的吸附能力;可溶性淀粉和聚乙烯醇能够提高吸附后颜色的稳定度.

**关键词:**六价铬;快速检测;标准比色板

**中图法分类号:**O658

**文献标识码:**A

## 0 引言

近年来,随着科技发展和检测水平的进步,开始研究简单、快速和低成本的重金属快速检测方法,以期实现快速有效地监控环境中的重金属残留.采用试纸检测具有操作简便、快速、反应灵敏、精度较高、价格低廉的特点,适用于现场和基层化验室对环境水中重金属的检测,这样就可以对重金属进行快速检测,缩短了检测时间,降低了检测成本.本论文通过参考已有重金属试纸法,依据二苯碳酰二肼分光光度法实验原理,将标准曲线的制作过程省略,通过不同布料和滤纸基材试验,经比较筛选,将其制作成标准比色板,使六价铬的测定过程更为简单、方便,实现了低成本、实地、快速测定.

## 1 试验部分

### 1.1 试剂与仪器

S25000e 电子扫描仪;明基,计算机软件 PHOTOSHOP CS2.

溶液 A1:分别取溴化十六烷基三甲胺 0.742 8 g,聚乙烯醇 0.22 g,柠檬酸 5.253 g 溶于 50 mL 除盐水中使其充分溶解;溶液 A2:分别取淀粉 0.51 g,柠檬酸 5.253 g 溶于 50 mL 除盐水中使其充分溶解;溶液 B:分别取二苯碳酰二肼 1.211 4 g,邻苯二甲酸酐 2.22 g 溶于 50 mL 除盐水中充分溶解并装入棕色瓶中避光保存.

比色板材料:用剪刀剪取 10 mm×20 mm 的各种试验布基、滤纸,将其置于干燥通风处,另取适当大小小白纸和塑封袋以备用.

### 1.2 比色板的制作

#### 1.2.1 比色板颜色的确定

采用 Aodbe 公司开发的 photoshop CS2 软件及图像设计和印刷前处理于一体的图像处理系统.自然界中的白光是由红、黄、蓝 3 种光线以不同强度组合而成,photoshop CS2 软件采用的 RGB 模式也是以红、黄、蓝 3 种颜色作为原色的一种色彩模式,它是屏幕显示的最佳模式,因此我们利用此方法将制备的比色板通过扫描仪输入电脑中,绘制出与比色板颜色一致的色卡作为标准比色卡.

#### 1.2.2 比色板制作方法一

\* 收稿日期:2009-11-23

作者简介:丁绍兰(1963—),女,山西省襄汾县人,教授,博士,研究方向:清洁化生产及环境监测、污染治理

- (1)在小烧杯中放置比色板材料；
- (2)吸取 0.1 mg/mL 标准六价铬储备液 10 mL 至 100 mL 容量瓶中用蒸馏水定容至刻度；
- (3)分别移取 1、2、3、4、5、6、7、8 mL 上述储备液至 100 mL 容量瓶中,用少量蒸馏水冲洗瓶壁,再依次移取 5 mL DPC 显色剂于各容量瓶中,加蒸馏水定容并摇匀；
- (4)将显色充分的溶液分别移取 80 mL 至小烧杯中,待比色板材料吸附 5~10 min 将其用镊子取出,甩干水分,放置塑封袋中；
- (5)用 photoshop 吸管工具吸取其颜色值将其转化成 RGB 模式下的颜色并记录.

1.2.3 比色板制作方法二

- (1)将混纺材料(含 75%纯棉+25%氨纶,下用混纺表示)、纱卡、滤纸在溶液 A1 中浸泡 2 min,待其充分吸收溶液后干燥；
- (2)在小烧杯中放置已干燥后的比色板材料；
- (3)其余步骤同 1.2.2.

1.2.4 比色板制作方法三

- (1)将布基(纱卡、针织、纯棉、混纺)和滤纸(定性、定量、一般)先浸入溶液 A1 中 2 min,然后取出干燥,待完全干燥后浸入溶液 B 中 1 min 左右,取出避光干燥.干燥后与载体塑料或者硬纸粘在一起；
- (2)分别取 0.5,1,3,5,7 mL 0.1 mg/mL 的 Cr(VI)标准溶液于 100 mL 容量瓶中,定容至刻度线；
- (3)将完全干燥之后的试纸或者布基浸入到以上所配的标准溶液中 30 s,取出,把水份甩干,其在 1 min 左右显色完全,显色 5 min 后记录颜色值(在 10 min 之内稳定显色)；
- (4)记录颜色值,制作成标准色板.

2 结果与讨论

2.1 比色板制作方法一

2.1.1 比色板制作方法一的原始结果(如图 1~图 3 所示)

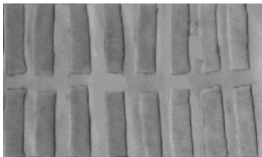


图 1 机织布

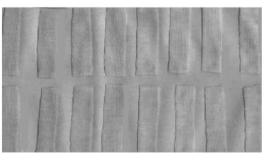


图 2 针织布

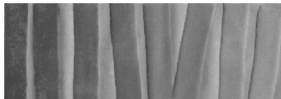


图 3 混纺布

比色板一是采用 Cr(VI)与 D. P. C 直接反应后在颜色稳定的时间段内用不同的滤纸、不同材料的布基进行吸附,选出吸附效果好、颜色阶梯性好、易于保存的作为标准比色板的基础材料,滤纸虽具有强烈的吸水性,但试验表明对于紫红色络合物没有任何吸附效果,故没有在下文中列出.试验所用的布大多数都是由天然纤维或者人工合成纤维构成,具有多孔的性质,对紫红色络合物的吸附能力强.

2.1.2 用 photoshop CS2 记录 RGB 值和制作标准色板

将混纺布基染色后用 photoshop CS2 转化成 RGB 模式下的值(分别选取 6 处不同的部位,再求平均值).

表 1 制作方法一比色板的 RGB 值

| 序号  | Cr(VI)标准液浓度/(mg/L) |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |
|-----|--------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
|     | 0.1                |     |     | 0.2 |     |     | 0.3 |     |     | 0.4 |     |     | 0.5 |     |     | 0.6 |     |     | 0.7 |     |     | 0.8 |     |     |
|     | R                  | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   |
| 平均值 | 236                | 163 | 228 | 242 | 174 | 234 | 246 | 193 | 246 | 249 | 206 | 253 | 251 | 223 | 252 | 254 | 224 | 263 | 250 | 239 | 257 | 254 | 252 | 251 |

由表 1 和图 4 可以看出,混纺布基的吸附效果较好,但其颜色梯度比较小,相邻两个之间的颜色差肉眼很难区分开来,只有增大 Cr(VI)的浓度梯度,但是这会导致测量误差大,实用性不强等弊端,因此不适合做比色板.

2.2 比色板制作方法二

由于滤纸成本低、取材方便,相比布而言制作出的标准比色板更方便、实用、易于制作,因此在实际中

可行性较好. 通过查阅资料和文献<sup>[1-5]</sup>, 配制出含有表面活性剂、稳定剂、掩蔽剂的混合溶液, 发现在其中浸湿对紫红色络合物具有一定的吸附效果.

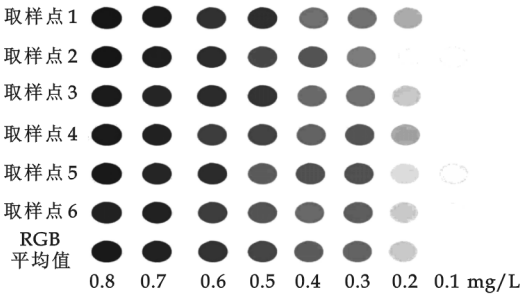


图 4 制作方法一的比色板

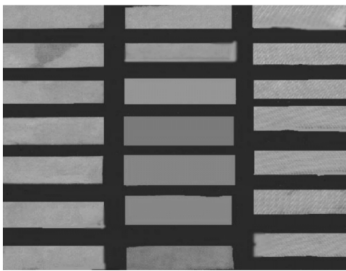


图 5 滤纸、纱卡、混纺(经过 A1 溶液处理)

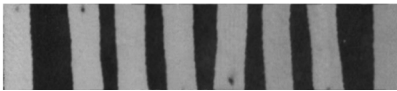


图 6 混纺(经过 A2 溶液处理)

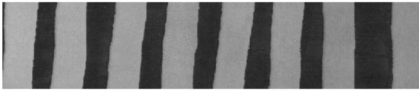


图 7 混纺(未经任何处理)

表 2 制作方法二比色板的 RGB 值

| 序号  | Cr(VI)标准液浓度/(mg/L) |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |
|-----|--------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
|     | 0.1                |     |     | 0.2 |     |     | 0.3 |     |     | 0.4 |     |     | 0.5 |     |     | 0.6 |     |     | 0.7 |     |     | 0.8 |     |     |
|     | R                  | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   | 251 | 223 | 252 | 254 | 224 | 263 | 250 | 239 | 257 | 254 | 252 | 251 |
| 平均值 | 250                | 250 | 250 | 247 | 237 | 249 | 246 | 229 | 247 | 246 | 221 | 245 | 249 | 223 | 250 | 247 | 215 | 245 | 245 | 204 | 243 | 245 | 205 | 242 |

表 3 制作方法三比色板的 RGB 值

| 序号  | Cr(VI)标准液浓度/(mg/L) |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |
|-----|--------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
|     | 0.5                |     |     | 1   |     |     | 3   |     |     | 5   |     |     | 7   |     |     |
|     | R                  | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   | R   | G   | B   |
| 平均值 | 250                | 250 | 250 | 255 | 252 | 256 | 252 | 232 | 255 | 242 | 215 | 247 | 244 | 208 | 246 |

2.2.1 比色板制作方法二的原始结果

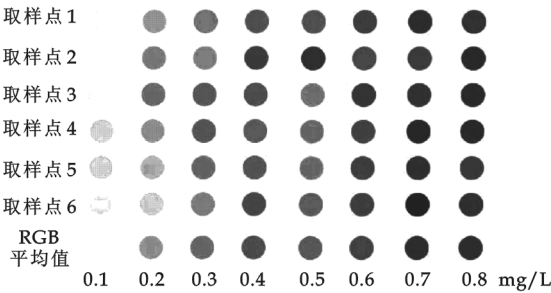


图 8 制作方法二的比色板

由图 5 可以看出,滤纸在浸泡过溶液 A1 后其吸附性有了一些提高,但不足以做比色板(颜色较淡),而混纺布基则表现出吸附性能下降的趋势(如图 6、图 7 所示),其原因是表面活性剂有亲水基和憎水基,当遇到吸水性强的材料时亲水基会与其结合,导致憎水基在外,而紫红色络合物是有机物,故对其吸附能力增强.混纺布基具有吸油性和吸水性,会有部分的憎水基与其结合,导致部分亲水基显露在外,从而使得对紫红色络合物吸附减弱.

2.2.2 用 photoshop CS2 记录 RGB 值并制作标准色板(如图 8 所示)



图 9 中速定量滤纸(经过 A1 溶液和 B 溶液处理)

将混纺(经过 A2 溶液处理)布基染色后用 photoshop CS2 转化成 RGB 模式下的值.

把吸附性较好的布基通过溶液 A2 处理并与未经任何处理的进行对比,发现经过处理的可以

使颜色的稳定性加强,具体表现为比色板的存放时间延长,但是它们的颜色基本一致,并且和比色板相同,表明稳定剂起到了稳定颜色的作用.

2.3 比色板制作方法三

由于吸附颜色受显色时间、浸泡时间和吸附材料水份含量的影响,布在制作比色板材料的过程中,尺

寸不好把握一致,并且在显色后的溶液吸附受到各种因素的影响,故比色板三选用滤纸.

2.3.1 比色板制作方法三 的原始结果(如图 9 所示)

2.3.2 用 photoshop CS2 记录 RGB 值和制作标准色板

试验过程中发现滤纸的灵敏度较差,在高浓度下才能表现出颜色,在浓度 $\leq 1\text{ mg/L}$ 时几乎没有什么颜色,只能适合测量高浓度的  $\text{Cr(VI)}$ 溶液.由表 3 和图 10 可以看出在滤纸上反应显色会出现颜色不均匀.

3 试验结论与展望

作者翻阅了国内外关于比色板制作的相关文献<sup>[6-9]</sup>,通过 3 种不同的试验方法,试用各种不同材料,对快速测定  $\text{Cr(VI)}$ 的标准比色板进行了了初次探讨,从中可以得到:

- (1)吸水性强而吸油性弱的材料对  $\text{Cr(VI)}$ 与 DPC 反应生成的紫色络合物吸附能力弱;
- (2)表面活性剂能有效地改变滤纸对这种紫红色络合物的吸附能力;
- (3)可溶性淀粉和聚乙烯醇能够提高吸附颜色后的稳定度.

本试验发现研制的关键是对吸附材料进行处理,改变其表面吸附情况,将溶液中的反应转移到固体表面上或寻找到对紫红色络合物有明显吸附并对浓度有敏感反应的吸附材料.

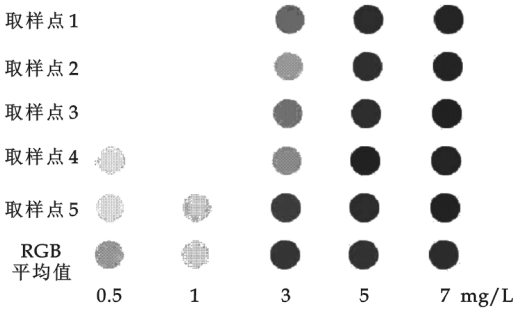


图 10 制作方法三的比色板

参考文献

[1] 胡美珍. 用于检测六价铬的测试件及其制备方法[P]. CN1501066, 2004.

[2] 吴和周,邱才英,郑肇生. 以十六烷基三甲胺三甲基溴化铵为增敏剂催化光度法测定痕量铬(VI)[J]. 分析化学, 1999, 27(6): 668-671.

[3] 张 毅,汪明礼. 聚乙烯醇及其应用[J]. 黄山学院学报, 2004, 3: 1-3.

[4] 蔡 兵. 表面活性剂在非织造布表面的吸附[J]. 中国纺织大学学报, 1999, 25(1): 21-22.

[5] 刘业华. 柠檬酸盐掩蔽铝的条件及机理[J]. 黄山学院学报, 2004, 4: 1-3.

[6] Scott P, Stephen GC. Sensitivity of the quick color test for indicating lead release from ceramic ware[J]. Journal of AOAC International, 1994, 7(2): 454.

[7] Nstor A, Chamoles, Marisna B a. Hurler-like phenotype: alzym c diagnosis in blood spots on filter paper[J]. Clinical Chemistry, 2001, 47(12): 2 098.

[8] Vilek T, Strojny L, Urkovi B a. Storage of bovine viral diarrhoea virus s. mpleson filter paper and detection of viral RNA by 13. RT-PCR method[J]. Journal of Viml Methods, 2001, 92(1): 19.

[9] Yousef M, Ibrahim A. Determination of amino acids by ion-exchange chromatography on filter paper spotted bloods samples stored at different temperatures and for different perio comparison with capilla and venous blood[J]. Clinical Biochemistry, 2001, 34(5): 399.

DEVELOPMENT OF STANDARD SHADE GUIDE WITH  
RAPID DETERMINATION OF  $\text{Cr(VI)}$

DING Shao-lan, LIU Jing, ZHAO Yong-chao

(School of Resource & Environment, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** This paper has been based on the principle of diphenylcarbazide spectrophotometric, through using cloth and filter paper tests to make a standard shade guide, to obtain that the adsorbability of the strong hydrophilia and weak lipophilicity materials is weak on the purple comoles compound reacted  $\text{Cr(VI)}$  and DPC, the surface active agent can effectively change the filter paper adsorbability of this purple comoles compound, and the soluble starch and the polyvinyl alcohol enhance the colouration stability .

**Key words:** hexavalent chromium; rapid detection; standard colorimetric plate

# 温差-超声波复合破壁法对花粉破壁率和黄酮得率的影响

杨芙莲, 党云刚

(陕西科技大学生命科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**采用温差破壁结合超声波辅助的复合花粉破壁法对花粉进行破壁,考察了不同的温差破壁因素对花粉破壁率和黄酮得率的影响,并以黄酮得率为指标进行正交试验  $L_9(3^3)$  优化因素,得到温差破壁的最佳工艺条件为:温差 100 °C、料液比 1:15、冷冻时间 24 h,此条件下花粉破壁率为 61.61%,黄酮得率为 3.166%。进一步用超声辅助对花粉进行破壁,使其破壁率达到 85%~90%,黄酮得率提高到 3.310%。同时,通过试验分析阐述了破壁率和黄酮得率两者的联系。

**关键词:**花粉; 黄酮; 温差; 超声波; 正交试验

**中图法分类号:**R284.2

**文献标识码:**A

## 0 引言

花粉(pollen)不但含有人体所需要的营养物质如蛋白质、脂肪、糖、微量元素和各种维生素,还含有黄酮、类胡萝卜素、磷脂等多种生物活性物质,因而被誉为“微型营养库”<sup>[1]</sup>。现代药理实验研究表明,花粉具有降血脂、抗辐射,增强机体免疫功能、保护肝脏、治疗前列腺增生等功效<sup>[2,3]</sup>。黄酮类化合物是花粉中重要的营养成分之一,是一种天然的抗氧化剂,具有清除人体自由基、抗衰老及增强免疫力的生理活性,可用于治疗冠心病、心绞痛、老年痴呆等多种病症<sup>[4,5]</sup>。

花粉具有特殊的外壁结构,所含的孢粉素理化性质稳定,具有抗高温、高压及抗酸碱的特性,因而阻止了营养物质的释放。为了提高花粉的利用价值,本文采用温差法并结合超声波辅助作用对花粉进行破壁,研究了温差-超声波复合破壁法对花粉中黄酮得率的影响,利用温度的瞬间急剧变化使花粉壁胀破而使内容物流出,并结合超声波的空化作用进一步提高花粉的破壁率,以使花粉中更多的内容物溶出。

## 1 实验材料与方法

### 1.1 实验材料与试剂

花粉(pollen),购自陕西省西安市市郊。

芦丁, Sigma 提供;无水乙醇,天津市百世化工有限公司;氢氧化钠,上海精华科技研究所;亚硝酸钠,上海试剂一厂综合经营公司;硝酸铝,广东合山化工厂。以上试剂均为分析纯。

### 1.2 实验仪器与设备

DK-98-1 电热恒温水浴锅,天津市泰新特仪器有限公司;BS323S 电子分析天平,赛多利斯科学仪器(北京)有限公司;TU-1800 紫外可见分光光度计,北京普析通用仪器有限公司;2×C2A 双目生物显微镜,上海伦捷机电仪表有限公司;M309778 冷冻干燥机,中西化玻仪器有限公司;KQ-250DE 数控超声波清洗机,昆山市超声仪器有限公司;BCD-196TD ZA 电冰箱,青岛海尔股份有限公司。

\* 收稿日期:2009-12-04

作者简介:杨芙莲(1965—),女,陕西省延安市人,教授,硕士,研究方向:功能性食品的研究与开发



1.3 实验方法

1.3.1 温差破壁工艺流程

粉状花粉→灭菌→低温冷冻(−20 ℃)→高温解冻(以一定比例加入高温热水)→真空冷冻干燥→破壁率、黄酮得率检测。

1.3.2 温差-超声辅助破壁工艺流程

上述冷冻干燥样→超声处理→再冷冻干燥→破壁率、黄酮得率检测。

1.3.3 破壁率的检测

将处理过的花粉碎片,以没有经过任何破壁处理的水浸泡花粉作对照,用显微镜放大 400 倍镜检,每个样重复制片 3 张,用血球板计数,求平均值<sup>[6]</sup>。计算方法如下:

$$\text{破壁率}(\%) = (1 - A/B) \times 100\%$$

式中 A:计数室检品中花粉完整细胞数,B:计数室原花粉完整细胞数。

1.3.4 黄酮的提取方法

热回流提取:温度 70 ℃、溶剂乙醇质量分数 60%、料液比 1:10,时间 2 h<sup>[7]</sup>。

1.3.5 黄酮的测定方法

精密称取干燥至恒重的芦丁标准品 10 mg,用 85%的乙醇溶解,定容 50 mL,摇匀,即为对照品溶液(0.2 mg/mL)。分别取对照品溶液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,加入 5%的 NaNO<sub>2</sub> 0.5 mL,放置 5 min 后,加入 10%的 Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 0.5 mL,再放置 5 min,加入 4%的 NaOH 4 mL,加蒸馏水至刻度,摇匀。放置 15 min 后,以蒸馏水为空白作参比,于 510 nm 处测其吸光度<sup>[8]</sup>。得回归方程为  $y = 0.0713x - 0.0767$ ,  $R^2 = 0.9981$ ,标准曲线如图 1 所示。

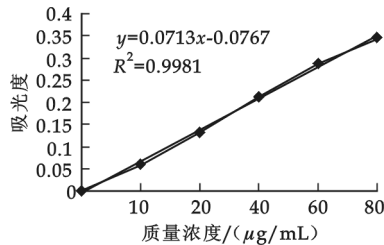


图 1 芦丁标准曲线

2 结果与分析

2.1 温差对破壁率和黄酮得率的影响

取定量经研磨成粉状的花粉,置−20 ℃的冷冻温度下冷冻 24 h,以相同料液比加入不同温度的热水进行解冻,考察不同温差(解冻温度同冷冻温度差值)下花粉的破壁率和黄酮得率,结果分别如图 2 和图 3 所示。

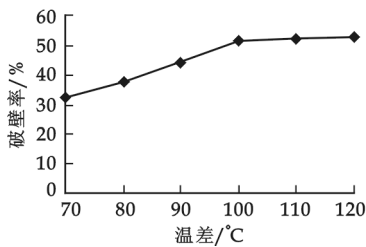


图 2 温差对破壁率的影响

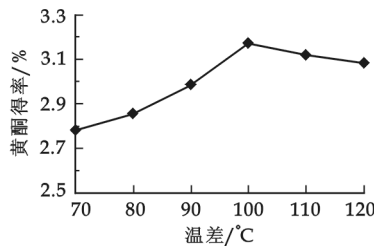


图 3 温差对黄酮得率的影响

由图 2 和图 3 可知,在其它条件确定的情况下,花粉的破壁率随着温差的增大而增大,在 100 ℃以后增幅放缓,黄酮得率在 70~100 ℃时增加明显,且与花粉的破壁率成正比,100 ℃以后则呈下降趋势,可能是由于温差太大(解冻温度太高)造成了花粉中活性物质的损失。所以,选择 100 ℃为适宜温差。

2.2 料液比的影响

取定量花粉,置于−20 ℃的冷冻温度下冷冻 24 h,而后分别以 1:5、1:10、1:15、1:20、1:25 的料液比加入 80 ℃(即温差为 100 ℃)的热水进行解冻,干燥后,测定不同料液比下花粉的破壁率和黄酮得率,结果分别如图 4 和图 5 所示。

由图 4、图 5 可以看出,随着料液比的增加,花粉破壁率和黄酮得率均呈上升趋势。当料液比达到 1:15 时,继续增加溶剂的量,两者均无较大变化,故料液比选择 1:15。

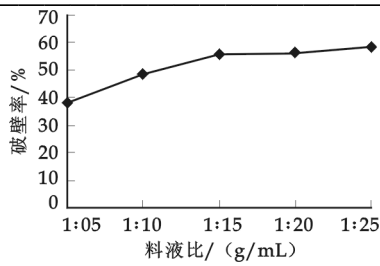


图 4 料液比对破壁率的影响

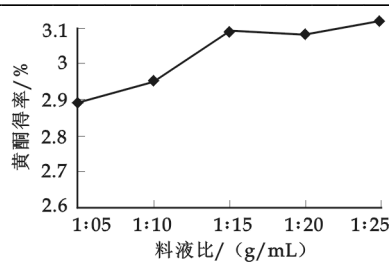


图 5 料液比对黄酮得率的影响

2.3 冷冻时间的影响

取定量花粉,在温差为 100 ℃、料液比为 1 : 15 的条件下,考察冷冻时间分别为 6 h、12 h、24 h、36 h、48 h 时对花粉破壁率和黄酮得率的影响,结果分别见图 6 和图 7.

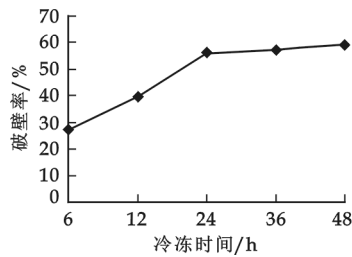


图 6 冷冻时间对破壁率的影响

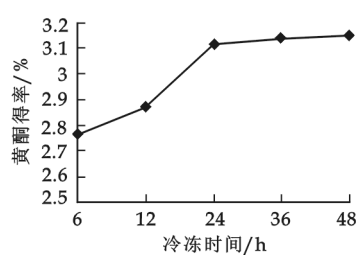


图 7 冷冻时间对黄酮得率的影响

由图 6、图 7 看出,在 6~24 h 时,花粉破壁率呈较为明显的上升趋势,且黄酮得率也随着破壁率的增大而增加,可见冷冻时间不足会使花粉冻结不彻底而影响破壁效果,但超过 24 h 花粉基本完全冻结,所以对破壁率和黄酮得率的影响不大,综合考虑时间和效率等因素,以冷冻 24 h 为最佳.

2.4 温差法处理花粉所得黄酮的工艺优化

单因素试验表明,温差、料液比和冷冻时间对花粉的破壁率与黄酮得率均有较为明显的影响,因此以黄酮得率为指标,通过正交试验  $L_9(3^3)$  进一步研究各因素之间的相互影响.正交试验因素水平表见表 1,试验结果见表 2.

表 1 因素水平表

| 水平 | 因素   |            |        |
|----|------|------------|--------|
|    | 温差/℃ | 料液比/(g/mL) | 冷冻时间/h |
|    | A    | B          | C      |
| 1  | 90   | 1 : 10     | 12     |
| 2  | 100  | 1 : 15     | 24     |
| 3  | 110  | 1 : 20     | 36     |

从表 2 正交试验结果可见,最佳工艺条件为  $A_2B_2C_2$ ,即温差为 100 ℃、料液比 1 : 15、冷冻时间 24 h.由极差值可知,对花粉黄酮得率的影响因素依次为:温差>料液比>冷冻时间.

表 2  $L_9(3^3)$  正交试验结果

| 实验号   | 因素    |       |       | 黄酮得率/% |
|-------|-------|-------|-------|--------|
|       | A     | B     | C     |        |
| 1     | 1     | 1     | 1     | 2.93   |
| 2     | 1     | 2     | 3     | 3.05   |
| 3     | 1     | 3     | 3     | 2.99   |
| 4     | 2     | 1     | 2     | 3.14   |
| 5     | 2     | 2     | 3     | 3.12   |
| 6     | 2     | 3     | 13.16 |        |
| 7     | 3     | 1     | 3     | 3.13   |
| 8     | 3     | 2     | 1     | 3.15   |
| 9     | 3     | 3     | 2     | 3.09   |
| $k_1$ | 2.810 | 2.887 | 2.900 |        |
| $k_2$ | 3.140 | 3.107 | 3.093 |        |
| $k_3$ | 3.123 | 3.080 | 3.080 |        |
| R     | 0.330 | 0.220 | 0.193 |        |

2.5 最佳工艺验证试验结果

表 3 最佳工艺条件验证结果

| 试验号    | 1     | 2     | 3     | 平均    |
|--------|-------|-------|-------|-------|
| 黄酮得率/% | 3.158 | 3.174 | 3.165 | 3.166 |

为进一步验证正交试验得出的最佳工艺条件,在最佳工艺条件(提取温差 100 ℃、冷冻时间 24 h、料液比 1 : 15(g/mL))下进行验证试验,试



验结果见表 3。

由表 3 可见,在最佳工艺条件下,花粉的黄酮得率为 3.166%,大于正交试验中的各组数据,确为试验条件下的最佳工艺。同时,测得在此条件下相应的花粉破壁率为 61.61%。

2.6 超声辅助破壁对黄酮得率的影响

本试验所用超声仪器为超声波清洗机,最大功率为 250 W。由于功率等条件的局限性,由预试验得知,单独采用超声波处理花粉其黄酮得率较未破壁花粉并没有明显提高,可见单独使用该法进行花粉破壁效果较差。所以,本试验将其作为辅助方法与温差破壁法结合使用。操作见下:

将上述用温差正交试验优化所得最佳条件处理后的冷冻干燥样继续进行超声处理,在功率为 250 W、超声温度 50 ℃ 的情况下超声 10 min,花粉的破壁率可达 85%~90%,黄酮得率提高到 3.31%。

3 结束语

通过以上试验得出,花粉温差法破壁的最佳条件为:温差 100 ℃、料液比 1:15、冷冻时间 24 h。此时,花粉破壁率为 61.61%,黄酮得率为 3.166%。同时通过试验分析阐述了破壁率和黄酮得率两者的联系,证实了花粉的黄酮得率在一定条件下随着破壁率的增大而增大,但并不完全呈正比关系,在剧烈条件下破壁率的增大反而会使黄酮得率相对减少,因为作用条件太剧烈会造成黄酮物质的损失。经超声辅助破壁后,花粉的破壁率可达 85%~90%,此时黄酮得率提高到 3.310%。用超声波进行辅助破壁在进一步提高花粉破壁率的同时,由于接触时间短,能较好地保存营养物质,所以也提高了花粉的黄酮得率。此法操作简便,可以大大节约时间。

参考文献

[1] 阮 征,赖富饶. 油菜花粉中黄酮类物质提取工艺的优化研究[J]. 食品科学,2007,28(7):133-137.  
[2] PRATT D E. Water soluble antioxidant activity soybeans[J]. Food Science,1972,37:322-333.  
[3] RAFAT H S. Hydroxyl radical scavenging activity of flavonoids[J]. Phytochemistry, 1987, 26:2 489-2 491.  
[4] 王芙蓉,梁运详. 油菜花粉黄酮的提取与纯化[J]. 湖北农业科学,2007,46(2):290-292.  
[5] Le-Bars P L,Katz M M,Berman N,*et al.* A placebo-controlled, doubleblind, randomized trial of an extract of ginkgo biloba for dementia[J]. J Am Med Assoc,1997, 278(16):1 327-1 332.  
[6] 杨晓萍,余志勤. 油菜花粉破壁方法研究[J]. 华中农业大学学报,2004,23(6):671-672.  
[7] 杨志岩,尹树花. 油菜花粉中总黄酮的提取研究[J]. 现代食品科技,2007,24(2):164-166.  
[8] 梁惠花,刘晓河,王志宝. 坝上油菜蜂花粉中总黄酮的超市提取及含量测定[J]. 张家口医学院学报,2003,20(4):8-9.

EFFECTS OF WALL-BREAKING METHOD BY TEMPERATURE DIFFERENCE AND ULTRASONIC FOR WALL-BREAKING RATE AND THE YIELD OF FLAVONOIDS OF POLLEN

YANG Fu-lian, DANG Yun-gang

(School of Life Science and Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** The method of wall-breaking by temperature difference and ultrasonic were used in pollen, investigating the influence of different factors of wall-breaking by temperature difference for wall-breaking rate and the yield of flavonoids in pollen, and experiments was optimized by  $L_9(3^3)$  orthogonal test with the yield of flavonoids as the index, optimum conditions were determined as follows: temperature difference 100 ℃、ratio of material to liquid 1:15, refrigerant time 24 h, under these conditions, the wall-breaking rate of pollen is 61.61%, the yield of flavonoids is 3.166%. And then carrying out wall-breaking by ultrasonic, the wall-breaking rate reached to 85%~90%, the yield of flavonoids is 3.31%. Meanwhile, elaborating the relation between wall-breaking rate and the yield of flavonoids by experiment.

**Key words:** pollen; flavonoids; temperature difference; ultrasonic; orthogonal test

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0062-04

# 4 种方法对 7 种桑黄菌的种性分析

秦俊哲, 王雅凤, 刘 华

(陕西科技大学生命科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**采用形态学、拮抗试验、酯酶同工酶及 RAPD 技术对 7 种桑黄菌株进行了种性分析, 并比较了 4 种方法分析结果的异同, 虽稍有差异, 但总体分类一致. 由于单一方法存在局限性, 且不同菌丝生长阶段对实验结果影响较大, 所以还需对其亲缘性从 DNA 分子水平进行考察. 根据 RAPD 扩增结果, 构建反映了菌株间亲缘关系的聚类图, 可将 7 个菌株划分为 4 大类, 直观准确地揭示菌株间的差异性并加以鉴别.

**关键词:**桑黄; 种性分析; RAPD; 聚类图

**中图法分类号:**Q949.329<sup>+</sup>7 **文献标识码:**A

## 0 引言

桑黄, 又名鲍氏层孔菌 *Phellinus igniarius*, (L. ex. Fr) Quel, 属于担子菌 (*Basidiomycota*), 多孔菌目, 多孔菌科, 针层孔菌属<sup>[1]</sup>, 是目前发现的生物抗癌领域有效率最高的大型真菌之一<sup>[2]</sup>. 桑黄子实体多呈蹄形, 宏观区分困难. 在人们注重开发桑黄菌的情况下, 市场上出现了不同名称的桑黄菌种. 传统的真菌分类主要以形态特征为依据, 但因生长阶段及环境的差异, 容易出现同物异名或同名异物现象. 对此, 作者结合拮抗试验及酯酶同工酶电泳, 并应用现代分子生物学技术从 DNA 分子水平上对桑黄菌种质资源进行了研究, 该法较之其他分类学方法更可靠、准确、科学. 本文对 7 种桑黄菌株进行了 RAPD 聚类分析, 探索了其不同菌株间的遗传差异, 为其进一步分类鉴定和遗传多样性研究提供了实验依据.

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

(1)供试菌株及编号:S1 为湄马树桑黄, S2 为云南桑黄, S3 引自黑龙江, S4 引自韩国, S5 *P. baummi* Pilat, S6 由陕西科技大学微生物实验室提供(S), S7 由陕西科技大学微生物实验室提供(W).

(2)培养基:综合 PDA 斜面培养基<sup>[3]</sup>;液体培养基<sup>[4]</sup>.

(3)主要试剂:2000 bp DNA Ladder Marker、引物、蛋白酶 K、Buffer 缓冲液、ddH<sub>2</sub>O(均购自大连宝生物公司);TaqDNA 聚合酶(赛百盛生物科技公司);dNTPs 溶液、CTAB 提取液、RNase(均购自上海生工生物工程公司)等.

### 1.2 方法

#### 1.2.1 形态学比较

按照无菌操作的要求, 将 7 种桑黄菌接种于 PDA 平板培养基上, 28 ℃ 恒温培养, 观察并记录菌丝长势、菌丝颜色、菌落边缘特征、菌丝密度、满皿时间等.

\* 收稿日期:2009-11-08

作者简介:秦俊哲(1957—), 男, 陕西省渭南市人, 教授级高工, 研究方向:真菌微生物学  
基金项目:陕西省教育厅自然科学专项基金(08JK232)

菌丝长速(mm/d)=菌落半径(mm)/菌丝生长天数(d).

1.2.2 拮抗试验

按照无菌操作的要求,将 10 种桑黄菌点接于 PDA 平板培养基上,每个平皿均匀接入 3 种菌株,于 28 ℃ 培养 7~10 d 左右,观察桑黄菌菌丝之间是否有拮抗现象发生,拮抗线是否明显,并且拍照记录.

1.2.3 酯酶同工酶电泳

(1)样品制备.取斜面生长 12 d 的菌丝 1.0 g,分别加入 2.0 mL TBE 缓冲液(0.5 mol/L,pH 6.5)和 0.5 g 石英砂,冰浴,充分研磨成匀浆,冷冻离心(8 000 r/min,30 min,4 ℃),取上清液,加入同体积蔗糖溶液和溴酚兰指示剂混合溶液即得样品液,于 4 ℃ 保存.

(2)电泳.采用垂直板聚丙烯酰胺凝胶电泳(PAGE).电泳条件:点样量 20 μL,浓缩胶采用 80 V 电泳 1 h,分离胶采用 150 V 电泳 3 h.剥胶后,采用 α,β-萘乙酯,固蓝 RR 盐系统染色,37 ℃ 中保存 30 min,去离子水脱色,拍照.

1.2.4 RAPD 聚类分析

(1)菌丝体培养及收集:无菌操作,将母种切割成 4 cm×3 cm×2 cm 大小的菌块,转接到液体培养基中,28 ℃,180 r/min 摇床培养 7 d.培养液于 3 500 r/min 下离心,收集菌丝,烘干粉碎备用.

(2)CTAB 法提取 DNA<sup>[5]</sup>.

(3)RAPD 反应体系(25 μL):

模板 DNA 1.0 μL,Buffer 2.5 μL, dNTPs 0.6 μL,Taq 酶 0.3 μL,引物 1.0 μL,ddH<sub>2</sub>O 19.6 μL.PCR 反应热循环程序为:94 ℃ 预变性 5 min,变性 1 min,40 ℃ 退火 1 min,72 ℃ 延伸 1.5 min,45 个循环;72℃ 最终延伸 5 min.PCR 产物 5 μL 与 1 μL 载样缓冲液混匀,1.4%琼脂糖凝胶上进行电泳,电泳缓冲液 0.5×TBE,140 V/cm 恒压下电泳 2~3 h,采用 2 000 bpDNA Ladder 为 marker,EB 染色后,BIO-RAD 凝胶成像系统照相.

(4)引物筛选:随机选取两个样品作模板,利用稳定的试验体系对供试的 100 个引物进行扩增,从中筛选出扩增条带清晰稳定、分布合理、重复性好、多态性高的引物 15 个,用作聚类分析.

(5)数据记录与分析:经电泳获得基因组 DNA 指纹图谱用于数据分析.用 MEGA2.1 软件进行 UPG-MA(unweighted pair gropaverage)聚类分析,建立系统发育树状图.

表 1 桑黄菌丝形态统计

| 菌种编号 | 菌丝长势 | 满皿时间/d | 日均长速/(cm/d) | 菌落形态 | 菌丝色泽 |
|------|------|--------|-------------|------|------|
| S1   | ++   | 15     | 2.91        | 绒状   | 乳白色  |
| S2   | ++   | 15     | 2.98        | 绒状   | 土黄色  |
| S3   | +++  | 13     | 3.51        | 绒状   | 土黄色  |
| S4   | +++  | 13     | 3.42        | 绒状   | 土黄色  |
| S5   | +++  | 13     | 3.04        | 毡状   | 浅黄色  |
| S6   | +++  | 15     | 3.08        | 绒毛状  | 黄白色  |
| S7   | +    | 18     | 2.40        | 绒状   | 亮黄色  |

凝胶上进行电泳,电泳缓冲液 0.5×TBE,140 V/cm 恒压下电泳 2~3 h,采用 2 000 bpDNA Ladder 为 marker,EB 染色后,BIO-RAD 凝胶成像系统照相.

(4)引物筛选:随机选取两个样品作模板,利用稳定的试验体系对供试的 100 个引物进行扩增,从中筛选出扩增条带清晰稳定、分布合理、重复性好、多态性高的引物 15 个,用作聚类分析.

(5)数据记录与分析:经电泳获得基因组 DNA 指纹图谱用于数据分析.用 MEGA2.1 软件进行 UPG-MA(unweighted pair gropaverage)聚类分析,建立系统发育树状图.

2 结果与分析

表 2 拮抗试验结果分析

|    | S1  | S2   | S3   | S4 | S5 | S6  | S7 |
|----|-----|------|------|----|----|-----|----|
| S1 |     |      |      |    |    |     |    |
| S2 | ++  |      |      |    |    |     |    |
| S3 | +   | +    |      |    |    |     |    |
| S4 | +   | +    | +    |    |    |     |    |
| S5 | ++  | ++   | ++   | ++ |    |     |    |
| S6 | +   | ++++ | ++++ | ++ | ++ |     |    |
| S7 | +++ | ++   | ++++ | ++ | ++ | +++ |    |

注:+ 拮抗现象不显著;++ 拮抗现象显著;+++ 拮抗现象非常显著.

S1 菌丝短而稀疏,乳白色,存在纹理现象; S2 菌丝在斜面上段由于培养基较薄,菌丝呈土黄色,在接种块的下段,培养基变厚,菌丝变成浅白色,产生色素最多;S3 菌丝颜色比较均一,浅白色,菌丝少而稀疏;S4 的菌丝短而疏,色浅;S5 的菌丝短而密,浅黄色;S6 菌丝较长而致密,色较深;S7 菌丝形态较均一,短而密,颜色最深,亮黄色.根据表 1,S1 自成一类,S2、S3、S4 归为一类,S5、S6、S7 各成一类.

2.2 拮抗试验种性分析

由表 2 可知,S1 与 S3、S4、S6; S2 与 S3、S4;S3 与 S4 之间拮抗线不明显,说明它们之间的亲缘性较近;而 S1 与 S7,S2 与 S6;S3 与 S6、S7;S6 与 S5、S7 之间拮抗线明显,说明它们之间的亲缘性较远.综合考虑将 S1、S2、S3、S4 归为一类, S5、S6、S7 各成一类.

2.3 酯酶同工酶种性分析

酯酶同工酶电泳共检出 41 条谱带,其中迁移率(Rf)不同的谱带 18 条.联合系数(相似系数)越大,两个菌株的亲缘性越相近<sup>[6]</sup>.由表 3 可见,S7 与 S6,S6 与 S5, S3 和 S4 的联合系数达到 0.627,说明其亲缘性很近,其次就是 S1 和 S6 的联合系数也较高.而 S5 与 S6、S7,S6 与 S7 及 S1 与 S7 的酶谱差异明显,联合系数在 0.217~0.227 之间,说明该 3 支菌株间的亲缘关系相对较远,自成一类.

表 3 酯酶同工酶实验联合系数表

|    | S1    | S2    | S3    | S4    | S5    | S6    | S7 |
|----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----|
| S1 |       |       |       |       |       |       |    |
| S2 | 0.206 |       |       |       |       |       |    |
| S3 | 0.556 | 0.498 |       |       |       |       |    |
| S4 | 0.507 | 0.430 | 0.627 |       |       |       |    |
| S5 | 0.239 | 0.334 | 0.401 | 0.467 |       |       |    |
| S6 | 0.589 | 0.321 | 0.330 | 0.334 | 0.271 |       |    |
| S7 | 0.227 | 0.334 | 0.423 | 0.308 | 0.338 | 0.217 |    |

2.4 DNA 水平种性分析

2.4.1 RAPD 扩增图谱分析

不同菌株其扩出的 DNA 片段谱带存在较大差异.15 个引物的扩增产物 DNA 条带表现出明显的多态性,其在 7 个供试菌株上都获得了较稳定的基因图谱,在 7~25 条之间.带型越相似的菌株亲缘关系越接近,而那些品种间所共有的片段则为进化中保守的.从引物 S126(左图)与引物 S2111(右图)

的电泳图谱可见(如图 1 所示),S2、S3 与 S4 菌株之间带型相似度很高,S1 相比之下与 S3 带型更近.而 S5、S6、S7 菌株之间扩增带型差异较大,其它引物的扩增图谱也反映出这一趋势,说明 RAPD 图谱能较好地反映出桑黄菌株之间的遗传差异.15 个引物共扩增出 167 条清晰可用的 DNA 片段,其中 101 条为多态性条带,占 60.5%,说明桑黄菌株间具有一定的遗传差异性.另外有 66 条扩增条带是所有菌株共有的,说明供试菌株具有一定的遗传相似性.

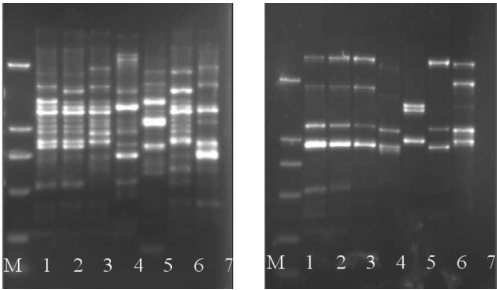


图 1 RAPD 电泳图谱

(1—S4,2—S2,3—S3,4—S7,5—S5,6—S1,7—S6)

2.4.2 聚类分析

以 15 个引物的扩增产物统计结果为基础,经聚类分析可得如图 2 所示的树状图.从图 2 中可清楚看出个菌株间亲缘关系,遗传距离越小,亲缘关系越近,反之则越远.由图 2 可知,S2、S3、S4 菌株间遗传距离最近,即在遗传组成上相近程度更高.该 3 支菌株分别来自云南、黑龙江、韩国,菌丝体与子实体形态很接近,经 RAPD 分析表明,虽亲缘关系很近但仍为不同菌株.S1 在聚类图中遗传距离与前后相比,更接近前面,即 S1 菌株与 S2、S3、S4 菌株的亲缘关系较之其与 S5、S6、S7 菌株的亲缘关系更近,说明

S1 与 S2、S3、S4 可能是源于同一种或是亲缘关系较近的变异类型.图 2 中 S5、S6、S7 菌株之间遗传距离均相差较大,说明该 3 支菌株间亲缘关系较远,遗传组成上差异性更大.根据 7 个品种间的遗传距离,当聚类重新标定距离为 15 时,可以将 7 个品种的桑黄菌株分为 4 个种群,S1、S2、S3、S4 归为一类,S5、S6、S7 各成一类.

3 讨论

本试验通过 4 种种性分析方法,以聚类分析树状图作为最终定论,直观地表明了 7 个桑黄菌株间的遗传相关性,即 S1、S2、S3、S4 归为一类, S5、S6、S7 各成一类.由于每种方法都有其局限性,几种方法综合

方可得到准确可靠的结论,分歧主要在于 S1 与 S2 及 S1 与 S3. 形态学试验中,S1 因颜色差异自成一类,可能是菌种活化程度所致;拮抗试验中,S1 与 S6 之间拮抗线虽不明显,综合考虑将其归为两类;酯酶同工酶试验中,S1 与 S2 间联合系数虽偏小,但 S1 与 S3、S4 以及 S2 与 S3、S4 之间联合系数较大,整体考虑可将二者归为一类. 这 3 种分类方法与聚类分析所得结论虽稍有差异,但总体情况一致.

形态学与拮抗试验易受外界环境及培养条件干扰,从而造成分类偏差. 用同工酶标记进行分类鉴别是立足于遗传信息产物的差异,如与实际表型相联系更容易做出合理、科学的解释,但是该方法有着理论上的缺陷,不甚全面<sup>[7]</sup>. RAPD 分析技术将 DNA 作为遗传物质,能客观和真实地反映出菌株之间的亲缘关系,与传统分子标记相比,其优点是能够在短时间内检测出 DNA 样品间的细微差别,结果可靠、稳定且重复性好<sup>[8]</sup>,可用于桑黄菌株的鉴别. 细胞学标记是非常稳定可靠的分类依据,核型指标在种内相当恒定,即使数目相同,在染色体组中不同类型染色体的数量和位置也不同<sup>[9]</sup>. RAPD 技术与细胞学标记的综合应用将有效克服单一方法存在的局限性,并获得快速稳定的分类结果,这也是笔者进一步研究的方向,为药食用真菌菌株检测提供新的研究方法.

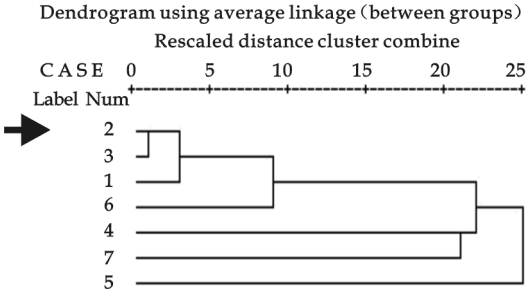


图 2 7 个桑黄菌株的 UPGMA 聚类图

参考文献

[1] 戴玉成. 药用担子菌-鲍氏层孔菌(桑黄)的新认识[J]. 中草药, 2003, 34 (1): 94-95.  
[2] Wang X. B, Ng TB, Ooi VEC, *et al.* A polysaccharide-peptide complex from cultured mycelia of the mushroom *Tricholoma mon-golicum* with immuno-enhancing and antitumor activities[J]. *Biochem Cell Biol.*, 1996, 74 (1): 95-97.  
[3] 秦俊哲, 姚艳芳. 桑黄菌丝的最适培养条件研究[J]. 食用菌, 2007, 29 (1): 6-9.  
[4] 任海霞, 宫志远. 平菇 RAPD-PCR 反应体系优化研究[J]. 山东农业科学 2009, 3:43-44.  
[5] 杨 华, 李联泰. 食用菌 DNA 提取方法研究[J]. 中国食用菌, 2003, 22 (1): 19-21.  
[6] 杨立红, 黄清荣, 刘新海, 等. 食用菌菌种纯度的酯酶同工酶电泳测定[J]. 西南农业大学学报, 2005, 27(1):128-135.  
[7] 杜 萍, 陈艳秋. 随机扩增多态性 DNA 技术在鲍氏层孔菌菌株鉴别中的应用[J]. 应用生态学报, 2007, 18(1): 1 316-1 320.  
[8] Huang D-B, Yang Q, ChenM-Z. Distinguishing strains of *Lentinula. edodes* with RAPD[J]. *Edible Fungi*, 2003, 6: 9-10.  
[9] 张利国. 27 种大麻资源的 RAPD 聚类分析[J]. 黑龙江农业科学, 2009, (2): 14-16.

STUDY ON KINDS OF ANALYSIS WITH FOUR METHODS OF 7

Phellinus igniarius STRAINS

QIN Jun-zhe, WANG Ya-feng, LIU Hua  
(School of Life Science and Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:**In this study, morphology, antagonistic test, esterase isozyme and RAPD technology ware used to analyse the classification of 7 *Phellinus igniarius* cultivars, and compared the results of the similarities and differences. Although slightly different, the overall classification was agreement. As the limitations of a single method, and the different stages of mycelial has a greater impact on the experimental results, it required from the molecular level to investigate the affinity between them. A dendrogram showed that genetic relationships was constructed through an unweighted pair-group method(UPGMA) based on the DNA polymorphism and the 7 cultivars were clustered into 4 main groups, which was helpful to find out the difference among the test strains and to distinguish them directly.

**Key words:***Phellinus igniarius*; kinds of analysis; RAPD; dendrogram

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0066-04

# 中西医结合抗绿脓杆菌生物膜作用的研究

袁秀丽<sup>1</sup>, 吕嘉枋<sup>1</sup>, 宋娟娜<sup>1</sup>, 程慧娟<sup>2</sup>

(1. 陕西科技大学生命科学与工程学院, 陕西 西安 710021; 2. 安徽中医学院微生物教研室, 安徽 合肥 230031)

**摘要:**研究了金银花水煎液体外抗铜绿假单胞菌生物膜的作用及与庆大霉素的协同作用;通过试管稀释法测定了金银花水煎液和庆大霉素对铜绿假单胞菌的最小抑菌浓度(minimal inhibitory concentration, MIC),用MTT法建立了体外铜绿假单胞菌生物膜并检定了金银花水煎液和庆大霉素不同MIC浓度的抗铜绿假单胞菌生物膜的作用.结果表明:金银花水煎液对绿脓杆菌的MIC为125 mg/mL,SMIC也为125 mg/mL;庆大霉素对绿脓杆菌的MIC为1.56  $\mu$ g/mL,SMIC为25  $\mu$ g/mL,与金银花的协同作用对绿脓杆菌的SMIC为1.56  $\mu$ g/mL.由实验结果可知金银花水煎液在体外能抑制铜绿假单胞杆菌(*Pseudomonas aeruginosa*, *P. A*)对固体表面的黏附能力及生物膜(biofilm, BF)形成能力,并能破坏*P. A*已形成的BF,增强庆大霉素对BF内铜绿假单胞菌的清除作用.

**关键词:**生物膜;铜绿假单胞菌(又名绿脓杆菌);金银花;庆大霉素

**中图分类号:**R917      **文献标识码:**A

## 0 引言

金银花是我国十大名贵药材之一,具有清热解毒之功效.金银花含有多种药理活性成分,其中绿原酸、黄酮类化合物是金银花中的主要药效成分,具有抗氧化、抗癌、抗病毒等作用,一般金银花中绿原酸含量不低于1.5%,通过测定绿原酸的含量可评价受试金银花的质量.

*A. a*(*Pseudomonas aeruginosa*)是院内获得性肺炎及慢性呼吸道感染的重要病原菌之一,BF(biofilm)形成也是导致*P. a*慢性呼吸道感染的重要原因之一.国内外对*P. a*的BF抑制作用的研究主要集中于抗生素的研究,目前已发现十四、十五元环大环内酯类抗生素在体外能抑制*P. a*形成BF<sup>[1,2]</sup>,但有关中草药对BF影响的研究鲜见报道.本实验主要研究了中草药金银花水煎液在体外对BF的抑制作用及其与庆大霉素的协同作用,致力于在中草药及中西医结合抗菌方面有新的突破.

## 1 实验材料

(1)菌株:铜绿假单胞菌系1株,从安徽中医学院微生物与免疫教研室临床中分离得到.

(2)药物:金银花30 g,购于安徽中医学院第一附属医院中药房,并经过鉴定.水煎3次,每次煎30 min合并浓缩成100%浓度药液(含生药1 g/mL)<sup>[3]</sup>.庆大霉素(Gentamicin)(硫酸庆大霉素注射液),湖北同济奔达鄂北制药有限公司产品,生产批号:200709141.

(3)培养基:MH肉汤(Muller-Hinton Broth, MHB)、LB琼脂平板、LB肉汤、胰蛋白胨大豆肉汤(Trypticase Soy Broth)(杭州微生物试剂有限公司,生产批号:20060829).

\* 收稿日期:2009-10-29  
作者简介:袁秀丽(1984—),女,安徽省六安市人,在读硕士生,研究方向:应用微生物



(4)试剂:甲醇、磷酸为分析纯(天津市科密欧化学试剂有限公司);绿原酸对照品(中国药品生物制品鉴定所);结晶紫(天津市光复精细化工研究所);四甲基偶氮唑盐(MTT, Sigma 公司);二甲亚砜(DMSO, 上海金山化工厂);pH 7.4 磷酸盐缓冲溶液(Phosphate Buffer Solutions, PBS),由本实验室配制。

(5)检测仪器:318C-酶标仪(上海沛欧分析仪器有限公司);96 孔微量培养板(杭州生友生物技术有限公司);AgiLent1100 高效液相色谱仪(美国 AgiLent 公司);AL204 型电子天平(梅特勒-托力多仪器有限公司);101A-1E 型电热鼓风干燥箱(上海实验仪器厂有限公司);TDL80-2B 型台式离心机(上海安亭科学仪器厂);KQ-250DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);SHB-Ⅲ型循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司)。

## 2 实验方法

(1)RP-HPLC 测定金银花中绿原酸含量:首先将色谱条件设定为:色谱柱:Zorbax SB-C<sub>18</sub> 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm),甲醇:0.02%磷酸=50:50;流速 1.0 mL/min;检测波长 350 nm;柱温 30 ℃;进样量 10.0 μL。精密称取绿原酸对照品 2.5 mg,用 50%甲醇溶解,转移至 10 mL 容量瓶中,定容至刻度,摇匀,配制成 0.25 mg/mL 的绿原酸对照品溶液;精确称取金银花的花蕾各 0.50 g,置于 50 mL 具塞三角瓶中,加 40 mL 50%甲醇,超声振荡 30 min,抽滤,滤液用 50%的甲醇定容至 50 mL 容量瓶中,用 0.45 μm 微孔滤膜过滤,备用。然后取绿原酸对照品溶液 10、20、30、40、50 μL,进样,测定它们的峰面积,得到其工作曲线。吸取绿原酸标准品溶液 10 μL,重复进样 3 次,测定绿原酸峰面积的 RSD。再按上述所用方法平行制备样品 3 份,分别进样,测定,绿原酸峰面积的 RSD。

(2)金银花水煎液、庆大霉素对绿脓杆菌 MIC 的测定:依据 NCCLS 的 M27-A 方案,先按 2 倍稀释将金银花水煎液按 500、250、125、62.5、31.25、15.6、7.8、3.9、1.95、0.975 mg/mL 10 个浓度,庆大霉素按 200、100、50、25、12.5、6.25、3.125、1.56、0.78、0.39 μg/mL 10 个浓度,各 100 μL 分别加到两个 96 孔板中(第 1 列为空白对照,最后 1 列为阴性对照,中间 10 列为所加的 10 个浓度的药物,以下操作均是同此排版),再加入  $0.5 \times 10^9 \sim 2.5 \times 10^9$  cfu/mL 菌体的混悬液 100 μL,于 37 ℃培养 48 h,以无菌生长的最小药物稀释度作为各菌株的最低抑菌浓度(MIC)。

(3)金银花水煎液对绿脓杆菌生物膜 MIC(SMIC)的测定<sup>[4]</sup>:将绿脓杆菌接种于胰酶大豆肉汤培养基中,37 ℃过夜培养,收集菌体,用胰酶大豆肉汤培养基稀释,调整菌液浓度为  $1 \times 10^9$  cfu/mL。将 100 μL 该浓度的菌悬液接种于 96 孔板中,37 ℃培养 48 h,使绿脓杆菌完全黏附于平底的 96 孔板基底表面,形成绿脓杆菌生物膜的结构。生物膜形成后,弃去培养基及悬浮菌,用 PBS 洗 3 次,将药物按两倍稀释加到各孔中,继续培养 48 h。用 MTT 法检测抑制生物膜 50%(SMIC<sub>50</sub>)的药物浓度,即将 50 μL 的 MTT 溶液(贮存液含 5 mg/mL PBS,临用前用预温的 0.15 M PBS 按 1:5 稀释)加入每孔中,37 ℃孵育 5 h。弃去含 MTT 的培养基, PBS 洗 3 遍,加入 DMSO 100 μL,振荡 5 min,在酶标仪 490 nm 波长下检测吸光度。

(4)金银花水煎液预处理 96 孔板<sup>[5]</sup>:用无菌的 PBS 将金银花水煎液按 2 倍连续稀释成 10 个浓度梯度:500、250、125、62.5、31.25、15.6、7.8、3.9、1.95、0.975 mg/mL,200 μL/孔,4 ℃过夜。吸弃药物, PBS 洗 1 遍,每孔加入 100 μL 的菌液( $1 \times 10^9$  cfu/mL),37 ℃培养 48 h。吸出孔内菌液, PBS 洗 3 遍, MTT 法(方法同上)检测吸光度。

(5)庆大霉素对绿脓杆菌生物膜 MIC(SMIC)的测定<sup>[6]</sup>:将绿脓杆菌接种于胰酶大豆肉汤培养基中,37 ℃过夜培养,收集菌体,用胰酶大豆肉汤培养基稀释,调整菌液浓度为  $1 \times 10^9$  cfu/mL。将 100 μL 该浓度的菌悬液接种于 96 孔板中,37 ℃培养 48 h,使绿脓杆菌完全黏附于平底的 96 孔板基底表面,形成绿脓杆菌生物膜的结构。生物膜形成后,弃去培养基及悬浮菌,用 PBS 洗 3 次,用无菌的 PBS 将庆大霉素按 2 倍连续稀释成 10 个浓度梯度:200、100、50、25、12.5、6.25、3.125、1.56、0.78、0.39 μg/mL 加到各孔中,继续培养 48 h。取 1 个中号平板画出 10 个区域,用接种环在以上 10 个浓度的孔板中各取 1 环分别点到平板的 10 个区域,37 ℃过夜培养,观察最低抑菌浓度。

(6)金银花水煎液与庆大霉素联合用药对绿脓杆菌生物膜 MIC( SMIC)的测定:将绿脓杆菌接种于胰酶大豆肉汤培养基中, 37 ℃ 过夜培养, 收集菌体, 用胰酶大豆肉汤培养基稀释, 调整菌液浓度为  $1\times 10^9$  cfu/mL. 将 100  $\mu$ L 该浓度的菌悬液接种于 96 孔板中, 37 ℃ 培养 48 h, 使绿脓杆菌完全黏附于平底 96 孔板基底表面, 形成绿脓杆菌生物膜的结构. 生物膜形成后, 弃去培养基及悬浮菌, 用 PBS 洗 3 次, 用无菌的胰酶大豆肉汤将庆大霉素按 2 倍连续稀释成 10 个浓度梯度:200、100、50、25、12. 5、6. 25、3. 125、1. 56、0. 78、0. 39  $\mu$ g/mL 加到各孔中, 并将与之相对应的 10 个浓度的金银花水煎液各 100  $\mu$ L 继续培养 48 h. 取 1 个中号平板画出 10 个区域, 用接种环在以上 10 个浓度的孔板中各取 1 环分别点到平板的 10 个区域, 37 ℃ 过夜培养, 观察最低抑菌浓度.

3 实验结果

(1)RP-HPLC 测定金银花中绿原酸的含量:对照品溶液工作曲线为: $y=380. 25x + 420. 65$ ,  $R^2 = 0. 997\ 8$ ;绿原酸标准品峰面积的  $RSD$  为 2. 02%;样品中绿原酸峰面积的  $RSD$  为 0. 28%. 由此结果可判断此受试金银花质量较高.

表 1 金银花、庆大霉素及两者联合用药对绿脓杆菌的 MIC、SMIC

|                        | MIC   | SMIC  |
|------------------------|-------|-------|
| 金银花/(mg/mL)            | 125   | 125   |
| 庆大霉素/( $\mu$ g/mL)     | 1. 56 | 25    |
| 金银花+庆大霉素/( $\mu$ g/mL) | /     | 1. 56 |

(2)金银花水煎液、庆大霉素以及两者按 1 : 1 联合用药对绿脓杆菌的 MIC 及 SMIC:结果如表 1 所示.

(3)96 孔板预先药物包被对铜绿假单胞菌生物膜的影响:与对照孔(未加药)相比较,当金银花水煎液浓度在 125 mg/mL 以下时,对铜绿假单胞菌生物膜的抑制作用无明显差异( $P>0. 05$ );当金银花水煎液浓度达到 125 mg/mL 以上时,96 孔板药物包被对铜绿假单胞菌生物膜形成的抑制作用有显著性( $P<0. 05$ ).

由表 1 可见,金银花水煎液对绿脓杆菌生物膜有明显的抑制作用,并与庆大霉素也有明显的协同作用,具体效果如图 1~图 3 所示(SEM,  $\times 400$ ).

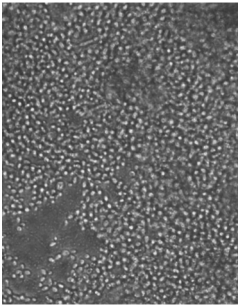


图 1 *P. a* 在培养基中培养 48 h 形成的生物膜

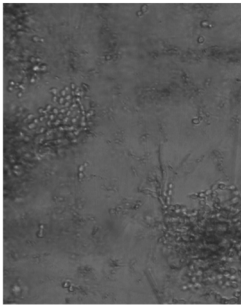


图 2 *P. a* 在 62. 5 mg/mL 金银花水煎液中培养 48 h

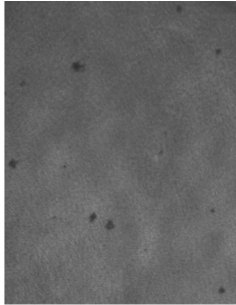


图 3 *P. a* 在金银花水煎液与庆大霉素中培养 48 h

4 结束语

绿脓杆菌为天然耐药菌,对多种抗生素具有耐药性,主要原因是 BF 的形成成为临床治疗带来了一定困难. 目前临床多用三代头孢类治疗绿脓杆菌感染,其价格昂贵,副作用大<sup>[7]</sup>. 某些清热解毒类中药具有广谱抗菌作用,且药源广泛,价格低廉,具有开发潜能. 中药金银花具有广谱抗菌作用,可抑制绿脓杆菌、大肠杆菌、痢疾杆菌、葡萄球菌、链球菌、肺炎球菌的生长繁殖. 从本实验的结果可以看出金银花水煎液对绿脓杆菌有较强的抑菌作用,并对绿脓杆菌生物膜也有同样的抑制作用,这为临床解决绿脓杆菌耐药性提供一些线索,并为开发大量中药类抗菌药提供了依据. 但本实验是体外实验,对于在临床方面的实用价值还需做更进一步的研究. 另外,金银花水煎液在制备、储存、携带及口感方面都存在许多不足之处有待解决.



