

HPLC ANALYSIS OF CAMPTOTHECIN AND 10-HYDROXY CAMPTOTHECIN IN *CAMPTOTHECA ACUMINATA DECNE.* LEAVES

LI Xiang-li¹, XIAO Kai-jun¹, HU Xian-yun², LUO Xin-yi², GUO Si-yuan¹

(1. Light Industry and Chemical Engineering Research Institute, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China; 2. The Biology Research Institute, Guizhou Academy of Science, Guiyang 550009, China)

Abstract: An HPLC method for the simultaneous determination of CPT and HCPT in *Camptotheca acuminata Decne.* leaves was established. Chromatography was performed with a sinchrom ODS column, monitored at 266 nm and the mobile phase was gradient H₂O/CH₃OH. The solvent gradient program was as follow: methanol-water increased linearly from 40% to 50% at the first 6 min and retained for 2 min with 50%, then increased linearly to 70% in the next 32 min. The average recoveries of CPT in three levels were 100.02%, 98.94% and 99.25%, The average recoveries of HCPT were 99.13%, 99.66% and 98.97%. Using this assay, CPT and HCPT in leaves of *Camptotheca acuminata Decne.* in different seasons were determined. The results showed that the accumulation of CPT and HCPT presented evident relativity in the different growth stages.

Key words: HPLC; *Camptotheca acuminata Decne.*; leaves; camptothecin(CPT); 10-hydroxy camptothecin(HCPT)

CLC Number: R927.2

Document Code: A

0 Introduction

Camptothecin(CPT) and 10-hydroxy camptothecin(HCPT) are two significant secondary metabolites belonging to terpenoid indole alkaloid produced by the *Camptotheca acuminata Decne.*, a tree native to China^[1]. They possess strong anti-cancer bioactivity and the mechanisms as well as modes of action against cancer is unique which inhibit topoisomerase I, an enzyme closely linked with cell division^[2]. Among many CPT and HCPT analogues, irinotecan and topotecan have been approved by United State Food and Drug Administration (FDA) for application against refractory colon-rectum cancer, small-cell lung cancer and ovarian cancer^[3,4]. Several other analogues are in the process of clinical test^[5,6].

In recent years, several HPLC methods have been reported to applianalyze CPT drugs in *Camptotheca acuminata Decne.*^[7-11], but only a few of them dealt with the simultaneous of CPT and HCPT and analytical method for the two metabolites reported only in fruit and seed of *Camptotheca acuminata Decne.*^[10-12].

* 收稿日期:2008-08-06

作者简介:李香莉(1980—),女,河南省商丘市人,在读博士生,研究方向:食品化工

基金项目:中法先进研究计划项目(PRA B02-07),广州市科技成果推广项目(2006C13G0011)

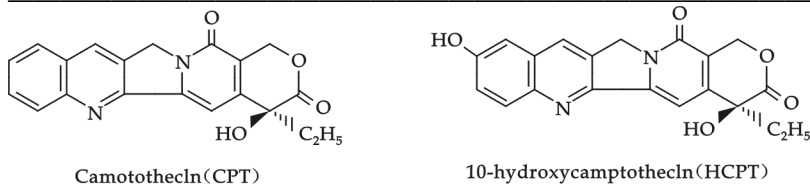


Fig. 1 Structures of Camptothecin(CPT) and 10-hydroxycamptothecin(HCPT)

(China).

1 Experimental

1.1 Reagents and materials

The methanol was of HPLC grade, water was ultrapure water, all others were analytical grade.

The CPT and HCPT standard samples were purified by researcher LUO Xin-yi and identified by Ecole Normale Supérieure in Paris. Their purity was both 98%.

Four-year old *Camptotheca acuminata* Decne. in the arboretum of Guizhou Normal University (Guizhou, China) was selected for the analytical sample. The leaf samples to determine the levels of CPT and HCPT were collected in different seasons. All the samples were dried at 60 °C till constant, crushed and passed through a 60 mesh screen sieve.

1.2 Apparatus and chromatographic conditions

Chromatography were performed using a P230P HPLC system (Elite, Dalian, China) consisting of a P230 gradient pump, a UV230⁺ UV-VIS detector and a Rheodyne MX7925 injector. The analytical column used was sinochrom ODS-BP (250 mm × 4.6 mm I. D., 5.0 μm). The separation was performed using a solution of methanol/distilled water mixture with a gradient elution (methanol concentration increased linearly from 40% to 50% during the first 6 min and stayed for 2 min with 50%, then increased linearly to 70% in the next 32 min). The flow-rate was 1 mL/min. The determination was done at 266 nm and 25 °C for column.

1.3 Standard solutions

Standard solutions of CPT and HCPT at 200 and 20 μg/mL were prepared in methanol/N-N-dimethylformamide (90 : 10, v/v). Working standard solutions were prepared by diluting these stock solutions with the methanol/N-N-dimethylformamide mixture to achieve CPT standard concentrations of 2, 20, 60, 120 and 200 μg/mL and HCPT of 0.1, 2, 4, 6 and 10 μg/mL, respectively. A 20 μL volume of each standard solution was injected in triplicate onto the HPLC column. The calibration graphs were constructed by plotting the peak areas of CPT and HCPT versus their concentrations.

1.4 Extraction and assay procedures

The optimal solvent for the simultaneous extraction of CPT and HCPT from *C. acuminata* D. was determined. Testing was done using alcohol, methanol, 70% alcohol and 70% methanol.

5 g of the leaves powder was placed into 50 mL flask, with 45 mL of the solvent being tested then ultrasonically extracted at 50 °C for 60 min. After cooling to room temperature, this solution was transferred to a volumetric flask and 5 mL solvent was added to the scale. Finally it was filtrated through 0.45 μm Millex syringe filters for HPLC analysis.

1.5 Recovery

Nine leave samples whose content was known precisely were weighed, every set was 1 g, and divided into three groups. The recoveries of CPT and HCPT were calculated by standard addition method.

In this paper, we set out to develop a method for simultaneous determination of CPT and HCPT in leaves by HPLC. The method was successfully applied to analyze CPT and HCPT contents in leaves from different seasons in Guiyang city

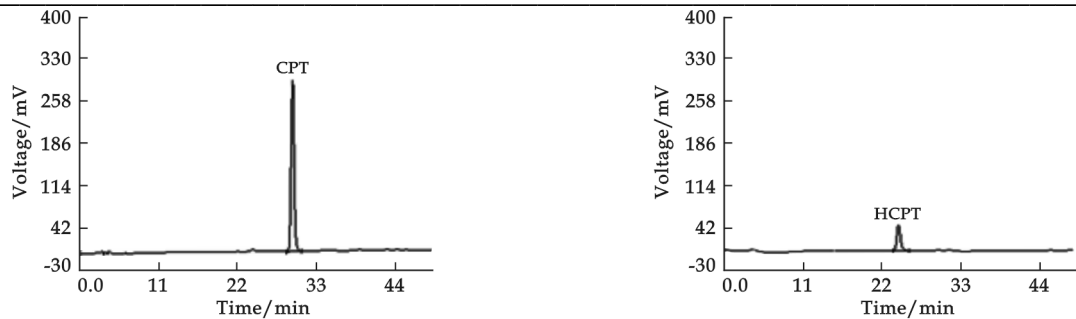


Fig. 2 HPLC chromatogram of CPT and HCPT standards

1. 6 CPT and HCPT contents in different seasons

CPT and HCPT contents in *Camptotheca acuminata* Decne. leaves from different seasons were determined by the above analyzing method(Fig. 2).

2 Results and Discussion

2. 1 Chromatograms

Fig. 3 shows representative chromatograms obtained in our study. The retention times of CPT and HCPT were approximately 29. 47 and 23. 59 min, respectively. The reports about simultaneous determination methods of CPT and HCPT by HPLC are relatively few in now days. There are many interfering components in extractive because of metabolism prosperity of leaves in some month of a year. Therefore, 10-hydroxycamptotheca can't be well separated with neighbor impurity refering to reported conditions. However, the separating condition was greatly improved through selecting proper condition of gradient elution. Assays of *Camptotheca acuminata* Decne. leaf showed there were no interfering peaks, CPT and HCPT can be separated satisfactorily in thirty-five minutes.

The average recoveries of CPT in three levels were 100. 02%, 98. 94% and 99. 25% and that of HCPT were 99. 13%, 99. 66% and 98. 97% (Tab. 1). Repeatability was determined by five-fold analysis of a 4 μg/mL standard solution and the RSD of CPT and HCPT were 1. 76%, 1. 55% respectively.

2. 2 Linearity

The calibration graphs for CPT and HCPT were linear from 4 to 200 and from 0. 1 to 10 μg/mL, respectively. The means of their calibration graphs yielded the following equations: $y=47. 61x+134. 77$ for CPT, $R=0. 999\ 6$, and $y=68. 552x+32. 138$ for HCPT, $R=0. 999\ 8$, in which y is the peak area of CPT or HCPT to and x is the concentration (μg/mL) of CPT or HCPT.

2. 3 Optimal solvent for the sample preparation

Optimal solvent for simultaneous extraction of CPT and HCPT from *C. acuminata* D. leaves were studied. The result shows that extracting with 60% methalol solution have a higher extraction recovery of CPT and HCPT (Tab. 2).

2. 4 CPT and HCPT contents in different seasons

CPT and HCPT contents in different seasons were analyzed by defined assay and the results were

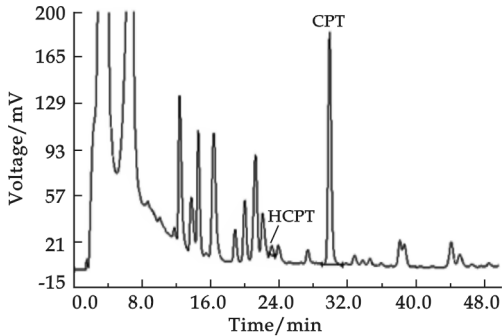


Fig. 3 HPLC chromatogram of a leaf sample in July

Tab. 1 Recovery test (n=3)

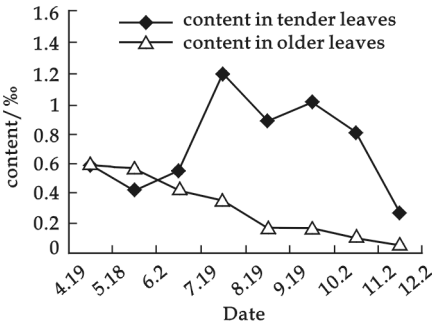
Sample	Added /mg	Average recovery/%	RSD/%
CPT	0. 5	100. 02	0. 60
	1. 0	98. 94	0. 51
	1. 5	99. 25	0. 37
HCPT	0. 5	99. 13	0. 52
	1. 0	99. 66	0. 47
	1. 5	98. 97	0. 31

**Tab. 2 Extraction recovery of CPT and HCPT
with different solvents**

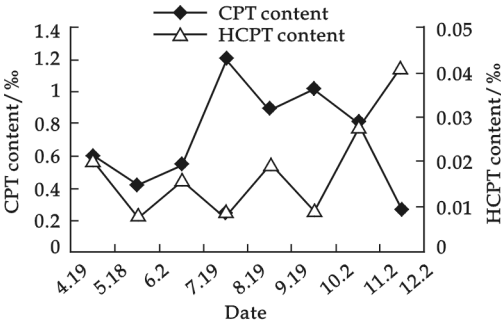
Solvent	Extraction recovery of CPT/% ₀₀	Extraction recovery of HCPT/% ₀₀
alcohol	0.708	0.015
methanol	0.729	0.016
70% alcohol	0.903	0.018
70% methanol	0.942	0.020

shown in Fig. 4~Fig. 7.

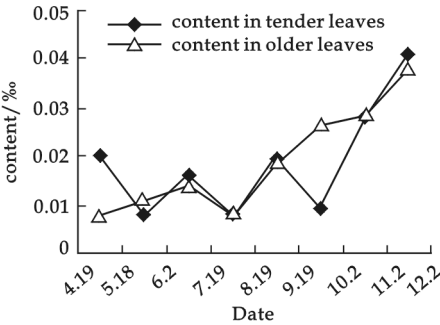
C. acuminata D. sprouted new leaves continuously from April to November. Liu *et al* ever reported that CPT content in leaves descended eleven percent every month on the everage from April to October^[12]. The results of ZHANG Yuhong *et al* showed that CPT content exhibited a single apex curve in young leaves from April to November and it reached the highest content in July^[13]; The results of GUO Yong *et al* showed that the content of CPT presented two peaks curve both in tender leaves and older leaves from April to November, which appeared in June and September respectively, it could reach the highest content in June^[14].



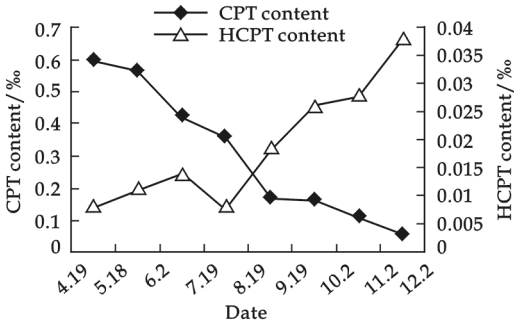
**Fig. 4 Variation of CPT contents in
leaves of *Camptotheca acuminata*
in different months**



**Fig. 6 Variation of CPT and HCPT contents
in tender leaves of *Camptotheca acuminata* in
different months**



**Fig. 5 Variation of HCPT contents in
leaves of *Camptotheca acuminata*
in different months**



**Fig. 7 Variation of CPT and HCPT contents
in old leaves of *Camptotheca acuminata* in
different months**

However, the results of our test showed that, as can be seen in Fig. 4, in a year, the content of CPT presented two peaks curve in tender leaves of *C. acuminata*, which appeared in July and September respectively and reached the highest point in July; while it declined persistently in older leaves.

The content of CPT in tender leaves was obviously higher than that in older leaves after June ($P < 0.05$) which was in agreement on the whole with the theory that the CPT content in tender leaves was obviously higher than that in older leaves as a kind of chemical defence material.

As Fig. 5 showed, the content of 10-hydrocamptothecin in tender leaves fluctuated awfully in different months, it was quite high in April and declined notably in May, then varied between the two levels and assented continuously after October. The 10-hydrocamptothecin content in older leaves increased

persistently except for the lowest content in July. Both in tender leaves and older leaves, the content of 10-hydrocamptothecin reached highest point in November and lowest in July.

From Fig. 6 and Fig. 7 we can see that the accumulation of camptothecin and 10-hydrocamptothecin presented evident relativity in the different growth stages. The camptothecin and 10-hydrocamptothecin contents in tender leaves were both high in early stages. After June, the changes of the two alkaloids exhibited good mutual effects. In a year, the camptothecin accumulation decreased persistently in older leaves, while the 10-hydrocamptothecin content in older leaves increased continuously which was opposite to camptothecin except for the lowest content in July when the camptothecin accumulation in tender leaves reached the highest contents.

3 Conclusions

In this study, we established an HPLC method for the simultaneous determination of CPT and HCPT in *Camptotheca acuminata* Decne. leaves. The method was successfully applied to analyze CPT and HCPT contents in leaves in different seasons. Our results show that the accumulation of CPT and HCPT presented evident relativity in the different growth stages. The contents of CPT and HCPT in tender leaves were both high in early stages. After June, the changes of the two alkaloids exhibited good mutual effect. The camptothecin accumulation decreased persistently in older leaves for all the growth period, while the 10-hydrocamptothecin content in older leaves was increasing continuously which was opposite to the decreasing of camptothecin accumulation. This results suggest that the change fashion between them was probably not only from camptothecin to 10-hydrocamptothecin but also from 10-hydrocamptothecin to camptothecin.

References

- [1] Wall M. E. , Wani M. C. , Cook C. E. , *et al.* Plant antitumor agents. The isolation and structure of camptothecin, a novel alkaloid-leukemia and humor inhibitor from *Camptotheca acuminata*[J]. Am Chem Soc, 1966, 88(16):3 888.
- [2] Sabry M. Attia, Abdulaziz M. Aleisa, Saleh A. Ba, *et al.* Molecular cytogenetic evaluation of the mechanism of micronuclei formation induced by camptothecin, topotecan, and irinotecan[J]. Environmental and Molecular Mutagenesis, 2009, 50:145-151.
- [3] Armstrong DK, Spriggs D, Levin J, *et al.* Hematologic safety and tolerability of topotecan in recurrent ovarian cancer and small cell lung cancer: An integrated analysis[J]. Oncologist, 2005, 10:686-694.
- [4] Punt CJ, Koopman M. Capecitabine and irinotecan as first-line treatment of advanced colorectal cancer[J]. J Clin Oncol, 2008, 26: 1 907- 1 908.
- [5] Milan P. , Herbert P. . Camptothecins: New Anticancer Agents[M]. Boca Raton: CRS Press, 2000:67.
- [6] Kehrer, D. F. S. , Soepenberg, O. , Loos, W. J. , *et al.* Modulation of camptothecin analogs in the treatment of cancer: a review [J]. Anti-Cancer Drugs, 2001, 12 (2): 89-105.
- [7] ZHANG Yan-hong, LIU Zhan-mei, SHEN Hui-fang, *et al.* Determination of camptothecin in fruits of *camptotheca acuminata* decne by reversed-phase high performance liquid chromatograph[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2003, 21 (2): 162-164.
- [8] MA Mei-fang, YU Tao, DAI Shao-jun, *et al.* Determination of contents of 10-hydroxycamptothecin in *Camptotheca acuminata* by high-performance liquid chromatogram[J]. Journal of Forestry Research, 2002, 13(2):144 -146.
- [9] YAN Xiu-feng, WANG Yang, YU Tao, *et al.* Determination of camptothecin in leaves of *camptotheca acuminata* decne. by HPLC [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2002, 21(2) :15-17.
- [10] WANG Yang, YAN Xiu-feng, ZHANG Yu-hong, *et al.* Determination of camptothecin and 10- hydroxycamptothecin in *Camptotheca acuminata* D. seeds by HPLC[J]. Chemistry and Industry of Forest Products, 2005, 25(3):64-66.
- [11] LIU Wen-zhe, QIN Hai-yan, SUO Zhi-rong. HPLC analysis of camptothecin and 10- hydroxycamptothecin in fruit of *Camptotheca acuminata decne*[J]. Chin J Pharm Anal, 2005, 25 (2):168-170.

ULTRASOUND-ASSISTED EXTRACTION OF FLAVONOIDS FROM POMELO PEEL WITH RESPONSE SURFACE METHODOLOGY

HUANG Jian-rong^{1,2}, LI Lin¹, ZHANG Xia¹, LI Bing¹

(1. School of Light Industry and Food Science, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China; 2. School of Food Science, Guangdong Pharmaceutical University, Zhongshan 528458, China)

Abstract: Based on the results of single factor experiments on the ultrasound-assisted extraction of flavonoids from pomelo peel, operation conditions were optimized with response surface methodology (RSM). The SAS software was used to design the RSM experiment with the design description of Box-Behnken. A regression quadratic equation was proposed to describe the relationship between the extraction yield of flavonoids and three factors such as ethanol concentration, sonication time and temperature. According to the mathematical model, parameters were optimized at fixed solid to liquid ratio of 1 : 30. The optimum operating parameters were: ethanol concentration of 67.0%, sonication time of 28.0 min and temperature of 50.0 °C. Under the optimum conditions, the value of extraction yield was 5.301%.

Key words: pomelo peel; flavonoids; ultrasonic-assisted extraction; response surface methodology

CLC Number: R284.2; TQ028.8

Document Code: A

0 Introduction

It is well known that flavonoids extracted from plants exhibit biological activities such as antiallergenic, antiviral, anti-inflammatory, hepatoprotective, antioxidant^[1]. Pomelo peel is a good resource of flavonoids, among which naringin is the main compound^[2]. Ultrasound assisted extraction of flavonoids from pomelo peel has been widely studied as well as conventional solvent extraction^[3-5]. Ultrasonication can be a simple, effective method to promote extraction. It has been suggested that the improvement of solvent extraction from plant material is due mainly to the acoustic cavitation effect, which enhances both solvent penetration into the plant material and the intracellular product release by disrupting the cell walls^[6]. In most of the studies the operating parameters were optimized through orthogonal design. Quadratic rotation combination design was used to optimize the operating parameters including ultrasonic power, ultrasonic time and the ratio of material to liquid^[5].

In this paper, single factors affecting extraction yield of flavonoids from pomelo peel such as ethanol concentration, sonication time, temperature and solid to liquid ratio are to be investigated. A mathematical model to predict the extraction yield is to be proposed and optimal operational conditions are to be presented with response surface methodology (RSM). RSM consists of a group of mathematical and sta-

* 收稿日期:2008-08-11

作者简介:黄建蓉(1975—),女,广西壮族自治区南宁市人,在读博士生,研究方向:糖类物质及其药物制备与生物利用
基金项目:国家“十一五”科技支撑计划(2006BAD27B04)

tistical procedures and can be widely used to determine the interaction between different variables^[7].

1 Materials and Methods

1.1 Materials

Ethanol (Jiangsu Qiangsheng), diethylene glycol (Tianjin Damao) and NaOH (Jiangsu Qiangsheng) were analytical grade, naringin (Fluka) was HPLC grade.

1.2 Extraction of flavonoids

Pomelo peel was sliced and dried under 40 °C for 24 h in drying oven. Samples were pulverized to less than 40 mesh size before extraction. For each experiment, solvent and 1.00 g dried pomelo peel powder was put into a conical flask with plug. Then the flask was put into a ultrasound clean bath (KQ-500E, Kunshan), which has a frequency of 40 kHz and output power of 500 W. Bath temperature was constant during extraction. After the extraction, the liquid extract was collected by filtration and diluted to 50 mL for determination.

1.3 Determination of total flavonoids

The content of total flavonoids was determined with the colorimetric method^[3], in which naringin dissolved in ethanol-water (70 : 30) was the control. Color reaction occurred when 5 mL diethylene glycol solution (90%, v/v) and 0.1 mL NaOH solution (4 mol/L) was added into the diluted liquid extract or the control, incubated at 40 °C for 10 min. The control (200 μg/mL) of 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2 mL or 0.1 mL diluted liquid extract was used for color reaction separately. The absorbance was determined at 435 nm with SP22 spectrometer (Shanghai), as wave length scope indicated that absorbance was the biggest at 435 nm.

Taking absorbance as the dependent variable y and the content of total flavonoids as the independent variable x , the regression equation of standard curve was $y=0.003\ 2x-0.007\ 1(R^2=0.999\ 2)$, which indicated that the linear relationship between absorbance and the content of flavonoids was good at a range of 40~240 μg.

2 Result and Discussion

2.1 Single factor experiments

2.1.1 Effect of ethanol concentration on extraction yield

Powdered pomelo peel was treated at 40 °C for 20 min with 20 mL solvent of different concentration. Fig. 1 shows the extraction yield of total flavonoids increased as the ethanol concentration increased up to 70%. But yield decreased sharply when ethanol concentration was 100%. It seems flavonoids in pomelo peel shows better solubility in ethanol-water due to the hydrophilicity and lipophilicity of flavonoid glucosides.

2.1.2 Effect of sonication time on extraction yield

Ultrasound-assisted extraction was carried out at 40 °C with 20 mL ethanol-water (70 : 30) for different treatment time. Fig. 2 shows when the sonication time was within 20 min, the extraction yield increased significantly with sonication time. And the highest yield was reached at sonication time of 20 min. After that, the yield was slightly decreased with time. It was suggested that longer sonication trea-

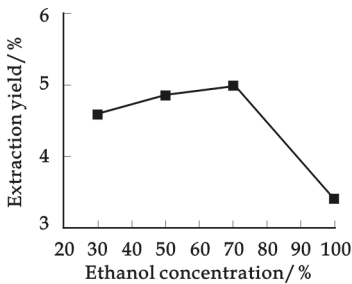


Fig. 1 Effect of ethanol concentration on extraction yield

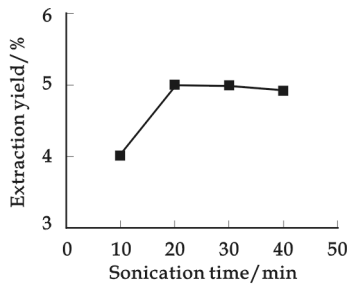


Fig. 2 Effect of sonication time on extraction yield

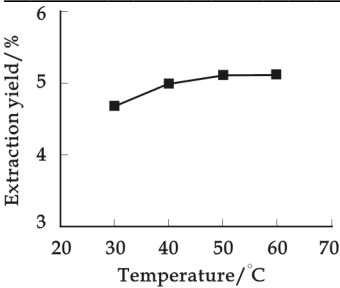


Fig. 3 Effect of temperature on extraction yield

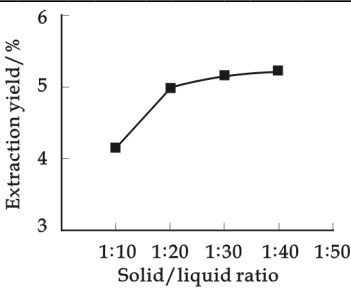


Fig. 4 Influence of solid/liquid ratio on extraction yield

accelerated with elevating temperature. Besides, mass transfer is improved by sonication cativation. It seems at a temperature range of 30 °C to 40 °C, the yield increased markedly with temperature, while extraction yields do not differ significantly at a range of higher temperature (40~60 °C), at which the mass transfer reaches to the equilibrium.

2.1.4 Effect of solid to liquid ratio on extraction yield

Extraction yield with different amount of ethanol-water (70 : 30) was compared at 40 °C, sonication for 20 min. Fig. 4 shows extraction yield increased with liquid amount increased. Concentration gradient between two phases drives the mass transfer. Excessive solvent means lower concentration in the liquid extract, therefore more flavonoids in solid phase would transfer to liquid phase. When the liquid amount

was over 30 mL (solid to liquid ratio 1 : 30), extraction yield increased slightly. However, more liquid means more cost to reuse the solvent, so solid to liquid ratio of 1 : 30 was recommended.

2.1.3 Effect of temperature on extraction yield

Extraction yield at different incubated temperature was compared (Fig. 3). 20 mL ethanol-water (70 : 30) was added and sonication time was 20 min. Molecular movement and the mass transfer are ac-

celerated with elevating temperature. Besides, mass transfer is improved by sonication cativation. It seems at a temperature range of 30 °C to 40 °C, the yield increased markedly with temperature, while extraction yields do not differ significantly at a range of higher temperature (40~60 °C), at which the mass transfer reaches to the equilibrium.

2.1.4 Effect of solid to liquid ratio on extraction yield

Extraction yield with different amount of ethanol-water (70 : 30) was compared at 40 °C, sonication for 20 min. Fig. 4 shows extraction yield increased with liquid amount increased. Concentration gradient between two phases drives the mass transfer. Excessive solvent means lower concentration in the liquid extract, therefore more flavonoids in solid phase would transfer to liquid phase. When the liquid amount

was over 30 mL (solid to liquid ratio 1 : 30), extraction yield increased slightly. However, more liquid means more cost to reuse the solvent, so solid to liquid ratio of 1 : 30 was recommended.

2.2 RSM experiment

2.2.1 Experiment design and results

It is expected that interactions between variables would affect the extraction yield. Based on single factor experiments results, REM experiment was designed to find out the interactions between variables, as well as to optimize the extraction operating parameters. The Statistical Analysis System (Version 9.0 SAS Institute Inc. Cary, NC, USA, 2002) was used to design the experiment. In this experiment, solid to liquid ratio was fixed at 1 : 30, ethanol concentration, sonication time, temperature were chosen as variables and expressed as X_1 , X_2 and X_3 , respectively. Extraction yield of total flavonoids was the response value, expressed as Y_1 . The design description of Box-Behnken for 3 factors and 15 runs was applied.

Experimental factors and levels is shown in Tab.1. Fifteen groups of experiment were done along

Tab. 1 Experimental factors and levels of extraction yield

level	factor		
	X_1 , ethanol concentration/%	X_2 , sonication time/min	X_3 , temperature/°C
-1	60	10	40
0	70	20	50
1	80	30	60

Tab. 2 SAS program and experiment results of extraction yield

RUN	X_1	X_2	X_3	Y_1 , extraction yield/%
1	-1	-1	0	4.933
2	-1	1	0	5.206
3	1	-1	0	4.693
4	1	1	0	5.069
5	0	-1	-1	4.722
6	0	-1	1	4.966
7	0	1	-1	5.156
8	0	1	1	5.202
9	-1	0	-1	5.122
10	1	0	-1	4.707
11	-1	0	1	5.048
12	1	0	1	4.875
13	0	0	0	5.262
14	0	0	0	5.246
15	0	0	0	5.230

with the design, and the corresponding program and results are presented in Tab. 2.

2.2.2 Statistical analysis

According to the results shown in Tab. 2, quadratic regression model was obtained as follows: $Y_1 = -4.721\ 88 + 0.193\ 513X_1 + 0.062\ 663X_2 + 0.108\ 225X_3 - 0.001\ 721X_1^2 + 0.000\ 257X_1X_2 + 0.000\ 605X_1X_3 - 0.000\ 986X_2^2 - 0.000\ 495X_2X_3 - 0.001\ 359X_3^2$.

Analysis of variance for regression equation and significance test results are shown in Tab. 3. As can be seen, F value of model is 28.787 ($P < 0.05$), F value of lack fit is 13.571 ($P > 0.05$) and coefficient R^2 is 0.981 1, adjusted R^2 is 0.947 0, which indicate that response value has a high degree of correlation with variables. In other words, ultrasound-assisted extraction yield of flavonoids from pomelo peel could be successfully predicted from the equation. Besides $X_1 * X_2$ and $X_2 * X_3$, F values of linear, quadratic and cross product are higher than $F_{0.05}$, which indicate ethanol concentration, sonication time and temperature affected extraction yield significantly. In addition, interaction between X_1 and X_3 had significant effect on extraction yield. According to the result, sonication time was the most significant factor, followed by ethanol concentration, while temperature had less influence on extraction yield.

2.2.3 REM analysis and optimization of extraction operating parameters

In order to analyze the influence of different parameters on extraction yield and optimize the operating conditions, contour plots and response surface plots were obtained with SAS (Fig. 5~Fig. 7).

Fig. 5 shows that at fixed temperature 50 °C, extraction yield increases as sonication time extends. While extraction yield increases at low values of ethanol concentration, then decreases at high levels.

Fig. 6 shows that at fixed sonication time 20 min, extraction yield increases as temperature is enhanced at low levels, then decreases. The effect of ethanol concentration on the extraction yield is similar to that is showed in Fig. 5.

Fig. 7 shows the effect of temperature and sonication time on the extraction yield at fixed ethanol concentration 70%. Results are similar to those shown in Fig. 5 and Fig. 6.

At the fixed solid to liquid ratio (1 : 30), optimal operating parameters were obtained from the e-

Tab. 3 Analysis of variance for regression equation and significance test for regression coefficient

source	DF	sum of squares	mean square	F value	$P_r > F$
X_1	1	0.116 403	0.116 403	53.228 67	0.000 757
X_2	1	0.217 47	0.217 47	99.444 46	0.000 173
X_3	1	0.018 432	0.018 432	8.428 562	0.033 665
$X_1 * X_1$	1	0.109 392	0.109 392	50.022 66	0.000 874
$X_1 * X_2$	1	0.002 652	0.002 652	1.212 818	0.320 944
$X_1 * X_3$	1	0.014 641	0.014 641	6.695 018	0.048 987
$X_2 * X_2$	1	0.035 915	0.035 915	16.423 02	0.009 801
$X_2 * X_3$	1	0.009 801	0.009 801	4.481 789	0.087 836
$X_3 * X_3$	1	0.068 167	0.068 167	31.171 52	0.002 542
Model	9	0.566 571	0.062 952	28.786 79	0.000 876
Linear	3	0.352 305	0.117 435	53.700 57	0.000 317
Quadratic	3	0.1871 72	0.062 391	28.529 92	0.001 429
Cross Product	3	0.027 094	0.009 031	4.129 875	0.080 444
Error	5	0.010 934	0.002 18		
Lack of fit	3	0.010 432 2	0.003 474	13.570 64	0.069 409
Pure Error	2	0.000 512	0.000 256		
Total	14	0.577 506			

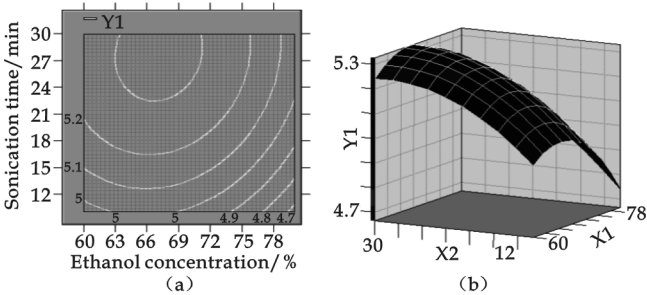


Fig. 5 Counter plot(a) and surface plot(b) for $Y_1 = f(X_1, X_2)$. Fixed level: temperature=50 °C

quation calculated with the software: ethanol concentration is 67.0%, sonication time is 28.1 min and temperature is 49.6 °C. The predicted response value is 5.329%.

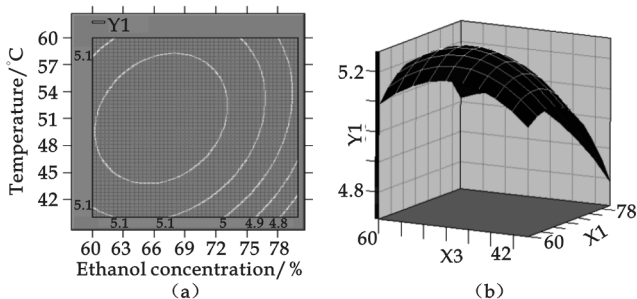


Fig. 6 Counter plot(a) and surface plot(b) for $Y_1 = f(X_1, X_3)$. Fixed level: sonication time=20 min

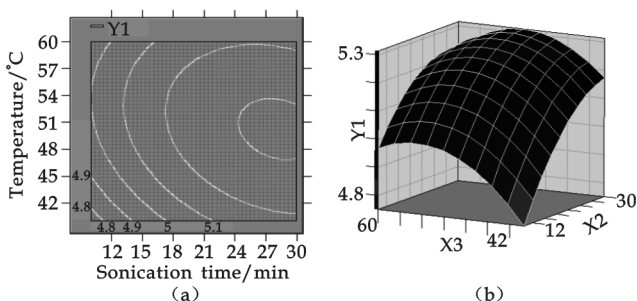


Fig. 7 Counter plot(a) and surface plot(b) for $Y_1 = f(X_2, X_3)$. Fixed level: ethanol concentration=70%

as follows: ethanol concentration is 67.0%, sonication time is 28.0 min and temperature is 50.0 °C. Correspondingly, the predicted response value is 5.301%.

Verification test was done under the similar conditions as: ethanol concentration 67.0%, sonication time 28.0 min and temperature 50.0 °C. The extraction yield of total flavonoids was 5.301%, which was well matched with the predicted value.

3 Conclusions

Based on the results of single factor experiments, REM experiment was designed and done to propose a mathematical model for the ultrasound-assisted extraction yield of total flavonoids from pomelo peel. The equation is as follows:

$$Y_1 = -4.72188 + 0.193513X_1 + 0.062663X_2 + 0.108225X_3 - 0.001721X_1^2 + 0.000257X_1X_2 + 0.000605X_1X_3 - 0.000986X_2^2 - 0.000495X_2X_3 - 0.001359X_3^2$$
 where Y_1 , X_1 , X_2 and X_3 represent extraction yield, ethanol concentration, sonication time and temperature respectively.

According to the equation and the verification test result, extraction conditions were optimized

References

- [1] Ameha Seyoum, Kaleab Asres, Fathy Kandeel El-Fiky. Structure-radical scavenging activity relationships of flavonoids[J]. Phytochemistry, 2006, 67: 2 058-2 070.
- [2] Xu Ze-min, Yin Yong-guang. Comprehensive utilization of the pomelo peel[J]. Food Research and Development, 2007, 28(1): 176-178.
- [3] Liu Ying, Dan Jun-feng, Wu Dan, *et al.* Study on the ultrasonic wave extracting conditions of naringin from pummelo peel[J]. Journal of Northwest A & F University(Nat. Sci. Ed.), 2008, 36(4): 218-222.
- [4] Jiang Zhi-guo. Techniques of ultrasonic wave extraction of flavone from pomelo peel[J]. Journal of South China University of Tropical Agriculture, 2006, 12(3): 32-35.
- [5] Wu Qiong-ying, Jia Jun-qiang. Study on ultrasonic-assisted extraction and antioxidation of pomelo peel flavonoids[J]. Food Science, 2009, 30(2): 29-33.
- [6] Wu Jian-yong, Lin Li-dong, Chau Foo-tim. Ultrasound-assisted extraction of ginseng saponins from ginseng roots and cultured ginseng cells[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2001, (8): 347-352.
- [7] Kou Ling-mei, Li Bing, Guo Si-yuan, *et al.* Preparing magnetic immobilized cellulose based on response surface methodology[J]. Journal of Shaanxi University of Science & Technology. 2007, 25(2): 30-35.

中图分类号:R927.2 文献标识码:A

CHANGING OF DEWPOINT PRESSURE FOR CONDENSATE GAS IN GAS INJECTION

LI Hu¹, LI Xiang-fang¹, ZHAO Lin², LI Jun-gang³

(1. MOE Key Laboratory of Petroleum Engineering in China University of Petroleum, Beijing 102249, China; 2. Sinopec Zhongyuan Oil Field No. 4 Plant, Puyang 457073, China; 3. Qinghai Oil Field No. 3 Plant, Haixi 816400, China)

Abstract: Dewpoint pressure of condensate gas changes greatly during gas cycling and huff “n” puff, which is not often considered in the development of gas condensate reservoirs. Using empirical model of Nemeth, L. K and Kennedy, H. T, this research is conducted to investigate the effects of injecting different media, including methane, CO₂, propane and N₂ on the gas condensate dewpoint pressure. The changing characteristic of dewpoint is studied during depletion and different gases injection. The injected methane could reduce the dewpoint pressure of condensate gas slightly, while CO₂ or propane can decrease it obviously, otherwise the dewpoint increase during N₂ injection. When reservoir pressure is lower than dewpoint, the composition of heavier components increase during the gas flows towards near-wellbore-zone. During gas huff “n” puff process the condensate gas dewpoint increases due to heavy components increases with condensate evaporation in the soak stage.

Key words: dewpoint pressure; gas injection; condensate gas; near wellbore region

CLC Number: TE357.7

Document Code: A

0 Introduction

Dewpoint pressure as the most important parameter affecting gas condensate phase characteristic, is determined by components composition, temperature, pressure and reservoir characteristics et. Gas injection is one helpful method to maintain reservoir pressure or remove retrograde condensate in near well-bore in gas condensate reservoirs. The previous dew point pressure researches are mainly about experimental measuring, theoretic calculating, empirical formulation deducing, and the affecting factors, but less attention has been put in the variation characteristics of dewpoint pressure during gas cycling or huff “n” puff processes. Base on previous research results, this paper carried out a study about dewpoint pressure changing characteristics during gas injection, which can provide theory support to gas condensate reservoir development.

1 Changing Characteristics of Dewpoint Pressure of Gas Condensate During Gas Injection

Dewpoint is the pressure under in which infinitesimal liquid and different gases are in equilibrium in definite temperature and pressure in system, which coexist in thermodynamic equilibrium state, name-

* 收稿日期:2009-08-16

作者简介:李 虎(1972—),男,北京市人,工程师,在读博士生,研究方向:油气田开发

基金项目:国家重点基础研究发展计划(973)项目(2007CB209506)

ly, their chemical potential energy is equal^[1].

Hydrocarbon of Condensate fluids could classified into three types, respectively are light component (C₁) , intermediate (C₂~C₆) and heavy component (C₇₊). Dewpoint pressure of condensate fluids is determined by the interaction between hydrocarbon and nonhydrocarbon mixture. The dewpoint pressure controlled and affected by component properties and their interplay.

The condensate gas dew point pressure changes greatly during gas cycling or gas injection for EOR & EGR due to the new component being added into the fluid. Using the empirical formula of Nemeth. L. K and Kennedy. H. T. , this paper calculates the condensate gas dew points from Yakela condensate reservoir when injecting dry gas, CO₂, propane, and N₂, to condensate gas and discusses changing of dew point.

Yakela condensate gas reservoir is characterized by porous sands, without oil ring and edge water. Reservoir depths is -5 270 m with initial condition of 58.72 MPa and 130.06 °C , whose condensate content is 250 g/m³. And 81.47%~90.35% of its' component is methane.

The PVT experiment of well fluid of YH5H was conducted when this well put into production, its contents are given in Tab. 1, whose dew point pressure is 53.66 MPa and the sampling pressure is 55.686 MPa, temperature is 130.06 °C.

The dewpoint pressure is maily got by three methods, respectively are experiment measuring, theory calculating and empirical formula calculating. The empirical formula for dew point caculating using in this paper was published by Nemeth. L. K and Kennedy.

H. T in 1967, which was often used. The formula of Nemeth. L. K and Kennedy is empirical formula with multiple regression method, the data needed in this formula are molar ratio, molecular weight, reservoir temperature and relative density, which could obtain from PVT experiment. The formula of Nemeth. L. K and Kennedy. H. T is characterized by easy, simple and highly accuracy. The dew point pressure of 579 samples were calculated with this empirical formula in original paper , the biggest error deviate from experiment results is only 7.4 percent, so this formula could meet all kinds needs of engineer application.

The dew point pressure calculating empirical formula of Nemeth. L. K, Kennedy. H. T. was described as following:

$$\begin{aligned} \ln p_d = & A_1 [z_{C_2} + z_{CO_2} + z_{H_2S} + z_{C_6} + 2(z_{C_3} + z_{C_4}) + z_{C_5} + 0.4z_{C_1} + 0.2z_{N_2}] \\ & + A_2 \gamma_{7+} + A_3 [z_{C_1} / z_{C_{7+}} + 0.02] + A_4 T + A_5 (z_{C_{7+}} \times zM_{C_{7+}}) \\ & + A_6 (z_{C_{7+}} \times M_{C_{7+}})^2 + A_7 (z_{C_{7+}} \times M_{C_{7+}})^3 + A_8 [M_{C_{7+}} / (\gamma_{7+} + 0.000\ 1)] \\ & + A_9 [M_{C_{7+}} / (\gamma_{7+} + 0.000\ 1)]^2 + A_{10} [M_{C_{7+}} / (\gamma_{7+} + 0.000\ 1)]^3 + A_{11} \end{aligned}$$

A_i are constants value, as following:

$$\begin{aligned} A_1 = & -2.062\ 305\ 4 & A_2 = & 6.625\ 972\ 8 \\ A_3 = & -4.467\ 055\ 9 \times 10^{-3} & A_4 = & 1.044\ 834\ 6 \times 10^{-4} \end{aligned}$$

Tab. 1 Well fluid's components from YK5H inYakela condensate gas reservoir

component	Well fluid		component	Well fluid	
	mol%	g/m ³		mol%	g/m ³
CO ₂	2.23	/	n-butane	0.61	14.748
N ₂	2.55	/	i-pentane	0.21	6.303
methane	84.62	/	n-pentane	0.3	9.004
ethane	4.88	61.041	hexane	0.4	13.977
propane	1.69	31.002	Heptane plus	2.22	42.219
i-butane	0.29	7.011	Σ	100	303.655
density of C ₇₊			0.828 g/cm ³		
molar mass of C ₇₊			284.685		
molar ratio of C ₇₊			2.22%		
reservoir temperature			130.1 °C		

Source: Fluid PVT analyzing report of YK5H well

$$A_5 = 3.267\ 371\ 4 \times 10^{-2}$$

$$A_6 = -3.645\ 327\ 7 \times 10^{-3}$$

$$A_7 = 7.429\ 995\ 1 \times 10^{-5}$$

$$A_8 = -1.138\ 119\ 5 \times 10^{-1}$$

$$A_9 = 6.247\ 649\ 7 \times 10^{-4}$$

$$A_{10} = -1.071\ 686\ 6 \times 10^{-6}$$

$$A_{11} = 1.074\ 662\ 2 \times 10$$

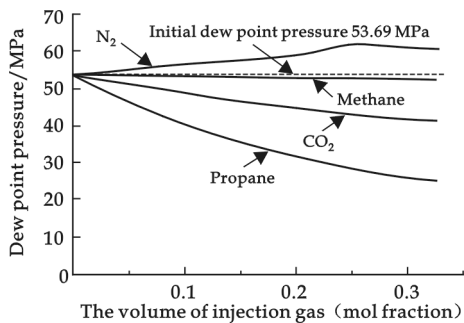


Fig. 1 The dew point of condensate affected by different injection gas

reservoir, this paper discusses the changing characteristic of dew point pressure after injection different volume of gases. Condensate gas dewpoint change differently during injection of different gases, such as dry gas, CO₂, N₂; While injecting 0.025, 0.05, 0.075, 0.1, 0.125, 0.15, 0.2, 0.25 and 0.3 times volume of pore volume, the dew point pressure of condensate gas changes as shown in Fig. 1, which shows the calculating results with empirical formula of Nemeth. L. K and Kennedy. H. T.

The original dew point pressure of Yakela reservoir calculated by empirical formula of Nemeth. L. K and Kennedy. H. T is 43.69 MPa, which is only lower by 0.03 than experiment testes results 53.66 MPa, which indicates that empirical formula of Nemeth. L. K and Kennedy. H. T is with enough accuracy and reliability.

According to the calculating results, just as shown in Fig. 1, the dew point pressure changing shows different characteristic during the injection of different gas in the condensate gas; and when the injection volume increase, the dew point gradually deviate from original dew point pressure value. The more gas injection into the condensate gas, the more influence it does to condensate gas dewpoint changing.

In above four kinds of injectants, methane is the smallest influential one to the dew point pressure of condensate gas, mainly because methane as the most primary component often composes over 70 percent in the condensate gas. After methane is injected, the heavy component of gas condensate only decreases lightly. Methane injection can improve condensate gas dissolving capacity, and increase the dew point of system.