通过实验还验证了金银花水煎液与庆大霉素具有明显的协同作用,这又对临床上通过联合用药治疗细菌性感染疾病有着或多或少的帮助。中西医结合能在提高抑菌效果和解除耐药性方面达到双重功效,还能降低药物的副作用,所以我们应寻找更多的抗生物膜的中草药来协同抗菌效果显著的抗生素类药物,甚至找到抗菌效果更好的中药。另外在寻求中西医结合制剂方面也可以做进一步的研究,如研究一些更好的剂型及给药途径等。

### 参考文献

- [1] 冯星火,赵广福,崔连东,等.铜绿假单胞菌生物被膜对抗菌药物作用影响的实验研究[J].微生物学报,2000,40(2):210-213.
- [2] 徐志豪,王选铤,刘富光,等.红霉素、磷霉素对铜绿假单胞菌生物被膜体外作用的研究[J].中华结核呼吸杂志,2001,24(6):342-344.
- [3] M Henriques, J Azeredo, R Oliveira. Candida albicans and Candida dubliniensis: comparison of biofilm formation in terms of biomass and activity[J]. British Journal of Biomedical Science, 2006, 63(1):5-11.
- [4] 汪长中,程惠娟,官妍,等.黄连解毒汤对体外白念珠菌生物膜形成的影响[J].热带病与寄生虫学,2007,5(2):82-84.
- [5] 王川平,殷立新,樊德厚.绿脓杆菌感染的抗菌药物治疗[J].临床荟萃,2005,20(21):1253.
- [6] 陈一强,覃雪军,朱莲娜,等.金银花水煎液及联合头孢他啶对铜绿假单胞菌生物膜的体外影响[J].中华微生物学和免疫学杂志,2004,24(9):738-742.
- [7] Stefano P Bachmann, Kacy VandeWalle, Gordon Ramage, et al. In vitro activity of caspofungin against candida albicans biofilms[J]. antimicrob agents, 2002, 46:3591-3596.

## EFFECT OF ANTI-*PSEUDOMONAS AERUGINOSA* BIOFILM BY COMBINING CHINESE AND WESTERN MEDICINE

YUAN Xiu-li<sup>1</sup>, LV Jia-li<sup>1</sup>, SONG Juan-na<sup>1</sup>, CHENG Hui-juan<sup>2</sup>

(1. School of Life Science and Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China; 2. Microbiology Teaching and Research Office Of Anhui University of Traditional Chinese Medicine, Hefei 230031, China)

**Abstract:** To observe the effect of anti-*Pseudomonas aeruginosa* biofilm by honeysuckle decoction and the role of the synergies with gentamicin. By test-tube dilution, the minimum inhibitory concentration (MIC) of honeysuckle decoction and gentamicin against *Pseudomonas aeruginosa* have been determined. The *Pseudomonas aeruginosa* biofilm has been obtained in vitro by MTT method and the role of anti-*Pseudomonas aeruginosa* biofilm with different MIC concentrations of honeysuckle decoction and gentamicin have been tested. The MIC of honeysuckle decoction against *Pseudomonas aeruginosa* is 125 mg · mL<sup>-1</sup> and the SMIC is also 125 mg · mL<sup>-1</sup>. To gentamicin, the MIC is 1.56 μg · mL<sup>-1</sup> and the SMIC is 25 μg · mL<sup>-1</sup>. The SMIC of honeysuckle decoction with gentamicin is 1.56 μg · mL<sup>-1</sup>. From those result we can see honeysuckle decoction can inhibit the adhesion of *P. a* to solid surface and the forming ability of BF. Moreover, damage the BF produced by *P. a* and enhance the scavenging of BF by gentamicin.

**Key words:** honeysuckle; gentamicin; biofilm; *Pseudomonas aeruginosa*

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0070-05

# 响应面法优化虎杖中白藜芦醇提取工艺的研究

刘树兴, 王轶钦

(陕西科技大学生命科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘要:**采用响应曲面法并通过单因素试验优化了由纤维素酶酶解提取虎杖中白藜芦醇的条件, 所得的最佳工艺为酶用量 2 mg/g 虎杖粉末、温度 52.5 °C、pH 值 4.5、酶解时间 110 min. 该条件下每毫升提取液中白藜芦醇的浓度达到了 1.489 mg/mL, 与模型预测值基本相符.

**关键词:**虎杖; 白藜芦醇; 纤维素酶; 响应曲面法

**中图分类号:**R284.2

**文献标识码:**A

## 0 引言

虎杖是我国的传统中药, 其中含有较多的白藜芦醇<sup>[1]</sup>. 白藜芦醇具有多种生物学活性及药理作用. 人们已经发现它具有抗癌、抗菌、抗氧化、预防心脏病、降血脂和抗诱变等作用, 特别是具有很强的抗肿瘤活性及对心血管疾病的显著疗效, 已经成为食品及医药行业研究的热点<sup>[2]</sup>. 由于大部分中药材的有效成分都被包裹在植物细胞壁内, 因此用一般的有机溶剂提取难以破坏细胞壁, 提取率较低. 研究表明, 酶解作用可以使细胞壁疏松、破裂, 从而减小传质阻力, 加速有效成分的释放, 进而提高提取率, 提高原料的利用价值, 成为天然产物提取的新兴技术<sup>[3]</sup>.

基于上述分析, 本文系统探索了对虎杖原料进行酶解并使用甲醇做提取剂提取白藜芦醇的工艺条件, 通过单因素实验考察了酶解温度、pH、酶用量、酶解时间对白藜芦醇提取率的影响, 以期探索出虎杖酶解较佳的工艺条件.

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

#### 1.1.1 原料及主要试剂

虎杖(西安市中药材市场)、纤维素酶(活力单位 30 000 U/g), 西安舟鼎生物技术有限责任公司; 白藜芦醇标准品(纯度>98%), 成都曼思特生物科技有限公司; 甲醇(分析纯).

#### 1.1.2 主要仪器及设备

电子天平 JA5003、PHS-3C 型精密 pH 计、755B 型紫外-可见分光光度计、恒温水浴锅、循环水多用真空泵、移液枪、LG10-2.4A 离心机.

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 工艺流程

虎杖→粉碎→水浸(少量)→酶解(纤维素酶)→甲醇提取→抽滤→离心→上清液.

#### 1.2.2 提取方法

\* 收稿日期:2009-12-10

作者简介:刘树兴(1962—), 男, 河南省新乡市人, 教授, 硕士生导师, 研究方向:食品加工与食品添加剂

称取一定量的虎杖粉末,加入适量水、纤维素酶,在不同 pH、不同温度下酶解一定的时间. 酶解后加入定量的甲醇,恒温加热提取一定时间,减压抽滤后离心. 用紫外分光光度计分别测定萃取液的吸光度值,由有效成分的标准曲线分别计算质量浓度,进而得出有效成分的得率.

1.2.3 分析方法

(1) 定性分析

试验用薄层色谱法进行定性分析,薄层板为 20 cm ×10 cm 的硅胶板,展开剂为甲苯:乙酸乙酯:乙酸(15:3:1),并用三氯化铁-铁氰化钾溶液显色,与标准品的比移值进行对照分析.

(2) 定量分析

定量分析采用紫外分光光度法,根据比尔定律( $A = \epsilon \times b \times c$ ),当摩尔吸收系数  $\epsilon$  与比色杯厚度  $b$  不变时,提取物的吸光度值  $A$  与提取物浓度  $c$  成正比,用紫外可见分光光度计在有效成分的最大吸收波长处测定吸光度值,则吸光度值与提取量成正比. 试验规定每次试验取相同体积的虎杖提取物,因此可采用紫外-可见分光光度计法对虎杖提取物进行定量分析<sup>[4]</sup>. 白藜芦醇在 306 nm 处有最大吸收. 试验中提取液用有机溶剂萃取分离后,由标准曲线计算出白藜芦醇的质量浓度,从而计算出得率.

2 试验结果与讨论

2.1 绘制白藜芦醇的标准曲线并计算曲线方程

精密称取白藜芦醇标准品 5 mg,置于 50 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并定容至刻度,摇匀,得每毫升含白藜芦醇 0.10 mg 的对照品储备液,备用. 精密吸取标准品储备液 0.15、0.25、0.55、0.75、1.0、1.25、1.50、1.75、2.0、2.25、2.50 和 3.0 mL 分别置于 25 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,配成浓度为 0.6、1.4、2.2、3.4、5.6、7.8、9.10、12  $\mu\text{g/mL}$  的白藜芦醇对照品溶液,分别测定其在 306 nm 波长下的吸光值,以吸光度值为横坐标,浓度为纵坐标作标准曲线图(图 1),并求得曲线方程.

2.2 单因素试验及分析

2.2.1 纤维素酶用量的确定

在 5 g 虎杖粉末、50 mL 水、反应温度 50  $^{\circ}\text{C}$ 、时间 90 min、pH 为 5 的条件下,分别采用酶用量为 2、5、8、11、14、17、20 mg 进行反应,结果见图 2.

从图 2 可以看出,酶用量增大,反应速度加快,一定酶解时间内白藜芦醇的浓度明显提高;酶用量在 10 mg 左右时酶浓度和底物浓度基本达到平衡;继续增加酶用量,白藜芦醇的浓度反而下降. 这是由于一定量的原料与酶分子结合的数量是有限的,当酶浓度较低

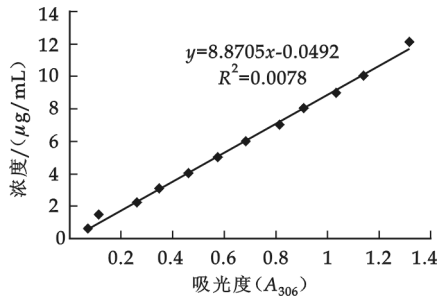


图 1 白藜芦醇的标准曲线

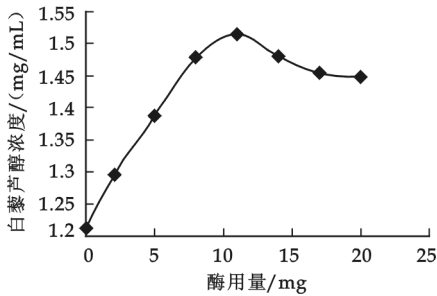


图 2 酶用量对白藜芦醇浓度的影响

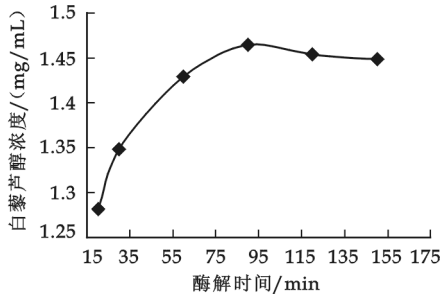


图 3 酶解时间对白藜芦醇浓度的影响

时,酶分子与底物可以充分结合;酶浓度若太高,则过量的纤维素酶不利于分子定向运动,酶活性反而降低. 所以,对一定的底物浓度存在一个最佳的酶用量,并非酶添加量越大酶解效果越好. 根据曲线选择 5 g 原料加入 10 mg 纤维素酶,即酶用量为 2 mg/g 虎杖为宜.

2.2.2 酶解时间的确定

酶解时间分别采用 20、30、60、90、120、150 min,在料液比 1 : 10、pH 为 5、温度 50 ℃、酶用量为 2 mg/g 虎杖 的条件下进行反应,结果见图 3.

从图 3 可以看出,在反应 90 min 内白藜芦醇浓度随酶解时间的增加而增加,且在 90 min 内反应速度很快,而 90 min 后基本稳定. 反应开始时,底物浓度大,纤维素酶可快速水解  $\beta$ -D-葡萄糖苷键;随着反应的进行,底物中  $\beta$ -D-葡萄糖苷键的数量快速减少,因而 90 min 后产物的浓度增加速度减缓. 由于酶解时间过长时酶与原料已经充分结合,再延长时间也不会有效果,反而会增加能耗,所以确定酶解时间为 90 min.

2. 2. 3 酶解 pH 值的确定

酶解 pH 值分别为 2、3、4、5、6、7,在料液比 1 : 10、时间 90 min、温度 50 ℃、酶用量 2 mg/g 虎杖的 条件下进行反应,结果见图 4.

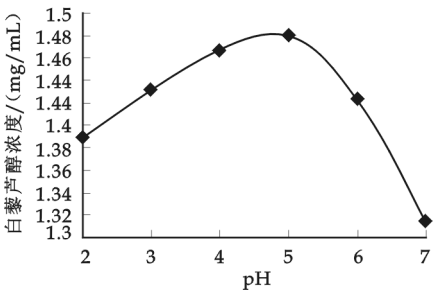


图 4 pH 值对白藜芦醇浓度的影响

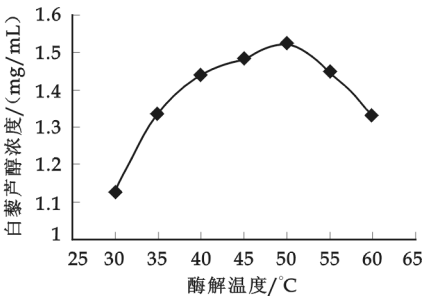


图 5 酶解温度对白藜芦醇浓度的影响

图 4 显示,pH 值低于 5 时白藜芦醇浓度随 pH 值的上升而增加;pH 超过 5 后,白藜芦醇浓度随 pH 值的增加而减小,由此说明该纤维素酶的酶活在 pH 为 5 时最高.

2. 2. 4 酶解温度的确定

分别采用酶解温度为 30、35、40、45、50、55 ℃,在料液比 1 : 10、酶解时间 90 min、pH 为 5、酶用量 2 mg/g 虎杖 的条件下进行酶解反应,结果见图 5.

从图 5 可以看出,温度升高,酶活性明显提高,酶解速度加快,白藜芦醇的浓度显著提高;当温度达到 50 ℃时,白藜芦醇的浓度达到最高;温度超过 50 ℃后,纤维素酶活性受到抑制. 因此,确定选用酶解温度为 50 ℃.

表 1 试验因素水平编码

| 因素     | 编码    | —1 | 0  | 1   |
|--------|-------|----|----|-----|
| 时间/min | $X_1$ | 60 | 90 | 120 |
| 温度/℃   | $X_2$ | 45 | 50 | 55  |
| pH     | $X_3$ | 4  | 5  | 6   |
| 酶用量/mg | $X_4$ | 6  | 10 | 14  |

2. 3 响应曲面法试验设计及数值分析结果

在单因素试验的基础上进行响应曲面设计<sup>[5]</sup>,利用 SAS 软件,采用中心组合试验 Box-Behnken 设计方案<sup>[6,7]</sup>,以反应时间、温度、pH 及酶用量为影响因素,对酶解法提取白藜芦醇的工艺条件进行优化. 试验因素水平编码见表 1. 以每毫升提取液中白藜芦醇的浓度为响应值(Y),设计了 4 因素 3 水平的响应面分析试验. 共有 27 个试验点,其中 24 个为析因子,3 个为零点. 零点试验进行 3 次,以估计误差,试验方案及结果见表 2.

表 2 Box-Behnken 试验设计与结果

| 试验号 | 因 素    |       |       |        | 白藜芦醇          |            |
|-----|--------|-------|-------|--------|---------------|------------|
|     | 时间/min | 温度/℃  | pH    | 酶用量/mg | 吸光值           | 浓度/(mg/mL) |
|     | $X_1$  | $X_2$ | $X_3$ | $X_4$  | ( $A_{306}$ ) | Y          |
| 1   | —1     | —1    | 0     | 0      | 0.577         | 1.267      |
| 2   | —1     | 1     | 0     | 0      | 0.613         | 1.347      |
| 3   | 1      | —1    | 0     | 0      | 0.598         | 1.314      |
| 4   | 1      | 1     | 0     | 0      | 0.660         | 1.451      |
| 5   | 0      | 0     | —1    | —1     | 0.622         | 1.367      |

续表 2

| 试验号 | 因 素    |       |       |        | 白藜芦醇          |            |
|-----|--------|-------|-------|--------|---------------|------------|
|     | 时间/min | 温度/℃  | pH    | 酶用量/mg | 吸光值           | 浓度/(mg/mL) |
|     | $X_1$  | $X_2$ | $X_3$ | $X_4$  | ( $A_{306}$ ) | Y          |
| 6   | 0      | 0     | −1    | 1      | 0.628         | 1.380      |
| 7   | 0      | 0     | 1     | −1     | 0.573         | 1.258      |
| 8   | 0      | 0     | 1     | 1      | 0.601         | 1.320      |
| 9   | −1     | 0     | 0     | −1     | 0.609         | 1.338      |
| 10  | −1     | 0     | 0     | 1      | 0.625         | 1.374      |
| 11  | 1      | 0     | 0     | −1     | 0.621         | 1.365      |
| 12  | 1      | 0     | 0     | 1      | 0.628         | 1.380      |
| 13  | 0      | −1    | −1    | 0      | 0.554         | 1.216      |
| 14  | 0      | −1    | 1     | 0      | 0.520         | 1.141      |
| 15  | 0      | 1     | −1    | 0      | 0.673         | 1.480      |
| 16  | 0      | 1     | 1     | 0      | 0.626         | 1.376      |
| 17  | −1     | 0     | −1    | 0      | 0.632         | 1.389      |
| 18  | −1     | 0     | 1     | 0      | 0.590         | 1.296      |
| 19  | 1      | 0     | −1    | 0      | 0.658         | 1.447      |
| 20  | 1      | 0     | 1     | 0      | 0.602         | 1.323      |
| 21  | 0      | −1    | 0     | −1     | 0.522         | 1.145      |
| 22  | 0      | −1    | 0     | 1      | 0.563         | 1.236      |
| 23  | 0      | 1     | 0     | −1     | 0.631         | 1.387      |
| 24  | 0      | 1     | 0     | 1      | 0.635         | 1.396      |
| 25  | 0      | 0     | 0     | 0      | 0.647         | 1.423      |
| 26  | 0      | 0     | 0     | 0      | 0.651         | 1.431      |
| 27  | 0      | 0     | 0     | 0      | 0.655         | 1.440      |

运用 SAS 程序对响应值进行回归分析,经回归拟合后,各因子与响应值的回归方程为:  $Y = 1.431\ 333 + 0.022\ 4X_1 + 0.093\ 2X_2 - 0.047\ 1X_3 + 0.018\ 8X_4 - 0.012\ 3X_1^2 + 0.014\ 3X_1X_2 - 0.007\ 8X_1X_3 - 0.005\ 3X_1X_4 - 0.079\ 2X_2^2 - 0.007\ 3X_2X_3 - 0.020\ 5X_2X_4 - 0.049\ 6X_3^2 + 0.012\ 3X_3X_4 - 0.055\ 5X_4^2$ ,模型的可信度分析及方差分析见表 3、表 4。

表 3 模型的可信度分析的统计检验结果

| Predictive Model      |           |
|-----------------------|-----------|
| Mean (均值)             | 1.343 963 |
| R-square (复相关系数的平方)   | 93.45%    |
| Adj. R-square (复相关系数) | 85.81%    |
| RMSE (模型误差的平方根)       | 0.033 21  |
| CV (变异系数)             | 2.471 057 |

表 4 方差分析表

| 方差来源        | 平方和       | 自由度 | 均方        | F 值       | $Pr > F$  |
|-------------|-----------|-----|-----------|-----------|-----------|
| 模型          | 0.188 858 | 14  | 0.013 49  | 12.231 16 | 0.000 1   |
| $X_1$       | 0.006 03  | 1   | 0.006 03  | 5.467 431 | 0.037 504 |
| $X_2$       | 0.104 16  | 1   | 0.104 16  | 94.441 4  | 0.000 1   |
| $X_3$       | 0.026 602 | 1   | 0.026 602 | 24.119 91 | 0.000 359 |
| $X_4$       | 0.004 256 | 1   | 0.004 256 | 3.859 186 | 0.073 059 |
| $X_1 * X_1$ | 0.000 811 | 1   | 0.000 811 | 0.735 563 | 0.407 889 |
| $X_1 * X_2$ | 0.000 812 | 1   | 0.000 812 | 0.736 461 | 0.407 611 |
| $X_1 * X_3$ | 0.000 24  | 1   | 0.000 24  | 0.217 833 | 0.649 056 |
| $X_1 * X_4$ | 0.000 11  | 1   | 0.000 11  | 0.099 963 | 0.757 306 |
| $X_2 * X_2$ | 0.033 461 | 1   | 0.033 461 | 30.338 95 | 0.000 135 |
| $X_2 * X_3$ | 0.000 21  | 1   | 0.000 21  | 0.190 632 | 0.670 144 |
| $X_2 * X_4$ | 0.001 681 | 1   | 0.001 681 | 1.524 15  | 0.240 622 |
| $X_3 * X_3$ | 0.013 112 | 1   | 0.013 112 | 11.888 59 | 0.004 823 |
| $X_3 * X_4$ | 0.000 6   | 1   | 0.000 6   | 0.544 242 | 0.474 859 |
| $X_4 * X_4$ | 0.016 403 | 1   | 0.016 403 | 14.872 79 | 0.002 283 |
| 失拟项         | 0.013 09  | 10  | 0.001 309 | 18.097 12 | 0.053 472 |
| 净误差         | 0.000 145 | 2   | 0.000 072 |           |           |
| 总计          | 0.202 093 | 26  |           |           |           |

由方差分析结果(表 4)可知,上述回归方程描述了各因子与响应值之间线性关系的显著性.由 F 值

检验来判定, 概率  $P$  值越小, 则其相应变量的显著性越高. 提取温度、提取时间、pH 对白藜芦醇提取效果的影响均显著, 而酶用量对提取效果的影响不显著. 提取时间、pH 以及酶用量的二次项显著, 说明这些具体试验因素对响应值的影响不是简单的线性关系, 而是二次抛物线的关系. 并且各个因素之间的交互作用均不显著, 说明因素相互之间在试验中基本上没有什么影响. 回归方程也是高度显著的, 复相关系数的平方为 93.45%, 说明响应值的变化有 93.45% 来源于所选变量, 可以用此模型对白藜芦醇的提取效果进行分析. 失拟项  $F$  值为 18.097, 表明失拟项相对于绝对误差并不显著, 而不显著的失拟项才是可取的, 说明该回归方程对试验拟合情况较好.

最佳工艺的验证: 通过 SAS 软件分析, 得到的最佳工艺为: 提取时间 110 min, 温度 52.5 °C, pH 为 4.5, 酶用量 2 mg/g 虎杖, 在此条件下, 提取液中白藜芦醇浓度的理论值可达到 1.492 mg/mL. 为了验证其可靠性, 根据实际情况, 采用最优条件对白藜芦醇的提取进行验证, 为此进行了 3 组重复实验, 白藜芦醇浓度分别为 1.487、1.489、1.491 mg/mL, 平均值为 1.489 mg/mL.

### 3 结论

虎杖中白藜芦醇的最佳提取条件为提取温度 52.5 °C、浸提时间 110 min、提取 pH 为 4.5、纤维素酶用量为 2 mg/g 虎杖. 实际测得的白藜芦醇提取液浓度为 1.489 mg/mL, 与理论预测值的相对误差较小. 为此, 采用响应曲面法优化得到的提取条件参数准确、可靠, 具有实用价值.

### 参考文献

- [1] 王 磊, 黄 澜. 虎杖商品药材中白藜芦醇苷的含量测定[J]. 中国中药杂志, 2002, 27(5): 344-347.
- [2] 刘树兴, 程丽英. 大孔吸附树脂法分离纯化白藜芦醇的研究[J]. 食品科学, 2005, 26(9): 265-269.
- [3] 李梦青, 聂 媛. 酶解法提取虎杖中白藜芦醇、白藜芦醇苷、大黄素[J]. 精细化工, 2008, 5(25): 467-470.
- [4] 魏 萌, 王水兴, 陆 豫. 虎杖中的白藜芦醇分离、提取及 HPLC 检测的研究[J]. 工艺技术, 2006, 4(8): 118-122.
- [5] 盖钧镒. 试验统计方法[M]. 北京: 中国农业出版社, 2004: 295-297.
- [6] 黄 璞, 谢明勇, 聂少平, 等. 响应曲面法优化微波辅助提取黑灵芝孢子多糖工艺的研究[J]. 食品科学, 2007, (10): 200-203.
- [7] 张寒俊, 刘大川, 李永明. 响应面分析法在菜籽浓缩蛋白制备工艺中的应用[J]. 中国油脂, 2004, 29(8): 41-44.

## OPTIMIZATION OF EXTRACTION TECHNIQUE OF RESVERATROL FROM *POLYGONUM CUSPIDATUM* SIEB. ET ZUCC. VIA RESPONSE SURFACE METHODOLOGY

LIU Shu-xing, WANG Yi-qin

(School of Life Science and Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** The technology of enzymatic extraction of resveratrol from *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc. was optimized by mono-factor test and response surface methodology. The results showed that the optimum conditions are as follows: enzyme amount 2 mg/g *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc., temperature 52.5 °C, pH 4.5 and enzymatic hydrolysis time 110 min. Under these conditions, the purity of resveratrol reaches 1.489 mg/mL, which was in consistency with the theoretic value.

**Key words:** *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc.; resveratrol; cellulose; response surface methodology

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0075-04

# 红薯中含糖量测定方法的研究

杨军胜, 刘晓桓

(轻化工助剂化学与技术省部共建教育部重点实验室, 陕西科技大学化学与化工学院, 陕西 西安 710021)

**摘要:**研究了红薯中含糖量的测定方法,对其影响因素进行了实验分析,将该法测定结果与采用传统测定糖的方法的结果相比较,发现测定误差在分析所要求的范围内,证明本文提出的方法简洁、方便、可行,准确性较高,可作为物质中多糖含量的测定方法。

**关键词:**红薯; 多糖; 测定方法; 影响因素

**中图法分类号:**O655      **文献标识码:**A

## 0 引言

红薯,又称甘薯、蕃薯等,为旋花科一年生植物。红薯含有丰富的糖、蛋白质、纤维素和多种维生素,其中 $\beta$ -胡萝卜素、维生素E和维生素C尤多。红薯营养价值很高,是世界卫生组织评选出来的“十大最佳蔬菜”中的冠军<sup>[1]</sup>。由红薯中提取的糖为“多糖”,“多糖”物质属碳水化合物家族,是非还原性的糖类。从物质结构上来看,红薯中的多糖不含有单糖与低聚糖(双糖),即还原性的葡萄糖、果糖及非还原性的蔗糖、麦芽糖、乳糖等。狭义上指的多糖即高聚糖<sup>[2]</sup>,广泛存在于生物体中。作为营养物质或结构物质,多糖在性质上与单糖、低聚糖不同,一般不溶于水,有的即使能溶于水,也只是形成胶体溶液,无甜味,一般不能形成结晶,但是在酶或酸的作用下可以发生不同程度的水解而成为单糖,再用费林氏法测定出含量。国家标准中没有给出专门的测定多糖的方法<sup>[3]</sup>,通常只是采用传统测定糖的方法进行测定。本文根据多糖的上述特性,通过加盐酸量与水解时间的不同进行多次实验,最终确定了多糖的测定方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 样品

(1)样品:陕西咸阳产秦薯5号优质红薯。

(2)主要化学试剂:费林试剂(甲液、乙液);浓盐酸:市售, $n=12\text{ mol/L}$ ;氢氧化钠;3,5-二硝基水杨酸试剂(甲液、乙液):将甲乙两液混合,贮于棕色瓶中7~10天后使用;葡萄糖(AR);酒石酸甲钠(AR);所有试剂均为分析纯。

(3)仪器:pHD-3C酸度计,上海大普仪器有限公司;Spectrumlab22pc可见分光光度计。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 水解

称取样品0.3 g(准确至0.000 1 g)放入250 mL三角瓶中,加水50 mL溶解,加浓盐酸25 mL,装上回流装置,在沸水浴中水解2 h,取出,用水冷却至室温。加30%的氢氧化钠中和至中性,用水稀释至250 mL容量瓶中备用。

\* 收稿日期:2009-11-05  
作者简介:杨军胜(1973—),男,陕西省白水县人,工程师,研究方向:化学分析与检测



1.2.2 滴定

在 200 mL 三角瓶中加入费林试剂甲、乙液各 5 mL,水 20 mL,煮沸,用样品水解液进行滴定,记录消耗水解液的毫升数(V).

1.2.3 计算

红薯多糖量 X%(以葡萄糖计)=  $f/(m/V \times 250) \times 1\,000$

式中: $f$  为 10 mL 费林氏溶液相当于葡萄糖的量, $V$  为样品消耗量(mL), $m$  为样品称取量, $X\%$  为红薯多糖质量分数.

表 1 样品多糖含量

|             |       |       |       |       |       |       |       |       |
|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 样品号         | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     |
| 多糖含量/(%)(X) | 1.701 | 2.303 | 2.632 | 2.513 | 1.919 | 1.369 | 1.941 | 1.749 |
| 样品号         | 9     | 10    | 11    | 12    | 13    | 14    | 15    | 16    |
| 多糖含量/(%)(X) | 2.494 | 2.313 | 2.063 | 4.424 | 3.716 | 2.429 | 2.437 | 3.766 |

注: $X\%$  为质量分数;红薯中多糖<sup>[4]</sup>  $X\%=(X_1+X_2+X_3+X_4+X_5+X_6+X_7+X_8+\cdots+X_n)/N$ ;样品多糖  $X\%=2.486\%$ .

表 2 标准糖的试验

|           |     |     |     |     |     |     |     |     |     |
|-----------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 试管号       | 0   | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   | 6   | 7   | 8   |
| 葡萄糖标准液/mL | 0   | 0.2 | 0.4 | 0.6 | 0.8 | 1.0 | 1.2 | 1.4 | 1.6 |
| 蒸馏水/mL    | 2.0 | 1.8 | 1.6 | 1.4 | 1.2 | 1.0 | 0.8 | 0.6 | 0.4 |
| 水杨酸试剂/mL  | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 |

表 3 标准糖的吸光度测定结果

|        |   |       |       |       |       |       |       |       |
|--------|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 试管号    | 0 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |
| 吸光度(A) | 0 | 0.065 | 0.118 | 0.240 | 0.354 | 0.500 | 0.627 | 0.697 |

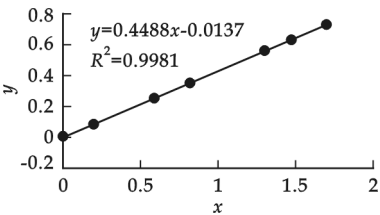


图 1 吸光度与多糖量的标准曲线

min,冷水降温到室温,加蒸馏水 25 mL,在 520 nm 处测定吸光度(A).如表 3 所示.

根据吸光度 A 和含糖量的关系绘制出的标准曲线如图 1 所示: $Y=0.418X-0.031$ .

2.1.3 根据标准曲线测定样品的多糖量

测定样品的吸光度,结果如表 4 所示.

表 4 样品的吸光度测定结果

|        |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 样品号    | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 11    | 12    | 13    | 14    | 15    | 16    |
| 样品/mL  | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   |
| 蒸馏水/mL | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   | 1.0   |
| 水杨酸/mL | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   | 1.5   |
| 吸光度(A) | 0.304 | 0.300 | 0.366 | 0.415 | 0.397 | 0.266 | 0.210 | 0.302 | 0.272 | 0.394 | 0.370 | 0.325 | 0.737 | 0.600 | 0.392 | 0.385 |

根据样品的吸光度,从图 1 的标准曲线查得样品的多糖含量如表 5 所示.

样品多糖量 X%计算公式同上,所以样品多糖  $X\%=2.341\%$ .

表 5 样品多糖量表

|        |         |         |       |       |         |       |         |         |
|--------|---------|---------|-------|-------|---------|-------|---------|---------|
| 样品号    | 1       | 2       | 3     | 4     | 4       | 6     | 7       | 8       |
| 多糖含量/% | 1.937 6 | 2.312 6 | 2.624 | 2.502 | 1.687 6 | 1.375 | 1.937 6 | 1.750 2 |
| 样品号    | 9       | 10      | 11    | 12    | 13      | 14    | 15      | 16      |
| 多糖含量/% | 2.501   | 2.313   | 2.063 | 4.562 | 3.752   | 2.438 | 2.438   | 3.751   |

验方法测定的多糖量进行比较,两者的误差为:

2 结果与讨论

2.1 样品结果分析

2.1.1 采用本实验方法测定样品含糖量

对不同产地红薯中多糖量多次采用本实验方法进行测定,根据其消耗体积计算含糖量,结果如表 1 所示,证明此方法是可行的.

2.1.2 糖的标准曲线

标准称取 100 mg AR 级葡萄糖加水溶解,定容至 100 mL 的容量瓶,按表 2 进行实验.

各试管在沸水浴中放置 5

2.1.4 实验方法与传统方法的比较<sup>[4]</sup>

以糖的标准曲线为准,通过测定吸光度,从标准曲线查得多糖量并和用本文所述实

绝对误差 = 测定平均值 - 真实值 = 2.486% - 2.341% = 0.145%

相对误差 = (绝对误差 / 真实值) \* 100% = (0.145% / 2.341%) \* 100% = 0.061 96%

两种方法测定结果的误差在分析所要求的范围之内,说明本方法准确度高,是可行的.

2.2 实验结果讨论

2.2.1 反应滴定温度对红薯多糖量的影响

通过对不同温度反应液多糖量的测定可以看出,随着反应温度的升高,红薯中多糖含量增加;相反,随着温度的下降,红薯中多糖含量减少(如图 6 所示).但是反应温度是和溶液的碱度、溶解度等因素相互影响、相互制约的.

从图 2 可以看出:反应滴定温度为 60 ℃ 比较适宜,它基本上和溶液的碱度、溶解度要求相一致.

2.2.2 反应液碱度对红薯多糖量的影响

用 pH D-3C 型精密酸度计测溶液的碱度.在温度为 60 ℃,溶解度为 79.05%~82.47%时,测定不同碱度情况下红薯的含糖量.不同的碱度对红薯多糖量的影响如图 3 所示.

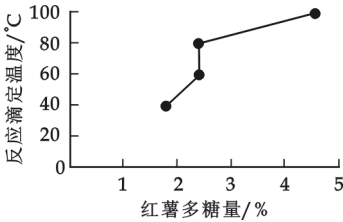


图 2 红薯的多糖量随反应滴定温度的变化曲线

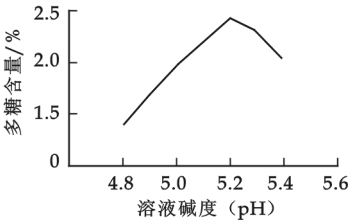


图 3 红薯的多糖量随溶液碱度的变化曲线

由图 3 可见:随着溶液碱度的升高,红薯多糖量增加,但碱度升高到一定程度后,随着碱度的升高,红薯多糖量下降,测定红薯多糖量适宜的碱度(pH)为 5.21~5.31.

2.2.3 红薯的溶解度对红薯多糖量的影响

在温度为 60 ℃,碱度为 5.21~5.31 时测定红薯的多糖含量,不同的溶解度对红薯提取物多糖的影响如图 4 所示.从图 4 可以看出:随着红薯溶解度的增大,红薯多糖含量增大,然而达到一定程度后红薯多糖量会随着溶解度增大而降低,所以最适宜的溶解度为 79.05%~82.47%.

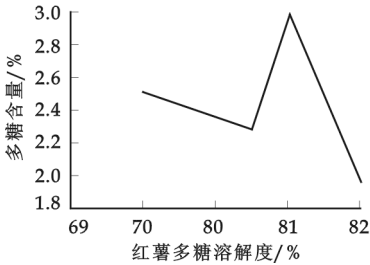


图 4 红薯的多糖量随溶解度变化曲线

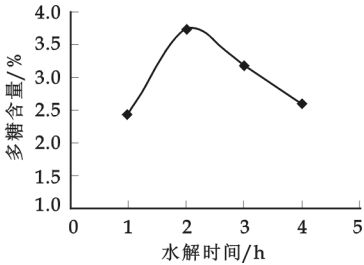


图 5 红薯的多糖量随水解时间的变化曲线

2.2.4 水解时间对红薯多糖量的影响

当其他条件不变时,红薯水解时间不同,其多糖含量也不同,结果如图 5 所示.

由图 5 可知,当水解时间低于 2 h 时,红薯的多糖含量随着水解时间的增加而增加;当水解时间到达 2 h,红薯的含糖量为最高值;当水解时间大于 2 h 时,红薯的含糖量随着时间的增加而降低.

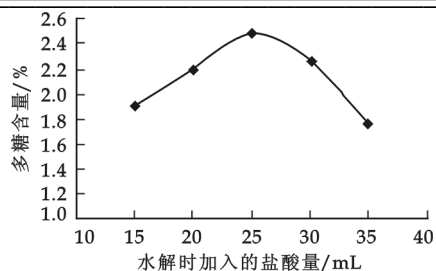


图 6 红薯的多糖量随加入的浓盐酸量的变化曲线

### 2.2.5 样品水解时加入的浓盐酸量对红薯多糖量的影响

由图 6 可知,随着水解时盐酸量的增加,红薯的含糖量也增加,但是当盐酸量增加到 25 mL 时,红薯的含糖量达到最大值,随后,红薯的含糖量会随着盐酸量增加而减少,所以水解时加入 25 mL 盐酸量最佳.

### 2.2.6 滴定速度对红薯多糖量的影响<sup>[5]</sup>

滴定速度过快,消耗样品量多,测定出的红薯多糖含量高.反之,消耗样品量少,测出的红薯多糖含量低.

### 2.2.7 煮沸时间对红薯多糖量的影响<sup>[5]</sup>

一般煮沸时间短,消耗样品多,测定出的红薯多糖含量高.反之,消耗样品量少,测定出的红薯多糖含量低.

## 3 结束语

通过对大量不同产地红薯多糖含量的测定,证明本文的测定方法是准确、可行的.该方法直观、简洁、可操作性好,可作为红薯提取物多糖含量的测定方法.红薯含糖量(多糖)测定方法的最适宜条件为:水解时间 2 h,水解时加入的盐酸量 25 mL,碱度(pH)5.21~5.31,溶解度 79.02%~82.47%,反应滴定温度 60 ℃.

## 参考文献

- [1] 李宏高,吴忠会,白文涛,等.红枣醋饮料工艺研究[J].食品科学,2006,26(10):645-648.
- [2] 尹玉英.有机化学[M].北京:高等教育出版社,2000.
- [3] 国家标准 GB/T5413.5-1997[S],1997.
- [4] 熊秀芳,李奠础.分析化学[M].北京:科学出版社,2006.
- [5] 刘 侠,米徐名.配方乳粉中碳水化合物测定方法的探讨[J].饮料工业,2007,10(1):34-36.

# EXPLORATION OF THE MEASUREMENT ON THE SUGARY QUANTITY IN THE SWEET POTATOES

YANG Jun-sheng, LIU Xiao-huan

(Laboratory of Auxiliary Chemistry & Technology for Chemical Industry, Ministry of Education, School of Chemistry & Chemical Engineering of Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** This paper mainly introduced a new measurement on sugary quantity in the sweet potatoes, then analyzed the effective factors and results. Comparing with the traditional measurement, the deviation was in the requiring range. Therefore the measurement was convenient, concise and feasible. It can be used as a measurement on amylose in materials.

**Key words:** sweet potatoes; amylose; measurement; influential factors

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0079-05

# 二阶循环谱切片图在机械故障诊断中的应用

杜小山<sup>1</sup>, 董洪波<sup>1</sup>, 梁春苗<sup>1</sup>, 李 兵<sup>2</sup>

(1. 煤炭科学研究总院西安研究院, 陕西 西安 710054; 2. 西安交通大学机械工程学院, 陕西 西安 710049)

**摘 要:**为利用二阶循环谱切片图对多种信号的信息特征进行分析,研究了二阶循环谱相关特性,揭示了循环频率和频率的内在关系,找出了利用二阶循环谱切片图对调制信息、独立频率信息及混频信息进行识别的规律.将该方法应用到某索道驱动机早期故障诊断分析中,结果表明,二阶循环谱切片图法能够识别信号的信息特征,提取微弱信息,进行早期故障诊断.

**关键词:**循环平稳;切片;混频信息;故障诊断;早期故障

**中图法分类号:**TH132;TP206      **文献标识码:**A

## 0 引言

在实际机械故障诊断中,所测得的振动信号一般具有复杂的信息特征,既可能是调制信息,又可能是独立频率信息.一般调制信息出现时,对应的故障特征比较明显,而独立故障特征频率出现时对应的故障特征一般较弱,通常反映的是机械早期的故障.本文利用循环谱切片图对这些信息特征进行了分析研究,找出了循环谱切片图识别这类信息的规律.

## 1 二阶循环统计量的谱相关特性

对于平稳的随机信号来说,自相关函数是非常重要的数字特征.它的 Fourier 变换——功率谱密度函数同样十分重要,因为功率谱密度在频率域内描述了信号二阶统计量的数字特征,它与自相关函数是一对傅立叶变换对.对于循环平稳信号,其循环自相关函数与循环谱密度函数也是一对傅立叶变换对.根据维纳-辛钦关系,循环谱密度(Cyclic Spectrum Density,简写 CSD)如式(1)所示<sup>[1]</sup>.

$$S_x^a(f) = \int_{-\infty}^{\infty} R_x^a(\tau) e^{-j2\pi f\tau} d\tau \tag{1}$$

取循环自相关函数的表达式为<sup>[2]</sup>:

$$R_x^a(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_{-T/2}^{T/2} x(t) x^*(t + \tau) e^{-j2\pi a\tau} dt \tag{2}$$

将(2)式代入(1)式得

$$\begin{aligned} S_x^a(f) &= E \left\{ \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} x(t) x^*(t + \tau) e^{-j2\pi a\tau} e^{-j2\pi f\tau} dt d\tau \right\} \\ &= E \left\{ \int_{-\infty}^{\infty} \left[ \int_{-\infty}^{\infty} x(t) x^*(t + \tau) e^{-j2\pi a\tau} dt \right] e^{-j2\pi f\tau} d\tau \right\} \end{aligned}$$

令  $t' = t + \tau$ ,则上式变为

$$S_x^a(f) = E \left\{ \int_{-\infty}^{\infty} \left[ \int_{-\infty}^{\infty} x(t) x^*(t') e^{-j2\pi a\tau} dt \right] e^{-j2\pi f(t'-t)} dt' \right\}$$

\* 收稿日期:2009-12-10  
作者简介:杜小山(1972—),男,陕西省眉县人,工程师,硕士,研究方向:煤矿井下坑道钻机的研制  
基金项目:国家自然科学基金资助项目(编号:50805114)

$$=E\left\{\int_{-\infty}^{\infty}\left[\int_{-\infty}^{\infty}x(t)e^{-j2\pi(\alpha-f)t}dt\right]\left[\int_{-\infty}^{\infty}x^*(t')e^{-j2\pi f't'}dt'\right]\right\}$$

$$=X(\alpha-f)X^*(f) \quad (3)$$

式中  $X(f)$  为信号  $x(t)$  的傅立叶变换,  $\alpha$  为循环频率. 循环频率  $\alpha$  并不是完全不同于经典的傅立叶谱分析中频率  $f$  的新一维的变换域, 它只是在循环平稳信号分析理论中谱相关形式上所增加的一个新的频率变量, 其实质  $f$  与  $\alpha$  一样, 从物理意义上讲, 都表示信号的频率.

式(3) 是循环谱密度函数频率域的表示形式, 在频率域内刻画了循环平稳信号的循环频率与频率之间的内在关系, 表现出循环谱密度函数具有谱相关特性. 这种独特的谱相关特性使信号的频率信息表现为循环频率和频率两种信息特征, 并且这两种信息特征既可在循环频率域内得到体现, 也可同时在频率域内得到相应体现, 使信息表现具有冗余特性, 是一般平稳信号谱所没有的. 根据二阶循环统计量的谱相关特性, 用循环谱切片图可将特定的循环平稳信号频率信息特征提取出来, 并且可以区分循环谱密度函数中的有用频率信息和混频信息, 循环谱密度函数的图形表示称为循环谱.

## 2 仿真信号的解调分析

### 2.1 多载波调幅信号的解调

设仿真信号为

$$x(t)=[1+\cos(2\pi f_0 t)]\cos(2\pi f_{c1} t)+[1+1.5\cos(2\pi f_0 t)]\cos(2\pi f_{c2} t)+n(t) \quad (4)$$

式(4)所示是多载波源的幅值调制仿真信号, 其中  $f_0=6$  Hz,  $f_{c1}=50$  Hz,  $f_{c2}=90$  Hz,  $n(t)$  为幅值 1.0 的平稳遍历白噪声.

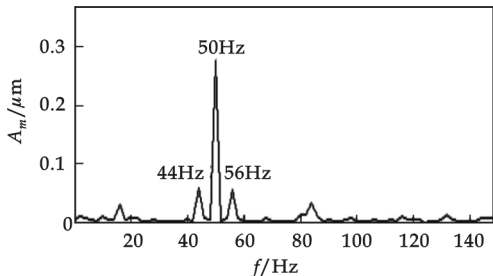


图 1 多载波幅值调制仿真信号  
循环谱切片 ( $\alpha=100$  Hz)

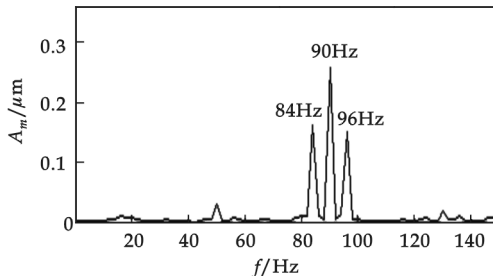


图 2 多载波幅值调制仿真信号  
循环谱切片 ( $\alpha=180$  Hz)

图 1 是该循环谱密度函数当  $\alpha=100$  Hz 时的切片图, 从图中可以看到在 50 Hz 中心频率两边有 6 Hz 的边频带, 图中 50 Hz 的频率信息是将频率  $f=50$  Hz 和循环频率  $\alpha=100$  Hz 同时带入谱相关公式(3) 的结果, 表示为  $S_x^{100}(50)=X(100-50)X^*(50)=X(50)X^*(50)$ , 正好是原始信号中载波频率频谱的平方, 所以在切片图中有谱峰存在. 切片图中的其它循环频率信息也都是原始信号频率信息两两相乘的结果, 符合式(3) 的计算结果. 由此可见, 正是由于循环谱相关特性, 使切片图中的循环频率和频率具有内在的对应关系, 而这种关系可以用来识别信号的信息特征. 图中 50 Hz 的中心频率为载波频率, 6 Hz 的边频带为调制频率. 又因为, 50 Hz 的中心谱峰比其边频带的谱峰高, 且只有一个边频带, 图中中心循环频率和频率具有 2 倍的对应关系, 因此可以确定这是幅值调制类型<sup>[3]</sup>. 同理, 图 2 的中心频率 90 Hz 为载波频率, 6 Hz 的边频带为调制频率.

图 3 是当循环频率  $\alpha=140$  Hz 时的切片图, 循环频率与切片图中的中心频率既不是 2 倍的对应关系, 也不相等. 循环频率 140 Hz 是循环相关解调产生的混频成分, 对应了两个载波频率 50 Hz 和 90 Hz 之和. 可见, 利用切片图可以很容易地识别出混频信息, 这是循环相关切片图法的另一个独到的优点.

### 2.2 独立频率相加信号的循环相关分析

设仿真信号为

$$1 + \cos(2\pi f_{01}t) + \cos(2\pi f_{02}t) + \cos(2\pi f_{03}t) + n(t) \tag{5}$$

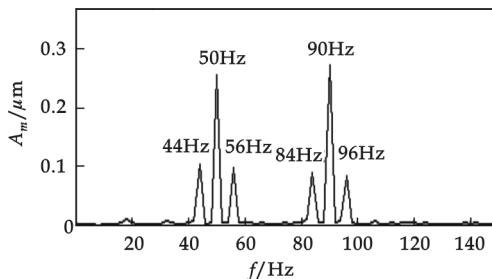


图 3 多载波幅值调制仿真信号循环谱切片( $\alpha=140$  Hz)

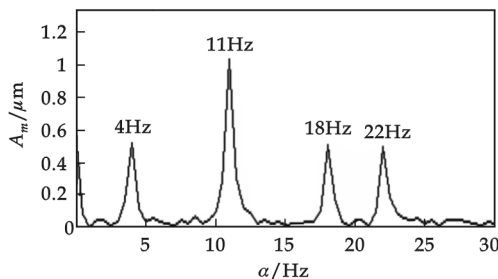


图 4 低频段循环谱切片图( $f=11$  Hz)

式(5)独立频率成分相加仿真信号,其中  $f_{01}=7$  Hz,  $f_{02}=11$  Hz,  $f_{03}=100$  Hz.  $n(t)$ 是幅值为 0.8 的平稳遍历白噪声,图 4 是循环谱密度函数低频段的切片图( $f=11$  Hz),图中存在 11 Hz 循环频率及其 2 倍频 22 Hz 和以 11 Hz 为中心,7 Hz 为边频带等处存在谱峰.4 Hz 和 18 Hz 是两相加信号 7 Hz 和 11 Hz 在循环频率低频段的自混频结果.图中 11 Hz 的循环频率信息是将频率  $f=11$  Hz 和循环频率  $\alpha=11$  Hz 同时带入谱相关公式(3)的结果,可表示为  $S_x^{11}(11)=X(11-11)X^*(11)=X(0)X^*(11)$ ,正好是原始信号中直流分量和  $f_{02}=11$ Hz 的乘积,所以在切片图中有谱峰存在.切片图中的其它循环频率信息也都是原始信号频率信息两两相乘的结果,此处及后文不再进行赘述.

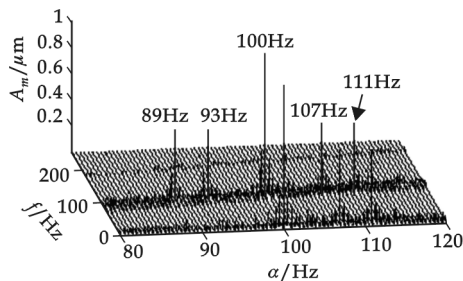


图 5 多频率成分相加信号  
高频段循环谱图

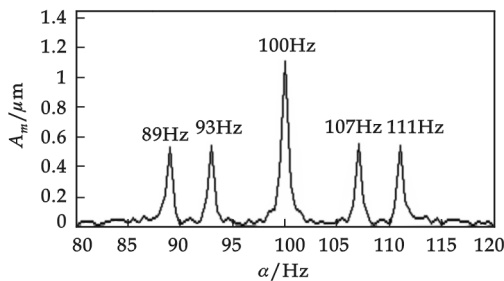


图 6 多频率成分相中信号高频段  
循环谱切片图( $f=100$  Hz)

图 5 是循环频率(80~120 Hz)频段的循环谱图,可以看出在循环频率 100 Hz 两边存在 7 Hz 和 11 Hz 的边频带,这是多频率相加信号在循环频率的高频段所产生的自混频现象.从图 6  $f=100$  Hz 的循环谱密度函数切片图中可以清楚地看到 100 Hz 循环频率.切片频率和中心循环频率具有相等的关系.因为在调制信号中载波频率所对应的中心循环频率是载波频率的 2 倍,所以如果原信号是调制信号,则切片图中的切片频率  $f=100$  Hz(与载波频率相对应)对应的循环频率应该是 200 Hz,与图中的循环频率 100 Hz 不符,这可以作为判断 100 Hz 的循环频率是不是载波频率(即信号是否存在调制现象)的一个依据.

综上所述,利用循环谱及其切片图可以准确地判别调制频率信息和独立频率信息,这也是循环相关解调方法一个突出的优点,在实际机械信号故障诊断中有着重要的应用价值.

通过仿真信号对多载波调频信号<sup>[4]</sup>、多载波调幅信号和独立频率成分相加信号的循环相关解调分析表明,循环相关解调分析可以有效地分离出信号中的调制源和载波源、识别混频信息.总结上面的研究结论,可以得到循环相关解调分析法识别信号信息特征的规律如下:

(1) 如果循环频率高频段的循环谱切片图的循环频率信息与该图片相对应的频率信息具有 2 倍的对应关系,并且切片图中相应的循环频率信息(或频率信息)表现为中心频率,其两边均有明显的调制边频带,则说明此循环频率(或频率)具有载波频率特征,循环频率是载波频率的 2 倍,并且图中所对应的边频带频率信息就是调制频率信息.

(2) 如果循环频率高频段的循环谱切片图的循环频率信息与该图片相对应的频率信息具有相等的关系,则说明此循环频率是单独的频率分量.在表示频率域信息的切片图中,一般情况下,可以清楚地看到此

单独的频率信息,没有调制边频带出现.一般在表示循环频率域信息的切片图中,可以看到边频带现象,这是低频信号对高频信号所产生的混频效应.

(3) 如果循环频率高频段循环谱切片图的循环频率与该图片所反映的频率信息没有以上对应关系,则说明此循环频率是混频信息.

表 1 轴承故障特征频率表

| 轴承编号 | 轴承名称             | 轴承各零件的特征频率/Hz |       |          |          |       |
|------|------------------|---------------|-------|----------|----------|-------|
|      |                  | $f_c$         | $f_r$ | $f_{ip}$ | $f_{op}$ | $f_e$ |
| C1   | SKF30230(圆锥滚子轴承) | 4.13          | 32.9  | 98.1     | 74.4     | 65.8  |
| C2   | SKF22222C3(球面轴承) | 2.12          | 11.1  | 38.1     | 27.7     | 22.3  |

注: $f_c$ :滚动体保持架转频(滚动体公转频率), $f_r$ :单个滚动体转频(滚动体自转频率), $f_{ip}$ :所有滚动体通过内圈上一点的频率, $f_{op}$ :所有滚动体通过外圈上一点的频率, $f_e$ :滚动体上一点通过内圈和外圈的频率.

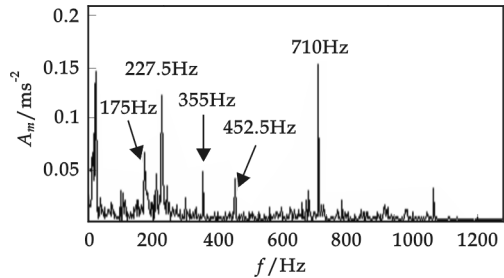


图 7 驱动器振动信号的 FFT 频谱

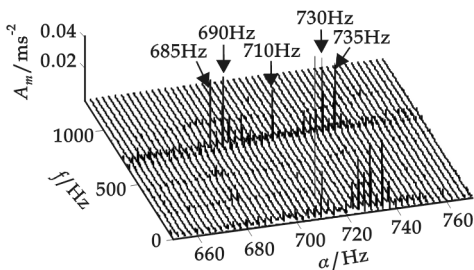


图 8 循环频率 650~760 Hz 高频段循环谱

图 7 是该索道驱动器所测振动信号的 FFT 频谱,采样频率为 2 560 Hz,采样点数 1 024 点.图中 355 Hz、710 Hz 和 175 Hz 处的谱峰分别对应伞齿轮的一倍啮合频率(354.67 Hz)及其 2 倍频和 1/2 倍频,227.5 Hz、452.5 Hz 处的谱峰分别对应一级行星轮的一倍啮合频率(226.65 Hz)及其 2 倍频.

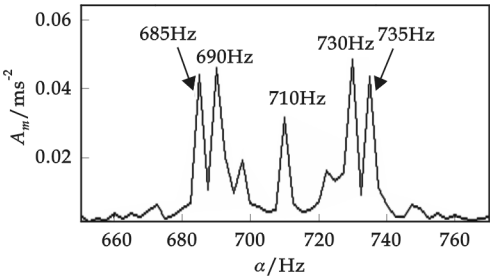


图 9 循环频率 650~760 Hz 高频段  
循环切片( $f=710$  Hz)

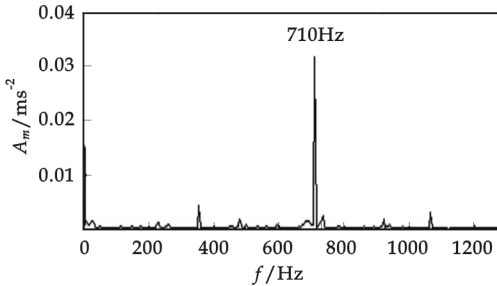


图 10 循环频率 650~760 Hz 高频段  
循环谱切片( $\alpha=710$  Hz)

图 8 是该测点在循环频率 650~770 Hz 的高频段循环谱,从图中看到循环频率 710 Hz 两边有 2 个边频带信息,边带宽度分别为 20 Hz 和 25 Hz,似乎对应两个调制频率.但根据调制信号在循环谱中的频率分布特征,循环频率 710 Hz 在频率域对应的应该是 355 Hz.

图 9 是图 8 当  $f=710$  Hz 时的切片图,从图中可以看到与频率  $f=710$  Hz 相等的 710 Hz 的循环频率,根据前文循环相关解调分析法识别信号特征的规律可知,710 Hz 的循环频率是单独的频率信息,其两边的边频带信息是多频率相加信号自混频的作用结果.

图 10 是其循环频率  $\alpha=710$  Hz 的切片图,可以看到 710 Hz 单独的频率成分,两边没有调制信息,证实了上述结论的正确性.频率 710 Hz 对应的是伞齿轮的 2 倍啮合频率为 709.34 Hz.

图 11 是该测点在循环频率 850~980 Hz 高频段循环谱.从图中看到该频段的循环频率和频率信息都



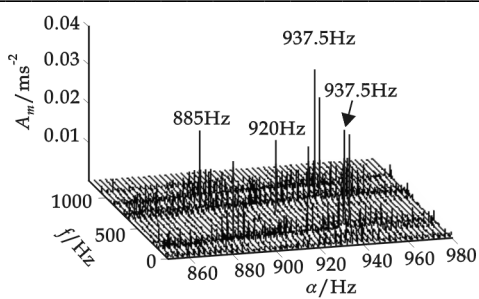


图 11 循环频率 850~980 Hz 高频段循环谱

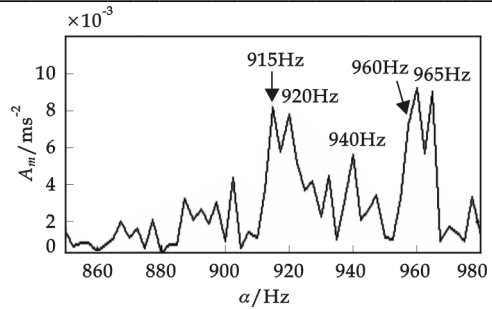


图 12 循环频率 850~980 Hz 高频段  
循环谱切片图( $f=937.5\text{ Hz}$ )

比较复杂,干扰信息明显增加,循环频率 937.5 Hz 信息能量比较高,两边的边频带信息不明显.为了观察细节信息,对其作切片图.

图 12 是当频率  $f=937.5\text{ Hz}$  时的切片图,从图中可以看到 940 Hz 的中心频率成分,两边有 20 Hz 和 25 Hz 的边频带,似乎 937.5 Hz 是独立的频率信息.但是从  $\alpha=937.5\text{ Hz}$  的切片图 13 中却看不到 940 Hz 的频率信息,而看到了 230 Hz 和 710 Hz 的独立的频率信息,所以可以确定 940 Hz 的频率是混频信息,对应的是 230 Hz 和 710 Hz 两个独立频率之和.可以看出,利用切片图可以正确的区别独立频率信息和混频信息.

根据以上的分析过程,可以确诊该测点受到 20 Hz 和 25 Hz 2 个独立信号的作用.这 2 个故障特征频率分别对应着一级行星齿轮球面滚动轴承 SKF22222C3 的滚动体上一点通过内圈故障特征频率  $f_e=22.3\text{ Hz}$  和外圈故障特征频率  $f_{op}=27.7\text{ Hz}$ .误差是因为频率域分辨率比较低引起的(频率分辨率为 5 Hz),说明有一个滚动体和外圈出现了故障.没有出现调制现象,说明滚动体和外圈故障比较轻微.根据以上的分析过程,可以看出利用循环谱切片图可以有效的分离、识别各独立频率信息和混频信息,从而使循环相关分析法具有分析非调制类型信号的特性.

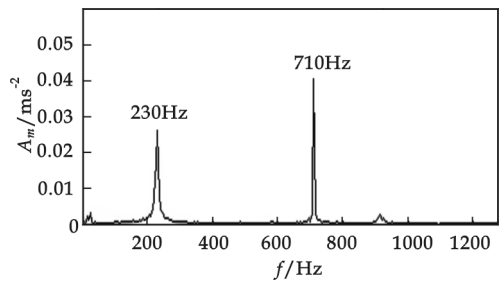


图 13 循环频率 850~980 Hz 高频段  
循环谱切片( $\alpha=937.5\text{ Hz}$ )

#### 4 结论

从上面循环谱切片图法在索道驱动机早期故障诊断的实例及其分析过程可以看出,循环谱切片图法主要具有如下优点:

- (1) 利用循环谱切片图可以在循环频率域内对信号进行分频段分析,在不利用带通滤波的条件下就可直接对复杂的原始信号直接进行分析,所得信息表现具有冗余特性,有利于提高分析诊断的可靠性.
- (2) 对于各类调制信号、独立频率信号,利用循环谱切片图,可以将载波源或独立信号频率单独分离开来进行分析,从而正确地识别调制信号、独立频率信号和混频信号,诊断结果符合前文提出的循环相关解调法识别有用信息和混频信息的规律.

#### 参考文献

[1] 张贤达,保 铮.非平稳信号分析与处理[M].北京:国防工业出版社,1998:325-351.  
[2] 李 力.机械信号的循环统计处理原理和应用[D].西安:西安交通大学博士学位论文,2004.  
[3] 王振鹏.循环平稳理论在旋转机械故障诊断中的应用[D].西安:西安交通大学硕士学位论文,2004.  
[4] 杜小山,李宗奎,訾艳阳.二阶循环相关解调法对调频信号的解调研究[J].振动、测试与诊断,2008,28(4):311-314.

# 挖掘机器人控制实验研究

文怀兴, 刘晓红

(陕西科技大学机电工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘要:**在无人操作情况下进行了挖掘机器人的控制系统实验. 采用双目立体视觉技术, 经过数据处理和相应的算法计算出对象物的体积、相对位置, 并根据计算结果由上位机进行轨迹规划和远程监控, 下位机驱动行走运动机构完成指定的挖掘任务, 从而实现了挖掘机的智能化. 此外, 通过模型实验验证了该挖掘机器人控制系统的可行性及控制精度等问题, 基本实现了预期的挖掘机器人智能控制方案.

**关键词:**挖掘机器人; 双目立体视觉; 实验研究

**中图法分类号:**TH122; TP242.3

**文献标识码:**A

## 0 引言

挖掘机的出现代替了大量的人力劳动, 使人类从繁重的体力劳动中解放出来, 大大提高了工作效率. 然而挖掘机的工作环境比较恶劣, 操作费劲, 驾驶室的舒适性也毫无保证. 在有毒气、高温、易崩塌等恶劣环境中, 操作者的安全和健康受到了严重威胁, 使得挖掘机的应用受到了很大限制. 因此, 长期以来人们一直在谋求更高效、更省力的挖掘作业模式.

1996 年美国 Arizona 大学 Shi Xiaobo 等进行了基于模糊逻辑和神经网络的自主式挖掘机器人的实验研究, Bodur, M. 等人提出了挖掘机器人的动态认知力的控制方法. 在规划方面, 美国 CarnegieMellon 大学 Singh, S. 等研究了挖掘机器人任务、动作及约束条件的规划策略, 提出了在作业空间和可行动作空间进行规划的方法.

目前国内对挖掘机的智能控制研究大多集中在两方面: (1) 工作装置的智能控制; (2) 节能的智能控制. 浙江大学机械设计研究所早在 1988 年就开始了挖掘机机器人化的研究, 并研制了国内第一个微机操纵的液压挖掘机实验台, 随后又与广西玉柴挖掘机厂合作开发出具有半自动伺服控制、远程遥控、节能控制、参数显示和故障报警的液压挖掘机器人<sup>[1,2]</sup>. 武汉科技大学信息科学与工程学院的周波、周辉<sup>[3]</sup>设计了基于知识的挖掘机多模式综合轨迹跟踪控制系统, 该系统具有“砰-砰控制”、维持控制、非线性死区补偿控制和模糊 PID 参数自适应控制等模式, 根据挖掘机在工作中工作轨迹跟踪的误差和误差变化率的反馈, 系统基于知识智能地选用合适的控制模式, 实现了平稳和高精度的轨迹跟踪控制. 近年来, 随着计算机、传感器技术、人工智能等科学领域技术的发展, 对挖掘机械的智能化和机器人化的要求愈发强烈. 为此, 我们研究设计了在无人操作的情况下自主实施挖掘作业的机器人无人化控制系统.

## 1 总体设计方案

### 1.1 总体方案简述

智能挖掘机器人的控制系统采用分级控制结构, 以避免以往的集中式控制系统的缺陷, 具备“分散控

\* 收稿日期: 2009-11-03

作者简介: 文怀兴(1957—), 男, 陕西省武功县人, 教授, 硕士生导师, 研究方向: 机械制造及其自动化  
基金项目: 陕西省教育厅科研计划项目(项目编号: 09JK360)

制,集中管理”的基本功能,主要由决策系统(包括上位机监控模块、下位机控制模块、双目立体视觉模块和传感检测装置)、数据通信系统和伺服系统等组成,采用 CAN 总线为通信介质。控制系统整体结构如图 1 所示。

1.2 各个模块功能简述

(1)上位机监控系统. 主要负责监控整体工作进程,通过无线传输接收下位机(单片机)上传的工作状态参数和由下位机转发的双目立体视觉模块的图像资料,完成铲斗的轨迹规划,并随时发送监控干预信号,由人工进行实时操作。

(2)下位机控制系统. 主要负责对双目立体视觉系统从现场采集到的信息进行处理,分析上位机给出的操作指令以确定当前的操作,根据相应的算法计算出各项控制参数,通过 CAN 总线发送多个控制量去控制挖掘机器人控制系统的执行机构,并向上位机实时发送工况信息,接收上位机监控信号。

(3)双目立体视觉系统. 双目立体视觉的基本原理是从两个视点观察同一景物,以获取在不同视角下的感知图像,通过成像几何原理计算图像像素间的位置偏差以获取景物的三维信息. 这一过程与人类视觉的立体感知过程是相似的. 具体实现是采用两台参数性能相当、位置固定的 CCD 摄像机以获取同一景物的两幅图像,并计算出景物的三维信息. 双目立体视觉系统主要负责对作业对象物的识别和对工作环境的实时监控,可自动发现作业对象物,并计算出对象物距挖掘机的相对方位和体积. 通过 CAN 总线与下位机控制系统相连,实时发送工作环境图像信息。

(4)数据通信系统. 为实现对挖掘机器人的远程监控,上位机与下位机控制系统间的通信采用 RS232 无线串口通信. 各控制模块之间均采用 CAN 总线相连,以此来确保伺服控制系统动作的实时性和可靠性。

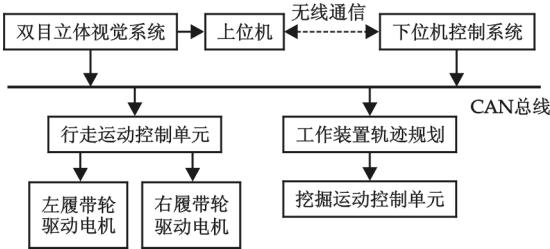


图 1 智能挖掘机器人控制系统总体结构简图

2 挖掘机器人的软件设计

与智能挖掘机器人的控制系统相对应,其软件系统相应地包括上位机程序、通信程序、下位机控制程序. 上位机程序主要实现人机交互、规划铲斗轨迹、监控工作情况和设定系统初始值等功能. 通信程序解决上、下位机之间以及下位机控制系统内部的通信与数据传输问题. 下位机控制程序主要包括:双目视觉系统程序、监控中断处理程序、行走运动控制程序和挖掘动作控制程序等. 挖掘机器人自主工作过程总流程图如图 2 所示,其工作过程如下:

挖掘机器人系统上电复位后,先是工作人员通过上位机输入启动指令,使双目视觉系统开始工作,然后将捕捉到的图像进行计算,确定作业对象物并计算出其相对位置和体积,由上位机完成行走路线规划。

双目立体视觉系统将作业对象物的参数送至下位机控制系统. 由下位机计算出控制参数(包括挖掘次数和方位、距离等),驱动执行机构,使得挖掘机准确运动到作业地点。

下位机控制系统在接到上位机的挖掘指令后进行挖掘作业. 先读取上位机发来的控制参数,然后计算出驱动参数并产生电信号驱动相应的执行单元,使挖

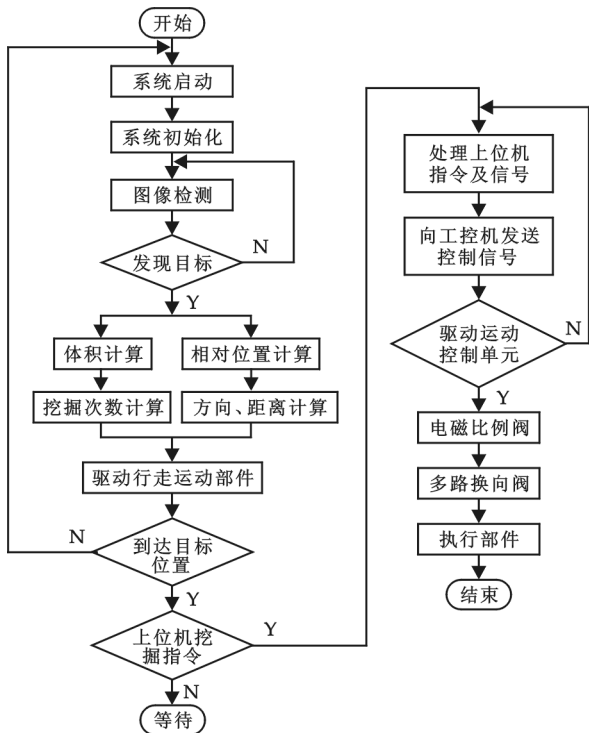


图 2 挖掘机器人自主工作流程图

掘机器人到达作业位置并完成作业任务。

在整个挖掘过程中,上位机负责全程监控自主挖掘过程,可随时发送信号中断执行机构的不当动作并给予修正,在完成挖掘任务后发送停止指令,至此挖掘工作全面结束。

3 系统的硬件设计

该控制模型采用小型直流电机驱动履带轮转动,采用 AT89C51 单片机作为控制芯片,但在实际挖掘机控制系统中宜采用 DSP 或直接采用工控机等工业控制设备. 直流电机驱动芯片选用可同时驱动两个电机的 L293B 芯片,模型机位移检测采用红外发射和接收二极管,通过无线通信模块实现与上位机的通信. 行走控制系统的硬件电路示意图如图 3 所示。

4 挖掘机器人实验验证

4.1 挖掘机器人作业对象物识别实验

在实际图像识别实验中我们采取两个 PAP-MVC810A0Z 型彩色摄像头与 MV-200 型图像采集卡构成双目立体视觉系统的硬件部分,其中摄像头的焦距为  $f=3.6\text{ mm}\times 96\text{ dpi}$ ,对称安装于挖掘机模型上,两摄像头的固定间距为 190 mm,实验结果如表 1 所示。

在实验中考虑了光线强度及距离目标的实际距离这两个因素对视觉系统的影响,从表 1 中可以看出,实验的相对误差均在 3% 以内,完全符合工程项目的误差要求,其中距离目标的实际距离对实验结果影响较为显著,光强的影响较弱. 这是因为双目立体视觉系统中采用的 CCD 摄像机的成像平面与光心距离是固定的,依据凸透镜成像原理,对固定像素、焦距的 CCD 摄像机来说,物体像素越小,精度也就越差. 也就是当物体离摄像机越近,图像匹配精度就越高<sup>[4]</sup>。

4.2 挖掘机器人行走控制实验

按照电路原理图连接好各硬件设备,用串口连接线将 PC 与无线发射模块相连接,将无线接收模块通过导线焊接在单片机控制电路板上,连接好各个模块的电源后开机,进入实验过程。

首先打开双目视觉系统,PC 端显示摄像头图像采集软件,通过视觉系统采集到的图像再经过 PC 端控制软件计算出挖掘对象物的具体方位,并将所得的方位角和相对距离反馈给上位机端的工作人员. 图像采集软件的界面如图 4 所示。

操纵者在获得了对象物的方位角和相对距离后可将这两个数值输到 PC 机上,也可选择由 PC 机自行计算出对象物的方位角和相对距离后直接通过无线模块发送给下位机端的单片机控制电路. PC 端的控制信号发送软件界面如图 5 所示。

其中,方位角共设定了北偏东、北偏西、南偏东和南偏西 4 个方位,设置南偏东和南偏西是为了使得挖掘机器人在特殊的情况下可以直接倒车退出工作环境。

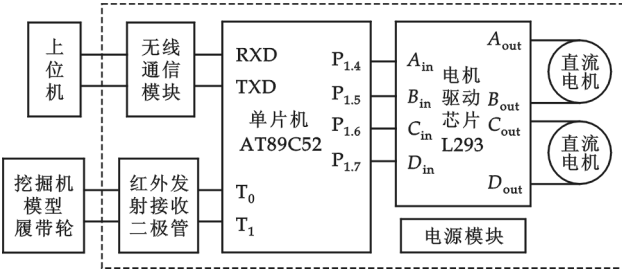


图 3 控制模型硬件电路简图

表 1 双目立体视觉实验结果

| 光线强度 | 距目标实际距离 | 测量距离   | 相对误差 |
|------|---------|--------|------|
|      | /mm     | /mm    | /%   |
| 光线强  | 200     | 203.02 | 1.52 |
|      | 400     | 407.62 | 1.91 |
|      | 600     | 612.66 | 2.11 |
|      | 800     | 819.52 | 2.44 |
| 光线弱  | 200     | 203.22 | 1.63 |
|      | 400     | 408.04 | 2.07 |
|      | 600     | 613.62 | 2.27 |
|      | 800     | 820.24 | 2.53 |



图 4 图像采集软件

点击确定后控制信号就通过无线模块发送给单片机控制电路,单片机驱动各个执行机构动作,使得挖掘机器人到达作业位置,在作业位置完成挖掘任务,并在任务完成后退回到初始位置,等待下一个工作循环.

通过实验测定,挖掘机器人执行机构基本达到了指定位置,顺利完成了对目标的挖掘动作.

## 5 结束语

通过对现有挖掘机进行智能化改造,使得挖掘机可以不受施工条件、作业时间的约束,在气候恶劣、危险性高的环境下进行工作,并可在长时间内保持稳定的作业效率.同时,由于采用了人工的远程无线监控,使得工作人员可以在远离危险作业环境的地方通过现场工作机械上所安装的摄像头观察作业对象,进行判断,并通过上位机发送控制信号,遥控挖掘机器人完成作业任务或退出作业环境.通过模型机实验,我们也看到了智能挖掘机器人控制系统可实现对目标位置的精确判断和对运动轨迹的精确控制,从而有效地提高了劳动生产率,减轻了劳动强度.

## 参考文献

- [1] 高峰. 液压挖掘机节能控制技术研究[D]. 杭州:浙江大学博士学位论文,2001.
- [2] 朱圣兵. 液压挖掘机器人轨迹跟踪综合控制策略方案研究[D]. 杭州:浙江大学硕士学位论文,2006.
- [3] 周波,周辉. 挖掘机器人工作轨迹跟踪智能控制[J]. 武汉科技大学学报,2002,25(4):402-408.
- [4] 马颂德,张正友. 计算机视觉—计算理论与算法基础[M]. 北京:科学出版社,1997.
- [5] Masakazu Haga, Watanabe Hiroshi, Kazuo Fujishima. Digging control system for hydraulic excavator[J]. Mechatronics, 2001, 11: 665-676.
- [6] Sanjiv Singh and Howard Cannon. Multi-Resolution Planning for Earthmoving[A]. Proceedings International Conference on Robotics and Automation[C]. Leuven,Belgium,1998.
- [7] MaSakazu Haga,Watanabe Hiroshi,Kazuo Fujishima. Digging control system for hydraulic excavator[J]. Mechatronics,2001,(11): 665-676.
- [8] 张鑫,文怀兴. 自主挖掘机器人控制系统设计[J]. 机械设计与制造,2009,(4):186-189.
- [9] 肖婷. 挖掘机控制系统及作业对象物的识别[D]. 西安:陕西科技大学硕士学位论文,2006.

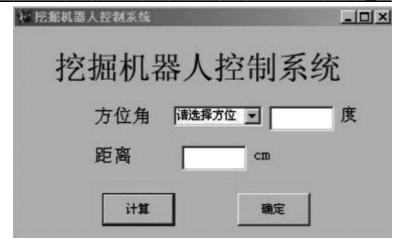


图 5 PC 端控制信号发送软件

# EXPERIMENTAL RESEARCH ON CONTROL SYSTEM OF THE EXCAVATING ROBOT

WEN Huai-xing, LIU Xiao-hong

(School of Mechanical & Electrical Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** Introduced the experimental research on control system of the excavating robot under unmanned operation. Using binocular stereo vision technology, through data processing and the corresponding algorithm to calculate the volume of excavating targets and the relative position, according to calculations by the upper computer for trajectory planning and remote monitoring, the lower computer drive mechanism to complete the assigned task, so as to realize the intellectualized excavator. And through model experiments verify the feasibility of control system and control accuracy of such problems, basically achieved expected excavating robot control scheme.

**Key words:** excavating robot; binocular stereo vision; experimental research

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0088-03

# MCGS 在机电系统实验台中的应用

王 博<sup>1</sup>, 陆 琦<sup>2</sup>, 董继先<sup>1</sup>

(1. 陕西科技大学机电工程学院, 陕西 西安 710021; 2. 陕西科技大学资源与环境学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**针对现有机电系统实验台无人机界面、实验内容单一的问题,应用 MCGS 工控软件设计制作了人机界面,既保留了原设备的固有功能,又实现了实验台的计算机控制,能够直观、逼真地显示系统的动态控制过程,提高了实验台的技术含量,丰富了实验内容,强化了教学效果。

**关键词:**机电系统实验台; 人机界面; MCGS; PLC

**中图法分类号:**TP273<sup>+</sup>5      **文献标识码:** A

## 0 引言

机电系统实验台<sup>[1]</sup>是由北京科技大学开发研制出的一种用于机电专业或机械工程与自动化专业教学的实验设备,融合了机械、气动、PLC 控制、交流调速和传感器等技术,是一台典型的机电一体化设备。但它只能通过人工操作按钮和开关来控制实验台的启动、停止以及手自动切换,在自控技术日趋发达的今天,这种单一的操作方式已经显得落伍。为了扩展实验台的功能,提高其技术含量,作者应用 MCGS 工控软件设计编制了该实验台的计算机监控程序,既保留了原设备的固有功能,又实现了实验台的计算机控制。

## 1 系统方案设计

表 1 实验台原 PLC I/O 分配表(节选)

| 序号  | 输入功能   | 代号   | 输入号  | 序号  | 输出功能   | 代号  | 输出号  |
|-----|--------|------|------|-----|--------|-----|------|
| 1   | 手/自动操作 | SA2  | I0.0 | 1   | 钻头上升   | YA1 | Q0.0 |
| 2   | 启动操作   | SB1  | I0.1 | 2   | 钻头下降   | YA2 | Q0.1 |
| 3   | 急停操作   | SB2  | I0.2 | 3   | 转台定位前进 | YA3 | Q0.2 |
| ... | ...    | ...  | ...  | ... | ...    | ... | ...  |
| 34  | 料库有料   | ST20 | I4.3 |     |        |     |      |
| 35  | 取料位有料  | ST21 | I4.4 |     |        |     |      |

表 2 实验台现 PLC I/O 分配表(节选)

| 序号  | 输入功能   | 代号   | 输入号   | 序号  | 输出功能   | 代号  | 输出号  |
|-----|--------|------|-------|-----|--------|-----|------|
| 1   | 手/自动操作 | SA2  | M20.0 | 1   | 钻头上升   | YA1 | Q0.0 |
| 2   | 启动操作   | SB1  | M20.1 | 2   | 钻头下降   | YA2 | Q0.1 |
| 3   | 急停操作   | SB2  | M20.2 | 3   | 转台定位前进 | YA3 | Q0.2 |
| ... | ...    | ...  | ...   | ... | ...    | ... | ...  |
| 34  | 料库有料   | ST20 | I4.3  |     |        |     |      |
| 35  | 取料位有料  | ST21 | I4.4  |     |        |     |      |

实验台选用西门子 CPU224、数字量扩展模块 EM221 和 EM223 作为控制器,与人机界面采用 PC/PPI 通讯方式建立连接。实验台有两种操作状态:一是原来单一的按钮操作,二是计算机监控,两者之间能够自由切换。系统默认的是按钮操作,只有打开计算机监控界面,选择“计算机控制”后,实验台才切换到计算机监控状态。在打开监控界面时,各元件的状态能够在计算机上实时监控。为了增强系统的安全性,其中实验台上的急停按钮开关和监控界面中的急停开关在任何操作状态下均

能有效触发,一旦出现故障需要急停,按下其中的任何一个按钮均有效。根据设计要求,可见需要设计下列两个程序:PLC 程序和人机界面监控程序。

\* 收稿日期:2009-12-23

作者简介:王 博(1980—),男,河南省南阳市人,助理工程师,研究方向:动力与电气工程

## 2 PLC 程序设计

原配用的 PLC 程序没有提供计算机控制的功能,要实现此功能,必须重新编写 PLC 控制程序,使之能够和人机界面相衔接. 西门子 S7-200 系列 PLC 的编程软件<sup>[2]</sup>为 MicroWinSTEP7 V4.0-SP6,能够实现 PLC 的通讯设置、程序编制、实时监控等功能. 设计 PLC 程序主要包括两项内容: I/O 分配和 PLC 程序编制<sup>[3]</sup>.

### 2.1 I/O 分配

该机电系统实验台原提供的程序控制是依靠对按钮的操作改变 PLC 的硬输入点状态实现逻辑控制,要实现计算机监控,必须使计算机能够读写 PLC 内的存储位. 由于 MCGS 软件不能够写 PLC 的硬输入点,因此要为监控软件分配能够读写的 M 存储位作为其操作空间. 原 PLC I/O 分配表如表 1 所示.

在研究 I/O 分配表后,把它分为两类,一类是 SA、SB,需要人工触发这些按钮、开关来实现实验台的控制;另一类是传感器接入 PLC 的输入端或者是执行元件电磁阀接入 PLC 的输出端,这些 I/O 存储位在控制逻辑中不接受人工干预. 在 MCGS 监控软件中需要人工输入操作的存储位是对应实验台上人工触发这些按钮、开关的存储位,用 M 存储位代替 I 存储位. 在分析原 PLC 程序后,发现未使用 M20.0 以后的存储位,因此将 M20.0 以后的存储位分配给 MCGS 软件使用,系统的 PLC I/O 分配表如表 2 所示.

### 2.2 PLC 程序设计

在原有 PLC 程序的基础上,并行设计一套计算机监控的程序作为子程序,把原有的程序也作为子程序,编写主程序负责两种控制状态的监控. 设计的 PLC 程序如图 1 所示.

## 3 MCGS 人机界面设计

MCGS<sup>[4]</sup> (Monitor and Control Generated System, 通用监控系统)是一套用于快速构造和生成计算机监控系统的组态软件,它能够在基于 Microsoft 的各种 32 位 Windows 平台上运行,通过对现场数据的采集处理,以动画显示、报警处理、流程控制、实时曲线、历史曲线和报表输出等多种方式向用户提供解决实际工程问题的方案,它充分利用了 Windows 图形功能完备、界面一致性好、易学易用的特点,比以往使用专用机开发的工业控制系统更具有通用性,在自动化领域有着更广泛的应用.

在人机界面中,要实现实时监控、手自动切换、急停报警处理等功能. 设计制作监控界面,主要包括以下 4 个步骤<sup>[5]</sup>:

(1) 定义数据对象. 定义数据对象是人机界面设计的首要内容. 数据对象就是人机界面中要引用的变量,定义数据对象时要特别慎重,因为大多数组态软件都是按照点数,也就是定义数据对象的数量来收费,定义数据对象越多,所需要购买软件的费用就越高.

在本系统中,定义的数据对象除了系统自带的之外,主要是在人机界面中所需要显示或监控的对象,例如由计算机输入的按钮开关、需要监视的 I/O 点、脚本所引用的数据对象等.

(2) 绘制人机界面. 绘制人机界面就是设计添加监控画面. 根据监控要求,在“用户窗口”中应用 MCGS 的绘图工具进行界面组态、画面设计和动画连接.

(3) 连接设备属性. 在 MCGS 软件中,打开“设备窗口”,选择“设备组态”,新建“串口通讯父设备”和子设备“西门子\_S7-200PPI”. 组态软件中默认的通讯参数数据不正确,需要将“数据校验方式”修改为“偶校验”.

(4) 建立通道连接. 在定义好连接设备属性并测试正确后,把在监控界面中需要使用的数据对象和 PLC 内的通道相关联,建立人机界面和 PLC 之间的数据桥梁.

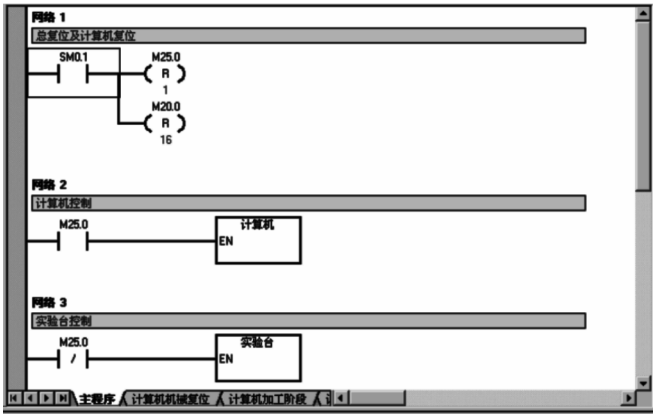


图 1 PLC 程序(节选)



## 4 软件运行

在系统设计完毕,经过检查无误后,进入运行界面,能够实现实时监控和两种控制方式的切换.监控界面如图 2 所示.

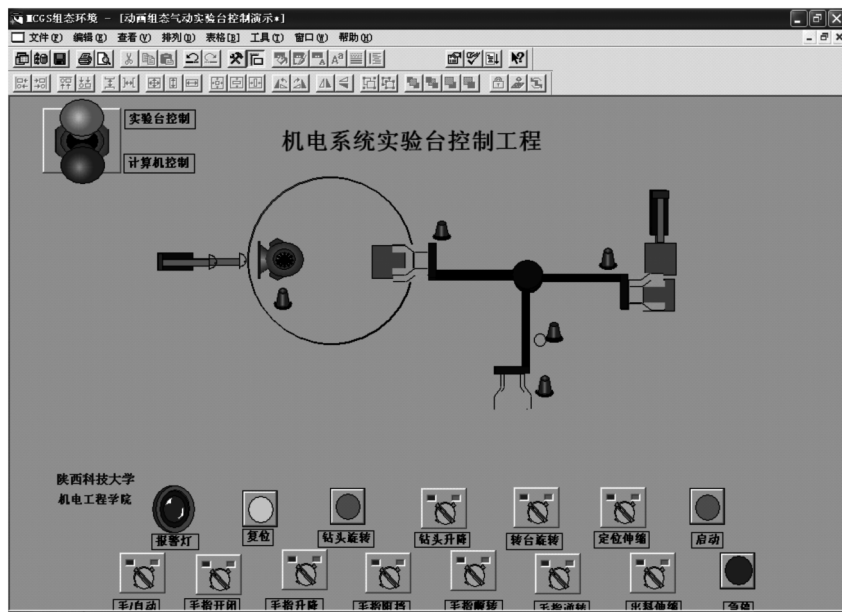


图 2 机电系统实验台计算机监控界面

长了才干.

## 参考文献

- [1] 郝安民,刘颖,曲开宏,等.机电系统教学实验台[J].实验技术与管理.2002,19(1):24-26.
- [2] 西门子(中国)有限公司工业业务领域工业自动化与驱动技术集团. S7-200 可编程控制器系统手册[R].北京,2007.
- [3] 廖常初. S7-200PLC 编程及应用[M].北京:机械工业出版社,2007.
- [4] 昆仑通态自动化软件科技有限公司. MCGS 用户指南[R].北京,2004.
- [5] 昆仑通态自动化软件科技有限公司. MCGS 组态软件参考手册[R].北京,2004.

# APPLICATION OF MCGS IN ELECTROMECHANICAL SYSTEM EXPERIMENT PLATFORM

WANG Bo<sup>1</sup>, LU Qi<sup>2</sup>, DONG Ji-xian<sup>1</sup>

(1. School of Mechanical and Electrical Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China; 2. School of Resource and Environment, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** According to electromechanical system experiment platform has no human-machine interface, the contents of experiment is singleness, using industrial control software MCGS design a computer monitoring and control program, not only keep the original functions, but also achieved computer monitoring, which can visually show the system run dynamically. This improved the technical content of experiment platform, enriched contents of experiment, strengthened teaching effect.

**Key words:** electromechanical system experiment platform; human-machine interface; MCGS; PLC

## 5 结束语

作者应用 MCGS 组态软件开发了机电系统实验台的人机界面,在保留原有功能的前提下,实现了计算机监控,能够直观、逼真地显示系统的动态控制过程,提高了实验台的技术含量,丰富了实验内容,强化了教学效果.学生不仅可以手动操作实验台,也能够计算机上操作,使原来相对单一的实验内容得到了扩展.自从 2009 年下半年应用到教学中来,效果良好,有兴趣的学生在实验中受到了启发,也开始学习编制人机界面,锻炼了他们的分析设计能力,增

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0091-06

# 一种新型加工弧面凸轮专用数控铣床的模块化设计

刘向红<sup>1</sup>, 曹巨江<sup>2</sup>

(1. 陕西工业职业技术学院数控工程系, 陕西 咸阳 712000; 2. 陕西科技大学机电工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**针对当前国内弧面凸轮加工专用数控机床的缺陷,在参考普通数控铣床结构的基础上,采用模块化设计思想,通过分析论证,重新设计出较为科学合理的五轴联动加工弧面凸轮专用数控铣床,基本弥补了国内现有加工弧面凸轮专用数控机床的缺陷。

**关键词:**弧面凸轮; 数控铣床; 模块化; 设计方案

**中图法分类号:**TG547      **文献标识码:**A

## 0 引言

弧面凸轮机构具有良好的运动特性和动力特性,能选择或设计丰富灵活的凸轮曲线以满足各种复杂运动控制的要求,且不必附加其它装置就能获得良好的定位作用,其分度范围宽、承载能力大、运动好,同时还具有设计限制少、控制元件少、零件故障率低、可靠性高、结构紧凑、安装调试方便、易于维修等优点,因此在加工中心刀库、换刀机械手、包装机、高速冲床、灯泡机、电影机械、制药机械、烟草机械、印刷机械等各种需要步进驱动的自动机械上以及电子、纺织等行业都得到了广泛应用<sup>[1]</sup>。

发达国家已经开始对弧面凸轮进行标准化和系列化,并且正在大量开发、研究。在我国,弧面凸轮机构的发展也很迅速。然而,由于该机构的凸轮制造难度大,因此需要专用数控机床来进行加工。

## 1 现有方案缺陷分析

目前国内用于加工弧面凸轮的专用数控机床种类较多,但都存在一定缺陷,有待进一步发展和改进。

(1)自动化程度低。国内用于加工弧面凸轮的 NT-XK5001 专用数控立铣床的主要缺陷是主轴刚性较低、回转角度较小。该机床为五轴三联动控制,可以实现 X 轴、A 轴、B 轴 3 轴联动,而 Y、Z 轴两轴为手动,自动化程度明显偏低<sup>[2]</sup>。

(2)机床精度低。有些高校利用滚齿机改造的简易弧面凸轮加工专用数控加工机床,属于开环控制系统,这种系统虽然结构简单、调试方便、价格低廉、易于维修,但机床的位置精度完全取决于步进电动机的步距角精度和机械部分的传动精度,所以很难达到较高的位置精度<sup>[3]</sup>。

(3)成本高。国内一些机床制造公司采用卧式加工中心改造的弧面凸轮加工中心,虽然从加工精度等方面可以满足用户的要求,但是成本较高(约为 130 万元人民币),且加工范围有一定限制(中心距不能太小)。如果考虑从国外进口设备,则仅从德国进口一台加工弧面凸轮的专用数控机床就大约需要 80 万美元之多<sup>[4]</sup>。

## 2 新型设计方案论证

根据弧面凸轮加工的现状及对弧面凸轮加工的要求,在已有的设计理论及发展状况的基础上,作者参

\* 收稿日期:2009-12-01

作者简介:刘向红(1969—),男,陕西省蓝田县人,副教授,硕士,研究方向:数控技术应用

考已经成熟的经验和理念,针对当前国内弧面凸轮加工专用数控铣床的缺陷,在普通数控铣床结构的基础上,采用模块化设计思想,重新设计了一台可实现弧面凸轮加工的五轴联动的专用数控铣床.

2.1 模块化设计思想

模块是指具有某种确定独立功能的半自律性的子系统,它可以通过标准的界面结构与其他功能的半自律性子系统按照一定的规则相互联系而构成更加复杂的系统.而模块化则是一个将系统进行分解和整合的动态过程<sup>[6]</sup>.

在对产品进行市场预测、功能分析的基础上,划分并设计出一系列通用的功能模块;根据用户的要求,对这些模块进行选择 and 组合,就可以构成不同功能、或功能相同但性能不同、规格不同的产品.这种设计方法称为模块化设计.

本次设计所定的卧式结构方案就是模块化设计思想的具体应用,主要是按照功能相似的原理,全方案共细分为大小 10 个模块,除了配重、床身和立柱的结构要单独设计以外,其余均可以按照设计要求外购,然后直接装配即可,从而简化了复杂的设计.具体模块如表 1 所示.

表 1 模块结构

| 序号 | 模块分解       | 备注                      |
|----|------------|-------------------------|
| 1  | 床身和立柱      | 按照相关尺寸要求单独设计            |
| 2  | 数控 Z-X 工作台 | 按照相关尺寸要求外购或单独设计         |
| 3  | 数控回转工作台    | 按照相关尺寸要求外购或单独设计         |
| 4  | 数控分度头      | 按照相关尺寸要求外购              |
| 5  | 尾座         | 按照相关尺寸要求外购              |
| 6  | 数控主轴       | 采用电主轴(外购)或者普通数控主轴(单独设计) |
| 7  | 滚珠丝杠       | 按照相关尺寸要求外购              |
| 8  | 竖直配重       | 计算后采用液压方式或者机械方式(单独设计)   |
| 9  | 防护门        | 外购定做                    |
| 10 | 数控系统       | 比较各种系统性能后外购             |

2.2 整机方案设计

加工弧面凸轮时,刀具相当于凸轮机构中的从动盘滚子,它要沿主轴轴线回转,工件按要求作回转分度运动及摆动,所以弧面凸轮加工机床必须具有双回转坐标,工件回转运动由数控分度头实现;工件的摆动则由回转工作台实现;主轴的运动由主轴系统实现.

在详细分析现有同类机床设计理论的基础上,参考现有数控卧铣床外形结构及相关尺寸,并根据具体需要对机床的床身、立柱和导轨进行取舍更换,附加数控 Z-X 工作台、数控回转工作台、数控分度头及尾座,对其电动机丝杠进行设计更换,计算主轴箱竖直运动配重,对数控系统进行更换,完成了机床传动系统和整机方案的设计(如图 2、图 3 所示).

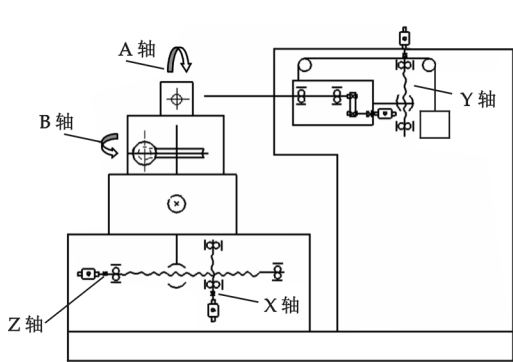


图 1 机床传动系统示意图

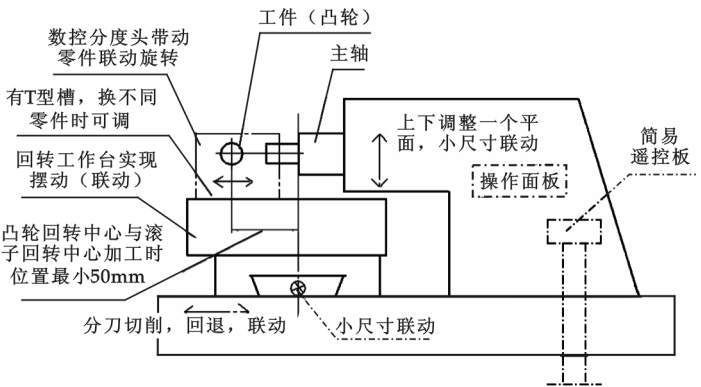


图 2 机床整机方案结构示意图

图 2 所示共有 5 根运动轴,X 轴和 Z 轴使矩形工作台在水平面内做直线运动;Y 轴带动主轴箱上下运动;A 轴是数控分度头带动工件绕 X 轴旋转,B 轴使回转工作台绕 Y 轴旋转.这 5 根轴在弧面凸轮加工时能够联动.

图 2 所示的机床整机方案结构示意图中,将立柱设计成悬臂结构,避免了直立立柱造成的因主轴伸出过长刚性不足的现象.依靠这种特殊的几何结构,使主轴的悬臂缩短,从而提高了主轴和刀具的刚性.另外,将立柱和底座设计成一体结构,并将立柱的 Z 向移动转化为在床身底座上安装的一个 Z-X 工作台的 Z 向运动,不但提高了整机的刚性,而且节省了一套滚珠丝杠螺母副,这一方面有利于模块化设计,另一方面也降低了成本.将数控操作面板设计在立柱的表面,在底座的右面立柱的前面,即工人操作的地方,设立一个简易数控遥控面板,并在立柱的正后方设置一个双开门,把数控的电缆插孔和连接线路板置入其中.

床身底座上安装一套轴线互相垂直的矩形工作台,即 Z-X 工作台,此工作台的 Z 向运动可完成分刀切削和工件加工结束后的回退功能,X 向运动保证了小尺寸加工时工件的轴向运动.此工作台可以根据设计需要,直接由生产厂家按照设计尺寸提供.

Z-X 工作台的上方安装了一个数控回转工作台,利用回转工作台的回转运动完成工件的摆动( $\pm 60^\circ$ )<sup>[5]</sup>.回转工作台可以设计成部分圆弧结构,而不一定是整圆,这主要是因为工件的摆动角度只有 $\pm 60^\circ$ ,另外,回转工作台的右方设计成部分圆弧形状,还可以增大 Z-X 工作台 Z 方向的行程,更有效地缩短刀具的悬臂长度.回转工作台的表面设计成 T-型槽结构,以便于其上安装数控分度头-此回转工作台也按照设计尺寸由生产厂家提供-

数控分度头可由螺栓连接安装在回转工作台上,并辅以后座的支撑以实现零件的分度旋转.数控分度头和尾座均可直接在市场上按照相关尺寸购置.

主轴部分设计在立柱的悬臂端,主轴可采用电主轴,考虑到经济原因,也可采用普通数控主轴,由主轴电动机直接带动.主轴应可以沿 Y 方向上下运动,以实现将主轴轴线和凸轮轴线调整到一个平面内,并且可以完成小尺寸加工时的联动要求.在这里,要选配一根滚珠丝杠螺母副,考虑到滚珠丝杠的不能自锁性,所以此处应仔细进行配重的计算.配重可采用传统的配重块,也可重新设计采用液压方式并通过链传动来完成.本设计中,因为要购置滚珠丝杠,初步选用国产产品,而且由于此处主轴的上下运动行程比较短,所以滚珠丝杠的成本并不是很高.

最后,再设计一套防护门,将整个加工空间封闭,实现全防护加工.

综上所述,本设计采取了较为先进的模块化设计思路,所设计的机床属于典型的五轴五联动的数控专用铣床,数控系统采用半闭环装置,加工精度高,机床刚性好,加工范围宽,机床稳定性好,既可联动实现分刀加工,又可联动进行小尺寸加工.更为重要的是,其经济性好,整机约需 80 万人民币,价格大大低于同规格国外进口设备,并且基本上弥补了现有加工弧面凸轮的数控铣床所具有的缺陷.

## 2.3 具体模块设计

### 2.3.1 床身结构设计

机床床身主要是用来支承其他机床零部件、保持它们的相互位置、承受各种作用力等.通常床身上附有导轨,所以床身还应保证其所支承的部件之间有正确的相互位置关系和相对运动轨迹.

本次设计将床身设计成如图 3 所示结构,使整个机床的结构看起来更加紧凑.考虑到机床工作台的 Z 方向运动,在参考普通卧式数控铣床相关尺寸的基础上,将其原来的立柱和主轴位置在结构上进行重新调整,将整个主轴的前端外伸.本次设计的立柱运动由 Z-X 工作台带动零件靠近或者远离立柱,这样当回转工作台带动零件向 Z 轴的负方向运行时,回转工作台的台面可以从主轴下方外伸处靠近立柱,从而增大了行程.另外,这种结构还可以使刀具的悬伸达到最小,从而有效的提高主轴的刚性.

床身内壁装有加强筋,以提高床身的刚度.加强筋设计在内壁上,可以减少局部变形和薄壁振动.另外,床身设计成底板、上下立柱结构,在满足机床刚性的情况下,铸造和加工工艺性大为提高.在床身中可适当采用环氧树脂粘结材料,以提高其固有频率和抗振性.

本次设计中,床身结构中均无较薄部分向较厚部分突然转换的过渡面,所有过渡都是圆角过渡,有效的降低了内应力.

对热变形的考虑,本次设计中主要采用散热结构和循环水冷却.床身内壁加装有散热片,并且采用循环水降低主要发热区域的温度.

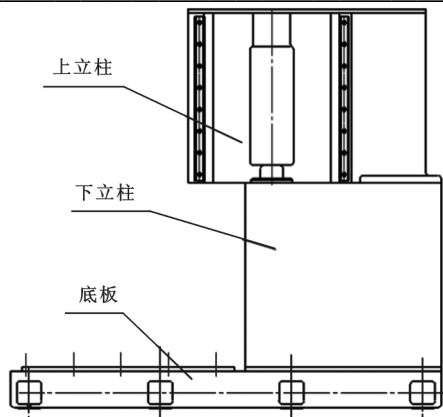


图 3 床身结构图

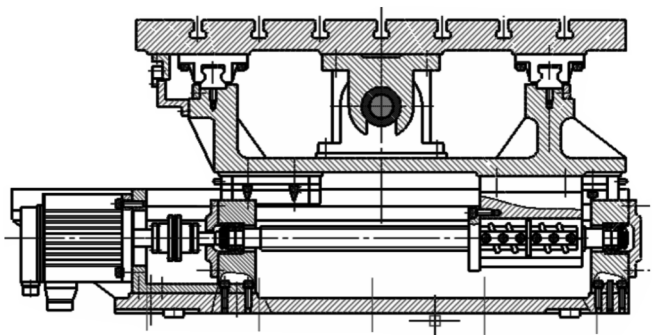


图 4 Z-X 工作台结构图

### 2.3.2 Z-X 工作台结构设计

工作台结构如图 4 所示. 工作台表面采用粗铣、精铣的加工方案.  $T$  形槽的尺寸及间距为  $125 \pm 0.1$ .  $T$  形槽用  $T$  形槽铣刀铣出, 两侧面的粗糙度为  $Ra3.2$ , 槽宽为  $18 + 0.027(H8)$ , 如图 5 所示.

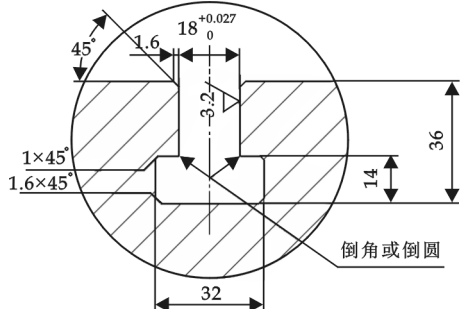


图 5  $T$  形槽结构图

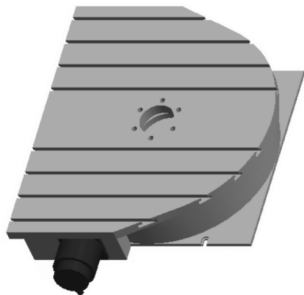


图 6 回转工作台外形图

### 2.3.3 数控回转工作台结构设计

数控回转工作台外形图如图 6 所示. 回转工作台设计成部分圆弧结构, 可以满足工件  $\pm 60^\circ$  的摆动角度, 另外, 还可增大 Z-X 工作台 Z 方向的行程, 更有效地缩短刀具的悬臂长度. 回转工作台的表面设计成  $T$ -型槽结构, 以便于其上安装数控分度头.

### 2.3.4 数控分度头、尾座

数控分度头和尾座在本次设计中不独立设计, 只需按照要求外购即可.

工作台总装图如图 7 所示.

### 2.3.5 主轴箱设计

主轴箱设计的关键是主轴部件的设计, 主轴部件是机床的重要部件之一, 它是机床的执行件, 作用是支承并带动刀具或工件旋转进行切削, 承受切削力和驱动力等载荷, 完成表面成形运动. 主轴部件的工作性能对整机性能和加工质量以及机床生产率有着直接影响, 是决定机床性能和技术经济指标的重要因素.

主轴的材料应根据载荷特点、耐磨性要求、热处理方法和热处理后变形情况进行选择. 普通机床主轴一般可选用中碳钢(如 45 钢), 调质处理后, 在主轴端部、锥孔、定心轴颈或定心锥面等部位进行局部高频淬硬, 以提高其耐磨性. 只有载荷大和有冲击时或精密机

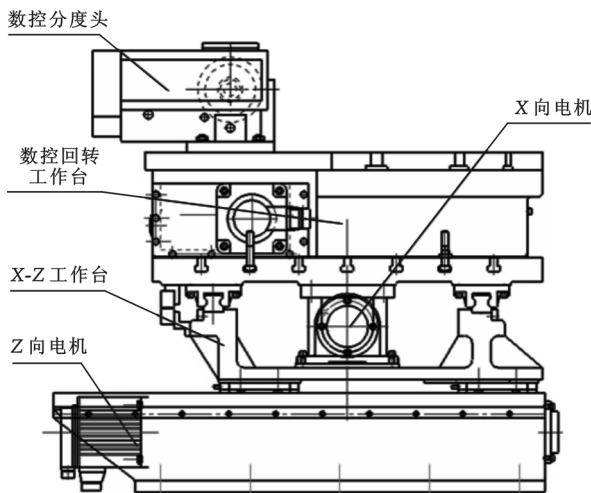


图 7 工作台部件总装图

床需要减小热处理后的变形时、或有其它特殊要求时,才考虑选用合金钢. 当支承为滑动轴承,则轴颈也需淬硬,以提高耐磨性.

主轴组件的结构如图 8 所示.

2.3.6 导轨的选用

本次主轴箱设计的导轨均为矩形块滑动导轨,两边导轨均淬火贴塑,还有一边导轨安装有镶条调整间隙.

贴塑导轨常用在导轨副的运动导轨上,以聚四氟乙烯为基体,加入青铜粉、二硫化钼和石墨等填充剂混合烧结,并作成软带状. 该软带使用工艺很简单,首先将导轨粘贴面加工至表面粗糙度  $Ra\ 3.2\sim1.6$ ,有时为了固定软带,将导轨粘贴面加工成  $0.5\sim1\text{ mm}$  深的凹槽(如图 9 所示),用汽油或者金属清洁剂或者丙酮清洗粘合面后用胶粘剂粘合,固化  $1\sim2\text{ h}$  后再合拢到配对的固定导轨或者专用夹具上,施加一定的压力,并在室温固化  $24\text{ h}$ ,取下清除余胶即可开油槽和进行精加工.

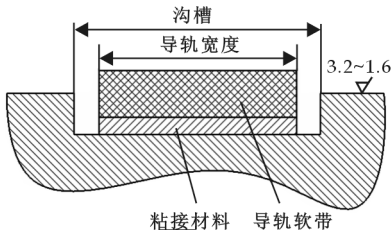


图 9 软带导轨粘合

本次设计的主轴箱导轨如图 10 所示.

2.3.7 控制系统的选型

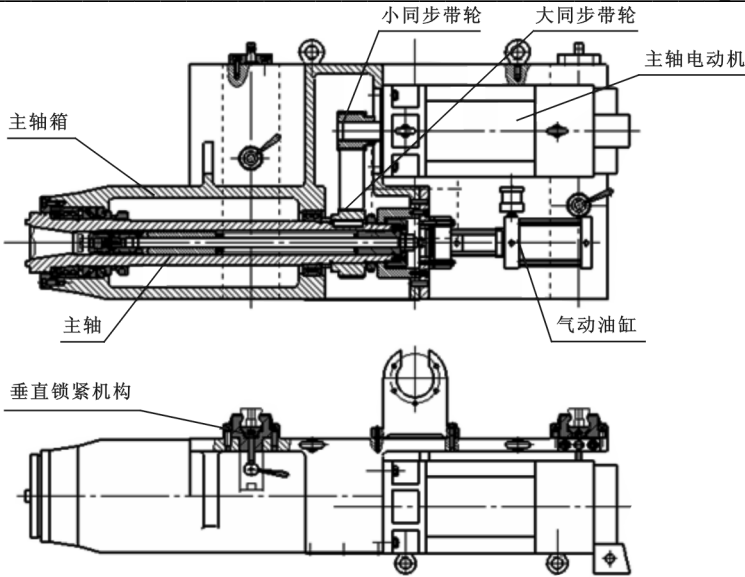


图 8 主轴组件的结构图

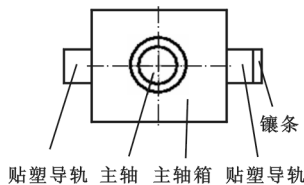


图 10 主轴箱导轨示意图

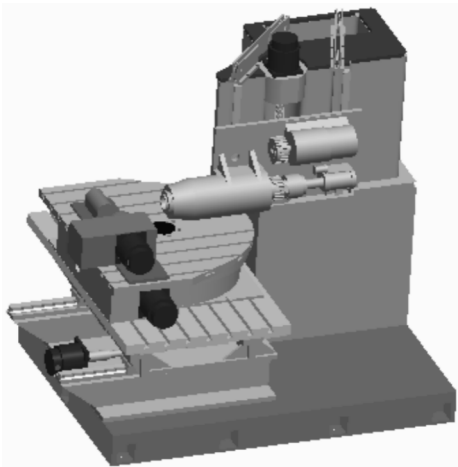


图 11 机床整体结构图

2.4 机床整体结构图

综上所述,本次设计的机床整体结构图如图 11 所示.

根据设计要求,本机床的控制系统应实现五坐标联动,同时整个系统应具有较好的经济性. 比较分析现有的资料后,选定 BEIJING-FANUC SERIES 0i 数控系统作为本机床的控制系统,此系统最大控制轴数为 6,若本机床用于实际生产中,对控制系统提出更高要求时可另行选择.

数控机床应能长期连续加工,其数控系统必须能够长期无故障连续运行. 为保证机床长期可靠地运行,数控系统必须有抵抗恶劣环境的高可靠运行特性. 常年的工作考验证明 BEIJING-FANUC 0 系统是最可靠的数控系统之一,它能在一般车间环境下运行,其工作场地的室温为  $0\sim45\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,相对湿度  $75\%$ ,短时可达  $95\%$ ,抗震为  $0.5\text{ g}$ ,电网电压波动为  $10\%\sim15\%$ ,经对使用中系统的实际统计,BEIJING-FANUC 0i 系统的故障率为  $0.008$ ,比较好地满足了我国市场的要求.

## 2.5 相关问题的解决方案

(1)首要考虑经济问题,电主轴的成本较高,本次设计采用传统数控主轴,主轴电动机初选为 FANUC AC 主轴电机系列;数控系统初步考虑国产采用 BEIJING FANUC 数控系统.由于采用模块化设计思路,大多数附件都要外购,因此应在广泛收集各种有关资料的前提下分析其价格性能比,进行合理选择.

(2)由于进行小尺寸联动时,主轴必须能上下调整,因此需设计一竖直放置的滚珠丝杠来实现.由于该丝杠不能自锁,故应考虑配重问题,初拟用链传动带动配重块或液压装置来实现,并仔细计算相关参数和合理设计结构.

(3)由于回转工作台的回转角度较大,故应充分考虑在运动过程中是否与立柱发生干涉的问题,同时应对回转工作台的右端距离回转中心的位置给予足够的重视.

(4)由于切削过程中切削力的作用,而且要保证加工时工件与回转工作台的最小中心距为 50 mm<sup>[5]</sup>,这样就使数控分度头部分必须位于回转工作台的后半部,数控分度头的中心无法落在回转工作台的中心附近,这将产生倾覆力矩.不过,由于结构设计的合理性,这一问题应该可以解决.

## 3 结束语

本铣床属于专用数控铣床,可满足各种弧面凸轮加工的要求,且具有加工精度高、加工质量稳定、生产率高、操作方便舒适的特点.考虑到整个机床的刚性以及大尺寸加工问题,并考虑到设计思想的合理性和科学性,本次设计采用卧式方案,只不过其中相关的技术难点在科学合理的结构设计时应予以足够的重视.

## 参考文献

- [1] 彭国勋,肖正扬.自动机械的凸轮机构设计[M].北京:机械工业出版社,1990.
- [2] 陈立群.NT-XK5001 专用数控立式铣床的研制、安装调试及其应用软件的开发[D].咸阳:西北轻工业学院硕士学位论文,1992.
- [3] 曹巨江,赵云龙.弧面凸轮加工专用数控铣床设计[J].制造技术与机床,2003,(12):26-27.
- [4] 赵云龙,刘向红,曹巨江.加工弧面凸轮专用数控铣床的研究开发[J].陕西科技大学学报,2003,(2):45-47.
- [5] 张贵钦.加工高精度弧面凸轮的 CNC 专用机床的研制—结构及数值分析[D].咸阳:西北轻工业学院硕士学位论文,1998.
- [6] 青木昌彦.模块时代:新产业结构的本质[M].上海:上海远东出版社,2003.

# MODULAR DESIGN FOR A NEW CNC MILLING MACHINE SPECIALIZING IN MACHINING THE ROLLER GEAR INDEXING CAM

LIU Xiang-hong<sup>1</sup>, CAO Ju-jiang<sup>2</sup>

(1. CNC Dept., Shaanxi Polytechnic Institute, Xianyang 712000, China; 2. School of Mechanical and Electrical Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** Focusing on present defects of CNC milling machine tools specializing in machining the roller gear indexing cam in China, based on the structures of CNC milling machines, adopting modular design thought, by analyzing and verifying, a new rational and scientific simultaneous five-axis movements of CNC milling machine specializing in machining the roller gear indexing cam is designed, which basically remedied the present defects in this field in China.

**Key words:** roller gear indexing cam; CNC milling machine; modularization; design project



\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0097-05

# HID 汽车前照灯的数学建模与仿真研究

史耀华, 史永胜, 张普雷  
(陕西科技大学电气与信息工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘要:**提出了一种高强度气体放电(HID)汽车前照灯的数学模型,该模型能够很好体现HID 灯的动态工作特性.分析了 HID 灯的工作特性以及目前成熟的理论模型,在此基础上扩展细分模型电子损耗并根据曲线拟合模型建立了 HID 灯的 SIMULINK 仿真模型,最后分别在 50 Hz、100 kHz 的工作频率下仿真并得出关键参数数据,与使用 90 W 高压钠灯(HPS)的实验结果相符.仿真和实验波形的一致性表明建立的 HID 灯动态工作模型是正确的.

**关键词:**高强度气体放电灯; 汽车照明; 动态模型; 曲线拟合

**中图法分类号:**TM923.32;TP391.9      **文献标识码:** B

## 0 引言

汽车前照灯中的光源经历了从白炽灯到卤钨灯的发展,随着对汽车低能耗、安全、舒适要求的进一步提高,比卤钨灯光效更高、寿命更长、显色性能更佳的气体放电光源 HID 灯应运而生.与一般照明用金属卤化物灯相比,汽车前照灯中的 HID 光源需要采用气体放电技术及由精密电子装置控制的微型电弧管,特别是要求灯能瞬时直接启动、瞬时点亮,并具有高可靠性<sup>[1-4]</sup>.

由于高强度气体放电灯是一个具有热惯性的非线性电阻元件,因此在一般的电路分析中通常将其看作是一个纯电阻元件,做稳态分析.通过研究高强度气体放电灯的 V-I 特性曲线可以看出,如图 1 所示,灯从启动到稳态是一个复杂的过程<sup>[5]</sup>,因此用一个纯电阻来代替灯本身在实际过程中会有较大误差,尤其是在启动过程中.因此本文以气体放电的理论 Francis 方程为基础,建立了合适的 HID 灯数学模型,并使用 MATLAB/SIMULINK 工具箱分别在高频和低频工作条件下对模型的正确性进行了仿真分析、对比,该模型及仿真方法对气体放电灯的研究和车灯照明系统的设计具有重要的参考价值.

## 1 HID 车灯数学模型的建立

从 1948 年 Francis 提出的著名假设以来,现有 HID 灯模型可分为 3 类:原理类模型、经验类模型和曲线拟合类模型.其中原理类模型<sup>[6]</sup>的基本原理是能量守恒定律,该模型需要的参数过于复杂,数学形式为多值函数或隐函数且难以求解,不能直观反映气体放电灯的电参数变化规律.经验类模型<sup>[7]</sup>是通过 HID 灯在工作过程中所表现出来的电压、电流、功率、频率等量的变化,建立灯的电阻(或电导)与这些参数的函数关系并获得数学模型.这种方法模型不精确,并且要解微分方程,计算量大,但模型针对性强,可以实现对声共振等特殊现象的建模与仿真,低压气体放电灯这类模型较多.下面主要说明曲线拟合类模型的建立过程.

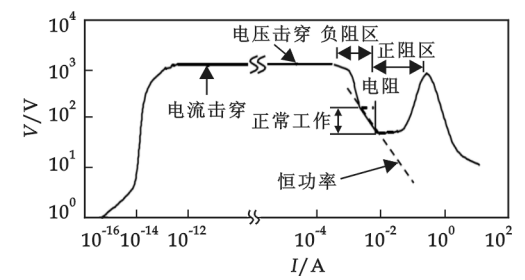


图 1 高强度气体放电灯的 V-I 特性曲线

\* 收稿日期:2009-11-19  
作者简介:史耀华(1986—),男,陕西省榆林市人,在读硕士生,研究方向:电力电子与电力传动

1.1 等效方程的导出

利用 Francis 方程<sup>[8]</sup>得到关于灯内电弧特性的一个近似方程：

$$\begin{cases} \frac{dn_e}{dt} = \bar{A}iu - \bar{B}n_e \\ G = \frac{i}{u} = Fn_e \end{cases}$$

(1)

其中,  $n_e$  表示电子密度,  $i$  是通过电弧的电流,  $u$  是两电极之间的电压,  $\bar{A}$ ,  $\bar{B}$  和  $F$  为未知参数. 式(1)说明电子产生速度与输入功率成比例, 损耗速率与电子密度  $n_e$  成比例, 电导  $G$  与电子密度  $n_e$  成比例. 这里认为放电在轴方向上是均匀的. 从式(1) 消去  $n_e$  可得：

$$\frac{1}{G} \frac{dG}{dt} = Au^2 - B$$

(2)

其中,  $A = \bar{A}F$ ,  $B = \bar{B}$ ,  $u$  和  $i$  是关于时间的函数. 选择合适的参数  $A$  和  $B$  就能使式(2) 与实验结果相符合, 但是对于不同工作频率, 模型参数不能兼容.

本文使用了 Francis 提出的基本假设, 但是在电子损耗方面进行了扩展细分, 即考虑到电子损耗两方面的因素: 电子复合的损耗和放电管壁上的损耗<sup>[9]</sup>. 管壁损耗可用  $\bar{B}n_e$  表示, 与式(1) 相同, 复合损耗可用与电子密度成指数关系的因素  $\bar{C}e^{\bar{D}n_e}$  表示. 使用指数形式能使模型更好地反映灯的频率特性并且能方便地使这种方法适用于其他类型灯的建模. 考虑到这个新的影响因素便可得到一个新的方程：

$$\begin{cases} \frac{dn_e}{dt} = \bar{A}iu - \bar{B}n_e - \bar{C}e^{\bar{D}n_e} \\ G = \frac{i}{u} = Fn_e \end{cases}$$

(3)

其中,  $\bar{A}$ ,  $\bar{B}$ ,  $\bar{C}$ ,  $\bar{D}$  和  $F$  为未知参数. 从式(3) 消去  $n_e$  得到  $G$  的最终表达式：

$$\frac{dG}{dt} = A \frac{i^2}{G} - BG - Ce^{DG}$$

(4)

在 SIMULINK 建立模型仿真过程中, 为避免出现数值不稳定的现象而使仿真难以实现, 将上式等价变形得：

$$G \frac{dG}{dt} = Ai^2 - BG^2 - CGe^{DG}$$

(5)

表 1 模型参数

| A   | B     | C   | D |
|-----|-------|-----|---|
| 0.5 | 3 190 | 1.5 | 1 |

其中,  $A = \bar{A}F$ ,  $B = \bar{B}$ ,  $C = \bar{C}F$ ,  $D = \bar{D}/F$ . 这些参数取决于灯的类型, 并可使用灯的实验数据通过数学逼近方法获得. 本文在上式中所采用的各参数数据如表 1 所示.

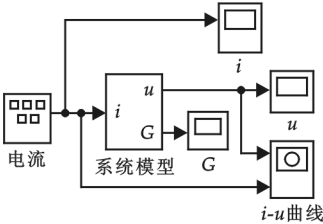


图 2 模型模块

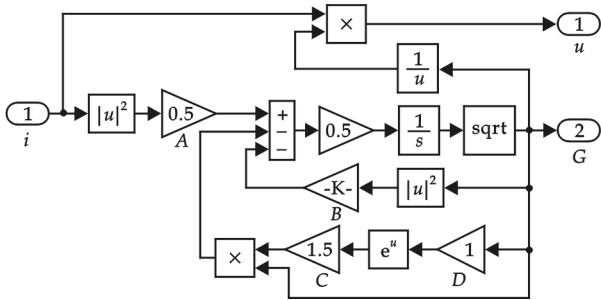


图 3 模块内部结构

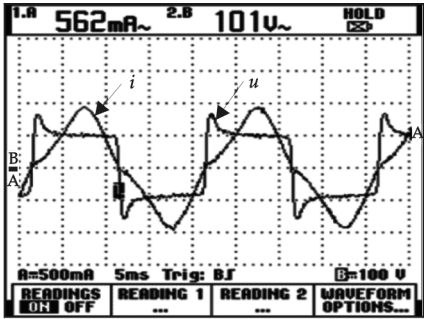
1.2 SIMULINK 仿真模型建立

利用式(5), 通过 MATLAB 软件下的 SIMULINK 仿真平台<sup>[10]</sup>, 建立气体放电灯模型. 模型模块如图 2 所示, 用子系统模块 Subsystem 来表示, 信号输入为灯电流, 模块的输出为电导  $G$  和电压  $U$ . 系统仿真参

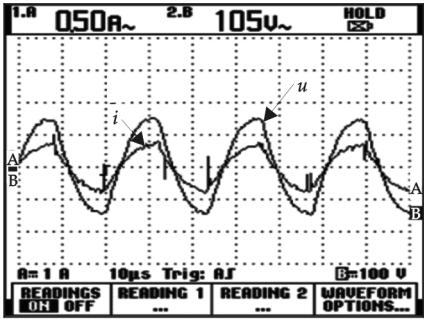
数设置为定步长、ode5-Dormand-Prince 算法,步长大小根据工作频率设置. 子系统模块 Subsystem 的内部结构如图 3 所示,模型参数如表 1 所示.

2 实验及仿真分析

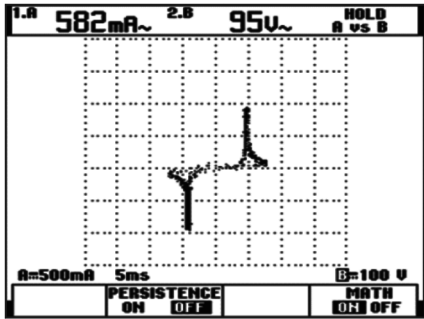
用 90 W 钠灯分别配接电感镇流器和数字镇流器,测得稳态工作时的电压、电流波形及  $i-u$  特性如图 4 所示. 配接电感镇流器时开关频率为低频 50 Hz,配接数字镇流器时开关频率为高频 100 kHz.



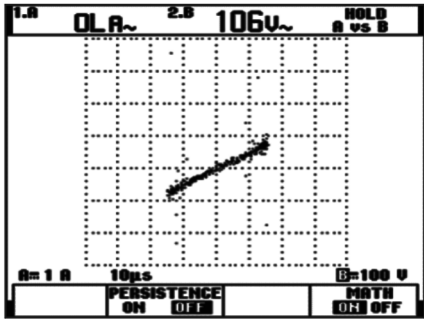
(a) 配接电感镇流器的电压电流波形



(b) 配接数字镇流器的电压电流波形



(c) 配接电感镇流器的  $i-u$  波形(横坐标  $u$ , 纵坐标  $i$ )

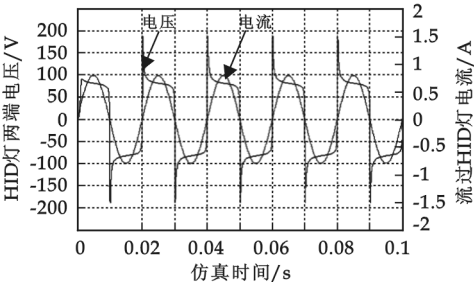


(d) 配接数字镇流器的  $i-u$  波形(横坐标  $u$ , 纵坐标  $i$ )

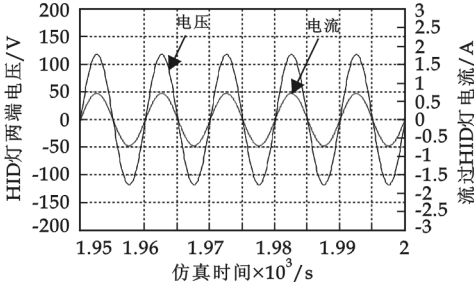
图 4 90 W 钠灯实验波形

图 4(a)为配接电感镇流器(低频 50 Hz)的电压电流实验波形,可以看到电压波形为方波,并且有周期性的电压尖峰. 图 4(b)为配接数字镇流器(高频 100 kHz)的电压电流实验波形,当频率足够高时,电压波形接近正弦. 与  $u-t$ 、 $i-t$  波形相比,  $i-u$  波形更有意义,从图 4(c)可以看出在低频时波形出现典型的滞后特性,电压与电流呈非线性关系. 而在高频时的电阻特性是广为人知的线性关系,如图 4(d)所示,是一条固定斜率的直线.