The dewpoint pressure of condensate gas decreases greatly after propane injection. The injection of 10 percent of propane into the fluid of YK5H well reduced the dew point pressure to 40.28 MPa by 13 MPa. Because intermediate component could increase dissolving capacity to heavy component greatly, so the dew point pressure of system decreases greatly. Propane couldn't be conducted as injection media in gas cycling, because of the great demand quantity in gas cycling, but this also illustrates that injection of rich gas could increasing dissolving capacity to heavy component greatly. Compare with dry gas, rich gas could decreasing dew point pressure greatly, which is a better injecting media to reduce the retrograded condensation. The gas injection huff "n" puff process demands less injectant, when propane could be considered increasing dissolving capacity to heavy components of system and to remove the retrograded condensate blocking.

Parameters of this empirical formula respectively are:

p_d : dewpoint, psi; T : temperature, °F; z_{C_1} : mol fraction methane; z_{C_2} : mol fraction ethane; z_{C_3} : mol fraction propane; z_{C_4} : mol fraction butanes; z_{C_5} : mol fraction pentanes; z_{C_6} : mol fraction hexanes; $z_{C_{7+}}$: mol fraction heptanes-plus; z_{CO_2} : mol fraction carbon dioxide; z_{N_2} : mol fraction nitrogen; z_{H_2S} : mol fraction hydrogen sulfide; $M_{C_{7+}}$: molecular weight, heptanes-plus; γ_{7+} : density, g/mL of heptanes-plus.

The dry gas, CO₂, N₂ and propane are often used during gas cycling or gas injection to remove retrograded condensation blocking. Base on the PVT analysis results of Yakela condensate

CO₂ could decrease the dew point pressure of condensate gas system greatly too. Because saturated vapor pressure critical point lies in the reservoir's pressure-temperature scope, and the properties of CO₂ are similar to those of some intermediate component like ethane^[3], and could rise dissolving capacity of condensate system to heavy component as intermediates components, and also reduce the dew point pressure. For well fluids from YK5H, when injecting CO₂ by 10 percent of pore volume, the dew point of system decrease by 10 MPa. Hence, CO₂ could alleviate condensate retrograding in the reservoir, which is a good media to remove condensate blocking.

During injecting N₂ into the condensate gas reservoirs, dew point pressure would largely increase and more heavy components would retrograde, which is bad to the condensate gas reservoir development. The saturated vapor pressure critical point of N₂ is far below the pressure and temperature of reservoir. In the condition of reservoir, N₂ couldn't be mutual soluble with condensate gas, due to its properties differing from those of condensate gas considerably.

Among those four discussed injectants in this paper, propane and CO₂ could decrease the dew point pressure of condensate greatly. Injecting methane only affects the dew point pressure of condensate lightly, and lower the dew point pressure a little. Otherwise N₂ could obviously raise dew point pressure of condensate system. N₂ usually can be used in maintaining pressure in dry gas reservoir, and immiscible displacement and injecting gas huff "n" puff to enhance heavy oil recovery, hence, when developing the condensate gas reservoir, the method of injecting N₂ should be used in cautious.

2 The Dew Point Pressure Changing Characteristic in the Near Wellbore Region in Condensate Gas Reservoir During Depletion

Essentially, dew point is the pressure under which heavy component content of gas condensate is over the dissolving capacity of methane and intermediate components, then at this lowest pressure heavy component condensate out as liquids state. During depletion development of condensate reservoir, some potion of gas is extract out and the dew point pressure will change along with the change of pressure and composition, so the dew point pressure is not a constant value.

During the depletion development of condensate reservoir, gas composition varies the most heavily in the near wellbore region, which leads the dew point pressure to change greatly in this region also. On one hand, the heavy components condensate out from gas system and light components content increase greatly due to the pressure drop, this will result in the dew point pressure falling down. On the other hand, the capacity of condensate gas to carry heavy components increases due to big differential pressure and high flow rate, this will compensate some part of the dropout of condensate liquid. From deep reservoir to near well bore zone, the dew point pressure declines gradually (Fig. 2).

3 The Changing of Dew Point Pressure During Gas Injection Huff "n" Puff Process

The condensate blocking in the near wellbore zone due to the pressure draw down, usually could be removed by gas injection huff "n" puff. In this process, the injected gas first accumulates around the well bore, then pervades towards deep reservoir.

During depletion development stage, because of the pressure dropdown, heavy components retrograde out from condensate gas, which cause the dew point pressure to decrease in near well region. In the gas injection stage, the components of condensate gas vary greatly due to gas injection, so the dew point pressure will change greatly. The dew point pressure declines lightly when methane (dry gas) was injected; while it decreases obviously when CO₂ or propane was injected. However when N₂ was injected

into gas condensate reservoir, dewpoint pressure increases (Fig. 2). In soaking period, the heavy components of condensate gas increased, and dew point pressure rised due to retrograded liquid vaporization. After well reopen, the dew point pressure fell down again (Fig. 3).

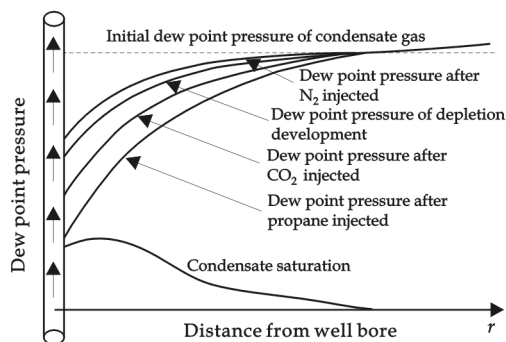


Fig. 2 Changing mode of dew point pressure in near wellbore region during depletion development and gas injecting huff “n” puff processes

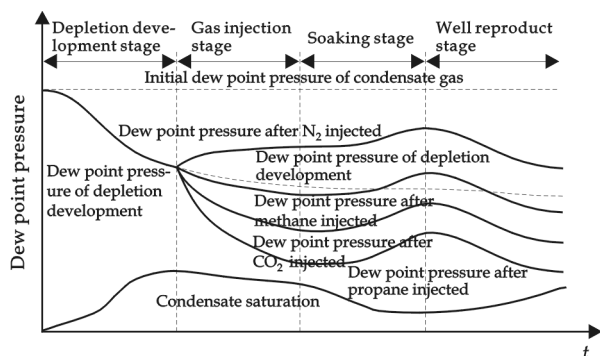


Fig. 3 The dew point pressure changing mode of condensate well with time during gas injection huff “n” puff process

4 Conclusion and Discussion

(1) Dew point pressure is mainly determined by components of condensate gas. Different injectants and injection volume affect dew point pressure differently. Injection of CO_2 or propane could reduce dew point pressure greatly, which is beneficial to enhance condensate recovery. While N_2 injection could increase dew point pressure. Those injectants which can reduce the dew point should be selected to get better development result.

(2) During depletion development, the gas condensate dew point pressure in near wellbore region decreases due to the dropout of heavy components, the closer to the wellbore, and the lower dew point pressure, due to lesser heavy components content.

(3) During gas injection of huff “n” puff stage, when CO_2 or propane is injected, the closer to the well bore, the higher content of injectant in condensate gas, and the lower dew point pressure reduced.

(4) In soaking stage of huff “n” puff, the heavy components content will increase and then the dew point pressure of condensate system will increase too, due to evaporation of the retrograded liquid.

References

- [1] Tian B. C., Luo K., Hu Y. L., *et al.* Determination method and affecting factors for dew point pressure of condensate gas[J]. *Acta Petrolei Sinica*, 2003, 6(24): 73-76.
- [2] Nemeth. L. K., Kennedy. H. T. A correlation of dewpoint pressure with fluid composition and temperature[J]. *SPEJ*, 1967, 5(1): 99-104.
- [3] Yang S. L., Wei J. Z. *Reservoir Physics*[M]. Beijing: Petroleum Industry Publishing, 2004: 47-52.
- [4] Wu X. d., Lv Y. P., Ma H. Y., *et al.* Study on effect of porous media on dew point pressure of condensate gas[J]. *Petroleum Geology & Oilfield Development in Daqing*, 2007, 26(2): 67-70.
- [5] A. A. Humoud. A New Correlation for Gas-condensate Dewpoint Pressure Prediction[R], SPE 68230.
- [6] Ihsis Marruffo, PDVSA, Jose Maita, *et al.* Statistical Forecast Models to Determine Retrograde Dew Pressure and C_{7+} Percentage of Gas Condensates on Basis of Production Test Data of Eastern Venezuelan Reservoirs[R], SPE 69393.
- [7] Zhong T. X., Yuan S. Y., Hu Y. L., *et al.* *Petroleum exploration and development*[J], 2004, 31(2): 125-127.

AN OVERLAY ANYCAST SERVICE MODEL BASED ON DIRECT PROGING

MA Zhen-yuan¹, CHEN Chu²

(1. School of Computer Science, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China; 2. Communication and Computer Network Laboratory of Guangdong Province, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

Abstract: Since the existed overlay anycast service model can not achieve scalability and reduce query latency simultaneously. An end-to-end direct probing based overlay anycast service model, POA, is proposed. POA maintained a neighbor ring, which including k members, for each nod. When anycast request arrived, POA probed the best server according to neighbor information. POA's probing was client-oriented and iterative, compared with Meridian, it can cut down the query latency from $5t2\log(R)$ to $3t2\log(R)$, and accelerate the constringency of neighbor selection. Analyze and simulation which was based on OPNET platform, illustrated the related performance of POA.

Key words: anycast service; overlay anycast; on-demanding probing; OPNET

CLC Number: TP393.02

Document Code: A

0 Introduction

Anycast is a technique used to deliver packets from a client to one of many servers. It was accepted by RFC2373^[1] as a standard IP datagram deliver service, and is widely studied in recent years^[2]. Anycast servers are a group of distributed servers which provide the same service and response to the same address. A packet destined for this address will be delivered to one of the servers, ideally the nearest to the packet sender. In Fig. 1, R_1 and R_2 are anycast servers in the same anycast group. If client C_1 sends packets to this anycast group, the communication scheme will deliver it to the nearest server R_1 , since in C_1 's points of view R_1 is the "nearest" server in this group. If C_2 sends packets to this group, it will be delivered to R_2 . The "nearest" is according to a given metric. In several distributed systems, it is important for the client to find nearest server according to the metric, such as transfer latency, router hops, server load or network bandwidth.

The related researches about anycast can be classified into two categories: underlay anycast and overlay layer anycast. The main obstacle of underlay anycast is that the widely used protocol has not been included in its specifications. Scalability problem and selection scheme are still open issue in IP anycast. A tunnel based solution to overcome such obstacles is proposed in our previous work^[3]. In this paper we focus on overlay layer anycast.

* 收稿日期:2008-08-06

作者简介:马震远(1980—),男,山东省青岛市人,在读博士生,研究方向:Anycast 通信模型

基金项目:国家 973 计划(No. 2009CB320505)、国家科技支撑计划(No. 2008BAH37B08)资助项目

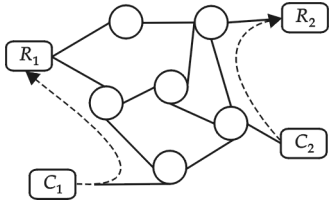


Fig. 1 Architecture of anycast

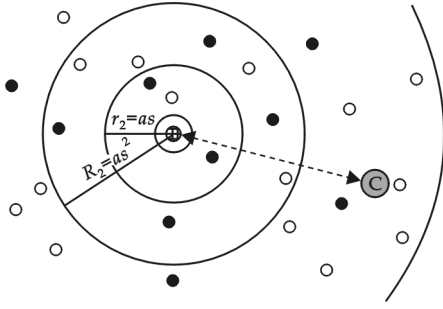


Fig. 2 GAA overview

We separate previous work of overlay anycast into network embedding approach^[4-6] with visual coordinates and on-demanding probing approach^[7-9]. The network is neither accurate nor complete. GNP^[4] determines the coordinates of node by measuring its latency to a fixed set of landmarks and then solving a multidimensional nonlinear minimization problem. Vivaldi^[5] is a simulation-based system which can be used in application anycast. It maps nodes and latencies into a physical system whose minimum energy state determines the node coordinates. It is based on simulation of springs and can be augmented with an additional height vector to increase accuracy. Other such system is ID-Maps^[6]. The embedding process typically introduces significant errors. Moreover, coordinates need to be recomputed as network latencies fluctuate. Vivaldi combined with CAN^[10] (Vivaldi+CAN) in performing selection anycast server can use only $\log(N)$ items of information in each node. And the query latency is nearly zero. However, the main disadvantage of such approach is that they are less accuracy. And when the network

fluctuate frequently, it is hard to compute visual coordinate. The on-demanding probing approach like Meridian^[7] and OASIS^[8] are more accurate. In Meridian, each node keep track of $O(\log N)$ neighbor information and organized them into concentric rings of exponentially increasing radii. Anycast query is matched against the relevant nodes in there rings^[9], and optionally forwarded to a subset of its neighbor. OASIS^[8] is inherited from Meridian. It allows multiple application services to share the anycast services. More important, OASIS put the on-demanding probing into background. But it is not a true distributed system. All anycast queries need a set of static OASIS core nodes which must keep track of all anycast server information. Ref. [11] points out that in the Internet where a single PoP(Point of presence) belonging to an ISP provides connectivity to numerous client networks, there are difficulty on the typical method in finding nearest neighbor. Meridian and OASIS do not work well in such scenario. Ref. [11] uses IP multicast with end-network and central server inside the end-cluster to improve the performance of anycast query.

1 POA Architecture

When a client requests anycast service, the primary function of POA is to return a suitable server in a group of anycast servers. Such clients and such servers are all distributed in world wide. To make POA be a scalable anycast scheme, the following goals must be achieved. First find the nearest in the whole space, second minimize the average information storage per node and third minimize the query latency. In POA all anycast servers (AS), including the AS providing the same service sharing the same anycast address and the AS providing different service with different anycast address, composes an overlay network upon IP layer. In Fig. 2, each plot indicates an overlay node which provides a certain service. We do not discuss the underlay network. Each node in the figure runs POA. We define a metric space $M = \langle M, d \rangle$, where M are all nodes that running POA and d is a metric that indicates measurement RTT from A to B in M . We do not use Euclidean space here, since it is difficult to compute. In POA, the only way for a node to know the distance from its neighbor is to probe directly to the neigh-

bor.

Each node keeps track of a small fixed number of other nodes in M , and organizes them into concentric rings. The ring number i has inner radius $r_i = as^{i-1}$ and outer radius $R_i = as^i, 0 < i < i^*$. Each neighbor with the distance from the centre among r_i and R_i was put to ring i . Each ring have k node at most. Before client send anycast query it must realize one node in M . Let this node be A . Such information may be well known in a local locality. Client probes A and obtain the distance d . Then client asks A to send its neighbor whose distance from A within $(1+\beta)d$ and $(1-\beta)d$, where $0 < \beta < 1$. Client measures their distance and finds the closest one. β is called acceptance threshold, which determines the reduction in distance at each hop. A small β value reduces the total number of hops, but introduces additional error as finding may be prematurely stopped before converging to the nearest one. A large β reduces errors at the expense of increased hop count. POA draws its inspiration from Meridian. However, Meridian uses overlay node as query centre in each iterate. POA is client-centralized which can reduce the query latency significantly.

2 Design Detail

2.1 Gossip protocol

Each node maintains a local coordinate. A node i will periodically measure its distance $d_{i,j}$ to other node j in the same ring. The coordinates of node i consist of the tuple $\langle d_{i,1}, d_{i,2}, \dots, d_{i,k} \rangle$. This embedding is trivial to construct and does not require a potentially error-introducing mapping from high-dimensional data to a lower number of dimensions^[7]. If there are more neighbors than k in a certain ring, POA will determine which neighbor should be deleted from the current ring. It is possible to determine the maximal hypervolume polytope by considering all possible polytopes using local coordinate. How to compute polytope will not be discussed in this paper. Each node keeps track of $k(\log R)$ neighbors at most. We define R as the ration between maximum and minimum pairwise distances between nodes in M .

We use neighbor gossip protocol to discover and maintain neighbor relationship. Following are the goals of gossip protocol. First, construct POA rings quickly that is to say convergent quickly. Second, minimize the number of packets transfer in each gossip round.

(1) If node A is not in the overlay, then it must realize one node which is already in the overlay, and then uses POA to find the nearest neighbor B , finally node A gains all the neighbor rings of node B .

(2) Node A randomly chooses node C from each of its rings and sends a gossip packet to C containing a randomly chosen node from each of its rings.

(3) On receiving the packet, node C determines through direct probing to A and each of the node contained in the packet. Then node C updates its ring members.

(4) If node C finds there is a new node D in its i^{th} ring, then C sends a packet to D contained all of other node in the i^{th} ring. This packet requires D to measure these node and give the report to C .

(5) After receiving a need-report-packet generated by (4), node D measure and report. Then D updates its neighbor ring with the result.

(6) After sending a gossip packet to a node in each of its rings, node A waits until the start of its next gossip period and then returns from step (2).

Step(1) is much efficient than Meridian since it starts from the nearest neighbor not a random node. Step(4) can accelerate the constringency of gossip. When every node is in its place, there is no new node

to discover. The period between gossip cycles is initially set a small value in order to quickly propagate the new nodes' arrival to other node. In next section we will analyze the overhead of this protocol.

2.2 Nearest selection scheme

When each node in metric space has organized a fixed number of neighbors by concentric rings, nearest neighbor selection can be done as follow:

(1) Client C sends an anycast request to a random node A in the overlay. Since node A and the distance d from A to C was known by C , the node A will send a packet to C contained all its neighbors with the distance $(1+\beta)d$ and $(1-\beta)d$ from A to C .

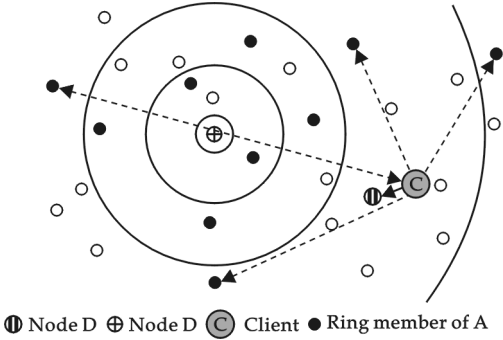


Fig. 3 An example for client C to find nearest neighbor

(2) On receiving the packet, node C will measure the distance from itself to the entire node contained in the packet. If there is no measurement result less than βd , the anycast object for node C is node A . If yes, then node C chose the smallest one and repeat step (1).

For example, in Fig. 3, when node C received packet from node A , it can find the nearest node of this round by direct probing. Then POA starts next round from node D . The finding will stop when the distance from the client to each neighbor in a node's ring is longer than distance of the node itself to C .

3 Performance Analyses

First, we analyze the overhead of POA gossip protocol.

The number of gossip packets a node received is equal to the number of neighbors multiplied by the probability of being chosen as a target by one of the neighbors. Suppose N is the total number of node in the overlay. Every ring will maintain $\log(N)$ selecting neighbors, and each node has $\log(R)$ different rings. And each node in the same ring has equal probability to be chosen. Then a node should except to send and receive k gossip packets and initiate $\log^2(R)$ probes. Since, there are $\log^2(R)\log(N)$ packets with $1/\log(N)$ probability of containing a reference to it. This does not include step (4) in gossip protocol. In an extreme condition, all the nodes in a packet sending to all nodes are newly joined. Then in this gossip round each node will receive $\log^2(R)$ packet with $\log^3(R)$ probes. Since step (4) produced an additional packet. Next section will demonstrate why the additional packet can make the whole overlay stable quickly.

Second, we analyze the performance of nearest neighbor selection. Given a metric space $M = \langle M, d \rangle$, where d is symmetric and satisfies the triangle-inequality and $d(u, v)$ represents distance from node u to node v .

$$B_p(r) = \{m, p \in M \mid d(p, m) \leq r\}$$

$B_p(r)$ is defined as the set of node with the distance r around p in M . If $\forall p \in M$, there has

$$|B_p(r)| \geq \rho \Rightarrow |B_p(2r)| \leq c \mid B_p(2r) \mid$$

c is a constant, then we say M is a growth restricted metric with the expansion rate $(\rho, c)^{[9]}$. In the following analysis we assume our anycast RTT metric is a growth restricted metric. This is also the condition in Meridian.

Let $S_u(i)$ be the set of all neighbor in node u of ring i . If $\forall u, v \in M$, the following $\exists w \in S_u(i)$,

satisfy

$$d_{w,v} \leq \epsilon d_{u,v} \text{ and } (1 + \epsilon)d_{u,v} \leq 2^i, 0 < \epsilon \leq 1$$

will always be true. If the ring member of every POA node can satisfy these conditions, POA can find the nearest neighbor with probability 100%. Since all node be covered with each node's rings. However, if so, each ring need much more than $\log(N)$ node. Meridian has proved that if node in each ring is no less than $\log(R)$, randomly chose members of each ring, and $r_i/R_i \geq 1/2$, more than 90% Meridian can find the a neighbor whose distance is less than double of the nearest one. In our anycast framework we can get the performance as good as Meridian as we do not change any conditions.

4 Simulation on OPNET

POA is aiming at providing application anycast in real Internet. So the topology from real Internet will be tested. For our simulation, we use a snapshot of the Internet inter-domain topology generated by AS112 project based on the BGP routing tables^[12]. We pick 5 939 autonomy domain connective information and use static transfer delay to form our underlay network. We use OPNET to implement our simulation. In simulation round, we randomly choose a fixed number of nodes (100 to 1 000) from the underlay nodes to deploy POA. We use $k=16, \beta=\epsilon=0.5, \log(R)=8$, both for POA and Meridian. Each run of a simulation round we randomly choose a POA node to be a client. One simulation round contained 200 runs, and the result is the mathematics average value.

In order to compare POA gossip protocol to Meridian gossip, cover rate is defined as follow:

Ψ_u is a set, and $\Psi_u \subseteq M$. If $\exists w \in S_u(i)$ satisfied $d_{w,v} \leq \epsilon d_{u,v}, 0 < \epsilon < 1$, we say: node v is not covered by node u in S where $v \in \Psi_u$. Cover Rate G in metric space M defines as $G = (\sum_{u \in M} |S_u \setminus \Psi_u|) / |M|$. In Fig. 4, we can see that POA will be quickly constringency.

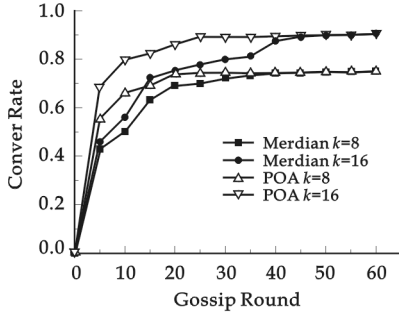


Fig. 4 Cover rate of POA and Meridian

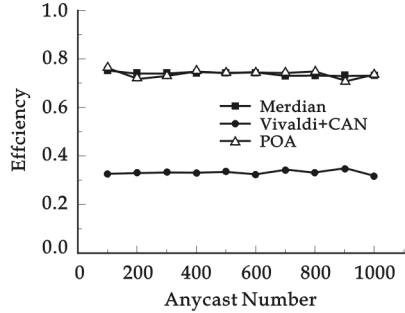


Fig. 5 Selection efficiency

To compare nearest finding performance with Meridian and Vivaldi+CAN, selection efficiency as ration of the distance from client is defined, it will initiate anycast request to the real nearest neighbor and the above framework finding neighbor. In Fig. 5, it shows that POA is as good as Meridian in the performance of selection efficiency. And both of them are much better than Vivaldi+CAN.

Since Meridian uses overlay node as query centre in each iterate. In each iterate, anycast query node in the overlay will first send packet to its neighbor and then wait for feedback, meanwhile its neighbor will probe the client, so each iterate will generate at least 5 packets. In POA, it will avoid waiting from neighbor feedback, since communicate is client oriented. In Fig. 6 we can see the query latency of POA is about only 60 percent of Meridian. In Tab. 1, the POA and related frameworks are summarized.

Tab.1 Performance summarize

Name	Performance Value			
	Information/Node	Hops/ Search	Search Latency	Quantity
Meridian OASIS	$\log(R)\log(N)$	$\log(R)$	$5t\log(R)$	High
CAN+ Vivaldi	$\log(N)$	$\log(N)$	1	Low
POA	$\log(R)\log(N)^a$	$\log(R)$	$3t\log(R)$	High

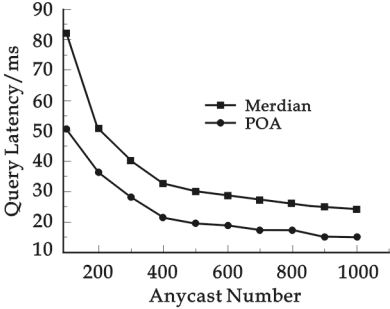


Fig. 6 Query latency of POA and Meridian

5 Conclusion

POA is a distributed overlay anycast service model that allows clients to find nearby or unload servers. We achieve scalability by maintain a small number of neighbors in concentric rings. POA uses client-centralized on-demanding probing instead of overlay-node-centralized like Meridian which is the best on-demanding probing method currently. Analysis and simulation shows that the query latency is significantly cut down. Moreover POA gossip protocol is convergent quickly. This property make anycast packets to find nearest server

more accurate, when new servers join the system frequently or the network fluctuate frequently. Simulation shows that POA achieves the goals of global anycast and can be a basic building block for most of applications in the Internet.

References

[1] HINDEN R, DEERING S. IP Version 6 Addressing Architecture [J/OL]. <http://www.ietf.org/rfc/rfc2373.txt>.

[2] ABLEY J, CANADA A, LINDQVIST K. RFC 4786-Operation of Anycast Services [J/OL]. [http://www.ietf.org/rfc/rfc4786.txt? number=4786](http://www.ietf.org/rfc/rfc4786.txt?number=4786).

[3] MA Z Y, ZHOU J, ZHANG L. Tunnel-based approach to scalable global IP-Anycast [J]. Journal of South China University of Technology (Natural Science), 2008, 36(4): 75-79.

[4] NG T S E, HUI Z. Predicting Internet network distance with coordinates-based approaches [A]. The INFOCOM 2002 Twenty-First Annual Joint Conference of the IEEE Computer and Communications Societies Proceedings IEEE [C], 2002: 170-179.

[5] DABEK F, COX R, KAASHOEK F, *et al.* Vivaldi: a decentralized network coordinate system [J]. ACM SIGCOMM Computer Communication Review, 2004, 34(4): 15-26.

[6] FRANCIS P, JAMIN S, JIN C, *et al.* IDMaps: a global Internet host distance estimation service [J]. IEEE/ACM TRANSACTIONS ON NETWORKING, 2001, 9(5): 525.

[7] WONG B, SLIVKINS A, SIRER E G. Meridian: a lightweight network location service without virtual coordinates [A]. Proceedings of the SIGCOMM 05 [C]. New York, NY, USA: ACM, 2005: 85-96.

[8] FREEDMAN M J, LAKSHMINARAYANAN K, MAZI RES D. OASIS: anycast for any service [A]. Proceedings of the 3rd USENIX/ACM Symposium on Networked Systems Design and Implementation [C]. San Jose, CA, 2006.

[9] KARGER D R. Finding nearest neighbors in growth-restricted metrics [A]. Proceedings of the Thirty-Fourth Annual ACM Symposium on Theory of Computing [C]. ACM New York, NY, USA, 2002: 741-750.

[10] RATNASAMY S, FRANCIS P, HANDLEY M, *et al.* A scalable content-addressable network [A]. Proceedings of the 2001 SIGCOMM Conference [C]. ACM New York, NY, USA, 2001: 161-172.

[11] VIVEK V, PAUL F. On the difficulty of finding the nearest peer in p2p systems [A]. Proceedings of the 8th ACM SIGCOMM Conference on Internet Measurement [C]. Vouliagmeni, Greece: ACM, 2008.

[12] JOE A, WILLIAM F. AS112 Project Home Page [M]. 2006:11.

中图分类号:TE357.7 文献标识码:A

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0024-05

USING CRYSTAL BALL TO IMPROVE R&D INVESTMENT DECISIONS

HE Bao-cheng, JIANG Hong-tao, HE Bao-yuan
(School of Management, Shaanxi Univerisity of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

Abstract: As for R&D investment, the conventional discounted cash flow (DCF) methods fail to consider the value of managerial flexibility provided by R&D projects. Real options analysis (ROA) offers a superior way of capturing the value of flexibility, but ROA can't effectively deal with the volatility of parameters in itself under high uncertain circumstance. Monte Carlo simulation can settle the parameters volatility problems, while it usually need very complicated computer programming languages to solve arithmetic problems. Basing on ROA theory, applying Monte Carlo simulation method, this paper uses Crystal Ball to improve R&D investment decisions. The case study proves that Crystal Ball can deal with R&D decision effectively under high uncertainty.

Key words: R&D investment; real options analysis; Monte Carlo simulation; Crystal Ball

CLC Number: F224.0 **Document Code:** A

0 Introduction

The new product pipelines have largely fueled the future growth for the companies. The financial value on R&D project is difficult to assess because they are subject to considerable uncertainty. R&D projects face both technological and market uncertainties. Technological uncertainties stem from the inability of researchers to guarantee the safe and effective products that can accord with the technology standards such as ISO14000 and the customers' satisfaction. Market uncertainties concern the volatility of the future value of a product during the R&D phase and commercialization phase, which may involve the changes of investment cost, revenue, market reduction, economic downturn, and so on. Therefore, market uncertainty implies that a new product's technical success is no guarantee of commercial success.

There is so much uncertainty during R&D process that we need more scientific methods to solve the R&D' feasibility problems. The remainder of this paper is organized as follows. Section 2 constructs model such as real R&D options model, Monte Carlo simulation framework and Crystal Ball method for R&D investment decisions. The third section attempts to provide a good case study and the final section concludes.

1 Methodology and Model for R&D Investment Decisions

1.1 Real R&D options model

Real option is analogous to a financial "call" option^[1], which gives an investor the right, but not the obligation, to buy a valuable asset at a future (expiration) date and at a certain (exercise) price. Re-

* 收稿日期:2009-07-06
作者简介:贺宝成(1979—),男,河北省承德市人,讲师,硕士,研究方向:实物期权及数值分析模拟
基金项目:陕西科技大学校级自选项目(编号 ZX07—45)

al options theory expands the notion of option value to encompass non-financial, or so-called “real” investments^[2, 3]. In this context, the “option” corresponds to a small initial investment that creates the opportunity to make a larger subsequent investment. ROA is often viewed as a valuable managerial tool of flexibility and exploration in R&D investment. In this method, the value of R&D project is described in Eq. 1.

$$C(\text{the value of R\&D project}) = NPV(\text{net present value}) + V(\text{the value of real option}) \tag{1}$$

But the calculation of V is a great challenge, and the conventional way is to use the Black-Scholes formula. At time $0 \leq t \leq T$, with exercise price E , current asset price S , risk-free rate r , current asset price volatility σ , and expiry date T , and standard normal distribution function $N(x)$, Black-Scholes formula is given in Eq. 2^[4].

$$V = SN(d_1) - Ee^{-rT}N(d_2)$$

where

$$d_1 = \frac{\ln(S/E) + \left(r + \frac{\sigma^2}{2}T\right)}{\sigma\sqrt{T}} \quad d_2 = \frac{\ln(S/E) + \left(r - \frac{\sigma^2}{2}T\right)}{\sigma\sqrt{T}} = d_1 - \sigma\sqrt{T} \tag{2}$$

The major limitation of this model is that T, σ and E are fixed. It is somewhat unrealistic for R&D projects where timescales and exercise price is far more uncertain than what managers expect^[5, 6].

1.2 Monte Carlo simulation framework

Copeland and Antikarov applied Monte Carlo simulation into estimating volatility parameter in ROA^[7]. Monte Carlo simulation randomly generates values for uncertain variables, over and over again. For each uncertain variable (in Black-Scholes model, S, E, r, T and σ are uncertain), it can reproduce its possible values with a probability distribution. The type of distribution selected is based on the conditions surrounding and usually includes normal, triangular, uniform and so on.

The simulation model allows users to run thousands of iterations of the model quickly and summarizes the entire range of possible outcomes efficiently. The expected value of the model calculation can be the outcome of the investment decision and the output can be presented in various graphical and tabular formats. The dynamic response of the model to risk may provide practitioners with valuable insights into the relationship between outcomes and uncertain inputs. But the complicated computer programming languages to solve arithmetic problems in Monte Carlo simulation is a big challenge for the decision-makers.

1.3 Crystal Ball

Crystal Ball is an easy-to-use Excel add-in designed to help all levels of spreadsheet modelers perform Monte Carlo simulation^[8]. Crystal Ball lets users define probability distributions on uncertain model variables, and then uses simulation to generate random values from the defined probability ranges. Spreadsheet modelers can create and analyze thousands of alternate scenarios and quantify their level of risk for any given scenario. You can apply Crystal Ball to spreadsheet models, and the enhancements provided by Crystal Ball do not alter the formula or functions of the original spreadsheet. Crystal Ball also includes seven wizard-driven add-ins that can assist in setting up and analyzing models.

2 An Application Example Using Monte Carlo Simulation with Crystal Ball

Supposing a new product R&D project needing \$1 000 000 original investment, with 0 year R&D phase (R&D project is made of two phases: R&D phase and commercialization phase). After the success of R&D, we can get the summation of certain net present value (NPV) is \$950 000 during the for-

mer 2 years in the commercialization phase. Owing to the fierce market competition, the upgrade of products will come into being in all probability after the 2 years of commercialization. Basing on the prevenient investment and technology accumulation, we need \$1 000 000 additional investment to get the upgrade of products. And the annual net cash flow is \$700 000 in succession for 3 years after the success of upgrade of new products. However, because of big uncertain of the market conditions, T , r and σ on the additional investment are uncertain. We make the following assumption: $T \sim \text{Uniform}[1.5, 2.5]$; $\sigma \sim \text{Uniform}[0.06, 0.14]$; $r \sim \text{Uniform}[9\%, 11\%]$.

2.1 The traditional deterministic solution to the problem

The traditional deterministic model would calculate the discounted cash flows associated with R&D to show whether the deal should be accepted (positive net present value, NPV) or rejected (negative NPV). In this case, $NPV = -1\,000\,000 + 950\,000 = -50\,000$, since NPV is negative, the R&D project should be rejected. DCF method can not deal with the evaluation under high uncertain. Due to the existence of uncertain on additional investment' variable parameter T , σ , and r , DCF method can not calculate and evaluate the value of uncertainty in project, and the project must be rejected. However, if the new product has immense commercial opportunity, the decision will be unscientific, and the company may lose the superiority for new product competition.

2.2 Monte Carlo simulation with Crystal Ball

As for σ , T , r follow uniform distributions in the former assumption, the fluctuation of parameter can be simulated by Monte Carlo simulation, basing on ROA and using Crystal Ball software.

2.2.1 Applying Crystal Ball

Before using Crystal Ball, we need construct an Excel spreadsheet model that represents Black-Scholes formula(Tab. 1). In this model, we mainly consider three major uncertain areas: σ , T , r . Once the model is complete, we can launch Crystal Ball and Excel through the Windows start menu.

Tab. 1 The Black-Scholes formula constructed in Excel spreadsheet

	A	B
1	Black - Scholes formula	
2	Outcome	=B5* NORMSDIST(B10) - B7*EXP(-B9*B8)*NORMSDIST(B11)
3	The value of real option(V)	
4	Variables	
5	Current asset price (\$)	109.312
6	Volatility (σ)	
7	Exercise price (E)	100
8	Expiry date (T)	
9	Risk-free rate (r)	
10	d1=	
11	d2=	

= (LN(B5/B7) + (B9 + POWER(B6,2)/2)*B8)/(POWER(B8,1/2)*B6)

= B10 - B6*POWER(B8,1/2)

2.2.2 Defining Crystal Ball assumptions

In Crystal Ball, probability distributions are referred to assumptions and are used to define the uncertainty or variability in any model input. As for parameters σ , T , r are represented by cell:B6, cell:B8 and cell:B9 in Tab. 1 respectively, we can click on the define assumption button on the tool bar and define these parameters as uniform distributions. The outcome is shown by Fig. 1.

2.2.3 Defining a Crystal Ball forecast

After defining all the assumptions in the model, we need to define the outputs or forecasts, which we want to examine with Crystal Ball. In this model our primary concern is the value of real option(V), we select the cell: B3, click on the define forecast button to open the define forecast dialog, enter the value of real option(V) name, and click on OK.

2.2.4 Setting the simulation run preferences

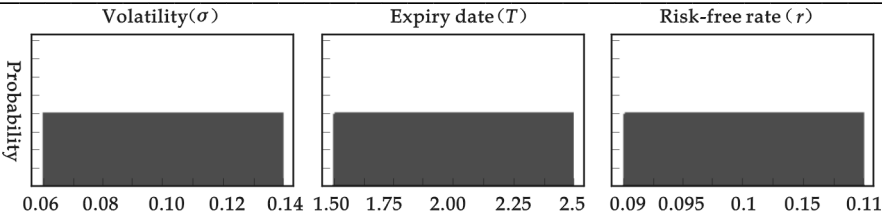


Fig. 1 Assumption for parameters σ , T and r

Crystal Ball gives us full access to the simulation controls. These settings include the number of trials to run, what sampling method to use (Monte Carlo or Latin Hypercube), ways to increase the speed of simulations, and precision control, a method of confidence testing that lets you achieve a desired level of precision in your forecasts based on simulation statistics. In this paper, we choose 5 000 trials and use Monte Carlo simulation method.

2.2.5 Running the simulation and analyzing the crystal ball report

To run the simulation, click on the start simulation button on the tool bar. During the simulation, Crystal Ball runs as many trials as we request and saves the forecast values for later analysis. In this project, when Crystal Ball has completed 5 000 trials, we can get the Crystal Ball report shown in Tab. 2, Tab. 3 and Fig. 2.

The value of real option (V)' statistics shown in Tab. 2 illustrates that the mean, range minimum and range maximum are 27.55, 22.06 and 33.53 million respectively. That is to say, in the Monte Carlo simulation model with Crystal Ball, the mean of R&D' total value $= -5 + 27.55 * (P/F, 18\%, 2) = -5 + 19.8 = 14.8$ million, and the minimum and maximum of R&D' total value are 10.8 and 19.1 million. They are all positive. Furthermore, analysising Tab. 3 and Fig. 2, we can draw the conclusion that the percentile value of the V between range minimum and range maximum is 100%. So the project should be accepted. It is completely different from the result calculated by DCF. It objectively proved that Monte Carlo simulation model with Crystal Ball can effectively deal with the volatility of parameters in ROA model^[9].

3 Conclusions

The DCF, ROA, Monte Carlo simulation and Crystal Ball are all R&D decision-making tools and methods. They are not interdependent, but closely linked. The relationships can be expressed by Fig. 3. In R&D decision-making, DCF is the basis for decision, ROA is the improvement on DCF, Monte Carlo

Tab. 2 The value of V' statistics simulated 5 000 trials

Statistics	Value	Statistics	Value
Trials	5 000	Skewness	0.04
Mean	27.55	Kurtosis	2.06
Median	27.56	Coeff. of Variability	0.09
Mode	—	Range Minimum	22.06
Standard Deviation	2.51	Range Maximum	33.53
Variance	6.29	Mean Std. Error	0.04

Tab. 3 The distribution percentile of V simulated 5 000 trials

Percentile	Value	Percentile	Value
10%	24.22	60%	28.38
20%	25.06	70%	29.14
30%	25.90	80%	29.94
40%	26.75	90%	30.92
50%	27.56	100%	33.53

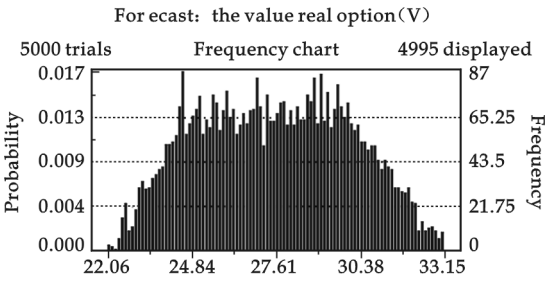


Fig. 2 The distribution graph of V simulated 5 000 trials

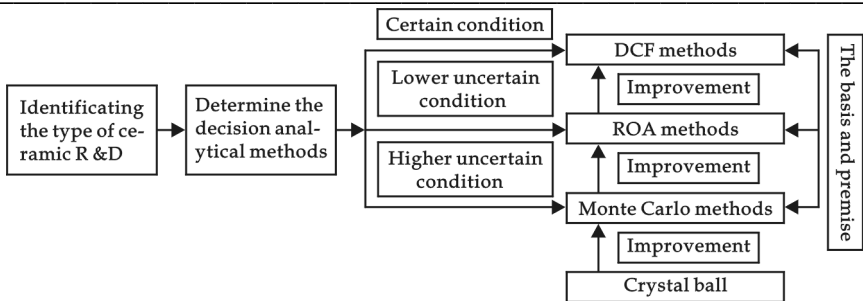


Fig. 3 The relationship among DCF, ROA, Monte Carlo simulation and Crystal Ball in R&D decisions

simulation is the improvement on ROA especially for the parameters volatility problems, and Crystal Ball can help Monte Carlo simulation solve complicated arithmetic problems effectively. In conclusion, Monte Carlo simulation with Crystal Ball can be more scientific solution to the high uncertainty circumstance for R&D decision-making.

References

- [1] Pennings E., Lint O. The option value of advanced R&D [J]. European Journal of Operational Research, 1997, 103: 83-94.
- [2] Cox J., Ross S. A., Rubinstein M. Option pricing: a simplified approach[J]. Journal of Financial Economics, 1979, 7: 229-264.
- [3] James E. Smith, Robert F. Nau. Valuing risky projects: option pricing theory and decision analysis[J]. Management Science, 1995, 41:795-816.
- [4] Black F., Scholes M. The pricing of options and coporate liabilities[J]. Journal of Political Economy, 1978, 81:637-654.
- [5] Paxson D. A. Introduction to real R&D options[J]. R&D Management, 2001, 31:109-113.
- [6] A Dixit, R Pindyck. Investment Under Uncertainty[M]. Princeton University Press, 1994.
- [7] Copeland T., V. Antikarov. Real Options: a Practitioner's Guide[M]. New York: Texere, 2001.
- [8] Alkinson, Stanley M., Charles F. Kelliher. Capital budgeting decisions using Crastal Ball[J]. Cornell Hotel and Restaurant Administration, 1997, 12:20-27.
- [9] Arnd Huchzermeier, Christoph H. Loch. Project management under risk: using the real options approach to rvaluate flexibility in R&D[J]. Decision Analysis, 2001, 47: 85-101.

水晶球模拟在 R&D 决策中的运用

贺宝成, 江红涛, 贺宝元

(陕西科技大学管理学院, 陕西 西安 710021)

摘要:研究与开发(Research and Development, R&D)投资、传统贴现现金流量(Discounted Cash Flow, DCF)方法忽略了项目自身管理弹性的价值;实物期权虽能较好地捕捉管理弹性的价值,却未能有效解决高度不确定环境下参变量的波动性问题;蒙特卡罗模拟能解决参变量的波动性问题,但需要复杂的计算机程序来解决算法问题。作者在分析实物期权的基础上,运用蒙特卡罗理论,使用水晶球软件来进行 R&D 决策分析。通过实例证明,水晶球模拟方法可以更为科学有效地解决高度不确定条件下的 R&D 决策问题。

关键词:研发投资;实物期权;蒙特卡罗模拟;水晶球

中图分类号:F224.0

文献标识码:A

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0029-04

柔版显示器用 TiO_2 的制备及其在四氯乙烯中的分散

伍媛婷, 王秀峰

(陕西科技大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

摘要:以硫酸钛为原料,采用 Pechini 溶胶-凝胶法制备出了适于柔版显示器用的 TiO_2 白色显色颗粒,并用 XRD、SEM 等技术进行了表征,结果表明所制备的 TiO_2 为球形颗粒,煅烧温度为 $600\text{ }^\circ\text{C}$ 时获得了 100 nm 大小的锐钛矿相 TiO_2 ,煅烧温度为 $900\text{ }^\circ\text{C}$ 时则为 300 nm 金红石相 TiO_2 . 采用十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)、十二烷基苯磺酸钠(SDBS)、司盘-60(span-60)为分散剂,考察了单一分散剂和复合分散剂的种类与用量对 TiO_2 颗粒在四氯乙烯溶液中的分散率及分散稳定性的影响,结果表明复合分散剂 SS 及 CS 的分散率曲线具有离子型表面活性剂出现极大值的特征;相对于单一分散剂,SS、CS 分散率取得极大值时分散剂的用量更小.

关键词:柔版显示器; TiO_2 ; 四氯乙烯; 分散剂

中图分类号:TN104.3

文献标识码:A

0 引言

基于电子墨水的柔版显示器件具有易实现大面积显示、良好的可视性、便于携带、成本低、无污染等优点,成为显示器件发展的一个热点. 电子墨水(Encapsulated Electrophoretic Ink)是一种新型的柔性显示材料^[1,2],自美国麻省理工学院媒体实验室于 2001 年提出这个概念以来,已引起了广泛兴趣^[3-6].

TiO_2 介电系数高、折射率高、色泽洁白、化学稳定性好,是一种理想的电子墨水白色显色颗粒. 球形实心 TiO_2 颗粒电泳阻力小,也可以避免由于实际重心与外形中心不一致而引起的颗粒自旋,更有利于粒子在溶液中的显色和电泳,虽然 TiO_2 颗粒的密度较大,但完全可以通过包裹来改善^[7,8]. Pechini 溶胶-凝胶法^[9-11]是以柠檬酸为金属离子络合剂的改进的溶胶凝胶方法. Pechini 溶胶-凝胶法制备无机物粉体所用的原料通常为廉价的金属盐,制备周期短,产率比较高,而且工艺设备简单,所制备无机物粉体纯度高、易于形成完整的球形实心颗粒. 电子墨水水中存在的最大问题在于响应时间和寿命,关键在于显色颗粒在分散介质中的分散稳定性. TiO_2 颗粒在分散介质中的分散受到各种因素的制约,其中起主要作用的因素是分散剂的种类^[12].