下面用模型仿真波形与上述实验波形对比,来说明建立的模型的正确性. 图 5(a)为低频下(50 Hz)的电压电流仿真波形,由图可见,仿真电压波形与实验电压波形一样为方波,周期性的电压尖峰在模型中得以体现,而电压尖峰的最大值受(5)式中参数  $C$  控制,当这个参数变大时,电压尖峰将会随之增大而电压波形的形状及电流峰对应的电压值保持不变.



(a) 低频下的电压电流仿真波形



(b) 高频下的电压电流仿真波形

图 5 低频、高频下的电压电流仿真波形

电流作为模型的输入,使用的是一个有效值与灯电流实际有效值相近的正弦波形,由于 HID 镇流器中功率因数校正电路的存在,电流在低频时谐波很小,而高频时电流接近正弦.

图 5(b)为高频下(100 kHz)的电压电流仿真波形,电压尖峰消失,电压波形接近正弦,钠灯呈电阻特性,与实验相符.图 6 为低频和高频的  $i-u$  仿真波形.与实际波形相比较,我们可以发现低频的  $i-u$  仿真波形为实际波形的合理的近似.更详细地分析实际  $i-u$  波形,我们可观察到,灯电压首先达到最大值,然后随着电流极值的接近而逐渐减小.当电流达到极值时,电压先增加一定值,然后电压尖峰在反方向产生.这些特性并没有完全在模型中体现出来,但是图 6(a)可以表现出电流达到峰值之后电压减小的特性.

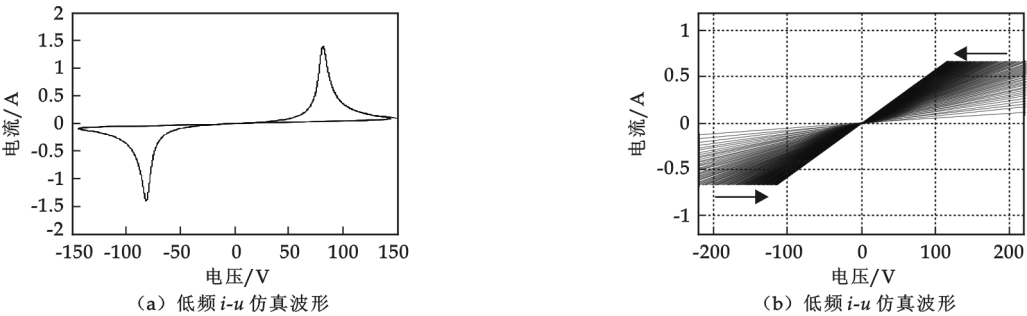


图 6 低频、高频  $i-u$  仿真波形

从图 6(b)中可以看出,高频  $i-u$  波形与实验波形有所不同,由于系统开始时并不稳定, $i-u$  直线束随着时间沿图中箭头方向移动,大概 2.5 ms 后稳定,稳定后的结果与实验符合.最后,模型在低频和高频的电导仿真波形分别如图 8 所示.低频时电导跟随输入电流而变化,而当频率提高时,如图 7(b)所示,与实验波形相同,电导近似为一个常数,电导值约为 0.006.

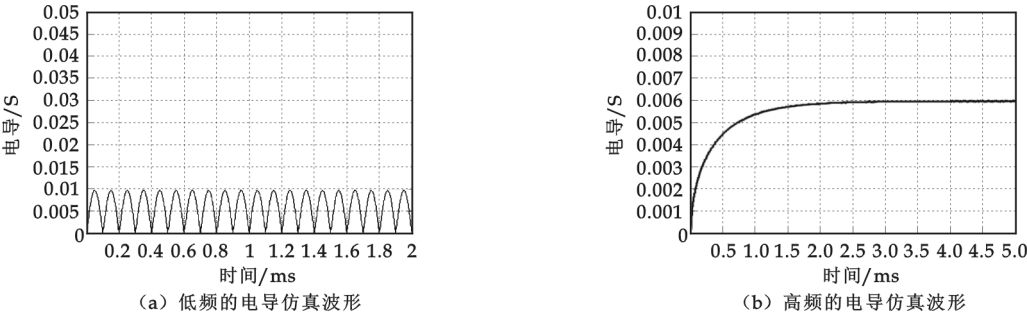


图 7 低频、高频的电导仿真波形

实验和仿真的结果如表 2 所示,从表中可以看到模型与实际测试结果在 50、100 Hz 情况下都有很好的一致性,电压误差在 5%之内,灯电导误差在 20%之内,这可能是由于实验环境及模型参数近似所致.对于不同灯的类型,通过少量实验就可以通过数学逼近得到对应模型的参数.

表 2 仿真结果数据对比

|        | 仿真    | 实验    | 单位 |
|--------|-------|-------|----|
| 50 Hz  |       |       |    |
| 灯电流/ms | 0.56  | 0.56  | A  |
| 灯电压/ms | 98    | 101   | V  |
| 100 Hz |       |       |    |
| 灯电流/ms | 0.6   | 0.5   | A  |
| 灯电压/ms | 99    | 105   | V  |
| 等效电导   | 0.006 | 0.005 | S  |

3 结束语

由实验和仿真结果可见,采用曲线拟合建立的 HID 车灯模型与传统模型相比在电子损耗方面做了详细的分类拓展,该模型可以很好地模拟高强度气体放电灯在高低频时的工作状态.作者分别在 50 Hz 和 100 kHz 的条件下进行了实验仿真,得到了其电压、电流、电导及  $i-u$  关系波形,通过和 90 W 高压钠灯实验波形的对比,验证了该模型的正确性,该模型对 HID 车灯照明系统的设计具有一定的参考价值.

## 参考文献

- [1] 徐殿国,王议锋,张相军,等. 照明电子技术发展现状[J]. 照明工程学报, 2007, 18(4): 60-69.
- [2] Paul K C, Takemura T, Hiramoto T, *et al.* Self-consistent model of HID lamp for design applications[J]. IEEE Transactions on Plasma Science, 2006, 34 (4): 1 536-1 547.
- [3] E. L. Laskowski, J. F. Donoghue. A Model of a Mercury arc lamp's Terminal V-I Behavior[M]. IEEE Trans. Ind. Appl., 1981, 17 (4): 419-426.
- [4] 王海鸥, 李广安, 王宗进. 汽车前照灯中的 HID 光源[J]. 汽车技术, 2006, (9): 21-24.
- [5] 毛兴武, 祝大卫. 电子镇流器原理与制作[M]. 北京: 人民邮电出版社, 1999.
- [6] Moshe Shvartsas, Sam Ben-Yaakov. A SPICE compatible model of high intensity discharge lamps[A]. Power Electronics Specialists Conference PESC 99 30th Annual IEEE[C]. 1999; 1 037-1 042.
- [7] Wei Yan, Hui S Y R. A universal pspace model for HID lamps[J]. Transactions on Industry Applications, 2005, (3): 1 594-1 602.
- [8] V. J. Francis, Fundamentals of Discharge Tube Circuits[M]. London: Methuen and Co. LTD, 1948: 39-48.
- [9] J. C. Anton. An equivalent conductance model for high intensity discharge lamps[A]. IEEE Industry Applications Society-Annual Meeting, 2002, 2: 1 494-1 498.
- [10] 周渊深. 电力电子技术与 MATLAB 仿真[M]. 北京: 中国电力出版社, 2005.

## MATHEMATICAL MODELING AND SIMULATION OF HID HEADLIGHT OF AUTOMOBILE

SHI Yao-hua, SHI Yong-sheng, ZHANG Pu-lei

(School of Electrical and Information Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** A mathematical model of high-intensity discharge (HID) headlight of automobile is proposed in this paper, and the model can reflect the dynamics characteristics of HID lamps well. The current mature theoretical model and operating characteristics of HID lamps are analyzed, then the HID lamps SIMULINK model is established based on the curve fitting model. Finally, the key parameters of the simulation results at 50 Hz, 100 kHz show a good agreement with experimental data of 90 W high pressure sodium (HPS). The consistency of simulation and experimental waveforms shows the dynamic model of HID lamps is correct.

**Key words:** high-intensity discharge lamp; automobile lighting; dynamic model; curve fitting

(上接第 83 页)

## STUDY ON THE SECOND-ORDER CYCLIC SPECTRUM SLICES AND ITS APPLICATION IN MECHANISM FAULT DIAGNOSIS

DU Xiao-shan<sup>1</sup>, DONG Hong-bo<sup>1</sup>, LIANG Chun-miao<sup>1</sup>, LI Bin<sup>2</sup>

(1. Xi'an Branch of China Coal Research Institute, Xi'an 710054, China; 2. Mechanical Engineering School, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

**Abstract:** In order to analyze manifold signal information characters by using the second-order cyclic spectrum slice, this paper has a study on the second-order cyclic correlation-envelope spectrum correlation characters and discovers the relationship between cyclic-frequency and general frequency. Moreover, this paper also presents the differentiate method for identifying modulation information, independence-frequency information and frequency-mixing information. The method has been used for early fault diagnosis of ropeway driving machine, the result shows that the slice method can identify signal's information character, extract weak signals, and carry out early fault diagnosis efficiently.

**Key words:** cyclostationary signal; slice; frequency mixing information; fault diagnosis; early fault

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0102-04

# 一种基于图像处理的车辆外形参数提取方法研究

杨建华, 于小宁, 郎宝华

(西安工业大学电子信息工程学院, 陕西 西安 710032)

**摘要:**针对传统车辆检测器的缺点,提出了一种基于图像处理技术的车辆外形参数提取方法,通过对车辆图像的预处理以及阈值分割将其转化为二值图像,依据处理后的车辆图像设计车辆外形参数提取算法并计算车辆的长、宽、高,最后引入误差函数,对算法进行了误差校正,实验结果表明所提出的方法达到了较理想的效果。

**关键词:**智能交通; 图像处理; 车辆图像; 参数计算

**中图法分类号:**TP391.44      **文献标识码:**A

## 0 引言

随着我国经济的迅猛发展,城市中各种机动车保有量迅速增加,交通管理效率迫切需提高,智能交通因此而发展起来,而且成为未来交通系统发展的方向<sup>[1,2]</sup>. 在智能交通系统中,车型识别在全自动收费系统、交通流量统计和交通监控中起着关键的指导作用<sup>[3,4]</sup>. 车辆外形参数是实现车型识别的一种重要依据与判别尺度. 随着车型识别技术的市场需求,车辆外形参数提取的研究也在同步发展.

由于传统车辆检测器如电磁感应线圈存在诸多缺点,如破坏路面、获取参数单一等,使其发展受到了限制,人们不断提出新的替代方案<sup>[5-8]</sup>. 随着图像处理技术的迅速发展,基于图像处理的车辆检测技术已成为一种具有很大发展潜力的新方法<sup>[9]</sup>. 本文利用效率高的图像处理方法对视频车辆检测器获得的车辆静态图像进行了处理,并设计算法提取车辆的几何特征参数.

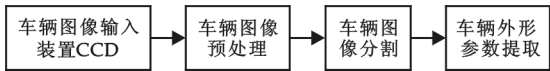


图 1 视频车辆外形参数提取系统原理图

### 1 视频车辆外形参数提取系统原理

视频车辆外型参数提取系统原理如图 1 所示.

当传感器检测到汽车进入摄像机视野时,传感器控制摄像机对运动车辆进行图像帧摄取,然后对采集的图像进行图像恢复、图像平滑、对比度增强一系列预处理,预处理后为了便于参数提取,进一步进行图像分割将其转化为二值图像,最后设计算法进行车辆外型参数提取.

## 2 图像处理

### 2.1 图像恢复

由于汽车与摄像机之间的相对运动,往往使图像模糊,因此本文采用以下算法快速去除模糊,恢复图像.

假设汽车图像为  $f(x, y)$ , 汽车在  $z$  方向上作匀速直线运动,总的位移量为  $a$ ,总运动时间为  $T$ ,则模糊后图像任意点的值为:

\* 收稿日期:2009-11-17

作者简介:杨建华(1980—),男,陕西省延川县人,助教,硕士,研究方向:信号与信息处理



$$g(x,y)=\sum_{t=0}^{T-1}f[x-\frac{at}{T},y]\cdot\Delta t \tag{1}$$

此为图像的模糊模型,图像的恢复公式为:

$$f(x,y)\approx A-m\left\{ \left[ g[(x-ma),y]-g[(x-ma-1),y] \right] / \Delta x \right\} + \sum_{k=0}^m \left\{ \left[ g[(x-ka),y]-g[(x-ka-1),y] \right] / \Delta x \right\} \tag{2}$$

式中: $m$  为  $x/a$  的整数部分; $A$  为一常数,当  $k$  很大时,接近  $f(\cdot)$  的均值.

2.2 图像平滑

为了取得清晰的车辆外观,需要对恢复以后的图像进行平滑,常用的图像平滑方法有移动平均法和中值滤波法(如图 2、图 3 所示),中值滤波能在保持车辆轮廓清晰的同时去除背景中的干扰<sup>[10]</sup>,本文实验选取不同大小的矩形模板滤波器对图像进行中值滤波,步骤如下:

- (1)选取模板大小分别为  $3\times3,5\times5,7\times7$ ,结果表明模板为  $7\times7$  时滤波效果较理想.
- (2)使模板在差分图像中的每个像素上移动,并使模板中心与该像素位置重合.
- (3)读取模板对应下各个像素的灰度值,并对其排序.
- (4)取排序后的中间值,将其赋值给模板中心的像素.

2.3 增强对比度

对比度的增强原理是将过于集中的灰度值分散,使背景与对象物之间的灰度差扩大<sup>[10]</sup>. 这里我们采用自动增强对比度的方法,即把灰度直方图的灰度范围从  $[a,b]$  扩大为  $[a',b']$ ,这种灰度变换可由下式进行:

$$z'=\frac{(b'-a')}{(b-a)}\times(z-a)+a' \tag{3}$$

由图 4 可见,变换前的图像灰度最小值  $a$ 、最大值  $b$  分别变成了  $a'$ 、 $b'$ ,而任意值  $z$  被变换成  $z'$ . 当把式(3)中的变量  $a$ 、 $b$  作为原图像灰度值的最小值和最大值,把变量  $a'$ 、 $b'$  当作帧存储区所处理灰度的最小值(0)和最大值(255)时,则可从原图像经自动的对比度增强得到处理后的图像,如图 5 所示,把较暗的部分变得更暗,把较亮的部分变得更亮,很好地保存了边缘信息,利于我们确定阈值,提取图像中的物体.

2.4 图像分割

预处理后的图像还不能容易地进行车辆特征参数提取,图像中有车辆和道路,我们只想把车辆图像提取出来. 首先应着眼于车辆的亮度、颜色和形状特点等差异,可以有很多种处理方法,本文采用去除道路路面阈值范围的方法来提取汽车图像,经过分割汽车目标更为简明,便于参数提取.

由道路的灰度直方图图 6 可以看出,道路路面的阈值范围大约是  $70\sim110$ ,灰度在此范围内的像素占总像素数的  $98.5\%$ .

考虑到汽车颜色的多样性,其可能比道路颜色浅,也可能比道路颜色深,本文去除道路路面阈值范围,基本原理是:



图 2 图像平滑  
(移动平均法)



图 3 图像平滑  
( $7\times7$  中值滤波)

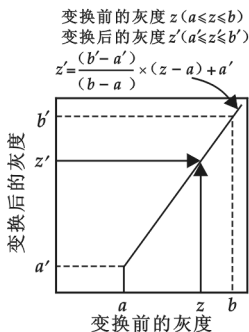


图 4 灰度变换曲线



图 5 自动增强对比度后的图像



$$g(x,y)=\begin{cases} \text{HIGH} & \text{其他情况} \\ \text{LOW} & t_1 \leq f(x,y) \leq t_2 \end{cases} \tag{4}$$

式中  $t_1=70, t_2=110$ , 通过上式的处理, 由图 7 可以看出图像经过阈值分割后目标物体与背景完全分离, 车辆图像转化为二值图像, 车身对象被置为“1”, 其他置为“0”, 极大地方便了后期参数提取。

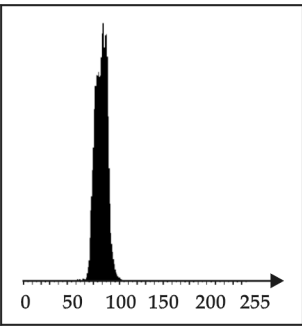


图 6 路面灰度直方图



图 7 阈值分割后的图像

3 车辆特征参数提取

利用车辆图像中边缘的特征信息(像素点坐标), 计算出车辆图像中各个参数之间的像素差, 根据图像采集设备的标定参数求得图片中二维参数与车辆实际尺寸之间的比例关系  $K$ , 以此来计算车辆图片中车辆的实际车长、车宽与车高, 具体做法如下:

根据上文的图像处理算法, 得到一副边界明晰的车辆二值图, 我们采用在横纵方向上进行图

像像素点扫描的方法取得长度、宽度特征的像素值. 对于二值图像, 每个像素点只有 0 和 1 两种可能值, 例如对车辆宽度像素点, 先从左向右进行逐列扫描, 当扫描到第一个二值变化像素点时将其坐标值  $(x_a, y_a)$  记下来; 同时也从右向左进行逐列扫描, 同样记住首个二值变化的像素点坐标  $(x_b, y_b)$ , 这样就可以得到二值图中最左、最右、最下和最上端像素点, 其坐标分别为  $(x_a, y_a)$ 、 $(x_b, y_b)$ 、 $(x_c, y_c)$ 、 $(x_d, y_d)$ . 车道宽度为固定值 3 750 mm, 我们拍摄的车辆图片宽度为 200 px(像素), 据此可以得到一个对应的比例关系:

$$K=\frac{L_d}{l_d}=\frac{3\,750\,\text{mm}}{200\,\text{px}}=18.75\,\text{mm/px}$$

车辆长度计算公式:

$$L=K\times\left|\left(\frac{y_a+y_b}{2}-y_d\right)\right| \tag{5}$$

车辆宽度计算公式:

$$W=K\times|x_b-x_a| \tag{6}$$

由车辆侧视图的上下端坐标  $(x_c, y_c)$ 、 $(x_d, y_d)$  得到车辆高度计算公式:

$$H=K\times|(y_d-y_c)| \tag{7}$$

4 实验结果与分析

表 1 是实验中选取的部分实际参数以及提取的误差值, 发现有些误差是不可被忽略的。

表 1 车辆实际参数与误差

| 序号 | 图片名称          | 车辆实际参数 |       |       | 提取误差值  |         |         |
|----|---------------|--------|-------|-------|--------|---------|---------|
|    |               | $L$    | $W$   | $H$   | $e_L$  | $e_W$   | $e_H$   |
| 1  | DSC00126. bmp | 11 980 | 2 550 | 3 750 | 438.75 | -221.25 | -164.65 |
| 2  | DSC00129. bmp | 5 300  | 1 700 | 2 400 | 57.50  | -25.00  | -97.52  |
| 3  | DSC00137. bmp | 5 280  | 1 900 | 2 190 | -30.00 | -362.50 | -195.27 |
| 4  | DSC00142. bmp | 4 600  | 1 750 | 1 430 | -80.00 | -87.50  | -29.22  |
| 5  | DSC00143. bmp | 4 600  | 1 750 | 1 430 | 66.25  | -181.25 | 153.18  |
| 6  | DSC00150. bmp | 5 200  | 2 000 | 1 550 | 92.50  | -81.25  | 6.59    |

误差产生的原因主要有: (1) 车辆车头部分形状不规则; (2) 光照不均产生的车辆阴影; (3) 雨雪天气对道路明暗度的改变. 针对以上问题, 根据长度误差拟合曲线, 在参数提取公式中引入误差函数, 得到误差校正后的长度公式:

$$L=K\times\left|\frac{y_a+y_b}{2}-y_d\right|+e_L \tag{8}$$

其中:  $e_L=0.004\,6\left(\frac{y_a+y_b}{2}-y_d\right)^2-3.698\,4\left(\frac{y_a+y_b}{2}-y_d\right)+7\,326\,170$

同理可以得到误差校正后的宽度公式:

$$W=K\times|x_b-x_a|+e_w$$

(9)

其中: $e_w=-0.001\ 2(x_b-x_a)^2-6.832\ 7(x_b-x_a)+640.426\ 1$ .

误差校正后的高度公式:

$$H=K\times|(y_d-y_c)|+e_H$$

(10)

其中: $e_H=0.059\ 9(y_c-\frac{y_a+y_b}{2})^2-10.159\ 1(y_c-\frac{y_a+y_b}{2})+389.907\ 4$ .

表 2 误差校正后的车辆实际参数与误差

| 序号 | 图片名称          | 车辆实际参数 |       |       | 提取误差值   |          |          |
|----|---------------|--------|-------|-------|---------|----------|----------|
|    |               | $L$    | $W$   | $H$   | $e_L$   | $e_w$    | $e_H$    |
| 1  | DSC00126. bmp | 11 980 | 2 550 | 3 750 | 231. 75 | -145. 25 | -101. 65 |
| 2  | DSC00129. bmp | 5 300  | 1 700 | 2 400 | 52. 30  | -29. 00  | -77. 52  |
| 3  | DSC00137. bmp | 5 280  | 1 900 | 2 190 | -31. 00 | -162. 50 | -111. 27 |
| 4  | DSC00142. bmp | 4 600  | 1 750 | 1 430 | -42. 00 | -88. 50  | -25. 22  |
| 5  | DSC00143. bmp | 4 600  | 1 750 | 1 430 | 39. 25  | -81. 25  | 73. 18   |
| 6  | DSC00150. bmp | 5 200  | 2 000 | 1 550 | 72. 50  | -73. 25  | 8. 59    |

从表 2 可以看出,经过误差校正后参数提取的误差明显减小,取得了比较理想的效果.

5 结束语

本文通过设计合适的图像处理算法,对采集的车辆图像进行一系列处理,得到容易识别的车辆二值图像,并针对二值车辆图像设计车辆特征参数提取算法,计算车辆的实际参数长、宽、高,实验效果理想,对今后基于视频检测的车型识别具有一定的指导意义.

参考文献

[1] 李庆华,李 峰,陆 郡.一种基于支持矢量机的交叉路口车型分类方法及流量参数的提取[J].中国图象图形学报,2008;13(4):74-28.

[2] 杜宇人,高浩军.基于车辆轮廓定位匹配的车型识别方法[J].扬州大学学报(自然科学版),2007,10(2):62-65.

[3] 娄 莉,党瑞荣.基于智能图像处理技术的车型识别[J].微电子学与计算机,2006,23 (6):71-73.

[4] 范伊红,李 敏,张 元.相关向量机在车型识别中的应用研究[J].计算机工程与设计,2008,29(6):52-56.

[5] Hontani H. Koga T. Character extraction method without prior knowledge on size and position information[C]. Vehicle/Electronics Conference. Proceedings of the IEEE International,2001:67.

[6] 陈 强,李 江,王双维,等.基于 AR 模型的车型自动分类技术[J].吉林大学学报(工学版),2007,37(2):325-328.

[7] 袁志勇,查桂峰,陈绵云,等.基于反对称小波的车型识别研究[J].武汉大学学报(信息科学版),2005,30(6):561-563.

[8] 刘立程.改进的基于形态学梯度法的车辆图像边缘检测方法[J].广东工业大学学报,2007,24(2):33-37.

[9] 刘 兴,刘庆祥.图像分割技术在车牌识别系统中的应用[J].信息技术,2005(7):85-86.

[10] 蓝章礼,李益才,李艾星.数字图像处理与图像通信[M].北京:清华大学出版社,2009.

A METHOD FOR OBTAINING VEHICLE SHAPE PARAMETER  
BASED ON IMAGE PROCESSING

YANG Jian-hua, YU Xiao-ning, LANG Bao-hua

(School of Electronic Information Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710032, China)

**Abstract:**In allusion to shortcomings of conventional vehicle detector, a method based on image processing is proposed which is used to obtain vehicle shape parameter. Through preprocessing and threshold segmentation, vehicle image is translated into binary image. According as vehicle image which is processed, a arithmetic used to obtain vehicle shape parameter is designed to compute the length, width and height of vehicle. Finally, error function is introduce to revise error. The experimental result is perfect.

**Key words:**intelligent transportation; image processing; vehicle image; parameter compute

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0106-03

# 基于 PC 的开放式数控系统 NC 代码编译系统的研究

陈婵娟, 高 帅, 胡伟前

(陕西科技大学机电工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**论述了数控系统 NC 代码编译技术的发展现状,通过对 NC 代码程序规则的分析,围绕 NC 代码编译模块的实现问题,着重阐述了 NC 代码词法、语法识别的方法和编译模块的设计过程.

**关键词:**开放式数控系统; NC 代码; Visual C++

**中图法分类号:**TP273

**文献标识码:**A

## 0 引言

目前,基于“PC+运动控制器”的开放式数控系统得到了广泛的应用.由于 PC 的通用性、开放性及各种接口、协议的透明与稳定,许多厂家开始生产专门的基于 PC 的运动控制器.这些运动控制器遵循标准的 PC 总线,如 ISA、PCI 等,提供各种库函数、动态链接库等作为与应用程序的接口.在通用 PC 平台上,用户只需要选择适合自己需要的运动控制器,使用通用的编程语言和运动控制器提供的 API,就可以构建十分个性的数控系统.如何使构建的数控系统适应面广、功能强,具有功能完善的 NC 代码编译系统是一个很重要的因素,值得研究和探讨.

## 1 NC 代码编译技术的发展现状

目前,NC 代码编译器已有许多类型,按其使用范围的不同可分为以下几种<sup>[1]</sup>:

(1)专用 NC 代码编译器.只能对专门的数控系统进行提取代码信息的处理,不能用于其他数控系统.其数控加工程序的信息比较全面,但适用性差.

(2)通用 NC 代码编译器.可对不同类型数控系统的数控加工程序进行识别并提取代码信息的处理.其适用范围广,但对各种数控系统代码程序之间存在的差异性可能造成部分重要信息遗失.随着数控系统所在的 CAD/CAM 系统实现集成化的需要,通用 NC 代码编译器逐渐成为 NC 代码编译器的发展趋势.

(3)介于专用与通用之间的 NC 代码编译器.其在一定程度上保证特定的数控系统加工信息不遗失的前提下,能够对多种数控系统的加工程序进行处理,它实质上兼顾前两种编译器的优点<sup>[2]</sup>.

国外对 NC 代码编译器实现技术的研究已经比较成熟,例如作为 Master cam 的仿真部分 N-See 系统的代码编译程序实现了对包括 FANUC 系统在内的多种数控系统的零件加工程序的处理,其编译运行速度快且编译效果好.我国在这方面的研究虽起步较晚,近年来也取得了较大进展,主要问题集中在实现 NC 代码编译系统通用性、提高编译效率和翻译代码准确性等方面.

## 2 NC 代码程序规则

编译系统的查错功能为代码翻译功能的实现提供了基础,查错的依据是规则,而各种数控系统都具有

\* 收稿日期:2009-12-04

作者简介:陈婵娟(1961—),女,陕西省兴平市人,教授,硕士生导师,研究方向:数控技术、控制工程  
基金项目:西安市科技局工业应用技术研发项目(项目编号:CXY08015(2))

一些共同规则,如词法规则、语法规则等<sup>[2]</sup>。

(1)词法规则:指令代码必须是该系统指令集中规定的;G、M、S、T 等指令后面的数值中不能出现负号、小数点或非数字等;

(2)语法规则:(a)在圆弧插补状态下,圆心坐标或半径值不可缺;(b)主程序必须以 M05 结束;(c)程序段号必须位于段首;(d)同一个程序段内不能重复指定相同的地址或代码等等。

### 3 NC 代码编译模块的设计<sup>[2-4]</sup>

以 Windows XP 为平台,Visual C++ 和 MFC 为开发工具,针对常用 G、M 等功能字组成的 NC 代码程序进行格式扫描与词法、语法识别的算法,编制界面友好的 NC 代码编译软件模块。

#### 3.1 零件加工程序的输入

数控加工程序以 \*.TXT 文本文件的形式存放在硬盘的文件中,必须把它读入内存中才能进行进一步的处理。首先程序通过调用 open 函数以读写方式打开一个文本文件;之后使用 Read 语句每次读入一行 NC 程序到一个 strGCode 中;再把这个储存有一行 NC 程序信息的 strGCode 加入到 CCheckError 类的 EDIT\_GCODE 中。循环进行这个过程,直到文件结束。这样,整个 NC 程序就被按行读入到 CCheckError 类的对象编辑框中。

#### 3.2 NC 代码错误检查

##### 3.2.1 NC 代码词法检查

词法检查所要完成的主要任务是对零件的加工程序中的各地址符进行检查,尤其是 G 功能字和 M 功能字的检查;鉴别它们是否符合数控系统的 G、M 功能库,若发现不合词法规则时,则指出错误所在。通过在 CCheckError 类中定义 IsThereChar(char \* strword,int linenum)函数和 LexicalParser(char \* ,CString ,int )函数来检查是否存在非法地址符、G 代码和 M 代码是否符合数控系统的代码规定。

##### 3.2.2 NC 代码语法检查

数控加工程序经过编译系统词法检查无误后,就要对其进行语法规则检查,以判断 NC 程序是否符合数控系统的语法规则,发现不合语法时,指出错误所在。如:G90 和 G91 两个功能字在同一程序段中不能同时存在;同一模态组的功能字不能在同一程序段中同时出现;G00 功能字和 F 功能字不能在同一程序段中同时出现;G00、G01、G02/G03 等 G 功能字是否缺少正确匹配的尺寸字;X、Y、Z、R 等地址符后的数字是否超出数控系统规定的量程等等。通过在 CcheckError 类中定义 BOOL SyntaxParser(CString strline,int linenum) 函数来进行语法检查。程序实现说明如下:

```
BOOL CCheckError::SyntaxParser(CString strline,int linenum)
{
    BOOL flag=true;
    CString strError;//存放错误信息
    CString strWordOrder;
    if(strline.Find("G00")!= -1&&strline.Find("F")!= -1)
    {
        strError.Format("(语法错误)第 %d 行,tG00 功能字和 F 功能字不能在一程序段中同时出现",linenum+1);
        m_ErrorInformationList.AddTail(strError);
        m_ErrorTotal++;
        flag=false;
    }
    if((strline.Find("G00")!= -1&&strline.Find("G01")!= -1))
    {
        .....
    }
```



图 1 给定例程编译结果错误信息显示窗口

首先,在 CcheckError 类定义中定义 CStringList m\_ErrorInformationList(存放错误信息链表)和 int m\_ErrorTotal(错误数目)。

其次,定义 CGcodeView 类,其中类 CGcodeView 用来生成该窗口,并用来对编译结果进行操作。再把错误信息追加到 errorcode 字符串中,并把 errorcode 信息显示出来。

用户加工程序经过代码编译系统的词法、语法检查之后的结果将在编译结果窗口中显示。若存在词法、语法错误,则显示错误信息于编译结果窗口。图 1 所示为给定例程编译结果错误信息显示窗口。

## 4 结束语

本文探讨了在 V C++ 环境中运用计算机编译原理和面向对象技术开发开放式数控系统中 NC 代码编译模块的具体实现方法和过程。调试结果表明:一段程序经过代码编译系统的词法、语法检查之后,若存在词法、语法错误,则显示错误信息于编译结果窗口,编译时间短,准确率高。

## 参考文献

- [1]肖忠跃. 数控虚拟仿真系统代码编译器的研究[D]. 南昌:南昌大学硕士学位论文,2006.
- [2]高照学. 开放式三轴联动数控铣系统研制[D]. 四川:西南交通大学硕士学位论文,2006.
- [3]甘 玲. 面向对象技术与 Visual C++[M]. 北京:清华大学出版社,2004.
- [4]罗 斌. Visual C++ 编程技巧精选 500 例[M]. 北京:中国水利水电出版社,2005.

# NC-CODE COMPILING TECHNOLOGY FOR OPEN CNC SYSTEM BASED ON MOTION CONTROLLER

CHEN Chan-juan, GAO Shuai, HU Wei-qian

(School of Mechanical and Electrical Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** The development of the NC-code compiling technology has been reviewed in the article. In the light of analyzing the rules of NC-code programming, the method of checking the correctness of the NC-code's morphology and grammar including the designing procedure of the compiler was demonstrated by researching the realization of the NC-code compiler.

**Key words:** open numerical control system; NC-code; Visual C++

```
...  
return (flag? 1:0);  
}
```

若零件的数控加工程序语法检查无误,则编译系统同时从 NC 代码程序段缓冲区及时提取主功能信息如 G00、G01、G02、G03 等并存入驱动仿真系统。若存在语法错误时,则退出编译系统同时清空缓冲区。这样在时间上缩短了编译的时间,提高了整个编译系统的运行效率,同时又减少了系统资源的浪费。

## 3.2.3 词法、语法识别结果显示窗口

词法、语法识别结果显示窗口的任务主要是显示编译器对零件的数控加工程序进行词法、语法识别的结果,该窗口主要是由类 CGcodeView 来实现的。主要数据结构如下:

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0109-04

# 基于规则匹配算法信息过滤系统的设计与实现

赵继俊<sup>1</sup>, 胡启秀<sup>1</sup>, 冯 茜<sup>1</sup>, 李 璐<sup>2</sup>, 向兰康<sup>1</sup>

(1. 中国烟草总公司郑州烟草研究院, 河南 郑州 450001; 2. 河南省煤炭地质勘察研究院, 河南 郑州 450052)

**摘 要:**分析了信息过滤系统的实现方案及关键技术,设计并实现了一种基于内容和地址的不良信息过滤系统. 文中主要介绍了系统的构架、规则库匹配过滤算法、管理机与被监控机的通信技术,并给出了通信数据包的数据结构. 系统运行在 Windows98 或 Windows 2000/XP 平台上,经过实际运行测试,证明系统性能稳定、规则库中的敏感信息能有效过滤,达到了预期设计目标.

**关键词:**规则匹配算法; 信息过滤系统; WinPcap

**中图法分类号:**TP393.08      **文献标识码:**A

## 0 引言

随着信息技术及互联网技术的飞速发展,网络信息成为一种人们熟知的便捷信息来源和休闲方式,但网络上大量的反动资料、宣扬邪教、暴力恐怖等不良信息干扰了正常的网络生活. 因此增加对网络信息的监控手段,提高信息过滤的能力便成为一种强烈的需求. 目前互联网上的绝大多数信息均表现为文本方式,信息过滤的关键技术是文本信息过滤技术,这个文本信息过滤分为 3 部分:过滤特征描述、数据特征表示和过滤过程<sup>[1]</sup>. 本文依次解决这些问题,提出了不良信息过滤系统解决方案.

## 1 网络信息过滤系统的系统结构

作为网络信息的监视系统,网络信息过滤系统(NIFS)采集来自网络的信息,它既可以作为网关软件的一部分,也可以独立运行在一个网络结点上,这个结点也称为监视结点. 网络信息过滤系统(NIFS)的拓扑结构如图 1 所示.

网络信息过滤系统(NIFS)的逻辑结构如图 2 所示. 网络信息过滤系统(NIFS)主要由以下几个部分组成:

- (1)Profile 的生成模块. 用户的信息需求必须以计算机能够识别的形式揭示出来,这就是用户需求模板(profile,也叫过滤模板),并将它保存在磁盘介质上. 该模块运行在后台.
- (2)Profile 的重建模块. Profile 的重建模块负责 Profile 的修改. 在建立用户的兴趣文件时,用户有时难以准确表述自己的信息需求,而且用户的信息需求是一个长期的过程,其兴趣和前后行为通常难以保持一致,而且随着时间的推移,信息的内容也在不断地发生变化,因此必须不断学习用户变化的兴趣. 该模块利用用户对结果文档的评估值重新修改 Profile 文件,此模

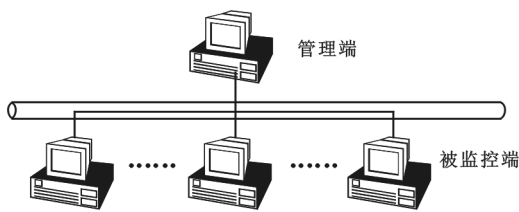


图 1 NIFS 的网络拓扑图

\* 收稿日期:2009-11-24  
作者简介:赵继俊(1981—),男,河南省潢川县人,助理工程师,硕士,研究方向:计算机网络安全

块运行在后台。

(3)数据包捕获模块. 数据包捕获模块主要是通过监听网络中的数据通信. 采用一定的机制从网络中截获符合特定服务的原始数据帧, 传递给网络协议分析模块进行分析. 该模块运行在前台。

(4)网络协议分析模块. 网络协议分析模块根据数据包捕获模块传送过来的原始数据帧. 分离其中的协议头信息, 提取 HTTP 等协议中的相关语法元素中的数据, 构造成文档, 传递给文档过滤模块. 该模块运行在前台。

(5)过滤模块. 过滤模块负责过滤文档流. 它通过比较后台存储的 Profile 文件和输入的文档, 过滤出用户感兴趣的结果文档, 并将它们按照过滤规则提交给用户. 该模块运行在前台。

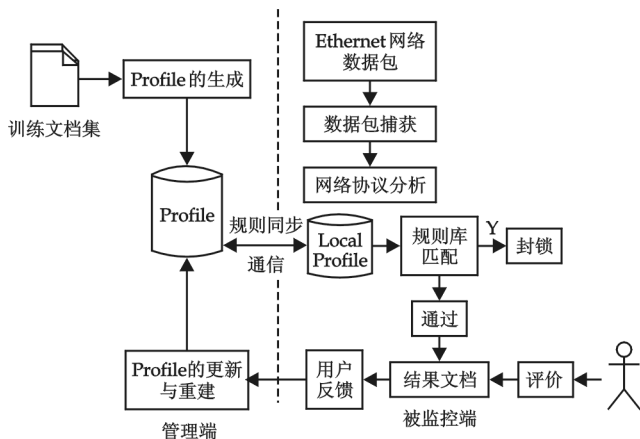


图 2 NIFS 的网络逻辑结构图

实现中, 网络信息捕获器便是基于 WinPcap 的实现. 获取数据包的方法是: 先得到网络适配器设备的指针, 根据设备指针打开网卡并将其置为混杂模式, 接收网络中传输的所有数据包. 在接收数据包之前需要定义一个数据包结构体, 用来存放原始的数据包. 完成以上工作, 就可以获取网络数据包了。

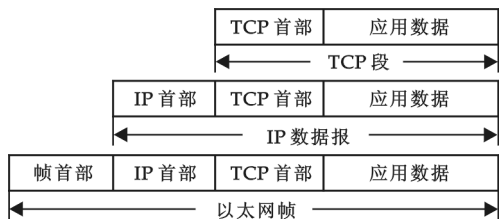


图 3 数据进入协议栈的封装过程

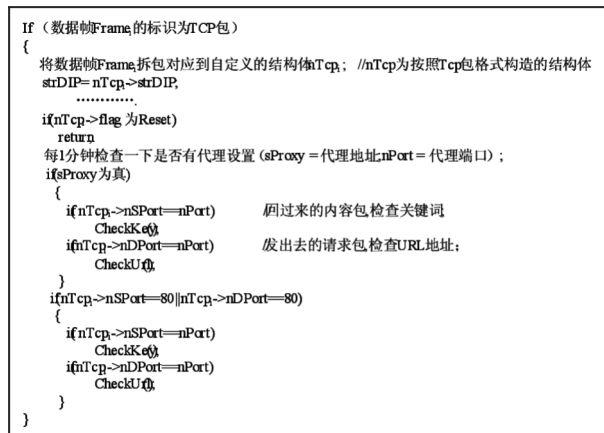


图 4 规则库匹配过滤检测算法

## 2 系统关键技术分析及其实现

### 2.1 网络信息的捕获

网络信息捕获的实现机制依赖于 OS, 不同的 OS 提供不同的方法进行数据链路层数据包到用户缓冲区的拷贝, 在 Windows 系统中通过调用 NDIS 接口<sup>[2]</sup>, 开发网络驱动程序的方法实现对数据链路层原始数据包的读取. WinPcap<sup>[3]</sup>是基于 BPF 模型和 Libpcap 函数库的 Windows 平台网络数据包捕获和网络状态分析的一种体系结构, 它由一个核心的包过滤驱动程序, 一个底层的动态连接库构成. 在 NIFS 原型系统的实现中, 网络信息捕获器便是基于 WinPcap 的实现. 获取数据包的方法是: 先得到网络适配器设备的指针, 根据设备指针打开网卡并将其置为混杂模式, 接收网络中传输的所有数据包. 在接收数据包之前需要定义一个数据包结构体, 用来存放原始的数据包. 完成以上工作, 就可以获取网络数据包了。

### 2.2 网络协议数据分析

网络信息过滤系统面对的是数据链路层的数据帧. 通过协议栈的信息流动就是数据封装, 封装的过程就是将原始数据格式化为与特定协议相适应的数据. 当数据通过协议栈流动时, 每层都建立在前层封装的基础上, 因此, NIFS 必须完成协议数据解封装的过程。

具体过程为: 首先对 Ethernet 数据帧进行 IP 分片重组, 得到应用层协议数据包, 然后根据目标端口或者源端口的判断, 区分出不同的协议. 由于应用层的协议不同, 接下来的处理也就不同, 如对于 HTTP 协议, 一般认为, HTTP 使用 TCP 上的端口 80 来进行数据传输. 机器接收到一个以太网帧时, 数据从协议栈中由底向上检查报文首部的标识, 去掉各层协议的报文首部, 将不符合条件的数据包丢弃, 只保留运行 HTTP 协议的数据包. 数据进入协议栈的封装过程如图 3 所示。

从数据链路层中的帧首部提取以太网类型, 判断是否为 IP 数据包. 如果是 IP 数据包, 去除此帧首部, 否则弃之. 接着分析 IP 数据包的首部, 如果



IP 首部中的协议字段是 TCP 协议,则去掉 IP 首部得到 TCP 数据包,否则弃之.分析 TCP 数据包的首部,如果端口为 80,则截去 TCP 首部,从而获取 TCP 数据.

2.3 规则库匹配过滤

将 Profile 规则库中的关键字和网站黑名单装载到内存链表中分别为 KeyList 和 illLegalList,检测算法如图 4 所示.

其中,CheckKey()函数表示从关键字(Key)内存链表 KeyList 中的关键字与 nTcpi->Data 数据块内容做匹配;Http 协议(RFC2616)里规定 http 请求头域“referrer:”用于指明链接的出处,即指明来自客户端的这个连接请求是从哪个 URL 地址提交过来的.例如用户点击页面上的某个链接地址后,发出的 referer 域的内容就是当前页面的 URI 地址,通过此方式可以获取 url 地址. CheckUrl()函数表示从非法站点(illLegalSite)内存链表 illLegalList 中的非法站点与 nTcpi 数据包中获取的 Url 匹配.关键字检测和非法 url 检测的处理方法相同,如果发现相同,则向源地址发送 Reset 包,阻断用户访问的非法关键字操作,同时把电脑屏幕拷屏保存作为报警图片存档.

2.4 规则同步

管理端制定的规则如何与被监控机的规则保持同步是保证规则实时性的关键.本文采用的是当被监控机开机时主动向管理端发送规则更新请求,然后比较标识,确定下载哪些需要更新的规则.从管理端的 Profile 的模块库中下载需要更新的规则,定义为被监控端的初始化规则库.而当管理端制定的实时规则时,则是通过向同组被监控机广播更新的数据包方式,使两端保持同步.

2.5 管理端与被监控端的通信

两者之间的通信之前必须建立连接,被监控端从 Local Profile 文件中读出管理端的配置信息(管理端的 IP 地址等),然后绑定到某一端口,开始数据包的传输.Socket 通信完毕关闭这个连接.

自定义包格式的数据结构如图 5 所示.

```
typedef struct _Packet_Header
{
    int MachineID;      //被监控端的机器编号;
    char MachineIP[16]; //被监控端的 IP 地址;
} _Packet_Header;

typedef struct Login_Packet
{
    int type;      //0 表示这个结构体是登录包;
    char MachineMac[30]; //被监控端的 Mac 地址;
    char HostName[15]; //被监控端的主机名;
} Login_Packet;

typedef struct Alarm_Packet
{
    int type;      //1 表示这个结构体是警报包;
    int warning_type; //警告的类型是表示站点警报还是关键字警报;
    .....
    int Piclen; //表示拷屏为.jpg 图片文件的大小
} Site_Alarm_Packet;

typedef struct OperateRec
{

```

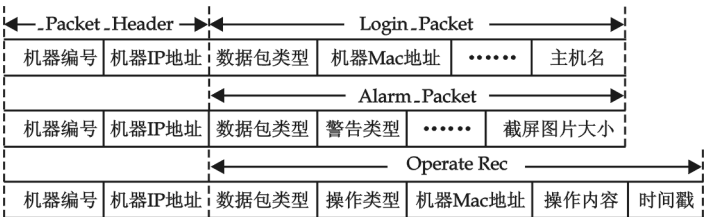


图 5 自定义包格式的数据结构

```
If(!sock.Create()) //创建一个socket;
Return;
If(!sock.Connect(ManagerIP,Server_Port)) //与管理端某固定端口连接
{
    sock.Close(); //连接不成功 关闭这个socket;
    return;
}
Char Buffer[1024]; //定义一个字符串数组
Cpacket packet; //定义了一个包类可以实例化为报警包登录包 日志包
将Buffer字符串数组清零
然后按照报警包的格式将要发送的信息按照自定义的格式填充在数组里
int length=报警包的长度
Int nSend=sock.Send(length); //首先发送报警包的长度
sock.Send(Buffer,length); //然后再把字符串数组长度length的字符发送出去
sock.Send(图片); //然后再把抓屏保存下来的文件读到新的字符缓冲区中发送出去
sock.Close();
```

图 6 发送报警包流程

```
int type; //2 表示这个结构体是操作日志包;  
int operType; //表示是哪种操作方式;  
char MachineMac[36]; //被监控机器的 Mac 地址;  
char Content[100]; //操作的内容;  
CTime time; //时间戳;  
} OperateRec;
```

例如,发送一个报警包的流程如图 6 所示.

管理端接收报警数据包的流程如图 7 所示. 其中监控端的操作记录需要用到钩子程序,钩到当前活动窗口的句柄及窗口的描述. 把这些操作记录在 Local Profile 文件中,以备管理端获取用户的操作日志记录.

```
socketp.Create(Server_Port); //创建管理端socket;  
socketp.Listen(50); //创建侦听队列  
int nSize;  
Receive( &nSize,sizeof nSize); //首先接收数据包的长度  
对nSize的大小进行合法检查  
If(nSize==报警包的大小)  
{  
    按照报警包的格式对应的解封装  
    然后将包内的内容字段存如到Profile文件中以备查  
    同时把报警图片保存  
}  
Else  
    出错处理  
Socketp.close();
```

图 7 接收报警包流程

### 3 结束语

本文提出了基于规则匹配算法信息过滤系统的整个解决方案,设计了一种规则更新及检测算法,能很好地过滤掉 Internet 上的不良信息. 考虑到目前网上过滤技术主要是针对文本信息,因此本系统是对文本信息进行过滤,同时还将访问不良信息的临时页面抓屏后,发送至管理端用于存档. 另外,对于新出现的不良词语处理还可以进一步研究,找出一些高效的解决方案,这些将是下一阶段所要研究的重点.

### 参考文献

- [1] Belkin N J, Croft W B. Information filtering and information retrieval: two sides of the same coin[J]. Communications of the ACM, 1992, 35(12): 29-37.
- [2] Windows 2000 DDK: Network Drivers, Part 3[EB/OL]. Http://www. Microsoft. com.
- [3] WinPcap: a packet capture architecture for Windows[EB/OL]. Http://netgroup-serv. polito. it.
- [4] 杨 武, 方滨兴. 入侵检测系统中高效模式匹配算法的研究[J]. 计算机工程, 2004, 30(13): 47-50.
- [5] 李文波, 孙 乐. 基于核方法的敏感信息过滤的研究[J]. 通信学报, 2008, 29(4): 36-39.
- [6] 闵 锦, 黄萱菁. 基于主题和态度分类的文本过滤系统[J]. 通信学报, 2007, (2): 28-31.

## DESIGN AND IMPLEMENTATION OF THE INFORMATION FILTERING SYSTEM BASED ON RULE-MATCHING ALGORITHMS

ZHAO Ji-jun<sup>1</sup>, HU Qi-xiu<sup>1</sup>, FENG Qian<sup>1</sup>, LI Lu<sup>2</sup>, XIANG Lan-kang<sup>1</sup>

(1. Zhengzhou Tobacco Research Institute of CNTC, Zhengzhou 450001, China; 2. Henan Coal Geological Exploration Research Institute, Zhengzhou 450052, China)

**Abstract:** This paper discusses how to design and implement this filtering system, a general model of content and url based security filtering is put forward. It discusses the theory and implementation methods, including the system architecture, the communicate technology between management machine and monitor terminal, the data structure of the communicate packet. This system runs on Windows 98 or Windows 2000/XP operating system, it shows that system performance is stable, the sensitive information can be filtered effectively according to rule-database, and achieves the anticipated design.

**Key words:** rule-matching algorithms; information filtering system; WinPcap

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0113-05

# 基于 Windows 操作系统的栈溢出攻击验证

周蕊<sup>1</sup>, 于晓明<sup>2</sup>

(1. 陕西科技大学理学院, 陕西 西安 710021; 2. 陕西科技大学电气与信息工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**目前大部分的缓冲区溢出的攻击都是基于摧毁栈的方式. 作者针对 Windows 操作系统, 对栈溢出的原理进行了相关分析, 并通过实例完成了一个溢出的攻击验证. 实验结果表明, 针对有漏洞的代码可以进行漏洞攻击, 并给出了防止漏洞攻击的几点建议.

**关键词:**栈; 缓冲区溢出; 漏洞攻击; 网络安全

**中图法分类号:**TP393.08      **文献标识码:**A

## 0 引言

缓冲区溢出是目前导致“黑客”型病毒横行的主要原因. 从红色代码到 Slammer, 再到日前爆发的“冲击波”, 都是利用缓冲区溢出漏洞的典型. 据 CERT(Computer Emergency Response Team)安全小组称, 操作系统中超过 50% 的安全漏洞都是由内存溢出引起的, 其中大多数与微软技术有关, 这些与内存溢出相关的安全漏洞正在被越来越多的蠕虫病毒所利用.

缓冲区溢出分为以下几种方式: 覆盖数据为栈中的数据, 称为栈溢出; 如果溢出覆盖发生在堆中, 则称为堆溢出; 发生在已初始化数据区的则称为已初始化数据区溢出. 其中栈溢出比较简单, 但是也是比较常见的攻击方式. 栈溢出是冯·诺依曼构架的一个缺陷, 常见的操作系统如 Windows、Linux、Solaris 都存在这些漏洞. 鉴于 Windows 操作系统的普及, 本文主要针对 Windows 进行分析.

## 1 栈溢出预备知识

栈是一种重要的数据结构, 遵循“先进后出”的操作特性. 在 Intel 80×86 系统中, 完成这一功能的就是寄存器 ESP(Extended Stack Pointer). 所有的 PUSH/POP 操作都通过它来完成, 因而寄存器 ESP 经常变化. 但是不能用寄存器 ESP 访问非栈顶的数据, 为此 Intel 80×86 系统设置了另外一个寄存器 EBP(Extended Base Pointer), 用它来保存一个稳定不变的基准地址(基址), 然后通过“基址+正负偏移量”的方式实现非栈顶的数据访问. 可以把 EBP 看作是保存栈底的位置, 那么寄存 EBP 和 ESP 一起就组成了一个栈.

下面的分析主要针对寄存器来进行, 首先说明几个我们需要特别关注的 Intel 80×86 系统的 32 位寄存器:

- (1) 指令地址寄存器 EIP: 保存下一步将要执行的指令的地址.
- (2) 基址寄存器 EBP: 保存当前函数层的栈内存基地址, 依靠它来完成栈内存的变量寻址.
- (3) 栈顶指针寄存器 ESP: 保存栈顶地址(指针), 根据它来完成 PUSH、POP 操作. 栈顶指针所指向的位置是存储有效数据的, 故 PUSH 操作是先往低址移动栈顶指针, 再存储数据; POP 操作是先读取数据, 再往高址移动栈顶指针.

\* 收稿日期: 2009-12-12  
作者简介: 周蕊(1979—), 女, 讲师, 在读硕士生, 研究方向: 网络安全与计算机应用

在 C 语言中,函数调用前先要构造函数栈,用来存放实参、临时变量等.在函数栈帧中 ESP 和 EBP 之间的内存空间为当前栈帧,EBP 标识了当前栈帧的底部,ESP 标识了当前栈帧的顶部.

函数栈帧中一般包含以下几类重要信息:

(1)局部变量:为函数局部变量开辟内存空间,一般通过 `sub EXP,xx` 指令来实现.

(2)栈帧状态值:保存前栈帧的顶部和底部(实际上只保存前栈帧的底部,前栈帧的顶部可以通过堆栈平衡计算得到),用于在本帧被弹出后,恢复出上一个栈帧.

(3)函数返回地址:保存当前函数调用前的“断点”信息,也就是函数调用前的指令位置,以便函数返回时能够恢复到函数被调用前的代码区中继续执行指令.

## 2 原理分析

C 语言常用的 `strcpy`、`sprintf`、`strcat` 等函数不会检查串长度,都很容易导致缓冲区溢出问题.查阅 C 语言编程的书籍时通常会告诉你程序溢出后会发生不可预料的结果.在网络安全领域,缓冲区溢出利用的艺术在于让这个“不可预料的结果”变为我们期望的结果.

函数栈帧里保存了返回地址,并且和临时变量紧挨,如果利用临时变量把返回地址覆盖掉,就可以让程序跳转到我们想要的地方去.

## 3 操作过程

先看下面这个程序实例:

```
#include "stdafx.h"
#include <stdio.h>
#include <stdlib.h>
#include <string.h>

int verifyPass(char * pass)
{
    //检验 pass 所指向的字符串是否与"123"相等,如果相等返回 0,否则返回非 0 值.为了得到缓冲区溢出的效果,额外调用了 strcpy 函数.
    int ret;
    char buffer[4];
    ret = strcmp(pass, "123");
    strcpy(buffer, pass); //over flowed here!
    return ret;
}

int main(int argc, char * argv[])
{
    int valid = 0;
    char pass[1024];
    //从文件中读入密码值,利用 verifyPass 函数进行判断.之所以把密码放到文件中是因为后面会恶意构造密码值,有些值是非 ASCII 码,没办法让用户输入.
    FILE * fp = fopen("pass.txt", "rw+");
    if(! fp)
    {
        exit(0);
    }
    fscanf(fp, "%s", pass);
    valid = verifyPass(pass);
```

```
if(valid)
{
//密码不正确
printf("incorrect password! \n");
}
else
{
//密码正确
printf("Congratulation! You have passed the verification! \n");
}
fclose(fp);
return 0;
}
```

### 3.1 实例分析

该程序理论上是将 pass.txt 的内容与“123”进行比较;如果两者相同,提示验证错误.如果两者不同,提示正确.

该程序漏洞在于 pass() 函数中的 strcpy(buffer,password) 调用. 由于程序将把用户输入的字符串原封不动地复制到 pass() 函数的局部数组 buffer[4] 中,但用户的字符串可能大于 4 个字符,因此当用户输入大于 4 个字符的缓冲区尺寸时缓冲区就会被撑爆——即所谓的缓冲区溢出漏洞. 根据缓冲区溢出发生的具体情况,巧妙地填充缓冲区不但可以避免崩溃,还能影响到程序的执行流程,甚至让程序去执行缓冲区里的代码.

当文件内容不是 123 时,字符串比较将返回 1 或 -1(暂时讨论 1 的情况). 程序执行 strcmp 后,将结果 1 放在 [EBP-4] 处. 由于 intel 是所谓的大顶机,其实就是内存中的数据按照 4 字节 (DWORD) 逆序存储,所以 ret 为 1 时,内存中存的是  $0 \times 01000000$ . 如果 pass.txt 包含 4 个字符的错误密码,如“2345”,那么字符串截断符  $0 \times 00$  将写入 ret 变量. 这溢出数组的一个字节  $0 \times 00$  将恰好把逆序存放的 ret 变量改为  $0 \times 00000000$ ,所以尽管 strcmp 返回了 1,但函数返回的依然是 0. main 函数中发现 ret 是 0,就用错误的密码得到了正确密码的运行效果.

在上面的程序中,buffer 后面是 ret 变量,而 ret 变量后面就是当前正在执行的函数对应的栈帧变量 EBP 与 EIP(函数返回地址)的值. pass 函数返回之后,程序就会按照这个返回地址(EIP)所指示的内存地址去取指令并执行. 如果我们再多给几个输入的字符,让输入的数据跃过 ret 变量,一直淹没到返回地址的位置,把它淹没成我们想要执行的指令的内存地址,把这个地址从 main 函数中分支判断的地方直接改到密码验证通过的分支. 那么 pass 函数返回后,就去执行我们想让它执行的内容了(例如直接返回到密码正确的处理流程).

### 3.2 攻击验证

在开始动手之前,先要看看要达到实验目的都需要做哪些工作.

要摸清楚栈中的状况,如函数地址距离缓冲区的偏移量,到底第几个字节能淹到返回地址等. 这虽然可以通过分析代码得到,但还是推荐从动态调试中获得这些信息. 要得到程序中密码验证通过的指令地址,以便程序直接跳去这个分支执行,则要在 pass.txt 文件的相应偏移处填上这个地址,这样 pass 函数返回后就会直接跳转到验证通过的正确分支去执行了.

在与 PE 文件同目录下建立 pass.txt 并写入测试用的密码(1234...)之后,就可以加载调试了(如图 1 所示). ret 执行之前 ESP 的内容是 0013FB24,而该处的内容是 64 65 66 67,即 defg 的 ASCII 码. 回想 ret 的执行过程,只要把 defg 换成密码验证通过的分支指令地址就可以了. 接下来是得到这个地址,重新加载程序,很容易可以得到如图 2 所示的地址:

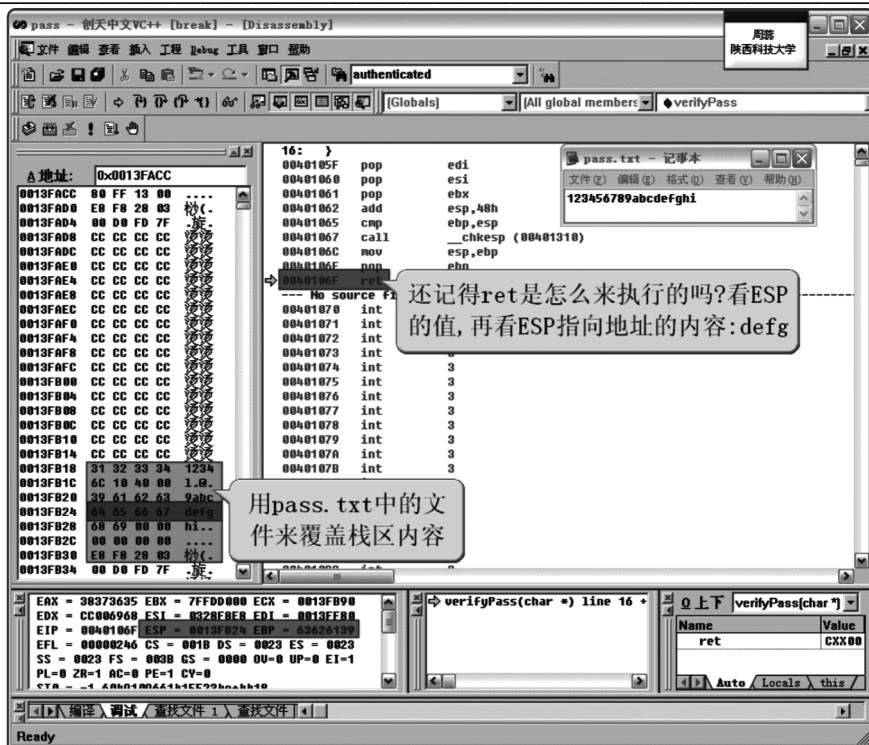


图 1 pass.txt 加载调试界面

阅读图 2 中显示的反汇编代码, 可知通过验证的程序分支的指令地址为  $0 \times 0040111F$ , 下一步把返回地址覆盖成这个地址, 那么程序将跳转到验证通过的分支. 为了把 defg 修改成验证通过分支的指令地址  $0 \times 0040111F$ , 由于  $0 \times 40, 0 \times 11$  等 ASCII 码对应的符号很难用键盘输入, 因此我们使用 16 进制编辑工具 Winhex 来完成, 如图 3 所示.

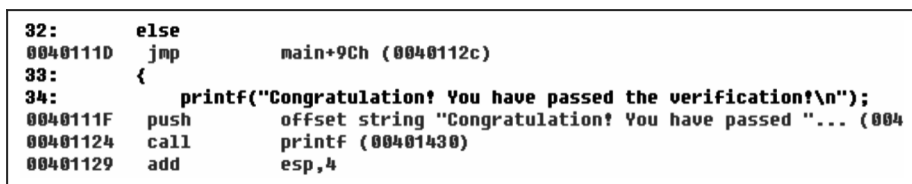


图 2 通过验证的分支指令地址显示

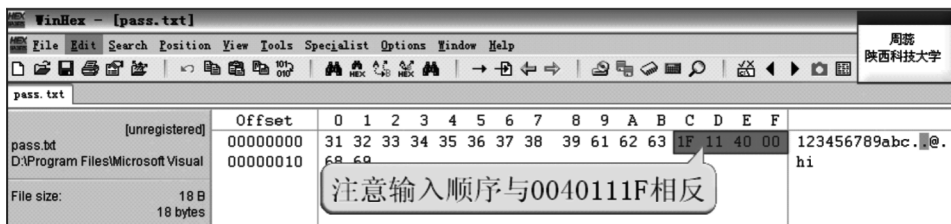


图 3 由 Winhex 输入验证通过分支指令的地址

### 3.3 实验结果

更改 pass.txt 文件中的内容, 执行结果如图 4 所示.

用 Winhex 修改 pass.txt 后执行结果如图 5 所示. 由于栈内 EBP 等被覆盖为无效值, 使得程序在退出时堆栈无法平衡, 导致崩溃. 虽然如此, 我们已经成功地淹没了返回地址, 并让处理器如我们设想的那样在函数返回时直接跳转到了提示验证通过的分支.

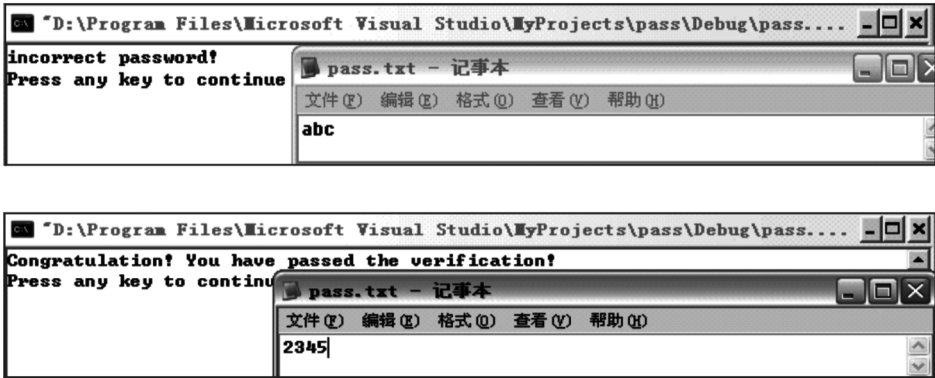


图 4 更改 pass.txt 内容及执行结果



图 5 用 Winhex 修改 pass.txt 后执行结果

4 结束语

本文通过一个程序实例完成了栈溢出. 通过缓冲区溢出,可以让进程去执行布置在缓冲区中的一段任意代码. 尽管在现实的世界里缓冲区溢出是很复杂的,但基本的原理都是一样的. 实验结果表明,针对有漏洞的代码是可以进行漏洞攻击的,那么我们如何防止缓冲区溢出漏洞呢? 下面是几条建议:

- (1) 不将用户输入串拼接到任何格式字符串内,避免字符格式化漏洞.
- (2) 不能直接调用 atoi(), 推荐 strtol, 使用正则式匹配复杂的输入.
- (3) 不要使用 strcpy、strcat、sprintf 等函数,改用 strncpy、strncat、snprintf 函数.
- (4) 不直接使用外部输入的数字、字符串拼接 SQL 语句.