1 实验方法

1.1 TiO_2 粉体的制备

将 50 mL 一定比例的去离子水和无水乙醇的混合溶液加入烧杯,加入一定量的一水柠檬酸、硫酸钛和聚乙二醇(平均相对分子质量为 $5\,500\sim 7\,500$),搅拌溶解,在 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴蒸发至湿凝胶, $130\sim 140\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下进行干燥发泡形成干凝胶,干凝胶分别经 $600\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $900\text{ }^\circ\text{C}$ 煅烧得到疏松的 TiO_2 粉体.

* 收稿日期:2009-08-20

作者简介:伍媛婷(1981—),女,江西省南康市人,讲师,硕士,研究方向:显示材料与技术

基金项目:国家自然科学基金项目(50372038)、陕西科技大学自选科研项目(ZX08-10)

1.2 TiO₂ 粉体的表征

采用光学显微镜(CMM-55E)观察干凝胶的形貌;用 STA409PC 型热分析仪测定粉体的 TG-DTA 曲线;用 D/max-2200PC 型 X 射线衍射仪对不同煅烧温度下的样品进行物相和晶型分析,CuK α 作为激发光源;用 JSM-6460 型场发射扫描电子显微镜观察样品的形貌及颗粒尺寸.

1.3 TiO₂ 粉体的分散实验

将不同质量的单分散剂及复合分散剂溶解于四氯乙烯中,加入 100 mg TiO₂(m),经 15 min 的超声波振荡后倒入事先准确称量的一组试管中(m_1),竖直静置 24 h,观察悬浮液的稳定情况,倒出试管中的悬浮液,将试管连同沉淀的 TiO₂ 颗粒一并放入烘箱,干燥后称其质量(m_2),则 $m_2 - m_1$ 为未分散的 TiO₂ 颗粒,以 $(m - m_2 + m_1)/m$ 表征分散率.

2 结果与讨论

2.1 光学显微镜分析

图 1 为干凝胶的光学显微照片,由实验可知干凝胶是类似泡沫状的疏松脆性物质.由图 1 可知,干凝胶呈多孔的网络结构,孔与孔之间拉成丝状进行连接.

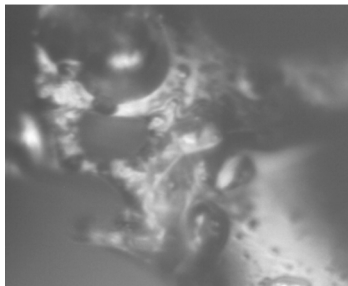


图 1 干凝胶的光学显微照片($\times 400$)

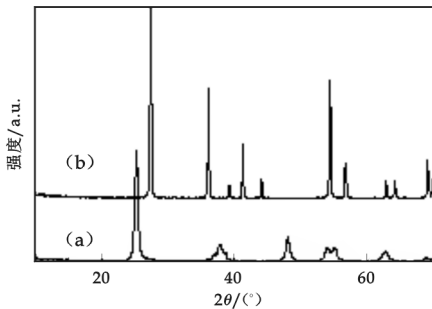


图 2 不同煅烧温度下 TiO₂ 粉体的 XRD 图
(a) 600 °C, (b) 900 °C

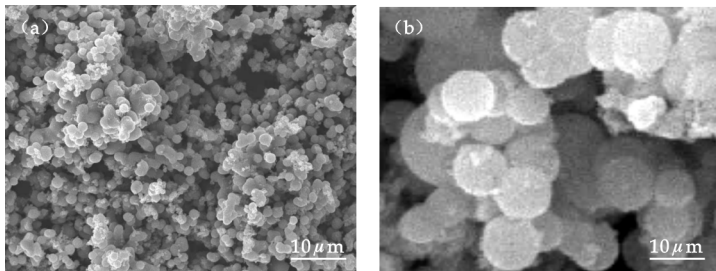


图 3 不同煅烧温度下 TiO₂ 粉体的 SEM 照片
(a) 600 °C, (b) 900 °C

2.2 XRD 分析

图 2 是干凝胶分别经 600 °C、900 °C 煅烧所得粉体的 XRD 图.可以看出,经 600 °C 煅烧后的粉体其 XRD 图表现出明显的锐钛矿型衍射峰,而当煅烧温度为 900 °C 时,所有特征峰位置与标准粉末衍射卡(anatase-TiO₂ 21-1272)的衍射峰位置完全一致.由 XRD 衍射峰估算 TiO₂ 粉体晶粒大小(L),取最强特征峰的半峰宽值,利用谢

乐公式 $L = 0.89\lambda / \sigma \cos\theta$ (其中 λ 为入射波波长(1.540 6 Å), θ 为衍射角, σ 为半峰宽)求得 600 °C、900 °C 煅烧所得粉体晶粒大小分别为 15.4 nm、38.5 nm.

2.3 SEM 分析

图 3 是不同煅烧温度下 TiO₂ 粉体的 SEM 照片.由图 3 可知,600 °C、900 °C 煅烧所得 TiO₂ 均为球形颗粒,煅烧温度为 600 °C 时,颗粒具有较好的分散性,当煅烧温度升高至 900 °C 时,粉体团聚程度增加,颗粒大小分别为 100 nm、300 nm,颗粒大小是 XRD 计算所得晶粒尺寸的 6~8 倍,可推断所得 TiO₂ 颗粒是由多个晶粒组成,颗粒大小随煅烧温度的升高而增大.

2.4 分散剂种类和用量对分散率及分散稳定性的影响

分散剂的种类和用量与 TiO₂ 颗粒在四氯乙烯溶液中的分散率之间的关系曲线如图 4 所示,其中 SS 表示质量比为 1 : 1 的 SDBS 和 span-60 的混合物,CS 表示质量比为 1 : 1 的 CTAB 和 span-60 的混合物.由图 4 可知,分散率随 span-60 用量的增加而单调地增大,在 CTAB、SDBS、SS 及 CS 体系中分散率随分散剂用量的增加出现极大值,这种分散率曲线上出现极大值的现象是离子型表面活性剂的特征.相对单分散剂 SDBS 和 CTAB,SS、CS 分散率曲线上极大值所对应的横坐标位置向左移动,最大分散率减小.

由离子型表面活性剂与非离子型表面活性剂复配的复合分散剂 SS 和 CS 与单分散剂体系相比较,其悬浮液的表面活性增加,界面张力和临界胶团浓度降低,但是最低表面张力却增大了,所以 SS、CS 体系达到最大分散率时分散剂的总质量比单分散剂 SDBS、CTAB 体系更小.

分散剂的种类和用量与 TiO₂ 颗粒在四氯乙烯溶液中的分散稳定性之间的关系如表 1 所示.由表 1 可知,在 SDBS、CTAB、span-60 及 SS 体系中,分散稳定性随分散剂用量的增加而呈现出由差到好再变差的现象.CS 体系中均呈现出好的分散稳定性.

CTAB 为阳离子表面活性剂,分散剂电荷端基吸附于负电性粒子表面,碳氢链留在介质中而起到稳定的作用.SDBS 为阴离子表面活性剂,这类分散剂的阴离子吸附于粒子表面使其带有负电荷,粒子间的静电排斥作用使分散体系得以稳定.当 CTAB 和 SDBS 的加入量过小时,颗粒表面吸附的分散剂的量过少,分散效果较差,悬浮的吸附了分散剂的颗粒胶团间也容易相互吸引而形成大胶团,出现絮状物,当加入量过大时,过量的自由分散剂也容易发生桥连或缺絮凝,出现再团聚现象,分散效果较差,悬浮液中也将出现絮状物.

3 结论

(1)采用 Pechini 溶胶-凝胶法制备了适于柔版显示器用的 TiO₂ 白色显色颗粒.500 ℃时 TiO₂ 由无定形转化为锐钛矿相,800 ℃时 TiO₂ 由锐钛矿相转化为金红石相.

(2)煅烧温度为 600 ℃、900 ℃时所得粉体均为球形颗粒,分散性好,颗粒大小分别为 100 nm、300 nm,粉体颗粒由多个晶粒组成.

(3)采用 CTAB、SDBS、span-60、CS 和 SS 为分散剂,在 CTAB、SDBS、CS 及 SS 分散体系中分散率均出现极大值;相对单分散剂 SDBS 和 CTAB,SS、CS 分散率曲线上极大值所对应的分散剂的用量减小.在 SDBS、CTAB、span-60 及 SS 体系中,分散稳定性较差,CS 体系中均呈现出好的分散稳定性.

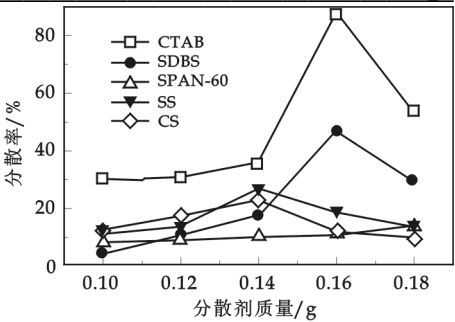


图 4 分散剂的种类和用量对 TiO₂ 粉体分散率的影响

表 1 分散剂的种类和用量与分散稳定性的关系

分散剂 的种类	分散剂的用量/g				
	0.10	0.12	0.14	0.16	0.18
SDBS	++	+++	+++	++++	++
CTAB	+	++	++	++++	++
Span-60	++++	+++	+++	++	++
SS	++++	++	++	++	++
CS	++++	++++	++++	++++	++++

注: + 表示絮状物较多; ++ 表示分层, 少许絮状物; +++ 表示较稳定, 少许絮状物; ++++ 表示稳定.

参考文献

[1] Yu Rong, Hong-zheng Chen, Han-ying Li, *et al.* Encapsulation of titanium dioxide particles by polystyrene via radical polymerization[J]. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 2005, 253: 193-197.

[2] 李晓霞, 许鹏程. 掺杂硫酸浓度对聚苯胺膜性能的影响[J]. 电子元件与材料, 2006, 25(30): 27-29.

[3] Joseph M Jacobson, Paul S Drzaic, Ian D Morrison. Electronicphoretic displays using nanoparticles[P]. US: 6323989, 2001.

[4] 郭慧林, 王允韬, 刘 曙. 电子墨水的组成及制备方法[J]. 功能材料, 2003, 34(4): 386-389.

- [5] Robert A. H., Feenstra B. J. Video-speed electronic paper based on electrowetting[J]. Nature, 2003, 425: 383-385.
- [6] 王建平, 赵晓鹏. 蓝色电子墨水微胶囊的制备及其电场响应行为[J]. 液晶与显示, 2004, 19(6): 434-439.
- [7] Schubert H. Suspension for use in electrophoretic image display systems[P]. US: 5380362, 1995.
- [8] 刘付胜聪, 肖汉宁, 李玉平, 等. 纳米 TiO_2 表面吸附聚乙二醇及其分散稳定性的研究[J]. 无机材料学报, 2005, 20(2): 310-316.
- [9] Hai Guo, Min Yin, Ning Dong, *et al.* Effect of heat-treatment temperature on the luminescent properties of Lu_2O_3 : Eu film prepared by Pechini sol-gel method[J]. Appl. Surf. Sci., 2005, 243(1-4): 247-252.
- [10] 黄国军, 黄新友. Pechini 法制备超细 BST 粉体及其陶瓷的研究[J]. 电子元件与材料, 2006, 25(10): 47-49.
- [11] Dhagea S. R., Renu Pasrichab, Ravi V. Synthesis of ultrafine TiO_2 by citrate gel method[J]. Mater. Res. Bulletin, 2003, 38(11-12): 1 623-1 628.
- [12] 李 玲. 表面活性剂与纳米技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 164-167.

PREPARATION AND DISPERSION OF TiO_2 POWDERS OF ADAGIO DISPLAY

WU Yuan-ting, WANG Xiu-feng

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

Abstract: TiO_2 powders used in adagio display were prepared by Pechini sol-gel process with $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ as starting material. The powders were characterized by XRD and SEM. The results show that prepared TiO_2 particles are spherical particles. The TiO_2 powders are anatase about 100 nm calcined at 600 °C, and rutile about 300 nm calcined at 900 °C. CTAB, SDBS and span-60 were used as dispersant. The dispersivity and dispersive stability varied with the species and amount of dispersants were particularly studied. The results show that the maximum appears in the dispersivity curves of SS and CS, and have less dispersant dosage than single dispersant.

Key words: adagio display; TiO_2 ; tetrachloroethylene; dispersion

日本横河电机株式会社应邀派代表来我校考察

应我校副校长曹巨江教授邀请,10月9日下午,全球著名的测量测试、工业自动化控制和信息系统企业——日本横河电机株式会社事业部部长丸山孝生一行三人来我校考察科技合作情况。

曹巨江在逸夫楼第一会议室接见来宾并进行了亲切座谈,科技处、校办、招就处、造纸工程学院和电气与信息工程学院负责人参加了座谈会。在曹巨江副校长对我校近年来的发展情况作了简要介绍后,科技处处长董继先等人分别介绍了我校在造纸工艺、设备、自动控制及废水处理等方面的科研和人才优势,丸山孝生部长也详细介绍了企业的基本情况、发展历史、产品类型、主要技术及取得的成绩,宾主双方就感兴趣的问题和可能开展的合作进行了深入交流。座谈中丸山孝生还转达了日本纸业巨头王子造纸公司欲招聘我校毕业生的意愿,并代为询问了我校轻化工程、过程装备与控制、电气工程及其自动化等相关专业的培养情况。在友好、坦诚的交流中,双方加深了相互了解,对校企在造纸控制、工艺及人才培养等方面进一步的合作充满希望。

日本横河电机株式会社(YOKOGAWA)创建于1915年,在29个国家和地区拥有83家子公司。与中国产业界的关系源远流长,是同行业中最早进入中国市场的外资企业。自1957年在中国开展经营活动至今已在国内开设3家独资公司、6家合资企业。

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0033-03

钐掺杂二氧化钛粉体的制备及其光催化降解性能研究

卢靖, 黄剑锋, 吴建鹏, 曹丽云
(陕西科技大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

摘要:采用微波水热法,以钛酸丁酯和氯化钐为原料,在冰醋酸催化作用下,制备出钐掺杂二氧化钛粉体.用 XRD 对所制备的粉体进行了表征,并以甲基橙染料为目标降解物,考察了钐掺杂量对粉体光催化降解性能的影响.结果表明,微波水热法最佳制备工艺是:1%wt 钐掺杂,170℃下微波水热 30 min 后于 80℃干燥 24 h.钐掺杂二氧化钛的光催化降解能力显著高于纯 TiO₂,且随掺杂量的增加而增长,当钐掺杂量达 1%时,光催化降解能力趋于稳定.

关键词:Sm³⁺ 掺杂; TiO₂ 粉体; 光催化降解; 微波水热法

中图分类号:X131.2 **文献标识码:**A

0 引言

纳米 TiO₂ 因其比表面积大、光催化性能好、抗紫外线能力和热导性较强而被广泛应用于涂料、传感器、功能陶瓷、防晒化妆品以及化纤等领域^[1].近年来随着全球环境污染的日益严重,利用半导体光催化降解有机污染物也引起了人们的广泛关注,其中研究最多的是纳米 TiO₂ 光催化技术^[2].为了提高纳米 TiO₂ 光催化效率,国内外研究者采用了多种方法对其进行改性.根据对纳米 TiO₂ 光催化机理和催化剂晶体结构等的理论研究发现:多种过渡金属掺杂可在纳米 TiO₂ 晶格中引入缺陷位置或改变结晶度,从而减少光生电子与空穴的复合,提高催化降解效率^[3].本研究以钛酸丁酯、氯化钐、无水乙醇、冰醋酸等为原料,采用微波水热法制备出一种新型稀土掺杂的 TiO₂ 粉体,通过改变实验条件确定了粉体的最佳制备工艺,并分析了稀土掺杂与光催化性能的关系.

1 实验

1.1 Sm³⁺ 掺杂 TiO₂ 粉体的制备

将钛酸丁酯与无水乙醇按一定比例混合得到溶液 A;另将一定量的氯化钐溶于乙醇水溶液中,逐滴加入冰醋酸得到溶液 B.将溶液 A 与 B 混合均匀置于反应釜的聚四氟乙烯内衬中,并将其装入 MDS-6 型微波水热反应仪中,分别调节微波水热仪参数如表 1 至表 4 所示.

表 1 微波水热仪的控温方案 1

步骤	温度/℃	时间/min	功率/W
1	40	3	1
2	60	2	1
3	80	2	1
4	100	35	1

表 2 微波水热仪的控温方案 2

步骤	温度/℃	时间/min	功率/W
1	40	3	1
2	60	2	1
3	80	2	1
4	100	2	1
5	130	35	2

表 3 微波水热仪的控温方案 3

步骤	温度/℃	时间/min	功率/W
1	40	3	1
2	70	2	1
3	100	2	1
4	130	2	2
5	150	35	2

表 4 微波水热仪的控温方案 4

步骤	温度/℃	时间/min	功率/W
1	40	3	1
2	80	2	1
3	120	2	2
4	150	2	2
5	170	35	2

* 收稿日期:2009-07-10
作者简介:卢靖(1981-),女,河南省清丰县人,在读博士生,研究方向:材料物理与化学

反应结束得到溶液与粉体的混合物,将所得混合物放入 80 ℃烘箱中 24 h,研磨即得到产物.

1.2 粉体的结构及性能表征

用 X 射线衍射仪(CuK α 射线)测试钐掺杂二氧化钛粉体的晶相.

通过甲基橙溶液的降解程度即脱色率来衡量钐掺杂二氧化钛的催化活性,并与相同浓度二氧化钛的催化降解能力作对比实验.配置浓度为 20 mg/L 的甲基橙溶液,将不同钐掺杂量的二氧化钛粉体加入溶液,在可见光下照射不同时间,混合物离心分离,取上层清液置于 752 紫外可见分光光度计中,在甲基橙的最大吸收波长($\lambda=464.8$ nm)测定试样的吸光度,通过下列公式计算脱色率与吸光度的关系^[4].

$$\eta=\frac{A_0-A_t}{A_0}\times 100\%$$

式中 η 为脱色率, A_0 为光照前的吸光度, A_t 为光照 t 时间时的吸光度.

2 结果分析与讨论

2.1 微波水热温度对粉体制备的影响

微波水热温度控制如表 1 至表 4 所示为逐级升温加热过程,各温度阶段作用不同,温度最高、时间最长的一步比较关键,粉体的晶化主要在这一温度阶段形成.本实验重点考察晶化温度对产物的影响,保持晶化时间为 35 min,钐掺杂量为 1%,改变温度,分别在 100 ℃、130 ℃、150 ℃、170 ℃ 条件下进行晶化处理.用 XRD 对所制备的粉体进行表征,结果如图 1 所示.微波水热温度在 100 ℃ 和 130 ℃ 时产物是一种凝胶状物质,并未出现晶相.当反应温度为 150 ℃ 时锐钛矿型 TiO_2 晶体已形成,且出现了 1 个 $\text{Sm}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ 比较明显的衍射峰,说明此时钐掺杂二氧化钛粉体已开始出现.继续升温至 170 ℃ 二氧化钛衍射峰更加尖锐,同时在 $\text{TiO}_2(101)$ 晶面旁出现 $2\theta=27.5^\circ$ 钐的特征衍射峰,这说明当水热温度达到 170 ℃ 时,钐掺杂二氧化钛的反应充分,晶粒发育较完整.同时可观察到 1% 的钐掺杂已进入 TiO_2 晶格中形成 $\text{Sm}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$,但掺杂并未改变 TiO_2 的晶型.

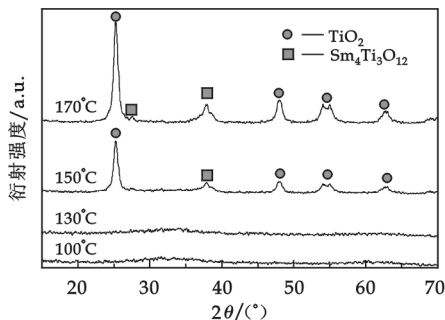


图 1 不同微波水热温度制备 Sm^{3+} 掺杂 TiO_2 粉体的 XRD 图

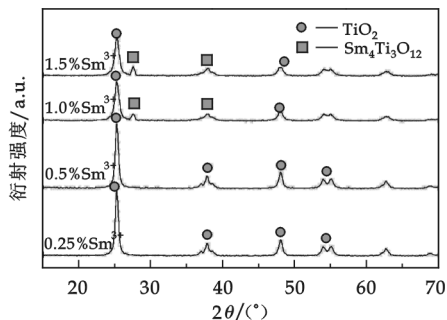


图 2 不同 Sm^{3+} 掺杂浓度制备 Sm^{3+} 掺杂 TiO_2 粉体的 XRD 图

2.2 钐掺杂量对粉体制备的影响

实验确定了钐掺杂量分别为 0.25%、0.5%、1% 和 1.5% 时产物的物相组成,如图 2 所示.当钐掺杂量为 0.25% 和 0.5% 时产物图谱中未发现钐的特征峰,分析原因主要是钐的掺杂量太小,且在粉体的制备、洗涤和处理环节不可避免的会造成一定的损失,这使得钐含量无法达到 X 射线衍射仪的检测限.当掺杂量大于等于 1% 时,在 2θ 等于 27.5° 和 37.94° 处分别出现了 $\text{Sm}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ 明显的衍射峰. 37.94° 处的衍射峰与 TiO_2 的 37.8° 的峰位置很接近,但仔细观察会发现两者的峰形有所不同,说明制备钐掺杂的二氧化钛粉体时稀土元素掺杂量大于等于 1% 时较合适.

2.3 钐掺杂量对催化降解性的影响

图 3 是不同浓度 Sm^{3+} 掺杂 TiO_2 光降解时间对甲基橙脱色率的影响图,从图 3 可看出光照时间达到

30 min 后甲基橙脱色率开始趋于平稳. 随着钐掺杂量的增加, 粉体催化染料降解的脱色率增加, 且掺杂后的粉体均显著大于单纯 TiO_2 的脱色率. 这是因为纯的 TiO_2 仅能在紫外光照射下催化有机物降解, 而紫外光仅占太阳光的 5% 左右, 这大大限制了 TiO_2 作为光催化剂的使用范围和效能^[5]; 当稀土元素掺杂入 TiO_2 后, 会使晶体的禁带变窄, 拓展了吸收光谱范围, 这使得 TiO_2 复合粒子光催化降解能力提升^[6]. 由此可见, 钐掺杂可以提高自然光下二氧化钛的催化能力.

当钐掺量达到 1.0% 后, 随掺量的增加脱色率增长缓慢, 光照 30 min 后掺量为 1% 和 1.5% 的复合粒子脱色率基本相当, 由此推测继续增加 Sm^{3+} 的掺量不再会明显提升光催化降解能力, 结合粉体制备条件的讨论得出最佳 Sm^{3+} 掺量为 1%.

3 结论

以钛酸丁酯、氯化钐为原料, 冰醋酸为催化剂, 微波水热条件可制备出钐掺杂二氧化钛粉体, 优化后的工艺参数是: 1% wt 钐掺杂, 170 °C 下微波水热 35 min, 离心分离后 80 °C 干燥 24 h.

以甲基橙为目标降解物, 实验所制备粉体为钐掺杂, 可使二氧化钛吸收光谱变宽, 具有比单纯二氧化钛更优越的光催化降解性能. 随着 Sm^{3+} 掺杂量的增加, 其光催化性能逐渐增大, 当掺量达到 1% 时, 光催化降解能力开始趋于稳定.

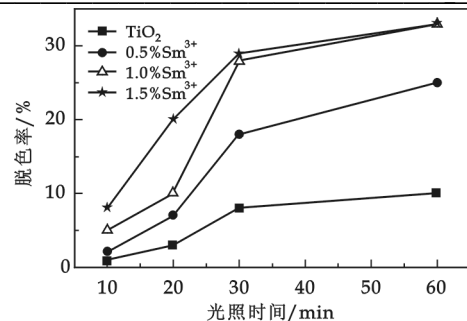


图 3 不同浓度 Sm^{3+} 掺杂 TiO_2 光降解时间与甲基橙脱色率关系曲线

参考文献

- [1] 菅盘铭, 夏亚穆, 李德宏, 等. 掺杂 TiO_2 纳米粉的合成表征及催化性能研究[J]. 催化学报, 2001, 22(2): 161-164.
- [2] 高 伟, 吴凤清. TiO_2 晶型与光催化活性关系的研究[J]. 高等学校化学学报, 2001, 22(4): 660-662.
- [3] 于向阳, 程继键, 杨 阳, 等. 稀土元素掺杂对 TiO_2 光催化性能的影响[J]. 华东理工大学学报, 2000, 26(3): 287-289.
- [4] 水 森, 岳林海, 徐铸德. 稀土铜掺杂二氧化钛的光催化特性[J]. 物理化学学报, 2000, 16(5): 459-463.
- [5] 余灯华, 廖世军. TiO_2 结构对光催化性能的影响及其提高的途径[J]. 环境污染治理技术与设备, 2003, 4(2): 44-48.
- [6] 苏碧桃, 张 彰, 郑 坚. Fe^{3+} 掺杂的 TiO_2 纳米复合粒子的合成及表征[J]. 化学学报, 2002, 60(11): 1 936-1 940.

PREPARATION OF CO^{3+} DOPED TiO_2 AND ITS PHOTOCATALYTIC PROPERTIES

LU Jing, HUANG Jian-feng, WU Jian-peng, CAO Li-yun

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

Abstract: Sm^{3+} doped TiO_2 nanopowders were prepared from tetra-n-butyl titanate and samarium compounds at 170 °C for 35 min by microwave hydrothermal processing. The powders were characterized by XRD after centrifugation and drying at 80 °C. The degradation of methyl orange dye was investigated for Sm^{3+} -doped titanium dioxide photocatalytic effect. The results show that with the increase of Sm^{3+} doped concentration in TiO_2 , the photocatalytic degradation of TiO_2 nanopowder increased. However, when the Sm^{3+} -doped 1% of capacity, the complex ability of photocatalytic degradation became almost unchanged.

Key words: doped Sm^{3+} ; TiO_2 nanopowder; photocatalytic; microwave hydrothermal

氮化温度对有机沉淀法制备 GaN 纳米粉体的影响

薛小霜, 王 芬, 崔 珊

(陕西科技大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

摘 要:首次报道了以硝酸镓($\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$)为原料,采用有机沉淀法在碱性条件下制备出含 Ga 的前驱体,将该前驱体在 $950\sim 1\,050\text{ }^\circ\text{C}$ 之间利用氨气(NH_3)直接氮化合成了 GaN 纳米粉体,并利用 X 射线衍射(XRD)、扫描电镜(SEM)和光致发光(PL)技术对所制备的 GaN 纳米粉体分别进行了物相组成、显微形貌和发光性能分析.结果表明:有机沉淀法制备的含 Ga 前驱体粉体在不同氮化温度下均生成了高纯度六方纤锌矿型 GaN 纳米粉体,其粒径小于 100 nm ,且均匀分散;随着氮化温度的增高,GaN 纳米粉体的颗粒度下降,结晶度增强; $1\,050\text{ }^\circ\text{C}$ 氮化合成的 GaN 纳米粉体发光性能最优异.

关键词:硝酸镓;有机沉淀法;GaN 纳米粉体

中图分类号: TN304.2⁺3

文献标识码: A

0 引言

氮化镓(GaN)材料优良的光、电性能受到了人们的青睐^[1,2],而 0 维 Ga 材料在制备量子点发光二极管、导电聚合物/量子点化合物以及大体积 GaN 器件中有着潜在的应用前景^[3,4].目前,国内外生长 GaN 器件大多采用 MOCVD、MBE、HVPE、磁控溅射等方法^[5,6],这些方法在制备 GaN 材料时,采用的原材料和工艺的不同,得到的 GaN 形貌也会不同.为了控制 GaN 材料的形貌,近年来,有研究者在生产 GaN 纳米粉体的实验中引入了量子点模板^[7,8],虽然 GaN 纳米粉体的形貌和尺寸得到了有效的控制,但模板的引入却带入了有害杂质,牺牲了材料的纯度.溶胶-凝胶法是一种有效的生长纳米颗粒材料的方法,可以制得结晶完好、粒径相对均匀、纯度高的 GaN 纳米粉体;而关于有机沉淀法制备 GaN 的报道还未见诸文献.

利用溶胶-凝胶法制备 GaN 时,原料大多采用有机镓,如 $\text{Ga}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ^[9]等,而利用无机镓制备 GaN 时一般采用硝酸镓($\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$),凝胶添加剂可以是柠檬酸^[6]或有机硅烷^[6,10,11]等,所制得的 GaN 纳米粉体粒径在 20 nm 以内.本实验模拟溶胶-凝胶生产含镓前驱体的条件,在碱性试液中制备了有机的含镓前驱体,属于一种创新.

本研究在碱性条件下利用 $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$ 有机沉淀制备了含 Ga 前驱体粉体,并对相同氮化时间、不同氮化温度下合成的 GaN 纳米粉体进行了详细研究,与其他方法相比,本法原料简单,有较好的推广应用价值.

1 实验过程

称取约 0.7 g $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$ (STREM CHEMICALS NEWBURYPORT MA 01950 USA,光谱纯)并溶解于 3 mL 水中,待完全溶解后添加 20 mL 乙醇,在搅拌的条件下以氨水调节 $\text{pH}=7.0\sim 7.5$,并在 KH-

* 收稿日期:2009-07-13

作者简介:薛小霜(1985-),女,江苏省泰州市人,在读硕士生,研究方向:纳米功能材料
基金项目:国家自然科学基金项目(50802057)、陕西科技大学科研启动基金项目

500DB 型超声仪中震荡 50 min,得到乳白色的胶状液,静置后,上层清液为乙醇,于 40 ℃干燥 3 d,研磨后得到含 Ga 前驱体粉体.部分试样于 400 ℃煅烧 4 h.

将含 Ga 的前驱体置于 GSL-1600X 高温管式炉内进行氮化处理,起始保护气体为 N₂(99.9%,流量 24 L/h),至 500 ℃时切换为 NH₃(99.9%,流量 16 L/h),氮化温度为 950~1 050 ℃,氮化 1 h 后切换为氮气,氮气保护冷却至 500 ℃后再随炉自然冷却即得到 GaN 试样.氮化温度分别为 950 ℃、1 000 ℃和 1 050 ℃.

采用 Rigaku(日本理学)D/max-2200Pc 型自动 X 射线衍射仪对合成粉体进行物相分析.测试条件:Cu 靶,Ka 射线(40 kV×40 A).采用 JSM-6700 冷场发射扫描电子显微镜观察试样的颗粒形貌.采用 PE LS55 型荧光分光光度计测试样品的光致发光性能.

2 结果和讨论

一般而言,溶胶-凝胶法制备 GaN 时采用有机镓,在乙醇的作用下生成含 Ga 的溶胶,而采用无机物 Ga(NO₃)₃为原料时大多采用酸性的柠檬酸、有机硅烷等充当凝胶剂.笔者认为这两种情况都影响了溶胶的性能,如柠檬酸(2-羟基丙烷-1,2,3-三羧酸)在工业上可作为发泡剂,实验过程中极易将气泡引入溶胶中,而有机硅烷一般在掺杂 Si 的条件下才会使用.笔者模拟有机镓溶胶的条件,以 Ga(NO₃)₃为原料,加入大量的乙醇,并以 NH₃作为 pH 调节剂,得到胶状乳白色絮状沉淀,该沉淀漂浮于溶液中.

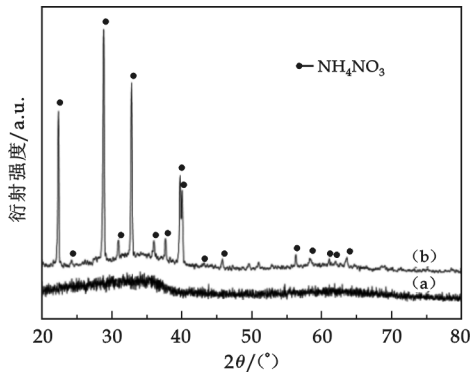


图 1 含 Ga 前驱体的 XRD 图

(a)400 ℃煅烧,(b)未煅烧

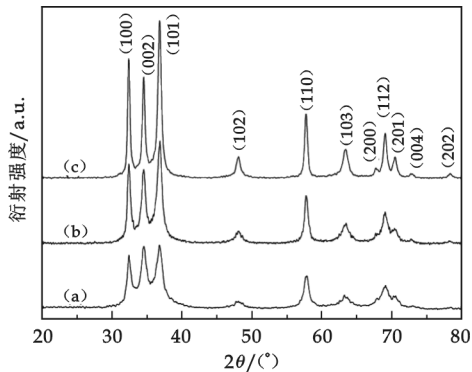


图 2 不同氮化温度的含 Ga 前驱体的 XRD 图

(a)950 ℃,(b)1 000 ℃,(c)1 050 ℃

2.1 物相分析

图 1 是碱性条件下有机沉淀法制得的含 Ga 前驱体的 XRD 衍射图.图 1(a)中除出现 NH₄NO₃ 的特征峰外,在峰的底部有一个明显的宽的峰包,说明干燥后的凝胶并未合成 Ga₂O₃ 粉末,而是形成了含 Ga 的非晶结构的有机物前驱体.

NH₄NO₃ 特征峰的出现是由于 NH₃ 在水解过程中形成的 NH₄⁺ 与溶液中的 NO₃⁻ 在低温 40 ℃干燥时不挥发,形成的 NH₄NO₃ 保存于含 Ga 的前驱体中所致.NH₄NO₃ 在 210 ℃就会发生分解,不会影响之后氮化生成 GaN 的反应.图 1(a)是含镓前驱体 400 ℃煅烧 4 h 的 XRD 图,400 ℃的煅烧条件会使前驱体中所含的有机杂质以及结合水和 NH₄NO₃ 都挥发,与图(b)相比,形状不变的峰包进一步证明了我们的预测,该前驱体是非晶结构的有机物.

图 2 是有机沉淀法制得的含 Ga 前驱体粉体在不同氮化温度下氮化 1 h 生成产物的 XRD 射线衍射图谱.可以看到氮化温度为 950 ℃、1 000 ℃和 1 050 ℃时氮化反应均生成了单相六方纤锌矿型 GaN,且随氮化温度的升高,其主晶面衍射峰的峰值都有明显的增大,峰形也更加尖锐,这说明氮化温度的升高可促进氮化反应的进行,结晶度增加.

对照 XRD 测试数据,3 个样品最高峰(101)面的半峰宽分别为 0.748°、0.635°和 0.532°,说明样品的颗粒度增大或者结晶程度变好.实验中的含 Ga 前驱体粉体是采用有机沉淀法制得的,其活性提高,表面自由能升高,反应势垒降低,能发生氮化反应的成核中心数量增多;另一方面,随氮化反应温度的升高,能

突破氮化反应自由能的粒子数量上升,即成核中心的数量增加,所以氮化反应温度增加,将进一步促使合成的 GaN 粉体变细. 因此,排除了颗粒度增大的可能,氮化温度的增加及半峰宽减小是由于高温下 GaN 的结晶程度增强造成的,说明在氮化相同时间的条件下,氮化温度的增高可以促进 GaN 的结晶.

2.2 粉体显微结构分析

图 3 是 950 °C、1 000 °C 和 1 050 °C 时含 Ga 前驱体氮化合成产物的 SEM 图,图中清晰地给出了 GaN 纳米粉体的形貌以及分布情况. 从图 3(a)、(b)、(c)中看到,GaN 纳米粉体尺寸都在 100 nm 以内,分散均匀,其中 1 050 °C 的样品的颗粒度最小,均匀度最高,说明升高氮化温度可以促进 GaN 颗粒的进一步细化和分散,这也是 XRD 分析中认为不是颗粒度增加而是结晶度增加引起氮化温度增加、半峰宽减小的证据.

有机沉淀法在制备含 Ga 前驱体粉体的过程中经历了溶液—溶胶—絮状沉淀的过程,在溶胶前,溶液在超声波震荡的过程中处于高分散状态,内部化学组成相当均匀,并在溶胶时保持了其高分散的特性. 含 Ga 前驱体粉体是非晶结构,能量较高,易于发生氮化反应,其反应时的成核中心数量很多,因此在氮化反应后观测到的 GaN 粉体颗粒细小、均匀分散,这也是有机沉淀法可以制备高分散的纳米粉体的原因.

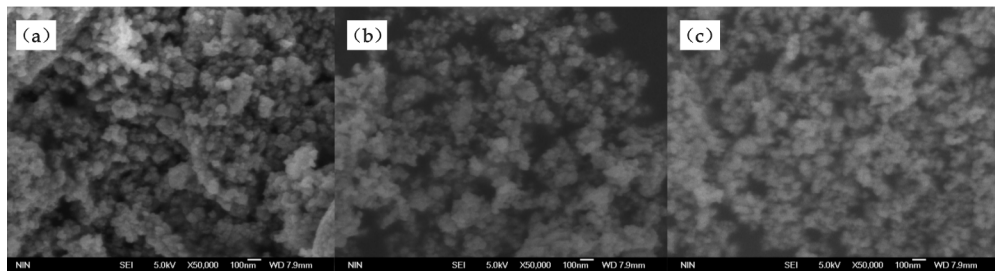


图 3 1 h 氮化处理后含 Ga 前驱体的 SEM 图

(a)950 °C,(b)1 000 °C,(c)1 050 °C

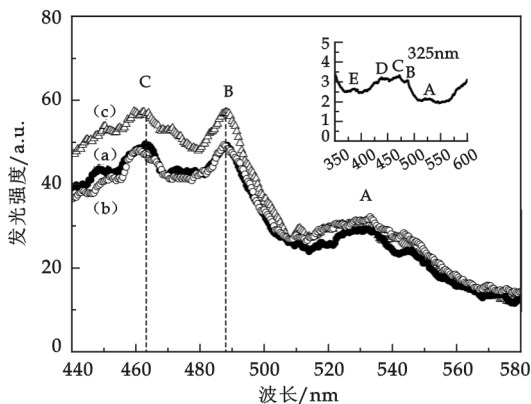


图 4 不同氮化温度合成的 GaN 样品的荧光光谱图

(a)950 °C,(b)1 000 °C,(c)1 050 °C

2.3 粉体发光性能分析

作为发光材料,GaN 的发光范围十分广泛,几乎覆盖了所有的可见光范围,在 Mg 掺杂的情况下甚至可以观测到红光发光区的发射谱^[12].

为了观测 GaN 纳米粉体大部分的发射谱,图 4 内插图给出了氮化温度 1 000 °C 样品 325 nm 激发的室温荧光光谱分析图,狭缝宽度为 10 nm. 从中可以看到 GaN 纳米粉体的 5 个发射谱,这些发射谱的强度很低,对应的峰值位置也较低. 参照其他工作者的实验数据,A 属于黄光发光区 (YL),是由本征缺陷引起的发射谱^[13];B、C、D、E 均在蓝光发光区 (BL),发射谱 B 与缺陷和表面环境有关,受到 GaN 重排和氮化过程的影响,C 处的发射谱是 207 nm 激发谱的特征发射谱,D 处的发射谱是热点阵缺陷引起的^[14],发射谱 E 与纤锌矿型 GaN 的禁带跃迁相对应^[13]. D、E 在 325 nm 激发的图谱中峰形宽、缓,几乎看不见.

为了有效的表征不同氮化温度合成的 GaN 纳米粉体的发光性能,我们在其特征激发谱处激发 GaN 材料以分析其性能. 图 4 是氮化反应合成样品的室温荧光光谱分析图,狭缝宽度为 10 nm,激发波长为 207 nm,图中(a)、(b)、(c)分别对应于 950 °C、1 000 °C 和 1 050 °C 时含 Ga 前驱体的氮化试样. 发射峰 A 的位置在 532 nm 左右,是由禁带上浅的施主能级跃迁到导带下深的受主能级引起的^[13],大多数的本征缺陷会在该区域发生黄光发光 (YL). 3 个样品在该处发光谱的位置和强度没有发生变化.

B、C 的位置在 463.5 nm、488.5 nm 左右,(c)的峰值比(a)、(b)高,说明 1 050 °C 氮化的样品的发光性

能比 950 °C 和 1 000 °C 氮化的样品好. 图中 950 °C 样品在 B、C 位置的峰值位置如虚线所示, 可以看到 (b)、(c) 的峰都向短波方向移动, 造成一定蓝移. 根据图 3 分析得到的结果, 950 °C、1 000 °C 和 1 050 °C 的氮化温度下生成的样品都是纳米级 GaN 纳米粉体, 受量子效应的影响, 在其光致发光谱中尺寸小的样品的发光谱会发生蓝移现象^[15,16], 这进一步说明了氮化温度的升高会促进 GaN 纳米粉体的细化.

3 结论

(1) 在高于 950 °C 的条件下, 采用有机沉淀法在碱性条件下制备的含 Ga 前驱体粉体氮化 1 h 均可制得高纯的六方纤锌矿型 GaN 纳米粉体.

(2) 950~1 050 °C 氮化反应生成的 GaN 纳米粉体粒径均小于 100 nm, 并随着氮化温度的升高, 粒径变小, 结晶度增强.

(3) 950 °C、1 000 °C 和 1 050 °C 氮化反应生成的 GaN 纳米粉体在 463.5 nm、488.5 nm 和 532 nm 处有着相同的发光性能, 其中 1 050 °C 氮化条件下生成的 GaN 纳米粉体发光性能最好.

参考文献

- [1] Takahiro Yamada, Hisanori Yamane, Hirokazu Iwat, *et al.* Single crystal growth of GaN using a Ga melt in Na vapor [J]. Journal of Crystal Growth, 2005, (281): 242-248.
- [2] 展 杰, 郝霄鹏, 吴拥中, 等. 配合物热分解制备氮化镓纳米线及其生长机理研究[J]. 功能材料, 2005, 36(5): 714-716.
- [3] 邱海林, 王迎春, 许光燕. 采用溶胶凝胶前驱物制备氮化镓纳米晶体[J]. 人工晶体学报, 2006, 35(4): 682-685.
- [4] Hailin Qiu, Chuanbao Cao, Hesun Zhu. Synthesis of nanocrystalline GaN by the sol-gel method[J]. Materials Science and Engineering B, 2007, (136): 33-36.
- [5] Shinichi Kikkawa, Shinji Ohtaki, Takashi Takeda, *et al.* Manganese doped gallium oxynitride prepared by nitridation of citrate precursor[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2008, (450): 152-156.
- [6] 李 忠, 魏芹芹, 杨 利, 等. 氮化镓薄膜的研究进展[J]. 微细加工技术, 2003, 11 (4): 39-44.
- [7] Stephen D. Hersee, Xinyu Sun, Xin Wang. The controlled growth of GaN nanowires[J]. Nano Letters, 2006, 8(6): 1 808-1 811.
- [8] Joshua Goldberger, Rongrui He, Yanfeng Zhang, *et al.* Single-crystal gallium nitride nanotubes[J]. Nature, 2003, 422: 599-602.
- [9] Yuxin Wu, Chengshan Xue, Huizhao Zhuang, *et al.* Synthesis and photoluminescence of single-crystal GaN nanorods prepared by sol-gel method[J]. Applied Surface Science, 2006, (253): 485-487.
- [10] Hailin Qiu, Chuanbao Cao, Dazhi Wang, *et al.* Microstructure and optical properties of nanocrystalline GaN embedded in silica matrix [J]. Materials Chemistry and Physics, 2006, (96): 296-300.
- [11] Yi Yang, Cindy Tran, Valerie Leppert, *et al.* From Ga(NO₃)₃ to nanocrystalline GaN: confined nanocrystal synthesis in silica xerogels[J]. Materials Letters, 2000, (43): 240-243.
- [12] You Wei, Zhang Xiao-Dong, Zhang Li-Min, *et al.* Yellow and red luminescence in Mg-implanted GaN epitaxial films [J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2007, (264): 41-46.
- [13] Zhuang Huizhao, Xue Shoulin. Effect of ammoniating temperature on morphologic and optical properties of GaN nanostructured materials[J]. Materials Letters, 2008, (62): 23-26.
- [14] Qingtao Zhou, Yiqing Chen, Yong Su, *et al.* Synthesis and optical properties of GaN micro/nanocone bundles[J]. Materials Research Bulletin, 2008, (4): 2 207-2 212.
- [15] X. Y. Meng, Y. H. Zhang and W. Z. Shen. Exciton localization effect in Mn-implanted GaN by photoluminescence measurements [J]. Physica B, 2008, (11): 199-214.
- [16] W. You, X. D. Zhang, L. M. Zhang, *et al.* Effects of different ions implantation on yellow luminescence from GaN[J]. Physica B, 2008, (403): 2 666-2 670.

苇浆对钙离子的吸附特性及影响因素研究

王忠良^{1,2}, 戴路¹, 叶春洪¹, 戴红旗¹

(1. 南京林业大学江苏省制浆造纸科学与技术重点实验室, 江苏 南京 210037; 2. 齐齐哈尔大学轻工纺织学院, 黑龙江 齐齐哈尔 161006)

摘要:采用去金属离子处理后的硫酸盐漂白苇浆,研究了苇浆纤维对 Ca^{2+} 离子的吸附动力学及其影响因素.结果表明:在 Ca^{2+} 初始浓度较低时,漂白化学浆的吸附容量随着 Ca^{2+} 初始浓度的增加快速提高,当 $[\text{Ca}^{2+}]$ 达到 0.2 mmol/L 时,吸附容量基本保持不变,说明本苇浆与 Ca^{2+} 间吸附为化学吸附.在 pH 7.5、温度 25 °C 条件下,苇浆纤维对 Ca^{2+} 的饱和吸附量为 0.024 mmol/g,符合 Langmuir 方程等温吸附线,且为单分子吸附.随着 pH 的升高,苇浆纤维对 Ca^{2+} 的吸附量同步增加,在 pH 值 7 以后苇浆表面的游离羧基将完全被 Ca^{2+} 离子吸附;苇浆纤维对 Ca^{2+} 的吸附属放热吸附,提高温度将使苇浆纤维对 Ca^{2+} 的吸附量略有降低.