参考文献

[1] James C, Foster. 缓冲区溢出攻击——检测、剖析与预防[M]. 北京:清华大学出版社,2006.  
[2] Aleph. One smashing the stack for fun and profit[J]. Phrack,1996,7(49):59-62.  
[3] Teny Bruce Gillette. A unique examination of the buffer overfolw condition[D]. Bachelor of Science Ocean Engineering Florida Institute of Technology,2002.  
[4] Whitehouse O. Analysis of GS Protections in Microsoft Windows Vista[EB/OL]. [http://www.symantec.com/avcenter/ reference/GS Protections in Vista. pdf](http://www.symantec.com/avcenter/reference/GS%20Protections%20in%20Vista.pdf),2007-03-30.  
[5] Russinovich M E, Solomon D A. Microsoft Windows Internals[M]. Microsoft Windows Server,2003.  
[6] 孙晓妍,武东英,季 明,等. Windows 系统下 RPC 堆溢出的研究[J]. 微电子学与计算机,2007,24(6):170-172.  
[7] 许俊杰,蔡皖东. 一种缓冲区溢出漏洞检测模型及系统实现[J]. 计算机科学,2008,35(6):60-62.

(下转第 132 页)



\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0118-06

# 基于自由分布式 FDR 假设检验阈值算法的图像去噪

张天瑜  
(无锡市广播电视大学机电工程系, 江苏 无锡 214011)

**摘要:**小波阈值去噪算法中的核心问题是阈值的设定和阈值函数的选取. Donoho 提出的通用阈值在实际的应用中效果并不十分理想. 作者利用统计学中的自由分布式错误发现率假设检验方法来设定阈值, 使得该阈值不依赖于信号的长度, 并在软阈值函数和硬阈值函数的基础上提出了一种改进型阈值函数. 仿真结果表明, 与 Donoho 提出的小波阈值去噪算法相比, FDR 阈值和改进型阈值函数的组合具有更好的去噪性能.

**关键词:**小波分析; 图像去噪; 阈值; 阈值函数; 错误发现率

**中图法分类号:**TN911.73      **文献标识码:**A

## 0 引言

小波分析是 20 世纪 80 年代中期发展起来的一门新兴学科, 由于小波具有良好的时频特性, 因而被广泛应用于去噪领域. 信号的小波去噪其基本思想是利用信号和噪声在小波域的不同统计特性, 通过各种阈值算法尽可能多地剔除噪声分量, 保留信号分量. 小波阈值去噪算法是小波去噪领域中的一个热门话题. 阈值的设定有多种, 目前最常用的阈值是 1994 年由 Donoho 提出的 VisuShrink 阈值. 虽然 Donoho 在理论上找到并证明了最优的通用阈值, 但是在实际的应用中效果并不十分理想. 阈值函数的选取也有多种, 其中主要包括软阈值函数、硬阈值函数、半软阈值函数等. 虽然这 3 种阈值函数在实际中得到了广泛的应用, 但是硬阈值函数是不连续的, 会产生一些间断点, 从而在去噪后的信号中会出现振铃、伪吉布斯效应等视觉失真现象. 软阈值函数虽然是连续的, 但是它会使得绝对值大的小波系数减小, 从而造成信号高频信息的损失, 使得信号出现边缘细节模糊等视觉失真现象<sup>[1-4]</sup>. 半软阈值函数虽然是软阈值函数和硬阈值函数的一种折衷形式, 但是计算的复杂度较高. 为了能够更好地实现去噪, 本文利用统计学中的自由分布式错误发现率(False Discovery Rate, FDR)假设检验方法来设定阈值, 使得该阈值不依赖于信号的长度, 并在软阈值函数和硬阈值函数的基础上提出了一种改进型阈值函数. 与 Donoho 提出的小波阈值去噪算法相比, FDR 阈值和改进型阈值函数的组合具有更好的去噪性能.

## 1 小波阈值去噪算法

### 1.1 小波阈值去噪算法的步骤

小波阈值去噪算法的步骤如图 1 所示.

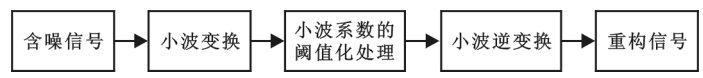


图 1 小波阈值去噪算法的步骤

小波阈值去噪算法通常可以描述为 3 个步骤: 首先对含噪信号在各尺度上进行小波变换; 其次对变换后的小波系数保留大尺度低分辨率下的全部小波系数, 对于各尺度高分辨率下的小波系数进行阈值化处

\* 收稿日期:2009-11-16  
作者简介:张天瑜(1980—),男,江苏省无锡市人,讲师,硕士,研究方向:小波理论及其在图像去噪方面的应用

理;最后对处理后的小波系数进行小波逆变换,重构原始信号.其中第二步阈值的设定和阈值函数的选取是小波阈值去噪算法的核心.

小波阈值去噪算法的数学模型为:

$$f(k) = s(k) + n(k), k = 0, 1, 2, 3, \dots, N-1 \quad (1)$$

式中,  $f(k)$  为含噪信号;  $s(k)$  为纯净的原始信号;  $n(k)$  为高斯白噪声;  $N$  为信号的长度.

对含噪信号  $f(k)$  进行小波变换,可得:

$$W(f) = W(s) + W(n) \quad (2)$$

因此,小波阈值去噪算法的 3 个步骤可以描述为:

$$w = W(f), \quad w_\lambda = D(w, \lambda), \quad \hat{s} = W^{-1}(w_\lambda) \quad (3)$$

式中,  $W(\cdot)$  为小波变换算子;  $D(\cdot, \cdot)$  为对含噪信号的小波系数进行阈值化处理的算子,主要包括阈值的设定和阈值函数的选取;  $W^{-1}(\cdot)$  为小波逆变换算子;  $\hat{s}$  为重构的原始信号;  $\lambda$  为阈值.

## 1.2 阈值的设定

在小波阈值去噪算法中,阈值的设定直接影响去噪的效果.如果阈值太小,则去噪后的信号仍然含有大量的噪声;相反,如果阈值太大,则去噪后信号的细节特征将被滤掉,引起偏差.从直观上讲,对于给定的小波系数,噪声越大,阈值就越大,所以大多数阈值的设定是针对一组小波系数的统计特性来计算出一个具体的阈值.目前最常用的阈值是 VisuShrink 阈值,也称为通用阈值,它是 1994 年由 Donoho 和 Johnstone 在 VisuShrink 算法中提出的,是在正态高斯噪声模型下,针对多维独立正态变量联合分布,在维数趋向无穷时得出的结论.VisuShrink 阈值为:

$$\lambda = \sigma \sqrt{2 \ln N} \quad (4)$$

式中,  $\sigma$  为噪声的标准方差;  $N$  为信号的长度.

该算法的理论依据是  $N$  个具有独立同分布的标准高斯变量中的最大值小于  $\lambda$  的概率随着  $N$  的增大而趋于 1.若原始信号含有独立同分布的噪声时,经小波变换后,其噪声的小波变换系数也是独立同分布的.如果具有独立同分布的噪声经小波分解后,它的系数序列长度很大,则根据上述理论可知:该小波系数中小于最大值  $\lambda$  的概率接近 1,即存在一个阈值使得该序列的所有小波系数都小于它.另外,小波系数随着分解层数的加深,其长度也越来越短,根据  $\lambda$  的计算公式,可得出该阈值也越来越小,因此在假定噪声具有独立同分布的情况下,可通过设置简单的阈值来去除噪声.

对于 VisuShrink 阈值  $\lambda$  的计算,还要有一个先验条件,就是必须知道噪声的方差,而对于一幅具体的图像而言,是不可能预先知道噪声方差的,因此必须对噪声的方差进行估计.在含噪图像的高频细节子带  $HH_1$  中,通常含有很少的图像信息,其能量主要由噪声提供.由于独立同分布的加性高斯白噪声在经过正交小波变换后仍然为独立同分布的高斯白噪声,而且噪声方差保持不变,因而 Donoho 提出可以根据第一层细节信号的小波系数采用鲁棒中值算法来估计噪声的方差,即:

$$\hat{\sigma} = \frac{\text{median}(|w_{1,k}|)}{0.6745}, \quad 0 \leq k \leq 2^{J-1} - 1 \quad (5)$$

式中,  $w_{1,k}$  表示分解层数为 1 的小波系数;  $J$  表示最大的小波分解层数; median 表示 matlab 中的中值运算命令.

由于估计噪声的方差满足  $\sigma < \hat{\sigma} < 1.01\sigma$ , 因此完全可以用  $\hat{\sigma}$  来近似  $\sigma$ .虽然 VisuShrink 方法具备良好的理论支撑,但实际的应用效果并不十分理想,因为 VisuShrink 阈值与信号的长度  $N$  相关,当  $N$  较大时,阈值趋向于将所有的小波系数置零,出现所谓的“过扼杀”小波系数的现象,此时小波滤波器退化为低通滤波器,从而使得去噪后的图像过于平滑,重构图像的误差明显增大.

## 1.3 阈值函数的选取

在小波阈值去噪算法中,阈值函数体现了对小波系数的不同处理策略.目前阈值函数的选取也有多种,其中主要包括以下 3 种阈值函数.

### 1.3.1 软阈值函数

1995 年, Donoho 提出了软阈值函数<sup>[5]</sup>.软阈值函数的图形如图 2 所示,它是把含噪信号的小波系数  $\tilde{w}_{j,k}$  与所选定的阈值  $\lambda$  进行比较,大于等于阈值  $\lambda$  的小波系数取该小波系数与阈值  $\lambda$  的差;小于等于阈值  $\lambda$

相反数的小波系数取该小波系数与阈值  $\lambda$  的和;含噪信号小波系数的绝对值  $|\tilde{w}_{j,k}|$  小于阈值  $\lambda$  的小波系数取为零. 软阈值函数的表达式为:

$$\hat{w}_{j,k} = \begin{cases} \tilde{w}_{j,k} - \lambda, & \tilde{w}_{j,k} \geq \lambda \\ 0, & |\tilde{w}_{j,k}| < \lambda \\ \tilde{w}_{j,k} + \lambda, & \tilde{w}_{j,k} \leq -\lambda \end{cases} \quad (6)$$

### 1.3.2 硬阈值函数

1994 年, Donoho 提出了硬阈值函数<sup>[6]</sup>. 硬阈值函数的图形如图 3 所示, 它是把含噪信号小波系数的绝对值  $|\tilde{w}_{j,k}|$  与所选定的阈值  $\lambda$  进行比较, 小于阈值  $\lambda$  的小波系数取为零; 大于等于阈值  $\lambda$  的小波系数保持不变. 硬阈值函数的表达式为:

$$\hat{w}_{j,k} = \begin{cases} \tilde{w}_{j,k}, & |\tilde{w}_{j,k}| \geq \lambda \\ 0, & |\tilde{w}_{j,k}| < \lambda \end{cases} \quad (7)$$

### 1.3.3 半软阈值函数

1995 年, Gao Hong Ye 和 Bruce 在软阈值函数和硬阈值函数的基础上提出了半软阈值函数, 并推导出了半软阈值函数中的 Minimax 阈值<sup>[7,8]</sup>, 半软阈值函数的图形如图 4 所示, 其表达式为:

$$\hat{w}_{j,k} = \begin{cases} 0, & |\tilde{w}_{j,k}| < \lambda_1 \\ \text{sign}(\tilde{w}_{j,k}) \frac{\lambda_2 (|\tilde{w}_{j,k}| - \lambda_1)}{\lambda_2 - \lambda_1}, & \lambda_1 \leq |\tilde{w}_{j,k}| \leq \lambda_2 \\ \tilde{w}_{j,k}, & |\tilde{w}_{j,k}| > \lambda_2 \end{cases} \quad (8)$$

式中,  $\lambda_1$  和  $\lambda_2$  分别为下阈值和上阈值,  $0 < \lambda_1 < \lambda_2$ , 通常取  $\lambda_2 = \sigma\sqrt{2\ln N}$ , 下阈值的选取与信号的形式有关, 对于细节较多的信号, 可将其取得较小.

从式(8)可以看出,  $\lambda_1 = \lambda_2$  当时, 该式转化为硬阈值函数, 当  $\lambda_2 \rightarrow \infty$  时, 该式转化为软阈值函数, 由此可见这种方法是软阈值函数和硬阈值函数的一种折衷形式.

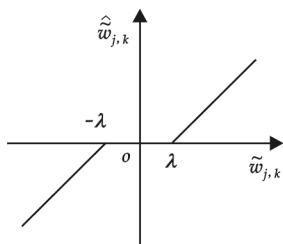


图 2 软阈值函数

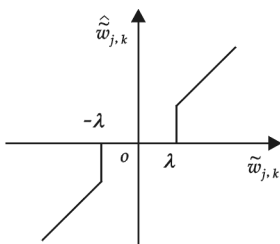


图 3 硬阈值函数

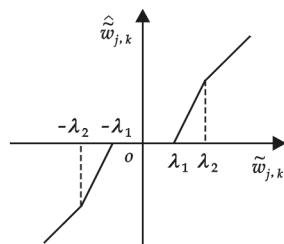


图 4 半软阈值函数

## 2 自由分布式 FDR 假设检验阈值算法

### 2.1 自由分布式 FDR 假设检验方法

在统计学中, 当有  $m$  个待检验零假设  $H_1, H_2, H_3, \dots, H_m$  被同时检验时, 假设被拒绝的零假设的数目为  $R$ , 被错误拒绝的零假设数目为  $V$ , 那么被错误拒绝的零假设占有所有被拒绝的零假设的比例为  $Q = V/R$ .

定义随机变量  $Q$  的数学期望为:

$$E(Q) = E(V/R) \quad (9)$$

在特殊情况下, 当没有假设被拒绝, 即  $R=0$  时, 定义  $Q=0$ . 在多假设检验中要控制  $E(Q)$  在一个较低的错误率水平, 即  $E(Q) \leq q$ .

自从 Abramovich 和 Benjamini 于 1995 年提出在多假设检验中引入 FDR 准则后, 多种基于 FDR 准则的假设检验方法相继出现, 但是它们均建立在对待检验假设的联合概率作出一定假定的基础上<sup>[9-12]</sup>. 唯一一种不需要对待检验假设的联合概率作出假定的 FDR 假设检验方法就是自由分布式 FDR 假设检验方法, 其检验流程如下:

设  $p_1, p_2, \dots, p_m$  是一组待检验零假设  $H_1, H_2, H_3, \dots, H_m$  所对应的门限概率, 把它们按从小到大的顺序进行排列, 得:  $p_{(1)} \leq p_{(2)} \leq \dots \leq p_{(m)}$ , 这里  $k$  取满足式(10) 的最大的下标  $i$ , 即:

$$k = \max \left\{ i : p_{(i)} \leq \frac{i}{m(1 + 1/2 + \dots + 1/m)} q \right\} \quad (10)$$

那么待检验零假设  $H_1, H_2, H_3, \dots, H_k$  将被拒绝, 这样上述流程就把  $E(Q)$  控制在  $q$  以下. 此检验过程从最大的  $p_{(m)}$  开始, 逐个向最小的  $p_{(1)}$  检验, 直至找到第一个满足式(10)的  $p_{(i)}$ , 此时, 对应的下标  $i$  就是要找的  $k$ .

## 2.2 自由分布式 FDR 假设检验阈值算法

从统计学的观点解释, 自由分布式 FDR 假设检验阈值算法就是对小波变换后得到的每一个小波系数进行检验, 然后仅保留显著的系数. 考虑对一组待检验零假设  $H_k (k=1, 2, \dots, m): \tilde{w}_{j,k} = 0$  同时进行检验, 这里将系数分为 0 和非 0 是对实际情况的理想化, 而实际上信号的小波系数很少有正好为 0 的, 它们仅仅是很小而已. 若在检验中共有  $R$  个小波系数检验失败, 在这些检验失败的系数中, 设由原始信号得到的小波系数的数目为  $S$ , 由噪声得到的小波系数的数目为  $V$ , 则小波系数被错误保留的比例  $Q = V/R$ . 为了最大限度地减少由噪声引起的小波系数, 可以通过控制  $Q$  的数学期望  $E(Q)$  来实现, 这样阈值的大小就可以不依赖于信号的长度. 自由分布式 FDR 假设检验阈值算法的具体步骤如下:

(1) 计算每个含噪信号小波系数  $\tilde{w}_{j,k}$  对应的门限概率  $p_{j,k}$ , 检验  $H_k: \tilde{w}_{j,k} = 0$ .

$$p_{j,k} = 2 \left[ 1 - \Phi \left( \frac{|\tilde{w}_{j,k}|}{\sigma} \right) \right] \quad (11)$$

式中,  $\Phi$  为高斯分布函数,  $\sigma$  为高斯白噪声的标准方差.

(2) 对  $p_{j,k}$  按从小到大进行排序, 即:  $p_{(1)} \leq p_{(2)} \leq p_{(3)} \leq \dots \leq p_{(m)}$ .

(3) 从  $i=1$  开始, 设满足不等式

$$p_{(i)} \leq \frac{i \cdot q}{m(1 + 1/2 + \dots + 1/m)} \quad (12)$$

的最大的  $i$  为  $k$ , 计算自由分布式 FDR 假设检验阈值算法所确定的阈值:

$$\lambda_k = \sigma \Phi^{-1} \left[ 1 - \frac{p_{(k)}}{2} \right] \quad (13)$$

由于噪声的小波系数随着分解层数的增加其幅值是逐渐减小的, 因此为了能够实现更好的去噪效果, 设定各层的阈值为:

$$\lambda_j = \frac{\lambda_k}{\ln(j+1)} \quad (14)$$

## 3 阈值函数的改进算法

通过式(6)和式(7)的对比可以看出, 用软阈值函数得到的小波系数整体的连续性较好, 从而使重构信号不会产生附加震荡, 但是当  $|\tilde{w}_{j,k}| \geq \lambda$  时,  $\tilde{w}_{j,k}$  和  $\tilde{w}_{j,k}$  之间总是存在恒定的偏差, 这将直接影响重构信号与原始信号的逼近程度. 硬阈值函数在均方误差意义上优于软阈值函数, 但是由于它在  $\pm\lambda$  处是不连续的, 从而导致重构信号会产生附加震荡, 不具有同原始信号一样的光滑性. 从式(8)可以看出, 半软阈值函数能使重构信号相对于硬阈值函数更光滑, 在保留信号边缘细节方面要比软阈值函数更清晰, 但是它将要估计两个阈值, 从而会增加计算的复杂度, 因此这就限制了半软阈值函数在去噪领域的众多应用. 为了有效地弥补软阈值函数、硬阈值函数和半软阈值函数的不足, 作者提出一种改进型阈值函数:

$$\tilde{w}_{j,k} = \begin{cases} \text{sign}(\tilde{w}_{j,k}) \left\{ |\tilde{w}_{j,k}| - \frac{\lambda}{\exp[m(|\tilde{w}_{j,k}| - t)^4]} \right\}, & |\tilde{w}_{j,k}| \geq \lambda \\ 0, & |\tilde{w}_{j,k}| < \lambda \end{cases} \quad (15)$$

式中,  $\text{sign}(\cdot)$  为符号函数;  $m$  为调节因子,  $m \geq 0$ .

$$\begin{aligned} \text{当 } \tilde{w}_{j,k} > 0 \text{ 时, } \frac{\tilde{w}_{j,k}}{\tilde{w}_{j,k}} &= \frac{\tilde{w}_{j,k} - \frac{\lambda}{\exp[m(\tilde{w}_{j,k} - \lambda)^4]}}{\tilde{w}_{j,k}} = 1 - \frac{\lambda}{\tilde{w}_{j,k} \exp[m(\tilde{w}_{j,k} - \lambda)^4]}, \text{ 此时有 } \lim_{\tilde{w}_{j,k} \rightarrow +\infty} \frac{\tilde{w}_{j,k}}{\tilde{w}_{j,k}} = 1. \\ \text{当 } \tilde{w}_{j,k} < 0 \text{ 时, } \frac{\tilde{w}_{j,k}}{\tilde{w}_{j,k}} &= \frac{\tilde{w}_{j,k} + \frac{\lambda}{\exp[m(-\tilde{w}_{j,k} - \lambda)^4]}}{\tilde{w}_{j,k}} = 1 + \frac{\lambda}{\tilde{w}_{j,k} \exp[m(\tilde{w}_{j,k} + \lambda)^4]}, \text{ 此时有 } \lim_{\tilde{w}_{j,k} \rightarrow -\infty} \frac{\tilde{w}_{j,k}}{\tilde{w}_{j,k}} = 1. \end{aligned}$$



1.

从上述推导可以看出,改进型阈值函数是以 $\hat{\tilde{w}}_{j,k} = \tilde{w}_{j,k}$  作为渐近线,从而克服了软阈值函数存在固定偏差的缺陷.从式(15)可以看出,改进型阈值函数不仅在小波域内具有与软阈值函数相同的连续性,而且当 $|\tilde{w}_{j,k}| \geq \lambda$  时具有高阶导数.当 $m=0$  时,改进型阈值函数可以看作是软阈值函数;当 $m \rightarrow \infty$  时,可以看作硬阈值函数.通过改变调节因子 $m$  的大小,还可以克服硬阈值函数不连续和软阈值函数存在固定偏差的缺陷.此外,由于小波阈值去噪算法的理论依据是幅值较大的小波系数一般以信号为主,而幅值较小的小波系数则以噪声为主,这样由于分母 $\exp[m(|\tilde{w}_{j,k}| - t)^4]$  的作用,就能够使得幅值较大的信号小波系数的计算误差要小于幅值较小的噪声小波系数的计算误差.因此,改进型阈值函数能够提高重构的精度,改善去噪的效果.

4 仿真实验与结果分析

选用 peppers(512×512)作为原始图像,如图 5 所示,在 matlab 软件中对原始图像加入均值 $\mu=0$ ,方差 $\sigma=20$  的高斯白噪声,所得到的含噪图像如图 6 所示.然后对含噪图像进行小波分解,采用 bior6.8 小波,分解层数为 4,调节因子 $m=0.04$ ,最后采用小波阈值去噪算法对含噪图像进行去噪的仿真实验,其中分别采用通用阈值+软阈值函数、通用阈值+硬阈值函数和 FDR 阈值+改进型阈值函数 3 种不同的组合.去噪后的图像分别如图 7~图 9 所示.



图 5 原始图像

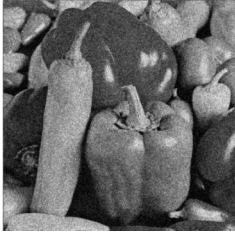


图 6 含噪图像



图 7 通用阈值  
+软阈值函数



图 8 通用阈值  
+硬阈值函数



图 9 FDR 阈值+  
改进型阈值函数

通过改变高斯白噪声的噪声方差,采用图像的峰值信噪比(Peak Signal to Noise Ratio, PSNR)作为去噪性能的综合评价指标,峰值信噪比的定义为:

$$\text{PSNR} = 10 \lg \frac{M \times N \times 255^2}{\sum_{m=0}^{M-1} \sum_{n=0}^{N-1} [X(m,n) - \hat{X}(m,n)]^2}$$

(16)

式中, $X(m,n)$  为原始图像的灰度值; $\hat{X}(m,n)$  为小波去噪后的图像的灰度值; $M$  为图像的行数; $N$  为图像的列数.

采用通用阈值+软阈值函数、通用阈值+硬阈值函数和 FDR 阈值+改进型阈值函数 3 种不同的组合去噪后,peppers 图像的峰值信噪比统计结果如表 1 所示.

表 1 3 种组合去噪后峰值信噪比的统计结果

| 高斯白<br>噪声 $\sigma$ | PSNR / dB |                |                |                    |
|--------------------|-----------|----------------|----------------|--------------------|
|                    | 含噪<br>图像  | 通用阈值+硬<br>阈值函数 | 通用阈值+软<br>阈值函数 | FDR 阈值+改<br>进型阈值函数 |
| 10                 | 26.312 4  | 26.481 5       | 26.586 3       | 29.147 6           |
| 20                 | 20.235 5  | 21.721 5       | 21.584 3       | 25.548 1           |
| 30                 | 16.467 2  | 20.875 3       | 20.983 5       | 23.243 4           |

噪效果的优越性和有效性.

5 结束语

阈值的设定和阈值函数的选取直接关系到小波阈值去噪算法的去噪效果.本文利用统计学中的自由

通过图 7~图 9 的对比以及表 1 中数据的对比可以看出,在小波阈值去噪算法中,FDR 阈值+改进型阈值函数的组合在去噪后的视觉效果和去噪后的峰值信噪比方面要明显优于通用阈值+软阈值函数以及通用阈值+硬阈值函数的组合,能够较好地保留图像的边缘细节,从而证实了 FDR 阈值+改进型阈值函数去

分布式 FDR 假设检验算法来设定阈值,与 Donoho 提出的通用阈值相比,该阈值具有不依赖于信号长度,阈值选取灵活,并且对信号及噪声的变化具有较强的适应性等优点,并在软阈值函数和硬阈值函数的基础上提出了一种改进型阈值函数。与 Donoho 提出的小波阈值去噪算法相比,FDR 阈值和改进型阈值函数的组合具有更好的去噪性能,因此,拓展小波理论,研究小波阈值去噪算法,特别是阈值的设定和阈值函数的选取,无论在学术上还是在实际应用中都具有十分重要的意义。

### 参考文献

- [1] FERRANDO S E, PYKE R. Ideal denoising for signals in sub-Gaussian noise[J]. *Applied and Computational Harmonic Analysis*, 2008,24(1):1-13.
- [2] POORNACHANDRA S. Wavelet-based denoising using subband dependent threshold for ECG signals[J]. *Digital Signal Processing*, 2008,18(1):49-55.
- [3] JOHNSON M T, YUAN X L, REN Y. Speech signal enhancement through adaptive wavelet thresholding[J]. *Speech Communication*, 2007,49(2):123-133.
- [4] AZZALINI A, FARGE M, SCHNEIDER K. Nonlinear wavelet thresholding: a recursive method to determine the optimal denoising threshold[J]. *Applied and Computational Harmonic Analysis*, 2005,18(2):177-185.
- [5] DONOHO D L. De-noising by soft-thresholding[J]. *IEEE Transactions on Information Theory*, 1995,41(3):613-627.
- [6] DONOHO D L, JOHNSTONE I M. Ideal spatial adaptation by wavelet shrinkage[J]. *Biometrika*, 1994, 81(3):425-455.
- [7] GAO H Y, BRUCE A G. Waveshrink and semisoft shrinkage[R]. *Statistical Science Research Report*, 1995:1-24.
- [8] GAO H Y, BRUCE A G. Waveshrink with firm shrinkage[J]. *Statistica Sinica*, 1997,7(4):855-874.
- [9] ABRAMOVICH F, BENJAMINI Y. Thresholding of wavelet coefficients as multiple hypotheses testing procedure[C]. In *Wavelets and Statistics*, *Lecture Notes in Statistics* 103, New York: Springer-Verlag, 1995:5-14.
- [10] ABRAMOVICH F, BENJAMINI Y, DONOHO D L, *et al.* Adapting to unknown sparsity by controlling the false discovery rate [J]. *Annals of Statistics*, 2006,34(2):584-653.
- [11] TSUI K W, TANG S J. Simultaneous testing of multiple hypotheses using generalized p-values[J]. *Statistics & Probability Letters*[J]. 2007,77(12):1 362-1 370.
- [12] BENJAMINI Y, HOCHBERG Y. On the adaptive control of the false discovery rate in multiple testing with independent statistics [J]. *Journal of Educational and Behavioral Statistics*, 2000,25(1):60-83.

## IMAGE DENOISING BASED ON THRESHOLD ALGORITHM OF FREE DISTRIBUTED FDR HYPOTHESES TESTING

ZHANG Tian-yu

(Department of Mechanical and Electrical Engineering, Wuxi Radio & Television University, Wuxi 214011, China)

**Abstract:** The core problem of wavelet threshold denoising algorithm is threshold setting and threshold function selection. The universal threshold proposed by Donoho is not very ideal in practice. According to the method of free distributed false discovery rate hypotheses testing in statistics, the threshold is set and it does not depend on the length of signal. Moreover, a modified threshold function is proposed on the basis of soft threshold function and hard threshold function. The simulation results show that the combination of FDR threshold and modified threshold function is more effective than that of wavelet threshold denoising algorithm proposed by Donoho.

**Key words:** wavelet analysis; image denoising; threshold; threshold function; false discovery rate (FDR)

# 考虑禁带情况下半导体的电子与空穴分布

姚毅, 张方辉, 靳宝安, 张麦丽, 马颖

(陕西科技大学电气与信息工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘要:**在考虑禁带特性的情况下,从理论上探讨了半导体中电子与空穴的分布.以 Si 为例,利用 MATLAB 定量分析了不同能量时本征 Si 半导体中电子占据导带底的几率-温度关系和不同温度时电子占据导带底的几率-能量关系.分析结果表明:导带中绝大多数电子分布在导带底附近,价带中绝大多数空穴分布在价带顶附近;温度越高,电子占据导带底的几率越大,温度每升高 20 K,电子占据的几率增加大约 4 到 5 倍;导带中能级具有的能量越高,电子占据该能级的几率越低,能量每增加 0.02 eV,电子占据的几率下降大约 1/2.

**关键词:**费米分布;费米能级;波尔兹曼分布

**中图法分类号:**TN301

**文献标识码:**A

## 0 引言

随着国家对能源的日益重视,太阳能光伏产业成为了半导体行业一个新的研究热点.除此之外,半导体发光二极管具有节能、高效的特点,半导体照明取代白炽灯已是大势所趋.当前,国家对半导体照明大力投入,启动了“国家半导体照明工程”,力促产业发展,因此对半导体理论的研究具有重要的意义.

费米-狄拉克分布描述了金属电子气中电子的分布,人们借用费米分布来描述半导体中电子与空穴的分布情况.费米-狄拉克分布是统计物理学<sup>[1,2]</sup>的重要内容,也是半导体物理学的重要理论基础<sup>[3]</sup>,对费米分布的理论研究具有重要的意义,因此人们对费米分布展开了深入的研究.李珂提出了一种计算载流子占据杂质能级的概率的新方法<sup>[4]</sup>,Charles A. Ginsburg 从量子统计物理的角度对费米分布和玻色爱因斯坦分布进行了分析<sup>[5]</sup>,N. N. Kalitkin 和 I. V. Ritus 用插值法平滑逼近费米分布函数<sup>[6]</sup>,P. K. Chakraborty 等人对简并半导体的费米分布函数的修正展开了研究<sup>[7]</sup>,V. Donchevd 等人提出了一种模型对补偿半导体费米能级的分布进行了分析<sup>[8]</sup>.从大量电子的宏观整体上来看,在热平衡状态下,电子按能量大小具有一定的统计分布规律.根据量子统计理论,服从泡利不相容原理的电子遵循费米统计分布规律.人们是用费米分布描述费米子气体的分布的,但是半导体中具有禁带,应该考虑禁带对费米分布的影响,载流子的费米分布是不连续的,费米分布函数为不连续函数.本文通过理论模型分析了本征半导体中电子与空穴的分布,讨论了导带底的电子和价带顶的空穴符合波尔兹曼分布,并利用 MATLAB 定量分析了不同能量时本征半导体中电子占据导带底的几率-温度关系和不同温度时电子占据导带底的几率-能量关系.

## 1 半导体中电子与空穴的分布

### 1.1 目前关于半导体中电子与空穴分布的相关理论

按照目前的半导体理论<sup>[3]</sup>,在热平衡状态下,载流子服从费米分布.费米分布函数确定了某一确定能

\* 收稿日期:2009-11-27

作者简介:姚毅(1983—),男,湖南省娄底市人,在读硕士生,研究方向:有机电致发光器件  
基金项目:陕西省专利产业化项目(2005ZZ—04),陕西省教育厅产业化项目(06JC23)



级被电子或空穴占据的几率.

电子的费米分布函数为:

$$f_e = \frac{1}{1 + e^{\frac{E-E_F}{kT}}} \tag{1}$$

空穴的费米分布函数为:

$$f_0 = 1 - \frac{1}{1 + e^{\frac{E-E_F}{kT}}} \tag{2}$$

这里  $f_e$ 、 $f_0$  分别表示电子与空穴在能量为  $E$  的能级的分布几率,  $E_F$  为费米能级, 单位为 eV,  $k$  为波尔兹曼常数.

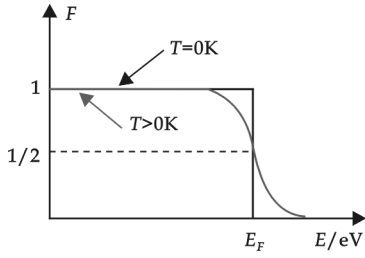


图 1 半导体中电子的分布

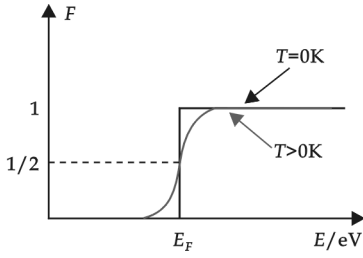


图 2 半导体中空穴的分布

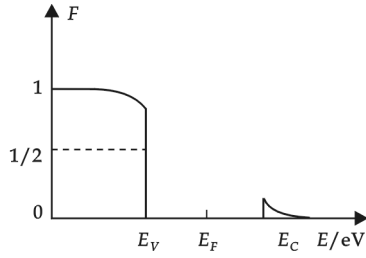


图 3 半导体 Si 中电子的分布

图 1、图 2 分别为对应公式(1)、(2)的电子与空穴在半导体中的分布曲线. 由图 1、图 2 可知, 当温度为 0 K 时, 费米能级可以看成是否被电子或空穴占据的临界位置, 高于费米能级的能级被空穴占据, 低于费米能级的能级被电子占据. 当温度大于 0 K 时, 费米能级附近(低于费米能量)的能级上少量的电子被激发到能量高于费米能级的能级上, 能量越高, 被电子所占据的几率越小, 其上分布的电子数越少. 也可以认为费米能级附近(高于费米能量)的能级上少量的空穴被激发到能量低于费米能级的能级上, 能量越低, 被空穴所占据的几率越小.

### 1.2 考虑禁带情况下本征半导体的电子与空穴分布

事实上, 以上模型并不完备, 因为半导体具有禁带, 而上述模型没有考虑到半导体禁带对电子与空穴分布的影响. 如果考虑到半导体禁带的影响, 则半导体中电子与空穴的分布应该是不连续的, 半导体中电子或空穴的费米分布函数应该为不连续函数. 公式(3)、(4)分别为考虑禁带情况下本征半导体的电子与空穴的费米分布函数.

电子的分布为:

$$f_e = \frac{1}{1 + e^{\frac{E-E_F}{kT}}} \quad (E \geq E_c, E \leq E_v) \tag{3}$$

空穴的分布为:

$$f_0 = 1 - \frac{1}{1 + e^{\frac{E-E_F}{kT}}} = \frac{1}{1 + e^{\frac{E_F-E}{kT}}} \quad (E \geq E_c, E \leq E_v) \tag{4}$$

式(3)、(4)中,  $E_v$  为价带顶,  $E_c$  为导带底. 图 3 为对应公式(3)的本征半导体中电子分布的曲线.

由图 3 可知, 半导体的禁带中没有电子, 当半导体的价带电子受到激发时, 它们将会从价带跃迁到导带, 其占据导带中能量较高能级的几率随能量升高而指数下降, 所以导带中绝大多数电子分布在导带底附近.

同理, 当导带空穴受到激发时, 它们将会从导带跃迁到价带, 其占据价带中能级的几率随能级所具有的能量的降低而迅速下降, 空穴很难占据远离价带顶的能级, 所以价带中绝大多数空穴分布在价带顶附近.

在式(3)中, 当导带电子( $E \geq E_c$ )的能量满足  $E - E_F \gg kT$  时, 即:

$$\exp\left(\frac{E - E_F}{kT}\right) \gg 1$$

如令  $A = e^{\frac{E_F}{kT}}$ , 则  $f_e$  可近似表示为:

$$f_e = e^{-\frac{E-E_F}{kT}} = Ae^{\frac{E_F}{kT}}$$

(5)

公式(5)为电子的波尔兹曼分布函数. 由式(4)可知,在一定温度下,电子占据能量为 $E$ 的能级的几率由指数因子 $e^{-\frac{E_F}{kT}}$ 所决定. $E$ 远大于 $E_F$ 时,电子占据能量为 $E$ 的能级的几率很小.在半导体中,导带底的能量与费米能级的能量差远大于 $kT$ ,电子占据导带中的所有能级的几率都满足 $f_e \ll 1$ ,所以电子在导带中的分布符合波尔兹曼分布.

同理,在式(4)中,当价带空穴( $E \leq E_v$ )的能量满足 $E_F - E \gg kT$ 时,即:

$$\exp(\frac{E_F - E}{kT}) \gg 1$$

如令 $B = e^{-\frac{E_F}{kT}}$ ,则 $f_0$ 可近似表示为:

$$f_0 = 1 - f_e = e^{-\frac{E_F - E}{kT}} = Be^{\frac{E_F}{kT}}$$

(6)

式(6)为空穴的波尔兹曼分布函数. 由式(6)可知,在一定温度下,空穴占据能量为 $E$ 的量子态的几率由指数因子 $e^{\frac{E_F}{kT}}$ 所决定. 同理,空穴在价带中的分布也符合波尔兹曼分布.

1.3 用 MATLAB 具体分析导带底电子的分布

为了更形象地理解电子在导带中的分布,本文利用 MATLAB 精确绘制了 Si 半导体导带底电子的分布图,对半导体中电子与空穴的分布做了进一步探讨. 图 4(a)、(b)为根据公式(3)利用 MATLAB 做出的电子在导带底的分布曲线. 表 1 为不同温度时,根据公式(3)得到的电子占据导带底不同能级的几率. 取常温下 Si 材料的参数,Si 的禁带宽度为 1.12 eV,价带顶和导带底的能量分别为 0 eV 和 1.12 eV,本征硅的费米能级 $E_F$ 大约在禁带中线处,取 $E_F$ 为 0.56 eV.

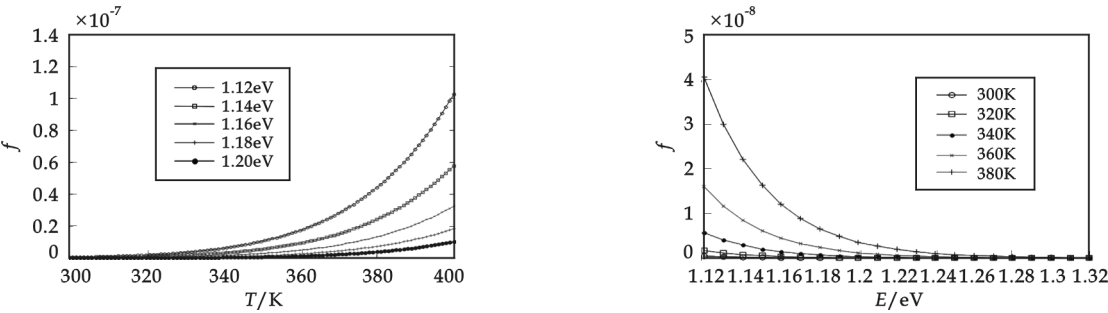


图 4(a) 不同能量时电子占据导带底的几率-温度曲线 图 4(b) 不同温度时电子占据导带底的几率-能量曲线

图 4(a)为温度-几率曲线,描述了电子占据导带底附近能量为 1.12 eV、1.14 eV、1.16 eV、1.18 eV、1.20 eV 的 5 个能级的几率与温度的关系. 由图 4(a)可知,随着温度升高,电子占据导带底各能级的几率迅速上升,说明温度越高,则越多的电子从价带激发到该能级. 从表 1 可知,在温度为 300 K、320 K、340 K、360 K、380 K 时,电子占据导带底 1.12 eV 的能级的几率分别为 $4.43 \times 10^{-10}$ 、 $1.66 \times 10^{-9}$ 、 $5.7 \times 10^{-9}$ 、 $1.6 \times 10^{-8}$ 、 $4.5 \times 10^{-8}$ . 可见,温度每升高 20 K,电子占据的几率增加了 4 到 5 倍.

图 4(b)为能量-几率曲线,描述了温度分别为 300 K、320 K、340 K、360 K、380 K 时,电子占据导带底各能级的几率与能级能量的关系. 由图 4(b)可知,随着能级所具有的能量

表 1 电子占据导带底的几率

| 能量/eV | 温度/K                   |                        |                        |                       |                       |
|-------|------------------------|------------------------|------------------------|-----------------------|-----------------------|
|       | 300                    | 320                    | 340                    | 360                   | 380                   |
| 1.12  | $4.43 \times 10^{-10}$ | $1.66 \times 10^{-9}$  | $5.7 \times 10^{-9}$   | $1.6 \times 10^{-8}$  | $4.5 \times 10^{-8}$  |
| 1.14  | $2.05 \times 10^{-10}$ | $8.06 \times 10^{-10}$ | $2.89 \times 10^{-9}$  | $8.44 \times 10^{-9}$ | $2.21 \times 10^{-8}$ |
| 1.16  | $9.5 \times 10^{-11}$  | $3.92 \times 10^{-10}$ | $1.47 \times 10^{-9}$  | $4.45 \times 10^{-9}$ | $1.2 \times 10^{-8}$  |
| 1.18  | $4.4 \times 10^{-11}$  | $1.9 \times 10^{-10}$  | $7.46 \times 10^{-10}$ | $2.34 \times 10^{-9}$ | $6.54 \times 10^{-9}$ |
| 1.20  | $2.04 \times 10^{-11}$ | $9.24 \times 10^{-11}$ | $3.78 \times 10^{-10}$ | $1.23 \times 10^{-9}$ | $3.56 \times 10^{-9}$ |

量的升高,电子占据导带底附近各能级的几率迅速下降,说明能级具有的能量越高,激发到该能级的电子

越少.从表 1 可知, $T=300\text{ K}$  时,电子占据导带底附近的能量为  $1.12\text{ eV}$ 、 $1.14\text{ eV}$ 、 $1.16\text{ eV}$ 、 $1.18\text{ eV}$ 、 $1.20\text{ eV}$  能级的几率分别为  $4.43\times 10^{-10}$ 、 $2.05\times 10^{-10}$ 、 $9.5\times 10^{-11}$ 、 $4.4\times 10^{-11}$ 、 $2.04\times 10^{-11}$ .可见,能级能量每增加  $0.02\text{ eV}$ ,电子占据的几率下降大约  $1/2$ .

同理,空穴占据导带底能级的几率随能级所具有的能量的降低而迅速下降,价带中绝大多数空穴分布在价带顶附近;随着温度的升高,空穴占据价带顶附近各能级的几率迅速上升.

2 结论

(1)半导体中,电子和空穴的费米分布是不连续的,导带中绝大多数电子分布在导带底附近,价带中绝大多数空穴分布在价带顶附近,导带中的电子和价带中的空穴都符合波尔兹曼分布.

(2)温度越高,电子占据导带底的几率越大,温度每升高  $20\text{ K}$ ,电子占据导带底能级的几率增加大约 4 到 5 倍;同理,温度越高,空穴占据价带顶的几率越大.

(3)导带中能级具有的能量越高,电子占据该能级的几率越低,能量每增加  $0.02\text{ eV}$ ,电子占据导带底附近能级的几率下降大约  $1/2$ ;价带中能级所具有的能量越低,空穴占据该能级的几率越低.

参考文献

[1] 汪志诚.热力学统计物理[M].北京:高等教育出版社,2008.

[2] 黄昆,谢希德.半导体物理学[M].北京:科学出版社,1958.

[3] 刘恩科,朱秉升,罗晋生,等.半导体物理学[M].北京:国防工业出版社,2006.

[4] 李珂.一种计算载流子占据杂质能级的概率的新方法[J].大学物理,2005,24(9):57-59.

[5] Charles A. Ginsburg. Quantum statistics using equivalent Fermi-Dirac and Bose-Einstein distributions[J]. Chenehal Physics Letters, 1982,88(3):330-332.

[6] N. N. Kalitkin, I. V. Ritus. The smooth approximation of Fermi-Dirac functions[J]. USSR Computational Mathematics and Mathematical Physics, 1986,26(2):87-89.

[7] P. K. Chakraborty, S. K. Biswas, K. P. Ghatak. On the modification of the Fermi-Dirac distribution function in degenerate semiconductors[J]. Physica B: Condensed Matter, 2004,352(1-4):111-117.

[8] V. Donchevd, N. Shtinkov, K. Germanova. Effect of random defect density fluctuations on the Fermi level in highly compensated semiconductors[J]. Materials Science and Engineering, 1997, B47:131-136.

EFFECT OF BAND GAP ON THE DISTRIBUTION OF ELECTRONS AND HOLES IN SEMICONDUCTORS

YAO Yi, ZHANG Fang-hui, JIN Bao-an, ZHANG Mai-li, MA Yin

(School of Electrical and Information Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:**In this paper, based on considering characteristics of band gap, distribution for electrons and holes of semiconductor was discussed. Take Si example, probability-temperature of electrons occupied conduction band bottom with different energy and probability-energy of electrons occupied conduction band bottom at different temperature are given by MATLAB. It is found that most electrons of conduction band distribute near the bottom and most holes of valence band distribute near the top. The probability of the conduction band bottom energy occupied by electrons increases about four to five times with the temperature increasing by  $20\text{ K}$ . The probability of the conduction band bottom energy occupied by electrons decreases about  $1/2$  with the energy increasing by  $0.02\text{ eV}$ .

**Key words:**fermi distribution; fermi level; boltzmann distribution

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0128-05

# 成年男性三维脚型采集及规律分析

王修行, 赖 军, 梁高勇, 秦 蕾

(总后军需装备研究所, 北京 100010)

**摘 要:**采用 YETI 三维脚型扫描仪对我国成年男性进行了脚型采集,分析研究了成年男性脚长、跖趾围长随年龄变化的规律.结果表明,在脚长上,25 周岁以下的脚长均值最大,25~40 周岁和 40 周岁以上的脚长均值接近;在跖趾围长分布上,40 周岁以上的人群最大,脚型较肥.同时分析了脚印投影图、足弓高的特点以及在不同年龄段男性中所占的比例,为不同年龄段成年男性的成鞋号型设计提供了理论参考.

**关键词:**脚型三维扫描;脚型数据;脚印投影图;足弓高

中图法分类号:TS943.26 文献标识码:A

## 0 引言

鞋靴与脚的匹配程度决定了其穿着的舒适性.只有充分了解脚的特点,根据脚型规律才能制造出穿着舒适的鞋靴.因此,研究脚型规律是鞋靴制造的基础.在上世纪 80 年代,研究人员通过人工测量方法采集了我国男性脚型数据并进行了规律分析,为号型设置和制鞋打下了基础.但 30 年过去了,中国人的脚型规律随着生活水平的提高也逐渐发生变化,因此通过三维扫描技术对我国男性脚型进行采集及规律分析有着重要的现实意义.

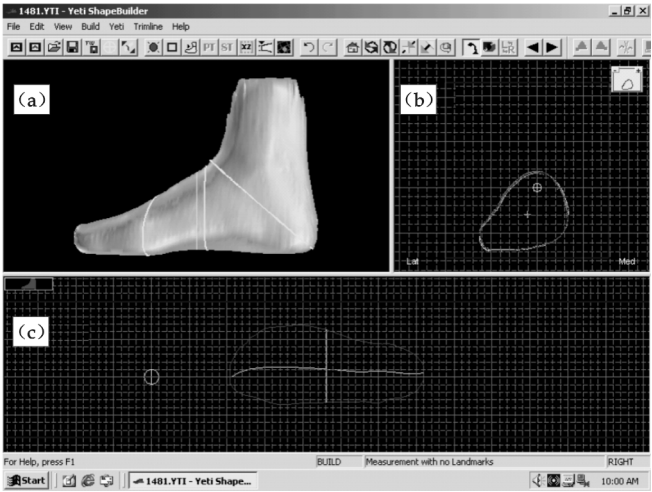


图 1 YETI 三维脚型扫描软件界面

(a. 脚型三维图;b. 脚型横截面;c. 脚印投影图)

三维脚型测量技术是近年来逐渐发展的一种脚型测量技术,该测量方法具有高效、准确、重复性好的特点,并且可以得到脚的三维模型.本文采用加拿大 Vorum 公司 YETI 三维脚型扫描仪对我国成年男性的脚型进行了数据采集.该扫描仪不仅能获得脚的基本数据,同时能获得脚的三维模型、脚型横截面和脚印投影图等.与人工测量相比,YETI 三维脚型扫描仪可以获得更多的脚型数据信息,为分析脚型特点,把握脚型规律提供进一步的参考.

## 1 脚型三维扫描

### 1.1 测量对象

对我国成年健康发育良好的男性通过典

\* 收稿日期:2009-12-17

作者简介:王修行(1982—),男,安徽省阜阳市人,工程师,硕士,研究方向:制鞋基础理论与设计

型和整群相结合的方式抽样,涉及全国 30 余个省、自治区和直辖市,采集样本 3 741 人,其中有效样本 3 559 人,年龄区间为 18~70 周岁,其中 25 周岁(不含)以下的样本 1 238 人,25~40 周岁的样本 1 308 人,40 周岁(不含)以上的样本 1 013 人.根据数理统计的 U 检法( $P=0.01,\Delta=1\text{ mm}$ )算得的样本数为 802 人<sup>[1]</sup>,因此所测分类样本数量满足统计要求.

1.2 扫描设备及配套软件

采用加拿大 Vorum 公司的 YETI 三维脚型扫描仪对成年男性脚型进行数据采集,该扫描仪系统主要由 8 个摄像头和 4 个激光束发射器构成.

TETI ShapeBuilder 软件是运行 YETI 扫描仪的配套软件,该软件的界面如图 1 所示,可以获得脚长、跖趾围长、足弓高等基本数据,并且可以得到包括脚型三维模型、横截面和脚印投影图数据.

1.3 测量方法

首先,把扫描仪放在一个没有日光直射的屋子里,通过调整扫描仪底部的 4 个螺丝使其水平.把扫描仪连接到电脑上,接通电源.然后利用标准圆柱校准扫描仪.测量时,受测脚穿着白色薄袜站立在扫描仪内的有机玻璃板上,另一只脚站立在扫描仪旁与受测脚水平,受测者站立时重心在两脚中间,如图 2 所示.



图 2 脚型数据采集图

2 脚型数据分析

2.1 脚长分布规律

从图 3 可以看出,不同年龄段成年男性其脚长值在正态分布曲线上存在一些差异.从分布规律和中心峰值来看,25~40 周岁及 40 周岁以上男性的脚长分布相似,正态曲线偏左,脚长均值较小;而 25 周岁以下男性分布曲线偏右,脚长均值较大.

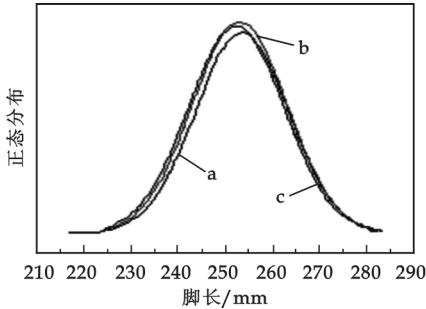


图 3 不同年龄段成年男性脚长正态分布图

(a. 25 周岁以下;b. 25~40 周岁;c. 40 周岁以上)

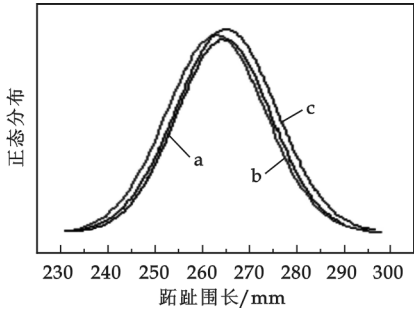


图 4 不同年龄段男性跖趾围长正态分布图

(a. 25 周岁以下;b. 25~40 周岁;c. 40 周岁以上)

表 1 给出了不同年龄段男性的脚长统计数据,统计结果和正态曲线分布一致.25 周岁以下男性的脚长均值较大,为 253.7 mm,而 25~40 和 40 周岁以上的脚长均值接近,两者相差 0.3 mm.

表 1 不同年龄男性脚长统计结果

| 年龄      | 均值/mm | 标准差/mm | 最大值/mm | 最小值/mm | 样本数   |
|---------|-------|--------|--------|--------|-------|
| 25 周岁以下 | 253.7 | 9.9    | 286.3  | 219.8  | 1 238 |
| 25~40   | 252.7 | 10.1   | 286.9  | 222.5  | 1 308 |
| 40 周岁以上 | 252.4 | 10.1   | 287.9  | 221.4  | 1 013 |

2.2 跖趾围长分布规律

欧美等国在跖趾围长上和我国定义的尺寸存在一定的差异.因此,同一样本的跖趾围长 YETI 扫描仪获得的数据比人工测量的数据大 20 mm 左右,但二者之间有一定的线性关系,通过系数换算二者最终可

以统一. 我们将在以后的文章中对二者的线性关系进行研究和讨论.

图 4 给出了不同年龄段男性的跖趾围长正态分布对比曲线. 40 周岁以上的男性跖趾围长较其他年龄段的大, 其正态分布曲线偏右, 而 40 周岁以下的跖趾围长正态分布曲线基本重合, 跖趾围长变化不大. 人到中年, 身体容易发胖, 而脚随着体重的增加其围长也在增加. 因此, 我们从图中可以看出 40 周岁以上的男性跖趾围长较其他年龄段的偏大.

表 2 进一步统计了跖趾围长数据, 可以看出和正态分布曲线的结果一致. 25 周岁以下及 25~40 周岁的男性跖趾围长相当, 相差仅 0.6 mm; 40 周岁以上的男性跖趾围长平均值最大, 达到 265.1 mm.

表 2 不同男性跖趾围长统计结果

| 年龄      | 均值/mm | 标准差/mm | 最大值/mm | 最小值/mm | 样本数   |
|---------|-------|--------|--------|--------|-------|
| 25 周岁以下 | 263.5 | 10.1   | 299.7  | 233.5  | 1 238 |
| 25~40   | 262.9 | 10.5   | 306.0  | 230.7  | 1 308 |
| 40 周岁以上 | 265.1 | 10.7   | 300.5  | 233.1  | 1 013 |

2.3 脚印投影图分析

YETI 三维脚型扫描仪可以获得脚印投影图的特点, 归纳起来主要有以下几种脚型类别, 参见图 5.

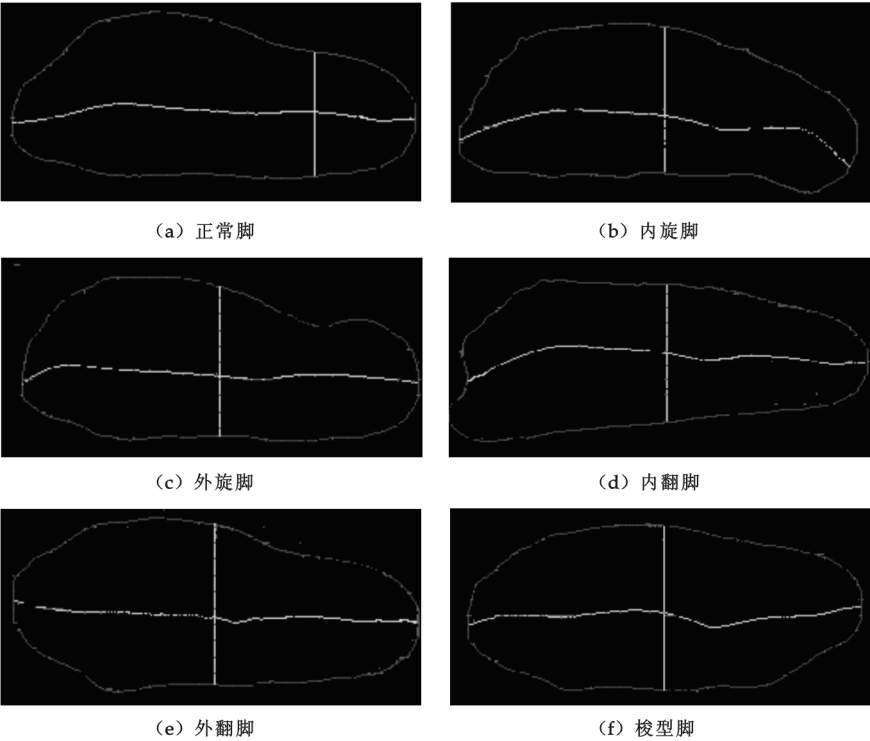


图 5 不同类别的脚印投影图

正常脚投影图特点是前掌部分比脚跟部稍大, 跖趾部位关节没有突出也没有多余的肉体; 内旋脚和外旋脚主要是在后跟部位的肉体的投影出现内突或者外突; 外翻脚的跖趾部位变形, 在图中表现为跖趾部位的投影突出, 内翻脚投影的特点是脚的前部分宽大; 梭形脚, 其主要特点是脚前部分和脚的后跟小, 而中间突出.

进一步对男性脚印投影图的特点进行统计分析, 对比不同年龄段男性人各种脚型所占的比例, 结果见表 3. 从表中可以看出内旋脚在男性中的比例最大, 总体约为 5.0%, 其中 40 周岁以上的男性内旋脚最多, 该类型主要是后天形成的, 因此在中老年人群中所占的比例较大; 梭型脚在男性人群中所占的比例也比较高, 在 3.6% 左右, 而其他非正常脚型在不同年龄段男性之间的差别不是很大, 所占的比例都在 2% 左右. 我们对比了不同人群中非正常脚型的比例, 发现 40 周岁以上非正常脚的比例最大, 为 15.7% 左右, 而 25



周岁以下非正常脚比例最小,约为 12.8%。非正常脚在我国成人男性中所占的比例约为 14%,较 20 年前的统计结果 15%降低了一个百分点<sup>[2]</sup>。因此,我们在鞋靴设计时要充分考虑非正常脚型的特点及其所占的比例,进一步提高鞋靴的适脚率。

2.4 足弓高度分析

脚依靠足弓结构及附着的韧带、肌肉而产生弹性。人在站立、行走时,足弓始终保持着弓状结构,起到弹簧作用。运动时,可使由于体重而施于地面的冲力之反冲力得到减缓,减轻走路或者跑步时的疲劳感。因此,鞋靴设计时要考虑足弓的特点,提高运动时鞋靴穿着的舒适性。足弓分纵弓和横弓,横弓又分为前横弓和后横弓,而纵弓又分为内纵弓和外纵弓<sup>[2]</sup>。内纵弓最能代表足弓的特点,本文所讨论的足弓指的是内纵弓。

足弓高度研究方法主要有足印观察法、形态学足弓测量法、X 光检测法、舟状骨足弓指数法、足印参数法等方法<sup>[3-5]</sup>,但这些方法只能进行定性的分析,而不能反映足弓高度的具体数值。利用 YETI 三维脚型扫描仪可以获得足弓高度数据,进而对足弓进行定量分析。为了更深层次地研究足弓规律,根据足弓高度数据我们将脚型划分 3 个类别:(1)A 类足,足弓高低于或等于 5 mm;(2)B 类足,足弓高在 5~15 mm 之间;(3)C 类足,足弓高大于或等于 15 mm。需要说明的是该数据由 YETI 扫描仪测得,可能和利用其他方法测得的足弓数据不同。因此,根据足弓高度划分脚型类别要依据具体测量方法进行。

从表 4 可以看出,A 类足人数 40 周岁以上的男性最高,为 7.1%。A 类足里面包括一部分先天平足或低弓足患者,也有一部分是由后天造成的。中、老年男性由于体重不断增加,而肌力不能随之增加,若是肌肉萎缩无力,便可导致足弓塌陷,足弓变低。因此,中老年男性 A 类足的人数比例较高。B 类足的脚步高度适中,在男性中所占的比例为 86.4%。C 类足,其足弓较高,在不同年龄段男性中的比例相当。由于其足弓较高,其跖面可能也较高,穿鞋时容易压脚面,严重者可能穿鞋困难。因此,根据足弓高度规律对鞋楦和鞋垫进行设计,可以满足更多消费群体穿鞋的要求。

3 结论

(1)利用 YETI 三维脚型扫描技术可以获得基本脚型数据、脚型三维模型、横截面以及脚印投影图等数据。

(2)脚长和跖趾围长分布规律符合正态分布曲线形态。从分布规律和中心峰值来看,25 周岁以下的男性脚长分布曲线偏右,脚长均值较大,其他人群脚长分布曲线相似;在跖趾围长分布上,40 周岁以上男性的分布曲线偏右,脚型较其他男性群体偏胖。

(3)脚印投影图主要有 6 种类型,分为正常型、内旋、外旋、内翻、外翻以及梭型脚。非正常脚型所占比例中,内旋脚和梭型脚比例最大,内旋脚为 5.2%,梭型脚为 3.6%,而其他脚型比例相当,约为 2%。

(4)足弓高度分析说明,40 周岁以上的男性 A 类足弓者所占的比例较其他年龄段高;B 类足在人群中的比例较高,约为 86%;C 类足弓在人群中的比例约为 7.4%。

表 3 脚印投影图统计数据表

| 年龄       |    | 正常    | 内旋  | 外旋  | 内翻  | 外翻  | 梭型  |
|----------|----|-------|-----|-----|-----|-----|-----|
| 25 周岁以下  | 人数 | 1 080 | 58  | 25  | 12  | 19  | 44  |
|          | %  | 87.2  | 4.7 | 2.0 | 0.9 | 1.5 | 3.5 |
| 25~40 周岁 | 人数 | 1 125 | 64  | 23  | 19  | 29  | 48  |
|          | %  | 86.0  | 4.9 | 1.8 | 1.4 | 2.2 | 3.7 |
| 40 周岁以上  | 人数 | 854   | 66  | 19  | 13  | 25  | 36  |
|          | %  | 84.3  | 6.5 | 1.9 | 1.2 | 2.4 | 3.6 |
| 总计       | 人数 | 3 059 | 188 | 67  | 44  | 73  | 128 |
|          | %  | 85.9  | 5.2 | 1.9 | 1.2 | 2.0 | 3.6 |

表 4 足弓高度统计数据表

| 足型  |    | 25 周岁以下 | 25~40 周岁 | 40 周岁以上 | 总计    |
|-----|----|---------|----------|---------|-------|
| A 类 | 人数 | 61      | 86       | 72      | 219   |
|     | %  | 4.9     | 6.1      | 7.1     | 6.2   |
| B 类 | 人数 | 1 097   | 1 110    | 871     | 3 078 |
|     | %  | 88.6    | 86.1     | 86.0    | 86.4  |
| C 类 | 人数 | 80      | 112      | 70      | 262   |
|     | %  | 6.5     | 7.7      | 6.9     | 7.4   |



## 参考文献

- [1] 轻工业部制鞋工业科学研究所. 中国鞋号及鞋楦设计[M]. 北京:轻工业出版社,1984:12-13.
- [2] 《中国鞋业大全》编委会. 中国鞋业大全一下[M]. 北京:化学工业出版社,2000:14-15.
- [3] Wang TL, Comberiati RF. The navicular arch index: a reliable and valid footprint parameter to evaluate arch height[J]. J Rehabil Med Assoc ROC, 1999, 27(4):183-188.
- [4] Wang CH, Lin CF, Yeung KT. Comparisons of three different measurements in the arch of the foot[J]. Formosan Journal of Physical Therapy, 2001, 26(2):77-84.
- [5] Michael R, Hawes P. D, Nigg B. M. Footprint parameters as a measure of arch height[J]. Foot and Ankle, 1992, 13 (1): 22-26.