关键词:苇浆; Ca^{2+} 离子; 吸附

中图分类号:TS71⁺.3; TS721⁺.2

文献标识码:A

0 引言

植物纤维原料中含可电离而显负电性的基团酚羟基、羧基和糖醛酸基等,这些官能团在造纸系统环境下羧基上质子的电离是使纤维带上负电荷的直接原因,而羧基官能团数量主要取决于半纤维素的含量^[1].苇浆的羧基官能团主要来自于阿拉伯糖基-4-O-甲基-葡萄糖醛酸基-木聚糖^[2].总体而言,羧基含量越高,纸浆的电负性越大,阳离子交换能力越强^[3],对加入纸料系统中的阳离子功能助剂的吸附能力越强.纸浆纤维上的羧基一般为钠盐,在水介质中完全电离以羧酸根与 Na^{+} 离子的形式存在,而造纸过程中随着白水封闭循环程度的提高,系统中产生的无机盐将逐渐积累,造成白水硬度及电导率不断上升,尤其是 Ca^{2+} 等金属阳离子的影响较大^[4-6].如果 Ca^{2+} 等多价金属阳离子大量吸附到纸浆纤维表面,与纤维上的羧酸钠产生离子交换,将生成难电离的羧酸钙,则有可能使纸浆纤维表面产生“钝化”,或对阳离子功能助剂起到“屏蔽”作用而失去吸附能力,最终影响到阳离子功能化学助剂在纤维表面的吸附及助留剂对细料的絮凝.

本文是系统研究影响造纸白水封闭循环影响因素的部分内容,以去金属离子处理后的硫酸盐漂白苇浆为研究对象,通过外加 Ca^{2+} 离子的方式,研究分析了苇浆纤维对 Ca^{2+} 离子的离子交换与吸附机理以及影响吸附的因素,为控制湿部白水系统多价金属阳离子的干扰提供了理论依据.

1 实验原料与主要实验仪器

1.1 实验原料

商品漂白 KP 苇浆,羧基含量为 5.819 mmol/100g 绝干浆,江苏镇江金河纸业公司提供;HCl、NaOH 均为分析纯, CaCl_2 (GB622-89),钙指示剂 (HB3738-2003),去离子水(实验室自制).

1.2 实验仪器

等离子发射光谱仪 ICP-4300DV,美国 PE 公司;电导率仪 DDS-307 型,上海雷磁仪器公司;数显 pH

* 收稿日期:2009-08-13

作者简介:王忠良(1969-),男,江苏省南京市人,在读博士生,研究方向:造纸化学与工程

基金项目:国家自然科学基金项目(30871995)、江苏省高校自然科学研究重大项目(09KJA220002)部分研究内容

计 pHS-25 型,上海精密科学仪器有限公司;微孔滤膜 0.22 μm ,上海市新亚净化器件厂。

1.3 研究步骤与方法

1.3.1 纤维羧基含量的测定

羧基含量的测定采用碳酸氢钠-氯化钠法^[7]。

1.3.2 纤维去金属离子处理方法

用 0.1 mol/L 盐酸浸泡处理 1 h,浸泡的同时搅拌,然后过滤纸浆;用去离子水浸泡 1 h(步骤 1),同时搅拌,再过滤(步骤 2);重复步骤“(1)”、“(2)” 4 次,浆料中金属离子已基本去除,少量残余量即使增加洗涤次数也维持不变^[8]。

1.3.3 0.01 mol/L Ca^{2+} 溶液的配制

称取分析纯无水 CaCl_2 1.109 9 g,用去离子水溶解,定容至 1 L,用等离子发射光谱仪(ICP)测定其准确浓度。

1.3.4 Ca^{2+} 离子的测定

使用等离子发射光谱仪(ICP)测定溶液中 Ca^{2+} 的含量,测定条件:功率 1 300 W,流量 1.5 mL/min,光谱波长 317.933 nm,待测液体积 >5 mL。

1.3.5 造纸纤维对 Ca^{2+} 的静态吸附

(1)准确称取绝干浆料 2.000 0 g(精确至 0.000 1 g)于带玻璃塞的锥形瓶中,加一定量的去离子水,在磁力搅拌器上搅拌分散,加入一定量的已知准确浓度的钙离子溶液,用 HCl 或 NaOH 调节至所需的 pH,一定温度下,在恒温振荡仪中振荡一定时间。

(2)取出浆料,于 G4 玻璃过滤器中抽滤,将所得浆料用去离子水洗涤,直至滤液电导率为 2~3 $\mu\text{s}/\text{cm}$ 并不再变化为止。

(3)将上述浆料恒重,灰化(按照植物纤维原料灰分的测定方法,参见 GB/T 742-2003)。

(4)将步骤“(3)”所得浆料灰分用浓 HNO_3 进行硝化,取孔径为 0.22 μm 的滤膜进行过滤,并将滤液定容至一定体积,待测溶液中 Ca^{2+} 的含量。

另取经去金属离子处理后的绝干纤维原料 2.000 0 g(精确至 0.000 1 g),作为 ICP 测定时的对照样。

(5)结果计算

$$Q = \frac{cV}{W}$$

式中 Q —吸附量,mmol/g; c —纤维吸附 Ca^{2+} 后硝化液的浓度,mmol/L; V —纤维吸附 Ca^{2+} 后硝化液的体积,L; W —纤维吸附 Ca^{2+} 后绝干浆的总量,g。

$$\text{吸附率} = \frac{Q}{Q_0} \times 100\%$$

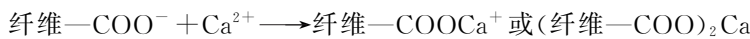
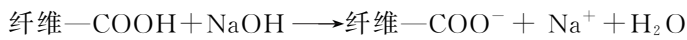
式中: Q —吸附量,mmol/g; Q_0 —饱和吸附量,mmol/g。

2 实验结果与讨论

2.1 苇浆纤维对 Ca^{2+} 的吸附

2.1.1 吸附动力学

吸附历程包括吸附质从均相溶液中向吸附剂的迁移,通过化学和物理吸附方式在颗粒表面或内部的沉淀等步骤吸附到吸附剂的活性基团上,因此其吸附速率取决于吸附质的扩散速度和吸附作用力^[9]。事实上纸浆纤维用 NaOH 调节 pH 值到 6.5 后,羧基上的氢电离为质子,羧基成为羧酸根,即纸浆纤维是以钠盐的形式存在。系统加入 Ca^{2+} 离子后,以羧酸钠形式存在的纸浆纤维将与溶液中的 Ca^{2+} 离子进行离子交换,溶液中的 Ca^{2+} 离子将竞争吸附到纤维表面,原先与纤维表面羧基结合的 Na^+ 离子将进入溶液中:



在 $\text{pH } 7.5 \pm 0.1$ 、 $[\text{Ca}^{2+}] 1.007 \text{ mmol/L}$ 和温度 $25 \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ 下,苇浆对 Ca^{2+} 的吸附动力学曲线如图 1 所示.开始阶段,苇浆对 Ca^{2+} 的吸附速率直线上升,30 min 后对 Ca^{2+} 的吸附量趋缓,90 min 时基本达到吸附平衡.这说明苇浆对 Ca^{2+} 的吸附及与 Na^+ 的交换速度很快,离子交换向着生成纤维羧酸钙的方向进行,溶液中的 Ca^{2+} 离子不断地与纤维上的羧酸根结合.吸附后期,随着纤维表面吸附活性点的减少,溶液中 Ca^{2+} 离子吸附到纤维表面的速度趋缓,直至达到吸附平衡.此外,从图中可见,吸附动力学曲线只出现一个“平台”,表明吸附过程只存在一种吸附机理^[10,11].

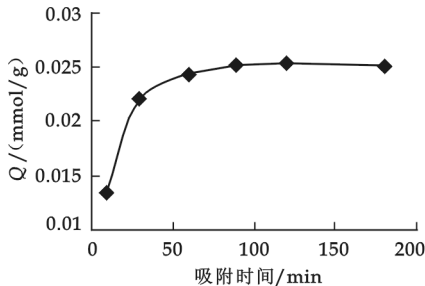


图 1 苇浆对 Ca^{2+} 的吸附动力学曲线

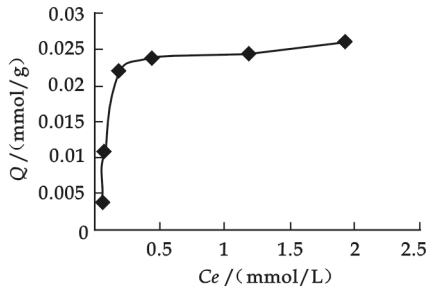


图 2 苇浆对 Ca^{2+} 的等温吸附线

2.1.2 等温吸附

在恒定的温度下,研究了 Ca^{2+} 离子浓度对苇浆纤维吸附平衡及等温吸附的规律,实验设定溶液温度为 $25 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 pH 值为 7.5、吸附时间 90 min.

等温吸附线如图 2 所示,在 Ca^{2+} 初始浓度较低时,吸附容量随着 Ca^{2+} 初始浓度的增加而提高,而当 Ca^{2+} 初始浓度到达一定值时,吸附容量基本保持不变,即只出现一个平台,等温线的初始阶段为一斜率很大的直线,说明纤维对 Ca^{2+} 的吸附具有化学作用力^[12].纤维是一种多孔性物质,且带有羧基基团,使其表面带有负电荷,其对 Ca^{2+} 的吸附机理可能是:吸附初始阶段, Ca^{2+} 与纤维表面的 Na^+ 离子进行离子交换,并迅速与纤维表面的羧基基团进行离子配对,导致纤维表面负电荷的净减少,最后达到饱和吸附,苇浆对 Ca^{2+} 离子的饱和吸附量为 $0.024 4 \text{ mmol/g}$,即纤维表面所有的羧基被 Ca^{2+} 配对,负电荷基本被中和.

2.1.3 Langmuir 等温吸附线

根据上述研究可知,苇浆对 Ca^{2+} 离子的饱和吸附量为 $0.024 4 \text{ mmol/g}$,而苇浆的羧基含量为 5.819 mmol/100 g ,说明苇浆纤维中的绝大部分羧基被 Ca^{2+} 配对.为证实苇浆对 Ca^{2+} 离子的吸附属于单分子吸附,实验用 Langmuir 等温吸附方程式来进行验证.Langmuir 等温吸附方程式表征的是单分子吸附,其特点是吸附量随着吸附剂初始浓度的增大初期快速增加,一直达到某个极限值,极限值常等同于完全单分子被覆^[13,14].

Langmuir 等温方程:

$$\frac{c_e}{Q} = \frac{c_e}{Q_0} + \frac{1}{Q_0 b}$$

式中, Q 为吸附量(mmol/g); Q_0 为饱和吸附量(mmol/g); c_e 为吸附平衡时的浓度, b 为常数,由交换吸附平衡常数决定.

由图 2 数据作 $c_e/Q \sim c_e$ 一元线性回归图,如图 3 所示,结果表明 c_e/Q 与 c_e 呈现良好的线性关系,相关系数 R^2 为 0.979 5,说明苇浆纤维对 Ca^{2+} 离子的吸附符合 Langmuir 等温吸附方程式.

由图 3 得到 c_e/Q 与 c_e 一元线性回归直线的斜率为 35.32,从而得出饱和吸附量 Q_0 为 $0.028 3 \text{ mmol/g}$.将上述数据代入 Langmuir 等温吸附方程式,得到常数 b 为 6.065 L/mmol .实验计算结果表明, b 值较大,苇浆纤维与 Ca^{2+} 离子间存在化学作用力,且为单分子吸附,实验结果与理论相符合^[15].

2.2 苇浆纤维对 Ca^{2+} 的吸附影响因素

2.2.1 钙离子初始浓度

图 4 为不同 Ca^{2+} 初始浓度下苇浆对 Ca^{2+} 离子的吸附量和吸附率.吸附工艺条件为温度 $25 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $\text{pH } 7.5 \pm 0.3$,吸附时间 90 min.当 Ca^{2+} 加入量为 0.082 mmol/g 时,苇浆吸附量仅为 $0.003 9 \text{ mmol/g}$,而相

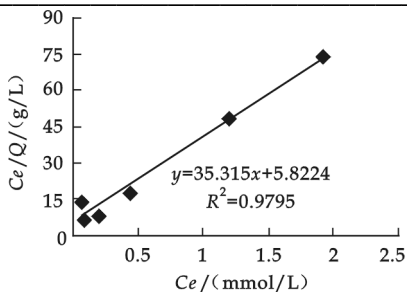


图 3 苇浆对 Ca^{2+} Langmuir 等温吸附线

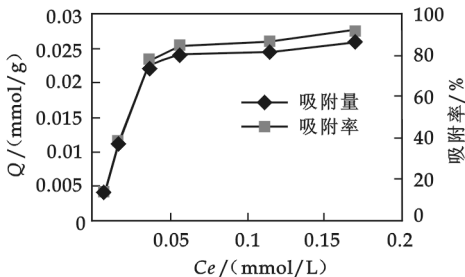


图 4 Ca^{2+} 初始浓度对苇浆吸附量的影响

应的吸附率为 13.86%；随着 Ca^{2+} 离子加入量的进一步加大，吸附量快速上升，而当 Ca^{2+} 离子量达到 0.057 4 mmol/g 后，苇浆对 Ca^{2+} 离子的吸附量为 0.024 mmol/g，吸附量基本维持稳定，相应的吸附率上升至 84.38%。

苇浆对 Ca^{2+} 离子的理论饱和和吸附量为 0.029 1 mmol/g (苇浆的羧基含量为 0.058 2 mmol/g 绝干浆)，实验测得的饱和吸附量略低于理论值，这说明即使饱和吸附时吸附率也不可能达到 100%。因为羧基和钙离子的吸附作用同样存在吸附和解析的过程，电离和结合态的钙离子之间存在动态平衡^[11,16]。正因为苇浆对 Ca^{2+} 离子的吸附为单分子吸附，所以即使 Ca^{2+} 加入量最高，纤维表面的吸附量最大也只能接近苇浆对 Ca^{2+} 离子的理论饱和和吸附量，因此 Ca^{2+} 离子被吸附的吸附率未达到 100%，同样说明 Ca^{2+} 量少时，纤维有较多的活性点进行吸附，而饱和和吸附后不再进行吸附，随着 Ca^{2+} 加入量的增加，导致吸附率保持不变^[17]。

2.2.2 pH 的影响

图 5 为不同 pH 下，苇浆纤维对 Ca^{2+} 的平衡吸附量及相应的吸附率，吸附反应条件为：温度 25 ℃，时间 90 min。由图中可知，当 $\text{pH} < 6$ 时，吸附量随着 pH 升高快速地增加，而后继续提高 pH，吸附量上升缓慢，当 pH 到达 7 以后吸附量基本保持不变。主要原因是纤维上带有的羧基与 Ca^{2+} 进行反应，而羧基是弱酸基团，在水溶液中存在一个电离平衡，如图 6 所示。

羧基电离受到 pH 的影响，pH 升高时，Cell-COO⁻ 含量增加，当 pH 为 4~5 时，纤维中的羧基有一半电离；pH 为 8~9 时，未电离的羧基大约只占全部羧基的万分之一^[1]，因此纤维对 Ca^{2+} 的吸附量在弱酸性时较低，而在碱性时基本维持不变。实验结果表明当 pH 为 4 时，吸附量为 0.012 4 mmol/g，而 pH 为 7 时，相应的吸附量为 0.024 0 mmol/g，大约为两倍的关系，实验结果的变化趋势和具体数值与理论相符合。

2.2.3 温度的影响

图 7 为温度对苇浆吸附 Ca^{2+} 吸附量的影响，反应条件为：pH 7.5 ± 0.3、时间 90 min。由图中可见吸附量随着温度的变化基本保持不变，65 ℃ 时有一定的下降。因为温度升高， Ca^{2+} 离子活性增加，脱离吸附点的趋势上升，吸附量下降，进一步说明吸附是放热过程，符合溶液中固体吸附的一般规律。

3 结论

在 Ca^{2+} 初始浓度较低时，漂白化学浆的吸附容量随着 Ca^{2+} 初始浓度的增加快速提高，当 Ca^{2+} 初始浓

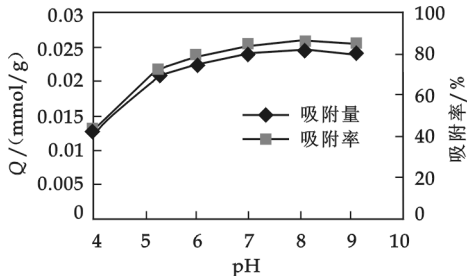
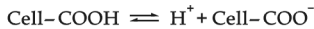


图 5 pH 对苇浆吸附 Ca^{2+} 的影响



$$\text{其电离平衡常数为 } K_a = \frac{[\text{H}^+][\text{Cell-COO}^-]}{[\text{Cell-COOH}]}$$

图 6 羧基电离平衡式

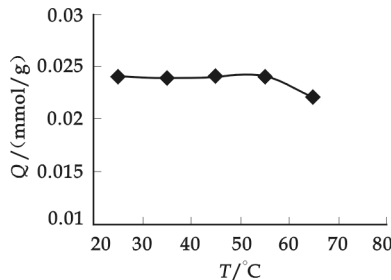


图 7 温度对苇浆吸附 Ca^{2+} 的影响

度到达一定值时,吸附容量基本保持不变,说明苇浆与 Ca^{2+} 间吸附为化学吸附. 在 pH 7.5、温度 25 °C 条件下,苇浆纤维对 Ca^{2+} 的平衡饱和吸附量为 0.024 mmol/g,符合 Langmuir 方程等温吸附线,且为单分子吸附. 苇浆纤维对 Ca^{2+} 的吸附量随着 pH 的升高而增加,当 pH>7 后,吸附量达到饱和;苇浆纤维对 Ca^{2+} 的吸附属放热吸附,提高温度将使苇浆纤维对 Ca^{2+} 的吸附量略有降低趋势.

参考文献

- [1] 刘温霞. 造纸湿部化学[M]. 北京:化学工业出版社,2006.
- [2] 南京林业大学主编. 木材化学[M]. 北京:中国林业出版社,1987:110-114,158-159,193.
- [3] Lindstrom T. Fundamentals of Papermaking[M]. Edited by C. F. Baker, London,1989.
- [4] 叶春洪. ACS 队造纸湿部系统钙离子的络合作用及机理研究[D]. 南京:南京林业大学硕士研究生学位论文,2008.
- [5] Isbister R. The closed cycle concept kraft mill at great lakes, an advanced status report[J]. Pulp and Paper Canada,1979:121-130.
- [6] Byrant P, Edwards L L. Tappi. 1994,77(2):127-131.
- [7] 石淑兰. 制浆造纸分析与检测[M]. 北京:中国轻工业出版社,2003:83-84.
- [8] 刘丽莎. 漂白桉木浆细小纤维表面化学特性研究[D]. 南京:南京林业大学硕士研究生学位论文,2006.
- [9] 李青燕. 多孔多胺化交联壳聚糖的合成及其对重金属离子的吸附性能研究[D]. 北京:北京工业大学硕士研究生学位论文,2003.
- [10] 曲荣君. 新型螯合树脂的设计、合成及性能研究[D]. 天津:天津大学硕士研究生学位论文,2002.
- [11] 赵振国. 吸附作用应用原理[M]. 北京:化学工业出版社,2005:197-199.
- [12] 何曼君. 高分子物理(第三版)[M]. 上海:复旦大学出版社,2007:3.
- [13] 范康年. 物理化学[M]. 北京:高等教育出版社,2005:672.
- [14] Xu Shimei. Effect of degree of substitution on adsorption behavior of Basic Green 4 by highly crosslinked amphoteric starch with quaternary ammonium and carboxyl groups[J]. Carbohydrate Polymers,2006,66:55-59.
- [15] Drew Myers 著,吴大诚等译. 表面、界面和胶体—原理和应用[M]. 北京:化学工业出版社,2004:148-149.
- [16] 徐寿昌. 有机化学[M]. 北京:高等教育出版社,1993:4.
- [17] Yan-Xiao Chen, Gong-Ying Wang. Adsorption properties of oxidized carboxymethyl starch and cross-linked carboxymethyl starch for calcium ion[J]. Colloids and Surface A,2006,289:75-83.

STUDY ON THE ADSORPTION OF CALCIUM IONS ON REED PULP FIBERS

WANG Zhong-liang^{1,2}, DAI Lu¹, YE Chun-hong¹, DAI Hong-qi¹

(Jiangsu Provincial Key Lab of Pulp and Paper Science and Technology, Nanjing Forestry University, Nanjing 210037, China)

Abstract: In this paper, the adsorbing kinetics and its effects of Ca^{2+} on reed pulp fibers which be de-metal ions with HCl were studied. The result was shown that the adsorption capability of bleached reed pulp fiber rise along with the augment of the beginning consistency of Ca^{2+} at a low Ca^{2+} consistency. And the adsorption capability arrive at saturation when the $[\text{Ca}^{2+}]$ being 0.2 mmol/L, which indicates the adsorption between reed pulp fiber and Ca^{2+} is chemistry adsorption. At the conditions of pH 7.5 and 25 °C, the saturation adsorbing quantity of reed pulp fiber on Ca^{2+} is 0.024 mmol/g, which accords with Langmuir isothermal equation, also belongs to single molecular adsorption. The adsorption capacity of reed pulp fiber on Ca^{2+} rise along with pH, and the reed pulp being entirely saturated adsorption with Ca^{2+} after pH 7. Arising temperature will low the adsorption capacity, which belongs to exothermic adsorption between reed pulp fibers and Ca^{2+} .

Key words: reed pulp; calcium ions; adsorption

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0045-03

油田化学剂中的总氯含量测定

赵霞^{1,2}, 贾斌^{1,2}

(1. 陕西科技大学化学与化工学院, 陕西 西安 710021; 2. 陕西科技大学轻化工助剂化学与技术教育部重点实验室, 陕西 西安 710021)

摘要:介绍了一种测定油田化学剂中总氯含量的新方法. 该法用氢氧化钠-乙醇溶液将有机氯转变为氯离子, 采用电位滴定法测定不同类型油田化学剂中的总氯含量. 该方法的测量范围为 0.50 μg/g~0.5 g/g, 具有分析成本低、操作简单、准确度高及重复性好的优点.

关键词:电位滴定法; 总氯; 化学剂; 原油

中图分类号:TE622.1⁺3 **文献标识码:**A

0 引言

原油中的氯化物可分为无机和有机氯化物两类, 以这两种形式存在的氯化物在原油加工过程中均可造成催化剂中毒和设备腐蚀, 故需对生产中的成品、半成品进行氯含量分析, 为质量控制提供科学依据. 原油中的氯主要来源于采油过程中加入的含氯油田化学助剂^[1], 现有的脱盐工艺可以脱除原油中的大部分无机氯, 但对有机氯的脱除率非常低, 要降低原油氯含量, 就必须检测和控制化学药剂中的氯含量. 国内一般采用微库仑法测定石油中总氯含量^[2,3], 但微库仑法比较复杂费时. 标准方法 UOP 579、UOP 643 及 ASTM D 6470 用于测定原油中的盐含量(即无机氯含量); UOP 588 和 ASTM D4929 用于测定原油中的有机氯含量, 这两种方法均使用联苯基钠作为有机氯转变为 Cl⁻ 的试剂, 但联苯基钠价格相当昂贵, 分析一个样品的成本很高, 且联苯基钠不稳定, 因而限制了这两种方法的应用.

本文以体积比为 1:1 的 20% NaOH-乙醇溶液作为有机氯转变为 Cl⁻ 的试剂, 采用电位滴定法测定油田化学剂中的总氯含量, 使氯的分析成本大大降低, 且简单易行.

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

仪器: Metrohm 716 DMS 自动电位滴定仪(带有复合电极), 瑞士 Metrohm 公司生产; Mettler AE240 分析天平; 三口圆底烧瓶; 冷凝管; 电热套; 分液漏斗; 过滤器; 滤纸; 搅拌子; 容量瓶.

试剂: 甲苯、乙醇、丙酮均为分析纯(北京化工厂生产), 体积比 1:1 的 HNO₃ 溶液, 20% 的 NaOH 溶液, 0.1 mol/L AgNO₃ 溶液, 氯化钾使用前应在 105 °C 干燥 2.5 h 并在干燥器中冷却.

1.2 实验方法

总氯的测定需先将样品中的有机氯转变成 Cl⁻ 再进行电位滴定. 有机氯转化为氯离子所用试剂为体积比 1:1 的 20% NaOH-乙醇溶液^[4]. 具体操作如下:

在 500 mL 三口烧瓶中加入 30.0 g 样品、20 mL 乙醇和 20 mL 20% 的 NaOH 溶液, 搅拌并加热至沸腾, 反应 15 min. 从侧口加入 15 mL 温度为 60 °C 的甲苯, 摇匀后再加入 15 mL 丙酮和 25 mL 乙醇, 煮沸

* 收稿日期:2009-07-03
作者简介:赵霞(1978-), 女, 陕西省山阳县人, 讲师, 硕士, 研究方向:油品化学及热力学研究

保持 2 min, 加入 20 mL 1 : 1 的 HNO₃ 溶液和 20 mL 蒸馏水, 煮沸 15 min. 冷却后过滤, 用几滴 HNO₃ 酸化的蒸馏水 20 mL 混合均匀, 静置 5~10 min, 水相收集于 250 mL 烧瓶中, 油相中再加入 HNO₃ 酸化的蒸馏水 20 mL, 进行第二次萃取, 水相合并到 250 mL 烧瓶中. 将水相抽滤后转移到 250 mL 容量瓶中, 以硝酸酸化的蒸馏水稀释至刻度. 取该溶液 40 mL 于 200 mL 烧杯中, 加入 80 mL 丙酮, 置于带有搅拌装置的电位滴定仪上, 以 0.010 0 mol/L 的 AgNO₃ 溶液滴定.

1.3 结果计算

样品中总氯含量计算公式为:

$$\text{Cl}^{-}(\mu\text{g/g})=cV\times10^3\times35.45/W$$

式中 c ——AgNO₃ 溶液的浓度, mol/L; V ——到达终点所用 AgNO₃ 溶液的体积, mL; W ——样品质量, g.

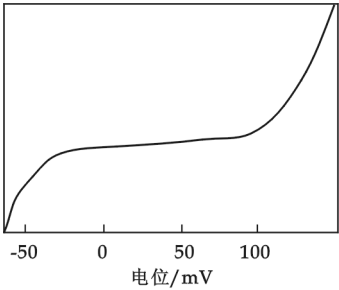


图 1 本方法的滴定曲线

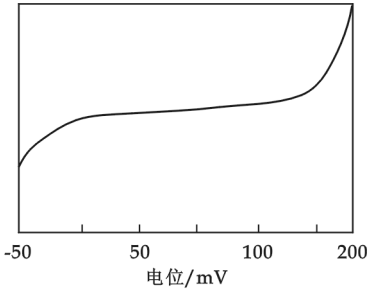


图 2 ASTM D4929 方法的滴定曲线

表 1 方法的精密度实验

氯标准 样品	理论氯量 /(μg/g)	测定平均 值/(μg/g)	回收率 /%	相对标准 偏差/%
1	1.0	1.008	100.8	1.0
2	5.0	4.96	99.2	1.3
3	10.0	10.13	101.3	3.6
4	50.0	49.76	99.5	2.7
5	100.0	100.4	100.4	0.8

表 2 油田化学剂中总氯的测定

化学剂类型	总氯质量分数/%	
	本方法	X-射线荧光法
DFJ-1 阻垢剂	0.094 0	0.102
热化学处理剂 B 剂	0.033 3	0.032 8
XL-1 交联剂	0.038 0	0.040 9
XL-2 交联剂	0.030 8	0.049 0
胜利清河采油破乳剂	0.034 2	0.041 0
MPR-3 破乳剂	0.102	0.091 0
LGS-2 预脱水剂	4.10	3.77
HG 热彩复合方剂	9.98	1.18
高温发泡剂	0.002 43	0.002 45

2 结果与讨论

2.1 预处理剂的选择

结合样品的实际组成和 Cl⁻ 的存在形式, 选择氯化苄和其他一些氯代烷烃作标样进行预处理剂的选择实验, 并选择氢氧化钠溶液和氢氧化钠-乙醇溶液作为预处理剂进行实验, 结果表明, 体积比为 1 : 1 的 20% NaOH 和乙醇混合溶液效果好. 将上述方法与 ASTM D4929 方法进行比较, 电位滴定曲线如图 1 和图 2 所示. 由图可见, 本方法和 ASTM D4929 方法得到的滴定曲线基本一致. 因此, 20% NaOH-乙醇溶液可以取代联苯钠作为预处理剂.

2.2 方法精密度实验

取不同氯含量的标准溶液分别重复测定 6 次, 结果见表 1. 由表 1 可以看出, 对于氯质量分数在 1~100 μg/g 内的试样测定结果的重复性好, 测定值与理论值之间的相对标准偏差小于 3.6%, 回收率在 99.5%~101.3% 之间, 故该方法的精密度及准确性令人满意.

2.3 方法的测量范围

取不同氯含量的标准溶液, 对测定的浓度范围进行了考察, 结果表明本方法可用于总氯含量在 0.50 μg/g~0.5 g/g 内的油田化学剂分析. 对于氯含量较低的试样, 取样时应该多取一些 (30 g); 而对于氯含量高的试样, 取样时应该少取一些 (1 g), 或者先对样品进行稀释, 然后再取样.

2.4 油田化学剂中总氯的测定

分析了一些油田化学剂中的总氯含量,与 X-射线荧光法的对照结果见表 2.由表 2 可见,实验测定了交联剂、破乳剂、阻垢剂、热化学处理剂、脱水剂及发泡剂中总氯的含量,其中总氯的含量从 20~40 000 $\mu\text{g/g}$.分析结果与 X-射线荧光法进行了比较,其测定结果基本一致.因此,本方法可用于油田化学剂中总氯的测定.

3 结束语

- (1)本文介绍了一种测定油田化学剂中总氯含量的新方法.该法将有机氯转变为氯离子,采用电位滴定法测定总氯含量.与有机氯测定的标准方法 UOP 588 和 ASTM D4929 相比较,预处理剂为氢氧化钠-乙醇溶液,从而代替了昂贵的联苯基钠试剂,使氯的测定成本大大降低.
- (2)本方法适用于不同类型油田化学剂中总氯含量的测定.方法的检测范围宽,检测下限低,相对标准偏差不大于 3.6%,具有操作简单、准确度高的优点,为氯含量控制提供了科学依据.

参考文献

[1] 张晓静. 原油中氯化物的来源和分布及控制措施[J]. 炼油技术与工程,2004,34(2):14-16.

[2] 刘铁群, 吴慧玲. 微库仑法测定重整汽油中氯含量[J]. 石化技术与应用, 2000,18(3):177-179.

[3] 张金锐.微库仑分析原理及应用[M]. 北京:石油工业出版社,1984.

[4] 赵 霞, 田松柏, 赵杉林. 电位滴定法测定轻质石油馏分中的有机氯[J]. 分析试验室, 2005,24(Suppl.):160-162.

DETERMINATION OF TOTAL CHLORIDE IN OILFIELDS
CHEMICAL AGENTS

ZHAO Xia^{1,2}, JIA Bin^{1,2}

(1. School of Chemistry and Chemical Engineering ,Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021,China; 2. Key laboratory of Auxiliary Chemistry & Technology for Chemical Industry, Ministry of Education. Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021,China)

Abstract: A new technique for the determination of total chloride in oilfields chemical agents was introduced. In this technique, organic chloride was converted into chloride by using sodium hydroxide and ethanol, and total chloride detected using potentionmetry. It could detect total choride in the range of 0.50 $\mu\text{g/g}$ ~0.5 g/g, and it also had some advantages, such as low cost ,simple, high precision and good repeatability.

Key words: potentionmetry; total chloride; chemical agent; crude

一种新型红枣酒发酵工艺的研究

许牡丹, 刘红梅, 曾令军

(陕西科技大学生命科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

摘要:以真空低温干燥的木枣为原料发酵红枣酒,并对其发酵工艺进行了研究.实验表明:红枣酒发酵的最佳工艺条件为 SO_2 加入量 40 mg/L,酵母添加量 3%,发酵温度 25 °C,发酵时间为 7 d.用真空干制枣发酵的红枣酒在颜色、口感和营养成分方面都比采用普通干燥的枣好.

关键词:真空低温;红枣酒;发酵

中图分类号:TS262.91;TS205.5

文献标识码:A

0 引言

大枣富含 Vc 和多种矿物质,营养丰富,清爽可口,深受消费者喜爱.大枣是我国特有的果品,在世界枣类生产和贸易中占据绝对优势^[1].但鲜枣不易保存和运输,因而积极采取措施对鲜枣进行深加工显得尤为重要.以红枣为原料开发研制红枣发酵酒,无疑为我国红枣资源的利用开辟了新的途径,丰富了市场上果酒产品的种类,必将具有广阔的市场前景,带来可观的经济效益.

发酵红枣酒一般以干枣为原料,而用热风干燥得到的干枣受温度和氧化双重的影响,Vc、Vp 等营养物质损失严重,果肉易褐变,糖易焦化,常常产生苦焦味,严重影响干枣的质量^[2].我们利用真空机制的低压、缺氧和高效等特性,在真空度为 133~400 Pa、温度低于 40 °C 的条件下,对大枣进行脱水、干燥、膨化处理,得到了保持鲜枣的原色、原味和原营养且无焦苦味、Vc 含量高于 1 000 mg/100 g 的干枣^[3].本实验利用真空低温干燥的干枣为原料进行了红枣酒的开发研究,以制备色泽好、酒度低、营养丰富的红枣酒.

1 材料与设备

(1)实验材料.原料:陕西省佳县木枣(真空低温干制);发酵菌种:安琪牌葡萄酒活性干酵母.

(2)主要试剂.果胶酶、柠檬酸、亚硫酸钠、葡萄糖.

(3)仪器与设备.多功能粉碎机、LD-10 型低速离心机、电热恒温培养箱、722 分光光度计、酒精计、pH 计.

2 实验方法

2.1 工艺流程

干枣→挑选→破碎→酶解浸提→高温灭菌→冷却→调整成分→加 SO_2 →接种发酵→离心→过滤→调配→陈酿.

2.2 操作要点

(1)干红枣经过挑选、剔除霉烂与变质果实后,用粉碎机将红枣破碎,加 8 倍体积的水,加 0.2%果胶

* 收稿日期:2009-08-08

作者简介:许牡丹(1963—),女,陕西省泾阳县人,教授,硕士,研究方向:果蔬加工与检测

基金项目:陕西省科技攻关项目(2008K03-15)

酶,在 50 ℃浸提 5 h 后再在 95 ℃条件下高温灭菌 3~4 s,测定红枣汁含糖量和酸度,分别用蔗糖和柠檬酸调整糖度至可溶性固形物(SSC)为 20%,酸度调到 pH 为 3.5~4.0^[4]。

(2)红枣汁于 95 ℃杀菌 15 min,冷却,添加一定量的 NaHSO₃,接入经活化的葡萄酒酵母。待发酵结束后离心分离,并过滤澄清进行后陈酿。

2.3 检测方法

还原糖:直接滴定法;酒度测定:酒精计比重法;色值:用分光光度计在 425 nm 处测定吸光值,吸光值即为色值。

3 结果与讨论

3.1 原料对红枣酒质量的影响

用鲜枣、热风烘干的干枣和真空低温干制的干枣进行发酵实验,结果见表 1。

由表 1 可知,用鲜枣、热风干燥和真空干燥的枣发酵得到的红枣酒颜色保持了干枣的枣红色,且采用真空干燥的枣发酵时间短,色值低,酒度相差不大。如有条件可进一步研究其香气成分的差别,为红枣的深加工提供技术依据。

3.2 SO₂ 添加量对红枣酒发酵的影响

在果酒生产中,添加 SO₂ 的主要作用是抑制杂菌污染发酵液^[5]。但是,过量添加 SO₂ 将使发酵受到抑制或停止,果酒风味下降。本实验在枣汁发酵中添加不同浓度的亚硫酸氢钠,观察二氧化硫对红枣酒发酵的影响,结果如图 1、图 2 所示。

表 1 原料不同对红枣酒质量的影响

原料	颜色	发酵时间(d)	酒度(v/v %)	色值
鲜枣	浅黄色	10	10	0.85
热风干制	暗红至红褐色	9	11	2.53
真空干制	枣红色	7	11.5	1.29

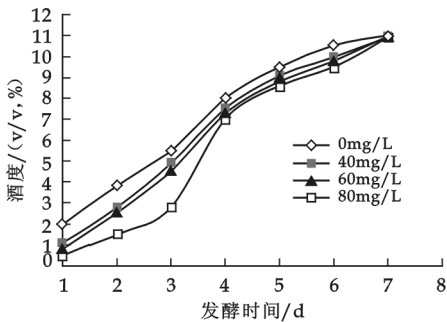


图 1 SO₂ 添加量对红枣酒发酵酒度的影响

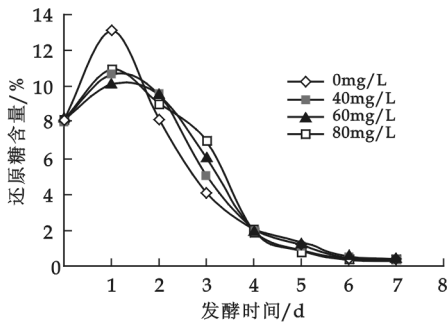


图 2 SO₂ 添加量对红枣酒发酵还原糖含量的影响

从图 2 可知,SO₂ 添加量越大,开始发酵的时间越迟,但 SO₂ 添加量对发酵最终酒度的影响不大。因此,酵母菌耐受 SO₂ 的能力有一个极限值,超过极限值,其生长缓慢,发酵终止,只有 SO₂ 通过挥发或与其它物质结合,浓度降至极限值以下,酵母菌才开始逐渐发酵。另外,SO₂ 的添加还能够降低主发酵后的酸度,原因可能是 SO₂ 抑制了产酸菌种的生长。因此,从发酵时间及还原糖变化情况综合考虑,红枣发酵 SO₂ 添加量为 40 mg/L 即可满足正常发酵。

3.3 酵母添加量对红枣酒发酵的影响

将干枣提汁,调整 SSC 至 20%接入经活化的葡萄酒酵母发酵,结果如图 3、图 4 所示。

由图 3 和图 4 可知,1%的酵母接种量发酵的酒度低于 3%和 5%接种量的酒度,3%和 5%接种量的酒度基本相同。发酵前期,发酵液中还原糖含量迅速增加,随后逐渐下降。1%酵母菌接种量与 3%和 5%相比,发酵缓慢,发酵期延长,最终残留还原糖的量高;3%和 5%的接种量相比,还原糖变化基本相同,故酵母最适接种量为 3%~5%。

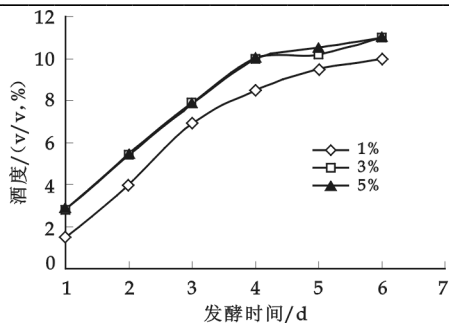


图 3 酵母添加量对红枣酒发酵酒度的影响

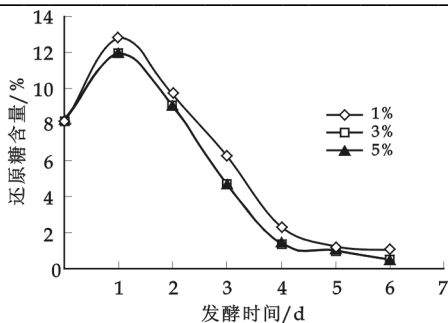


图 4 酵母添加量对红枣酒发酵还原糖含量的影响

3.4 发酵时间的影响

将干枣提汁,调整 SSC 至 20%接入经活化的葡萄酒酵母发酵,结果如图 5、图 6 所示.

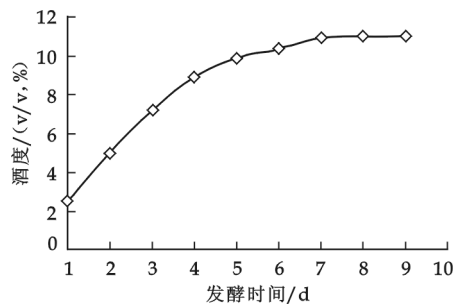


图 5 发酵时间对红枣酒发酵酒度的影响

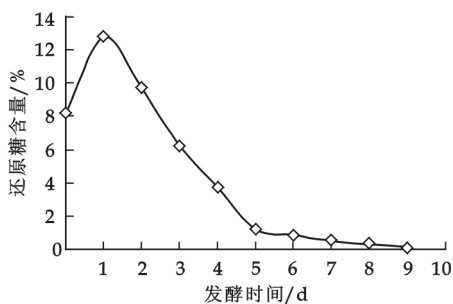


图 6 发酵时间对红枣酒发酵还原糖含量的影响

由图 5 和图 6 可以看出,在一定范围内,随着时间的变化酒度逐渐增加,还原糖的含量逐渐减少.一般情况下,发酵到第 6 天时发酵就很缓慢,基本上进入了后发酵时期.

3.5 发酵温度的影响

干红枣提汁 30 min 后调整 SSC 至 20%,接种后在不同发酵温度下发酵,结果如图 7、图 8 所示.

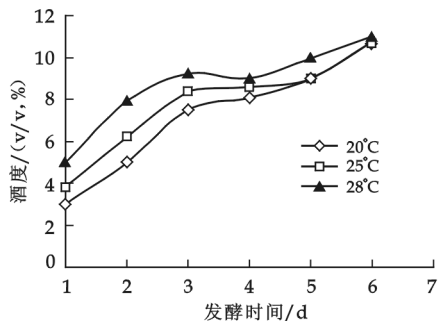


图 7 温度对红枣酒发酵酒度的影响

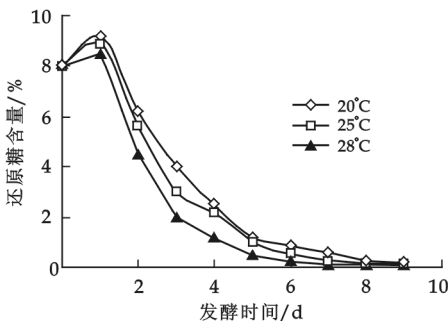


图 8 温度对红枣酒发酵还原糖含量的影响

由图 7 和图 8 可以看出,在 20 °C 发酵,主发酵期长,发酵缓慢,最终产生的酒度低,其中还原糖残留量高,表明为不完全发酵;在 28 °C 下发酵,虽然发酵期短,但还原糖残留量低,和 25 °C 下发酵的酒度差不多;在 25 °C 下发酵,从发酵期长短、酒度的生成考虑都比较适中,故红枣发酵酒的主发酵温度控制在 25 °C 左右.

3.6 红枣酒发酵工艺条件的优化

影响发酵原酒质量的因素主要有活性干酵母添加量(A)、发酵温度(B)、发酵时间(C)3 个因素,因此按三因素三水平进行 $L_9(3^4)$ 正交试验,结果见表 2. 其中,评分以酒的残糖量(50%)、酒度(50%)的比例将各项相加,为产品评分.

由表 2 可以得出,影响原发酵汁物理评分的因素顺序为 A(酵母添加量) $>B$ (发酵温度) $>C$ (发酵时间). 3 因素中酵母添加量对产品影响最大,发酵时间对其影响最小. 由此得到 红枣酒发酵的最优工艺条件为: $A_2B_2C_2$,即酵母添加量 3%,发酵温度 25℃,发酵时间为 7 d.

4 结论

(1)用真空低温干燥的红枣进行发酵,得到的红枣酒保持了干枣的色、香、味.

(2)实验表明:影响红枣酒发酵的因素顺序为:酵母添加量 $>$ 发酵温度 $>$ 发酵时间,酵母添加量对红枣酒的影响最大,发酵时间对其影响最小.

(3)通过单因素试验和正交试验,确定出了红枣酒发酵的最佳工艺条件为: SO_2 加入量 40 mg/L,酵母添加量 3%,发酵温度 25℃,发酵时间为 7 d.

表 2 正交试验结果

试验号	A/%	B/℃	C/d	评分
1	1	20	5	8.8
2	1	25	6	8.8
3	1	28	7	9.2
4	3	20	6	8.8
5	3	25	7	9.2
6	3	28	5	9.1
7	5	20	7	9.0
8	5	25	5	9.2
9	5	28	6	9.5
k_1	8.93	8.87	9.03	
k_2	9.23	9.13	9.13	
k_3	9.23	9.13	9.13	
R	0.3	0.26	0.1	

参考文献

[1] 张向前. 红枣的药用价值研究现状[J]. 延安大学学报,2007, 5(3):8-9.
[2] 程启运,陈锦屏. 红枣挥发性物质在烘干过程中的变化研究[J]. 农业工程学报,2001,17(4):99-101.
[3] 许牡丹,张璐,党新安. 高 Vc 红枣加工工艺及效益分析[J]. 食品工业科技,2001,22(5):32-34.
[4] 张宝善,陈锦屏,杨莉,等. 红枣酒发酵工艺研究[J]. 中国农业科学,2004,37(1):112-118.
[5] 李华,王华,袁春龙,等. 葡萄酒化学[M]. 北京:科学出版社,2005.

STUDY ON THE FERMENTATION OF A NEW JUJUBE WINE

XU Mu-dan, LIU Hong-mei, ZENG Ling-jun

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

Abstract: Take vacuum drying jujube as test material, the producing technology of fermentation wine was studied in this paper. The results showed that the optimum condition of fermentation was: 40 mg/L SO_2 adding measure, inoculated 3% yeast at 25℃ fermented for 7 d. The wine using vacuum drying jujube are better than common jujube in color, tested and nutrition.

Key words: vacuum drying; jujube wine; fermentation

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0052-04

三聚氰胺对酸乳发酵的影响

李旭华, 吕嘉枋, 安莉, 宋娟娜

(陕西科技大学生命科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

摘要:为了阐明三聚氰胺对酸乳发酵的影响,以含不同浓度三聚氰胺的鲜牛乳为原料进行了酸乳的发酵实验,测定了发酵过程中的 pH 值、发酵前后的活菌数及凝乳时间.结果表明:添加三聚氰胺会增大凝乳时的 pH 值,变化的最大值为 0.78;也会增加凝乳时间,增加的最大值为 1.5 h;凝乳时,乳酸菌的活菌数有所下降,但下降值不超过一个数量级;酸乳中三聚氰胺浓度越高,凝乳时质地越疏松;酸乳中菌体的形态差异并不明显.

关键词:三聚氰胺;酸乳;发酵

中图分类号:TS252.42

文献标识码:A

0 引言

三聚氰胺,分子式为 $C_3N_6H_6$,其含氮量高达 66.7%,采用通用的全氮测定法测牛奶中的蛋白质含量时不能排除这类伪蛋白氮的干扰,为此一些不法厂商为了降低生产成本便添加这种化工原料,以提高产品中的蛋白质含量指标^[1].2008 年 9 月,中国爆发三鹿婴幼儿奶粉受污染事件,导致食用受污染奶粉的婴幼儿产生肾结石病症,其原因正是奶粉中含有三聚氰胺.事后国家质检总局在全国开展婴幼儿奶粉三聚氰胺专项检查,同时对液态奶也进行了专项检查,检查结果显示,问题液态奶中,三聚氰胺的检出值为 0.6~8.6 mg/kg 不等^[2].本实验以含不同浓度三聚氰胺的鲜牛乳为原料进行了酸乳的发酵实验,研究了三聚氰胺对酸乳发酵的影响.

1 材料与方法

1.1 实验菌种

保加利亚乳杆菌(*Lactobacillus. Bulgaricus*, L. B.)、嗜热链球菌(*Streptococcus thermophilus*, S. T.)、嗜酸乳杆菌(*Lactobacillus Acidphilus*, L. A.)均由陕西科技大学生命科学与工程学院微生物教研室提供.

1.2 材料

新鲜牛乳、三聚氰胺.

1.3 检测内容

(1)感官指标:对酸乳进行颜色、质地、气味的观察^[3];(2)pH 值:用酸度计 PB-10 直接测定;(3)凝乳时间:参照国标 GB2746-1999^[4]进行;(4)活菌数:采用高层琼脂柱法进行活菌计数^[5];(5)菌体形态:取发酵后酸乳经甲苯胺蓝染色^[6]后镜检.

* 收稿日期:2009-07-29

作者简介:李旭华(1984-),女,湖南省郴州市人,在读硕士生,研究方向:应用微生物

基金项目:国家科技支撑计划(2006BAD04A00)

1.4 实验方法

1.4.1 单菌株发酵酸乳实验

将保加利亚乳杆菌、嗜热链球菌、嗜酸乳杆菌以1%的接种量接入含三聚氰胺的灭菌牛乳中(三聚氰胺浓度分别为0 g/L, 0.5 g/L, 1.0 g/L, 1.5 g/L, 2.0 g/L, 2.5 g/L, 3 g/L^[7]),记录发酵的凝乳时间、发酵前后的pH值、发酵前后的活菌数。

1.4.2 双菌株发酵酸乳实验

将保加利亚乳杆菌与嗜热链球菌为1:1的混合菌株以1%的接种量接入含三聚氰胺的灭菌牛乳中(三聚氰胺浓度分别为0 g/L, 0.5 g/L, 1.0 g/L, 1.5 g/L, 2.0 g/L, 2.5 g/L, 3 g/L及0 mg/L, 1 mg/L, 2 mg/L, 3 mg/L, 4 mg/L, 5 mg/L, 6 mg/L, 7 mg/L, 8 mg/L, 9 mg/L, 10 mg/L^[2]),记录发酵的凝乳时间、发酵前后的pH值、发酵前后的活菌数,观察酸乳中的菌体形态,并对酸乳进行感官评定。

2 结果与讨论

2.1 三聚氰胺对单菌株发酵酸乳的影响

2.1.1 酸乳发酵前后 pH 值的变化

由图1~图3可知,3种单菌株发酵牛乳前后的pH值随三聚氰胺浓度的变化并不明显,在三聚氰胺浓度为3 g/L时,用L. B. 发酵牛乳后其pH值比对照高0.32,用S. T. 发酵牛乳后其pH值比对照高0.09,用L. A. 发酵牛乳后其pH值比对照高0.09。

2.1.2 含三聚氰胺牛乳发酵前后活菌数的变化

由图4~图6可知,随着三聚氰胺浓度的增加,菌体数目总体趋势略有下降,但变化幅度不超过一个数量级。

2.1.3 酸乳发酵凝乳时间的变化

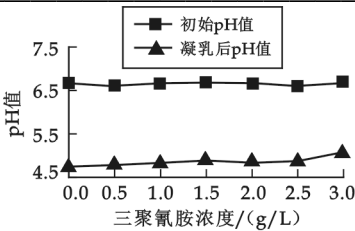


图1 三聚氰胺对 L. B. 发酵牛乳 pH 值的影响

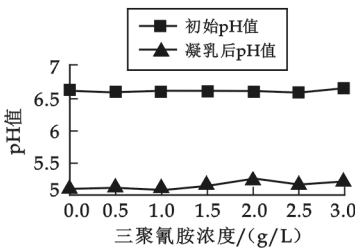


图3 三聚氰胺对 L. A. 发酵牛乳 pH 值的影响

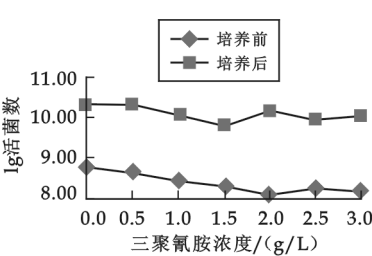


图5 三聚氰胺对 S. T. 发酵牛乳活菌数的影响

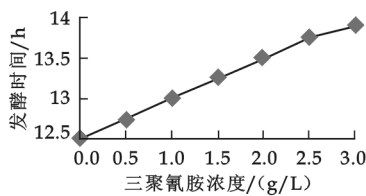


图7 三聚氰胺对 L. B. 发酵牛乳凝乳时间的影响

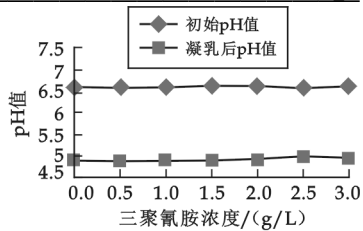


图2 三聚氰胺对 S. T. 发酵牛乳 pH 值的影响

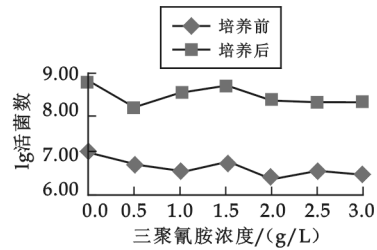


图4 三聚氰胺对 L. B. 发酵牛乳活菌数的影响

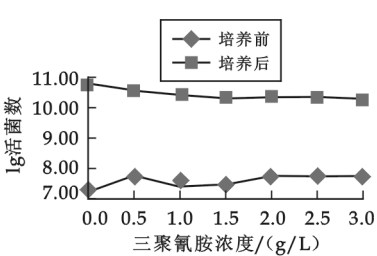


图6 三聚氰胺对 L. A. 发酵牛乳活菌数的影响

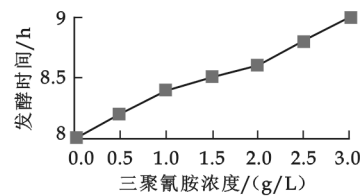


图8 三聚氰胺对 S. T. 发酵牛乳凝乳时间的影响

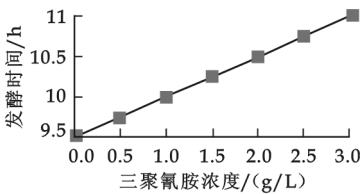


图9 三聚氰胺对 L. A. 发酵牛乳凝乳时间的影响

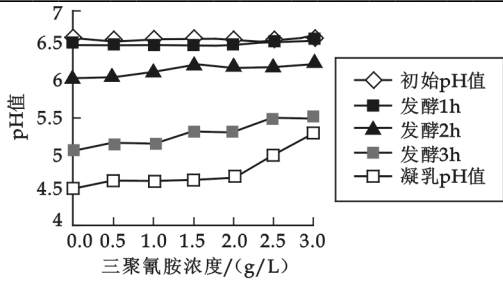


图 10 三聚氰胺对双菌株发酵牛乳活菌数的影响

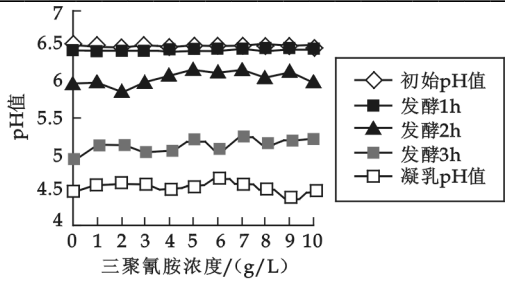


图 11 低浓度三聚氰胺对双菌株发酵牛乳 pH 值的影响

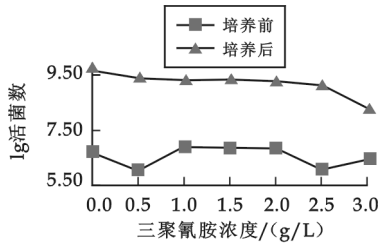


图 12 低浓度三聚氰胺对双菌株发酵牛乳凝乳时间的影响

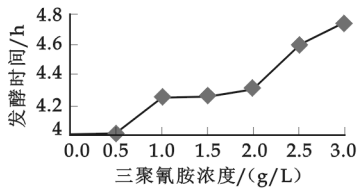


图 13 三聚氰胺对双菌株发酵牛乳凝乳时间的影响

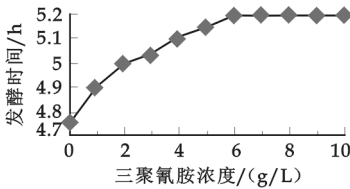


图 14 低浓度三聚氰胺对双菌株发酵牛乳凝乳时间的影响

由图 7~图 9 可知,随着三聚氰胺浓度的增加,各菌种发酵牛乳凝乳的时间增加,嗜热乳链球菌发酵牛乳的凝乳时间增加了 1.0 h,保加利亚乳杆菌、嗜酸乳杆菌发酵牛乳的凝乳时间增加了 1.5 h。

2.2 三聚氰胺对双菌株发酵酸乳的影响

2.2.1 酸乳发酵过程中 pH 值的变化

由图 11 可知,添加三聚氰胺的牛乳在发酵过程中 pH 值变化并不明显,但在凝乳时,三聚氰胺浓度为 2.5 g/L、3 g/L 的酸乳中其 pH 值与对照相比分别提高了 0.47、0.78。由图 12 可知,添加低浓度三聚氰胺的牛乳在发酵过程中 pH 值变化并不明显,且凝乳后 pH 值变化较小,最大差值只有 0.15。

2.2.2 酸乳发酵前后活菌数的变化

由图 12 可知,随着三聚氰胺浓度的增加,菌体数目总体趋势略有下降,但变化幅度不超过一个数量级。

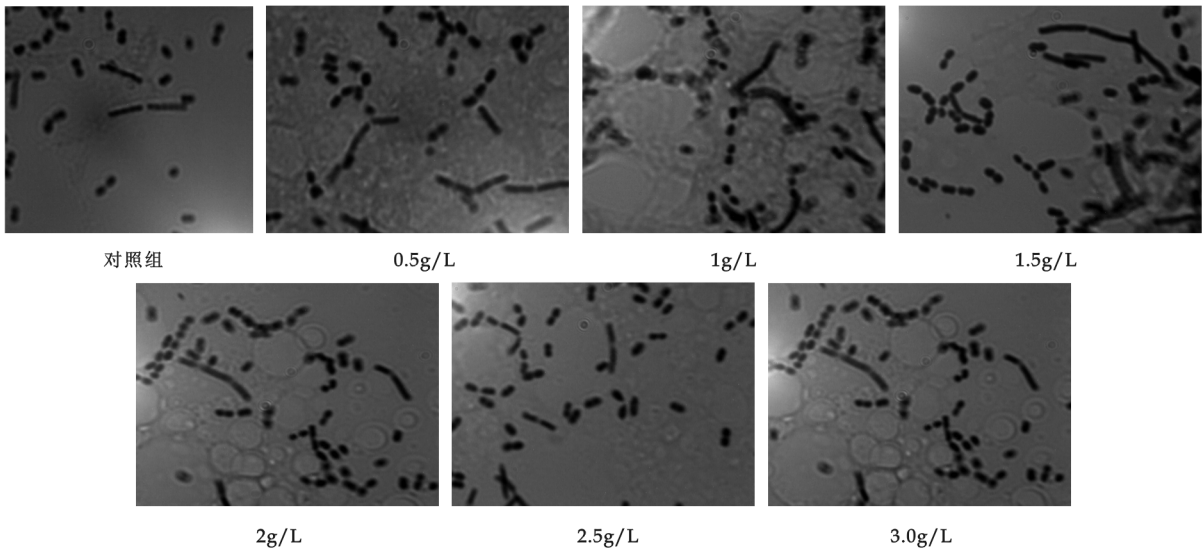


图 15 含不同浓度三聚氰胺的酸乳中菌体的生长情况

2.2.3 酸乳发酵凝乳时间的变化

由图 13 可知,三聚氰胺对酸乳的凝乳时间影响较大,当牛乳中三聚氰胺的浓度为 3.0 g/L 时,凝乳时间比对照组增加了 0.8 h. 由图 14 可知,低浓度三聚氰胺对酸乳的凝乳时间依然有影响,当牛乳中三聚氰胺的浓度为 10 mg/L 时,凝乳时间比对照组增加了近 0.5 h.

2.2.4 酸乳感官指标评价

添加三聚氰胺的牛乳及对照牛乳在发酵后酸乳色泽均匀一致,均呈乳白色,具有酸乳发酵特有的风味,但牛乳中三聚氰胺浓度越高,其凝乳时的质地与对照组相比更疏松.

2.2.5 菌体形态

观察图 15 可知,在含有不同浓度三聚氰胺的酸乳中保加利亚乳杆菌与嗜热乳链球菌的菌体形态没有显著的变化.

此外,本实验对三聚氰胺浓度为 0~10 mg/L 的酸乳中的菌体进行了镜检,观察对照组菌体与含三聚氰胺 10 mg/L 的酸乳中的菌体,由图 16 可知,在含低浓度三聚氰胺的酸乳中保加利亚乳杆菌与嗜热乳链球菌的菌体形态并没有发生显著的变化.

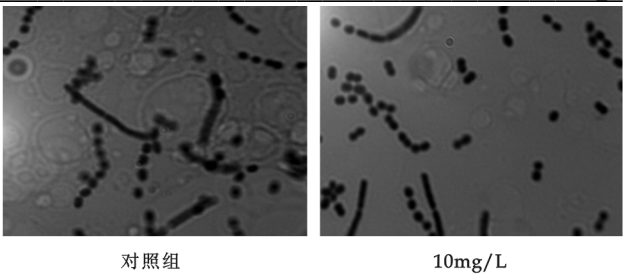


图 16 含低浓度三聚氰胺的酸乳中菌体的生长情况

3 结论

本实验对含不同浓度三聚氰胺的牛乳进行了单菌株和双菌株的发酵,在发酵过程中对 pH 值、凝乳时间及活菌数的变化进行了检测,同时评价了酸乳的感官指标,镜检了酸乳中的菌体形态. 结果表明,牛乳中添加三聚氰胺发酵后,采用单菌株发酵时,L. B. 发酵的凝乳 pH 值变化最大,为 0.32,采用双菌株发酵时,pH 值的最大变化可达 0.78;嗜热乳链球菌发酵牛乳的凝乳时间增加了 1.0 h,保加利亚乳杆菌、嗜酸乳杆菌发酵牛乳的凝乳时间增加了 1.5 h,双菌株发酵牛乳的凝乳时间增加了 0.8 h;发酵后,乳酸菌活菌数有所下降,但下降值不超过一个数量级;酸乳的感官差异主要体现在其质地方面:酸乳中三聚氰胺浓度越高,凝乳时质地越疏松;镜检观察酸乳中的菌体可以发现其菌体形态差异不明显,这说明在牛乳中添加三聚氰胺对酸乳发酵的影响并不显著,在原料乳中加入三聚氰胺后仍然可以发酵生产酸乳.

参考文献

[1] 邵 伟,仇 敏,吴 炜. 食品或饲料中三聚氰胺的危害、检测方法及启示[J]. 中国酿造,2008,23:92-94.
[2] 中国食品工业协会. 食品安全月度报告[R]. 中国食品工业,2008,10:26-27.
[3] 阮 征. 乳制品安全生产与品质控制[M]. 北京:化学工业出版社,2004:151.
[4] GB2746-1999. 酸牛乳[S]. 北京:中国标准出版社,1999.
[5] 马向前,周德庆. 双歧杆菌和乳酸菌的一种简便快速计数法[J]. 微生物学报,1997,37(1):62-63.
[6] 吕加平. 酸奶中乳酸菌镜检涂片的特殊染色法[J]. 微生物学通报,1999,26(4):281-282.
[7] 任保曾,李 晨,袁晓亮,等. 三聚氰胺溶解度的测定与关联[J]. 化工学报,2003,7(54):1 001-1 003.

EFFECTS OF MELAMINE ON YOGHURT FERMENTATION

LI Xu-hua, LV Jia-li, AN Li, SONG Juan-na

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

Abstract: In order to know how melamine affected milk fermentation, the experiment fermented milk which contained melamine of different concentration, and the pH value and viable cell number and curding time were detected. The experiment result showed that adding melamine in milk could increase curding pH value, the max value was 0.78; and the curding time was increased too, the max value was 1.5 h; the number of living bacteria had a slight descent by less than one logarithmic level; the texture of the curd was looser as the concentration of the melamine in the milk went higher; the shape of the bacteria in the yoghurt had little difference.

Key words: melamine; yoghurt; fermentation

(上接第 39 页)

EFFECTS OF AMMONIATING TEMPERATURE ON SYNTHESIS OF GALLIUM NITRIDE (GAN) NANOPOWDERS BY ORGANIC DEPOSITION METHOD

XUE Xiao-shuang, WANG Fen, CUI Shan

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

Abstract: This first reports the gallium nitride (GaN) nanopowders synthesized by ammoniating Ga-implanted precursors at different temperature between 950~1 050 °C, the Ga-implanted precursors were prepared by gallium nitrate ($\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$) through organic deposition method in an alkaline medium. The phase constitution, micrograph morphology and luminescent properties of as-synthesized GaN nanopowders were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and photoluminescence (PL). Results show that GaN nanopowders fabricated by ammoniating Ga-implanted precursors produced by organic deposition method at different temperature are all hexagonal wurtzite structures, with size bellow 100 nm, and have quite well uniformity and dispersion. And the GaN nanopowders become smaller and more crystallization with the ammoniating temperature increased. The GaN nanopowders manufactured at 1 050 °C have the best luminescent property.

Key words: gallium nitrate; organic deposition; GaN nanopowders

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0057-05

紫花杜鹃及矮地茶有效成分的提取纯化 及其药效学研究

黄帆¹, 李琳¹, 张志平¹, 张辉², 王雪毓¹, 李晓玺¹, 陈玲¹

(1. 华南理工大学轻工与食品学院, 广东 广州 510640; 2. 中国农村技术开发中心, 北京 100045)

摘要:采用醇或醇-水提取法对紫花杜鹃及矮地茶分别进行提取,通过响应面分析及正交试验获得了紫花杜鹃中黄酮类化合物和矮地茶中岩白菜素的最佳提取工艺,所获得黄酮类化合物及岩白菜素的提取率分别为96.85%、92.85%,纯度分别为15.42%、20.69%。采用大孔吸附树脂纯化紫花杜鹃提取物并采用氨水除杂和结晶法纯化矮地茶提取物,获得纯度分别为78.64%、72.65%的黄酮类化合物和岩白菜素。通过药效实验证明醇法提取物比原紫茶颗粒具有更佳的止咳祛痰效果。

关键词:紫花杜鹃; 黄酮类化合物; 矮地茶; 岩白菜素; 紫茶颗粒

中图分类号:R284.2

文献标识码:A

0 引言

复方紫茶颗粒是由紫花杜鹃和矮地茶以1:1比例混合后水煎煮两次,合并滤液浓缩成浸膏再加入蔗糖等制成的颗粒冲剂,是治疗咳喘的经典药方,而紫花杜鹃中的黄酮类化合物、矮地茶中的岩白菜素是其中的有效成分^[1,2]。但该药方活性成分含量低,服用剂量大,治疗周期长,给患者造成了很大的不便。本研究针对紫茶颗粒存在的不足之处,进行了适合于紫茶药材有效成分高效提取及纯化的优化工艺研究,以实现对紫茶颗粒的二次开发。

黄酮类化合物和岩白菜素均为醇溶性化合物,其易溶于甲醇、乙醇等有机溶剂,微溶于水。因此,为了提高黄酮类化合物及岩白菜素的提取率,可采用乙醇-水体系作为提取溶剂对紫花杜鹃及矮地茶分别进行提取研究。在单因素实验的基础上,通过响应面分析及正交试验研究紫花杜鹃中黄酮类化合物及矮地茶中岩白菜素的最佳醇提取工艺,利用大孔吸附树脂^[3-7]、氨水除杂及结晶法分别对黄酮类化合物及岩白菜素提取物进行纯化,从而提高紫茶中活性成分的提取率及纯度,为开发高效、速效、服用量少和携带方便的中药新制剂提供参考及依据。

1 实验材料与方法

1.1 主要实验材料及仪器设备

实验材料:紫花杜鹃(购于广州致信药业,为紫花杜鹃带叶嫩茎)、矮地茶(购于安徽亳州中药材市场,为矮地茶的干燥叶与带叶嫩枝)、无水乙醇(AR,成都市联合化工试剂研究所)、其他试剂(均为分析纯)。

仪器设备:紫外可见分光光度计(WFZ UV-2102 PCS,尤尼柯(上海)仪器有限公司)、恒流泵(BT100-1J,保定兰格恒流泵有限公司)、自动收集器(BSZ-100,上海沪西分析仪器厂有限公司)、真空干燥箱(DZF-6050,上海一恒科技有限公司)、真空冷冻干燥机(ALPHA 2-4,博励行仪器有限公司)。

* 收稿日期:2009-08-07

作者简介:黄帆(1984-),男,广东省广州市人,在读硕士生,研究方向:糖类物质及其药物的制备与生物利用
基金项目:国家“十一五”科技支撑计划(2006BAD27B04)、广东省教育厅高校重点实验室建设项目(B12N9060240)

1.2 实验方法

1.2.1 紫花杜鹃中黄酮类化合物的提取纯化

1.2.1.1 紫花杜鹃中黄酮类化合物的提取因素与工艺优化的研究

分别称取 10 g 紫花杜鹃干燥嫩叶粗粉置于 5 个 250 mL 锥形瓶中,以乙醇为提取溶剂,选取乙醇浓度为 50%、60%、70%、80%、90%,在液料比为 6 mL/g、8 mL/g、10 mL/g、12 mL/g、15 mL/g,提取温度为 40℃、50℃、60℃、70℃、80℃,转速为 100 r/min 的条件下恒温振荡,分别提取 1 次、2 次、3 次,每次提取时间分别为 1 h、1.5 h、2 h、2.5 h、3 h,提取完毕过滤,合并滤液,采用 $\text{CH}_3\text{COOK}-\text{Al}(\text{Cl})_3$ 比色法测定总黄酮含量.在单因素实验的基础上,选择提取次数为 2 次,对乙醇浓度、液料比和提取时间对紫花杜鹃中黄酮类化合物的提取效果进行三因素三水平的响应面分析,以获得紫花杜鹃中黄酮类化合物醇提的优化工艺.

1.2.1.2 大孔吸附树脂对紫花杜鹃中黄酮类化合物纯化的研究^[8-10]

选用 HPD-600 大孔吸附树脂,对紫花杜鹃黄酮类化合物提取物进行纯化,吸附条件为 pH 值 5.8(原液 pH),上柱浓度 1.0 mg/mL,上柱流速 4.5 mL/min;解吸条件为解吸液采用 80%乙醇,解吸流速 2 mL/min,从第 10 min 开始收集,共收集 80 mL 洗脱液,浓缩蒸干得紫花杜鹃黄酮浸膏.

1.2.2 矮地茶中岩白菜素的提取纯化

1.2.2.1 矮地茶中岩白菜素提取因素与工艺优化的研究

分别称取 10 g 矮地茶干燥嫩叶粗粉置于 5 个 250 mL 锥形瓶中,以乙醇-水为提取溶剂,选取乙醇浓度为 20%、30%、40%、50%、60%,在液料比为 6 mL/g、10 mL/g、12 mL/g、15 mL/g、20 mL/g,提取温度为 40℃、50℃、60℃、70℃、80℃,转速为 100 r/min 的条件下恒温振荡,分别提取 1 次、2 次、3 次,每次提取时间分别为 1 h、1.5 h、2 h、2.5 h、3 h,提取完毕过滤,合并滤液,采用紫外吸收法测定滤液中岩白菜素的含量.在单因素实验的基础上,选择提取次数为 2 次,对提取溶剂乙醇浓度、液料比、提取温度和提取时间对矮地茶中岩白菜素提取效果的影响进行 $L_9(3^4)$ 正交试验,以获得提取矮地茶中岩白菜素的优化工艺.

1.2.2.2 矮地茶中岩白菜素纯化工艺的研究

将提取所得岩白菜素浸膏加入到乙醇中,搅拌均匀,加氨水,调节 pH 为 9~10,有棕色沉淀析出,过滤,反复 3 次,合并滤液,加水稀释并加热,趁热滤去不溶物.滤液放置过夜,即有白色结晶析出,收集结晶,母液继续放置析出更多结晶,合并结晶,即得精制岩白菜素.取少量用 40%乙醇溶解,用紫外-可见分光光度计测定其吸光度值,计算精制岩白菜素得率及纯度.

1.2.3 药效学研究

1.2.3.1 提取纯化物的止咳实验(浓氨水致咳法)

空白对照组小鼠灌服等容量的生理盐水,阳性对照药选用可待因,分别给药灌服紫茶颗粒溶液、紫茶药材水煎煮提取纯化物溶液、紫花杜鹃黄酮类化合物提取纯化物与矮地茶岩白菜素提取纯化物的一定比例混合物(对应紫花杜鹃与矮地茶比例为 1:1)溶液,每天一次,连续灌服 7 天,于末次给药 30 min 后将小鼠放入 500 mL 烧杯中,10 s 内逐渐喷入 25%的氨水液 3 mL,立即取出小鼠,观察和记录小鼠咳嗽的潜伏期和 2 min 内的咳嗽次数,各组小鼠交叉进行,测定抑制率.

$$\text{抑制率} = \frac{\text{空白组咳嗽次数均值} - \text{给药组咳嗽次数均值}}{\text{空白组咳嗽次数均值}} \times 100\%$$

1.2.3.2 提取纯化物的祛痰实验(酚红排泌法)^[11]

空白对照组灌服等容量的生理盐水,阳性对照药选用氯化铵,分别给药灌服紫茶颗粒溶液、紫茶药材水煎煮提取纯化物溶液、紫花杜鹃黄酮类化合物提取纯化物与矮地茶岩白菜素提取纯化物的一定比例混合物(对应紫花杜鹃与矮地茶比例为 1:1)溶液,通过测定小鼠呼吸道酚红排泌量判断药物对呼吸道分泌液量的影响,测定祛痰指数,从而间接评价药物的祛痰作用和强度.

祛痰指数 = $\frac{\text{给药组气管段酚红排放量}}{\text{空白组气管段酚红排放量}}$

2 实验结果及讨论

2.1 紫花杜鹃中黄酮类化合物提取因素与工艺优化的研究

以黄酮类化合物的纯度作为考察指标,采用 SAS 8e 进行统计分析,得到紫花杜鹃中黄酮类化合物纯度 Y 与各因素变量间的函数关系为:

$$Y = 15.37552 + 0.169808 * X_1 + 0.191607 * X_2 + 0.241069 * X_3 - 0.781385 * X_{12} + 0.23125 * X_1 * X_2 - 0.21375 * X_1 * X_3 - 0.090187 * X_{22} + 0.73875 * X_2 * X_3 - 0.63466 * X_{32}$$

其中, X_1 —乙醇浓度(%), X_2 —液料比, X_3 —提取时间(h).

将建立的回归模型中的任一因素固定为零水平,得到另外两个因素的交互影响作用,二次回归方程的响应面及其等高线如图 1~图 3 所示.

由图 1 可见,乙醇浓度对黄酮类化合物纯度的影响更为明显,当乙醇浓度为 82%、液料比为 12 mL/g 附近时黄酮类化合物纯度达到最高.

由图 2 可见,随着乙醇浓度和提取时间的加大,黄酮类化合物的纯度先增大而后减小,当乙醇浓度为 80.54%,每次提取时间为 2.2 h 附近时其纯度达到最高.

由图 3 可见,当液料比为 12 mL/g,每次提取时间为 2.2 h 附近时,黄酮类化合物的纯度达到最高,且提取时间对纯度的影响大于液料比的影响.

由此确定黄酮类化合物最佳提取工艺为:乙醇浓度 80%、液料比 10 mL/g、提取两次,每次提取时间 2.2 h. 在此条件下,重复实验 3 次,得到紫花杜鹃中黄酮类化合物的提取率平均为 96.85%,纯度平均为 15.42%,与预测值基本一致,证实了该模型的有效性.

2.2 大孔吸附树脂对紫花杜鹃中黄酮类化合物纯化影响因素的研究

对影响大孔吸附树脂纯化效果的因素进行单因素实验,获得合理的纯化条件,在此基础上对紫花杜鹃黄酮类提取物进行纯化,吸附率可达 88.9%,解吸率为 93.5%,最终获得紫花杜鹃黄酮类化合物纯度为 78.64%,达到了较好的纯化效果.

2.3 矮地茶中岩白菜素的提取因素与工艺优化研究

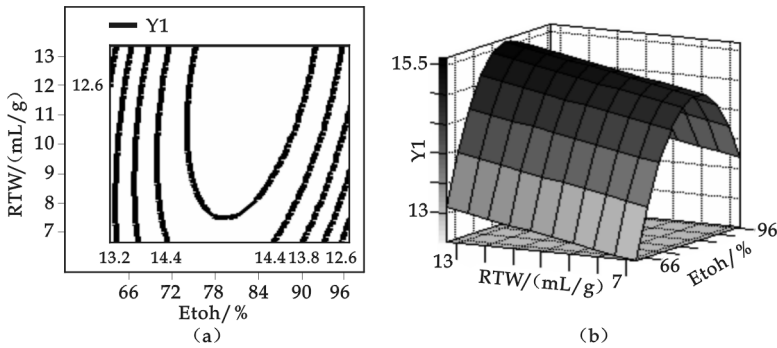


图 1 乙醇浓度和液料比对黄酮类化合物纯度的影响

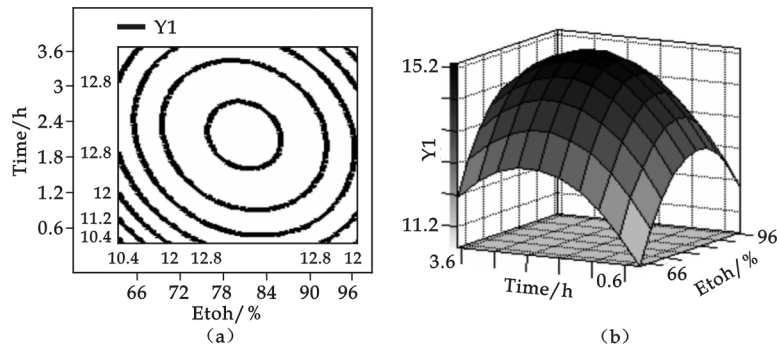


图 2 乙醇浓度和提取时间对黄酮类化合物纯度的影响

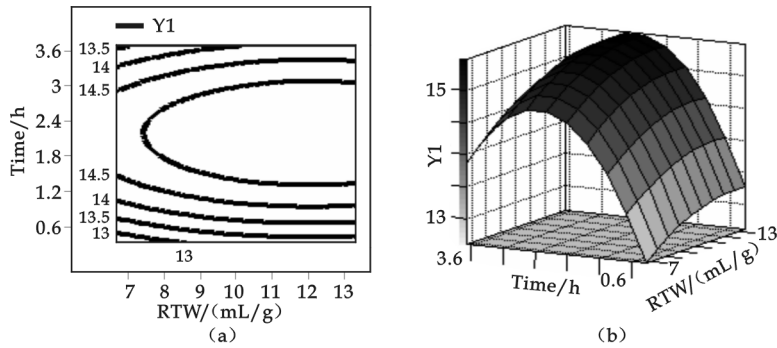


图 3 液料比和提取时间对黄酮类化合物纯度的影响

表 1 正交试验因素与水平表

水平	因素			
	A(乙醇浓度)	B(液料比)	C(提取温度)	D(提取时间)
	/ %	/(mL/g)	/℃	/h
1	30	10	50	1
2	40	12	60	2
3	50	15	70	3

表 2 以岩白菜素提取率为指标的正交试验结果表

实验编号	A	B	C	D	提取率/%	纯度/%
1	1	1	1	1	70.25	21.08
2	1	2	2	2	90.54	20.84
3	1	3	3	3	91.65	18.48
4	2	1	2	3	97.56	20.62
5	2	2	3	1	73.68	19.38
6	2	3	1	2	97.75	21.15
7	3	1	3	2	90.30	17.58
8	3	2	1	3	97.24	17.76
9	3	3	2	1	88.73	18.06
K_1	84.15	86.04	88.41	77.55		
K_2	89.66	87.15	92.28	92.86		
K_3	92.09	92.71	85.21	95.48		
极差 R	7.94	6.67	7.07	17.93		
K_1'	20.13	19.76	20.00	19.51		
K_2'	20.38	19.33	19.84	19.86		
K_3'	17.80	19.23	18.48	18.95		
极差 R'	2.58	0.53	1.52	0.91		

表 3 不同提取工艺所得药物对小鼠止咳作用的影响

组别	实验小数 只数/只	剂量/(g 原药材 /kg 人体质量)	咳嗽潜伏 期/s	2 min 内咳嗽 次数/次
空白对照组	12	0	3.75±1.14	74.08±8.10
可待因组	12	3.33	30.25±6.45**	10.33±2.93**
紫茶颗粒组	12	3.33	6.83±3.24*	47.75±3.19*
$K=1:1$ 组	12	3.33	11.17±4.47*	29.42±3.00*

注: K 指紫花杜鹃与矮地茶比例;与空白对照组比较 “*” $P<0.05$, “**” $P<0.01$.

表 4 不同提取工艺所得药物对小鼠祛痰作用的影响

组别	小鼠 只数/只	剂量/(g 原药材 /kg 人体质量)	气管段酚红排 泌量/(mg/L)
空白对照组	12	0	0.057±0.023
氯化铵组	12	3.33	0.640±0.064**
紫茶颗粒组	12	3.33	0.321±0.063*
$K=1:1$ 组	12	3.33	0.497±0.051*

注: K 指紫花杜鹃与矮地茶比例;与空白对照组比较 “*” $P<0.05$, “**” $P<0.01$.

在单因素实验的基础上,确定提取次数为 2 次,对提取溶剂乙醇浓度、液料比、提取温度和提取时间对矮地茶中岩白菜素提取效果的影响进行 $L_9(3^4)$ 正交试验. 实验因素水平如表 1 所示,正交试验结果列于表 2 及表 3.

在以上提取条件下,以岩白菜素的提取率及纯度作为考察指标进行分析,确定最佳提取工艺条件.

从表 2 可见,在影响乙醇提取的 4 个因素中,对岩白菜素提取率影响大小的因素依次为:提取时间>乙醇浓度>提取温度>液料比,提取率最高的条件为 $A_3B_3C_1D_2$;对岩白菜素纯度影响大小的因素依次为:乙醇浓度>提取温度>提取时间>液料比,岩白菜素纯度最高的提取条件为 $A_2B_1C_2D_2$. 从岩白菜素提取率、岩白菜素纯度、溶剂用量等方面综合考虑,确定各因素较优的水平组合为 $A_2B_1C_2D_2$,即提取溶剂为 40%乙醇,液料比为 10 mL/g,提取温度为 60℃,提取次数为 2 次,提取时间为每次 2 h. 按照优选出的工艺条件进行提取,结果岩白菜素的提取率为 92.85%,其纯度为 20.69%.

2.4 矮地茶中岩白菜素的纯化研究

采用氨水除杂及结晶法,提取所得岩白菜素浸膏经精制纯化后其纯度达到了 72.65%,岩白菜素转移率为 85.46%,保留了绝大部分活性成分,说明利用乙醇加氨水去除鞣质,利用岩白菜素的热水性去除脂溶性杂质,能有效提高岩白菜素的纯度.

2.5 提取纯化物的止咳和祛痰作用

由表 3 和表 4 实验结果可见,以紫茶颗粒原提取工艺对紫茶药材采用醇提及醇-水提取两种药材中的活性成分,并通过大孔吸附树脂纯化黄酮类化合物,与加氨水除杂法及结晶法纯化矮地茶中岩白菜素的混合物,其止咳祛痰作用均高于原紫茶颗粒,其止咳抑制率为 60.28%,祛痰指数为 8.72.

4 结束语

基于紫花杜鹃中黄酮类化合物及矮地茶中岩白菜素的理化性质,本文采用醇提法及醇-水提取法对紫花杜鹃中的黄酮类化合物及矮地茶中的岩白菜素分别进行提取,并通过纯化工艺研究,得到了较水煎煮所得提取纯化物活性成分纯度更高的活性物质;通过建立动物药效学实验,证明了采用醇及醇-水提取法比水提法具有更佳的止咳祛痰效果,为紫茶颗粒的进一步开发提供一定的基础研究依据。

参考文献

- [1] 曾玉,黄健. HPLC法测定紫花杜鹃片中槲皮素的含量[J]. 中国实用医药, 2008, 2(2): 44-45.
- [2] 张湘东. 紫花杜鹃胶囊制备工艺和质量标准的实验研究[D]. 湖南中医学院, 中国优秀硕士学位论文全文数据库, 2003.
- [3] 任荣军. 大孔树脂吸附技术在黄酮类成分分离纯化中的应用[J]. 中国药业, 2008, 17(16): 71-73.
- [4] 王冬梅. 大孔吸附树脂在药用植物有效成分分离中的应用[J]. 西北林学院学报, 2002, 17(1): 60.
- [5] 安彩贤,李治娜. 大孔吸附树脂分离纯化葛根与山楂叶中总黄酮的研究[J]. 中成药, 2004, 26(9): 698-701.
- [6] Lu HA, Wang BC. Optimization of preparative separation and purification of total flavonoids from *radix puera riae* by macroporous resin method[J]. Journal of Chinese Pharmaceutical Science, 2006, 15(2): 121-126.
- [7] 雍晓静,刘钢. 应用大孔树脂分离纯化枸杞叶总黄酮的研究[J]. 宁夏大学学报, 2005, 26(2): 148-150.
- [8] 卫强,彭如玉. 滁菊中总黄酮的大孔树脂纯化工艺研究[J]. 中药材, 2008, 31(1): 147-149.
- [9] 程冰洁,周迎春. FL-1大孔树脂分离纯化番石榴叶总黄酮工艺研究[J]. 中国中医药信息杂志, 2008, 15(6): 56-57.
- [10] 吕亚玲. 大孔树脂对大蓟总黄酮吸附的研究[J]. 实用临床医药杂志, 2008, 12(4): 52-55.
- [11] 刘晓波,方春生,王成军. 岩白菜素缓释片祛痰平喘作用的研究[J]. 大理学院学报, 2008, 7: 37-40.

STUDY ON EXTRACTION AND PURIFICATION OF *RHODODENDRON MARIAE HANCE* AND *HERBA* *ARDISIAE JAPONICAE* AND THEIR PHARMACODYNAMICS

HUANG Fan¹, LI Lin¹, ZHANG Zhi-ping¹, ZHANG Hui²,
WANG Xue-yu¹, LI Xiao-xi¹, CHEN Ling¹

(1. College of Light Industry and Food Sciences, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China; 2. China Rural Technology Development Center, Beijing 100045, China)

Abstract: The ethanol or ethanol-water was used as extraction medium for the flavonoids from *Rhododendron Mariae Hance* and bergenin from *Herba Ardisiae Japonicae* separately. The optimum extraction conditions for flavonoids from *Rhododendron Mariae Hance* and bergenin from *Herba Ardisiae Japonicae* were obtained through response surface analysis and orthogonal experiment. The extraction rates of flavonoids and bergenin were 94.25% and 92.85%, with purity 15.42% and 20.69%. Flavonoids extraction was purified through macroreticular absorption resin and the purify reached 78.64%; bergenin extraction was purified through remove impurities by ammonia and crystallization and the purity reached 72.65%. The pharmacodynamics of active ingredients was studied by ammonia-induced cough method and phenol red excretion method. The results show that the extract under alcohol-water extraction medium obtains better antitussive and expectorant effects than original ZICHA granules.

Key words: *Rhododendron Mariae Hance*; flavonoids; *Herba Ardisiae Japonicae*; bergenin; ZICHA granules

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0062-03

甘露低聚糖锌配合物对尿素吸附的研究

毛跟年, 齐 凤, 李丽维, 张云丽

(陕西科技大学生命科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

摘 要:研究了甘露低聚糖锌配合物对尿素的吸附,探讨了 pH 值、甘露低聚糖锌结合率、作用时间、尿素初始浓度 4 个因素对尿素吸附的影响,通过正交试验确定了甘露低聚糖锌配合物对尿素吸附的最佳条件:pH 值为 7.5,甘露低聚糖锌配合物的结合率为 40%,反应时间为 1.8 h,尿素初始浓度为 2.0 mg/mL,在此条件下尿素的吸附量最高可达 66.7 mg/g,表明该配合物对尿素有很好的吸附作用。

关键词:甘露低聚糖锌配合物; 尿素; 吸附

中图分类号:R914

文献标识码:A

0 引言

甘露低聚糖是一种功能性低聚糖,具有促进乳酸菌、双歧杆菌等益生菌增殖、防治高血脂、增强人体免疫功能等作用^[1]。锌是人体中必须的微量元素,体内缺乏锌时,将引起锌酸活力减退而产生营养不良、肝脾肿大等。防治的最主要方法是给机体补充适量的锌,但常见的补锌剂都有明显的副作用。另外,据报道^[2],锌在体内易产生内源性自由基,导致细胞膜脂质过氧化造成细胞膜损伤,从而限制了它的使用,因此寻找高效低毒的营养强化剂是亟待解决的问题。多糖配合物作为补锌剂不仅具有合适的配合稳定性,对胃肠道无或甚少刺激作用,而且当其释放锌后配体多糖具有多方面的生理活性^[3]。鉴于以上优点,多糖与过渡金属结合形成的配合物可作为新型尿素吸附剂用于尿素的吸附,为尿毒症的治疗提供了新的方法。本文通过研究甘露低聚糖锌配合物对尿素的吸附作用为进一步开发新型尿素吸附剂提供了重要的科学依据^[4]。

1 实验

1.1 主要仪器与试剂

DHG-9123A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司),DKZ-2 型电热恒温振荡水槽(上海精宏实验设备有限公司),UV-754 紫外分光光度计,甘露低聚糖(湖北东方天琪生物工程股份有限公司)、硫酸锌、尿素等均为分析纯。

1.2 实验方法

1.2.1 甘露低聚糖锌配物的制备

称取一定量甘露低聚糖配制 5%的甘露低聚糖溶液,滴入一定量(0.1 mol/L)的硫酸锌溶液,在一定温度下磁力搅拌一定时间,然后加入与反应液等量的无水乙醇醇沉,洗涤,冷冻干燥,得粗品。再次溶解,醇析,冷冻干燥得甘露低聚糖锌配合物纯品。根据双硫脲比色法^[5]测定反应前后锌离子的变化,可得知甘露低聚糖锌配合物的结合率。

1.2.2 配合物对尿素的吸附

* 收稿日期:2009-08-23

作者简介:毛跟年(1963-),男,陕西省泾阳县人,教授,研究方向:生物活性物质的提取、食品生物技术与分析检测

基金项目:陕西省科技厅攻关项目(2007K07-25)

称取一定量的湿态甘露低聚糖锌配合物,置于 25 mL 具塞三角瓶中,加入 10 mL 一定浓度的尿素溶液,在 37 ℃ 恒温水浴振荡吸附一定时间,用微量尿素测定法,通过 UV-754 紫外分光光度计测定不同时间吸附后溶液中尿素的浓度,由吸附前后溶液中尿素的浓度差计算吸附率和吸附量。

1.2.3 吸附量的计算^[6]

在 100 mL 一定浓度的尿素溶液中加入 1 g 吸附剂,搅拌反应一定时间,测定吸附前后溶液中尿素质量浓度的变化,依下式计算吸附量:

$$\text{吸附率} = (C_0 - C) / C_0 \times 100 \%$$

$$\text{吸附量} = (C_0 - C) / M \times V$$

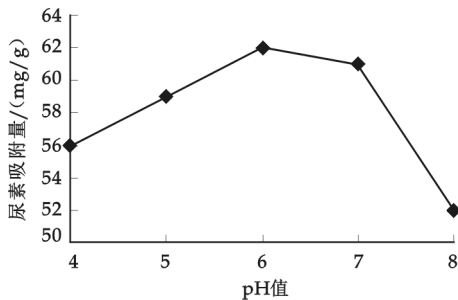


图 1 不同 pH 值对尿素吸附量的影响

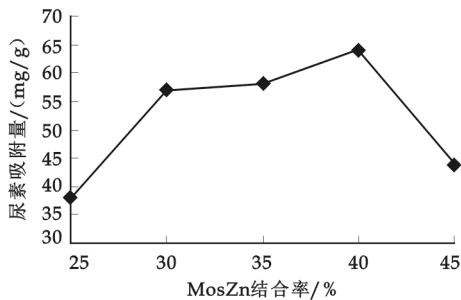


图 2 不同结合率的甘露低聚糖锌对尿素吸附量的影响

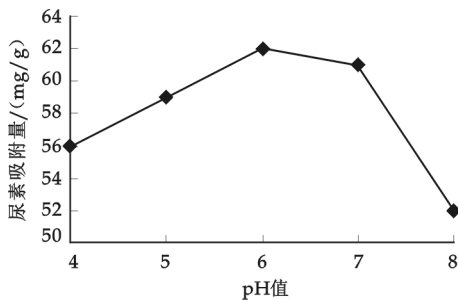


图 3 作用时间对尿素吸附量的影响

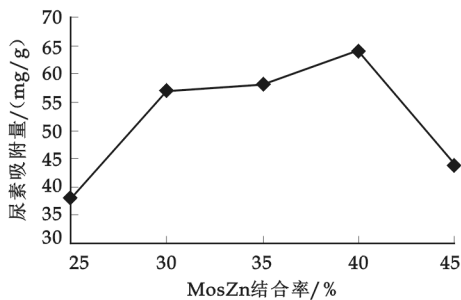


图 4 尿素初始浓度对尿素吸附量的影响

式中 C_0 为吸附前溶液的质量浓度, mg/mL; C 为吸附后溶液的质量浓度, mg/mL; M 为吸附剂的质量, g; V 为尿素溶液的体积, mL。

2 结果与讨论

2.1 单因素试验

2.1.1 不同 pH 值对甘露低聚糖锌配合物吸附尿素的影响

调节 pH 为 4.0、5.0、6.0、7.0、8.0, 在 37 ℃ 下震荡反应 2.0 h; 反应结束后, 用微量尿素测定法, 通过 UV-754 紫外分光光度计测定不同 pH 条件下的尿素吸附量。

由图 1 可见, 甘露低聚糖锌配合物对尿素的吸附量先随着 pH 值增大而增大, 当 pH=6.0 时, 吸附量达到最大值 62.7 mg/g, 当 pH 值继续增大, 吸附量反而下降, 所以最佳反应 pH 值为 6.0。

2.1.2 不同结合率的甘露低聚糖锌配合物对尿素吸附的影响

在锌离子的结合率为 25%、30%、35%、40%、45% 的条件下, 通过 UV-754 紫外分光光度计测定尿素吸附量。

由图 2 可见, 甘露低聚糖锌配合物对尿素的吸附量随着甘露低聚糖锌配合物的结合率增大而增大, 当甘露低聚糖锌配合物的结合率为 40% 时, 吸附量达到最大值 63.7 mg/g, 当甘露低聚糖锌配合物的结合

率进一步增大时,吸附量反而下降,因此确定最佳结合率为 40%.