## STUDY ON MALE'S FOOT DATA WITH THREE-DIMENSIONAL FOOT SCAN TECHNOLOGY

WANG Xiu-xing, LAI Jun, LIANG Gao-yong, QIN Lei

(The Quartermaster Equipment Institute of the General Logistics Department, Beijing 100010, China)

**Abstract:** This paper measured male's foot data with three-dimensional foot scan technology. We compared the relationships of male's foot length and ball circumference with different age groups. In the aspect of foot length, people aged below 25 years old have the biggest average value, while those who are between 25~40 and above 40 years old share the similar average value of foot length. In the distribution of ball circumference, men who are above 40 years old have the biggest average value, with fatter foot shape than other groups. We also summarized the characters of foot arch height and foot projection view and analyzed the proportions of the foot arch height and foot projection view of men with different age groups. The study can give some reference on male's shoes design of different age groups.

**Key words:** three-dimensional foot scan; foot data; foot projection view; foot arch height

~~~~~  
(上接第 117 页)

## ATTACK VERIFICATION OF STACK OVERFLOW BASED ON WINDOWS OPERATING SYSTEM

ZHOU Rui<sup>1</sup>, YU Xiao-ming<sup>2</sup>

(1. Faculty of Science, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China; 2. School of Electrical and Information Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** Currently, the majority of buffer overflow's attack is based on destroys stack's way. This article in view of the Windows operating system, carries on the simple analysis to the stack overflow principle, and completes an attack verification of overflow through the example. Experimental results show that there are loopholes for the code can be exploits, and given several suggestions to prevent exploits.

**Key words:** stack; buffer overflow; leak attack; network security

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0133-05

# 散裂中子源靶站中子慢化和屏蔽的计算模拟

李佳昕, 胡克敏, 胡雅婷, 周 硕

(暨南大学物理系, 广东 广州 510632)

**摘 要:**利用蒙特卡罗通用程序 MCNP 模拟了中国散裂中子源(CSNS)靶站中子的慢化和屏蔽. CSNS 靶站通过 1.6 GeV 质子打到钨靶上, 产生高能中子, 经慢化器慢化后通过中子束道引入到各类中子谱仪中. 本文的计算机模拟结果可为靶站中子的慢化和屏蔽的效果提供相关参考信息.

**关键词:**中子慢化; 中子屏蔽; 计算模拟; 散裂中子源

**中图法分类号:**O571.53

**文献标识码:**A

## 0 引言

中国散裂中子源(CSNS)是将建设的国家重大科技基础设施之一, 其将建于广东省东莞市大郎镇. CSNS 是由 1.6 GeV 的高能质子轰击重金属靶而产生强流中子, 并利用中子研究物质微观结构和运动的重要科学设施, 主要由质子加速器、中子靶站和中子谱仪 3 大部分组成. 质子轰击金属靶产生的中子能量较高, 必须经慢化才可引入谱仪, 因此中子的慢化过程值得关注<sup>[1]</sup>. 同时由于中子的穿透性很强, 从辐射安全的角度, CSNS 靶站屏蔽层的设计也是值得关注的.

散裂中子源靶站的建造周期长, 难度大, 设备庞大昂贵, 中子辐射防护严密, 一旦建成很难改变, 因此有必要在建造之前对整个装置进行谨慎的设计优化, 以增强设备性能, 节约建设成本. CSNS 运行时靶站将产生大量高能中子, 从中子应用和辐射安全的角度需要对这些高能中子进行慢化和屏蔽. 由于中子散裂过程是个随机过程, 因此用解析方法很难对靶站各个参数进行优化. 近年来, 随着计算机计算速度的飞速提高, 国际上大多数著名的中子散裂实验室在新建或升级装置时大多使用蒙特卡罗方法来进行模拟, 取得了很好的效果<sup>[2,3]</sup>. 本文采用美国 Los Alamos 实验室开发的 MCNP 蒙特卡罗通用程序对中子的慢化和屏蔽进行了模拟, 以期为靶站中子的慢化和屏蔽效果提供相关参考信息.

## 1 模拟模型

靶站是 CSNS 中产生中子的关键部分<sup>[4,5]</sup>, 靶站和加速器的界面是质子束窗, 经加速器加速的高能质子束穿过此窗进入钨靶. 靶站和谱仪的界面是慢化器, 经慢化器慢化的热中子经中子束道到达中子谱仪. 质子通过左侧质子孔道打到钨靶上, 产生高能中子, 高能中子经慢化器慢化后通过在靶上下对称放置的 18 条中子束道引出, 通过中子束道引到设计的 18 个中子谱仪中.

散裂中子源的靶站及其屏蔽层主要由靶体、慢化体、钢和重混凝土屏蔽体组成, 结构示意图如图 1 所示. 图中最内层圆柱体为安放钨靶位置, 钨靶放置在该圆柱体中心位置, 周围用重水浸没. 圆柱体外是由几个圆柱状钢结构组成的屏蔽体, 在屏蔽体中间还嵌有两个可移动的混凝土开闭装置, 可以打开或者关闭质子和中子束道, 进而控制实验的进行. 外层和最下面几部分是混凝土屏蔽体, 主要用来屏蔽中子和固定整

\* 收稿日期:2009-12-01

作者简介:李佳昕(1983—), 男, 河北省邯郸市人, 在读硕士生, 研究方向:计算物理

个装置.

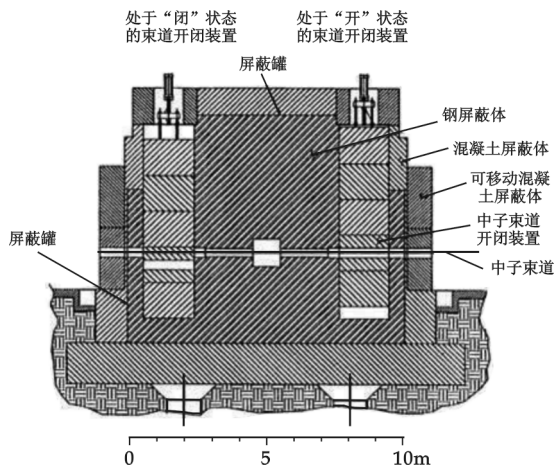


图 1 散裂中子源靶站结构示意图

器外部、钢屏蔽体内部的区域;栅元 2 为纵截面为“山”形状的圆柱形钢屏蔽体结构,其内柱半径 2.591 m,高 7.273 m,底部圆柱半径 4.909 m,高 0.909 m,外层圆柱壳厚 0.545 m,高 4.409 m;栅元 3 为可移动混凝土区域,其厚 1.545 m,高 6.954 m;4~7 号栅元为不同型号的混凝土材料,其中栅元 4 为模型底部直径 7.136 m,厚度 1.5 m 的圆柱体;栅元 5 由 4 个形状不同的圆环状混凝土体组成,尺寸分别为内径 4.364 m,外径 4.727 m,高 2.5 m;内径 4.727 m,外径 5.091 m,高 2 m;内径 4.909 m,外径 5.091 m,高 5.318 m;内径 5.091 m,外径 6.045 m,高 1.909 m;栅元 6 为模型顶部直径 2.591 m,高 0.972 m 的圆柱体;栅元 7 为内径 5.091 m,外径 5.909 m,高 4.409 m 的圆环体;8 号栅元为半径 10 m 的球体内部,模型外部的空腔部分为真空;9 号栅元为半径 10 m 的球体外部的真空区域;51 号栅元为半径 0.44 m,高 1.024 m 的圆柱体外部,半径 0.455 m,高 1.054 m 的圆柱体内部的区域,该区域为铍反射体。

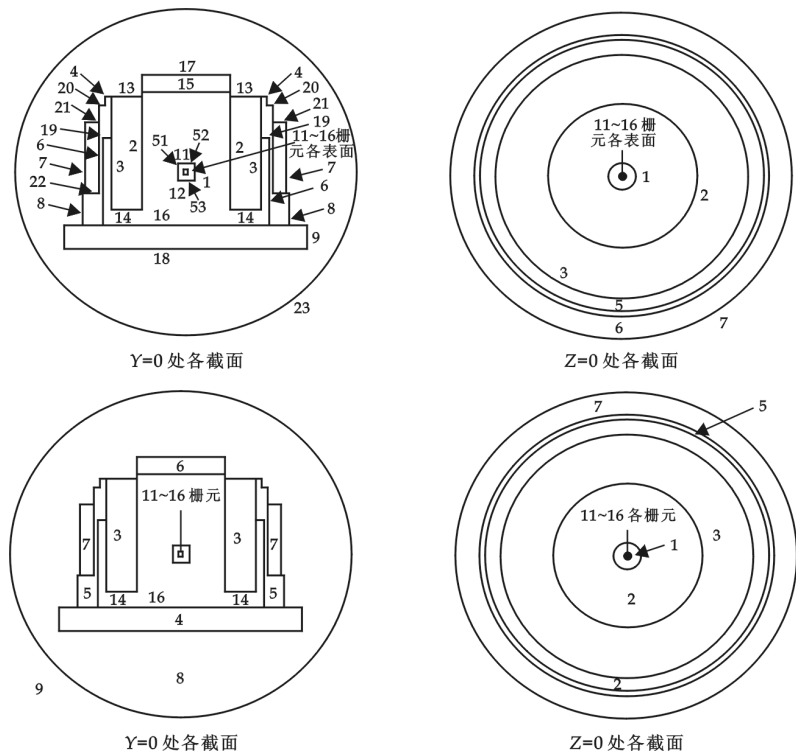


图 2 模型截面和栅元示意图

为了模拟 CSNS 靶站的中子慢化过程和屏蔽效果,本文根据图 3 所示的结构,应用 MCNP 通用程序,通过其输入卡的设计建立模型,从而进行中子慢化和屏蔽的计算模拟。

### 1.1 几何模型

在建立几何模型时,暂时不考虑中子束道等细化结构,将模型分成以下几个区域来进行描述:慢化器区域、重水慢化区域、钢屏蔽区域、混凝土屏蔽区域。经 MCNP 输入卡中截面标记和栅元标记数据的输入,得到靶站结构的几何模型示意图(图 2)。

在图 2 中,截面标记号为 1~9 号、11~23 号、31~36 号、51~53 号,栅元标记号为 1~9 号、11~16 号、51 号。重水区域为栅元 1,其半径为 0.455 m,它代表慢化

慢化器区域如图 3 所示<sup>[5]</sup>,该区域为由浸入重水的 6 个大小形状相同(长 0.1 m,宽 0.1 m,厚 0.05 m)的长方体组成.长方体分别摆放在靶的上、中、下 3 个位置:中部 2 个慢化器正对靶放置,为 SLAB 型慢化器;上下 4 个慢化器为 WING 型慢化器,它们分别放置在靶的前后位置,并以各自中心为原点绕 Z 轴旋转±30 度放置,中子束道分别从慢化器表面垂直方向和与垂直方向成±12°方向引出,6 个慢化器分别编号为 11~16 号栅元,11、12 号栅元标示的慢化器为液态甲烷,13、15 号栅元标示的慢化器为液态氢,14、16 号栅元标示的为水.表 1 给出了计算中各区域的质量密度和温度.

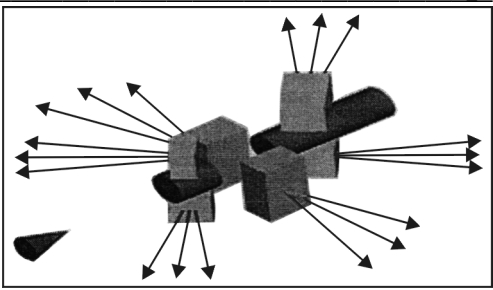


图 3 慢化器放置示意图

表 1 各区域质量密度

栅元	1	2	3	4	5	6	7	11,12	13,15	14,16	51
材料	重水	钢	混凝土 1	混凝土 2	混凝土 3	混凝土 4	混凝土 5	液态甲烷	液态氢	水	铍
密度/(g/cm <sup>3</sup> )	1.1	4.68	3.55	4.70	2.33	2.3	2.3	0.447	0.07	1	1.80
温度/K	300	300	300	300	300	300	300	191.05	20.64	300	300

1.2 中子源模型

在 CSNS 靶站的中子慢化过程和屏蔽层的屏蔽效果的计算模拟中,由 1.6 GeV 高能质子轰击钨靶后从靶表面逸出的中子能谱选用如图 4 所示分布<sup>[6]</sup>.计算中假设中子的出射方向为各向同性,中子源(钨靶)采用半径为 2 cm,高 10 cm 的圆柱形体源,如图 5 所示<sup>[7]</sup>.

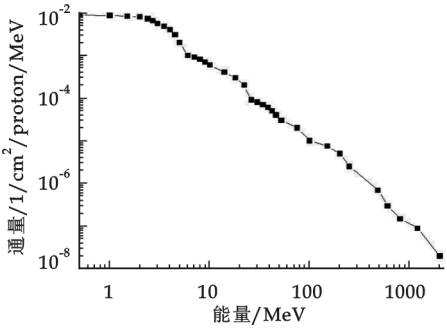


图 4 靶表面逸出中子的能谱分布

2 计算结果

利用 MCNP 进行计算模拟时,在记数卡中分别应用了 F1(穿过一个界面的中子积分流量)、F2(穿过一个界面的中子平均通量)、F4(一个栅元的平均通量)、F6(一个栅元上的平均沉积能量)、F7(一个栅元上的裂变平均沉积能量)卡.

对金属靶出射的 1 个中子进行 10<sup>6</sup> 次模拟,得到如下结果:

源中子经过慢化器(11~16 号栅元)慢化后,在慢化器出射面出射的中子能量分布如图 6 所示.图 6 给出了计算得到的中子通量与中子能量的分布.可以看出,中子数的峰值出现在 10<sup>-9</sup>~10<sup>-7</sup> MeV 之间,6 个慢化器外表面(截面 11 036、12 035、13 035、15 035、14 036、16 036)中子通量的峰值分别为 1.14×10<sup>-5</sup>、1.15×10<sup>-5</sup>、4.01×10<sup>-5</sup>、4.25×10<sup>-5</sup>、1.01×10<sup>-5</sup>、1.07×10<sup>-5</sup> (1/cm<sup>2</sup>/meV),该峰值对应

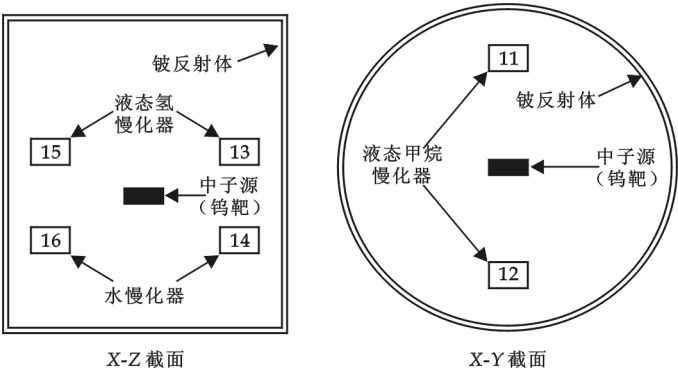


图 5 中子源位置抽样示意图

的中子能量为 2.8×10<sup>-8</sup>、2.8×10<sup>-8</sup>、2.8×10<sup>-9</sup>、2.8×10<sup>-9</sup>、2.8×10<sup>-8</sup>、2.8×10<sup>-8</sup> (MeV),这些峰值能量列入表 2.由峰值可以看出,温度为 20.64 K 的液态氢慢化器的峰值约为其他两种慢化器的十分之一.表 2 同时给出了中子热运动的能量为 3kT/2.表 3 给出了计算得到的 10<sup>-9</sup>~10<sup>-7</sup> MeV 能量段的中子通量与计算得到的中子总通量以及它们的比值.从表 2 可以看出,中子通量峰值所对应的中子能量与中子的热运动能量在一个量级内.从表 3 可以看出,经慢化器慢化后,10<sup>-9</sup>~10<sup>-7</sup> MeV 能量段中子通量占中子总通量比例均达到 78% 以上.由此可知,慢化器慢化效果明显.

表 2 慢化后中子峰值能量与热运动中子能量比较

截面	11 036	12 035	13 035	15 035	14 036	16 036
温度/K	191.05	191.05	20.64	20.64	300	300
$\frac{3}{2}kT/10^{-9}$ MeV	24.7	24.7	2.67	2.67	38.8	38.8
峰值/ $10^{-9}$ MeV	28	28	2.8	2.8	28	28

表 3 低能段中子通量所占比例

截面	11 036	12 035	13 035	15 035	14 036	16 036
$10^{-9} \sim 10^{-7}$ MeV 能量段 中子通量/ $10^{-4}$ MeV	6.13	6.13	7.10	7.19	6.39	6.49
中子总通量/ $10^{-4}$ MeV	7.20	7.17	8.64	8.66	8.12	8.27
$10^{-9} \sim 10^{-7}$ MeV 能量段中子 通量占总通量比例/%	85.1	85.5	82.1	83.0	78.7	78.5

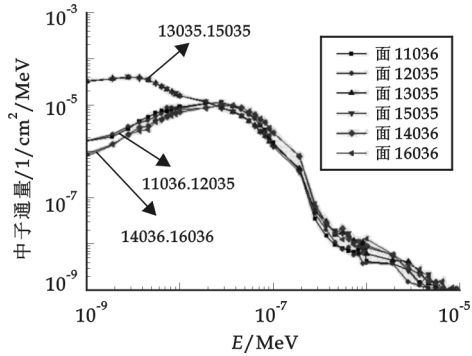


图 6 各慢化器外表面中子通量分布

图 7 给出了模型(图 2)由内到外各层截面上的中子通量, 其中图 7(a)和(b)中截面 52、11、15、17 为模型上部由内到外各探测截面;图 7(c)和(d)中截面 51、1、2、7 为模型侧面由内到外各探测截面;图 7(e)和(f)中截面 53、12、16、18 为模型底部由内到外各探测截面. 可以看出,模型内部(截面 52、11、51、1、53、12)中子能量集中在  $10^{-9} \sim 10^{-6}$  MeV 的低能区,中子通量峰值为  $10^{-6}$  数量级. 向外中子通量逐步降低,到次外层(截面 15、2、16)时中子通量峰值已经分别降低到  $10^{-13}$ 、 $10^{-12}$ 、 $10^{-13}$  数量级以下,最外层(截面 17、7、18)中子通量都为 0. 由此可见,该模型对中子的慢化和屏蔽效果明显.

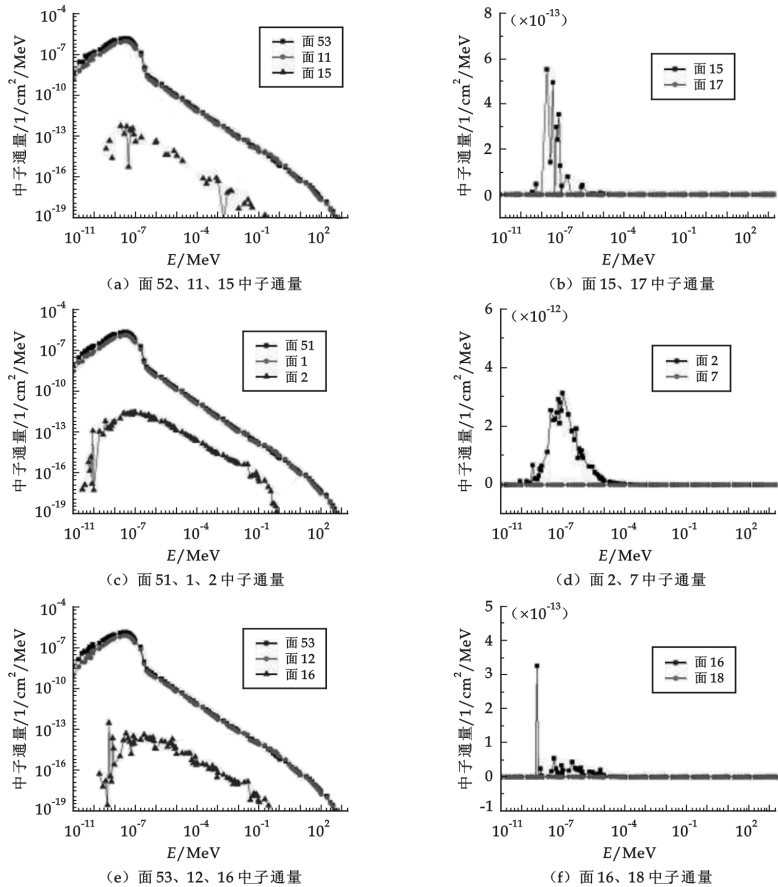


图 7 模型中由内到外各层截面上的中子通量

图8给出了1个中子1万次模拟中碰撞位置的分布图.可以看出,中子的碰撞位置集中在1、2、3号栅元内,在1号栅元(重水、靶和慢化器区域)碰撞密度最大,2号栅元(钢屏蔽体)次之,只有少量中子进入3号栅元(混凝土屏蔽体).最外几层栅元没有中子碰撞发生,说明没有中子溢出靶站系统,模型屏蔽效果良好.

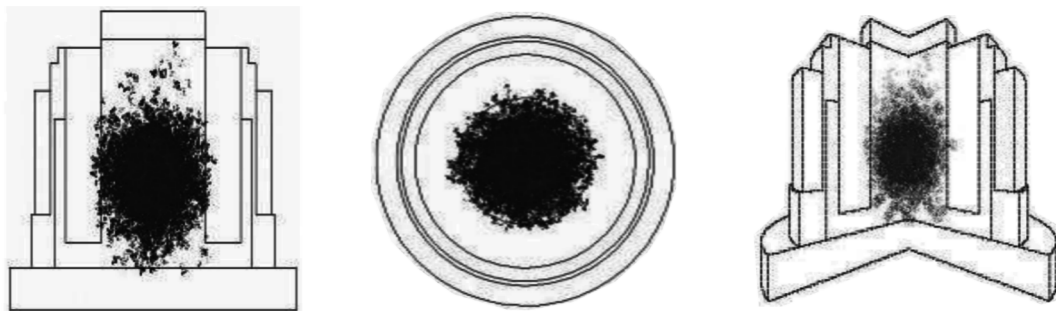


图8 1万个粒子碰撞模拟

### 3 结束语

本文利用MCNP程序计算模拟了散裂中子源靶站模型中中子的慢化和屏蔽过程,从该计算模拟结果可以看出:慢化器表面出射中子能谱分布显示所引出的中子能量主要集中在 $10^{-9} \sim 10^{-7}$  MeV能量段,中子慢化器效果明显,但由于我们对靶模型的简化处理造成了高能部分的相对中子通量没有降到总通量的10%以下.在进一步的工作中,我们将根据靶站的设计,改进模型中钨靶的结构,进一步研究相关的计算模型.从本文的计算模拟结果还可以看出:最外层屏蔽体中的中子通量显示,所用钢和混凝土屏蔽体已经将中子完全屏蔽,没有中子泄露到外部环境,系统安全.这些计算结果可为中国散裂中子源靶站中子的慢化和屏蔽提供参考信息.

### 参考文献

- [1] 胡西多,陈少文,曾志峰.中子散射技术及中国散裂中子源概述[J].东莞理工学院学报,2007,14(5):43-46.
- [2] 韦杰.中国散裂中子源简介[J].现代物理知识,2007,19(6):22-92.
- [3] 张建新,蔡勇,陈念年.MCNP程序研究进展[J].原子核物理评论,2008,25(1):48-51.
- [4] 王芳卫,贾学军,梁天骄.散裂中子源靶站谱仪的物理设计[J].物理,2008,37(6):449-453.
- [5] 王芳卫,梁天骄,殷文.散裂中子源靶站和中子散射谱仪的概念设计[J].核技术,2005,28(8):593-597.
- [6] 殷雯.中国散裂中子源靶-反射体-慢化器系统的模拟和优化研究[D].山西太原:山西大学博士学位论文,2004:39-40.
- [7] H Nifenecker, O Meplan, S David. Accelerator Driven Subcritical Reactors[M]. IOP Publishing Ltd 2003:138-165.

## CALCULATED SIMULATION ABOUT THE NEUTRONS MODERATING AND SHIELDING IN THE TARGER STATION OF CSNS

LI Jia-xin<sup>1</sup>, HU Ke-min, HU Ya-ting, ZHOU Shuo  
(Department of Physics, Jinan University, Guangzhou 510632, China)

**Abstract:** It has been simulated by using MCNP for the moderating and shielding neutrons in the target station of CSNS. In the target of CSNS, high-energy neutrons are produced by the 1.6 GeV protons hitting the tungsten target. After being moderated, neutrons are led to the various spectrometer. The simulation results can provide information for the effect about the neutrons moderating and shielding in the target station of CSNS.

**Key words:** nertron moderating; neutron shielding; calculated simulation; CSNS

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0138-04

# 半导体热敏电阻温度特性的计算机仿真

龙耀球<sup>1</sup>, 蒋国平<sup>1</sup>, 肖波齐<sup>2</sup>, 肖培英<sup>2</sup>

(1. 广州大学工程抗震研究中心, 广东 广州 510405; 2. 三明学院物理与机电工程系, 福建 三明 365004)

**摘要:**应用计算机进行了半导体热敏电阻温度特性仿真实验,对负温度系数热敏电阻的规律进行了定量分析,得到了其温度特性函数的表达式,给出了热敏电阻的温度特性曲线图,通过仿真实验可以验证半导体热敏电阻的电阻-温度关系是非线性的指数关系。

**关键词:**热敏电阻; 温度特性; 计算机仿真

**中图法分类号:**TP391.9; TN37

**文献标识码:**A

## 0 引言

负温度系数热敏电阻是根据电阻随温度的变化而显著变化的性质,由半导体材料制成的器件.它具有许多独特的优点,如体积小、结构简单、对热敏感、热惯性小、电阻率大、能长期工作等,在工业、农业、医学、家电、通信、自动化控制等领域中得到了广泛应用.国内一些研究者对热敏电阻的温度特性也做了一定的研究,但都是直接做实验,比较繁琐,不直观,且仅在实验数据的处理方法上有所区别<sup>[1,2]</sup>.而笔者通过实验室团队自编的程序进行了计算机仿真,通过虚拟实验的形式对负温度系数热敏电阻的温度特性进行了深入的探讨和总结,并对负温度系数热敏电阻温度特性规律进行了定量分析,确定了其温度特性函数的表达式.

## 1 理论分析

热敏电阻由半导体材料制成,其基本特性是温度特性.它对温度的变化十分敏感,当温度变化为1度时,金属材料的电阻值仅变化,而热敏电阻值变化可达3%~6%.热敏电阻的体积可以做得很小,其中RC3型珠状热敏电阻的大小仅与芝麻颗粒的大小相当,其电阻值可以做成几百欧姆到几千欧姆不等.

半导体的导电能力取决于参与导电的自由电子数,也即载流子数.载流子数目越多,导电能力越强,其电阻率也就越小.和一般的金属不同,负温度系数热敏电阻有一个重要的特点:当温度升高时,其阻值急剧减小,并且其中的载流子数目是随着温度的升高而按指数规律迅速增加的,因此负温度系数热敏电阻的电阻值随着温度的升高将按指数规律迅速减小.实验表明在一定温度范围内,半导体热敏电阻与温度的关系为:

$$R_t = A \exp(B/T) \quad (1)$$

其中,  $A$ 、 $B$  均为常数,  $B$  是热敏电阻的材料常数,  $T$  是绝对温度,  $R_t$  是温度为  $t$  时的电阻.根据电阻温度系数的定义:

$$R_2 = R_1 [1 + \alpha(t_2 - t_1)] \quad (2)$$

\* 收稿日期:2009-10-24

作者简介:龙耀球(1972—),男,广东省广州市人,在读硕士生,研究方向:计算机应用

基金项目:三明学院科学研究发展基金(批准号:B0704/Q),福建省教育厅科技项目(批准号:JA07167)



可以得到：

$$\alpha = \frac{1}{R_t} \cdot \frac{dR}{dt}$$

(3)

式中  $\alpha$  为电阻温度系数. 若绘出热敏电阻的电阻温度特征曲线就可以得到特定温度范围内的电阻温度系数  $\alpha$ . 对于半导体, 公式(1)两边对  $T$  求导, 带入公式(3)可得：

$$\alpha = -\frac{B}{T^2}$$

(4)

由公式(4), 我们可以发现半导体的电阻温度系数为一负值, 这一点也正好说明了其电阻温度特性.

2 计算机仿真

根据上述理论进行编程, 并采用界面化处理, 得到了下面的结果.

(1)运行软件. 首先出现如图 1 所示的界面, 界面上左右两条变化的垂直棒示意着热敏电阻的阻值与温度. “按钮选择”的框架有 5 个按钮选项, 单击其中按钮将进入相应的系统或完成相应的功能.

(2)数据测量. 单击此项按钮, 出现如图 2 所示界面 (此界面的实验组别为 1~4), 界面上标有“第 1 组”、“第 2 组”、“第 3 组”、“第 4 组”的 4 个小窗口分别实时地显示着 4 组实验的电桥平衡情况、温度及有关的提示信息. 当小窗口中的虚拟检流计指针未指向“0”时, 在其下方的文本框中会提示: 现在电桥不平衡! 实验者根据虚拟检流计的指针位置及界面右上角的电桥示意图, 可容易地分析出应如何调节比较臂阻值. 当调节到检流计指针指向 0 时, 会在文本框中报告电桥平衡的消息, 如图 3 中的“第 2 组”窗口所示. 当某组电桥达平衡时, 单击相应“采集数据”的按钮 (现以“第 3 组采集数据”按钮为例, 其余类同), 将当前的  $R_0$  阻值输入后, 计算机根据所得的电桥 3 个臂电阻计算出当前的热敏电阻阻值, 与当前的液体温度一起显示在如图 3 所示界面上的“实验数据明细表”中, 并实时地在  $R \sim T$  图上描出对应的一点.

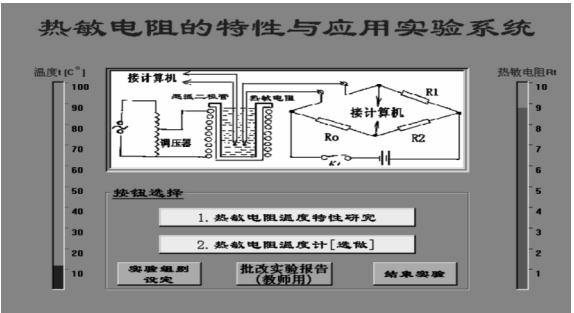


图 1 软件主界面

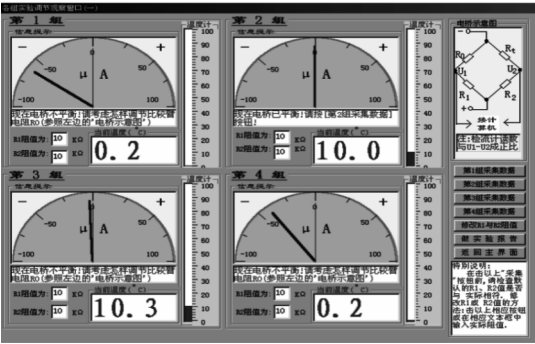


图 2 实验调节观察窗口

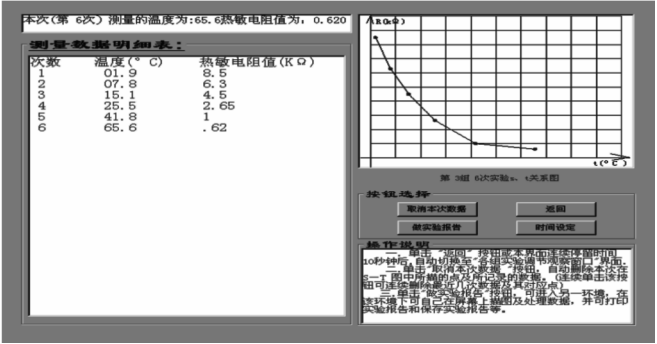


图 3 第 3 组实验采集一次时的界面图

给加热器加热, 改变液体温度, 待升高约  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  时, 细心调节  $R_0$  使电桥平衡, 计算机将显示第 2 次的测量数据并在图上描出第 2 个点及两点间的连线, 如此每升高  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右采集一次, 直至液体的温度接近  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ . 图 3 所示为第 3 组实验采集了 6 次后的屏幕界面图. 以上所述为第 3 组实验的情况, 实验操作时, 哪组实验的电桥先平衡就单击哪组实验所对应的采集数据按钮, 可混合进行, 计算机自动识别不同组别的数据.

3 数据采集与处理

(1)在仿真操作界面上,按实验要求将所需的各种虚拟仪器组装成完整的实验系统,通过调节  $R_1$ 、 $R_2$  的大小选取电桥倍率  $k=\frac{R_1}{R_2}=1$ . 温度调到  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 调节电阻箱  $R_0$ , 使检流计的读数为零, 并记录此时的温度值  $t$  和电阻值  $R_t$ ; 调节温度到升温档, 从  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  开始, 每隔  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  测量一次, 直至  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 将所测温度和电阻值记录并填入表格中, 如表 1 所示.

表 1 半导体热敏电阻的温度特性

$t/^{\circ}\text{C}$	10	15	20	25	30	35	40	45	50
$R_t/\Omega$	3 494.9	2 820.4	2 292.8	1 876.9	1 546.6	1 282.5	1 069.8	897.5	757.1
$(T=t+273.2)/\text{K}$	283.2	288.2	293.2	298.2	303.2	308.2	313.2	318.2	323.2
$(1\,000/T)/\text{K}$	3.531	3.470	3.411	3.353	3.298	3.245	3.193	3.143	3.094
$\ln R_t$	8.159	7.945	7.738	7.537	7.344	7.157	6.975	6.800	6.629
$t/^{\circ}\text{C}$	55	60	65	70	75	80	85	90	
$R_t/\Omega$	642.0	547.0	468.3	402.8	347.9	301.8	262.8	229.7	
$(T=t+273.2)/\text{K}$	328.2	333.2	338.2	343.2	348.2	353.2	358.2	363.2	
$(1\,000/T)/\text{K}$	3.047	3.001	2.957	2.914	2.872	2.831	2.792	2.753	
$\ln R_t$	6.465	6.304	6.149	5.998	5.852	5.710	5.571	5.437	

(2)绘出  $R_t$ - $t$  曲线和  $\ln R_t$ - $\frac{1}{T}$  曲线.

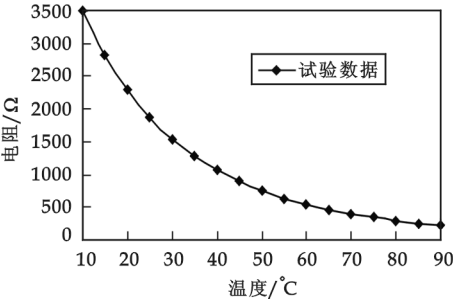


图 4 半导体热敏电阻-温度特性曲线

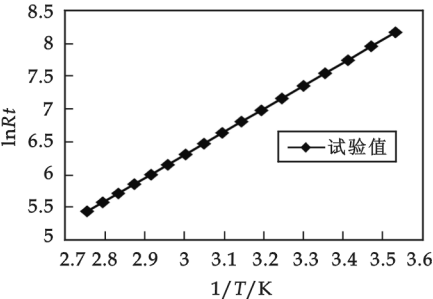


图 5 半导体热敏电阻  $\ln R_t$ - $1/T$  关系曲线

(3)计算此半导体热敏电阻的材料常数  $B$  以及常数  $A$  和温度为  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  时的电阻温度系数  $\alpha_t$ , 最终写出此种半导体热敏电阻的电阻-温度关系表达式  $R_t=A\exp(B/T)$ .

①此半导体的材料常数  $B$  可以通过图 5 求出, 根据公式(1)可以得到:

$$\ln R_t = \frac{B}{T} + \ln A \tag{5}$$

由以上分析可知  $\ln R_t \sim \frac{1}{T}$  为一线性关系, 其斜率与材料常数  $B$  的值是一致的, 求出图 5 中直线的斜率便知道了  $B$  的值. 在直线上任取两点  $a(3.001\times 10^{-3}, 6.304)$  和  $b(3.411\times 10^{-3}, 7.738)$ , 则求得:

$$B = \frac{\ln R_a - \ln R_b}{\frac{1}{T_a} - \frac{1}{T_b}} \approx 3.500 \times 10^3 \tag{6}$$

②求常数  $A$ , 任取一点带入公式(1), 在这里我们取点  $c(R_t=547.0\text{ }\Omega, T=333.2\text{ K})$ , 可以求得:

$$A = \frac{R_t}{\exp(\frac{B}{T})} = \frac{547.0}{\exp(\frac{3.500 \times 10^3}{333.2})} \approx 0.015(\Omega) \tag{7}$$

③求材料的电阻温度指数  $\alpha$ , 由公式(4)可得: 当  $t=20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 即  $T=293.2\text{ K}$  时材料的电阻温度系数  $\alpha$

为： $\alpha_1 \approx -0.041$ ；当  $t = 50\text{ }^\circ\text{C}$ ，即  $T = 323.2\text{ K}$  时材料的电阻温度系数  $\alpha$  为： $\alpha_2 \approx -0.034$ 。

显然，不同温度下材料的电阻温度系数是不同的。

④此半导体的电阻温度关系式为：

$$R_t = 0.015 \times \exp\left(\frac{3.500 \times 10^3}{T}\right) \tag{8}$$

从公式(8)可以看到，半导体热敏电阻的电阻-温度关系为非线性的的指数关系，此性质与半导体的内部结构及组成有关。它在实际中应用很广泛，设计半导体热敏电阻温度计就是一个例子。

#### 4 结束语

本文结合理论分析和仿真实验讨论了负温度系数热敏电阻的温度特性，并最终给出了待测热敏电阻的温度特性函数表达式。不仅在理论上定性地讨论了负温度系数热敏电阻的温度特性，而且通过仿真实验的方式快捷、直观地给出了负温度系数热敏电阻的温度特性曲线图，从而很好地验证了负温度系数热敏电阻的阻值随温度的升高呈指数关系非线性减小的变化规律，而从实验数据处理图也得到了负温度系数热敏电阻阻值取指数对数后与绝对温度的倒数呈线性关系的性质。

#### 参考文献

[1] 院 亮,常 纓. 一种准确测量热敏电阻电阻温度特性的方法[J]. 大学物理,2000,19(1):36-38.  
[2] 王丽香,吕 春,王吉有. 用非平衡电桥原理制作铜电阻热敏温度计[J]. 大学物理实验,2007,2(2):41-43.  
[3] 钟云霄. 热力学与统计物理[M]. 北京:科学出版社,1988:49-55.  
[4] 马本堃,高尚惠,孙 煜. 热力学与统计物理学[M]. 北京:人民教育出版社,1994:90-95.  
[5] 贾世忠. 论 Gibbs 方程的热力学本性 & 热力学函数的物理意义[J]. 大学物理, 2004,23(1):12-15.  
[6] 李鹤龄. Gibbs 方程是否适用于开放系统[J]. 大学物理, 2005,24(3):22-24.

## COMPUTER SIMULATION OF TEMPERATURE CHARACTERISTIC FOR SEMICONDUCTOR THERMAL RESISTOR

LONG Yao-qiu<sup>1</sup>, JIANG Guo-ping<sup>1</sup>, XIAO Bo-qi<sup>2</sup>, XIAO Pei-ying<sup>2</sup>

(1. Earthquake Engineering Research Test Center, Guangzhou University, Guangzhou 510405, China; 2. Department of Physics and Electromechanical Engineering, Sanming University, Sanming 365004, China)

**Abstract:** The experiment of the temperature characteristic for semiconductor thermal resistor is simulated by computer. And the rule of negative temperature coefficient of thermal resistor is analyzed quantificationally. The expression of temperature characteristic function is obtained. The graph for the temperature characteristic of semiconductor thermal resistor is given. By using computer simulation experiment, the exponential relationship between the semiconductor thermal resistor and the temperature is nonlinear which is verified.

**Key words:** thermal resistor; temperature characteristic; computer simulation

# 浅水波近岸行为分步傅里叶方法研究

陈炯骆

(暨南大学理工学院光电工程系, 广东 广州 510632)

**摘要:**研究了用 KdV 方程模拟浅水波近岸的行为,如果用分步傅里叶方法,则水深变化导致的变系数 KdV 方程的非线性项存在局域性不好以及容易溢出等问题,作者用 Matlab 语言讨论了解决这些问题的简单方法,实现了浅水波近岸行为的快速分步傅里叶算法模拟,可模拟较长的传输距离,结果表明近岸水深减少导致水波峰值变大,前沿变陡,后沿变宽.

**关键词:**孤子;分步傅里叶方法;浅水波

**中图分类号:**O413.1

**文献标识码:**A

## 0 引言

1834 年,苏格兰水利工程师 J. S. Russell 在一条运河上首次发现孤波,它在传播中能保持形状和速度不变. 1895 年, D. J. Korteweg 和 G. de Vries 导出了一个描述浅水波的波动方程,后来命名为 KdV 方程<sup>[1]</sup>. 1965 年, N. J. Zabusky 和 M. D. Kruskal 用余弦波作为 KdV 方程的初始条件,研究用计算机数值计算它的演化,发现最后形成了一系列在运动中性质不变的脉冲,并且它们在相互碰撞后仍然保持其形状和速度,命名为孤子(soliton)<sup>[2]</sup>. 像 KdV 方程这样的具有孤子解的方程后来发现了一两百个,称为完全可积的,它们都有无穷多个规律,可以用反散射变换等数学方法求得许多孤子解.

实际物理问题中的非线性波传输,往往不能用完全可积方程描述,需要有效的数值方法,而在对光纤中非线性波传输的研究中发展起来的分步傅里叶算法<sup>[3]</sup>成为了研究非线性波动方程的一种快速有效的算法,它把方程的线性部分和非线性部分看作是分步作用的,线性部分用傅里叶方法计算,非线性部分用迭代方法计算,其效率比常规的有限差分方法高得多.

海岸边波浪随着离岸距离减少而加高,是浅水波在近岸时水深逐渐变浅导致的,当深海发生地震或火山喷发时,遇到开阔且逐渐变浅的海岸条件就会形成巨大的水波并逐渐加高,形成海啸. 这些问题在一定条件下可用 KdV 方程模拟,本文研究了用分步傅里叶算法及 KdV 方程快速模拟浅水波近岸的行为,这在数学上是变系数 KdV 方程的数值模拟问题,与光纤中问题有所不同的是存在局域性不好的非线性项,容易造成误差快速积累而使计算崩溃,为此我们给出了解决这个问题的方法,用 Matlab 语言实现了浅水波近岸行为的分步傅里叶算法模拟.

## 1 近岸浅水波的传输方程

浅水波传输的方程为:

$$u_t + c_0 u_x + \frac{3}{2} \frac{c_0}{d} u u_x + \frac{1}{6} c_0 d^2 u_{xxx} = 0 \quad (1)$$

\* 收稿日期:2009-10-23

作者简介:陈炯骆(1982—),男,广东省高州市人,在读硕士生,研究方向:信息光子学与技术

式中  $c_0 = \sqrt{gd}$  是波速,  $d$  是水深,  $g$  是重力加速度,  $u$  是水波高度, 做变换  $s = x - c_0 t$ , 即在一个以速度  $c_0$  运动的参考系中, 方程(1)变为:

$$u_t + \frac{3}{2} \frac{c_0}{d} u u_s + \frac{1}{6} c_0 d^2 u_{ss} = 0 \quad (2)$$

适当变换方程中的系数就可得到标准形式的 KdV 方程<sup>[1]</sup>, 方程(2)的单孤子解是:

$$u = a_m \operatorname{sech}^2 \left[ \sqrt{\frac{3a_m}{4d^3}} (s - Vt) \right] \quad (3)$$

式中  $a_m$  是水波幅度,  $V$  是水波相对于这个动参考系的传播速度:

$$V = c_0 \left( 1 + \frac{a_m}{2d} \right) \quad (4)$$

取  $t=0$  的初始脉冲为单孤子解:

$$u_0 = a_m \operatorname{sech}^2 \left[ \sqrt{\frac{3a_m}{4d_0^3}} (x - x_0) \right] \quad (5)$$

考虑海床水深线性变浅  $d = d_0 - k(x - x_0)$  的情况下波形的变化, 显然  $W = \sqrt{\frac{4d_0^3}{3a_m}}$  是初始脉冲在 0.4

峰值处宽度的一半, 可作为  $x$  的尺度, 作变换  $x = WX$ ,  $u = a_m U$ ,  $t = \frac{W}{\sqrt{gd_0}} \tau = \sqrt{\frac{4d_0^2}{3a_m g}} \tau$ , 使方程无量纲化:

$$U_\tau + \sqrt{\eta} U_X + \frac{3}{2} \alpha \eta^{-\frac{1}{2}} U U_X + \frac{\alpha}{8} \eta^{\frac{5}{2}} U_{XXX} = 0 \quad (6)$$

式中  $\alpha = \frac{a_m}{d_0}$ ,  $\eta = \frac{d}{d_0}$ . 岸边的斜率取  $k = \delta \frac{d_0}{L_d W}$ , 则:

$$\eta(X) = 1 - \frac{\delta}{L_d} (X - X_0) \quad (7)$$

式中  $\delta$  的选取应该保证在整个模拟域  $\eta > 0$ .

## 2 分步傅里叶方法

我们用分步傅里叶方法 (Split-step Fourier Method, SSF) 作数值计算, 其基本思想是把非线性方程写成算子形式:

$$U_\tau = [\hat{L}(\partial_X) + \hat{N}]U \quad (8)$$

式中线性算符  $\hat{L}(\partial_X)$  是  $\partial_X$  的多项式,  $\hat{N}$  是非线性算符, 具体对方程(9), 它们是:

$$\hat{L} = -\partial_X - \frac{\alpha}{8} \partial_X^3 \quad (9)$$

$$\hat{N} = -\frac{3\alpha}{2} \eta^{-\frac{1}{2}}(X) U_X - \left[ \eta^{\frac{1}{2}}(X) - 1 \right] \frac{U_X}{U} - \frac{\alpha}{8} \left[ \eta^{\frac{5}{2}}(X) - 1 \right] \frac{U_{XXX}}{U} \quad (10)$$

(8)有形式解:

$$U(\tau, X) = \exp[\tau(\hat{L} + \hat{N})]U(0, X) \quad (11)$$

将  $\tau$  按步长  $h$  离散化, 则某时刻  $\tau$  的解与一个步长后的解的关系为:

$$U(\tau + h, X) = \exp[h(\hat{L} + \hat{N})]U(\tau, X) \quad (12)$$

当步长很小时, 根据 Baker-Hausdorff 公式, 可以忽略  $\hat{L}$  和  $\hat{N}$  的非对易性, 于是  $U(\tau + h, X) \approx \exp(h\hat{L})\exp(h\hat{N})U(\tau, X)$  实际为:

$$U(\tau + h, X) \approx \exp\left(\frac{h\hat{L}}{2}\right) \exp\left[\int_\tau^{\tau+h} \hat{N}(\tau', X) d\tau'\right] \exp\left(\frac{h\hat{L}}{2}\right) U(\tau, X) \quad (13)$$

其中线性算子的作用用傅里叶变换实现, 而非线性算子的作用则用梯形规则近似:

$$\int_{\tau}^{\tau+h} \hat{N}(\tau', X) d\tau' \approx \frac{h}{2} [\hat{N}(\tau, X) + \hat{N}(\tau+h, X)] \quad (14)$$

但  $\hat{N}(\tau+h, X)$  是未知的, 要按初始  $\hat{N}(\tau)$  已知值进行迭代, 即以  $\hat{N}(\tau)$  作为  $\hat{N}(\tau+h)$  的初值, 用 (13) 计算  $U(\tau+h, X)$ , 即得到  $U(\tau+h, X)$  的一个新的值, 重复迭代, 直至  $\hat{N}(\tau+h, X)$  与  $\hat{N}(\tau, X)$  误差最大值小于设定误差为止. 初始脉冲为:

$$U_0 = \text{sech}^2(X - X_0) \quad (15)$$

### 3 数值模拟实施要点与结果

我们用 Malab 语言进行数值模拟, 非线性项变化较陡峭, 精确计算其微商是很重要的问题. 而 Matlab 语言内置的差分函数 diff 只有  $h$  精度的向前差分, 因此不能满足计算要求, 我们改用  $h^2$  精度的中心差分来实现, 但两个端点的中心差分不好定义, 为此我们分别用向前、向后差分来定义, 这个做法在 Matlab 语言中可以简单地用以下函数来实现:

(1) function y=diffc(x) .

(2) y=[x(2)-x(1) (x(3:end)-x(1:end-2))/2 x(end)-x(end-1)].

另外, 与光纤中的问题[3]不同的是, 非线性算子中的  $\frac{U_x}{U}$  和  $\frac{U_{xxx}}{U}$  对数值计算是性质很不好的函数, 首先分母可能为零而使计算溢出, 其次是当  $U$  很小时,  $\frac{U_x}{U}$  或  $\frac{U_{xxx}}{U}$  也应该很小, 即在远离孤波处它们应该很小, 但如果  $U$  的误差是  $U_x$  或  $U_{xxx}$  误差的同阶或者高阶小量时,  $\frac{U_x}{U}$  或  $\frac{U_{xxx}}{U}$  就不小, 积累起来误差会很大而使计算突然崩溃. 这两个问题若解决不好, 则浅水波问题就不适宜用分步傅里叶方法模拟, 我们是这样解决这两个问题的: 首先, 对我们所模拟的问题,  $U=0$  处  $U_x$  和  $U_{xxx}$  都为零, 因此在  $U=0$  处我们不需要做这些除法而直接将它们置零, 在 Matlab 中可以这样实现:

(1) invu=u;

(2) invu(abs(inv u)<a)=0;

(3) nzu=find(inv u);

(4) invu(nzu)=1./invu(nzu).

其中第 2 行把 invu 中绝对值小于一个设定的小量  $a$  的元置零, 第 3 行找出 invu 中的非零元, 第 4 行计算非零元的倒数, 由此得到的 invu 是这样的: 它在  $u$  小于  $a$  处为零, 其他地方是  $u$  的倒数, 这样在编程时需要除以  $U$  地方都用乘以 invu 替代, 就不会导致溢出; 其次就是适当选取  $a$ , 把太小的  $U$  元都置零, 若是  $el$  为非线性项迭代计算设定的最小误差, 我们发现可以让  $a$  比  $el$  大 3

~4 个数量级.

图 1 是  $\delta=1.2$  的模拟结果, 虚线表示近岸河床, 点划线是初始波形, 实线是传输了 10 个单位时间(以  $\sqrt{4d_0^2/3a_m g}$  为尺度)后的波形,  $U$  和水深均以  $a_m$  为尺度, 实际取  $a_m=5$ ,  $d_0=12$ , 由图 1 中可见近岸水深减少导致水波峰值变大, 前沿变陡, 后沿变宽, 如同我们在海边看到的那样.

### 参考文献

- [1] Michel Remoissenet. Waves Called Solitons: Concepts and Experiments[M]. Springer, 2003.
- [2] G. P. Agrawal. Nonlinear Fiber Optics[M]. New York: Academic Press, 2007.
- [3] A. Kundu. Tsunami and Nonlinear Waves[M]. Springer, 2007: 316.

(下转第 152 页)

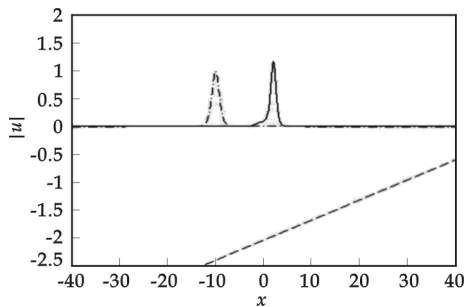


图 1 变深度模拟结果

( $\delta=1.2$ , 步长  $1/5\ 000$ )



\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0145-03

# 正规窗口 Fourier 变换的数值算法

刘龙飞<sup>1,2</sup>, 曹怀信<sup>1</sup>, 余保民<sup>2</sup>

(1. 陕西师范大学数学与信息科学学院, 陕西 西安 710062; 2. 渭南师范学院数学与信息科学系, 陕西 渭南 714000)

**摘 要:**介绍了  $L^2(\mathbf{R})$  上的正规窗口 Fourier 变换(NWFT), 证明了正规窗口 Fourier 变换柯西积分主值的一致收敛性, 在此基础上给出了一个正规窗口 Fourier 变换的数值算法.

**关键词:**正规窗口; Fourier 变换; 一致收敛性; 数值算法

**中图法分类号:**O177.1      **文献标识码:**A

## 0 引言

Fourier 变换不仅在数学学科本身而且在众多学科领域都有着广泛的应用, 通过 Fourier 变换, 可以实现信号的时域信息与频域信息的转化. 然而, 要想获得频域(时域)信息需要全部的时域(频域)信息, Fourier 变换却没有好的局部性质, 窗口 Fourier 变换正是为了弥补 Fourier 变换的这种不足而提出的一种函数变换, 它在小波变换出现之前发挥了非常重要的作用. 窗口 Fourier 变换是传统 Fourier 变换的改进与发展, 它的主要思想和方法是 D. Gabor 在 1946 年提出并开始使用的<sup>[1]</sup>, 主要目的是为了提取信号  $f(t)$  的 Fourier 变换的局部信息. 为此, 他引入了一个时间局部化“窗口函数”  $w(t-b)$ , 通过求出信号  $f(t) \overline{w(t-b)}$  的 Fourier 变换, 进而对信号进行“时频分析”. 关于这一积分变换, 许多著作与文献都有论述, 但相关的论证大都不尽严密、细致. 在文献[2]中, 研究了正规化积分小波变换的连续性. 离散的窗口 Fourier 变换提供了框架的极好例子, 通常称为 Gabor 框架<sup>[3-5]</sup>. 关于框架的一般研究见文献[6-8]. 本文详细研究了  $L^2$ - 函数的正规窗口 Fourier 变换  $(T_w^{\text{win}} f)(b, \omega)$  的柯西积分主值的一致收敛性, 给出了一个计算窗口 Fourier 变换  $(T_w^{\text{win}} f)(b, \omega)$  的数值算法.

## 1 预备知识

本文中, 用  $\mathbf{R}$  表示实数域,  $L^2(\mathbf{R})$  表示  $\mathbf{R}$  上平方可积的可测函数全体所成的 Hilbert 空间, 用  $\langle \cdot, \cdot \rangle, \| \cdot \|_2, f * g, \hat{f}$ , 分别表示其上的内积、范数、 $f$  和  $g$  的卷积以及  $f$  的 Fourier 变换, 定义如下:

$$\begin{aligned} &\forall f, g \in L^2(\mathbf{R}) \\ &\langle f, g \rangle = \int_{\mathbf{R}} f(x) \overline{g(x)} dx, \| f \|_2 = \sqrt{\langle f, f \rangle} \\ &(f * g)(x) = \int_{\mathbf{R}} f(y) g(x - y) dy \end{aligned}$$

$$\text{当 } f \in L^1(\mathbf{R}) \cap L^2(\mathbf{R}) \text{ 时, } \hat{f}(\omega) = \int_{\mathbf{R}} f(t) e^{-2\pi i \omega t} dt.$$

任取  $p, q \in \mathbf{R}$ , 在  $L^2(\mathbf{R})$  上定义算子  $T_q$  和  $E_p$  如下:

\* 收稿日期:2009-10-20  
作者简介:刘龙飞(1977—),男,陕西省岐山县人,讲师,在读硕士生,研究方向:算子理论、算子代数与小波分析  
基金项目:国家自然科学基金资助项目(No. 10571113, 10871224)



$$(T_q f)(x) = f(x - q), (E_p f)(x) = e^{2\pi i p x} f(x), \forall f \in L^2(\mathbf{R})$$

显然, 算子  $T_q$  与  $E_p$  是从  $L^2(\mathbf{R})$  到  $L^2(\mathbf{R})$  上的酉算子.

设  $w \in L^2(\mathbf{R})$ ,  $w_{pq}(x) = (E_p T_q w)(x) = e^{2\pi i p x} w(x - q), \forall p, q \in \mathbf{R}$ , 易证

$$\|w_{pq}\|_2 = \|w_{p0}\|_2 = \|w_{0q}\|_2 = \|w\|_2$$

引理 设  $f \in L^1(\mathbf{R}) \cap L^2(\mathbf{R}), \alpha, \lambda \in \mathbf{R}$ , 则

(1) 如果  $g = E_a f$ , 则  $\hat{g}(\xi) = \hat{f}(\xi - 2\pi\alpha), \xi \in \mathbf{R}$ ;

(2) 如果  $g = T_a f$ , 则  $\hat{g}(\xi) = \hat{f}(\xi) e^{-2\pi i a \xi}, \xi \in \mathbf{R}$ ;

(3) 如果  $g(x) = \bar{f}(x)$  (这里  $\bar{f}$  表示  $f$  的共轭), 则  $\hat{g}(\xi) = \bar{k}(\xi), \xi \in \mathbf{R}$  (这里  $k = \hat{f}$ );

(4) 如果  $h \in L^1(\mathbf{R}), g = f * h$ , 则  $\hat{g}(\xi) = \hat{f}(\xi) \cdot \hat{h}(\xi), \xi \in \mathbf{R}$ .

定义 1 设函数  $w \in L^2(\mathbf{R}) \setminus \{0\}$  且满足  $tw(t) \in L^2(\mathbf{R})$ , 则称  $w$  为窗口函数.

定义 2 设函数  $w$  为窗口函数, 若  $\|w\|_2 = 1$ , 则称  $w$  为正规窗口函数.

定义 3 设  $w$  为窗口函数, 任给  $f, w \in L^2(\mathbf{R})$ , 定义

$$(T_w^{\text{win}} f)(b, \omega) = \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} f(t) \overline{w(t-b)} e^{-i\omega t} dt, \forall (b, \omega) \in \mathbf{R}^2 \quad (1)$$

则称二元函数  $T_w^{\text{win}} f$  为函数  $f$  关于窗口函数  $w$  的正规窗口 Fourier 变换, 简称为  $f$  的正规窗口 Fourier 变换 (NWFT).

当取定  $(b, \omega) \in \mathbf{R}^2$  时, 令  $w^{(b, \omega)}(t) := (E_{\omega/2\pi} T_b)w(t) = w(t-b) e^{i\omega t} \in L^2(\mathbf{R})$ , 这时式 (1) 的右边等于

$$\frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \langle f, w^{(b, \omega)} \rangle.$$

关于窗口 Fourier 变换更为详细的结论, 可以参见文献 [8].

## 2 主要结论

为了得到窗口 Fourier 变换的数值算法, 先证明下面的结论.

定理 1 设  $f, w \in L^2(\mathbf{R})$  且  $w \neq 0$ , 则

$$(1) \sup_{(b, \omega) \in \mathbf{R}^2} \left| (T_w^{\text{win}} f)(b, \omega) - \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_{-n}^n f(t) \overline{w(t-b)} e^{-i\omega t} dt \right| \leq \frac{1}{2\pi} \left( \sqrt{\int_{-\infty}^{-n} |f(t)|^2 dt} + \sqrt{\int_n^{+\infty} |f(t)|^2 dt} \right);$$

$$(2) \text{ 当 } \text{supp}(f) \subset [-N, N] \text{ 时, 有 } (T_w^{\text{win}} f)(b, \omega) = \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_{-N}^N f(t) \overline{w(t-b)} e^{-i\omega t} dt, \forall (b, \omega) \in \mathbf{R}^2;$$

$$(3) \forall \epsilon > 0, \text{ 有 } \sup_{(b, \omega) \in \mathbf{R}^2} \left| (T_w^{\text{win}} f)(b, \omega) - \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_{-n}^n f(t) \overline{w(t-b)} e^{-i\omega t} dt \right| < \frac{\epsilon}{2}, \text{ 只要}$$

$$\frac{1}{2\pi} \left( \sqrt{\int_{-\infty}^{-n} |f(t)|^2 dt} + \sqrt{\int_n^{+\infty} |f(t)|^2 dt} \right) < \frac{\epsilon}{2};$$

$$(4) \sup_{(b, \omega) \in \mathbf{R}^2} \left| (T_w^{\text{win}} f)(b, \omega) - \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_{-n}^n f(t) \overline{w(t-b)} e^{-i\omega t} dt \right| \rightarrow 0 \quad (n \rightarrow \infty).$$

证明 (1)  $\forall (b, \omega) \in \mathbf{R}^2$ , 有

$$\begin{aligned} & \left| (T_w^{\text{win}} f)(b, \omega) - \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_{-n}^n f(t) \overline{w(t-b)} e^{-i\omega t} dt \right| \\ &= \left| \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{-n} f(t) \overline{w(t-b)} e^{-i\omega t} dt + \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_n^{+\infty} f(t) \overline{w(t-b)} e^{-i\omega t} dt \right| \\ &\leq \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{-n} |f(t)| \cdot |\overline{w(t-b)}| dt + \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_n^{+\infty} |f(t)| \cdot |\overline{w(t-b)}| dt \\ &\leq \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \sqrt{\int_{-\infty}^{-n} |f(t)|^2 dt} \sqrt{\int_{-\infty}^{-n} |\overline{w(t-b)}|^2 dt} \end{aligned}$$

$$+ \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \sqrt{\int_n^{+\infty} |f(t)|^2 dt} \sqrt{\int_n^{+\infty} |\overline{w(t-b)}|^2 dt}$$

$$\leq \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \left( \sqrt{\int_{-\infty}^{-n} |f(t)|^2 dt} + \sqrt{\int_n^{+\infty} |f(t)|^2 dt} \right)$$

(2) 显然.

(3) 与(4) 由(1) 可知,证毕.

### 3 数值算法

由定理 1 可以得到以下计算窗口 Fourier 变换  $(T_w^{\text{win}} f)(b, \omega)$  的数值算法:

Step1: 输入误差限  $\epsilon$  和  $n$  参数的初始值;

Step2: 计算

$$J = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \left( \sqrt{\int_{-\infty}^{-n} |f(t)|^2 dt} + \sqrt{\int_n^{+\infty} |f(t)|^2 dt} \right)$$

Step 3: 如果  $J \geq \frac{\epsilon}{2}$ , 令  $n = n + 1$ , 转 step 2 执行; 否则转入 step 4;

Step 4: 输入参数  $b$  和  $\omega$ ;

Step 5: 计算定积分  $\frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_{-n}^n f(t) \overline{w(t-b)} e^{-i\omega t} dt$  的近似值  $I_n(b, \omega)$ , 使

$$\left| \frac{1}{\|w\|_2 \sqrt{2\pi}} \int_{-n}^n f(t) \overline{w(t-b)} e^{-i\omega t} dt - I_n(b, \omega) \right| < \frac{\epsilon}{2}$$

Step 6:  $I_n(b, \omega)$  即为  $(T_w^{\text{win}} f)(b, \omega)$  的近似值.

在上面的算法中,函数的定积分可以采用 Simpson 等现有的算法进行计算.

### 4 算例

用上面的算法,选取窗口函数为  $w(t) = e^{\frac{\pi t^2}{2}}$  (这时  $\|w\|_2 = 1$ ), 在 MATLAB 下编程计算  $f(t) = \frac{\sin^2 t}{t^2}$  在  $b=1, \omega=\pi$  时的窗口 Fourier 变换  $(T_w^{\text{win}} f)(1, \pi)$  的值.

(1) 取  $\epsilon = 0.01, n = 5$ , 计算得  $n = 8$  时,  $J = \frac{1}{2\pi} \left( \sqrt{\int_{-\infty}^{-n} \left| \frac{\sin^2 t}{t^2} \right|^2 dt} + \sqrt{\int_n^{+\infty} \left| \frac{\sin^2 t}{t^2} \right|^2 dt} \right) = 0.0049 < \epsilon/2$ .

(2) 在误差限为  $\epsilon/2$  时, 计算  $\frac{1}{2\pi} \int_{-n}^n \frac{\sin^2 t}{t^2} e^{-\frac{\pi(t-1)^2}{2}} e^{-i\pi t} dt$  的近似值  $I_n(1, \pi) = -0.0854 - 0.0684i$ .

所以, 在误差限为  $\epsilon = 0.01$  时,  $f(t) = \frac{\sin^2 t}{t^2}$  关于窗口函数  $w(t) = e^{\frac{\pi t^2}{2}}$  在  $b=1, \omega=\pi$  时的窗口 Fourier 变换  $(T_w^{\text{win}} f)(1, \pi)$  的近似值为  $-0.0854 - 0.0684i$ .

### 参考文献

- [1] Gabor D. Theory of communication[J]. Journal of Institute Electrical Engineering, 1946, 93(3): 429-457.
- [2] 曹怀信, 李卫华. 正规积分小波变换及其连续性[J]. 陕西师范大学学报(自然科学版), 2002, 30(1): 1-5.
- [3] Gabardo J P, Han Deguang. Balian-low phenomenon for subspace Gabor frames[J]. Journal of Mathematical Physics, 2004, 45(8): 3362-3378.
- [4] Gilbert J E, Lakey J D. On a characterization of the local Hardy space by Gabor frames[J]. Contemporary Mathematics, 2004, 345: 153-161.
- [5] Feichtinger H G, Kaiblinger N. Varying the timefrequency lattice of Gabor frames[J]. Translation of American Mathematical Society, 2004, 356(5): 2001-2023 (electronic).
- [6] Cao Huaixin. Bessel sequences in a Hilbert space[J]. Journal Engineering Mathematics, 2000, 17(2): 92-98.

(下转第 164 页)

# 全氧燃烧玻璃熔窑火焰空间的数值模拟研究进展

陈国平, 冯敏鸽, 李 慧