2.1.3 作用时间对甘露低聚糖锌配合物吸附尿素的影响

设定不同的作用时间 0.5 h、1.0 h、1.5 h、2.0 h、2.5 h、3.0 h,通过 UV-754 紫外分光光度计测定尿素吸附量.

由图 3 可见,甘露低聚糖锌配合物对尿素的吸附量随着反应时间的增加先增大后减小,在 2.0 h 时达到最大,此时尿素吸附量为 48.5 mg/g,由此可以确定最佳反应时间为 2.0 h.

2.1.4 尿素初始浓度对尿素吸附的影响

尿素初始浓度分别取 0.5 mg/mL、1.0 mg/mL、1.5 mg/mL、2.0 mg/mL、2.5 mg/mL、3.0 mg/mL、3.5 mg/mL,在 37 ℃振荡反应 2 h 后通过 UV-754 紫外分光光度测定尿素吸附量.

由图 4 可见,当甘露低聚糖锌配合物的结合率为 40%时,尿素的吸附量随着尿素初始浓度的增加逐渐增大,当尿素的浓度达到一定值而继续增加时,尿素吸附量不再变化,即尿素的初始浓度为 2.0 mg/mL 时吸附量达到最大,此时尿素的吸附量为 53.7 mg/g.

2.2 正交试验

本试验研究 4 个主要因素即 pH 值、甘露低聚糖锌配合物的结合率、时间、尿素的初始浓度对尿素吸附量的影响.采用正交表 $L_9(3^4)$ 的设计方案,试验数据和处理结果见表 1.

表 1 正交试验结果

试验	MOS-Zn 结合 率(A)/%	反应时间 (B)/h	尿素初始浓度 (C)/(mg/mL)	pH (D)	吸附量 (mg/g)
1	1(38)	1(1.8)	1(1.5)	1(6.5)	32.8
2	1	2(2.0)	2(2.0)	2(7.0)	24.4
3	1	3(2.2)	3(2.5)	3(7.5)	24.5
4	2(40)	1	2	3	66.7
5	2	2	3	1	40.0
6	2	3	1	2	59.3
7	3(42)	1	3	2	45.9
8	3	2	1	3	35.6
9	3	3	2	1	57.6
K_1	80.7	140.0	127.7	130.4	
K_2	166.6	100.0	148.3	129.6	
K_3	129.1	151.5	110.4	126.4	
R	2.424	2.800	4.233	3.607	

由表 1 结果可知,各因素对尿素吸附量影响的主次顺序为 $C>D>B>A$,即尿素初始浓度>反应 pH 值>反应时间>甘露低聚糖锌配合物的结合率,最佳吸附条件是 $A_2B_1C_2D_3$,即在振荡温度为 37 ℃的条件下,反应时间为 1.8 h、甘露低聚糖锌配合物的结合率为 40%、pH 值为 7.5、尿素初始浓度为 2.0 mg/mL 时,尿素的吸附量最大为 66.7 mg/g.

3 结论

本研究通过正交试验得到了甘露低聚糖锌配合物对尿素吸附的最佳条件.甘露低聚糖锌配合物对尿素的吸附量较大,吸附效果较好,主要原因是甘露低聚糖具有较好的生物活性和生物相容性,因此该产品是一种具有发展潜力的

吸附材料,有望广泛用于生物医药及保健品领域,具有可观的应用价值.

参考文献

[1] 陈小兵,丁宏标,乔宇.甘露寡糖的益生作用、免疫机制与应用技术[J].营养与饲料,2005,32(8):6-8.
[2] 徐迪雄,吴嘉惠.锌的主要生物学作用及生物学意义[M].国外医学地理分册,1995,16(1):8-11.
[3] Bannister WH, Bannister JV, Searle AJ, et al. The reaction of superoxide radicals with metal picolinate complexes[J]. Tnorg Chem Acta, 1983, 78: 139-142.
[4] 杨滋,许牡丹,王亚娟,等.壳聚糖铜配合物对尿素的吸附性能研究[J].陕西科技大学学报,2008,26(6):92-94.
[5] 张范,刘志文.水质中锌的测定(双流踪分光光度法)[J].微量元素与健康研究,2005,11(5):53-54.
[6] 李伟清,郑筱梅,李自林.微量尿素的分光光度法测定[J].重庆师范学院学报,2001,18(2):86-88.

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0065-03

尿素包合法富集花椒籽油中 α -亚麻酸工艺的研究

杨秀芳, 伍发云, 杜小晖

(陕西科技大学轻化工助剂化学与技术教育部重点实验室, 陕西 西安 710021)

摘要:通过正交试验对尿素包合法富集花椒籽油中 α -亚麻酸的工艺进行了研究. 试验表明: 脂肪酸与尿素及溶剂的比例、包合温度、包合时间等条件对产品中 α -亚麻酸的含量有很大影响. 当脂肪酸、尿素、95%乙醇质量比为 1:3:8, 包合温度为 -5°C , 包合时间为 18 h 时, 产品中 α -亚麻酸含量可从 25.83% 增至 68.87%.

关键词:花椒籽油; α -亚麻酸; 尿素包合法; 富集; 优化

中图分类号: TQ028.8

文献标识码: A

0 引言

花椒籽含丰富油脂, 作为花椒的副产品, 其来源丰富, 价格低廉, 是极具开发潜力的油脂资源. 据测定, 花椒籽中含有 27%~31% 的油脂, 精制后所得的花椒油气味芳香, 具有花椒的特有风味, 其中不饱和脂肪酸含量为 87.9%~90.0%, 尤其是 α -亚麻酸(α -Linolenic acid, ALA) 的含量可达 25%~33%, 多不饱和脂肪酸总量达 42%~56%. 经精炼、脱色的花椒籽油中, ALA 的含量可达 30% 以上^[1,2]. ALA 为人体必需的脂肪酸, 对维持人体大脑和视网膜的正常发育具有重要作用. 为了从花椒籽油中提取高纯度的 α -亚麻酸, 本文采用尿素包合法除去花椒籽油中饱和的、低不饱和的脂肪酸, 富集花椒籽油中的 α -亚麻酸, 对花椒籽资源的综合开发利用具有重要意义.

α -亚麻酸富集纯化的方法主要有分子蒸馏法、超临界流体精馏法、尿素包合法、银离子络合法、柱色谱法、低温结晶法、吸附分离法、脂肪酶浓缩法等. 其中, 尿素包合法工艺设备简单, 生产成本低廉, 并且尿素包合法的温度较低, 通常在有氮气保护的环境中进行, 可以有效保护双键不受氧化, 不会对不饱和脂肪酸的分子结构和理化性质产生影响, 因而可有效保护 α -亚麻酸的营养成分和生理活性, 是大规模富集各种不饱和脂肪酸的理想方法^[3,4].

1 仪器与药品

恒温水浴箱: HH-2 金坛富华仪器有限公司; 真空旋转蒸发仪: SHZ-C 巩义市英峪予华仪器厂; 电动搅拌器: D120-2J 杭州仪表电机厂; 岛津 GC-9A 气相色谱仪: 日本 Shimadzu 公司; 数据处理机: C-R3A 日本 Shimadzu 公司.

脂肪酸甲酯标准样购自 Sigma 公司, 花椒籽油由韩城市金太阳油脂厂提供, 其余试剂均为分析纯.

2 方法与结果

2.1 花椒籽油脂肪酸成分分析

将韩城市金太阳油脂厂提供的花椒籽经压榨制得花椒籽油, 产品经甲酯化后采用气相色谱分析其脂肪酸组成(色谱条件: 毛细管脂肪酸分析柱: $30.0\text{ m} \times 320\text{ }\mu\text{m} \times 0.50\text{ }\mu\text{m}$; 进样口温度: 230°C ; 柱温: 210°C).

* 收稿日期: 2009-08-14

作者简介: 杨秀芳(1963-), 女, 陕西省铜川市人, 教授, 研究方向: 天然产品的开发与应用

表 1 花椒籽油脂肪酸组成

脂肪酸	棕榈酸	棕榈油酸	硬脂酸	油酸	亚油酸	α -亚麻酸
相对含量/%	11.90	2.32	1.79	28.20	29.96	25.83
绝对含量/%	10.59	2.06	1.59	25.10	26.66	22.98

℃;检测器温度:300 ℃;氮气流速:1.0 mL/min;氢气流速:35 mL/min;空气流速:400 mL/min;进样量:1 μ L),分析结果见表 1.

2.2 制备游离的混合脂肪酸

精密称取花椒籽油按一定比例加入 1 mol/L 氢氧化钾-乙醇溶液,充氮水浴加热回流 0.5~1 h,再加入石油醚除去不皂化物,冷却、过滤得皂化物;加适量水溶解皂化物.用 10%稀盐酸调节 pH=1~2,充分搅拌,静置分层,分取上层油状液体;水层用石油醚萃取 3 次,并入油状液体并水洗其中性,无水硫酸钠干燥,回收石油醚,即为混合游离脂肪酸.

2.3 尿素包合法制备高纯度的 α -亚麻酸

2.3.1 尿素包合方法

按一定配比将尿素和甲醇一并置入三口烧瓶中,开启磁力搅拌,70 ℃水浴锅中回流至尿素充分溶解,再加入一定量的混合脂肪酸,继续回流至澄清透明.在一定温度下结晶包合一定时间后,迅速减压抽滤,用 95%的乙醇洗结晶体.滤液中加入适量石油醚,用 10%的 HCl 溶液酸化滤液至 pH=2~3,加入适量水充分萃取,去下层的水层,将有机相水洗至中性,加入无水硫酸钠脱水,抽滤,回收溶剂,得到富集的不饱和脂

肪酸^[5].

表 2 正交试验因素水平表

水平	A,花椒籽油 /尿素/(W/W)	B,游离脂肪酸 /甲醇/(W/V)	C,包合 时间/h	D,包合 温度/℃
1	1:1	1:8	16	-10
2	1:2	1:9	17	-5
3	1:3	1:10	18	0

2.3.2 正交试验设计

设尿素加入量、溶剂、温度、时间 4 个因素,每个因素选 3 个水平($L_9(4^3)$)进行正交试验,结果见表 2、表 3.

表 3 正交试验结果及极差分析

试验	A	B	C	D	α -亚麻酸含量/%
1	1	1	1	1	46.31
2	1	2	2	2	59.1
3	1	3	3	3	54.24
4	2	1	2	3	66.65
5	2	2	3	2	59.05
6	2	3	1	1	54.53
7	3	1	3	2	68.87
8	3	2	1	3	64.16
9	3	3	2	1	60.27
F_1	59.42	77.53	69.96	68.39	
F_2	75.06	75.62	76.63	72.92	
F_3	87.14	68.48	75.03	80.31	
R	27.72	9.05	6.67	11.92	

2.4 甲酯化反应

为了使制得的高纯度 α -亚麻酸更加稳定,我们将其制成稳定的脂肪酸甲酯.将包合后的脂肪酸加入 2%的 H_2SO_4 - CH_3OH 溶液,水浴 70 ℃充氮加热回流 2 h 至甲酯化反应完全,回收甲醇,加入石油醚萃取,分取醚层,水洗,无水硫酸钠干燥,充氮减压回收石油醚,即得高纯度的 α -亚麻酸甲酯.

2.5 α -亚麻酸含量测定

采用气相色谱法测定(色谱条件同上).测定结果以峰面积归一化法计算 α -亚麻酸的含量.

3 结论

(1)试验结果表明: $R_A>R_D>R_B>R_C$,说明 4 个因素中尿素用量对 α -亚麻酸含量影响最大,其次是包合温度.在 $A_3B_1C_3D_2$ 条件下, α -亚麻酸含量最高,故

选择 $A_3B_1C_3D_2$ 为合适的包合反应条件,即:尿素/花椒籽油(W/W)为 3:1,游离脂肪酸/乙醇(W/V)为 1:8,包合温度为-5 ℃,包合时间为 18 h,考虑到高温易使产品的过氧化值升高,故尿素溶解温度为 50~60 ℃.

(2)在该条件下,经一次尿素包合,花椒籽油中 ALA 的相对浓度从 25.83%增至 68.87%.

制备多烯不饱和脂肪酸的方法除尿素包合法外,还有低温冷冻法、金属盐络合法(如硝酸银-硅胶柱层析等方法)、分子蒸馏法、高效液相法、脂肪酶法等多种方法,但采用尿素包合法时尿素可以回收,生产成本

较低,且操作方法简单易行,可以扩大规模用于工业化生产. 尿素包合法从花椒籽油中提取的 α -亚麻酸含量较高,因而采用本法制备 α -亚麻酸具有广阔的发展前景.

参考文献

[1] 李桂华,付黎敏,薛开发. 花椒种籽化学成分分析研究[J]. 郑州粮食学院学报,1994,15(4):21-23.
[2] 庄世宏,李孟楼. 花椒籽油的成分分析[J]. 西北农业学报,2002,11(2):43-45.
[3] 张海满,刘福桢,戴玲妹. 尿素包合法纯化 α -亚麻酸工艺研究[J]. 中国油脂,2001,26(2): 41- 44.
[4] 张海满,刘福桢,戴玲妹. 尿素包合法纯化 α -亚麻酸工艺研究[J]. 中国油脂,2001,26 (3):53-54.
[5] 胡小泓,潘成杰,王 超,等. 葵花油不饱和脂肪酸的富集工艺研究[J]. 西部粮油科技,2001,26 (2):16-17.

ENRICHMENT OF α -LINOLENIC ACID FROM SEED OIL OF
PRICKLYASH BASED ON UREA NULUSION METHOD STUDY

YANG Xiu-fang, WU Fa-yun, DU Xiao-hui

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

Abstract:Enriching methods of α -linolenic acid from *Pricklyash* seed oil by urea adduction was investigated in this paper. The results show fatty acid : urea : ethanol,the operating temperature,and adduction time were the main factors that affect the content of α -linolenic acid. The condition of the uera fractionation was that the proportion of fatty acid,urea and ethanol aws 1 : 3 : 8,aducting temperature $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$, and adducting time 18 h. The content of α -linolenic acid could be raised from 25.83% to 68.87%by the method.

Key words: *Pricklyash* seed oil; α -linolenic; urea-nclusion method; enrichment, optimization



(上接第 64 页)

STUDY ON THE ADSORPTION OF MOS-Zn FOR UREAL

MAO Gen-nian, QI Feng, LI Li-wei, ZHANG Yun-li

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

Abstract: The adsorption of mannan oligosaccharide-Zn for ureal was studied. The factors such as pH value, combination rate of Mos-Zn, reaction time, and initiation concentration of ureal were determined. By the orthogonal test, the resust indicates that the optimum condition about the adsorption of Mos-Zn for ureal is pH 7.5, the combination rate of Mos-Zn 40%, the reaction time 1.8 h, initial concentration of ureal 2.0 mg/mL, in this case, the maximum adsorption of ureal is 66.7 mg/g and Mos-Zn had good adsorptivity for ureal.

Key words: mannan oligosaccharide-Zn; ureal; adsorption

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0068-04

分子蒸馏法 α -亚麻酸乙酯的中试制备

车怀智¹, 魏冰²

(1. 陕西中恒粮油工程技术有限公司, 陕西 西安 710082; 2. 国家粮食储备局西安油脂科学研究设计院, 陕西 西安 710082)

摘要:研究确定了乙酯化及分子蒸馏法提纯 α -亚麻酸乙酯中试的工艺条件等, 以期为其工业化生产提供可靠的依据. 结果表明, 适宜的分离条件为: 蒸馏温度 110 °C, 操作压力为真空度 1.0~1.5 Pa, 进料温度为 60~70 °C. 经过分子蒸馏, 可以将原料中的 α -亚麻酸乙酯由原来的 55.8% 提纯至 59.2%.

关键词: α -亚麻酸乙酯(α -ethyl linolenate); 酯化; 分子蒸馏法; 提纯

中图分类号: TQ028.3⁺1; TS224

文献标识码: A

0 引言

亚麻油中的脂肪酸主要为十六碳和十八碳脂肪酸, 双键数为 0~3 个. 因各种多不饱和脂肪酸的生理活性有较大差异, 为了更好的发挥其各自的优异性能, 最好能将它们分离成单一的高纯度产品^[1]. α -亚麻酸(linolenic acid)是十八碳三烯酸, 为多不饱和脂肪酸, 医学研究表明 α -亚麻酸对人体具有多种生理调节功能^[2-4]. 天然油脂中 1 mol 的甘油三酯分子中, 所含的 3 mol 脂肪酸分子是不同的, 故由甘油三酯来制备高纯度的多不饱和脂肪酸实际上是不可行的^[1]. 如需高纯度样品时, 常以把甘油三酯转化为脂肪酸酯的形式进行分离精制. α -亚麻酸乙酯(α -ethyl linolenate)可以通过亚麻油等天然植物油反应分离提纯得到. α -亚麻酸乙酯具有以下几方面优势: (1)易于人体吸收; (2)沸点低, 更易蒸馏和分馏; (3)便于包装和运输.

目前, α -亚麻酸乙酯的分离方法主要有吸附柱法、超临界流体萃取法、尿素包和法等. 这些方法有其各自的特点, 但是都难以得到纯度较高的 α -亚麻酸乙酯产品. 本次中试采用国家粮食局油脂工程技术研究中心陕西渭南中试基地的酯化设备和分子蒸馏设备对 α -亚麻酸乙酯的酯化及分离提纯进行了研究, 确定了乙酯化及分子蒸馏法提纯 α -亚麻酸乙酯中试的工艺条件, 以期为其工业化生产提供可靠的依据.

分子蒸馏(Molecular Distillation)也称短程蒸馏(Short Path Distillation), 是一种特殊的蒸馏技术, 是在高真空度条件下进行的非平衡连续蒸馏过程. 分子蒸馏解决了大量常规蒸馏技术所不能解决的问题, 特别适合于分离低挥发度、高相对分子质量、高沸点、高粘度、热敏性和具有生物活性的原料. 分子蒸馏可应用于化工、医药、食品等行业, 有些已经实现了工业化^[5].

1 亚麻籽油原料脂肪酸组成及其品质测定

1.1 材料与方法

酸值测定: 按 AOCS. Office Method Ca 5a-40; 皂化值测定: 按 AOCS. Office Method Cd 3-25; 碘值测定: 按 AOCS. Office Method Cd 1-25; 不皂化物测定: 按 AOCS. Office Method Cd 6b-53; 过氧化值测定: 按 AOCS. Office Method Cd 8-53; 色泽测定: 按 AOCS. Office Method Cd 13b-45; 脂肪酸乙酯制备: 按 AOCS. Office Method Cel-62; 气相色谱分析条件: 气相色谱仪, Shiimadzu GC-14B, Tokyo, Japan, 数据处

* 收稿日期: 2009-07-21

作者简介: 车怀智(1979-), 男, 陕西省西安市人, 助理工程师, 研究方向: 粮油工程

理仪,Shiimadzu CR-6A,Tokyo,Japan,检测器,氢火焰离子化检测器,毛细管色谱柱 EC-1000,30 m×0.32 mm,柱温:200 ℃,进样口温度:230 ℃,检测器温度:230 ℃,载气压力:50 kPa,空气压力:50 kPa,氢气压力:60 kPa

1.2 结果与分析

1.2.1 原料亚麻籽油脂肪酸组成(表 1)

从表 1 可以看出,亚麻籽油脂肪酸主要由 α -亚麻酸($C_{18:3}$)、亚油酸($C_{18:2}$)、油酸($C_{18:1}$)、硬脂酸($C_{18:0}$)等构成,不饱和脂肪酸含量高达 94.20%,而 α -亚麻酸含量为 54.21%,略低于一般亚麻籽油中 α -亚麻酸的含量.

1.2.2 原料亚麻籽油品质测定(表 2)

原料油是否具有加工价值不仅取决于脂肪酸的组成,油脂的品质特征也很重要.一般来说,油脂酸值低,过氧化值低,说明油品新鲜,甘油三酯水解和不饱和脂肪酸氧化分解少.这次中试的原料油是令人满意的加工原料.

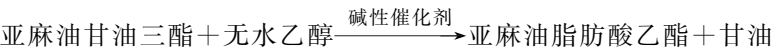
2 粗 α -亚麻酸乙酯的乙酯化合成

2.1 材料和方法

亚麻籽油、无水乙醇、氢氧化钠、亚麻籽油由陕西某油脂公司提供;中试 1 500 L 反应釜.首先将无水乙醇 120 kg 加入到反应釜中,至 50 ℃左右加入氢氧化钠 2.5 kg 并完全溶解,在乙醇大量蒸发之前加入亚麻籽油 380 kg.待反应温度上升至 70~75 ℃时保温,维持产生的泡沫和溶剂蒸发不溢出反应釜,反应 2 h,之后进行乙醇的回收,等到反应釜无乙醇蒸出时,停止搅拌和蒸汽加热,将反应物静置沉淀 4 h 以上,反应液静置分层,放出底部的甘油层,上部金黄色透明液体即为粗 α -亚麻酸乙酯.

2.2 结果与讨论

2.2.1 α -亚麻酸乙酯合成原理和工艺的确定



亚麻油中甘油三酯和无水乙醇在催化剂作用下生成亚麻油脂肪酸乙酯,所以又可以称此酯化反应为醇解反应.反应体系选用碱性催化剂,相对于酸性催化剂而言反应迅速且温度较低,可避免多不饱和脂肪酸氧化分解.在此碱催化醇解反应中,除考虑反应温度、反应时间和催化剂用量外,还需充分认识到以下因素对反应体系的影响:

- (1)油脂酸值在碱催化反应过程中必须尽可能低(酸值<1)^[1],否则会由于游离脂肪酸易和催化剂中的碱反应生成较多的脂肪酸钠及水而降低酯化得率.原料亚麻籽油符合碱催化反应条件.
- (2)包括催化剂在内的反应物料都必须保证无水,因为水不仅会使甘油三酯分解,还会消耗催化剂而降低催化效率.
- (3)反应物摩尔比是酯化反应最重要的因素之一.通过化学反应方程式可知,1 摩尔油脂需要 3 摩尔无水乙醇,但实际反应中油脂和无水乙醇反应物摩尔比经常小于 1:4.8.
- (4)选择亚麻籽油乙酯化反应温度时应充分考虑到以下两点:无水乙醇的沸点和不饱和脂肪酸的氧化.常压下无水乙醇沸点为 78.3 ℃,而原料亚麻油反应最高温度一般控制在 90 ℃以下.因此,本实验选取乙酯化反应温度在 78 ℃以下.
- (5)催化剂浓度的选取与原料特性有关,亚麻油原料经精炼后品质越好,所需催化剂浓度越低.当碱性催化剂过多时,会与甘油三酯脂肪酸发生皂化反应,使 α -亚麻酸乙酯得率降低.本次中试选用的氢氧化钠催化剂浓度为 0.3%.

鉴于对以上影响因素的综合考虑,在以亚麻籽油为反应原料的乙酯化反应中,采用碱性催化剂,所有

表 1 原料亚麻籽油的脂肪酸含量

脂肪酸	含量/%
α -亚麻酸	54.21
亚油酸	16.38
油酸	23.61
硬脂酸	5.65

表 2 原料亚麻籽油的主要感官及理化分析

检测项目	指标
色泽	深黄色
杂质	无肉眼可见外来杂质
酸价/(mg KOH/g)	0.47
过氧化值/%	0.077

反应试剂和容器都经过除水或干燥处理. 反应物亚麻油为 380 kg, 无水乙醇为 120 kg, 催化剂氢氧化钠为 2.5 kg, 反应温度 70~75 ℃, 反应时间为 2 h.

本次酯化实际制备粗 α -亚麻酸乙酯 363 kg, 得到甘油 66 kg, 粗 α -亚麻酸乙酯含有乙醇和甘油, 粗 α -亚麻酸乙酯得率为 93.6%.

表 3 粗 α -亚麻酸乙酯的各项理化指标

项 目	指 标
质量指标	
(罗维朋比色槽 133.3 mm)	≤黄 20, 红 2.0
气味、滋味	无异味
透明度	澄清、透明
α -亚麻酸乙酯含量/%	55.8
水分及挥发物/%	≤0.1
不溶性杂质/%	≤0.1
卫生指标	
铅(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤0.01
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤0.01
过氧化值/%	≤0.1
酸价/(KOH)mg/g)	≤1.43

表 4 亚麻油原料及分子蒸馏各馏分的酯肪酸组成气相色谱法分析结果

脂肪酸百分含量	90 ℃重相	100 ℃重相	110 ℃重相	150 ℃轻相
C _{16:0} (软脂酸)	4.4	2.6	0.8	1.8
C _{18:0} (硬脂酸)	2.6	2.9	3.7	3.1
C _{18:1} (油 酸)	20.1	20.4	20.6	20.6
C _{18:2} (亚油酸)	16.3	16.2	15.8	16.3
C _{18:3} (α -亚麻酸)	56.7	57.6	59.2	58.1
不饱和脂肪酸	93.1	94.2	95.6	95

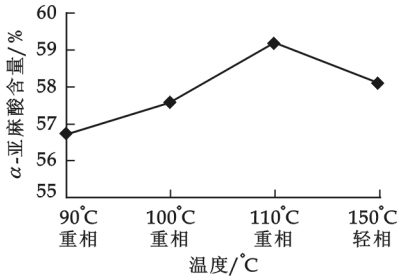


图 1 蒸馏温度与 α -亚麻酸乙酯含量的关系曲线

从以上实验结果可以看出, 在操作压力 1.0~1.5 Pa 下, 蒸馏温度为 110 ℃比较合理. 当蒸馏温度过低时, 不足以使大部分碳链长度较短的脂肪酸(如 C₁₄、C₁₆)从混合物液面上逸出, 从而影响了分离效果; 而蒸馏温度过高, 不仅会导致多不饱和脂肪酸的氧化聚合, 而且由于分子蒸馏过程是一个非平衡态的动态过程, 部分碳链长度大于 C₁₈ 的脂肪酸在较低的压力和较高的温度下会蒸馏到轻相中, 从而在 150 ℃轻相中也不能得到满意的分离效果.

3.2.3 温度对提纯后乙酯中脂肪酸组成的影响

温度对提纯后乙酯中脂肪酸组成的影响见图 2. 由图 2 可见, 随着蒸馏温度的提高, C_{16:0} 在重相中的含量有下降趋势, C_{18:0} 在重相中的含量有上升趋势, 而 C_{18:1}、C_{18:2} 在重相中的含量变化不大, 但是 C_{18:3}

2.2.2 粗 α -亚麻酸乙酯的理化指标及 α -亚麻酸含量

(1)各项理化指标的测定方法同 1.1 亚麻籽油原料脂肪酸组成及其品质的测定

(2)测定结果. 粗 α -亚麻酸乙酯的主要感官及理化分析结果见表 3.

3 α -亚麻酸乙酯的分子蒸馏法提纯

3.1 材料和方法

粗乙酯 27 kg, 原料罐预热温度为 60~70 ℃, 冷冻水温度为-5 ℃.

粗 α -亚麻酸乙酯经分子蒸馏分离得到提纯的 α -亚麻酸乙酯. 蒸馏温度 90~150 ℃, 压力为真空度 1.0~1.5 Pa. 提纯后的重相及轻相产物由气相色谱进行分析.

3.2 分析结果与讨论

3.2.1 分析结果

采用气相色谱法分析亚麻油原料及分子蒸馏各馏分的脂肪酸组成, 结果见表 4.

3.2.2 蒸馏温度对产品中 α -亚麻酸乙酯含量的影响

在 1.0~1.5 Pa 的真空度下进行分子蒸馏, 蒸馏温度对轻重相中 α -亚麻酸乙酯含量的影响见图 1. 由图 1 可见, 在此真空

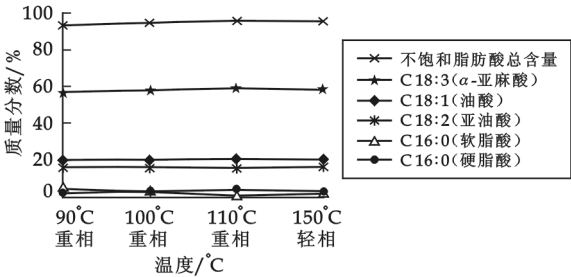


图 2 蒸馏温度与脂肪酸组成关系曲线

(亚麻酸)的含量在显著上升。

因此,为了得到理想的富含不饱和脂肪酸的产品,必须严格控制分离条件,即一定的蒸馏温度对应一定的蒸馏压力。在蒸馏温度为 110 °C 时,蒸馏压力为 1.0~1.5 Pa 较为合理,可以得到 α -亚麻酸乙酯含量为 59.2%、不饱和脂肪酸含量为 95.6% 的 α -亚麻酸乙酯产品,也是最理想的最终提纯产物。

3.2.4 亚麻油原料及分子蒸馏各馏分脂肪酸组成比较

由以上实验结果可以看出,经过分子蒸馏, $C_{18:0}$ 以下的脂肪酸在重相中的含量降到很少,而 $C_{18:1}$ 以上的脂肪酸在重相中占主体,不饱和脂肪酸的含量达到 95.6%,其中 $C_{18:3}$ 占有了相当大的比例(含量达到 59.2%),这样便实现了将亚麻籽油分成以长碳链不饱和脂肪酸为主的重相和以 $C_{16:0}$ 、 $C_{18:0}$ 脂肪酸为主的轻相,从而实现了 α -亚麻酸为主要成分的重相富集。

4 结论

在分析了亚麻籽油原料脂肪酸组成与含量、品质指标的基础上,用碱催化法对亚麻籽油进行了乙酯化反应。通过对 α -亚麻酸乙酯合成原理以及文献资料的分析,得到了 α -亚麻酸乙酯中试生产工艺:亚麻籽油和无水乙醇反应物摩尔比为 1:4.8,反应温度为 70~75 °C,反应时间为 2 h,碱催化剂浓度为 0.3%,粗 α -亚麻酸乙酯得率为 93.6%。

粗 α -亚麻酸乙酯用分子蒸馏中试设备进行中试提纯实验,蒸馏温度低,产品不易产生分解变质,且操作简便,分离效率高,容易实现产业化。实验采用四级操作方式,适宜的分离条件为:蒸馏温度 110 °C,操作压力为真空度 1.0~1.5 Pa,进料温度为 60~70 °C。经过分子蒸馏,可以将原料中的 α -亚麻酸乙酯由原来的 55.8% 提纯至 59.2%。要进一步提高产品纯度,可采用与其他分离方法如尿素包合法、超临界萃取法、柱层析法等相结合。总之,为了提高 α -亚麻酸乙酯产品的纯度和收率,工艺流程的优化有待于进一步研究。

参考文献

- [1] 张金廷、脂肪酸及其深加工手册[M]. 第一版. 北京:化学工业出版社,2002:60-62.
- [2] 张海满,刘福祯. α -亚麻酸的功能、资源及生产方法[J]. 中国油脂,2000,25(6):192-194.
- [3] 周立新,黄凤洪,严兴初,等. α -亚麻酸与 γ -亚麻酸[J]. 西部粮油科技,2000,25(6):46-48.
- [4] 陶国琴,李 晨. α -亚麻酸的保健功能及应用[J]. 食品科学,2000,21(1):140-143.
- [5] 冯文武,杨 村,于宏奇. 分子蒸馏技术及其应用[J]. 化工进展,1998,17(6):26-29.

PREPARATION OF α -ETHYL LINOLENATE PILOT TEST BY MOLECULAR DISTILLATION

CHE Huai-zhi¹, WEI Bing²

(1. Shaanxi Zhongheng Grain and Oils Engineering & Technology Co. Ltd., Xi'an 710082, China; 2. Xi'an Oils & Fat Research & Design Institute, State Administration of Grain Reserve of China, Xi'an 710082, China)

Abstract: To supply a reliable base for commercial process, the pilot test process conditions of the α -ethyl linolenate, which was purified by way of ethyl esterification and molecular distillation, had been discussed. The results showed that the optimum conditions as following: the distillation temperature was 110 °C, the operating pressure was 1.0~1.5 Pa, and the feeding temperature was 60~70 °C. By molecular distillation, the purity of the α -ethyl linolenate was increased from 55.8% to 59.2%.

Key words: α -ethyl linolenate; esterification; molecular distillation; purification

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0072-04

电弧作用下铜基覆银触头的侵蚀失效机理

沈 娇, 唐振方, 吉 锐, 周序乐
(暨南大学物理系, 广东 广州 510632)

摘 要:由电弧引起的材料转移、熔焊是铜基覆银触头电侵蚀的主要表现,造成触头无法正常工作,使继电器失效,进而影响整个电路的运行.作者模拟了继电器触头的实际工作情况,分析了铜基覆银触头在电弧侵蚀中材料转移与熔焊机理.

关键词:电弧;触头;侵蚀;熔焊

中图分类号:TM58 **文献标识码:**A

0 引言

继电器是一种广泛应用于国防工业自动化领域的电子元器件,承担接通和分断直流与交流的重要任务,其工作状态的好坏直接影响到整个电气系统的运行,而触头作为继电器的重要部位非常容易受到侵蚀破坏.电触头侵蚀过程十分复杂,最主要的是电弧侵蚀破坏,包括材料转移、喷溅、熔焊等现象.铜基覆银触头导热性好、电阻率低、成本低,是常用的继电器触头,但是对这种触头研究的文献少,因此研究铜基覆银触头的电侵蚀机理具有非常重要的意义.

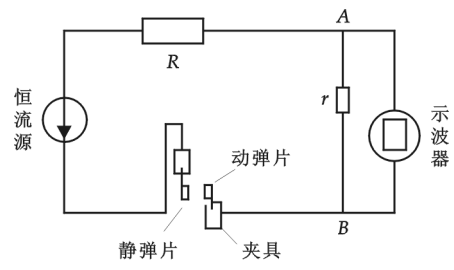


图 1 实验装置图

1 实验

触头是以铜为基底,表面覆盖的一层银触头镶嵌在弹片上.实验时动静触头弹片被固定在夹具上,而夹具是在一个自动控制台上,固定动弹片的夹具可以一定频率往复运动来实现触头的闭合、

分断,从而实现直流电阻负载组成的系统电路通断.静触头弹片与电源正极连接,电源负极串联电阻负载接动触头弹片,数字示波器在线监测电路 AB 两端电流随时间的变化(如图 1 所示),检测两端信号电流的变化就可知触头工作状态的变化.借助菲利普公司的扫描电子显微镜(SEM)XL30-DX-4i 观察触点接触表面形貌随工作次数的变化,并利用电子能(EDAX)附件进行接触微区元素分析,进一步探讨在电弧作用下继电器铜基覆银触头材料转移、熔焊等侵蚀失效的机理.

实验条件如下:稳态电流: $I_s=10\text{ A}$,通断频率:65 次/min,初始通断比:1:1.

2 实验结果分析

2.1 触头形貌及成分分析

实验可观察到通断闭合过程中电火花的生成,通断 4 万次触头样品整个被烧成棕黄色,可能是由于熔焊通电时间过长造成的.为探究其原因,对该动静触头接触表面进行分析^[1],下面一组电镜图片分别是相同条件下分断 4 万次的动触头接触表面侵蚀形貌图((a)、(b))及静触头接触表面侵蚀形貌图((c)、(d)).

* 收稿日期:2009-06-29
作者简介:沈 娇(1985-),女,江西省丰城市人,在读研究生,研究方向:功能薄膜材料及电子元器件的可靠性物理分析

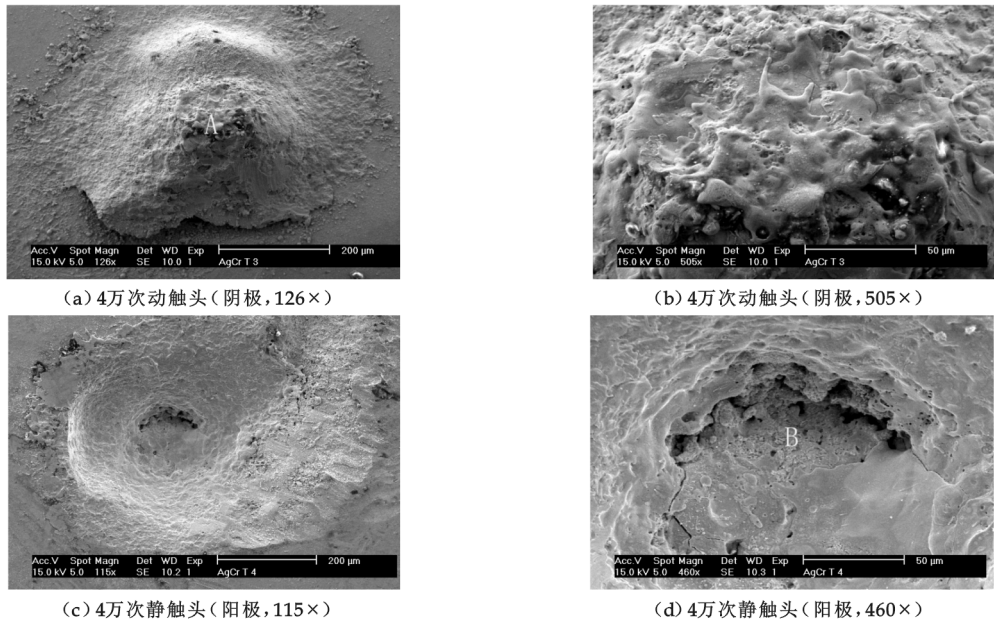


图 2 铜基覆银触头接触表面形貌

由图 2(a)可明显看到,在阴极接触区的凸起部位与底部有明显的界限,与其他突起部位相比,顶端 A 处颜色更深,凸起部位底部边缘有许多喷溅的小溶滴^[2].图 2(b)为动触头顶部的放大扫描形貌,该区域呈明显的熔融状态.从图 2(c)中可见,静触头接触表面有直径约 400 μm 的烧蚀陷坑,陷坑边缘区域成熔化状态,且相对比较平整下陷,而底部分断凹陷.图 2(d)是静触头底部放大扫描形貌图,底部 B 处不是熔化区域而是被大于分断力的外力分断开的凹槽断口,导致铜基底暴露, B 处有明显的显微空洞存在,边缘处有明显的裂缝.

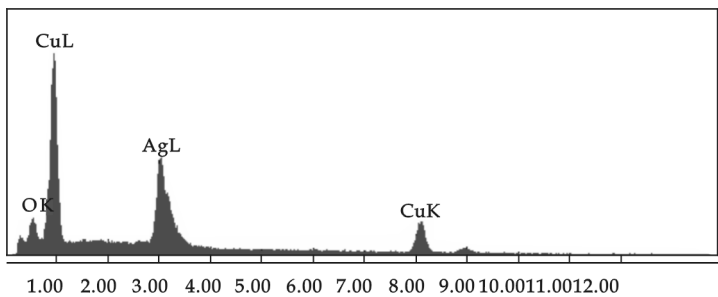


图 3 A 点的元素成分分析

对图 1(a)中凸起的 A 点进行元素成分分析(见图 3),由图 3 可知,A 点明显粘有大量铜.由此可见,通断 4 万次动静触头接触面在电弧作用下形成了口径大约为 400 μm 的金属熔池^[3],触头闭合时电弧熄灭,电阻变小,两接触表面温度急剧降低而发生熔焊,但在较大外力作用下动静触头被分开.本来发生熔焊触头分开后,动触头接触面也应该有明显的断槽口,但是没有观察到,这是因为实验条件与真实条件存在差异,动静弹片固定在控制系统的夹具上,动静弹片分断外力较大,所以即使动静触头产生熔焊也只是会接通的时间长一些,但最终还是分离,不会焊接在一起,而继续通断表面熔池喷溅又会把断开焊接点掩盖.

2.2 工作状态的变化

图 4(a)表明动静触头弹片接触正常时电路电流的变化,通断比为 1.0 : 1,图 4(b)表明了动静触头弹片接触有放电时电路电流的变化,通断比为 0.9 : 1.从图中可明显看出接触有异常现象出现时继电器触头工作不稳定,表面形貌恶化,造成通断比的变化和工作状态的不稳定,导致触头失效.

2.3 电弧侵蚀机理

(1)材料转移.从图 1 电镜图片可看出,阳极接触面有陷坑,阴极接触表面形成了明显的尖峰,可见在直流作用下对称配对触头材料从阳极转移到阴极^[1,3-7].

直流作用下的材料转移分为细转移和粗转移两种形式^[4],“细转移”在阴极表面形成尖峰,而在阳极表

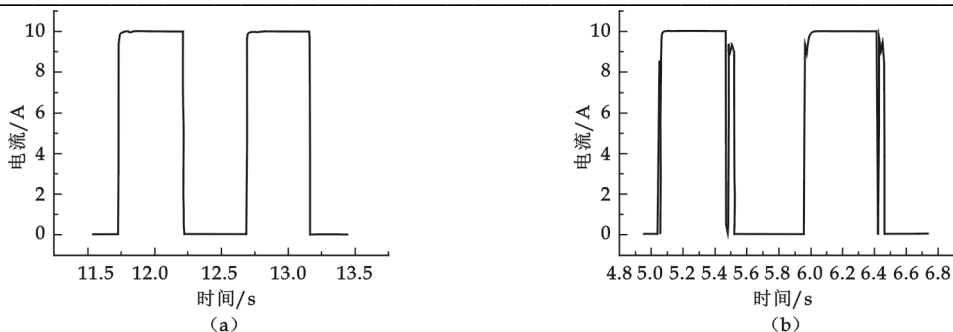


图 4 导线电流随工作时间(工作次数)的变化

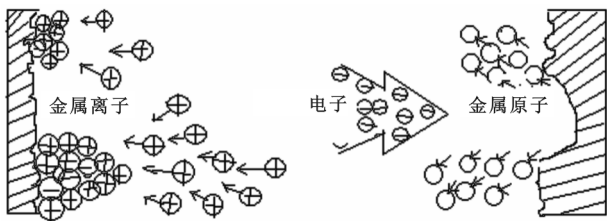


图 5 材料从阳极向阴极转移

面上有狭窄的陷坑。“粗转移”的外形更多是平面状的。这里主要介绍细转移的形成机理,当触头开始断开时,接触电阻变大,触头表面温度升高,使接触表面熔化而形成金属液桥;随着阴阳极间距增大,间隙中的触头金属蒸气被游离而出现金属相电弧放电,带电微粒主要是电子、金属离子和金属原子,金属离子和电子在电场力作用下分别向阴极和阳极运动,

金属离子沉积在阴极表面,形成尖峰,电子轰击阳极,使已加热的阳极表面进一步加热,所以材料从阳极向阴极转移(如图 5 所示),这种现象可造成触头间距发生变化,从而使触头通断比发生变化,转化点和转换频率也随之发生变化。

(2)触点熔焊。触点熔焊是在触头闭合过程中产生预击穿电弧或触头弹跳过程中形成的高能量电弧所造成的^[5,8],分断过程产生的电弧对触头熔焊有重要的影响。

触头闭合。由于表面微凸起部位的存在,在触头的闭合过程中,间隙越来越小,凸起部位的场强越来越强。场强增加到一定程度后,会击穿间隙中的气体,形成强电弧,瞬间产生很高的能量,可使触头表面金属融化形成一个小熔池。当触头闭合时,电弧熄灭,接触区的能量迅速下降,熔池金属快速冷却,两接触面焊接在一起,形成熔焊。

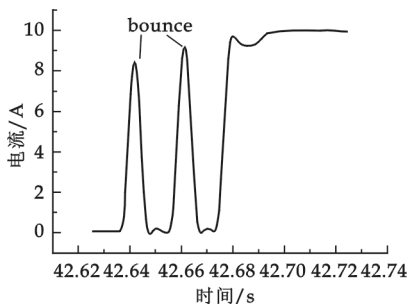


图 6 电路电流变化的上升沿部分

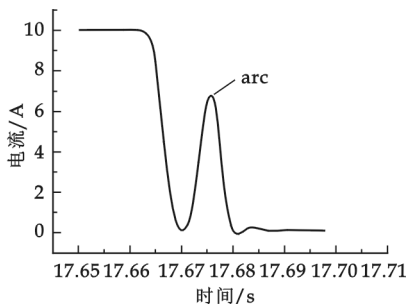


图 7 电路电流变化的下降沿部分

触头弹跳。触头闭合时,动触头以一定速度碰撞在静触头。一般来说,动静触头弹片第一次接触不是接通过程的结束,由于触头碰撞而产生弹性形变和塑性形变,弹性形变回复时释放出来的能量的作用方向与动触头的闭合方向相反,使两触头瞬时分开,此现象称为弹跳,这种瞬时弹跳可能要重复多次,直到动触头弹片的动能全部转化为热量才停止。若产生的预击穿电弧未能使接触区熔焊,则紧接着就会出现弹跳^[4]。图 6 是在触头第 33 401 次闭合电路电流变化的上升沿部分,表明触头出现弹跳,产生电弧。弹跳一般伴有电弧产生,而且由于电弧长度很短,热量几乎完全传递给触头,使接触部位形成熔化区,再次闭合时熔体凝固触头熔焊,所以弹跳电弧也是使触点熔焊的一个非常重要因素。

分断阶段。触头闭合后分断,会形成分断电弧,图 7 是触头在第 35 808 次闭合电路电流变化的下降沿

部分,可见在断开时紧接着有分断电弧产生.当然分断电弧不会直接造成触头的熔焊,因为分断电弧相对时间长,能量大,会使接触表面更加的不平,侵蚀量大,使触头在下一次闭合时更易出现高能量的预放电电弧、弹跳电弧和熔焊现象^[9].