(陕西科技大学 材料科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**介绍了全氧燃烧玻璃熔窑及其数值模拟的特点和最新研究情况,归纳了建立全氧燃烧火焰空间数值模拟的各种模型,阐述了玻璃熔窑数值模拟的发展趋势.全氧燃烧的显著优点和与数值模拟的相结合将会为玻璃行业开拓一条广阔的发展道路.

**关键词:**全氧燃烧;玻璃熔窑;数值模拟;火焰空间

**中图法分类号:**TQ717.6<sup>+</sup>25 **文献标识码:**A

## 0 引言

熔制是玻璃生产过程中一个非常重要的环节,玻璃制品的大部分缺陷主要是在熔制过程中产生的.熔制所需大量热量是通过燃料燃烧获得的,燃烧的过程就是燃料中的可燃成分与氧气在高温下发生剧烈化学反应并放出热量的过程,玻璃熔窑火焰空间中燃料燃烧的效果对玻璃熔制过程有很大的影响.研究玻璃熔窑火焰空间对热量如何利用与合理的分配具有重要意义,并对提高玻璃熔制质量与产量有利.

## 1 全氧燃烧

近年来,随着对玻璃熔窑节能降耗技术研究的深入,在开发节能玻璃配方、优化玻璃熔窑结构、改善玻璃熔窑控制技术、加强玻璃熔窑保温和余热利用等实现玻璃熔窑节能手段的研究已相当成熟.在此背景下,要实现熔窑进一步的节能降耗,减少污染物排放,采用全氧燃烧技术是最佳的选择.玻璃熔窑采用全氧燃烧技术的优点为:(1)提高玻璃液出料量;(2)提高窑炉辐射热传热量;(3)降低单位产品能耗;(4)大幅度减少污染物排放(如  $\text{NO}_x$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$  和粉尘);(5)提高产量;(6)迅速提高或降低玻璃液出料量而不影响玻璃质量;(7)避免蓄热室格子砖破坏所造成的影响,从而延长窑炉寿命;(8)通过控制每支氧枪的氧化还原状态可减少玻璃熔体中的缺陷;(9)热点温度较低.1996 年全世界就有大约 90 座全氧燃烧玻璃窑炉.

今天,大约有 200 多座全氧燃烧的窑炉正在运行.基于全氧燃烧的许多优点以及我国浮法玻璃熔窑主要使用高品质燃料的有利因素,可以预见全氧燃烧技术以后将普遍应用于电子玻璃和玻纤等熔窑中<sup>[1,2]</sup>,并应用于浮法玻璃熔窑中.以后全氧燃烧技术的应用将更加灵活<sup>[3]</sup>,如全氧燃烧器加热方式的变化,包括碇顶加热、池底加热等;增加电助熔也将会成为一种发展趋势.玻璃熔窑全氧燃烧技术正在改变目前传统的玻璃熔制工艺,1998 年在美国召开的第 18 届国际玻璃会议<sup>[4]</sup>上有学者将全氧燃烧技术誉为玻璃熔窑技术发展历史上的第二次革命,发展前景十分广阔.

## 2 全氧燃烧火焰空间及其数学模型

### 2.1 火焰空间数值模拟的发展

全氧燃烧的产物主要为水蒸气和二氧化碳,火焰黑度增加,使燃料在火焰区域的燃烧完全度提高,火

\* 收稿日期:2009-11-08  
作者简介:陈国平(1963—),男,陕西省宝鸡市人,教授,研究方向:玻璃窑炉设计及功能玻璃材料  
基金项目:国家“十一五”科技支撑计划(2006BAFO2A26)

焰温度提高,增加了火焰的辐射传热能力.而靠近大碓火焰上部非燃烧反应区温度降低,大碓向外散失热量减少,在减少热损失的同时提高了熔窑熔化率,从而实现全氧燃烧熔窑的节能.

玻璃熔窑的种类很多,但基本上可以划分为上部的火焰空间和下部的窑池,因此对玻璃熔窑的模拟主要是对这两个部位的数值模拟.随着计算机技术的不断发展,对玻璃熔窑的模拟也不断出现新的突破和成果.

王平、何峰<sup>[5]</sup>用计算机对窑内玻璃液流动状况进行了模拟计算,用 FLUENT 软件得到了熔窑内玻璃液流动速度场、温度场和压力场,可以提供一种快捷、准确的研究熔窑中玻璃液流动、温度和压力分布规律的手段.

A. Abbassi、Kh. Khoshmanesh<sup>[6]</sup>应用 Gambit2 和 Fluent6 对玻璃熔窑的火焰空间进行了三维数值模拟.模拟计算结果表明热点温度与实际测量温度在窑炉表面不同特定位置,且其最大误差小于 7.6%,这项研究对降低燃料消耗提供了一个基本的分析参数. Petr Schill<sup>[7]</sup>通过数值模拟研究了玻璃熔窑中熔化过程对质量传递和热传递的影响,这对于更加高效合理的利用燃料的热效率具有很好的指导作用.

王昌贤、刘洪源<sup>[8]</sup>等利用数值模拟方法,选用标准  $k-\epsilon$  湍流模型、涡流耗散化学反应模型、 $p_l$  辐射传热模型研究了玻璃熔窑在全氧燃烧条件下助燃气体氧含量对喷枪火焰空间气流场和温度场的影响规律,这对于全氧燃烧在玻璃熔窑中的应用和研究,特别是氧枪的设计与操作、工艺制度的优化具有一定的理论和实践意义.

杨志强、李鹏飞<sup>[9]</sup>对马蹄焰玻璃熔窑火焰空间的气体动力学进行了数值模拟,结果显示马蹄焰流股特性与火焰空间的几何尺寸、小炉火焰出口速度、下倾角等基本因素密切相关.此项研究体现了气体动力学数值模拟研究对于马蹄焰熔窑火焰空间设计的指导意义.

唐保军、陈国平<sup>[10]</sup>进行了高碓顶玻璃熔窑全氧燃烧火焰空间中燃烧过程的速度场和温度场的数值模拟,选用的计算模型包括标准  $k-\epsilon$  湍流模型、非预混燃烧模型及 DO 辐射传热模型.模拟结果良好,该三维数学模型能够比较全面地反映火焰空间速度场、温度场分布的规律,这对全氧燃烧在玻璃熔窑中的应用和研究具有一定的参考价值和指导意义.

A. Ponsich、C. Azzaro-Pantel<sup>[11]</sup>通过 CFD 建立了整个玻璃熔化过程的模型.模拟结果与实际单元窑生产过程表现出良好的一致性,这对于深入研究计算动力学和优化能量利用率是一个阶段性的进展.

Stevan Nemoda、Milica Mladenovic<sup>[12]</sup>建立了二维的多孔渗水中介模型,这对研究燃气喷枪为玻璃熔化提供不同热量而产生泡沫数量不同提供了一个相对快速而简单的方法.

## 2.2 火焰空间模型

在火焰空间进行着十分复杂的传热过程,燃烧气流在炉内发生着剧烈的化学反应,将热量以辐射和对流的方式传给物料及窑墙,这一阶段所涉及的数学模型有气相湍流模型、燃烧反应模型和辐射传热模型.

### 2.2.1 气相湍流模型

最简单的湍流流动中的反应模型是 EBU(旋涡破碎)-Arrhenius 模型<sup>[11]</sup>,由 Spalding 首先提出,这一简单设想是考虑两个机制——Arrhenius 机制(层流反应机制)和湍流脉动机制控制着反应率. EBU-Arrhenius 模型简单而直观,但是这一模型低估了预混湍流有反应流动中化学动力学因素的作用.

对于扩散控制的湍流有反应流动,最简单的模型是简化的 PDF 快速反应模型,它建立在混合物分数、快速反应和概率密度分布函数(PDF)的概念上.简单的射流扩散火焰的预报结果和  $\text{CO}$ 、 $\text{H}_2$ 、 $\text{C}_2\text{H}_2$ 、 $\text{C}_3\text{H}_8$ 、扩散火焰长度的实验结果一般说来符合较好,但其间有些差异,表明了分子扩散和有限反应动力学因素的影响.

上面两种模型仅适用于双组分反应的简单情况,对于更复杂的扩散燃烧,例如多组分及多于单步反应的煤的挥发分燃烧,Smoot 等人提出了简化 PDF 与局部瞬时平衡相结合的模式.

$k-\epsilon$ <sup>[13,14]</sup>方程是根据完全发展湍流的特性,采取一系列半经验的公式来模化的,而且其经验常数主要是根据一些特定条件下的实验数据,一般是在远离避免的湍流区标定的,所以是高 Re 数的湍流模型(此处的 Re 数是以湍流脉动动能的平方根作为速度),适用于离开壁面一定距离的完全湍流区.  $k-\epsilon$  模型对发

生在火焰空间的湍流流动进行模拟,这个模型和动量输运方程中的湍流动力粘度有关.

### 2.2.2 燃烧反应模型

燃烧是一种带有剧烈放热化学反应的流动现象.实际燃烧过程是一个包含流体流动、传热、传质和化学反应以及它们之间相互作用的复杂的物理和化学过程.玻璃熔窑火焰空间中燃烧过程的变化主要满足下面几个物理和化学的基本定律:物质不灭定律、牛顿第二定律、能量转换和守恒定律、组分转换和平衡定律等.

天然气在熔窑中的燃烧过程属于湍流气相燃烧过程,对于这一过程的模拟,主要有 EBU-Arrhenius 模型、简化的 PDF-快速反应模型、简化的 PDF-局部瞬时平衡模型、简化的 PDF-有限反应率模型和关联矩封闭模型等.

对于扩散控制的湍流有反应流动,最简单的模型是简化的 PDF 快速反应模型,它建立在混合物分数、快速反应和概率密度分布函数(PDF)的概念上.

上面两种模型仅适用于双组分反应的简单情况,对于更复杂的扩散燃烧,例如多组分及多于单步反应的煤的挥发分燃烧,Smoot 等人提出了简化 PDF 与局部瞬时平衡相结合的模型.应用这种模型对同轴射流射入突扩燃烧室中的氢空气火焰的模拟结果,除去均方根脉动速度之外,时均速度、温度及  $H_2$ 、 $O_2$  和  $H_2O$  质量分数均与实验符合的很好,这表明氢空气火焰的燃烧机理接近瞬时局部平衡模型.但是,其模拟的甲烷空气扩散火焰的组分质量分数则与实验结果相去甚远,甚至定性上不同,这表明甲烷空气扩散火焰,包括 CO 燃烧,不处于局部瞬时平衡状态.这种情况应该使用有限反应率与给定的 PDF 相结合的模型,即简化的 PDF-有限反应率模型.

### 2.2.3 辐射传热模型

火焰传热对燃烧的流动过程、化学反应过程有很大的影响,也就是说火焰传热对燃烧过程有强烈的反馈作用.火焰传热过程数值计算所用的基本方程是能量方程,即:

$$\Delta \cdot (\rho v c_p T) = \Delta \cdot (\Gamma_T \Delta T) + S_Q$$

此式左边是焓的  $c_p T$  流动项,右边第一项是扩散项(即导热项),第二项是源项  $S_Q$ .  $S_Q$  包括化学反应释热率  $Q$  和辐射换热率  $Q_R$ ,即:

$$S_Q = Q + Q_R$$

燃烧室中火焰传热的辐射换热十分强烈,辐射换热项  $Q_R$  常大于流动项和扩散项.常用的工火焰辐射换热数值计算方法多种多样,而目前常用的方法主要是热流法或称热流通量法、区域法和概率模拟法或称

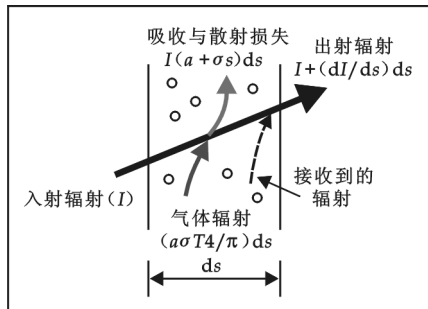


图1 辐射传热过程示意图

蒙特卡罗法,此外还有近年来发展起来的数论法及离散传播法.

燃烧设备的火焰传热中辐射换热约占 90%<sup>[15]</sup>,在火焰传热过程中常起主要作用的热流法是将微元体界面上复杂的半球空间热辐射简化为垂直于此界面均匀的辐射热流,该方法的优点是计算简单,但是其计算结果与实际相差较大;区域法是将计算对象划成若干区域,可以是体积区,也可以是面积区,其计算结果比较接近于实际,但是由于涉及到多个重积分和非线性代数方程的求解,其工作量比较大,一般只是用来计算燃烧室几何形状不很复杂、火焰温度变化不太剧烈的问题.离散坐标法和数论法<sup>[16]</sup>是新兴的方法,已经得到了一定程度的应用,但还要在实际应用中检验.

在辐射换热量  $Q_{rad} = \sigma(T_{max}^4 - T_{min}^4)$  与导热、对流换热量相比较时,应该考虑在其计算中包含有辐射传热过程.在高温情况下,由于辐射换热量与温度的 4 次方成比例,因此这时辐射传热将占据传热的主导地位.

DO<sup>[17,18]</sup>模型是常应用于玻璃熔窑的辐射模型,该模型求解的是从有限个立体角发出的辐射传播方程,每个立体角对应着笛卡儿坐标系下的固定方向.立体角的离散精度类似于 DTM 模型中的射线数目,不同的是 DO 模型并不进行射线跟踪,而是求解空间坐标系下的辐射强度的输运方程.有多少个(立体

角)方向,就求解多少(辐射强度)输运方程,方程的求解方法与流体流动以及能量方程的求解方法相同。

### 3 数值模拟的发展趋势

随着计算机技术的飞速发展和模型的不断修正与完善,玻璃熔窑的数值模拟将向以下几个方面发展:

(1)未来的数值模拟不仅是简单的对比,而是通过模拟计算和实际测量的熔化玻璃液与燃烧空间的温度差别,或者两者气体组成的差别<sup>[19-21]</sup>,用验证后的模型对玻璃质量进行预测,尽可能最大限度地避免玻璃熔制的缺陷。

(2)不断采用新的或改进的计算方法,例如使用耦合模型使玻璃液流和火焰传热的模拟在浮法熔窑的火焰空间与窑池的配合料熔化同时进行<sup>[22]</sup>这是一种更为精确的模型,特别是在碲顶温度的预测上有很大提高,当熔窑中有鼓泡装置时耦合模型的效果更好<sup>[23,24]</sup>。

(3)从实际结果对所采用的数学模型进行修改以更接近实际情况,同时结合最新的计算机图形和图像处理技术对熔窑中各部分实行可视化分析和计算,以便更直观地反映熔窑内部的变化,这对于更好的控制玻璃熔制质量和提高燃料利用率将会是一个跨越性的突破。

(4)基于建立完整的 CFD 瞬时熔窑模型来控制玻璃熔窑已经引起了科学界极大的关注,在不久的将来,玻璃熔窑将直接用瞬时、完整的三维 CFD 模型来控制,实现自动化操作,从而很好的提高生产效率和节约人力资源。

另外,在玻璃熔窑的节能降耗上数值模拟也能发挥非常大的作用。前面提到的 Petr Schill 通过数值模拟研究玻璃熔窑中熔化过程对质量传递和热传递的影响就是一个很好的例子。总之,全氧燃烧的显著优点与数值模拟相结合将会为玻璃窑炉的技术进步开拓一条广阔的发展道路,使玻璃生产进入全新的数字优化时期。

### 参考文献

- [1] 张润平. 浮法玻璃熔窑的节能措施[J]. 建材技术与应用, 2004, (4): 14-17.
- [2] 赵恩录, 杨建, 刘志付, 等. 玻璃熔窑全氧燃烧技术概况和技术发展趋势[J]. 玻璃, 2005, (6): 3-5.
- [3] 吕雷, 童树庭. 玻璃熔窑中的燃烧新技术[J]. 工业炉, 2005, 27(5): 8-9.
- [4] S. L. Chang, C. Q. Zhou, B. Goehertk Eulerian. Approach for multiphase flow simulation in a glassmelter[J]. Applied Thermal Engineering, 2005, 25: 2 083-3 103.
- [5] 王平, 何峰. FLUENT 软件对玻璃熔窑进行优化设计的探讨[J]. 国外建材科技, 2006, 27(2): 8-11.
- [6] A. Abbassi, Kh. Khoshmanesh. Numerical simulation and experimental analysis of an industrial glass melting furnace[J]. Applied Thermal Engineering, 2008, (28): 450-459.
- [7] PetrSchill. A model example of advanced furnace control[J]. Glasstech, 2007, 84(3): 20-21.
- [8] 王昌贤, 刘洪源. 全氧燃烧喷枪火焰空间气流场温度场的数值模拟[J]. 研究与探讨, 2008, (3): 4-7.
- [9] 杨志强, 李鹏飞. 大型马蹄焰玻璃熔窑火焰空间气体动力学特征数值模拟研究[J]. 研究与探讨, 2008, (12): 11-14.
- [10] 唐保军, 陈国平. 高碲顶玻璃熔窑全氧燃烧火焰空间的三维数值模拟[J]. 玻璃, 2009, 6(213): 3-6.
- [11] A. Ponsich, C. Azzaro-Pantel. A systemic approach for glass manufacturing process modeling[J]. Chemical Engineering and Processing, 2009, (48): 1 310-1 320.
- [12] Stevan Nemoda, Milica Mladenovic. Numerical model of gaseous fuel jet injection into a fluidized furnace[J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2009, (52): 3 427-3 438.
- [13] 宋晨路, 陈代挺. 燃天然气浮法玻璃熔窑的三维数值模拟[J]. 能源工程, 2006, (3): 5-8.
- [14] Carvalho M G, Nogueira M. Model-based evaluation of oxy-fuel glass-melting furnace Performance[J]. Ceram Eng Sci Proc, 1996, 17(2): 121-131.
- [15] 郭印诚, 林文漪. 单元熔窑燃烧过程数值模拟[J]. 燃烧科学与技术, 2001, 7(3): 302-206.
- [16] Lankhorst A M, Bauer R A. Coupled Combustion Modeling and Glass Tank Modeling in Oxy and Air-fired Glass Melting Furnaces [C]. The 4th Int Sem On Mathematical Simulation in Glass Melting, 1997.
- [17] Jian C Q, Dutta A, Mukhopadhyay A, et al. Explicit Coupling Between Combustion Space and Glass Tank Simulation for Complete Furnace Analysis[C]. Presented at the 1st Balkan Conference on Glass Science and Technology, Volos, Greece, 2000.
- [18] Simons P, Twerda A, Verweij R, et al. X-stream: The Most Comprehensive Glass Furnace Simulation Tool[C]. In Glass Odyssey,

6th ESG Conference, Montpellier, 2002.

[19] M. K. Choudhary. Analysis and Modeling of NO<sub>x</sub> and Particulate Emissions from Glass Furnaces[C]. In Proceedings of the 5th International Seminar on Mathematical Simulation in Glass Melting. Glass Service, Ltd. , Vsetin, Czech Republic, 1999;9-12.

[20] J. Wang, S. Brewster B. W. Webb. A Coupled Combustion Space/Batch/Melt Tank Model for an Industrial Float Glass Furnace [C]. In Proceedings of the 5th International Seminar on Mathematical Simulation in Glass Melting. Glass Service, Ltd, Vsetin, Czech Republic, 1999;84-86.

[21] B. C. Hoke. Validation of CFD Models for Glass Furnaces[C]. In Proceedings of the 5th International Seminar on Mathematical Simulation in Glass Melting. Glass Service, Ltd. , Vsetin , Czech Republic, 1999;16-20.

[22] J. Chmelar. Private communication on mathematical modeling results for a float furnace[R]. 2000;30-31.

[23] Bryan C. Hoke Jr, Vladimir Y Gershtein. Coupling combustion space and glass melt models improves predictions[J]. The American Ceramic Society Bulletin, 1995, 74(11):75-78.

[24] CHAHINE Georges L. Numerical simulation of bubble flow interactions[J]. Journal of Hydrodynamics, 2009, 21(3): 316-332.

# RESEARCH PROGRESS OF OXY-FUEL COMBUSTION TECHNOLOGY MATHEMATICAL SIMULATION AND COMBUSTION SPACE ON GLASS MELTING FURNACE

CHEN Guo-ping, FENG Min-ge, LI Hui

(School of Materials Science & Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** This paper introduces the characteristic and research progress of oxy-fuel combustion technology on glass melting furnace. Current three-dimensional mathematical models for simulating flow and heat transfer processes in glass-melting furnaces are summarized, and the new trend of the development of mathematical simulation is forecasted. The space development of glass will become wider and wider, under the action of the prominence merit of oxy-fuel combustion and mathematical simulation.

**Key words:** oxy-fuel combustion; glass furnace; mathematical simulation; combustion space

(上接第 144 页)

# STUDY ON THE BEHAVIOR OF SHALLOW-WATER WAVE NEAR SHORE WITH THE SPLIT-STEP FOURIER METHOD

CHEN Jiong-luo

(Department of Optoelectronic Engineering, Jinan University, Guangzhou 510632, China)

**Abstract:** Simulation for the behavior of nearshore shallow-water wave by the KdV equation is studied. With the split-step Fourier method, the nolinear term of the varying coefficient KdV equation caused by the change of the water depth have poor locality and easy overflow. In this paper, simple methods have been discussed to solve these problems by Matlab language, the behavior of nearshore shallow-water wave by the fast split-step Fourier algorithm is simulated as well as a rather long transmission distance. The results show that the peak of water waves near shore will become large with the reduction of the water depth, the front edge become steepened and the back edge become widened.

**Key words:** soliton; split-step Fourier; method; shallow-water wave



\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0153-06

# 股权激励影响因素研究

李月梅, 刘 涛

(上海交通大学安泰经济与管理学院, 上海 200030)

**摘 要:**采用 92 家实施股权激励的公司作为样本, 并采用 451 家未使用股权激励的公司作为配对样本, 按股票期权和限制性股票两种激励方式进行分类, 分别对财务特征、高管特征、治理特征等方面进行了实证研究. 结果表明: 公司的股权集中度越低, 越有可能使用股权激励; 现金流动性差而高管较年轻的公司, 倾向于股票期权的激励方式; 资产负债率低而高管前期现金报酬较高的公司, 则可能选择限制性股票作为长期激励的方式.

**关键词:**股权激励; 股票期权; 限制性股票; 影响因素

**中图法分类号:**F830.9      **文献标识码:**A

## 0 引言

2006 年 1 月 1 日, 中国证监会发布的《上市公司股权激励管理办法》(试行) 开始正式实施, 由此拉开了我国股权激励的新篇章. 截至 2008 年 9 月, 已有 100 家 A 股上市公司公布了股权激励方案. 那么, 影响公司是否实施股权激励的关键因素是什么? 上市公司在选择股权激励方式时需要考虑哪些因素? 这些问题的解决已迫在眉捷. 本文拟通过实证研究回答以上问题.

目前国内实施股权激励的方式有 3 种: 一是股票期权, 这在国外已经得到了广泛的研究和应用; 二是限制性股票; 三是股票增值权. 其中使用股票期权的数量最多, 且近年来有明显的上升趋势, 其次是限制性股票, 而股票增值权的应用只限于与前两种激励方式混合使用. 故本文重在研究影响公司使用股票期权和限制性股票的因素.

西方学者从高管团队特征(Dechow and Solan, 1991)、代理成本(Yermack, 1995, Konari, 2006)、现金流量(Yermack, 1995, Konari, 2006)、治理特征(Konari, 2006)等方面进行了广泛而深入的研究. 国内也开始了一些相关的研究: 牛建波(2004)发现高管年龄和公司接受股权激励的可能性显著正相关; 周建波、孙菊生(2003)发现实行股权激励的公司在实行股权激励前业绩普遍较高, 存在选择性偏见. 但这些研究均是以 2006 年管理办法出台前为研究样本, 对于管理办法出台后的股权激励影响因素却没有涉及. 为此, 针对目前国内准备实施股权激励公司日益增多的现象, 本文选取自 2006 年起准备实施股权激励的公司为样本, 并将其分为股票期权和限制性股票两类, 对其进行实证检验, 以找出影响公司选择不同激励方式的因素.

## 1 假设

### 1.1 财务特征

股权激励制度能够使经营者目标与所有者目标在最大程度上达成一致, 使经营者与所有者成为一个利益共同体, 从而降低代理成本. 周建波(2002)指出, 委托人应给予代理人的最优股权比例与公司的成长

\* 收稿日期: 2009-12-13

作者简介: 李月梅(1982—), 女, 河南省郑州市人, 在读硕士生, 研究方向: 审计理论与实践

性机会正相关。即企业的成长性机会越高,对代理人进行股权激励,代理人就越有动机努力提高公司的经营绩效和企业价值。周建波,孙菊生(2003)通过实证分析,得出成长性较高的公司,公司经营业绩的提高与经营者因股权激励增加的持股数显著正相关的结论。国外学者也有大量文献证明了成长性机会与股权激励实施之间的正相关性。如 Lewellen et al(1987)指出,成长机会高的公司更多地采取股票期权计划,受管制的公司包括(保险、天然气和电力事业以及银行业)更少采用股票期权计划。Smith and Watts (1992), Gaver & Gaver (1993), Mehran(1995), Guay(1999), Palia(2001), Baber (1996), Ryan & Wiggins (2001)使用美国公司的数据进行了检验,发现公司成长机会或者投资机会与公司的股权激励之间呈正相关关系。Rosenberg(2002)使用芬兰公司的数据,检验结果也表明成长机会大的公司使用期权激励的可能性相应提高。因此,本文提出如下假设:

假设 1:成长性好的公司,更有可能进行股权激励。

John and John(1993)从风险转移角度对最优薪酬激励计划进行了分析。他们指出,随着公司负债率的提高,管理者就有可能选择高风险项目,项目成功时就能使股东权益最大化,而项目失败时则由债权人承担。因此,管理者最优薪酬业绩度就会随着债务的增加而减少。Konori(2006)使用日本公司的数据进行检验,发现债权的代理成本与股票期权的使用负相关,即具有较高负债比例的公司,使用的期权激励的可能性较低。由此,本文提出第二个假设:

假设 2:资产负债率较低的公司,更有可能使用股权激励。

Yermack (1995)利用美国的数据进行验证,发现现金流量差的公司越有可能使用股票期权。股票期权不但是一种激励手段,也是一种节约现金的手段。因为公司向管理者提供股票期权激励,不但减少了向管理者支付现金薪酬(用期权代替现金薪酬作为管理者报酬的支付方式),而且当管理者行权时公司还能获得现金流入。在我国,选择股票期权激励的公司都选择了定向增发的方式,而选择限制性股票的公司中大部分采用定向增发或由其他大股东转让的方式获得激励股票,只有 5 家采用提取激励基金买入流通股的方式来筹集股票来源。这样一来,公司若实施股权激励,则会减少现金支出,当管理者行权时还会增加现金流入。由此,本文提出如下假设:

假设 3:现金流量差的公司,越有可能使用股权激励。

股权激励的初衷是使管理者能更好地为增加公司利益而努力工作,几乎所有公司都是将净资产收益率、每股收益等盈利指标作为衡量管理者能否获得股权激励的标准。周建波,孙菊生(2003)的研究结果表明:实行股权激励的公司在实行股权激励前业绩普遍较高,存在选择性偏见。因此,本文提出如下假设:

假设 4:前期盈利能力好的公司,更可能使用股权激励。

## 1.2 高管特征

Dechow and Solan(1991)曾经指出,高管越接近退休年龄,就越容易拒绝有价值的研发活动和其他投资活动,因为这些项目不会为当前的管理者带来收益,而只会回报后任的成功者。这就意味着公司会为这些管理者提供更多的长期激励,以使其能够为了提高公司价值而采取有价值的研发或投资活动。另一方面,牛建波(2004)认为随着管理者年龄的增长,其社会经验和经营阅历都会有大幅度的增加,从而管理能力也会相应得到提升,人力资本价值也会上涨。为了实现自己的人力资本价值,他们会更乐意接受董事会所提供的股份等具有长期激励效果的报酬方式。Phillip & Cyril(2003, 2004)对英国公司的研究发现,CEO 的年龄与其报酬总额(包括现金和股权报酬)显著正相关;也与其股权报酬正相关,但不显著。Attaway(2000)对美国计算机和电子行业的研究发现经理的任期和年龄对报酬(包括现金和股权报酬)有显著正向影响。因此,本文提出如下假设:

假设 5:公司高管团队平均年龄越高,越有可能使用股权激励。

高管取得的现金报酬越高,越能说明公司对高管工作的重视与肯定,同时也说明了公司的资产规模大,处于重要的发展时期。这时,公司就越有可能对高管进行激励,以使其更好地为公司长远利益的发展而努力。因此,本文提出如下假设:

假设 6:高管前期的现金报酬越高,公司越有可能使用股权激励。

1.3 公司治理特征

股权激励的实施有赖于一个良好的内部治理环境. Rosenberg(2003)利用芬兰的数据发现,股权集中程度较高的公司,使用期权激励的可能性较低. 公司的股权集中度越高,其他股东与第一大股东的抗衡能力越弱,内部治理结构越不好,就越不利于股权激励发挥作用. 本文提出假设:

假设 7:股权集中度越低的公司,越有可能使用股权激励.

2 研究方法

2.1 样本定义

本文选取沪深两市所有实施或准备实施股权激励的 92 家 A 股上市公司作为研究样本(自 2006 年 1 月 1 日起至 2009 年 10 月止). 由表 1 可以看出,92 家样本公司中,其中选择股票期权激励方式的样本有 69 家,占总样本的 74%;选择限制性股票激励方式有 22 家,占总样本的 24%;

选择混合模式的有 3 家,占总样本的 3%,其中 1 家公司(002014 永新股份)选择股票期权与限制性股票相结合的方式,1 家公司(002045 广州国光)选择股票期权与股票增值权相结合的方式,1 家公司(000932 华菱管线)选择限制性股票与股票增值权的方式. 由此可见,在所有样本公司中,只有 3 家选择股票增值权的方式,且均是 与股票期权或限制性股票结合起来使用,其他样本均是选择股票期权或限制性股票,或是二者结合. 故本文将样本分为两组,一组为选择股票期权作为股权激励的方式,一组为选择限制性股票作为股权激励的方式,混合模式分别归入股票期权或限制性股票,以此研究上市公司选择股票期权或限制性股票的原因. 这样,选择股票期权激励方式的样本公司共有 71 家,选择限制性股票激励试的样本共有 22 家.

为找出影响公司使用股权激励与否的关键因素,本文根据中国证券监督管理委员会公布的行业标准,从中选取总资产与样本公司总资产最为接近的五家公司作为配对样本,并剔除 ST 公司,以此比较两类公司特征上的显著差异(白云霞,吴联生,徐信忠,2004). 为有效控制由于配对样本选择不合理而产生的偏差,使结果更具可靠性,本文将 5 家配对样本的变量值加总平均,将平均值作为配对样本的研究变量值.

本文以 2005 年的数据作为研究变量值,数据来自 CSMAR 数据库和各公司年报. 统计软件使用 SPSS 16. 0.

2.2 变量定义

高管平均年龄(Yermack,1995)、高管团队人均年现金报酬用于衡量高管团队特征,资产负债率(Yermack,1995)来衡量代理成本,每股经营活动现金净流量用于衡量公司现金流量特征,股权集中度用于衡量公司治理特征,净资产收益率衡量公司盈利能力. 各变量定义如表 2 所示.

表 2 变量定义表

变 量	变量意义	定义
成长性	财务特征	托宾 $Q=(\text{公司流通股市值}+\text{非流通股面值}+\text{年末总负债})/\text{年末总资产}$
资产负债率	财务特征	$\text{年末总负债}/\text{年末总资产}$
现金流动性	财务特征	$(\text{经营活动现金净流量}+\text{投资活动现金净流量})/\text{公司市值}$
净资产收益率	财务特征	$\text{年末净利润}/\text{年末净资产}$
高管年龄	高管特征	高管平均年龄
高管人均年现金报酬	高管特征	高管总报酬/高管总人数
股权集中度	治理特征	$\text{第一大股东持股比例}/(\text{第二至第五大股东持股比例之和})$

3 数据分析和结果

本文使用  $T$  检验,对样本公司与配对样本的高管团队特征、代理成本、现金流量特征、治理特征和盈利能力进行对比分析,结果如表 3 所示.

从公司的财务特征来看,使用股票期权样本公司的现金流动性显著差于配对样本公司,而其净资产收益率又显著高于配对样本,说明股票期权样本的现金流动性较差,使用股票期权前期的公司业绩又明显高于未使用股票期权的公司,存在选择性偏见,符合假设 3 和 4. 限制性股票样本的现金流动性和前期业绩均好于配对样本,但其结果并不显著.

从高管团队特征来看,使用股票期权的样本公司的高管平均年龄显著低于配对样本公司,高管现金薪酬也显著高于未使用股票期权的公司,限制性股票样本及配对样本也存在相同的结果,只是高管年龄变量不显著. 这说明使用股权激励的样本公司其高管都较为年轻,且其前期的现金报酬都较高,这与假设 5 相反,与假设 6 相同.

就公司治理特征来看,使用股权激励的样本公司的股权集中度均低于配对样本,说明股权激励要求公司的股权结构分散化,支持假设 7.

表 3 股权激励影响因素的比较分析

变量名称	是否使用 股权激励	数量	平均值	标准差	<i>F</i> 值	<i>T</i> 值
股票期权						
成长性	是	71	0.962 9	0.213 8	0.002	0.299
	否	348	0.953 3	0.252 8		
资产负债率	是	71	0.488 9	0.189 0	0.476	−0.477
	否	348	0.499 8	0.173 1		
现金流动性	是	71	−0.027 4	0.118 4	0.015	−2.285 **
	否	348	0.007 8	0.118 1		
净资产收益率	是	71	0.075 5	0.144 8	0.648	2.492 **
	否	348	0.031 9	0.132 3		
高管年龄	是	71	44.138 9	3.320 0	0.328	−3.346 ***
	否	347	45.587 8	3.325 5		
高管人均年现金 报酬(万元)	是	71	23.217 7	20.653 9	18.534 ***	2.571 **
	否	348	16.710 9	11.731 3		
股权集中度	是	71	4.751 4	11.280 3	2.452	−0.890
	否	348	93.509 5	839.632 5		
限制性股票						
成长性	是	22	0.940 7	0.294 6	3.080 *	−0.003
	否	103	0.940 9	0.2174		
资产负债率	是	22	0.477 3	0.172 8	0.262	−1.405
	否	103	0.532 9	0.167 6		
现金流动性	是	22	0.009 9	0.108 3	0.026	0.398
	否	103	−0.000 7	0.114 7		
净资产收益率	是	22	0.083 9	0.066 9	0.732	1.090
	否	103	0.051 2	0.137 0		
高管年龄	是	22	45.635 5	3.124 1	0.170	−1.081
	否	103	46.385 4	2.915 9		
高管人均年现金 报酬(万元)	是	22	39.267 7	40.471 5	12.763 ***	3.006 ***
	否	103	22.244 7	19.074 5		
股权集中度	是	22	4.038 5	7.313 2	0.854	−0.513
	否	103	95.122 5	829.751 8		

注: \* 表示在 0.10 水平上显著, \*\* 表示在 0.05 水平上显著, \*\*\* 表示在 0.01 水平上显著.

表 4 所示为本文选用的所有变量间的相关性分析. 由此可以看出,除了成长性和资产负债率指标外,其他变量都与股票期权变量显著相关. 其中现金流动性、股权集中度与期权变量负相关,净资产收益率、高管现金报酬与期权变量正相关,这些都符合原假设;而高管年龄与期权变量负相关,这与假设 5 相反,但与

前面的  $T$  检验结果一致,而就限制性股票样本来说,只有高管现金薪酬与之显著相关,其余变量与限制性股票变量的相关性均不显著。

表 4 变量相关分析

变量	1	2	3	4	5	6	7
股票期权							
1. 股权激励变量							
2. 成长性	0.012						
3. 资产负债率	-0.039	0.220***					
4. 现金流动性	-0.189**	0.124	0.203**				
5. 净资产收益率	0.191**	-0.023	-0.045	-0.075			
6. 高管年龄	-0.271***	-0.148*	0.085	0.018	0.013		
7. 高管人均年现金报酬	0.208**	0.051	0.097	0.028	0.242***	-0.037	
8. 股权集中度	-0.167**	-0.063	-0.015	0.091	-0.113	0.094	-0.099
限制性股票							
1. 股权激励变量							
2. 成长性	0.012						
3. 资产负债率	-0.214	0.007					
4. 现金流动性	0.058	0.353**	0.191				
5. 净资产收益率	0.193	0.240	-0.112	-0.023			
6. 高管年龄	-0.179	0.065	0.033	-0.017	0.189		
7. 高管人均年现金报酬	0.279*	0.006	0.093	0.021	0.373**	-0.081	
8. 股权集中度	-0.171	0.018	-0.011	0.115	-0.251	0.057	-0.096

注: \* 表示在 0.10 水平上显著, \*\* 表示在 0.05 水平上显著, \*\*\* 表示在 0.01 水平上显著。

为进一步检验影响公司是否使用股权激励的特征,本文分别对使用股票期权和限制性股票两种激励方式的样本公司和其配对样本进行 Logistic 回归,检验模型为

$$\log\left(\frac{P(\text{股权激励})}{1-P(\text{股权激励})}\right) = \alpha + \beta_1x_1 + \beta_2x_2 + \beta_3x_3 + \beta_4x_4 + \beta_5x_5 + \beta_6x_6 + \beta_7x_7$$

回归结果如表 5 所示. 结果表明, 现金流动性、高管年龄和股权集中度 3 个变量均与股票期权变量显著负相关,说明现金流动性越差、高管越年轻、股权结构越分散的公司,越有可能采用股票期权激励方式;而限制性股票变量则与资产负债率、股权集中度显著负相关,与高管现金报酬显著正相关,说明公司的资产负债率越低、股权结构越分散、高管前期现金报酬越高的公司,越倾向于向高管发行限制性股票。

4 总结与讨论

4.1 财务特征与股权激励

成长性变量与股票期权和限制性股票均负相关,与周建波、孙菊生(2003)和 Konari(2006)的结果相反,但与 Yermack(1995)的结论一致. 说明 2006 年后采用股权激励的上市公司并不都是高成长的公司,公司成长性已不在是公司考虑是否进行股权激励的关键因素了。

资产负债率变量与股票期权变量正相关,但不显著,而与限制性股票变量显著负相关,这说明资产负债率低的公司在选择股权激励方式时会倾向于限制性股票. 现金流动性变量与股票期权变量显著负相关,说明现金流动性差的公司更可能向管理者发行股票期权,但现金流动性与限制性股票的关系则不显著,说明实施限制性股票激励方式的公司其现金流动性状况并不是首要考虑的因素. 公司前期业绩与股权激励变量的关系均不显著,说明 2006 年后我国股权激励的上市公司已经不存在选择性偏见的现象。

表 5 是否使用股权激励的特征检验

变量	股票期权系数	限制性股票系数
成长性	-1.148	-1.865
	(1.007)	(0.651)
资产负债率	0.207	-7.343**
	(0.023)	(3.936)
现金流动性	-4.441*	2.585
	(2.923)	(0.257)
净资产收益率	2.346	-0.631
	(1.266)	(0.007)
高管年龄	-0.171**	-0.351
	(4.342)	(2.404)
高管人均年现金报酬	0.025	0.116**
	(2.457)	(4.614)
股权集中度	-0.096***	-0.191**
	(12.410)	(6.452)
常数	8.915**	20.335*
	(5.214)	(3.217)

注: \* 表示在 0.10 水平上显著, \*\* 表示在 0.05 水平上显著, \*\*\* 表示在 0.01 水平上显著;括号内为 Wald 值。

## 4.2 高管团队特征与股权激励

实证结果表明,高管年龄与股权激励变量负相关,高管前期现金报酬与股权激励变量正相关,说明高管越年轻、现金报酬越多,越有可能采用股权激励。但高管特征变量与两种股权激励方式变量的显著性却各不相同:高管年龄与股票期权变量在 0.05 水平上显著,而与限制性股票变量的关系则不显著;高管现金报酬与限制性股票变量在 0.05 水平上显著,而与期权变量的关系不显著,这说明我国上市公司在选择股权激励方式上关于高管特征的考虑因素各有侧重。

另外,高管年龄与股权激励变量的负相关关系,与原假设不符。出现这种结果也是符合我国实际情况的。首先,股权激励在我国的发展尚不完善,目前也只有 100 多家公司公布过股权激励方案,而真正实施的公司数量则更少,说明股权激励在我国还是较为新鲜的事物,其风险性还无定论,对于年龄较大的风险厌恶的高管来说股权激励并不具有吸引力,而对于年轻的高管来说,其对风险的厌恶度较低,而股权激励又给予其充分展示自己才能的机会,经过自身的努力还能获得丰厚的报酬,也就更愿意接受股权激励。

## 4.3 治理结构与股权激励

由表 5 可以看出,股权集中度变量与两个股权激励变量均显著负相关,与假设 7 相符,这说明股权结构较分散的公司越有可能实施股权激励。同时,股权激励是以股票为激励标的物,其顺利实施也有赖于一个好的股权结构。

本文研究结果表明,公司是否使用股权激励、使用何种激励方式,与公司财务特征、高管团队特征和治理结构等因素息息相关。现金流动性越差、高管越年轻、股权集中度越低的公司,越有可能采用股票期权激励方式;而资产负债率越低、高管前期现金报酬越高、股权集中度越低的公司,则越倾向于限制性股票激励方式。

## 参考文献

- [1] David Yermack. Do corporations award CEO stock options effectively[J]. Journal of Financial Economics, 1995, (39): 237-269.
- [2] Dechow, Patricia M., Richard G. Sloan. Executive incentives and the horizon problem[J]. Journal of Accounting and Economics, 1991, (14): 51-89.
- [3] Konari Uchida. Determinants of stock option use by Japanese companies[J]. Review of Financial Economics, 2006, (15): 251-269.
- [4] Matts Rosenberg. Stock option compensation in Finland: an analysis of economic determinants, contracting frequency, and design [C]. European Financial Management Association 2003 Annual Meeting, 2003.
- [5] 白云霞, 吴联生, 徐信忠. 资产收购与控制权转移对经营业绩的影响[J]. 经济研究, 2004, (12): 35-44.
- [6] 牛建波. CEO 报酬: 来自心理契约的解释[J]. 当代财经, 2004, (9): 60-64.
- [7] 周建波, 孙菊生. 经营者股权激励的治理效应研究——来自中国上市公司的经验证据[J]. 经济研究, 2003, (5): 74-82.

# STUDY OF EFFECT FACTORS OF EQUITY INCENTIVES

LI Yue-mei, LIU Tao

(Antai College of Economics & Management, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200030, China)

**Abstract:** This paper analyzes stock option awards to managers of 71 companies between 2006 and 2009. Comparing with other 348 companies who haven't using stock options, I find three typical factors significantly influence the decision of using stock options: poorer cash liquidity, younger manager and lower ownership concentration. I also examine 22 companies using restricted stocks as incentives, finding that companies with lower asset liability ratio, higher cash payment to managers and lower ownership concentration are more likely to use restricted stocks.

**Key words:** equity incentive; stock option; restricted stock; effect factors



\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0159-06

# 基于 AHP 的省级电力企业评价指标体系研究

杨 青, 陈明月

(西北工业大学管理学院, 陕西 西安 710129)

**摘 要:**为提高电力企业评价与决策的可靠性,有效发挥指标评价的导向作用,推进管理创新和发展水平提升,对省级电力企业的发展情况进行了分析,建立了评价指标体系与层次结构模型,并用层次分析法进行分析计算,得到了指标权重,给出了综合评价方法,以此评价了电力企业的发展情况,探讨了其在实际中的推广应用。

**关键词:**电力企业;层次分析法;发展评价

**中图法分类号:**C931.2

**文献标识码:**A

## 0 引言

电力工业是关系国计民生的基础产业,对经济和社会发展起着重要的支撑作用.近年来,世界经济形势变化给国民经济和电力企业的发展带来了不利影响,工业用电量增长趋势减缓.同时,国家能源政策、环保政策及产业政策的调整、电力系统体制改革的深化都对电力供应、电网运行提出了新的更高的要求。

## 1 问题的提出

省级电力企业作为国家电网的子公司,承担着开拓电力市场、促进电力资源优化配置的任务,是国家电网发展的重要支撑.为了应对市场变化与挑战,各省级电力企业积极采用同业对标指标体系,评价企业的发展情况,以此推进管理创新和发展水平的提升.但该体系的指标权重值是平均值,并不能反映各要素影响力的大小.为提高评价的可靠性,有效发挥指标评价的导向作用,需要反映出各指标影响力的大小,准确地确定其权重,为评定绩效、改进管理、正确决策提供科学方法和参考依据。

## 2 研究方法及原理

结合省级电力企业的特点,选择多因素评价中常用的 AHP(Analytic Hierarchy Process)作为主要的评价方法. AHP 又称层次分析法,是美国匹兹堡大学 T. L. Saaty 教授于 20 世纪 70 年代创立的一种简便灵活且实用的多准则决策方法. AHP 的基本原理是根据人的思维规律,面对复杂的选择问题,先将问题分解成各个组成因素,再将这些因素按支配关系分组形成递阶层次结构,通过两两比较的方式,确定层次中诸因素的相对重要性,综合决策者的判断,确定决策方案相对重要性总的排序,做出选择和判断<sup>[1]</sup>。

## 3 评价指标体系与结构模型的建立

按照安全、经济、优质运行的要求及长远发展需要,结合《国家电网公司创一流同业对标指标体系(第四版)》<sup>[2]</sup>,对省级电力企业各指标要素进行分析综合,选择安全管理、资产经营、营销服务、电网运行、人力资源作为主要指标,并在此基础上确定次级指标,建立指标体系与结构模型,如图 1 所示。

\* 收稿日期:2009-12-01

作者简介:杨 青(1970—),女,陕西省西安市人,副教授,博士,研究方向:经济管理与投资评价



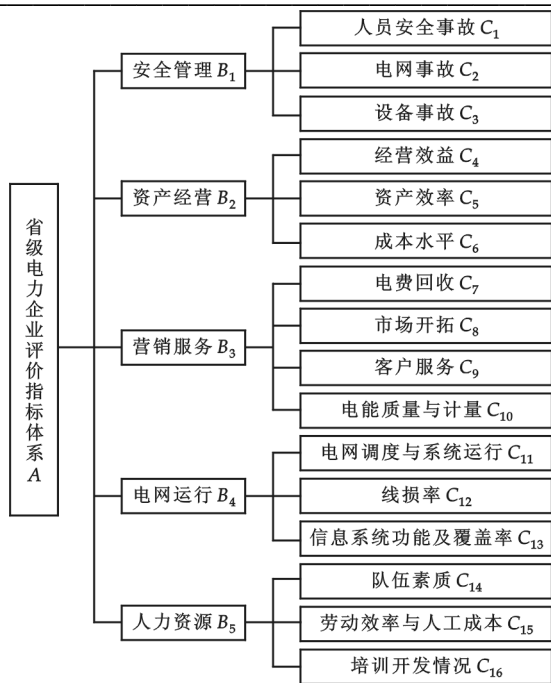


图 1 省级电力企业评价指标体系

遵循科学性、有效性和简洁性的原则,参照其他同类企业评价经验,对指标选择进行说明。

### 3.1 安全管理

安全生产是电力企业生存和发展的基础。电力生产实践表明,企业兴衰,成在安全、败在事故,安全责任重于泰山。根据《国家电网公司电力生产事故调查规程》<sup>[3]</sup>,安全管理主要包括以下 3 个方面:人身安全、电网安全、设备安全(包括电力设备、实施及厂房建筑等)。从这几个方面出发,选择与之对应的人员、电网、设备事故指标作为安全管理的主要指标,具体通过千人死亡率、千人重伤率、有人员责任的重特大电网事故、10 kV 以上网线误操作事故、变电事故率、输电事故率、设备事故等分别衡量。

### 3.2 资产经营

电力体制改革后,各省级电力企业成为自主经营、自负盈亏的法人实体。资产经营情况与企业效益紧密相联,因而是企业业绩考核的重点之一。借鉴其他企业的考核方法,选择经营效益、资产效率和成本水平作为资

产经营情况考核的 3 个主要指标。分解后,选择利润增长率、销售增长率、净资产利润率、总资产报酬率、总资产周转率、流动资产周转率、资产负债率、成本费用收益率、单位电量输配电成本、电网资产运行维护费用等分项指标,确定具体的评价标准,分别测度经营效益、资产效率和成本水平,评价省级电力企业的资产经营情况。

### 3.3 营销服务

营销服务是电力企业把消费者需求转变成市场获利机会,并与客户保持良好关系、树立企业形象的有效方法和战胜竞争对手、做大做强企业的重要途径。对电力企业,营销服务工作主要通过电费回收、市场开拓、客户服务以及电能质量与计量 4 个指标测度,具体通过当年电费回收率、应收用户电费余额占当年月均应收用户电费比例、市场占有率、市场占有率增长量、高压客户业扩报装平均接电时间、故障停电平均持续时间、电能计量装置配置合格率、综合电压合格率、供电可靠率(用户平均停电时间、用户平均停电次数)等指标评价。

### 3.4 电网运行

电网运行,指的是电网系统的电力正常传输过程,是电力企业的主要业务。结合电力运行特点,选择电网调度与系统运行情况、线损率、信息系统功能及覆盖率作为主要指标反映省级电力企业的电网运行情况。具体包括责任频率不合格时间、中枢点电压合格率、220 kV 及以上系统继电保护正确动作率、线损率、架空线路可用系数、架空线路停运率、变压器可用系数、变压器停运率、断路器可用系数、断路器停运率、母线可用系数、母线停运率、隔离开关可用系数、隔离开关停运率、信息系统功能覆盖率等分项指标。

### 3.5 人力资源

人力资源是电力企业的重要资源,是推动企业发展进步的基本力量。电力企业的人力资源具自身专业特点,对其进行考核也应考虑其特点。经过比较分析,选择队伍素质、劳动效率与人工成本、培训开发情况作为评价电力企业人力资源情况的主要指标,具体通过人才当量密度(不同学历、职称层次员工的比例)、全员劳动生产率(生产增加值/全部职工平均人数)、地市企业综合劳动效率、人事费用率、工资利润率、培训经费投入率、技能竞赛及调考成绩、全员培训率等分项指标和相应的标准来评价省级电力企业的人力资

源情况.

4 AHP 评价的计算步骤及结果

4.1 构造判断矩阵

建立结构模型(如图 1)后,各层的隶属关系就确定了. 根据各类指标作用程度及相对重要性的不同,请有关电力专家对指标进行两两比较,构造成对判断矩阵,并计算要素层相对于上层的权重向量值,如表 1~表 6 所示.

表 1 B 层元素两两比较值

A	B <sub>1</sub>	B <sub>2</sub>	B <sub>3</sub>	B <sub>4</sub>	B <sub>5</sub>	W
B <sub>1</sub>	1	1/2	3	2	4	0.262
B <sub>2</sub>	2	1	4	3	5	0.416
B <sub>3</sub>	1/3	1/4	1	1/2	2	0.099
B <sub>4</sub>	1/2	1/3	2	1	3	0.161
B <sub>5</sub>	1/4	1/5	1/2	1/3	1	0.062

表 2 C 层元素对 B<sub>1</sub> 的两两比较值

B <sub>1</sub>	C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>	C <sub>3</sub>	W <sub>1</sub>
C <sub>1</sub>	1	2	3	0.525
C <sub>2</sub>	1/2	1	3	0.334
C <sub>3</sub>	1/3	1/3	1	0.141

表 3 C 层元素对 B<sub>2</sub> 的两两比较值

B <sub>2</sub>	C <sub>4</sub>	C <sub>5</sub>	C <sub>6</sub>	W <sub>2</sub>
C <sub>4</sub>	1	2	3	0.539
C <sub>5</sub>	1/2	1	2	0.297
C <sub>6</sub>	1/3	1/2	1	0.164

表 4 C 层元素对 B<sub>3</sub> 的两两比较值

B <sub>3</sub>	C <sub>7</sub>	C <sub>8</sub>	C <sub>9</sub>	C <sub>10</sub>	W <sub>3</sub>
C <sub>7</sub>	1	1/4	1/2	1/3	0.094
C <sub>8</sub>	4	1	3	2	0.456
C <sub>9</sub>	2	1/3	1	1/3	0.146
C <sub>10</sub>	3	1/2	3	1	0.303

表 5 C 层元素对 B<sub>4</sub> 的两两比较值

B <sub>4</sub>	C <sub>11</sub>	C <sub>12</sub>	C <sub>13</sub>	W <sub>4</sub>
C <sub>11</sub>	1	4	3	0.623
C <sub>12</sub>	1/4	1	1/2	0.137
C <sub>13</sub>	1/3	2	1	0.239

表 6 C 层元素对 B<sub>5</sub> 的两两比较值

B <sub>5</sub>	C <sub>14</sub>	C <sub>15</sub>	C <sub>16</sub>	W <sub>5</sub>
C <sub>14</sub>	1	1/2	2	0.252
C <sub>15</sub>	3	1	3	0.589
C <sub>16</sub>	2	1/3	1	0.159

矩阵中的元素值,其数值按重要性程度用标度 1~9 赋值,标度的含义如表 7 所示.

4.2 计算指标权重

矩阵  $B_1, B_2, \dots, B_n$  对于 A 的相对重要度记为  $W_1, W_2, \dots, W_n$ ,用和积法计算权重系数,计算步骤如下<sup>[4]</sup>:

(1)对判断矩阵  $B = (b_{ij})_n \times n$  中的元素,按列规范化:

$$\bar{b}_{ij} = \frac{b_{ij}}{\sum_{i=1}^n b_{ij}} \quad i, j = 1, 2, \dots, n \quad (1)$$

(2)将规范化后的各行相加,得和数  $\bar{W}_i$ :

$$\bar{W}_i = \sum_{j=1}^n \bar{b}_{ij} \quad i, j = 1, 2, \dots, n \quad (2)$$

(3)进行归一化处理,得权重系数  $W_i$ :

表 7 标度的含义

标 度	含 义
1	表示两个因素比较,两者同样重要
3	表示两个因素比较,前者比后者稍重要
5	表示两个因素比较,前者比后者明显重要
7	表示两个因素比较,前者比后者强烈重要
9	表示两个因素比较,前者比后者极端重要
2、4、6、8	介于上述相邻判断的中间值
倒数 1/ $a_{ij}$	若元素 $i$ 与 $j$ 的重要性之比为 $a_{ij}$ ,那么元素 $j$ 与 $i$ 的重要性之比为 $1/a_{ij}$

$$W_i = \frac{\overline{W}_i}{\sum_{i=1}^n \overline{W}_i} \quad i = 1, 2, \cdots, n$$

(3)

逐一求出的  $W_1, W_2, \cdots, W_n$ , 写成向量形式  $W_i = (W_1, W_2, \cdots, W_n)^T$ , 即为所求得的权重系数. 对  $C$  层各矩阵, 用同样的方法计算, 其权重值如表 1~表 6 所示.

4.3 检验矩阵的一致性

通过两两比较构造出来的判断矩阵, 是否具有一致性还需要进行检验, 以决定是否可以接受.

4.3.1 计算一致性指标  $CI$

对判断矩阵  $B$ , 先求出最大特征根, 计算相应的特征向量,  $BW = \lambda_{\max} W$ , 式中,  $\lambda_{\max}$  是矩阵  $B$  的最大特征根,  $W = (W_1, W_2, \cdots, W_n)^T$  是相应的特征向量. 通过最大特征根, 计算一致性指标  $CI$  (consistency index)<sup>[5]</sup>:

$$CI = \frac{\lambda_{\max} - n}{n - 1} \quad (n \text{ 为矩阵阶数})$$

(4)

4.3.2 查找相应的平均随机一致性指标  $RI$ (random index)

随着判断矩阵阶数  $n$  的增加, 误差会增加, 检验矩阵一致性时应考虑  $n$  的影响. 使用随机一致性比例  $CR = CI/RI$  可减少误差,  $RI$  为平均随机一致性指标. 表 8 给出了通过 500 样本计算得到的 2~12 阶矩阵平均随机一致性指标值<sup>[6]</sup>.

表 8 平均随机一致性指标

$n$	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
$RI$	0	0.52	0.89	1.12	1.26	1.36	1.41	1.46	1.49	1.52	1.54

4.3.3 计算一致性比例  $CR$

$$CR = \frac{CI}{RI}$$

(5)

当  $CR < 0.10$  时, 认为判断矩阵的一致性是可以接受的;

当  $CR \geq 0.10$  时, 则应对判断矩阵作适当修正.

对  $A$  层,  $BW =$

$$\begin{bmatrix} 1 & 1/2 & 3 & 2 & 4 \\ 2 & 1 & 4 & 3 & 5 \\ 1/3 & 1/4 & 1 & 1/2 & 2 \\ 1/2 & 1/3 & 2 & 1 & 3 \\ 1/4 & 1/5 & 1/2 & 1/3 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 0.262 \\ 0.416 \\ 0.099 \\ 0.161 \\ 0.062 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \lambda_1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_2 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_3 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \lambda_4 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \lambda_5 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 0.262 \\ 0.416 \\ 0.099 \\ 0.161 \\ 0.062 \end{bmatrix} = \lambda W$$

解得  $\lambda_1 = 5.107, \lambda_2 = 5.115, \lambda_3 = 5.023, \lambda_4 = 5.060, \lambda_5 = 5.034$ , 得  $\lambda_{\max} = \lambda_2 = 5.115$ , 所以  $CI = \frac{5.115 - 5}{5 - 1} = 0.029$ ;  $n = 5$ , 查表 8 取  $RI = 1.12$ , 则  $CR = \frac{CI}{RI} = \frac{0.029}{1.12} = 0.026$ , 同理计算  $B_1, B_2, B_3, B_4, B_5$  的特征值和一致性比例, 计算结果如表 9 所示.

表 9 判断矩阵的最大特征值和一致性指标

判断矩阵	$A$	$B_1$	$B_2$	$B_3$	$B_4$	$B_5$
最大特征值 $\lambda_{\max}$	5.115	3.081	3.014	4.131	3.034	3.094
一致性指标 $CI$	0.029	0.041	0.007	0.044	0.017	0.047
平均随机一致性指标 $RI$	1.12	0.52	0.52	0.89	0.52	0.52
一致性比例 $CR$	0.026	0.078	0.014	0.049	0.032	0.090

一致性比例  $CR$  均小于 0.10, 故判断矩阵的一致性符合要求, 是可以接受的.

4.4 综合权重计算

判断矩阵的一致性通过检验后,就可以根据各层权重系数计算各指标的综合权重值,计算结果如表 10 所示.

4.5 综合评价和分析

对各省级电力企业,分别编号记为  $A_1, A_2, \cdots, A_n$ ,邀请 5~10 名电网管理专家,结合企业实际情况,参照评分标准,按 0.1、0.3、0.5、0.7、0.9 的评分层级,对各指标评分.以某省级电力企业  $A_1$  为例,由 7 名专家组成的考评组对该企业进行考评,做出各级评价的人数统计如表 11 所示.

表 10 省级电力企业评价指标权重

省 级 电 力 企 业 发 展 评 价	安全管理(0.262)	人身安全事故(0.138)
		电网事故(0.088)
		设备事故(0.037)
	资产经营(0.416)	经营效益(0.224)
		资产效率(0.124)
		成本水平(0.068)
	营销服务(0.099)	电费回收(0.009)
		市场开拓(0.045)
		客户服务(0.014)
		电能质量与计量(0.030)
	电网运行(0.161)	电网调度与系统运行情况(0.100)
		线损率(0.022)
		信息系统功能及覆盖率(0.038)
	人力资源(0.062)	队伍素质(0.016)
		劳动效率与人工成本(0.037)
		培训开发情况(0.010)

表 11 专家对某省级电力企业评分统计表

指标	$C_1$	$C_2$	$C_3$	$C_4$	$C_5$	$C_6$	$C_7$	$C_8$	$C_9$	$C_{10}$	$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{14}$	$C_{15}$	$C_{16}$
权重	0.138	0.088	0.037	0.224	0.124	0.068	0.009	0.045	0.014	0.030	0.100	0.022	0.038	0.016	0.037	0.010
评价尺度	0.9	1	0	3	2	0	1	0	4	2	4	1	0	1	0	0
	0.7	3	5	3	4	3	4	3	2	2	2	2	4	2	3	5
	0.5	3	2	1	1	3	2	3	1	2	1	3	3	3	4	2
	0.3	0	0	0	0	1	0	1	0	1	0	1	0	1	0	0
	0.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

综合权重,计算优先度值  $N_1 = (0.138\ 0.088\ 0.037\ 0.224\ 0.124\ 0.068\ 0.009\ 0.045\ 0.014\ 0.030\ 0.100\ 0.022\ 0.038\ 0.016\ 0.037\ 0.010)$