3 结论

(1)通过模拟继电器触头的工作原理,搭建在线检测装置为推断触头侵蚀机理提供了实证.虽然与现实工作条件有区别,但是可检测触头工作状态的变化,从而可大概推断接触区形貌的变化.

(2)铜基覆银触头闭合与分断直流的过程中,材料转移与熔焊的侵蚀机理,触头通断产生的电弧是造成电侵蚀的主要因素.

(3)铜基覆银触头具有电阻率低、导热性能好及硬度适中等优点,但在接通和分断直流时,材料主要是从阳极转移到阴极,存在转移量大和抗熔焊性差等缺点,所以在选择使用铜基覆银触头时应选择非对称触头,阳极接触面材料应选择高熔点的银合金材料或银基导电陶瓷材料.

参考文献

[1] 李海军,孙秀霞.继电器触头的电蚀机理研究[J].电子元件与可靠性,2005,(3):29-32.
[2] 李霞彪,徐金玲,黄 良,等.电磁继电器触点动熔焊机理分析[J].通用低压电器,2007,(5):1-4.
[3] 刘向军.开光电器触头熔焊机理分析[J].低压电器,2006,(9):11-14.
[4] A.凯尔,WA.莫尔,E.维纳里库.电接触和电接触材料[M].北京:机械工业出版社,1993.
[5] 李霞彪,吴细秀,魏梅芳.短弧对汽车继电器触头动熔焊的影响[J].通用低压电器,2007,(1):10-14.
[6] 季 恒,侯月宾.银镍系列触头材料在电流灯负载下的电侵蚀特点[J].电气技术,2006,(2):60-62.
[7] 郭迎春,耿永红,陈 松,等.电触点直流电侵蚀研究[J].稀有金属材料与工程,2007,36(3):264-268.
[8] 刘向军,张仁义,费鸿俊.银基触头材料熔焊特性研究[J].机电元件,2001,21(1):20-22.
[9] 陈 力,谢 明,宁德魁,等.直流条件下 AgRENi 触头材料的抗熔焊特性[J].贵金属,2008,29(3):6-10.

ELECTRIC EROSION FAILURE MECHANISM OF THE SILVER FILMED COPPER ELECTRICAL CONTACT OF UNDER ELECTRICAL ARC

SHEN Jiao, TANG Zhen-fang, JI Rui, ZHOU Xu-le
(Department of Physics,Jinan University, Guangzhou 510632, China)

Abstract:Material transfer and welding caused by the arc are the main performance of erosion of the silver filmed copper electrical contact, so that electrical contact can not work normally,then relay failure, impacting the operation of the entire circuit. In this paper, simulating the relay the actual work is the purpose of analysis of material transfer and welding mechanism of the silver filmed copper electrical contact of under electrical arc.

Key words: arc; electrical contact; erosion; welding

600 W 大功率多灯管并联电子镇流器的研究与设计

张普雷, 史永胜, 史耀华

(陕西科技大学电气与信息工程学院, 陕西 西安 710021)

摘要:大功率多灯管并联电子镇流器具有成本低、效率高、使用方便等优点,是目前的研究热点。作者提出了一种 600 W 大功率多灯管并联电子镇流器的设计方案,阐述了设计思路,包括功率因数校正、高频逆变、灯管异常状态保护、灯丝预热等,最后给出了测试结果。

关键词:电子镇流器; 大功率; 多灯管并联

中图分类号:TM46

文献标识码:A

0 引言

在办公室、工厂车间、商场、教室等场合,往往需要十几只甚至几十只荧光灯管才能满足照明要求。市场上现有的荧光灯电子镇流器最多只能同时拖动 2 只灯管,能同时拖动 3 只以上灯管的电子镇流器还很少见。如果一个大型商场需要 100 只荧光灯管照明,至少也需要 50 只电子镇流器,不但线路复杂,而且成本高,因此非常需要能同时拖动十几只灯管的大功率多灯管并联电子镇流器,这样不但可以大幅度降低电子镇流器的使用量,而且能显著降低电子镇流器的成本,提高电子镇流器的效率。在欧美等国家,大功率多灯管并联电子镇流器已经是目前研究的热点^[1]。还应当指出的是,我国目前的经济发展水平还比较低,而长寿命、高质量的电子镇流器价格又比较高,因此消费者还很难接受。国内的电子镇流器生产企业大部分依靠价格战促销,大多数电子镇流器生产企业只求降低成本,很少在提高产品质量上下工夫,致使我国市场上销售的电子镇流器质量较差、寿命短,增加了消费者对电子镇流器的不信任和误解。而大功率多灯管并联电子镇流器具有显著的成本优势,在低成本的前提下,研究和设计高性能、长寿命的电子镇流器具有广阔的市场前景。

1 大功率多灯管并联电子镇流器的技术难点

大功率多灯管并联电子镇流器应该具备以下两个特点:当一支灯管接到镇流器上时,它应该能被点亮并且正常工作,同时不影响其他已经工作的灯管;当一支灯管从镇流器上移去或因出现异常状态而不能点亮时,其他已经工作的灯管应该继续保持正常工作而不会发生异常情况^[2]。基于上述两点要求,大功率多灯管并联电子镇流器的设计与传统的单灯管电子镇流器有很多不同,主要体现在灯丝预热、灯管异常保护以及可靠性设计方面。

2 系统和电路设计

600 W 大功率多灯管并联电子镇流器的系统框图如图 1 所示,其电路图如图 2 所示,该电子镇流器可

* 收稿日期:2009-06-25

作者简介:张普雷(1984-),男,陕西省西安市人,在读硕士生,研究方向:电力电子技术
基金项目:陕西省教育厅专项研究计划(07Jk188)

同时拖动 16 只 T8/36W 荧光灯管,图 2 中只画出了其中的 2 只。

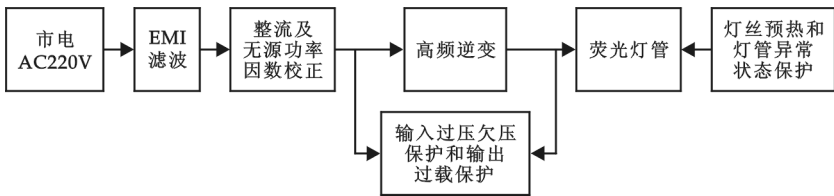


图 1 600 W 大功率多灯管并联电子镇流器系统框图

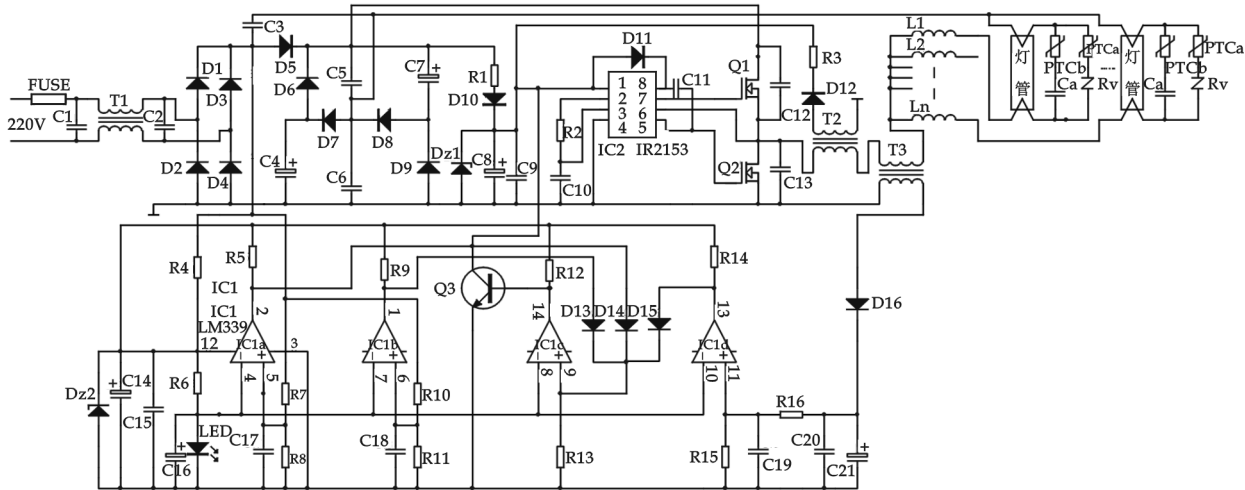


图 2 600 W 大功率多灯管并联电子镇流器电路图

2.1 高频逆变电路设计

高频逆变电路以高压自振荡驱动集成电路 IR2153 为核心^[3,4],高频逆变电路的振荡频率由连接在 IR2153 的 2 脚的电阻 R_2 和 3 脚的电容 C_{10} 决定,其振荡频率为:

$$f = \frac{1}{1.38(R_2 + 75)C_{10}} \tag{1}$$

电阻 R_1 是 IR2153 的供电电阻,高压直流经 R_1 限流降压后给 IR2153 供电.由于 IR2153 的最高工作电压只有 15 V,所以 R_1 两端的电压将高达 300 V 左右, R_1 上的功耗可达 3 W 左右,导致 R_1 在工作时的温度过高,容易发生故障,因此又设计了第二电源给 IR2153 供电.第二电源由高频变压器 T_2 、 D_{11} 、 R_3 组成,高频变压器 T_2 接在高频逆变电路的输出端, T_2 的输出电压经 D_{11} 整流、 R_3 限流降压后连接到 IR2153 的第 1 脚,给 IR2153 供电,解决 R_1 功耗过大和发热的问题.这样,只有在电路刚开始工作时由 R_1 给 IR2153 供电,当电路正常工作后,由第二电源给 IR2153 供电, D_9 起双电源隔离的作用.

2.2 谐振电路的频域分析与设计

电子镇流器谐振电路的模型如图 3 所示, V_{in} 为高频逆变电路输出的高频交流电压, L_r 、 C_r 为谐振电感和谐振电容.在灯管启动时,荧光灯的等效电阻很大, L_r 、 C_r 发生串联谐振,并在 C_r 两端产生很高的电压,加到灯管上,将灯管启辉点亮.灯管点亮后,灯管内电弧等效电阻 R_{lamp} 只有几百欧,灯丝电阻可以忽略不计, R_{lamp} 和 L_r 、 C_r 发生串并连谐振,灯管两端的电压降低.

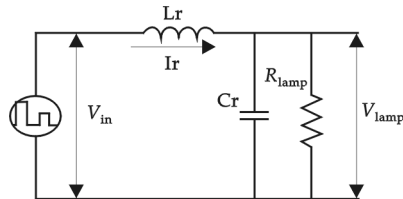


图 3 电子镇流器谐振电路模型

在谐振电路的设计中,以下几个参数是已知或给定的:(1)镇流器工作的角频率 ω_s ;(2)高频逆变电路的输入直流电压 V_{dc} ;(3)荧光灯标称功率 P_{lamp} ;(4)荧光灯额定工作电压 V_{lamp} ;待求参数包括:谐振环参数 L_r 、 C_r 、谐振环转折频率 ω_0 、谐振电路品质因数 Q_L .根据参考文献[5]的结论,有

$$L_r = \frac{R_{\text{lamp}}}{\omega_0 Q_L} \quad (2)$$

$$C_r = \frac{Q_L}{R_{\text{lamp}} \omega_0} \quad (3)$$

在实际应用中通常给定 ω_0 , 给定 ω_0 的原则为: 为保证镇流器工作在感性负载和高频逆变电路工作在软开关状态下, 尽量减少谐振电感电流以及尽量提高谐振回路的无功, 为此应满足(4)式的条件:

$$\int_{\frac{T}{2} - \frac{t_d}{2}}^{\frac{T}{2} + \frac{t_d}{2}} i_r(t) dt \geq 2C_s V_{dc} \quad (4)$$

式中 $i_r(t)$ 为电感电流的瞬时值, $i_r(t) = \sqrt{2} I_r \sin(\omega_s t - \varphi)$, I_r 为电感电流的有效值, 且要求 $t_d \leq \varphi / \omega_s$, t_d 为高频交流电压的正负半周之间的死区时间, 由 IR2153 内部的死区控制电路决定, 一般为 $1.2 \mu\text{s}$. T 为高频交流电压的周期. C_s 为 MOSFET 的 DS 极之间的电容, 包括 MOSFET 输出电容和并联在 MOSFET 的 DS 极之间的电容. φ 为谐振电路的阻抗角, 为了实现开关器件的软开关, 要求镇流器谐振电路工作在感性负载区域, 即电压相位超前电流相位, 因此 φ 要大于零, φ 值为^[5]:

$$\varphi = \tan^{-1} \left\{ Q_L \left(\frac{\omega_s}{\omega_0} \right) \left[\left(\frac{\omega_s}{\omega_0} \right)^2 + \frac{1}{Q_L} - 1 \right] \right\} \quad (5)$$

以 T8/36W 荧光灯为负载, 根据以上分析, 计算出 $L_r = 2 \text{ mH}$, $C_r = 9.3 \text{ nF}$.

2.3 无源功率因数校正电路

双向自供辅助电源式(双泵电路)和高频泵无源功率因数校正电路是两种性能较好、应用最为广泛的电路^[6]. 但是两者各有不足, 双泵电路的谐波含量很多, 而高频泵电路的效率较低, 为了克服这两种电路的缺点, 我们设计出了复合泵无源功率因数校正电路. 该电路把双泵电路和高频泵电路组合在一起, 将两种电路的优点结合起来, 克服了各自的缺点. 如图 2 所示, D_6 、 D_7 、 D_8 、 D_9 、 C_4 、 C_7 构成双泵电路, D_5 、 C_3 构成高频泵电路. 复合泵无源功率因数校正电路不是双泵电路和高频泵电路的简单组合, 实践证明, 复合泵无源功率因数校正电路的性能有了质的提升, 具体表现在:

(1) 功率因数可达到 0.99, 而双泵电路的功率因数只能达到 0.93.

(2) 灯的波峰系数可小于 1.6, 甚至在 1.4 左右. 灯的波峰系数越小, 灯的光通量起伏越小, 灯管的寿命越长.

(3) 可以使电子镇流器的效率提高 2% 左右.

(4) 由于复合泵电路有多级补偿, 这些反馈互相构成了一个有机体, 适当调整他们的比例, 使之与灯管的负载特性相配合, 使电子镇流器的输入电压与输入电流形成负增长关系, 从而使电子镇流器的输入功率成为准恒功率状态, 提高了电子镇流器的可靠性.

2.4 灯管异常状态保护和灯丝预热电路

灯管异常状态保护和灯丝预热电路对电子镇流器的寿命及可靠性有着非常重要的影响, 但是多灯管并联电子镇流器灯管异常状态保护和灯丝预热电路的设计与单灯管电子镇流器有着明显的不同, 单灯管电子镇流器当灯管出现异常状态而不能启辉点亮时, 灯管异常保护电路使电子镇流器停止工作. 但是, 对于多灯管并联电子镇流器, 当其中的一只灯管出现异常状态时必须保证其他灯管还能正常工作. 单灯管电子镇流器通常使用调频法对灯丝进行预热. 同样, 对于多灯管并联电子镇流器, 由于每只荧光灯管的参数存在差别以及每只灯管的老化程度不同, 如果对所有荧光灯管同时预热, 就会出现有的灯管已经充分预热, 而有的灯管却预热不足的情况. 而如果对每只灯管独立进行灯丝预热, 那么电路将会非常复杂. 针对这两个问题, 本文的多灯管并联电子镇流器应用新型 PTC 元件有效的解决了这个问题.

灯丝预热电路由 PTC 热敏电阻(图 2 中的 PTCa)和压敏电阻组成. PTC 热敏电阻和压敏电阻串联后连接在谐振电容的两端, 在灯管未启辉点亮前灯管两端所加的电压较高, 足以使压敏电阻击穿, 电流流过 PTC 热敏电阻, 将灯丝预热, 使之发射较多的电子. 一旦 PTC 热敏电阻受热阻值变大后, 灯管启辉点亮,

灯管两端的电压变低,压敏电阻不再能被击穿而呈高阻开路状态,PTC 热敏电阻中不再有电流流过,从而减少了 PTC 热敏电阻的功率损耗。

灯管异常状态保护电路采用了新型 K120-H 型电子镇流器专用 PTC 热敏电阻(图 2 中的 PTCb),与传统的采用可控硅、晶体管等元件的保护电路相比具有电路简单、设计和调试容易、成本低等优点。PTC 热敏电阻与每只灯管的谐振电容相串联,当灯管正常时,镇流电感、谐振电容和 PTC 热敏电阻组成的 LC 串联谐振电路使荧光灯正常启动工作。当灯管因灯丝老化、漏气等异常状态而不能正常启动时,镇流电感和谐振电容组成的 LC 串联电路处于谐振状态,流过 LC 串联电路的电流会达到灯管正常工作电流的 3~5 倍,与谐振电容串联的 PTC 热敏电阻会在数秒内动作,迫使 LC 串联谐振电路停振,从而保护了电子镇流器中的开关元件。应当指出的是:K120-H 型电子镇流器专用 PTC 热敏电阻是专门针对灯管异常状态保护而设计的,该 PTC 热敏电阻绝不能用普通的 PTC 热敏电阻代替。

2.5 输入过压欠压和输出过载保护电路

过压、欠压和过载保护电路由四运放集成电路 LM339 及其外围电路组成,IC_{1a} 为过电压比较运放,当市电电压过高时,第 2 脚输出高电平,反之为低电平。IC_{1b} 为欠压比较运放,当市电电压过低时,第 1 脚输出高电平,反之为低电平。IC_{1d} 为灯管异常状态保护运放,在高频逆变电路的输出端接一只电流取样变压器 T₃,T₃ 次级输出的交流电压经过整流、滤波、分压后输入到 LM339 的第 11 脚。当灯管工作不正常时灯管两端的电压升高,11 脚上的电压增大,超过 10 脚的参考电压时 13 脚输出高电平,反之为低电平。IC_{1c} 为上述 3 个信号的综合比较运放,以上 3 个输出信号都经过一只二极管输入到 LM339 的第 9 脚,当任一信号为高电平时,14 脚输出高电平,晶体管 Q₃ 饱和导通,将 IR2153 的电源切断,电路停止工作。

3 测试结果与分析

根据以上设计,采用杭州远方光电信息有限公司 HB-4A 型电子镇流器性能测试仪,负载为 16 只 T8/36W 荧光灯,测试结果如表 1 所示。

由表 1 和图 4 可见,复合泵无源功率因数校正电路的性能较高,功率因数和谐波失真两项性能指标已经非常接近有源功率因数校正电路的性能,但在成本上却远远低于有源功率因数校正电路。由图 5 的灯管电流波形可见,复合泵无源功率因数校正电路能够在保证功率因数和谐波失真两项性能指标的前提下使灯的波峰系数小于 1.7,这是其他的无源功率因数校正电路很难达到的。由于高频逆变电

表 1 测试结果

输入电 压/V	功率 因数	谐波失真 /%	波峰 系数	灯丝预热 时间/s	效率 /%
180	0.96	9.5	1.66	1.0	91.6
200	0.97	9.2	1.62	0.9	92.8
220	0.98	9.0	1.60	0.8	94.2
240	0.98	8.9	1.59	0.8	94.5

表 2 灯管异常状态保护性能

异常保护条件	PTC 动作时间/s
单次保护	4.1
多次保护	3.9
长时间保护	3.2

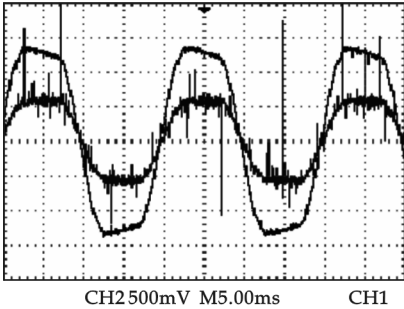


图 4 输入电流和电压波形

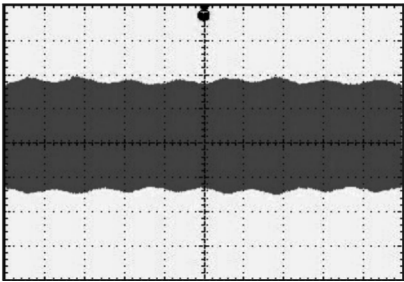


图 5 灯管电流波形

路工作在软开关状态以及大功率电子镇流器的固有损耗较低,因此本文研制的 600 W 大功率多灯管并联电子镇流器效率可达 94.5%,比单灯管电子镇流器的效率提高了 5%~8%。表 2 是灯管异常状态保护性能的测试结果,单次保护是指在灯管第一次出现异常状态时测量 PTC 的动作时间,多次保护的 PTC 动作

时间在测量之前 PTC 已经过下述冲击:每隔 5 min 在灯管异常状态下保护 10 min,共 10 次,然后测量 PTC 的动作时间.长时间保护的 PTC 动作时间在测量之前 PTC 已经在灯管异常状态下保持动作 24 h.由表 2 可见,K120-H 型电子镇流器专用 PTC 热敏电阻的灯管异常保护性能良好,即使经过多次和长时间提供保护后 K120-H 型电子镇流器专用 PTC 热敏电阻的灯管异常保护性能仍然十分稳定.

4 结束语

本文研究和设计的 600 W 多灯管并联电子镇流器具有成本低、综合性能指标较高等优点,应用新型 PTC 元件简单有效地解决了多灯管并联电子镇流器的灯管异常状态保护和灯丝预热问题,具有广阔的市场前景.

参考文献

[1] Costa M A D,Landerdahl M L Jr, do Prado R N. Independent Multi-lamp Electronic Ballast[A]. IEEE IAS' 2002[C]. 2002;1 065-1 070.

[2] 刘晨阳,张仲超.多灯管并联电子镇流器的研究[J]. 电力电子技术,2004,38(2): 69-70.

[3] 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,2007:120-148.

[4] 路秋生. 高频交流电子镇流技术技术与应用[M]. 北京:人民邮电出版社,2004:168-182.

[5] 熊 鹰,徐 迪,孙 康. 荧光灯镇流器谐振环的频域分析与设计[J]. 微计算机信息,2006,22(4): 32-35.

[6] 陈传虞. 电子节能灯与电子镇流器的原理和制造[M]. 北京:人民邮电出版社,2004:256-265.

STUDY AND DESIGN OF 600 W LARGE POWER MULTI-LAMP
PARALLEL ELECTRONIC BALLAST

ZHANG Pu-lei, SHI Yong-sheng, SHI Yao-hua

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

Abstract: With the advantages of low cost, high efficiency and convenient operation, large power multi lamp parallel-operation electronic ballast is the hot spot of study. The paper presents the design of 600 W large power multi lamp parallel-operation electronic ballasts and describes the design ideas, including power factor correction, high frequency in-verter, lamp abnormal state protection and filament preheating. Finally, the testing results are given.

Key words: electronic ballast; large power; multi lamp parallel-operation

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0081-03

复卷机成品纸卷紧度的在线测量

孟彦京, 孙小平

(陕西科技大学电气与信息工程学院, 陕西 西安 710021)

摘要:针对纸卷卷取松紧程度无法实时检测的问题,重新考虑了紧度表达的含义,对纸卷紧度做出如下的定义:用纸卷的直径变化规律来反映纸卷卷取的紧度.根据不同纸种对紧度的要求设定了相应的直径变化曲线,重点分析了前、后底辊转矩差以及液压系统所释放的压力对紧度控制的影响,得出了有效的控制方式,从而达到了实时在线测量紧度的目的.

关键词:紧度控制; 纸卷直径; 转矩; 压力

中图分类号:TS736⁺.2

文献标识码:A

0 引言

复卷机是抄纸的最后一个工段,对造纸机上下来的大纸幅、毛糙不齐的纸进行再复卷,复卷出适合再加工的纸卷.复卷机卷出的纸卷必须能经得起包装、储存、运输和其他有关的处理,这就要求卷好的纸卷从芯层到表面的紧密度必须是均匀的,而且最好从里到外均匀地降低.纸卷紧度的突然变化对纸卷的再利用有很大影响^[1],例如瓦楞纸,它要被进一步用于做纸箱等,如果复卷得不好,就会直接影响到进一步利用厂家机器的运行效率,所以纸卷紧度以及卷取盘面是否光滑都是厂家关心的重要问题.

目前主要有以下几种对紧度测试的方法:(1)在复卷后的小纸卷表面用硬度计进行单点测试,从检测数据看波动是否过大,从而判定复卷好坏;(2)在复卷后的小纸卷端面用硬度计测试;(3)有经验的师傅也可以通过敲击纸卷通过听其声音来判断纸卷卷取的好坏.但上述方法都不能做到实时检测,只能对卷取好的纸卷进行质量评价.这里所说的紧度是指纸卷(卷筒纸)卷紧的程度,紧度能在相当程度上表示纸卷的结构.

1 紧度控制的基本问题

1.1 紧度控制的工艺要求

要控制好纸卷的紧度,必须明确紧度控制的工艺要求:(1)纸卷在纸芯处要卷得紧些,因为它是支承纸卷其余纸重的基础.如果纸芯处太松,则退卷时会出现喇叭形;(2)纸卷在收卷时应卷得松些,否则外层易损伤;(3)纸卷从纸芯处的紧到终卷时的松,硬度必须均匀变化.若中间有突变,则纸卷端面将呈现星形的缺陷.

1.2 影响纸卷紧度的因素

主要有以下几方面^[2]:(1)复卷时前、后底辊的转矩差;(2)压纸辊的压力;(3)复卷时纸张的张力;(4)运行的速度、加速和减速;(5)纸芯性能;(6)纸页本身性能;(7)运输和贮存的条件.

上述因素中最主要的因素是前、后底辊的转矩差以及压力、张力.

* 收稿日期:2009-05-27

作者简介:孟彦京(1956-),男,陕西省咸阳市人,教授,硕士,研究方向:电力电子与电力传动

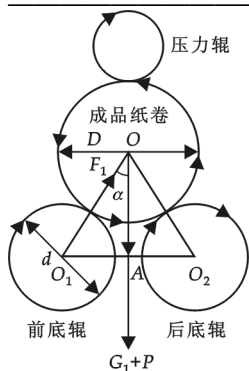


图 1 压纸辊压力分析图

1.3 紧度的重新定义

紧度:卷取时成品纸卷直径变化所遵循的规律.通过控制直径来控制紧度,就可以实时检测直径,通过直径偏差实时修正直径.

2 紧度控制

复卷机在卷取的过程中,退纸辊的卷径和转动惯量不断变化,为了保证纸幅在卷取过程中平稳工作,必须要求纸幅的张力和线速度恒定,一般通过转动惯量补偿就可以有效使张力保持恒定.为此本文主要研究压力、转矩差与直径变化的关系.

2.1 液压系统释放的压力与直径变化的关系

卷取过程中成品纸卷的直径逐渐增大,纸卷自重逐渐增加,成品纸卷与两底辊的接触点发生变化.若压纸辊压力恒定,则成品纸卷与前、后底辊间的压力在变.要期望得到理想的纸卷形态,必须使成品纸卷与前、后底辊接触点的压力恒定,故要求液压系统所释放的压力变化^[1].

压力控制的要点:(1)保压控制:液压系统的压力随纸卷直径的增大而增大,该部分需要施加多大的压力可通过直径计算.(2)恒压控制:当压纸辊自重与液压系统的压力平衡时,成品纸卷不受压力,液压系统处于恒压状态.

通过对压纸辊进行压力分析得到压力与直径的关系式:

$$2F_1 \cos \alpha = G_1 + P \quad G_1 = \frac{\pi B \gamma D^2}{4}$$

$$\cos \alpha = \frac{OA}{\frac{D}{2} + \frac{d}{2}} = \frac{\sqrt{\left(\frac{D}{2} + \frac{d}{2}\right)^2 - (O_1A)^2}}{r + \frac{D}{2}} = \sqrt{1 - \frac{(O_1O_2)^2}{(d+D)^2}}$$

压纸辊液压系统释放的压力为:

$$F = G_2 - P = G_2 - 2F_1 \sqrt{1 - \frac{(O_1O_2)^2}{(d+D)^2}} + \frac{\pi B \gamma D^2}{4} \quad (1)$$

式中: G_1 —成品纸卷的自重(复卷中逐渐增大); P —压纸辊应施加的压力; D —纸卷直径(复卷中逐渐增大); d —底辊的直径; B —纸卷宽度; F_1 —成品纸卷与底辊接触点之间的压力; F —压纸辊液压系统释放的压力; G_2 —压纸辊自重; O_1O_2 —两底辊中心距; α —纸的比重; γ —垂直线与纸卷和支承辊的连线之间的夹角.

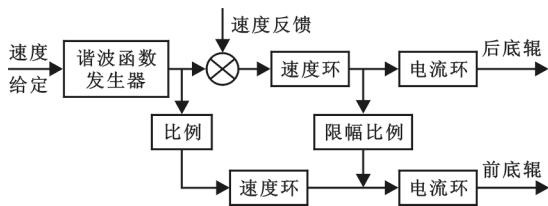


图 2 前后底辊的负荷分配图^[1]

按照所需的紧度变化规律设定 D 变化曲线,根据(1)式中 D 与 F 的关系,绘制相应的 F 曲线.

2.2 前、后底辊的转矩差与卷取直径变化的关系

成品纸卷是在压纸辊与前、后底辊之间进行卷取的,在压区压力足够大,张力恒定不变的条件下,由于卷取辊没有电机带动,所以其运动主要由前、后底辊产生的转矩差产生,自然纸卷的卷取紧度就主要由前后底辊的转矩差控制.在卷取时为了得到内紧外松的纸卷,使前、后底辊进行负荷分配,后底辊为主传动.开始卷取时使前底辊承受较大的转矩,随着卷取直径的增加而逐渐减小前底辊转矩,增大后底辊的转矩,但前底辊转矩始终大于后底辊的转矩.

直流电机中转矩与电流的关系式如下:

$$T_M = C_M \phi I_a$$

前后底辊转矩差为:

$$T = T_1 - T_2 = (K - 1) \times C_M \phi I_a = F_{\text{张力}} \times D/2$$

$$K = \frac{F_{\text{张力}} \times D}{2C_M \phi I_a} + 1 \quad (2)$$

式中: T_1 —前底辊转矩; T_2 —后底辊转矩; K —负荷分配系数。

如果突然增大 K , 那么两底辊的输出转矩之和也会随之增大, 这必然会引起系统车速的增加。后底辊的速度调节器检测到速度反馈上升, 会降低转矩给定 T , 从而降低两底辊输出转矩和, 最终回到改变 K 之前的值。所以每一次扭矩差的改变都会引起一个速度的调节过程, 不利于系统的稳定^[3]。

改变扭矩差的分配方法如下: 假如前、后底辊合转矩给定为 $2T$, 扭矩差为 ΔT , 则后底辊的转矩给定改为 $T - \Delta T$, 前底辊的转矩给定为 $T + \Delta T$, 这样无论怎样改变扭矩差, 前后底辊的转矩给定之和始终为 $2T$, 从而消除了改变扭矩差时对系统速度带来的影响, 可以让成品纸卷在稳速时卷得更齐。

$$\Delta T = T_1 - T_2 = F_{\text{张力}} \times \frac{D}{2} \quad (3)$$

如果张力保持恒定, 则前后底辊转矩差就只和直径的变化相关, 设定 D 曲线按照(3)式设定负荷分配系数变化曲线。

2.3 D 曲线的得到

理想的直径紧度关系曲线如图 3 所示。

压力和转矩都是通过 D 曲线给定, 而 D 曲线是根据不同纸种的紧度的工艺要求通过反复实验调试找到的最理想的符合紧度要求的曲线。

在调试阶段可以根据传统经验对参加实验的纸卷进行紧度衡量, 符合要求的纸卷直径变化曲线予以保留, 并作为以后此类纸品的给定曲线, 对直径与紧度的关系进行量化。但往往现场的情况有变, 我们必须根据实际情况对给定的 D 曲线做出修正, 以得到更好的控制效果。

2.4 具体实施

在实际应用中, 读取模拟量电位器的电压值, 随着纸卷直径的变化电位器便会呈现不同的电压。根据复卷机的结构, 在压纸辊最低处即成品纸卷直径仅仅是纸芯直径时记录一个电压值, 在成品纸卷达到最大直径时记录一个电压值。具体计算如公式(4)

所示, 并反复进行该过程。把检测数据与实际数据进行对比, 缩小其差距, 并使用校正系数对测得直径进行修正。将实时监测到的直径与设定直径曲线进行比较, 调节 PI 参数, 实时根据公式(1)和(3)修正压力以及转矩, 使监测到的直径与设定直径相符时即达到实时检测紧度、实时修正紧度的目的, 使纸卷得到理想的形态^[6]。该方法已经在具体的项目中实施过, 偏差不过超 0.1%。

$$(V - V_{\min}) \times \frac{(Y_{\max} - Y_{\min})}{(V_{\max} - V_{\min})} + Y_{\min} = Y \quad (4)$$

式中: Y_{\max} —成品纸卷直径最大值; Y_{\min} —成品纸卷纸芯直径; V_{\max} —成品直径最大值所对应的电位器电压值; V_{\min} —成品直径最小值所对应的电位器电压值; V —通过通讯读取电位器的实时电压值(模拟量)。

3 结束语

复卷机成品纸卷卷取的松紧程度、切割断面的好坏是衡量纸品好坏的一个关键因素, 因此是复卷机控制的关键。通过上述分析可知, 最重要的是控制成品纸卷直径增长规律的变化。本文对紧度概念进行了进一步分析, 提出了控制复卷机成品纸卷紧度更好的方法, 在一定程度上实现了实时紧度控制, 且应用效果良好。

(下转第 88 页)

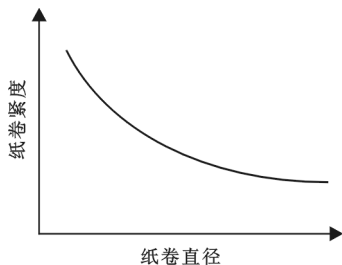


图 3 理想的直径紧度关系曲线^[4]

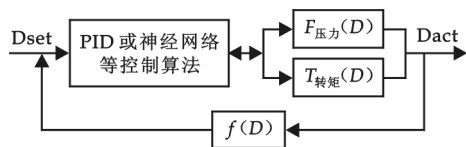


图 4 成品纸卷实时直径与液压压力及前后底辊转矩差简单关系图

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0084-05

指纹向量在垃圾邮件检测中的应用

刘卫红, 方卫东, 张 凌, 董守斌
(华南理工大学计算机学院, 广东 广州 510641)

摘 要:大量重复发送的邮件是垃圾邮件的主要生成方式,为检测这种类型的垃圾邮件,作者提出了一种基于指纹向量的自适应垃圾邮件过滤方法.该方法中,每封邮件通过 q 元取样后映射成指纹向量,如果两个邮件的指纹向量的距离较小,则认为其属于同一个类别.该方法具有计算速度快、占用计算资源小的优点,与传统的贝叶斯算法相比具有较优的性能,在 TREC2007 数据集的实验结果验证了所提出方法的有效性.

关键词:指纹向量; q 元; 垃圾邮件

中图分类号:TP393.098

文献标识码:A

0 引言

网上垃圾信息有多种形式以及生成方式,其中大量重复的垃圾邮件以及链接工厂中大量的相似垃圾网页是常见的一种垃圾信息生成方式,本文将主要讨论如何检测和过滤这种相似垃圾信息.目前使用的各种垃圾信息过滤技术中,最广泛使用的是利用信息校验和来检测垃圾邮件^[1,2].该方法中,如果一条信息被判定为垃圾信息,那么所有与该信息校验和匹配的邮件将被自动过滤.由于现实生活中垃圾邮件发送者经常采用各种方法伪装垃圾邮件^[3],因此过滤方法的有效性在很大程度上依赖于产生信息校验的哈希函数的稳定性.也就是说,哈希函数的应用必须在保持对邮件内容敏感的同时能够忽视其中的随机噪声.本文采用指纹向量技术检测垃圾信息,实验以垃圾邮件检测进行验证.

1 相似文档匹配

在相似文档匹配问题中,一个文件被看作一个符号序列,符号可以是文档的任何一个句法块,例如,对于文本文件,符号可以是一个字符、一个单词或一段文字.我们通常用 Jaccard 距离来表示两个文档的相似程度.假设有两个文档 A 和 B ,文档 A 和 B 的 Jaccard 距离为 $d(A, B)$,可表示为:

$$d(A, B) = 1 - \frac{n_{A \cap B}}{n_{A \cup B}} \quad (1)$$

其中: $n_{A \cap B}$:集合 $A \cap B$ 所包含符号块的大小; $n_{A \cup B}$:集合 $A \cup B$ 所包含符号块的大小.

对于一般的对象(相似文档),采用 Jaccard 距离计算文档的相似度所需的存储和计算资源是很大的.但是对于垃圾信息的过滤和检测来说,存储和计算资源是必须考虑的因素.在实际应用中^[4],一般只需要在文档的句法块中选取少部分,把这少部分句法块作为文档的“概要”(sketch),从而把原文档之间相似度的计算转化为对它们概要间相似度的计算. Broder 在[5]中证明了如下结论:

定理 1:令 Ω 是文档中长度为 w 的全部块的有序集合.给定一个参数 $s \in N$ 和集合 $W \subseteq \Omega$,定义

$$MIN_s(W) \text{ 为 } MIN_s(W) = \begin{cases} \text{the set of the smallest } s \text{ elements in } W, & \text{if } |W| \geq s; \\ W, & \text{otherwise} \end{cases}.$$

* 收稿日期:2009-06-10

作者简介:刘卫红(1974-),女,江西省吉安市人,在读博士生,研究方向:网上垃圾信息过滤、计算机网络基金项目:国家下一代互联网示范工程基金资助项目(CNGI-04-12-2A)

同时,对于 $\forall I \subseteq N$, 定义 $MOD_m(I) = \text{the set of elements of } W \text{ that are } 0 \bmod m$.

令 $g: \Omega \rightarrow N$ 为任意一个映射, $\pi: \Omega \rightarrow \Omega$ 是 Ω 的一个随机排列, 同时, 令 $M(A) = MIN_s(\pi(S(A, w)))$ 及 $L(A) = MOD_m(g(\pi(S(A, w))))$. 类似地定义 $M(B)$ 和 $L(B)$, 则有公式(2)和(3):

$$(2) \quad \frac{|MIN_s(M(A) \cup M(B)) \cap M(A) \cap M(B)|}{|MIN_s(M(A) \cup M(B))|}$$

$$(3) \quad \frac{|L(A) \cap L(B)|}{|L(A) \cup L(B)|}$$

公式(2)和(3)是文档 A 和 B 相似度的一个无偏估计.

2 垃圾邮件检测

2.1 检测过程

本文主要考虑的是近似重复垃圾邮件的检测问题, 因此, 垃圾邮件检测问题可看作一个相似文档的比较问题. 垃圾邮件检测过程步骤如图1所示:

(1)待比较文档去噪: 这一步骤主要任务是去除与文档内容不相关的信息. 在垃圾邮件检测过程中, 信息的去噪过程是十分重要的, 因为目前大量的垃圾信息都在信息正文中加入了噪声字符. 事实上, 有些垃圾信息因为存在采用替代字符等现象, 因此单纯依靠传统的文本或网页去噪技术已经不能实现对这些信息的正确判断.

(2) q 元划分: 将去噪后的文档划分成固定大小的 q 元单元. 给定一个固定的相似值, q 值越大时, 两个文档中相同的部分就越多. 在垃圾信息检测中, q 值越大, 垃圾邮件检测的可靠性也就越高. 但是 q 值越大, 对于信息中所包含的噪声也就越敏感, 容易受到添加噪声的方法进行攻击. 通过实验比较, q 值范围在 $6 \sim 8$ 之间是一个较合适的取值.

(3) q 元取样: 对已划分的 q 元, 按照取样步长 $h \geq q$ 为进行取样, 得到相应的样本 q 元.

(4)指纹映射: 对各样本 q 元进行指纹映射, 得到邮件的指纹向量. 这个步骤中最重要的一点是要保证指纹的冲突率低, 也就是不同 q 元映射成相同指纹的概率要很小. 另外, 由于垃圾邮件检测系统是一个实时检测系统, 为了保证检测速度, 指纹的计算复杂度不能太高. 为了同时满足这两个要求, 本文采用 Rabin's Fingerprinting 指纹计算方法^[6].

(5)指纹向量匹配: 将待检测邮件的指纹向量和已知垃圾邮件的指纹向量进行匹配, 根据两者的相似程度判断待检测邮件是否为垃圾邮件, 得到检测结果.

下面具体介绍 q 元样本、指纹映射和指纹匹配这3个步骤.

2.2 q 元样本

q 元模型是一种用于预测序列中指定字符串出现概率的概率模型. 在 q 元模型中, q 元是一个给定序列的长度为 q 的单元子序列. 显然对于一般的对象(文档、图像等), 使用 q 元距离计算相似度所需的存储和计算资源量是很大的, 因此在文献^[7]中作者提出了一种有效的基于取样的过滤技术. 在该方法中文本的第 h 个 q 元单元被看作一个样本 q 元. 如果一个样本 q 元在比较文档中出现, 那么就采用动态编程算法检查该样本 q 元的相邻 q 元, 该方法是 Chang-Lawler 算法^[8]的一种简化方法.

本文中取样的步长为 h , 假设 d_1, d_2, \dots, d_n 为 q 元样本, 其中 $h \geq q$, 假设字符串长度 $m = 40$, $q = 3$ 以及 $h = 9$, 那么该字符串的 q 元划分以及 q 元取样如图2所示.

图2中的 d_1, d_2, d_3, d_4, d_5 是字符串的 q 元样本. 根据定理1, 通过比较 q 元样本序列, 可比较待检测邮件与已知垃圾邮件之间的相似性, 将邮件进行分类.

q 元样本与单纯的 q 元模型相比具有存储空间小、计算资源小以及计算速度快的优点, 但是由于 q 元样本只是 q 元模型的一部分, 因此 q 元样本在垃圾邮件检测过程中引入了误差.