$$\times \begin{bmatrix} 1 & 0 & 3 & 2 & 0 & 1 & 0 & 4 & 2 & 4 & 1 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 3 & 5 & 3 & 4 & 2 & 4 & 3 & 2 & 2 & 2 & 2 & 4 & 2 & 3 & 5 & 3 \\ 3 & 2 & 1 & 1 & 3 & 2 & 3 & 1 & 2 & 1 & 3 & 3 & 3 & 4 & 2 & 4 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 1 & 0 & 1 & 0 & 1 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}^T \times \begin{bmatrix} 0.9 \\ 0.7 \\ 0.5 \\ 0.3 \\ 0.1 \end{bmatrix} \times \frac{1}{7} = 0.619$$

通过优先度值可看出,该省级电力企业发展情况一般,有较大的提高空间.建议参照指标体系分析不足,采取有效改进措施,提高管理水平与综合实力.

5 结束语

(1)把层次分析法应用于指标体系,将定性分析与定量分析相结合,反映出各指标因子影响力的大小,提高了评价的可靠性,掌握了省级电力企业的发展情况,为改进管理和正确决策提供了依据.

(2)可适当调整指标的数量与层级,对各分项指标制定相应的评分标准,以对不同级别的电力企业进行评价.

(3)与计算机技术相结合可设计出应用软件,更简洁地计算各指标的考核值,使评价更方便快捷,这是进一步研究的方向.

(4)从本研究可以看出,层次分析法与指标体系相结合的方法不仅适用于电力企业,也可推广应用于

其他企业的发展或绩效评价,这也是进一步研究的方向,可做积极的探索.

### 参考文献

- [1] 肖周燕. AHP 法在人口素质评价中的应用研究[J]. 西北人口, 2007, 1: 7.
- [2] 国家电网公司创一流同业对标指标体系(第四版)[EB/OL]. <http://www.hbsbd.com.cn/admincms/feature/web/upfile/20081022102054.pdf>, 2008-07-03.
- [3] 国家电力公司电力生产事故调查规程[EB/OL]. <http://www.qjpower.cn/zl-54.htm>, 2001-01-01.
- [4] 白思俊. 系统工程[M]. 北京: 电子工业出版社, 2009: 204-205.
- [5] 李功越. 层次分析法在企业生产质量控制中的应用研究[J]. 现代制造工程, 2007, 1: 84-85.
- [6] 王熙亮, 王秀亭, 陈永权. 基于 AHP 的电网企业信息化指标综合评价模型[J]. 电力信息化, 2004, 2: 18-19.

## EVALUATION INDEX SYSTEM FOR ASSESSMENT OF THE GRID COMPANIES BASED ON AHP

YANG Qing, CHEN Ming-yue

(School of Management, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710129, China)

**Abstract:** To improve the reliability of the evaluation and the decision-making of the electric power enterprises, play the guiding role of the index evaluation effectively, promote the management innovation and raise the development level, an evaluation index system and a hierarchical structure model are established through analyzing the development situation of the provincial power enterprise. The weight value of the evaluation index is obtained through analyzing and calculating the index by using AHP. The comprehensive evaluation method is presented in this paper. In addition, exploration on its popularization and application is also involved.

**Key words:** electric power enterprises; AHP; development evaluation

(上接第 147 页)

- [7] Chui C K. An Introduction to Wavelets[M]. New York: Academic Press, 1992.
- [8] 曹怀信, 赵书改. 规范窗口 Fourier 变换的反演公式及其值域刻画[J]. 陕西师范大学学报(自然科学版), 2006, 34(2): 1-4.

## NUMERICAL ALGORITHM OF THE NORMALIZED WINDOW FOURIER TRANSFORMATION

LIU Long-fei<sup>1,2</sup>, CAO Huai-xin<sup>1</sup>, YU Bao-min<sup>2</sup>

(1. College of Mathematics and Information Science, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China; 2. Department of Mathematics and Information Science, Weinan Teachers University, Weinan 714000, China)

**Abstract:** It is introduced that normalized window Fourier transform(NWFT) in  $L^2(\mathbf{R})$ . The uniform convergence of the Cauchy principle value integrals of the windowed Fourier transform is proved. On the basis of the above, a numerical algorithm is given.

**Key words:** normalized window; Fourier transform; uniform convergence; numerical algorithm

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0165-05

# 集团公司整体上市与上市公司绩效研究

王晶华, 金 铭

(上海交通大学安泰经济与管理学院, 上海 200052)

**摘 要:**分拆上市所引发的我国证券市场上公司的治理问题主要是大股东与中小股东之间的代理问题,即大股东通过利益输送,掏空上市公司,实现控制权私人收益,这不利于投资者保护,严重损害了上市公司价值,也阻碍了证券市场发展.在上述背景下,整体上市,尤其是我国上市公司的国有企业集团母公司“空壳化”引起了广泛关注.作者从理论和实证角度入手,基于母子公司框架,分析了集团公司母公司(大股东)控制权私人收益问题,解答了为什么要整体上市的问题,同时采用会计研究法检验了整体上市的长期绩效及综合绩效.

**关键词:**整体上市; 绩效研究; 母子公司制度; 控制权私人收益

**中图法分类号:**F830.91

**文献标识码:**A

## 0 引言

我国证券市场发展初期,由于历史条件限制,国有企业普遍采取了将核心业务及其经营性资产剥离、重组、改组,从而上市的方法,即分拆上市.分拆上市做出了一定的历史贡献.但分拆上市这种国家控股的所有权模式、剥离非核心资产的改制方式结合股票上市发行“审批制”和“额度制”的产物造就了上市公司与集团母公司间密不可分的利益关系.由于集团中存续企业集中了不适宜剥离到上市公司的资产、债务、人员、产品等,母公司为了维持企业集团存续,天生具备从上市公司转移资源的掏空动机<sup>[1]</sup>.

总之,分拆上市的弊端导致了我国证券市场上公司治理问题主要是大股东与中小股东间的代理问题,即大股东通过各种利益输送,如不公平关联交易、同业竞争、资金占用、违规担保等掏空上市公司,实现控制权私人收益问题,这不利于投资者保护,严重损害了上市公司价值,阻碍了证券市场发展.就此,解决其弊端的整体上市举措引起了广泛关注.

此外,随着我国证券市场不断发展,市场容量不断扩大,抗风险能力不断提升,尤其是股权分置改革后,同股同权,大股东与中小股东利益趋同,都为企业集团整体上市提供了有力的历史条件.整体上市,尤其是我国上市公司的国有企业集团母公司逐步“空壳化”(即上市子公司控股母公司由追求自身利益最大化的市场经济主体转化为纯粹型控股公司)成为可能.

由于集团公司整体上市是新生产物,需要理论研究指导实践,而这方面理论和实践都尚处于起步阶段.因此,本文从理论和实证方面入手,研究了集团公司整体上市的理论基础(即为什么整体上市)及其对上市公司绩效的影响,以期对集团公司整体上市提供相关建议.

## 1 整体上市绩效研究的文献综述

国内学者们多通过理论分析及案例研究肯定了整体上市的正面作用,而实证方面的研究则较少,其中章卫东(2007)采用事件研究法发现上市公司宣告定向增发和宣告定向增发实现集团公司整体上市都有正

\* 收稿日期:2009-11-09

作者简介:王晶华(1983—),女,浙江省宁波市人,在读硕士生,研究方向:管理会计及成本管理

的财富效应,并且关联方定向增发优于其他类型的定向增发.王志彬、周子剑(2008)研究了 36 家定向增发实现集团公司整体上市的上市公司短期绩效,发现宣告当日平均超额收益率(AAR)和累计平均超额收益率(CAAR)显著为正.崔丽萍、肖彦(2009)基于面板数据模型研究了整体上市的财务绩效,发现整体上市具有正的财富效应.贾钢、李婉丽(2009)采用事件研究法发现上市公司宣告定向增发实现集团公司整体上市有正财富效应,随发行对象、控股股东认购比例、持股比例变化.

在理论研究方面,国内学者的研究多集中在企业边界理论及协同效应理论,未触及分拆上市的要害即大股东侵害中小股东利益的第二类代理问题.而在实证研究方面,现有研究多集中于案例研究及基于宣告效应的短期绩效研究(事件研究法),缺乏对整体上市长期绩效及综合绩效的研究(会计研究法).

因此,本文在理论研究方面,基于母子公司框架,分析了集团公司体制(母子公司体制)下大股东(母公司)控制权私人收益问题,解答了为什么要整体上市的问题;在实证研究方面,采用会计研究法,结合主成分分析、非参数检验法等检验了整体上市的长期绩效及综合绩效.

## 2 母子公司体制与控制权私人收益

由于特殊的历史条件,中国上市公司主体为混合性国有控股公司和授权经营企业集团,其中母公司(在专注实业发展,追求自身利益最大化)持股现象普遍.而这种母子公司制(企业集团)下存在特殊的代理问题<sup>[2]</sup>,即使在不存在现金流所有权与控制权的分离情况下,母公司仍然可以通过利益输送享有控制权私人收益,即只有拥有公司控制权的大股东(集团母公司)才能得到的利益.

母子公司本质是“控制与被控制”关系,母公司组建子公司时,从企业集团总体利益目标出发,对子公司通过股权间接定价,将子公司作为公司集团的一个被控制组成成分,而非独立个体.即尽管在法律上子公司拥有独立法人人格,独立享受民事权利,独立承担民事义务,但由于母公司的控制,在经济上子公司缺少一般公司必备的独立经济人格,包括独立经济地位、独立经济利益和独立经济决策权.

正是这种法律独立与经济不独立,也即母子公司制法律责任与经济联系的不对等使得母公司在传统公司制股东有限责任的庇护下,在追求自身利益最大化与子公司利益最大化相矛盾时,有能力通过各种利益输送,掠夺子公司中小股东及债权人利益,实现自身利益最大化,而非子公司利益最大化.

国内学者已通过大量研究证实了这种母子公司制(企业集团)的弊端,研究显示,企业集团方式存在的公司遭遇了更为严重的掏空.白重恩(2005)构建了 8 个公司治理变量研究母子公司模式对上市公司价值的影响,发现母公司对上市子公司产生负面效应,且统计非常显著<sup>[3]</sup>.唐清泉、罗党论、王莉(2005)研究发现,第一大股东存在隧道效应和壕沟防御效应,当大股东为企业集团时隧道效应更明显<sup>[4]</sup>.申明浩(2008)同样发现企业集团控制形态加剧了对上市公司的掏空效果,支持了企业集团的“掏空假说”<sup>[5]</sup>.王希、徐慧玲(2009)进行的实证研究表明,国有企业集团控股的上市公司股权分置改革的边际效应较小,股权分置改革对于投资者利益保护改善的程度较小,证实股权分置改革未取得预期效果与母子公司体制密切相关.

分拆上市存在集团公司(母子公司制)母公司通过各种利益输送,侵害中小股东获取控制权私人收益的弊端,因此解决母子公司控制权私人收益的整体上市非常必要.

## 3 集团公司整体上市绩效研究

### 3.1 研究方法

#### 3.1.1 会计研究法

常用的测算重组绩效的方法有事件研究法和会计研究法.其中,事件研究法通过股票市场价格研究公司的短期收益,由于市场预期并不能总是和企业真实业绩一致,因此本文没有采用事件研究法.会计研究法通过选取一定的财务指标及重组事件前后的指标变化评价重组绩效.会计研究法又可分为现金流量基础法和会计利润基础法.会计利润相对现金流量具有更强的信息含量.在中国大陆证券市场,以权责发生制为基础的会计利润同样比以收付实现制为基础的现金流量具有更高的解释股票回报的能力,且会计利润所具有的信息含量比现金流的更持久和更可预测,同时操控性应计项目具有额外的信息含量,因此本文



的研究采用了会计研究法之会计利润基础法。

3.1.2 主成分分析法

主成分分析法(Principal Component Analysis)就是在各指标间相关性研究的基础上,将一个  $P$  维空间最有效地简化为一维,从而将复杂的多样参数综合成指标形式。这些综合指标既保留了原始指标的主要信息,彼此又完全不相关,因此比原始指标更具有优越性,使得我们在研究复杂的统计问题时能更容易地抓住主要矛盾。

3.1.3 非参数检验

两配对样本(2 Related Samples)非参数检验是在对总体分布不很清楚的情况下,对样本来自的两相关配对总体分别进行检验,一般可分为 3 种:两配对样本的 McNemar 变化显著性检验、两配对样本的符号(Sign)检验、两配对样本的威尔康克森(Wilcoxon)符号平均秩检验,本文运用其中考量最全面的威尔康克森符号平均秩检验。

3.2 样本选择

本文以万得数据库、新浪财经网整体上市板块作为样本库,通过对公司公告筛选,选取了 2004~2007 年间整体上市的上市公司为研究样本。由于大部分整体上市样本发生在 2007 年,且到目前为止绝大部分上市公司未披露 2009 年年报,因此本文收集了上述公司前三年至后一年的财务数据进行绩效研究,财务数据来源于 CSMAR 数据库。

通过对公司公告筛选,剔除以下公司:

- (1)只有整体上市预期或是受市场炒作,并没有具体方案或行动的上市公司;
- (2)有整体上市方案或公告,但还未实施的上市公司;
- (3)已经开始实施相关整体上市进程,但还未进入实质性阶段的上市公司;
- (4)财务数据不全而无法使用的样本。

3.3 集团公司整体上市的综合绩效分析

本文通过主成分分析法构建了上市公司业绩的综合评价体系,并采用威尔康克森符号平均秩检验研究了集团公司整体上市的综合绩效变化情况。

3.3.1 财务指标

上市公司的业绩是一个综合性的考量问题,因此如何恰当地选取财务指标显得尤为关键。以往国内学者在如何综合考量上市公司业绩时做过很多有益的探索,如冯根福与吴林江(2001)、朱宝宪与王怡凯(2002)、李善民(2003)、张新(2004)、吴育平(2005)、李占猛(2006)等,参考上述研究本文选用的指标及其计算公式如表 1 所示<sup>[6]</sup>。

表 1 财务指标及其计算公式

考察纬度	财务指标	公式
盈利能力	净资产收益率(ROE)	净利润/股东权益平均余额
	总资产净利润率(ROA)	净利润/总资产平均余额
营运能力	总资产周转率	营业收入/平均资产总额
	长期资产周转率(C)	营业收入/长期资产平均余额;长期资产平均余额=[(资产合计期末余额-流动资产期末余额)+(资产合计上年期末余额-流动资产上年期末余额)]/2
	存货周转率	营业成本/存货平均占用额;存货平均占用额
长期偿债能力	资产负债率	负债总额/资产总额
短期偿债能力	流动比率	流动资产/流动负债

3.3.2 主成分分析(表 2)

表 2 KMO 检验、巴特利特检验

KMO 抽样充足率检验		530
巴特利特球体检验	近似卡方检验值	125.323
	自由度	21
	显著性	0.000

由表 2 可知,KMO 统计量为 0.530,故比较适合进行因子分析,再由 Bartlett 球形检验值为 125.323, $p=0.000<0.001$  达到了非常显著水平,也表明适合进行因子分析,因此可知因子分析的适用性检验通过.

表 3 总方差分解表(主成分分析法)

成分	初始特征值			未旋转成分载荷平方和			已旋转成分载荷平方和		
	各成分特征值	各成分方差解释率%	累计方差解释率%	各成分特征值	各成分方差解释率%	累计方差解释率%	各成分特征值	各成分方差解释率%	累计方差解释率%
1	1.788	25.55	22.55	1.788	25.55	25.55	1.58	22.57	22.57
2	1.222	17.46	43.01	1.222	17.46	43.01	1.412	20.19	42.75
3	1.014	14.49	57.50	1.014	14.49	57.50	1.033	14.76	57.50
4	0.991	14.16	71.66						
5	0.962	13.74	85.40						
6	0.611	8.73	94.13						
7	0.411	5.87	100.00						

提取方法:主成分分析法.

表 4 主成分得分矩阵

	主成分		
	1	2	3
净资产收益率	0.089	0.571	-0.072
总资产收益率	-0.019	0.540	0.108
总资产周转率	0.537	-0.020	0.097
长期资产周转率	0.584	0.105	-0.058
存货周转率	-0.113	-0.203	-0.396
资产负债率倒数	-0.113	-0.203	-0.396
流动比率	-0.074	-0.153	0.886

由表 3 可计算 3 个主成分方差贡献率:

主成分  $F_1$  为 $(25.55\% \div 57.50\%) \times 100\% = 44.4\%$ ;  
主成分  $F_2$  为 $(17.46\% \div 57.50\%) \times 100\% = 30.4\%$ ;  
主成分  $F_3$  为 $(14.49\% \div 57.50\%) \times 100\% = 25.2\%$ .

由表 4 可得 3 个主成分表达式:

主成分  $F_1 = 0.089 \times \text{净资产收益率} - 0.019 \times \text{总资产收益率} + 0.537 \times \text{总资产周转率} + 0.584 \times \text{长期资产周转率} - 0.021 \times \text{存货周转率} - 0.113 \times \text{流动负债率倒数} - 0.074 \times \text{流动比率}$ ;  
主成分  $F_2 = 0.571 \times \text{净资产收益率} + 0.540 \times \text{总资产收益率} - 0.020 \times \text{总资产周转率} + 0.105 \times \text{长期资产周转率} - 0.205 \times \text{存货周转率} - 0.203 \times \text{流动负债率倒数} - 0.153 \times \text{流动比率}$ ;

主成分  $F_3 = -0.072 \times \text{净资产收益率} + 0.108 \times \text{总资产收益率} + 0.097 \times \text{总资产周转率} - 0.058 \times \text{长期资产周转率} + 0.013 \times \text{存货周转率} - 0.396 \times \text{流动负债率倒数} + 0.886 \times \text{流动比率}$ ;

综合指标  $F = \text{主成分贡献率 } F_1 \times \text{主成分 } F_1 + \text{主成分贡献率 } F_2 \times \text{主成分 } F_2 + \text{主成分贡献率 } F_3 \times \text{主成分 } F_3 = 44.4\% \times F_1 + 30.4\% \times F_2 + 25.2\% \times F_3$ .

3.3.3 威尔康克森符号平均秩检验

由表 5、表 6 可知,整体上市当年上市公司综合业绩较前三年都有提高,且相对前三年和前二年显著提高,分别在 1%和 5%的置信水平上显著;相对前一年有所提高,但统计上不显著;总之整体上市当年公司综合业绩有显著改善,在 5%的置信水平上显著.支持假设一:整体上市后,上市公司综合业绩显著上升.

表 5 整体上市当年威尔康克森符号平均秩检验结果(综合得分)

	当年-前三年	当年-前二年	当年-前一年	后一年-当年	前三年平均-当年
Z 值	-2.572 <sup>a</sup>	-1.976 <sup>a</sup>	-1.094 <sup>a</sup>	-0.581 <sup>b</sup>	-2.195 <sup>b</sup>
双侧近似概率	0.010	0.048	0.274	0.561	0.028

a. 基于负秩;b. 基于正秩.

整体上市后一年综合得分较前三年都有所提高,且相对前三年显著提高,在 10%的置信水平上显著;相对前二年前一年有所提高,但统计上不显著;总之,整体上市后一年,公司综合得分较前三年有所提高,均值在 5%水平上显著.整体上市后一年业绩改善不明显,不支持假设一,这有可能是因为超过半数的样本公司(2007 年实现整体上市)受到了金融危机的影响,也可能是公司尚处在磨合期,总之长期绩效有待进一步观察.

4 结束语

在理论研究方面,针对以往国内学者的研究多集中在企业边界理论及协同效应理论,未触及分拆上市的要害即大股东侵害中小股东利益的第二类代理问题,本文基于母子公司框架,分析了集团公司母公司(大股东)控制权私人收益问题,解答了为什么要整体上市的问题,即整体上市能有效解决母公司(大股东)控制权私人收益问题,降低大股东对中小股东的侵害.

在实证研究方面,针对现有研究多集中于案例研究及基于宣告效应的短期绩效研究(事件研究法),缺乏对整体上市长期绩效及综合绩效的研究(会计研究法)的现状,本文采用会计研究法,结合主成分分析、非参数检验法等,检验了整体上市的长期绩效及综合绩效,部分支持整体上市后整体上市综合绩效得以改善的假说.

本文未能有效区分母公司(大股东)控制权私人收益问题与协同效应的影响,有待今后进一步的研究.

参考文献

[1] 李增泉,孙 铮,王志伟.“掏空”与所有权安排——来自我国上市公司大股东资金占用的经验证据[J]. 会计研究,2005,(1): 95-105.  
[2] 赵宇华. 公司整体上市一理论与实证研究[M]. 北京:经济管理出版社,2008:73-74.  
[3] 白重恩,刘 俏,陆 洲,等. 中国上市公司治理结构的实证研究[J]. 会计研究,2005,(2): 81-91.  
[4] 唐清泉,罗党论,王 莉. 大股东的隧道挖掘与制衡力量[J]. 中国会计评论,2005,(3):63-86.  
[5] 申明浩. 治理结构对家族股东隧道行为的影响分析[J]. 经济研究,2008,(6):135-144.  
[6] 张祥建,徐 晋. 股权再融资与大股东控制的“隧道效应”——对上市公司股权再融资偏好的再解释[J]. 管理世界,2005,(11):127-151.

RESEARCH OF THE RELATIONSHIP BETWEEN THE  
HOLISTIC OF GROUP COMPANY OF CHINA AND  
COMPANY PERFORMANCE

WANG Jing-hua,JIN Min

(Antai College of Economics & Management,Shanghai Jiao Tong University,Shanghai 200052,China)

**Abstract:**The thesis researched the relationship between the holistic of group company of China and company performance under parent-subsidiary corporate theory. Parent-subsidiary corporate theory suggests that the controlling shareholder is less motivated to damage of the interests of medium and small shareholders after holistic listing. The empirical results showed that the listed company got better overall performance.

**Key words:**holistic listing; performance; parent-subsidiary corporate; private control rights

# 西安市主城区生产者服务业空间分布研究

刘 佳, 陈 瑛

(陕西师范大学旅游与环境学院, 陕西 西安 710062)

**摘 要:**以西安市主城区为研究区域,对西安市生产者服务业空间布局进行了研究.研究表明:西安市主城区生产者服务业具有明显的集聚特征,并且表现为随着行业不同其集聚特点也有明显不同;西安市主城区生产者服务业空间集聚特征是市场规律、政策导向和极化作用共同作用的结果.

**关键词:**生产者服务业;空间分布;西安市;主城区

**中图法分类号:**F201

**文献标识码:**A

## 0 引言

当今世界,科学技术突飞猛进,服务经济已见端倪,服务业的迅速兴起已成为当今世界经济发展的一个重要趋势,而服务业中以生产者服务业发展最为迅速.国内学者对生产者服务业区位研究主要集中在北京、上海和广州这3个生产者服务业最集中的大都市,现阶段我国缺少对西部区域性大城市生产者服务业的研究.西安市是我国中西部地区最大、最重要的商贸、科研、高等教育、高新技术产业基地,其第三产业对GDP的贡献已超过传统的第二产业而跃居主导地位,且在第三产业中与科技、金融有关的生产性服务业的发展水平有了明显提高,因此选取西安市作为研究案例对于完善我国生产者服务业研究体系具有重要的意义.

## 1 研究区域的选择

西安市现辖新城、碑林、莲湖、雁塔、灞桥、未央、阎良、临潼、长安9区及蓝田、周至、高陵、户县4县,总面积9 983平方千米,总人口741万人,其中市区面积1 066平方千米,市区总人口510万人.研究基本单元可分为城市中心区(碑林区、新城区、莲湖区)、近郊区(雁塔区、未央区、灞桥区)及远郊区、县(临潼区、长安区、阎良区、高陵县、蓝田县、户县、周至县)3个圈层,碑林区、新城区、莲湖区、雁塔区、未央区、灞桥区为城市主城区.

根据国家统计局行业分类,选择金融服务业(包括银行信托、保险、证券交易、典当)、信息咨询业(包括广告业、公证、律师事务所、会计、审计、统计咨询和社会调查咨询活动)、计算机服务业(包括软件开发咨询业、数据处理业、数据库服务业、计算机设备维护咨询业)这3大类生产者服务业代表性行业来分析确定西安市生产者服务业的主要分布区域.

就密度增长而言(如表1所示),碑林、新城、莲湖、雁塔、未央和灞桥这6个基本研究单元生产者服务业密度增长均大于0,而其他郊区县除长安区几乎无变化外生产者服务业密度增长均小于0,说明西安市生产者服务业单位增长位于主城区.就生产者服务业企业所占比重而言(如表2所示),主城区占有很高的

\* 收稿日期:2009-10-25

作者简介:刘 佳(1985—),女,陕西省宝鸡市人,在读硕士生,研究方向:城市与区域发展

基金项目:国家自然科学基金项目(40871052)

比重,说明生产者服务业企业数量集中分布于主城区,因而选择以西安市主城区作为研究区域分析生产者服务业的空间分布特征.

2 西安市主城区生产者服务业的空间分布特征

2.1 西安市主城区生产者服务业的空间分布呈集聚状态

可以用空间洛伦兹曲线和空间基尼系数来检验西安市生产者服务业的空间分布特征,方法是分别统计出各基本研究单位金融业、信息咨询业和计算机服务业的企业分布密度,根据密度由高到低将研究单位排序,纵轴是面积累计百分比,横轴是企业数量累计百分比,从而得到 3 类产业的空间洛伦兹曲线.空间洛伦兹曲线为下凹曲线,下凹程度越大,表明空间分布越不平衡.空间基尼系数表示空间整体上行业发展水平的差异性,即空间基尼系数大于零,说明该产业的空间分布不均衡,空间不平衡程度越高,空间基尼系数越大;反之则越小.

空间基尼系数的计算公式如下:

$$G = \sum_{i=1}^{n-1} (M_i Q_{i+1} - M_{i+1} Q_i)$$

公式中:G 为空间基尼系数,  $M_i$  为某基本单位某产业企业数量累计百分比,  $Q_i$  为某基本单位土地面积占全市域面积的累计百分比.

根据计算得出以下结果:西安市金融业的空间基尼系数为 0.778,信息咨询业的空间基尼系数为 0.948,计算机服务业的空间基尼系数为 0.971.从计算结果可以看出,西安市主城区生产者服务业空间分布不均衡,具有明显的集聚特征.

2.2 西安市主城区生产者服务业的空间结构模式

西安市生产者服务业整体主要集聚在主城区,但在主城区内的不同地域集聚性又不同,主要集聚在中心区的碑林区和近郊区的雁塔区,即呈现出多核心的空间结构模式;且碑林区是传统的集聚区,雁塔区是新兴的集聚区.

就西安市生产者服务业分行业而言,在空间上表现为不同的集聚趋势.金融保险业主要向中心区的碑林区即传统集聚区集聚,呈现出单核心空间结构模式;信息咨询业近年来主要向近郊区的雁塔区即新兴集聚区集聚,同样呈现出单核心空间结构模式;计算机应用服务业主要向碑林和雁塔两个区域集聚,呈现出多核心的空间结构模式.

因此,西安市生产者服务业及分行业在空间上都是趋于集聚的,但在城市内部的空间结构模式不同,且生产者服务业整体的空间结构模式与其分行业的空间结构模式不具有同构性.

2.3 西安市主城区生产者服务业分行业的空间集聚特征研究

以主城区为主要研究区域,从 2008 年《西安市黄页》中选取生产者服务业分行业单位地址,运用 ArcGIS

表 1 2002~2008 年西安市生产者服务业密度增长变化(单位:个数/平方千米)

	金融保险业	信息咨询业	计算机服务业	生产者服务业
碑林	12.09	-0.91	8.59	23.73
新城	3.48	-0.26	-0.19	4.42
莲湖	4.76	1.34	0.61	8.39
雁塔	1.41	0.85	1.31	6.13
未央	0.39	0.1	0.02	0.92
灞桥	0.15	-0.01	0	0.17
临潼	-0.01	-0.002	0	-0.02
长安	0	-0.006	0.001	0.001
阎良	-0.12	-0.02	0.01	-0.13
高陵	-0.08	0.003	0	-0.04
蓝田	-0.01	0.001	0	-0.007
户县	-0.02	-0.001	0.002	-0.01
周至	-0.01	0.000 3	-0.000 3	-0.01

表 2 西安主城区生产者服务业数量(单位:个)和占全市的比重(单位:%)

	金融服务业	信息咨询服务业	计算机服务业
全市域	1 229	859	797
主城区	887	819	782
比重	72.2	95.3	98.1

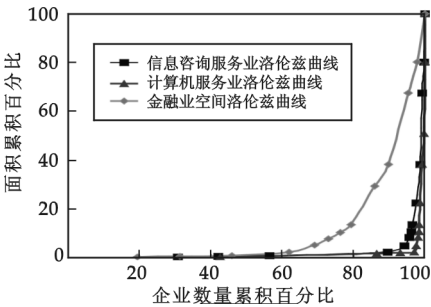


图 1 西安市金融业、信息咨询业、计算机服务业空间洛伦兹曲线



软件,得到主城区生产者服务业分行业空间分布图。通过实地调查,选取 150 米为影响范围,应用 ArcGIS 缓冲区分析原理分别得到 2008 年西安市主城区金融业、信息咨询业和计算机服务业的缓冲区分析图。

### 2.3.1 西安市主城区金融业的空間集聚特征

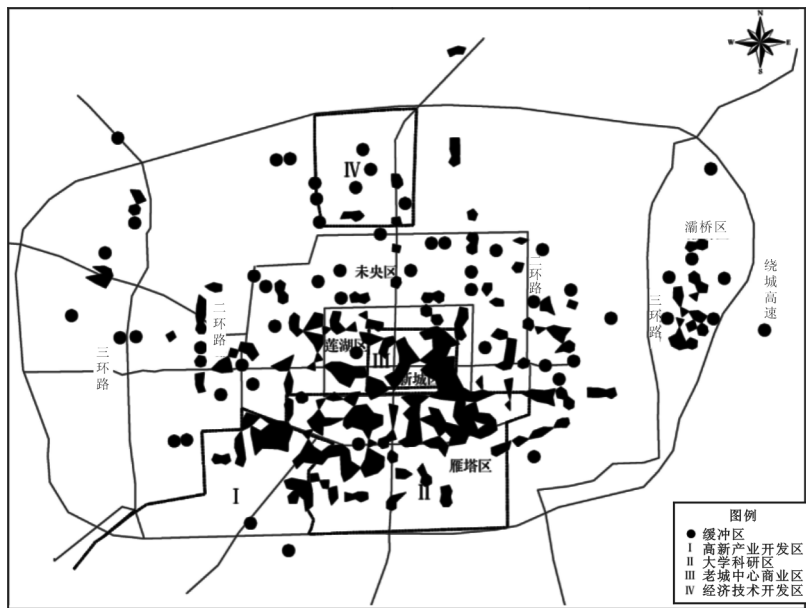


图 2 2008 年西安市主城区金融业 150 米缓冲区图

从图 2 可以看出金融业在空间形态上以集聚为主,且以向南和向西南方向集聚为主。在东西大街轴线与南北中轴线沿线形成了金融业密集带,东西大街轴线以南分布密度远高于此轴线以北,以老城中心商业区最为密集。另外,在南二环以南到绕城高速南段以北区域金融业单位数量也很密集,主要集中于高新技术产业开发区和大学科研区。老城中心商业区是传统的金融业密集区,这种分布反映了追求交通和信息便捷性是金融业区位选择的主要因子,而在大学科研区和高新科技开发区的集中分布则说明金融业具有外部支援企业活动

的职能,生产者服务业的服务对象是生产者,因而接近企业也是其区位选择的主要因子。

### 2.3.2 西安市主城区信息咨询业的空间集聚特征



图 3 2008 年西安市主城区信息咨询业 150 米缓冲区图

由图 3 可以看出信息咨询业在老城中心商业区、大学科研区和高新产业开发区以及在南北纵轴线上形成了聚集区。信息咨询业在高新区和大学科研区集聚主要是因为高新路、含光路、朱雀大街、长安路、雁塔路等是西安的交通大动脉,并且高新区拥有大量的高新技术企业,这些企业需要信息咨询业为其提供服务,同时这些企业是重要的信息源。此外,大学科研区也是重要的信息源地。老城中心商业区和南北纵轴线是西安市的商业重心,繁荣的商业环境促使这里也形成了信息咨询业的集聚区。

信息咨询业与金融业的聚集区域相似,这主要是因为它们的区位选择因子相似,都追求便捷的交通和快速的信息来源,并且信息咨询业和金融业之间的相互依赖性很强,这使得它们在空间上往往聚集在一起。

### 2.3.3 西安市主城区计算机服务业的空间集聚特征

西安市计算机服务业集聚区已脱离城市中心区向外围扩散,主要集聚在高新区和大学科研区,这是因

为相对于前两类生产性服务业而言,计算机服务业对面对面交流的依赖性较低,易于脱离城市中心区向外围扩散。

在高新区,计算机服务业主要在科技路,高新路一带集聚;在大学科研区,雁塔路电子一条街计算机服务业最为密集.计算机服务业在这两处聚集一方面是由于大量高新产业聚集可吸引以高新产业为核心的计算机服务业在此布局;另一方面是由于这里是该产业用户较为密集的地带,潜在服务市场很大,此外这两处区域都拥有丰富的的高素质劳动力,人力资源条件较好。

对比前两类产业,计算机服务业的空间集聚性最高,这是由于计算机服务业的产品更新速度快,企业要求获得更为准确和快速的行业信息,而空间上的集聚有利于情报的获得与交流,因而计算机服务业的空间集聚特征更为明显。

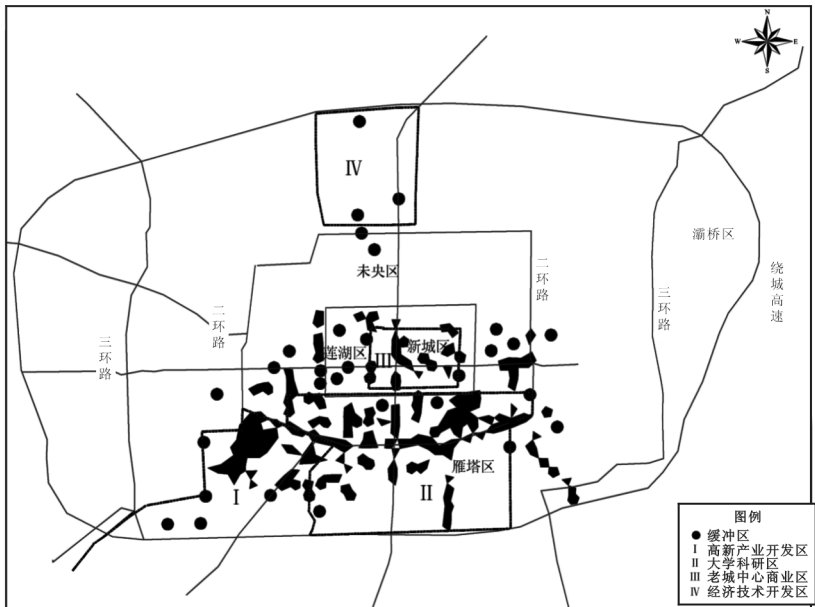


图 4 2008 年西安市主城区计算机服务业 150 米缓冲区图

### 3 西安市主城区生产者服务业空间分布成因分析

国内学者对于生产者服务业空间集聚多采用中心地理论、集聚理论和地租理论来解释,但不同的生产者服务业分行业具有不同的特征.总结国内外学者对于生产者服务业的研究和对西安市生产者服务业的实证研究,作者认为西安市主城区生产者服务业的空间分布特征主要是由区位因素、政策导向和极化作用共同作用的结果。

#### 3.1 区位因素

生产者服务业大部分是知识和技术密集型部门,对土地和劳动力价格等要素成本极不敏感,而对交易成本的高低有着非常明显的反应,且竞租能力高,因而主要分布在主城区;生产者服务业分行业中以金融保险业和信息咨询业对及时获取信息和面对面交流要求最高,因而相比其他行业这两个行业在人气旺、交通便捷的老城商业中心区分布密度最高;计算机服务业主要为高科技产业服务,而大学科研区和高新区高校科研机构密集,知识溢出和服务配套能够得到较好的利用,这些都为计算机服务业的发展提供了良好的创新环境,因而促进了这类生产者服务业在这里发展。

#### 3.2 政策导向

区位因素是生产者服务业形成与发展的基础,然而政府制定的相关政策可以加快经济活动的发展速度.政府可以通过制定各种发展生产者服务产业的政策或者调整相关产业的税收政策进而促使相关企业改变市场行为,也可直接建立相关产业园区,吸引大量企业向特定区域集中。

#### 3.3 极化效应

一旦产业集群在城市的特定区位出现,快速发展形成增长极后,各种生产要素不断地涌入该地区,使得该地区优于别的地区快速增长.极化效应可以推动产业吸引和拉动周围地区的要素与经济活动不断趋向增长极,从而加快增长极自身的成长.极化效应促使西安市生产者服务业的空间分布表现为呈单核或多核分布,老城中心商业区、高新技术开发区等就是在极化效应的作用下形成的西安市生产者服务业的增长极。



## 4 结论

通过宏观和微观两个层面对西安市生产者服务业空间分布进行了研究,得出了以下结论:

(1)西安市生产者服务业整体与分行业空间结构模式不具同构性.就整体而言,表现为多核心集聚的空间结构模式;就分行业而言,金融保险业和信息咨询业均表现为单核心集聚的空间结构模式,计算机应用服务业则表现为多核心集聚的结构模式.

(2)从微观层面来看,西安市生产者服务业表现为较强的地域同质性.西安市生产者服务业主要集中在高新区、经开区、老城商业中心区和大学科研区这 4 个区域.其分行业功能分区并不明确,各行业交错混合分布现象明显,表现为较强的地域同质性.

(3)西安市生产者服务业空间布局现状是区位因素、政策导向和极化作用共同作用的结果.区位因素促使西安市生产者服务业向经济发展水平较高、基础设施较为完善、交易成本较低的城南集聚;优惠政策、土地有偿使用制度及政府对基础设施的建设都影响着西安市生产者服务业的空间分布,而极化作用则促使西安市生产者服务业企业向已形成的增长极不断发展.

## 参考文献

- [1] Browing HC, Singelmann J. The Emergence of a Service Society National Technical Information Service[M]. Springfield Virginia, 1975:23-25.
- [2] Daniels P. W., Service Industries: A Geographical Appraisal[M]. Methuen. London, 1985.
- [3] 侯学刚, 宁越敏. 生产服务业的发展与办公楼分布相关研究的动态分析[J]. 国外城市规划, 1998, (3): 32-37.
- [4] Goddard J. B., Morris D. The communications factors in office decentralization[J]. Progress in Planning, 1976, 29(6): 71-80.
- [5] A. J Scott. New Industrial Spaces[M]. London, 1986.
- [6] Nelson K. Labor demand, labor supply and the suburbanization of low-wage office work[J]. London: Allen & Unwin, 1986, (4): 31-42.
- [7] 阎小培. 广东省生产性服务业的发展与空间差异研究[J]. 华南师范大学学报, 2003, (3): 131-139.
- [8] 宁越敏. 上海市区生产性服务业及办公楼区位研究[J]. 城市规划, 2000, 24(8): 9-12.
- [9] 邵 晖. 北京市生产者服务业集聚特征[J]. 地理学报, 2008, 63(12): 1 289-1 298.
- [10] 陈秀山, 邵 晖. 大都市生产者服务业区位选择及发展趋势——以北京市为案例的研究[J]. 学习与实践, 2007, (10): 14-22.
- [11] 赵群毅. 北京市生产者服务业空间变动的特征与模式——基于单位普查数据的分析[J]. 城市经济, 2007, 14(4): 70-76.
- [12] 唐强荣, 徐学军. 生产性服务业研究述评[J]. 商业时代, 2007, (6): 11-12.
- [13] 邱 灵, 申玉铭. 北京生产性服务业与制造业的关联及空间分布[J]. 地理学报, 2008, 63(12): 1 299-1 310.
- [14] 陈 殷, 李金勇. 生产性服务业区位模式及影响机制研究[J]. 上海经济研究, 2004, (7): 52-57.
- [15] 王 慧, 田萍萍. 西安市“新经济”发展的空间特征及其机制[J]. 地理研究, 2006, 25(3): 539-550.

# SPATIAL DISTRIBUTION CHARACTERISTIC OF PRODUCER SERVICE A CASE STUDY OF THE MAIN CITY ZONE IN XI'AN

LIU Jia, CHEN Ying

(College of Tourism and Environment, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China)

**Abstract:** Through analysing the spatial distribution of producer services in the main city zone of Xi'an we found producer service in Xi'an has obvious aggregation features, and different industries show different characteristics of the agglomeration. Spatial concentration characteristic of producer service in Xi'an is determined by market demand, policy orientation and polarization.

**Key words:** producer service; spatial distribution; Xi'an; main city zone

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0175-03

# 陕西省普通高校高水平运动队的现状与发展研究

聂 锴, 庄希琛, 蒋咸生

(陕西科技大学体育部, 陕西 西安 710021)

**摘 要:**通过对陕西省 14 所普通高校试办高水平运动队情况的调查分析,着重从其现状与发展对策方面进行了研究,在肯定成绩的基础上,指出了存在的缺点与不足,并提出了相应的措施与建议,目的在于为创建陕西特色的高校办队体系提供参考,不断提高陕西高校高水平运动队的办队水平。

**关键词:**高校高水平运动队;现状;主要问题;措施

**中图法分类号:**G812.5 **文献标识码:**A

## 0 引言

普通高等学校高水平运动队建设是我国高等教育的有机组成部分,是普通高等学校创办高水平大学的重要方面,同时也是我国竞技体育健康、持续发展的重要途径<sup>[1]</sup>。2005 年 9 月,根据《教育部关于开展普通高等学校高水平运动队建设评估工作的通知》(教体艺[2005]5 号)的精神,陕西省教育厅组织评估专家组,从组织与领导、运动队管理、教练员队伍建设、条件保障和教学与训练效果 5 个方面对陕西省 14 所申办建设高水平运动队的普通高校进行了评估。

近年来,陕西高校重视体育学科的建设,目前 14 所高校中有 6 所高校设立了体育学本科专业、6 所高校设立了体育人文社会学、体育教育训练学、运动人体科学硕士点。自 1987 年在普通高等学校开展高水平运动队试点工作以来,西安交通大学、西北工业大学、长安大学成为首批在原国家教委备案的 53 所试办高水平运动队的学校,开展的项目包括田径、篮球、足球、排球。近 20 年来,经陕西省教育厅批准,其他一些高校也开始试办高水平运动队。在本次评估中,陕西省共有 14 所普通高等学校申请建设包括 19 个项目的 70 支高水平运动队,这些高校分别是:西北工业大学、西安交通大学、长安大学、西北大学、西北农林科技大学、陕西师范大学、西安建筑科技大学、西安电子科技大学、西安石油大学、西安工业大学、西安理工大学、西安邮电学院、西安财经学院、西安体育学院(资料来源:陕西省普通高等学校高水平运动队建设评估材料)。按照教育部《普通高等学校高水平运动队建设评估方案》中的指标体系,作者统计出陕西省 14 所普通高等院校高水平运动队建设的基本情况。从统计数据可见,我省高水平运动队在所参加的全国大学生各项比赛中取得了可喜的成绩,为我省争得了荣誉,也为学校的体育工作注入了新的活力。但是,与其他省市相比,我省普通高校高水平运动队的发展还存在许多问题,为此有必要对其进行深入的研究,为其进一步发展提供有价值的借鉴。

## 1 研究对象和方法

### 1.1 研究对象

以我省 14 所普通高校试办的高水平运动队为研究对象,包括西北工业大学:田径、篮球、足球、健美

\* 收稿日期:2009-10-16  
作者简介:聂 锴(1979—),男,辽宁省丹东市人,讲师,硕士,研究方向:体育人文社会学  
基金项目:陕西科技大学人文社会科学基金项目(项目编号:ZX08—44)

操、排球、乒乓球、羽毛球、跆拳道、桥牌、摔跤、攀岩、定向越野、航模共13队;西安交通大学:田径、篮球、足球、排球、乒乓球、游泳共6队;长安大学:田径、篮球、足球、健美操、排球、乒乓球共6队;西北大学:田径、篮球、足球、健美操、排球、乒乓球共6队;西北农林科技大学:田径、篮球、健美操、网球、桥牌、赛艇共6队;陕西师范大学:田径、篮球、足球、围棋、武术共5队;西安建筑科技大学:田径、足球、健美操、乒乓球、网球共5队;西安电子科技大学:田径、篮球、健美操、乒乓球、游泳共5队;西安石油大学:田径、排球、羽毛球共3队;西安工业大学:田径、篮球、排球共3队;西安理工大学:田径、游泳共2队;西安邮电学院:田径1队;西安财经学院:足球1队;西安体育学院:田径、篮球、健美操、乒乓球、网球、跆拳道、围棋、武术套路、艺术体操共9队(资料来源:陕西省普通高等学校高水平运动队建设评估材料)。

## 1.2 研究方法

### 1.2.1 文献资料法

阅读了国家教育部及陕西省教育厅有关普通高校试办高水平运动队的文件,参阅了有关的学术论文及学校体育学、运动训练学等著作,同时查阅了本课题研究有关的体育管理学方面的书籍,并检索中国期刊全文数据库(CNKI)、中国期刊信息与知识数据库,分析并整理了关于高校高水平运动队建设等相关研究的文章,将这些文献进行了系统的梳理,从而为本课题的研究奠定了全面深入的理论体系。

### 1.2.2 调查访问法

对西安交通大学、西北工业大学、长安大学、陕西师范大学、西北农林科技大学、西安电子科技大学、西北大学等部分试办高水平运动队的高校进行了实地考察,充分了解了各高校高水平运动队项目的配置和未来规划,对以上研究对象中的部分体育教练员、体育训练专家 and 在校大学生进行了访问交谈,了解了一些与研究有关的基本情况,并提出问题,征求他们的看法和意见。通过对管理人员、教练员、运动员的访谈及实地观察取得了第一手资料,为本文的研究提供了依据。

### 1.2.3 问卷调查法

对陕西省14所高校高水平运动队的负责人和教练员及所在院校的大学生进行了问卷调查,了解了高校高水平运动队管理存在的问题及项目发展的建设性意义。

## 2 研究结果与分析

### 2.1 总体实力分析

我省高校试办高水平运动队迄今已经历了近20个年头,2003~2005年,陕西省普通高校高水平运动队在国际性、全国性重大比赛中取得了较好的成绩,部分运动员达到了健将水平,如西安体育学院健美操队的六人操等项目在全国比赛中多次蝉联冠军,西安电子科技大学游泳队在第七届全国大学生运动会上获得了5枚金牌。在2007年第八届全国大学生运动会上,陕西省一举夺得了3枚金牌、10枚银牌、9枚铜牌,列奖牌榜第七位,其中游泳四项破大运会记录,以360分的好成绩夺得团体总分第八名。但纵观总体实力,我们与广东、江苏等体育大省还相差甚远,属中等水平,这与教育大省的地位是不相称的。

### 2.2 办队模式

从调查访谈资料分析反映,我省14所试办高水平运动队的高校主要有5种办队模式:

(1)独立办队模式。与本地、其他省市的体校或传统体育项目重点中学挂钩招收高水平运动员,队伍管理、经费开支等均由学校安排解决,这也是多数高校采取的最主要的形式。

(2)高校间联合办队模式。多是在全国大学生运动会等大赛前,在省教育厅的协调下,由几所高校联合组成陕西省代表队。

(3)校、体联合办队模式。高校与体育系统共建高水平运动队,如西安理工大学与陕西省游泳队即采用了此模式。

(4)社会化模式。学校和企事业单位联合办队,如西北工业大学男子排球队与西飞公司的合作模式。

(5)“一条龙”模式。部分院校目前正在尝试建立“附小——附中——大学”一条龙的后备人才培养体系,如西安电子科技大学游泳队的办队模式。

### 2.3 生源问题

目前我省高水平运动员的招生主要有3种形式:一是免试入学或挂靠学籍,招生对象为奥运会冠军、国家队集训队员等。如陕西籍奥运会跳水冠军田亮被西安交通大学录取为经济管理专业2000级学生;二是特招,招生对象为符合教育部有关规定的具有二级运动员以上等级证书,通过陕西省教育厅组织的体育测试、文化课考试的运动员;三是统招,招生对象为符合教育部有关规定的具有二级运动员以上等级证书,参加高考,降分录取的运动员。西安体育学院、陕西师范大学体育学院还可通过单独招生方式招收运动员,生源主要来自陕西本地和竞技体育后备人才资源充足的山东、辽宁等省市的各级各类体校、普通中学、专业运动队及职业俱乐部二、三线队伍。

从我省普通高校目前的生源状况看,生源紧缺、“学训矛盾”突出是这些高水平运动队建设过程中普遍存在的问题。而运动员的来源问题是高校办高水平运动队能否成功的关键,高校招收的各级体校运动员多为有一定培养前途的队员,专业运动队、职业俱乐部现役队员多以挂靠学籍方式培养。退役运动员虽然在高校试办高水平运动队初期起到了迅速提高高校竞技水平的积极作用,也有效缓解了运动员退役安置的压力,但运动员本身处于竞技水平下降期,不是长远之计,而小学、中学、大学“一条龙”的办队模式是“高校试办高水平运动队”理念中的主体。“拓宽基础层,发展中间层,突出高峰层,有目的地进行选材和培养,给中小学拓宽了输送渠道,保证高水平运动员具有一定的文化素质”,是高校试办高水平运动队的初衷。

### 2.4 教练员

教练员是高水平运动队的管理者,他们的业务水平如何直接关系到运动队的提高与发展。调查资料表明,我省高水平运动队的教练员队伍大多以中青年教师为主,在年龄、职称、学历等方面是有一定优势的。根据对14所高校187名教练员基本情况的统计,其全部具有本科以上学历,34人具有硕士研究生以上学历,占18.2%,另有多人正在攻读硕士学位,其中西北工业大学桥牌和航模两个项目的教练员中,具有博士学位者5人,博士后1人;从职称结构上看,助教、讲师、副教授、教授的人数分别为28、76、60、31人,呈现出职称与年龄吻合的特征。

然而,调查发现,虽然大多数教练员都毕业于体育院系,有一定基础理论和训练理论知识,但专项运动训练经历时间短、水平低,且缺乏大赛经验成为制约其能力发挥的瓶颈。

## 3 结论与建议

(1)陕西省普通高校高水平运动队经过近20年的发展,在招生政策、学籍管理、运动训练、竞赛制度等方面积累了丰富的经验,也为普通高校进一步开展高水平运动队建设奠定了坚实的基础。部分高校的一些项目取得了较好的运动成绩,竞技水平已跻身于全国高校前列。

(2)制约我国高校高水平运动队发展的目标与定位、竞技人才、经费和竞赛体制等问题在陕西省普通高校中仍未得到有效解决。运动队经费基本上依靠学校投入,还不能满足运动队的发展需求。

(3)陕西省普通高校高水平运动队办队模式以学校独立办队为主,兼有高校间联合办队、教体联合办队、社会化模式和“一条龙”模式。高水平运动员稀缺,生源渠道不畅问题尤为突出。

(4)教练员队伍较为稳定,但缺乏大赛经验,运动训练科学化水平仍不高。

(5)加强合作与交流,实质性地推进“体教结合”,优化训练方式,推进竞赛制度改革,促进高水平运动队竞技水平迅速提高。

(6)合理布局,重点发展优势项目。但每所高校以不超过4个项目为宜,有利于高校竞技体育的整体发展。其次应充分考虑项目特点,集体项目(如球类)宜少不宜多,单项较多的项目(如田径、游泳)根据各学校的具体条件,鼓励多方参与。此外,突出重点,率先发展田径、游泳、篮球、排球、健美操、跆拳道等在全国高校中具有优势的项目。

(7)构建以小学、中学、大学“一条龙”的高素质体育人才培养体系为主线的多元化办队模式,是未来陕西省普通高校建设高水平运动队的必然选择。

(下转第181页)

\* 文章编号:1000-5811(2010)01-0178-04

# 高校体育产业的发展现状及其发展策略探讨

张鑫

(陕西科技大学体育部, 陕西 西安 710021)

**摘要:**分析并探索了高校体育产业的发展现状、存在问题及解决思路,指出当前高校在体育产业发展中存在经营理念落后、产权模糊、管理混乱等问题,为此急需开拓思路,采取顺应市场经济运作规律的改革举措,在保障高校基本教学训练的前提下扩大和提高高校体育设施的利用途径与效率,通过互利和双赢较好的解决目前社会上体育设施和场地不足以及高校体育场地部分闲置、设备经费投入不足的矛盾。

**关键词:**高校; 体育产业; 发展策略; 体育设施利用

**中图法分类号:**G807

**文献标识码:**A

## 0 引言

在我国全面建设小康社会的新的历史时期,特别是在北京成功举办了 2008 年奥运会的大背景下,人们对于体育的需求越来越强烈,但是目前我国相对匮乏的体育资源已不能满足人们的锻炼需求。比较而言,高校现有的体育资源相对较多,据全国第五次体育场地普查数据显示:我国现有 850 080 个体育场地,其中教育系统内高等院校有 28 741 个,占全国人口 1.11% 的大学生拥有全国总数 3.4% 的体育场地,因此合理利用高校体育资源,提高资源的利用效率,从而推动我国体育与经济的和谐发展,就成为当前亟待解决的重要研究课题。另一方面,目前我国高校体育产业正在迅速的发展,但是在发展中也出现了很多问题,如社会资金投入不足、自身造血功能不强、过度依赖政府投入、产业化意识不强等。为此,笔者通过分析高校体育产业的发展现状及存在的问题,提出了推动高校体育经济发展的初步策略。

## 1 我国高校体育产业的发展现状

当前,随着我国市场经济的深入发展,开发高校体育产业市场越来越受到重视,高校体育产业也不断利用自身的体育资源、体育受众、体育人才的优势迅速地发展着,但是目前高校体育产业还没有完全按照市场经济规律运行,也未形成规范的管理体制和运营机制,其发展的主要方向也仅限于体育健身和培训、体育比赛、场馆的出租方面,使得高校体育产业经营范围偏小,相关配套服务滞后,高校体育产业应有的经济效益和社会效益得不到更好的体现。调查发现目前高校体育产业化主要存在以下几个问题:

(1)经营观念落后,组织行为封闭。目前高校体育设施的主要用途是为了教学,市场取向动机不强,现行高校体育设施的经营与服务仍主要局限于校园之内,缺乏与社会的交流和合作。高校体育市场的发展和开放程度还不能适应市场经济和高校体育事业发展的需要,而忽视市场资源配置的要求使高校体育设施的功能与优势远未能得到充分发挥。高校体育设施社会化在实践中没有现成的经验可循,目前市场经营管理中普遍存在的问题是对市场分析研究不够,缺乏对市场的深入调查;缺乏先进的经营理念,经营管理水平低,经营组织内耗大,资源严重浪费,这些都严重影响着高校体育产业化进程的发展。

\* 收稿日期:2009-10-12

作者简介:张鑫(1970—),男,河北省保定市人,讲师,研究方向:高校体育教学

(2)产权关系不明晰,缺乏体育产业经营的有效管理.学校是体育设施的拥有者,体育教学部门是体育场馆的经营者,但两者关系往往混淆不清,产权界限模糊.资产的所有权不明晰,部分资产多头管理或无人管理,责、权、利分配不合理,激励作用减弱,约束不到位,科学管理失去了条件,致使经营管理效率低下,造成资产的闲置和浪费,从而影响了高校体育改革的进一步深化,制约着高校体育产业化发展.同时高校体育产业的市场结构、层次、技术、服务有较大的局限性,没有统一标准,缺乏在市场经济条件下的有效管理.上述因素造成高校的体育资源还没有得到充分开发和利用,未能开发与体育产业相关的产品与服务,从而未能取得应有的经济效益与社会效益.

(3)缺乏市场条件下专门的经营人才.高校体育部门虽然聚集了一批高学历、高知识、高职称的一流体育专业人才,但从目前我国高校体育产业经营人才现状来看,由于学校对体育产业认识的滞后以及对经营管理人才的培养不够重视,没有采取有效措施加以培养与提高,因此使高校体育产业经营管理人才严重缺乏.调查显示,很多高校体育设施的经营都是教师或其他教辅人员兼任,没有专门的管理人员.

## 2 发展高校体育产业的对策和建议

体育产业是现代市场经济的重要组成部分.在市场经济浪潮的冲击下,需要我们转变观念,全面理解高校体育产业发展的内涵.体育产业化经营是一个总体性的要求,主要是针对整个经济结构长期在计划经济体制下的运作方式而言的.我国高校体育产业化经营的重要任务首先是引进先进的经营理念,充分利用现有资源,在保证体育设施的公益性和社会性的基础上,尽可能创造更多的体育消费方式,创造更多的财富,克服学校建设资金的不足;其次是改善体育投资环境,开拓资金来源,引进社会资金的流入,做大做强学校体育设施社会化的规模与力度.要建立市场意识、服务意识,最大限度地提高资源的利用率,多渠道、多形式地发展体育产业.

### 2.1 转换经营观念,引入市场机制,加快高校体育设施快速发展

在国家对高校体育投资缺乏,学校自身又无法解决建设资金的情况下,推行高校体育设施的产业化经营,既有现实意义,又有发展的空间.但要坚持政策引导、统一规划、规范管理、市场运作,建立以政府投入为导向,企业投入、资本市场、外资和民间投入兼容并包的充满活力的投融资机制,鼓励和吸引社会资金,解决高校体育设施发展资金不足、不活的问题.在保证高校正常体育教学的前提下,鼓励联合建设或社会资金单独建设等多种方式,采取谁投资谁收益的原则,鼓励社会资金进入到高校体育建设中来,解决高校体育设施建设和维护资金不足的问题.

### 2.2 开拓思路,使体育设施功能多元化

从传统意义上讲,体育建筑功能单一,但近些年随着体育文化在大众生活中的不断融入,体育设施建设不断总结实践经验,并把这些经验规范化、普及化,使得现代体育建筑成为了公益性和商业性的融合体,并使体育设施全方位地服务于大众.体育设施建设理念得到了迅速的发展,在体育设施建设中更加注重场馆的综合利用,充分考虑场馆的日后运营、维护和管理.在使用功能方面,注意了体育场馆使用功能的多样化,而且注重在建设阶段就为多功能的使用预留设施条件.随着体育赛事活动中现代科技成果的广泛应用,场馆设备也日益专业化,并自成系统;设计中重视节能环保,考虑采用了自然采光和自然通风,甚至设置能源回收系统,以达到节约能源和保护环境的目的.

### 2.3 明确产权关系,理顺高校体育市场秩序

体育产业管理有其自身特点,高校决策者们应划分清楚体育的有形资产与无形资产的所有权,明晰对资产的经营权、处置权及受益权,避免多头管理或无人管理.同时,随着高校体育市场的不断拓展,高校体育产业将会得到更大的发展,体育有形资产和无形资产将得以全面开发,体育人才的培养与交流、健身娱乐市场、竞技表演、体育传媒、体育服务、体育用品的产销等将会带动高校体育产业的整体发展,高校必将面临越来越多的体育商机.因此,围绕高校体育产业发展的条件和环境,必须要有相应的制度综合配套,做到有章可循、有法可依,同时应完善调节机制,为高校体育产业的发展创造良好的社会环境.理顺高校体育

产业的管理体制,明确发展政策,避免体育经营活动的无序竞争,保证经营主体的合法权益,运用法律和行政手段加强对高校体育市场的规范化管理,建立规范的市场秩序,是高校体育产业不断发展壮大的保证。

#### 2.4 要处理好高校体育设施社会化过程中的公益性

高校体育设施引进外资,加快发展,实行有偿消费,其根本目的是为了高校体育事业的健康发展,但许多高校体育主管部门却本末倒置,把体育设施当成了赚钱的工具、盈利的手段,在很大程度上影响了高校体育产业化发展。如何在经营“盈利”和“促进发展”之间找到一个理想的结合点,已成为当前高校体育设施经营管理所面临的具体问题。据调查,我国体育场馆盈利的约占 53.4%,持平的大约 33.6%,亏损的仅占 13%,这说明体育设施的开发前景和空间还很大,具体涉及高校体育设施使用收费的标准、定价的参照系、统一定价还是区别对待、对外是否开放等等。收费过高,学生参与体育运动的积极性必然受到影响,那么体育设施也就失去了意义。因此高校体育设施的有偿服务在开发利用过程中,既要保证在校学生的基本利益,又要最大限度地利用现有资源,具体操作中可以规划时间段,对不同的时间段采取不同的收费标准,给消费群体一个灵活的选择空间。在现有的基础上开发新的体育消费群体,提高体育设施的社会利用率。

#### 2.5 推行发展高校体育产业的社团和俱乐部

目前高校体育课程时间已不能满足学生体育锻炼的需求,同时经过体育课程的学习,更多的同学加入到体育运动的行列中,部分学生课外的锻炼和运动项目不但需要场地设施的保证,更需要有专业老师的辅导,如羽毛球、网球、体育舞蹈、散打等。实行会员制的收费管理制度的体育社团和俱乐部的成立,不仅可以指导学生对自己爱好的运动项目进行科学有效的训练,而且通过俱乐部活动可以有偿使用场馆和器材,开展各种课外有偿辅导训练和活动,举办各种竞赛和以娱乐休闲为主的体育活动等;另外,我国社区体育在不断发展,而目前社区体育设施和体育指导员的数量还远远不能满足需要,因此高校体育健身俱乐部也为社区居民提供了锻炼身体的平台,而且有经济收入的居民加入俱乐部也使得俱乐部创造了较好的盈利,进一步扩大了体育产业的收入。

### 3 结束语

(1)高校体育产业化是我国体育教育深化改革的一个突破口,但也是一个复杂的社会问题,需要开拓思路,采取符合市场经济运作规律的改革措施。高校体育产业化一方面可以缓解高校体育设施建设中资金不足的困难,另一方面高校体育场馆的有偿使用还可以缓解社会体育场馆紧张的矛盾。

(2)在充分遵循市场经济规律的基础上,高校应充分利用自身人力资源和场馆资源,加快对体育经营管理人才的培养,通过高校体育场馆设施的社会化来推动高校体育事业的发展。

(3)高校体育设施社会化经营势在必行,但如何在经营“盈利”和“促进发展”之间找到一个理想的结合点,成为高校体育设施经营管理所面临的具体问题。

### 参考文献

- [1] 卢元镇. 中国体育社会学评说[M]. 北京:北京体育大学出版社,2003.
- [2] 赵桂银,王正欧. 体育人才学[M]. 北京:人民体育出版社,1993.
- [3] 李 明. 体育产业学导论[M]. 北京:北京体育大学出版社,2001.
- [4] 武 斌. 论高校体育产业开发的有利条件及实施途径[J]. 吉林体育学院学报,2003,(3):29.
- [5] 顾雪兰. 学校体育资源开发利用的战略构思[J]. 体育学刊,2003,(4):98-100.
- [6] 赵云宏,袁建国. 我国体育场馆管理现状及对策的初步研究[J]. 西安体育学院学报,2001,(4):20-21.



# THE STATUS QUO AND PROMOTING TACTICS OF SPORTS INDUSTRY IN HIGHER LEARNING INSTITUTIONS

ZHANG Xin

(P. E. Department, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** The thesis explores the status quo, problems and corresponding solutions of sports industry in higher learning institutions. To solve the problems of backward operating ideas, ambiguous property rights as well as disordered management, reformative measures should be adopted to conform to operating laws of market economy. Specifically speaking, based on the guarantee of PE training, the rate of sports facility utilization in higher learning institutions should be enhanced to raise money for facility fund, that is, by making full use of those idle facilities and grounds to compensate for the insufficient public sports facility and space.

**Key words:** higher learning institution; sports industry; promoting tactics; sports facility utilization

(上接第 177 页)

## 参考文献

- [1] 教育部国家体育总局关于进一步加强普通高等学校高水平运动队建设的意见(2005)[R],2005.
- [2] 张 军. 对我国普通高校试办高水平运动队的再认识[J]. 体育学刊,2000,(5):96-99.
- [3] 王 波. 陕西省普通高校高水平运动队建设现状调查[J]. 体育学刊,2006,(11):73-76.
- [4] 钟秉枢. 高校高水平运动队路在何方[J]. 中国学校体育,2006,(2):45-48.
- [5] 吕建海, 张晃新. 业余训练教练员激励问题研究[J]. 南京体育学院学报,2004,(3):29-32.
- [6] 卢 玲. 我国部分高校办高水平运动队的研究[J]. 体育科学,2003,(5):61-63.

# RESEARCH ON THE PRESENT SITUATION AND DEVELOPMENT OF UNIVERSITY HIGH LEVEL SPORTS TEAM IN SHAANXI PROVINCE

NIE Kai, ZHUANG Xi-chen, JIANG Xian-sheng

(P. E. Department, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

**Abstract:** Through investigation and research on 14 universities high level sports teams in Shaanxi province, this paper conducted the research and analysis mainly from the present situation and the development countermeasures. On the basis of confirming the achievements, pointed out the shortcoming and insufficiency, proposed the corresponding measures and suggestions, in order to offer advice on establishing high school-operated team system with Shaanxi characteristic, so as to increase the Shanxi university high level sports team level.

**Key words:** high level sports team of universities; present situation; major problems; measure