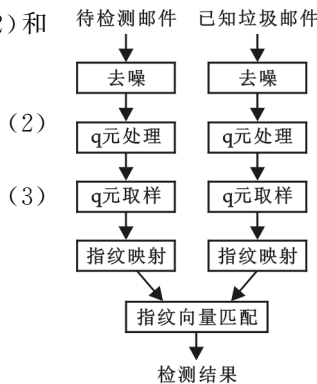


图1 垃圾邮件检测过程

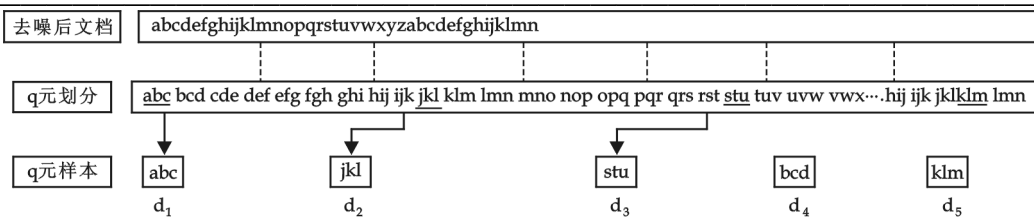


图 2 q 元样本

2.3 指纹映射

常见的采用指纹进行相似文档比较的方法是指将文档的相应的 q 元样本通过 Rabin 指纹算法^[9] 转换成相应的指纹, 最后再比较两个文档中相同指纹的个数, 从而得到文档的相似程度, 因此 q 元取样步骤后需要将取样后得到的 q 元样本进行指纹映射。

假设一个 q 元样本表示为 n 位的二进制序列 $m_0 m_1 \cdots m_{n-1}$, 可将其看作一个在有限空间 Z_2 上定义的 $n-1$ 次多项式:

$$f(x) = m_0 x^0 + m_1 x^1 + \cdots + m_{n-1} x^{n-1} \quad (4)$$

在这基础上, 定义一个 Z_2 上次数为 k 的随机不可约多项式 $p(x)$, 那么符号序列 $m_0 m_1 \cdots m_{n-1}$ 的指纹可定义为 $f(x) \bmod p(x)$ 。

定理 1 中指出了两种文档进行指纹映射后再进行文档相似度的比较方法。这两种方法中, 第一种方法的优点是我们可以用固定大小的指纹向量表示文档, 但它只能用来计算文档之间的相似程度, 不能判断其包含关系。第二种方法所得到的指纹向量既可以用来计算文档相似度, 也可以用来计算文档的包含程度, 然而它不支持固定大小的指纹向量。由于在近似重复垃圾信息检测中主要关心的是文档之间的相似程度, 因此使用第一种方法更适合垃圾信息检测问题。

当指纹向量应用到垃圾信息检测过程中时, 这种方法和 q 元距离、编辑距离方法相比较具有计算复杂度低、所需存储和计算资源较少的优点, 但是由于存在进行指纹映射的冲突问题, 在比较过程中引入了误差, 从而对最后的文档相似性比较产生了一定程度的影响。由于指纹向量是用数字信息代替文本信息, 因此在垃圾信息检测过程中将文档用一个指纹集合表示可提高系统的存储和计算效率。

2.4 指纹匹配

垃圾邮件检测可看作一个分类问题: 当一个新邮件到达时, 过滤器判断该邮件是合法邮件(ham)还是垃圾邮件(spam)。假定 H 为已知垃圾邮件指纹向量的集合, 对一个垃圾邮件过滤问题而言, 判断的标准是 HM (垃圾邮件 M 的指纹向量) 和 H ($H \in H$) 指纹向量之间的距离 $d(HM, H)$ 。如果 $d(HM, H)$ 小于临界值, 则标记为垃圾邮件, 反之为正常邮件。

在 email 和 SMS 系统中, 由于信息需尽快传送, 同时垃圾信息的特点各种各样, 因此采用指纹向量进行垃圾信息过滤时须解决以下两个问题: 首先信息匹配时间必须短, 在校验系统可通过二进制搜索实现; 但如果采用指纹向量, 由于是比较两个数字集合, 因此必须采用有效的搜索技术才能缩短匹配时间。其次当垃圾邮件改变时, 已知垃圾邮件向量和判断规则能够自动随之改变, 例如: H 中的指纹向量以及判断临界值都能够根据垃圾邮件特征的变化而变化。这两个问题的解决具体参看文献[10]。

指纹向量可采用两种匹配方法: 倒排索引匹配和顺序匹配, 这两种方法在已知垃圾邮件向量的存储方式、存储要求以及匹配复杂度方面有所不同。当已知垃圾邮件向量中数字经常变化(频繁更新)时通常采用顺序匹配法。但当已知垃圾邮件数量非常大时, 采用倒排索引匹配则更为有效。

3 实验及结果分析

本实验的数据集来自于 TREC 2007 垃圾邮件数据集, 该数据集采样时间为 2007 年 4 月 8 日~2007 年 7 月 6 日这 3 个月时间, 包含 75 419 封邮件, 其中 50 199 封为垃圾邮件。

3.1 实验结果分析

实验采用基于 SVM(Support Vector Machine, 支持向量机^[11-13]) 的指纹向量法对 TREC 2007 垃圾邮件数据集进行邮件分类及过滤. 在文本分类中, SVM 是公认的较好的方法之一^[14]. Drucker 将 SVM 用于垃圾邮件过滤, 得到的结果再次印证了这一点^[15]. Drucker 还得到一个结论就是采用二值表示的 SVM 的性能稍高于采用多值表示的 SVM.

我们在 Trec 2007 垃圾邮件数据集上对本节提出的方法进行了实验. 实验中, 将邮件头中的每一个字段(收件人、发件人、路由信息等)作为信息表示向量的一部分, 然后映射成指纹向量利用 SVM 方法进行信息类别的判决.

我们将基于指纹向量 SVM 方法的垃圾邮件处理方法与基于简单贝叶斯方法的 Bogofilter 在 Trec 2007 上的过滤结果进行比较. 表 1 列出了 SVM 指纹向量法在 Trec 2007 上的过滤结果. 图 3 则是相应的 ROC 曲线图.

通过实验我们发现, SVM 指纹向量法的误过滤率明显低于简单贝叶斯方法(Bogo), 但对正常邮件的误过滤率则高于简单贝叶斯方法, 在对垃圾邮件的误过滤率上, SVM 指纹向量法也有较优的效果.

4 结束语

互联网上存在着大量重复的垃圾信息, 例如垃圾邮件、链接工厂中的垃圾网页. 检测相似性垃圾信息有多种方法, 基于指纹向量的检测方法为衡量文档之间的相似程度提供了一种有效方法. 本文在此基础上提出了一种采用文档指纹信息作为特征表示, 并采用 SVM 进行邮件分类的方法. 该方法中, 每封邮件由一个指纹向量表示, 两个邮件如果指纹向量的距离较小, 则认为其属于同一个类别. 在 Trec 2007 标准数据集上的实验结果表明, 基于 SVM 的指纹特征向量方法与传统的简单贝叶斯方法相比较具有较优的性能.

表 1 SVM 指纹向量法在 Trec 2007 上的过滤结果

指标	简单贝叶斯(Bogo)	SVM 指纹向量法
Ham(%)	0.00 (0.00~0.02)	1.43 (1.28~1.58)
Spam(%)	11.03 (10.76~11.31)	0.37 (0.31~0.42)
lam(%)	7.34 (7.16~7.53)	0.72 (0.66~0.78)

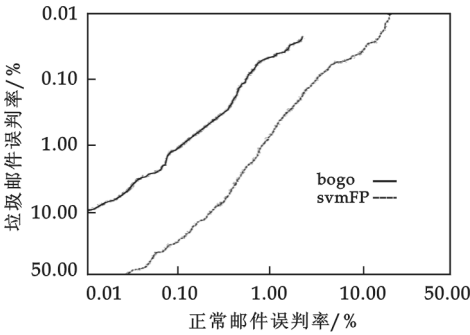


图 3 SVM 指纹向量法与 Bogofilter 的 ROC 曲线对比

参考文献

[1] Cloudmark: <http://www.cloudmark.com/>.
[2] Distributed Checksum Clearinghouse (DCC): <http://www.rhyolite.com/antispam/dcc/>.
[3] J Graham-Cumming. "The Spammers' Compendium" <http://www.jgc.org/tsc/>.
[4] Chowdhury, A., Frieder, O., Grossman, D., et al. Collection statistics for fast duplicate document detection[J]. ACM Transaction on Information Systems, 2002, 20(2): 171-191.
[5] Broder A. Z.. On the resemblance and containment of documents[C]. In Proceedings of Compression and Complexity of SEQUENCES 1997, 1997.
[6] Rabin M. O. Fingerprinting by random polynomials[R]. Cambridge: Center for Research in Computing Technology, Harvard University, 1981.
[7] T. Takaoka; Approximate pattern matching with samples[C]. Proceedings of ISAAC'9~, Lecture Notes in Computer Science 834, Springer-Verlag, Berlin, 1994; 234-242.
[8] W. Chang, E. Lawler; Sublinear approximate string matching and biological applications[J]. Algorithmica, 1994, 12: 327-344.
[9] Michael O. Rabin. Fingerprinting by Random Polynomials. Center for Research in Computing Technology, Harvard University. Tech Report TR-CSE-03-01[EB/OL]. <http://www.xmailserver.org/rabin.pdf>. 1981.
[10] Weihong Liu, Weidong Fang. Adaptive Spam Filtering Based on Fingerprint Vectors. Computing, Communication, Control, and Management[C]. CCCM'08, 2008: 384-388.
[11] Vapnik V. The Nature of Statistical Learning Theory[M]. Springer, 1995.

[12] Cristianini N. , Schoelkopf B. Support vector machines and kernel methods, the new generation of learning machines[J]. Artificial Intelligence, 2002, 23(3): 31-41.

[13] 张学工. 关于统计学习理论与支持向量机[J]. 自动化学报, 2000, 26(1): 32-42.

[14] 王国胜, 钟义信. 支持向量机的若干新进展[J]. 电子学报, 2001, 29(10): 1 397-1 400.

[15] Drucker H. , Vapnik, V. , Wu D. Support vector machines for spam categorization[J]. IEEE Transactions on Neural Networks, 1999, 10(5): 1 048-1 054.

SPAM FILTERING METHOD BASED ON FINGERPRINT

LIU Wei-hong, FANG Wei-dong, ZHANG Ling, DONG Shou-bin

(School of Computer Science & Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510641, China)

Abstract: Unsolicited bulk mail is the spam's main form . In order to detect spam of this form, an adaptive spam filtering mechanism based on message fingerprinting is presented in this paper. In our mechanism, each message is represented by a fingerprint vector after q grams sampling procedure, and two messages with a short distance in their fingerprint vectors are considered as variants of each other. It is more fast and takes less computer resource. Comparing with Bogo filtering method it is with better performance also, experiments on TREC2007 dataset demonstrate the effectiveness of the proposed method.

Key words: fingerprint; q grams; spam



(上接第 83 页)

参考文献

[1] 孟彦京. 造纸机变频传动原理和设计[M]. 陕西:陕西人民出版社,2002.

[2] 李佩姝,王志杰,董现敏. WINDRUM 型复卷机的紧度控制和要求[J]. 中国造纸,2006,25:38-39.

[3] 巴学梅. 高速下引纸复卷机的张力控制策略[J]. 轻工机械,2006,(1):44-46.

[4] Robert E. Burgeson . Modern Methods of Torque Control on Two-Drum Winders[C]. 1973 IEEE Transactions on Industry Applications,1973.

[5] 郭艳萍. 复卷机恒张力与负荷分配控制设计及应用[D]. 天津:天津大学硕士学位论文,2005.

REWINDER PAPER ROLLS TIGHTNESS
MEASUREMENT ON-LINE

MENG Yan-jing, SUN Xiao-ping

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

Abstract:Directed towards the problem of the paper rolls tightness can not be detected on-line, reconsidering that it can be used the rules of paper rolls diameter changes to reflect the tightness of coiling of paper rolls. Analyze the factors torque and pressure which effect tightness,then make out effective control method and make real-time online measurement come true.

Key words: tightness control; diameter of the paper rolls ; torque; pressure

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0089-04

频分复用在混沌保密通信中的应用研究

兀旦晖

(陕西科技大学电气与信息工程学院, 陕西 西安 710021)

摘 要:给出了一种便于集成的改进型 Chua 电路,构造出一种具有一定鲁棒性、抗干扰等特性的驱动-响应式键波混沌同步系统,给出了影响混沌同步的主要因素和键波频带宽度的估算方法;根据频分复用技术解决了目前如何同时在同一信道中高效传输混沌同步控制信号和密文信号的关键性问题,通过实验证明了此方案的可行性,为混沌在保密通信中的实际应用奠定了基础.

关键词:保密通信; 频分复用; Chua 电路; 混沌同步; 混沌同步自保持

中图分类号:TN918.1 **文献标识码:**A

0 引言

1987 年 Fujisaka 和 Yamata 对混沌同步的研究以及 1990 年 Pecora 和 Carroll 对混沌同步的实验研究引起了人们的广泛重视^[1,2],这一突破性的进展使混沌理论应用于通信领域成为可能,开始了混沌同步在保密通信中应用的新阶段.由于混沌信号自身具有宽频谱、不可预测等特性,因此使得混沌保密通信具有极高的保密度,已成为目前信息科学界关注和研究的热点问题之一.

近年来,混沌同步应用于保密通信的研究在国内外有了很大的发展^[3],但是要将其实际应用于保密通信,关键技术之一是如何同时在同一信道中传输密文信号和混沌同步控制信号.混沌同步自保持特性的提出^[4]以及采用分时发送原理,将密文信号和混沌同步控制信号分时发送,只要密文信号发送的时间小于混沌同步系统的自保持时间,接着再发送混沌同步控制信号,这样就可以保证在混沌系统保持同步的状态下完成信息的可靠传输.但是由于同步自保持时间较短,依然存在通信传输效率低下的问题.

本文给出了一种便于集成的改进型 Chua 电路,构造出一种具有一定鲁棒性、抗干扰等特性的驱动-响应式键波混沌同步系统,并给出了影响混沌同步的主要因素和键波频带宽度的估算方法;根据频分复用技术既解决了目前如何同时在同一信道中传输混沌同步控制信号和密文信号的关键性问题,又克服了利用混沌同步自保持特性进行保密通信效率低的问题,实验证明了此方案的可行性,为混沌在保密通信中的实际应用奠定了基础.

1 改进型 Chua 电路及其特性

1983 年,蔡少棠教授首次提出了著名的蔡氏电路,它是迄今为止在非线性电路中产生复杂动力学行为的最有效而简单的混沌振荡电路之一,如图 1 所示.

文献[6]利用模拟电感电路对 Chua 电路进行改进,取代了 Chua 电路中的线性电感部分,构造出改进型 Chua 电路,取得了良好的效果.研究表明改进型 Chua 电路的所有特性与原系统完全一致,硬件实验其

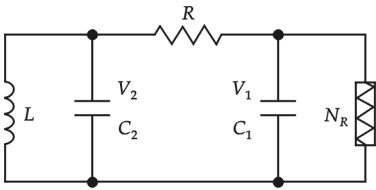
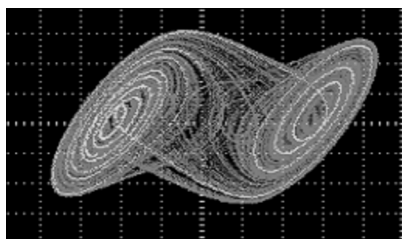


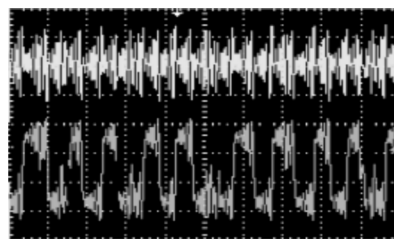
图 1 Chua 电路

* 收稿日期:2009-07-14
作者简介:兀旦晖(1981-),男,陕西省西安市人,讲师,硕士,研究方向:混沌保密通信的应用
基金项目:陕西省教育厅专项科研计划项目(05JK159)

混沌吸引子和时域波形图如图 2 所示.



(a) Chua 混沌吸引子



(b) 混沌信号的时域波形

图 2 改进型 Chua 电路硬件实验结果

改进型 Chua 电路的状态方程如式(1)所示,式中 V_1, V_2 和 i_L 分别表示电容 C_1, C_2 两端电压和流过模拟电感电路的电流, $f(V_1)$ 是描述非线性电阻 N_R 的 I-V 特性折线多项式.

$$\begin{cases} \frac{dV_1}{dt} = \frac{1}{C_1} \left[\frac{1}{R} (V_2 - V_1) - f(V_1) \right] \\ \frac{dV_2}{dt} = \frac{1}{C_2} \left[\frac{1}{R} (V_1 - V_2) + i_L \right] \\ \frac{di_L}{dt} = \frac{1}{L} V_2 \end{cases} \quad (1)$$

$$f(V_1) = m_0 V_1 + 0.5(m_1 - m_0)[|V_1 + B_p| - |V_1 - B_p|]$$

式中 m_0 和 m_1 分别表示 I-V 特性内外折线的斜率, B_p 为折线点电压.

为了方便讨论,引入下列参量: $x = V_1/B_p, y = V_2/B_p, z = Ri_L/B_p, \tau = t/RC_2, a = m_1R, b = m_0R, v = C_2/C_1, \beta = C_2R^2/L$, 则改进型 Chua 电路状态方程(1)改成无量纲形式:

$$\begin{cases} \dot{x} = v[y - x - f(x)] \\ \dot{y} = x - y - z \\ \dot{z} = -\beta y \end{cases} \quad (2)$$

式中, $f(x) = bx + 0.5(a - b)[|x + 1| - |x - 1|]$, $x = dx/d\tau, y = dy/d\tau, z = dz/d\tau$.

2 驱动-响应式键波混沌同步系统

设计了一个基于改进型 Chua 电路键波混沌同步系统,其驱动系统方程式为(2),响应子系统方程式为(3),实验电路如图 3 所示,图中 Chua 混沌电路的参数分别选为

$$\begin{cases} \dot{y}_1 = r(t) - y_1 + z_1 \\ \dot{z}_1 = -\beta y_1 \end{cases} \quad (3)$$

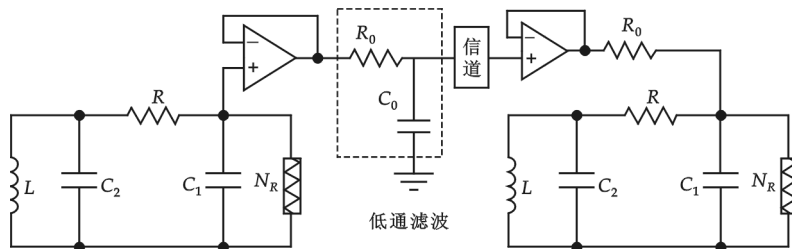


图 3 基于 Chua 电路的键波同步电路系统

图 3 中 $L = 18 \text{ mH}, R = 1.7 \text{ k}\Omega, C_1 = 10 \text{ nF}, C_2 = 100 \text{ nF}$, N_R 为蔡氏二极管,它由双运放 TL082 和 6 个电阻构成.用双电源 $\pm 9 \text{ V}$ 供电,其伏安特性为分段线性函数,其中中间段的斜率为 $G_a = -0.72 \text{ ms}$,其余两段的斜率为 $G_b = -0.41 \text{ ms}$,转折点电压为 $E = 1 \text{ V}$.在图 3 所示的实验中,混沌同步的通道中串接了一个低通滤波器,其作用是滤除掉混沌信号的高频分量而允许低频分量(即键波分量)通过.实验测得, R_0

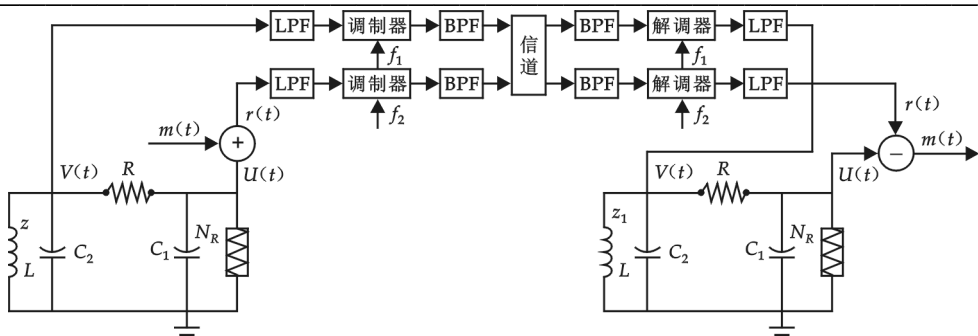


图 4 频分复用混沌保密通信系统框图

$=0.5\text{ k}\Omega, C_0 \leq 0.1\text{ }\mu\text{F}$ 时,收发混沌仍能保持较好的同步,由此可得其上限截止频率为 $f_H = 1/(2\pi R_0 C_0) = 3.3\text{ kHz}$.

实验结果表明:

(1)只传送键波产生的特征频谱分量及滤除涡卷产生的高频分量,混沌同步仍能保持.此特性对于键波同步在保密通信中的应用非常重要.

(2)键波产生的低频分量称之为特征频谱,它对同步至关重要.键波对外界信号中的低频分量的干扰有较高的敏感性,对混沌的同步有很大的影响,而外界信号中的高频分量由于涡卷的高频基波相对稳定,因此对混沌的同步影响较小.

3 频分复用技术在混沌保密通信中的应用研究

混沌同步自保持特性的提出^[4]及采用分时发送原理^[5]将密文信号和混沌同步控制信号分时发送,只要密文信号发送的时间小于混沌同步系统的自保持时间,接着发送混沌同步控制信号,则可保证在混沌系统保持同步的状态下完成信息的可靠传输.但是,由于混沌同步自保持时间较短和混沌系统同步方法的有限性,使得利用混沌同步自保持时间在保密通信中的应用存在效率低等问题.根据驱动-响应式键波混沌同步系统,利用频分复用技术可以解决上述问题,具体设计方案如图 4 所示.

混沌同步控制信号 $V(t)$ 和加密后的密文信号 $r(t)$ 首先通过低通滤波器(LPF)限制信号的有效带宽,避免它们的频谱出现相互重叠.然后,两路信号分别对各自的载波 $\cos(\omega_1 t)$ 和 $\cos(\omega_2 t)$ 进行调制,完成后送入信道进行传输.在接收端,分别采用不同中心频率的带通滤波器分离出调制后的混沌同步控制信号和密文信号,解调后恢复出混沌同步控制信号 $V(t)$ 和密文信号 $r(t)$,利用解调出的混沌同步控制信号驱动接收端混沌系统,从而产生用于解密的混沌同步信号 $U(t)$,最终还原出明文信号 $m'(t)$.

根据信号分析理论,对上述混沌电路参数作为一种估算^[7],可以认为键波脉冲(混沌同步控制信号的有效带宽)的带宽为

$$\Delta f = \frac{1}{\Delta t} = \frac{\gamma_0}{8.1} = 3\,122\text{ Hz}$$

对驱动-响应式 Chua 电路键波混沌同步系统进行仿真实验,载波 $\cos(\omega_1 t)$ 和 $\cos(\omega_2 t)$ 的频率分别为 $f_1 = 20\text{ kHz}, f_2 = 100\text{ kHz}$,混沌同步控制信号的有效带宽为 3.122 kHz ,这样两路信号频谱之间留有一定的保护间隔,调制方式采用 DSB-SC,带通滤波器的带宽为 10 kHz ,我们采用 $f_0 = 1\text{ kHz}$ 的方波,其脉宽为 0.5 ms ,进行实验.图 5 为发送方的方波信号,图 6 为密文信息,图 7 为信道中检测的信号,图 8 为接收方利用混沌同步信号恢复的方波信号.

从实验结果我们可以看到,频分复用技术在混沌保密通信中的应用完全可以实现信息的保密传输.从图中还可以看到,传输信道中的信号和加密过的信号均为混沌状态,起到了保密的作用,窃取者无法获取有用信息.从图 8 中可以看到,接收方较好地恢复到了明文信息.图 9 为硬件实验中发送方与接收方的信号波形.

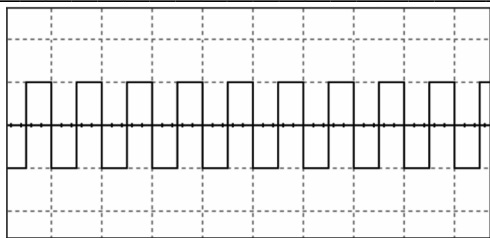


图 5 发送方的方波信号

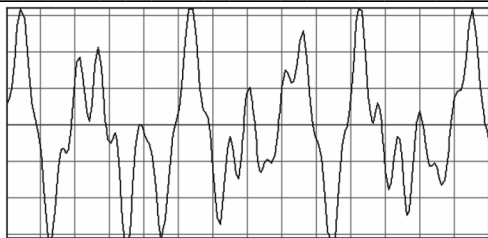


图 6 密文信息

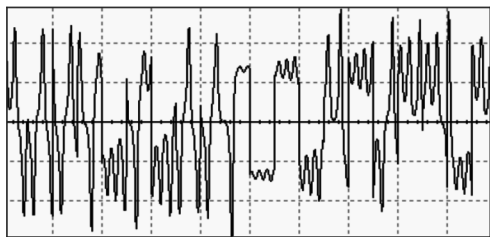


图 7 信道中检测的信号

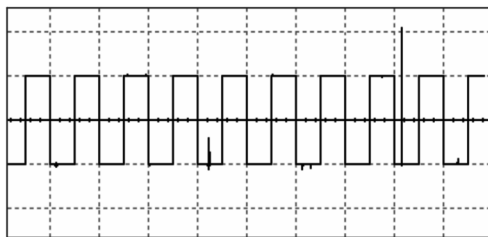


图 8 恢复的方波信号

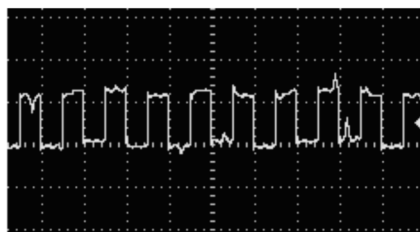
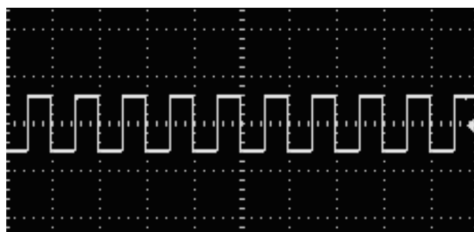


图 9 硬件实验结果

4 结束语

本文根据驱动-响应式键波混沌同步系统给出了影响混沌同步的主要因素和键波频带宽度的估算方法;利用频分复用技术解决了目前如何同时在同一信道中传输混沌同步控制信号和密文信号的关键性问题,实验证明了此方案的可行性,为混沌在保密通信中的实际应用奠定了基础。

此外,如何从理论角度更深一步研究电路参数和混沌键波带宽的关系,以便于实际设计出多样的混沌系统应用于频分复用混沌保密通信;驱动-响应式键波混沌同步系统的抗噪声性能都将是非常令人感兴趣并值得今后继续探讨研究的课题。

参考文献

- [1] Chua L. O. The genesis of Chua's circuit[J]. Archiv fur Elektroik and Ubertragungstechnik, 1992, 46(4): 250-257.
- [2] Fujisaka H, Yamada T. Stability theory of synchronized motion in coupled-oscillator systems[J]. Porg Theor Phys, 1983, 69: 32-47.
- [3] 李建芬, 李 农, 林 辉. 适合传输快变信息信号的混沌调制保密通信[J]. 物理学报, 2004, 53(6): 1 694-1 698.
- [4] 兀旦晖, 柯熙政. 基于 Chua 电路混沌同步自保持特性的研究[J]. 量子电子学报, 2004, 21(3): 355-359.
- [5] WU Danhui, ZHAO Chen-fei. Application research on the Chaos synchronization self-maintenance characteristic to secret communication[J]. Science in China(Series F: Information Sciences)[J]. , 2007, 50(4): 609-614 .
- [6] 兀旦晖, 柯熙政. 利用模拟电感改进 Chua 电路的研究[J]. 西安理工大学学报, 2004, 20 (1): 74-77.
- [7] 禹思敏, 丘水生. 混沌吸引子键波带宽的一种分析方法[J]. 通信技术, 2001, 119(8): 85-88.

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0093-07

低复杂度的改进型 CORDIC 算法研究

张天瑜

(无锡市广播电视大学机电工程系, 江苏 无锡 214011)

摘要:传统 CORDIC 算法需要通过乘法器和查找表才能实现多种超越函数的计算,这会导致硬件电路实现复杂、运算速度降低,此外它能够计算的角度范围也有限.针对传统 CORDIC 算法的缺陷,在旋转模式下提出一种改进型 CORDIC 算法,它不需要模校正因子和查找表,只需通过简单的移位和加减运算就能实现多种超越函数的计算,从而能够减少硬件的开销,提高运算的性能,并通过区域变换使得该算法能够适用于所有的旋转角度.误差分析表明该算法具有很小的误差.

关键词:CORDIC 算法; 旋转模式; 模校正因子; 查找表; 流水线结构

中图分类号:TP301.6 **文献标识码:**A

0 引言

坐标旋转数字计算机(Coordinate Rotation Digital Computer, CORDIC)算法是在 1959 年由 Jack E. Volder 在设计美国航空导航控制系统的过程中提出的. 1971 年 John S. Walther 进一步提出了统一的 CORDIC 算法,并在 1974 年又用它研究出了一种能计算出多种超越函数的统一算法. CORDIC 算法的基本思想是通过一系列固定的、逐次递减的、与运算基数相关的基本角度不断偏转从而逼近最终需要达到的旋转角度,使得向量的旋转和定向运算不需要通过查三角函数表、乘法、开方以及反三角函数等复杂运算. 它的巧妙之处在于基本角度的选取恰好使每次向量以基本角度旋转后,新向量的坐标计算只需要通过简单的移位和加减运算即可. 由于 CORDIC 算法的复杂度较低、功能完备,能够运用于向量旋转(复数乘除法)、三角函数、双曲函数、指数函数以及其他一些超越函数的计算,目前已经被广泛应用于便携式计算器、自适应滤波器、快速傅立叶变换、离散余弦变换、数字调制解调器、神经网络、矩阵特征值求解、矩阵奇异值分解等各个方面^[1-7]. 本文从模校正因子的分解、查找表的移位实现、旋转角度的范围扩展 3 个方面对传统 CORDIC 算法进行了改进,提出一种改进型 CORDIC 算法,并设计了流水线结构. 与传统 CORDIC 算法相比,该算法不需要模校正因子和查找表,硬件实现简单,数据处理快速,能够适用于所有的旋转角度并且具有很小的误差.

1 传统 CORDIC 算法

传统 CORDIC 算法是从一般的向量旋转方程中推导出来的,它包含 3 种旋转坐标系,即圆周坐标系、线性坐标系、双曲坐标系,在每种坐标系下分别有两种工作模式:旋转模式和向量模式^[8-12]. 本文主要讨论圆周坐标系下的旋转模式. 传统 CORDIC 算法的原理图如图 1 所示.

在图 1 中,根据三角函数理论,初始向量 \overrightarrow{OA} 逆时针旋转角度 θ 到目标向量 \overrightarrow{OB} 可以表示为:

$$\begin{cases} x' = x\cos\theta - y\sin\theta = (x - y\tan\theta)\cos\theta \\ y' = y\cos\theta + x\sin\theta = (y + x\tan\theta)\cos\theta \end{cases} \quad (1)$$

* 收稿日期:2009-06-20
作者简介:张天瑜(1980-),男,江苏省无锡市人,讲师,硕士,研究方向:高性能嵌入式处理器体系结构的设计、大规模集成电路系统的设计

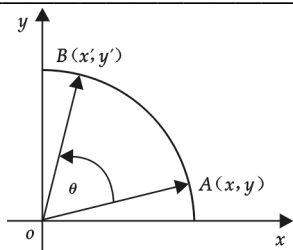


图 1 传统 CORDIC 算法的原理图

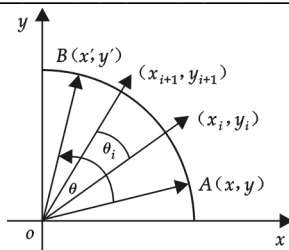


图 2 传统 CORDIC 算法迭代运算的原理图

传统 CORDIC 算法迭代运算的原理图如图 2 所示. 在图 2 中, 假设 θ 是由连续 n 个微小的基本角度 θ_i 通过旋转叠加而成, 即 $\theta = \sum_{i=0}^{n-1} \sigma_i \theta_i$, $\sigma_i = 1$ 对应逆时针旋转, $\sigma_i = -1$ 对应顺时针旋转. 由于计算机在进行计算时采用的是二进制形式, 所以每次旋转的基本角度取 $\theta_i = \arctan(2^{-i})$, 即 $\tan \theta_i = 2^{-i}$. 根据式(1)向量的旋转可以用如下的迭代方程组来表示:

$$\begin{cases} x_{i+1} = (x_i - \sigma_i y_i \tan \theta_i) \cos \theta_i = (x_i - \sigma_i y_i 2^{-i}) \cos \theta_i \\ y_{i+1} = (y_i + \sigma_i x_i \tan \theta_i) \cos \theta_i = (y_i + \sigma_i x_i 2^{-i}) \cos \theta_i, i = 0, 1, 2, \dots, n-1 \\ z_{i+1} = z_i - \sigma_i \theta_i = z_i - \sigma_i \arctan(2^{-i}) \end{cases} \quad (2)$$

式中, z_i 为第 i 次旋转时的向量与目标向量之间的误差角度, 即 $z_i = \theta - \sum_{j=0}^{i-1} \sigma_j \theta_j = \theta - \sum_{j=0}^{i-1} \sigma_j \arctan(2^{-j})$, 它决定了第 i 次向量的旋转方向, 并定义 $z_0 = \theta$; σ_i 为每次的旋转方向, $\sigma_i = \text{sign}(z_i)$; $\cos \theta_i$ 为每次迭代过程中的模校正因子, 也就是每次旋转时向量的模长所发生的变化.

令 $K_n = \prod_{i=0}^{n-1} \cos \theta_i$ 为经过 n 步迭代后总的模校正因子, 它的极限为:

$$\lim_{n \rightarrow +\infty} K_n = \lim_{n \rightarrow +\infty} \prod_{i=0}^{n-1} \cos \theta_i = \lim_{n \rightarrow +\infty} \prod_{i=0}^{n-1} \cos[\arctan(2^{-i})] = \lim_{n \rightarrow +\infty} \prod_{i=0}^{n-1} \frac{1}{\sqrt{1+2^{-2i}}} \approx 0.6073 \quad (3)$$

从式(3)可以看出, 在理想情况下总的模校正因子 K_n 是个常数. 而在一般情况下, 当迭代次数 n 确定后 K_n 也就唯一确定了, 因此 $\cos \theta_i$ 的乘积可以在迭代过程中先不处理, 而是被看作整个系统增益的一部分, 这样只需通过简单的移位和加减运算就能完成向量的旋转, 此时式(2)可以简化为:

$$\begin{cases} x_{i+1} = (x_i - \sigma_i y_i 2^{-i}) \\ y_{i+1} = (y_i + \sigma_i x_i 2^{-i}) \\ z_{i+1} = z_i - \sigma_i \arctan 2^{-i} \end{cases}, i = 0, 1, 2, \dots, n-1 \quad (4)$$

令旋转之后的增益为 $A_n = 1/K_n = \prod_{i=0}^{n-1} \sqrt{1+2^{-2i}}$, A_n 的精度与迭代次数 n 有关, 它的极限为:

$$\lim_{n \rightarrow +\infty} A_n = \lim_{n \rightarrow +\infty} \prod_{i=0}^{n-1} \sqrt{1+2^{-2i}} \approx 1.647 \quad (5)$$

设初始向量的终点坐标为 (x_0, y_0) , 根据式(4)经过 n 步迭代后最终的结果为:

$$\begin{cases} x_n = A_n (x_0 \cos z_0 - y_0 \sin z_0) \\ y_n = A_n (y_0 \cos z_0 + x_0 \sin z_0) \\ z_n \rightarrow 0 \end{cases} \quad (6)$$

式中, $z_n \rightarrow 0$ 表示向量通过不断地旋转最终与目标向量基本重合, 其重合程度取决于迭代次数 n 的大小.

由于 $\lim_{n \rightarrow +\infty} \sum_{i=0}^{n-1} \arctan(2^{-i}) \approx 99.88^\circ$, 所以传统 CORDIC 算法可以计算的旋转角度 $\theta \in [-99.88^\circ, 99.88^\circ]$.

2 改进型 CORDIC 算法

从式(2)可以看出传统 CORDIC 算法中的向量旋转并非完美,因为旋转的过程会使向量的模长发生变化,这就需要用到模校正因子,该参数给每一步的迭代带来乘法运算以及查找表的麻烦,从而增加了硬件的实现难度,降低了数据的处理速度.

2.1 模校正因子的分解

为了在迭代中省去模校正因子,设 $\theta_i = \arcsin(2^{-i})$, 即 $\sin\theta_i = 2^{-i}$, 利用 $\arcsin(2^{-i})$ 的离散值来进行迭代. 把 $\cos\theta_i$ 用麦克劳林级数展开, 可得:

$$\cos\theta_i = \sqrt{1 - \sin^2\theta_i} = \sqrt{1 - 2^{-2i}} = 1 - 2^{-2i-1} - 2^{-4i-3} + O(2^{-6i-4}) \quad (7)$$

假设系统的位数为 n , 它与最终所需要的迭代次数相同, 则系统的精度 $\epsilon = 2^{-n+1}$. 为了在式(2)中能用 $1 - 2^{-2i-1} - 2^{-4i-3}$ 来近似代替 $\cos\theta_i$, 从而便于移位运算, 需要满足条件 $2^{-6i-4} \leq \epsilon = 2^{-n+1}$, 即 $i \geq [(n-5)/6]$, $[\cdot]$ 表示取整数运算, 这样就起到了省去模校正因子的效果.

2.2 查找表的移位实现

在传统 CORDIC 算法中利用查找表来得到 $\arcsin(2^{-i})$ 的离散值有 2 个劣势, 其一, 查找表需要占用大量的 ROM 资源 ($2^n \times n$ bit), 并且随着 n 的增加, ROM 的容量会呈现指数式的增长, 这样就会占用更多的硬件资源; 其二, 传统 CORDIC 算法至少需要 n 级流水线, 并且每级迭代都需要查找表, 这样就不利于系统流水线结构的设计, 容易形成速度“瓶颈”, 从而降低了系统的运算性能. 为了节省硬件资源, 提高数据的处理速度, 需要避开查找表. 把 $\arcsin(2^{-i})$ 用麦克劳林级数展开, 可得:

$$\arcsin(2^{-i}) = 2^{-i} + \frac{1}{6} \times 2^{-3i} + O\left(\frac{3}{40} \times 2^{-5i}\right) \approx 2^{-i} + 2^{-3i-3} + O(2^{-5i-4}) \quad (8)$$

为了使 $\arcsin(2^{-i}) \approx 2^{-i} + 2^{-3i-3}$, 从而便于移位运算, 需要满足条件 $2^{-5i-4} \leq \epsilon = 2^{-n+1}$, 即 $i \geq [(n-5)/5]$, $[\cdot]$ 表示取整数运算.

综合式(7)和式(8), i 的取值范围为:

$$i \geq m = \max\{[(n-5)/6], [(n-5)/5]\} = [(n-5)/5] \quad (9)$$

把式(7)和式(8)中的近似表达式代入式(2), 改进型 CORDIC 算法中向量的旋转可以用如下的迭代方程组来表示:

$$\begin{cases} x_{i+1} = (1 - 2^{-2i-1} - 2^{-4i-3})x_i - \sigma_i 2^{-i}y_i \\ y_{i+1} = (1 - 2^{-2i-1} - 2^{-4i-3})y_i + \sigma_i 2^{-i}x_i, \quad i = [(n-5)/5], [(n-5)/5] + 1, \dots, n-1 \\ z_{i+1} = z_i - \sigma_i(2^{-i} + 2^{-3i-3}) \end{cases} \quad (10)$$

根据式(10)改进型 CORDIC 算法的流水线结构如图 3 所示 (i 从相应的位置开始). 在图 3 中 ALU 是加减运算单元, Reg 是寄存器, $>>$ 表示向右的移位运算. 根据系统的位数 n 对图 3 进行优化, 优化后的流水线结构如图 4 所示. 在图 4 中从上到下的电路结构依次满足 $0 \leq i \leq [(n-3)/4]$, $[(n-3)/4] < i \leq [(n-1)/2]$, $[(n-1)/2] < i \leq n-1$, $[\cdot]$ 表示取整数运算. 通过图 3 和图 4 的对比, 显然优化后的电路结构比较简单, 这样可以大大节省硬件的资源.

2.3 旋转角度的范围扩展

在改进型 CORDIC 算法中, 旋转角度 $\theta \in [-\sum_{i=m}^{n-1} \arcsin(2^{-i}), \sum_{i=m}^{n-1} \arcsin(2^{-i})]$, 当 $n = 16$ 时, $\theta \in [-15^\circ, 15^\circ]$. 为了能适用于所有的旋转角度, 需要对旋转角度进行扩展, 这可以通过区域变换来实现. 为了分析方便, 假设初始向量 \vec{OA} 的终点在圆上, 且位于 x 轴的正半周, 如图 6 所示. 首先考虑将旋转角度 θ 由 $[-15^\circ, 15^\circ]$ 扩展到 $[-45^\circ, 45^\circ]$. 设 $[-45^\circ, 45^\circ]$ 中的任一旋转角度为 θ , 则 θ 必定位于图 5 中的 **A**、**B**、**C** 3 个区域之一, 其中 **A** $\in [15^\circ, 45^\circ]$, **B** $\in [-15^\circ, 15^\circ]$, **C** $\in [-45^\circ, -15^\circ]$. 引入旋转角度 β , 然后对 θ 作如下

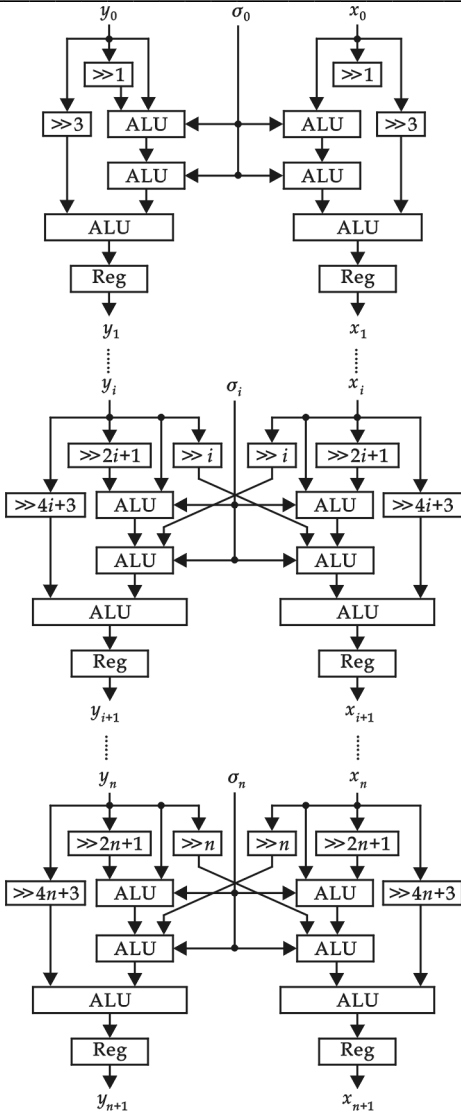


图 3 改进型 CORDIC 算法的流水线结构

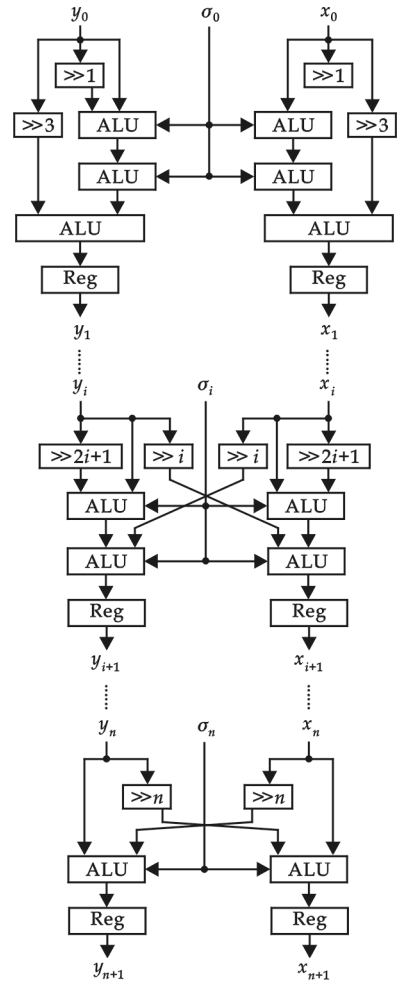


图 4 优化后改进型 CORDIC 算法的流水线结构

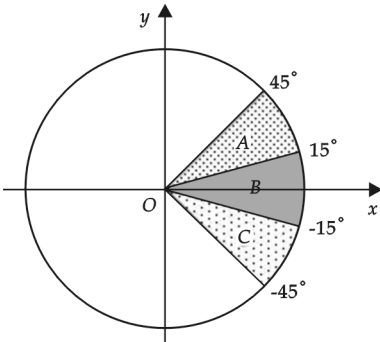


图 5 旋转角度的区域分布

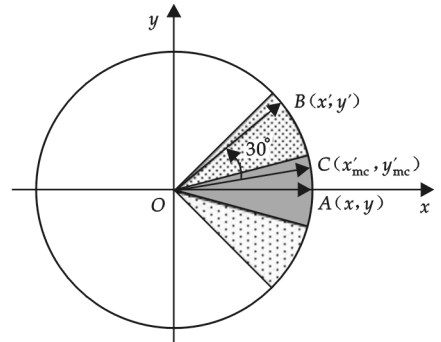


图 6 旋转角度的区域变换

的区域变换:

$$\beta = \begin{cases} \theta = 30^\circ, \theta \in (15^\circ, 45^\circ] \\ \theta, \theta \in [-15^\circ, 15^\circ] \\ \theta + 30^\circ, \theta \in [-45^\circ, -15^\circ] \end{cases} \quad (11)$$

则 $\beta \in [-15^\circ, 15^\circ]$, β 就是初始向量 \vec{OA} 旋转到向量 \vec{OC} 的角度。

若 $\theta \in (15^\circ, 45^\circ]$, 即 θ 位于区域 **A**, 此时的区域变换如图 6 所示。从图 6 可以看出, 根据式(11)目标向量 \vec{OB} 从区域 **A** 变换到了区域 **B**。根据式(1), 向量 \vec{OC} 逆时针旋转 30° 到目标向量 \vec{OB} 可以表示为:

$$\begin{cases} x' = x'_{mc} \cos 30^\circ - y'_{mc} \sin 30^\circ = \sqrt{3} \times 2^{-1} x'_{mc} - 2^{-1} y'_{mc} \\ y' = y'_{mc} \cos 30^\circ + x'_{mc} \sin 30^\circ = \sqrt{3} \times 2^{-1} y'_{mc} + 2^{-1} x'_{mc} \end{cases} \quad (12)$$

由于 $\beta \in [-15^\circ, 15^\circ]$, 所以式(12)中的 (x'_{mc}, y'_{mc}) 可以通过改进型 CORDIC 算法求出。

若 $\theta \in [-15^\circ, 15^\circ]$, 即 θ 位于区域 **B**, 则 (x', y') 可以直接通过改进型 CORDIC 算法求出。

若 $\theta \in [-45^\circ, -15^\circ]$, 即 θ 位于区域 **C**, 同理可得:

$$\begin{cases} x' = \sqrt{3} \times 2^{-1} x'_{mc} + 2^{-1} y'_{mc} \\ y' = \sqrt{3} \times 2^{-1} y'_{mc} - 2^{-1} x'_{mc} \end{cases} \quad (13)$$

由于 $\beta \in [-15^\circ, 15^\circ]$, 所以式(13)中的 (x'_{mc}, y'_{mc}) 可以通过改进型 CORDIC 算法求出。

综上所述, 当旋转角度 $\theta \in [-45^\circ, 45^\circ]$ 时, 改进型 CORDIC 算法的流程图如图 7 所示。

利用同样的方法可以将改进型 CORDIC 算法中的旋转角度 θ 由 $[-45^\circ, 45^\circ]$ 扩展到 $[-180^\circ, 180^\circ]$ 。

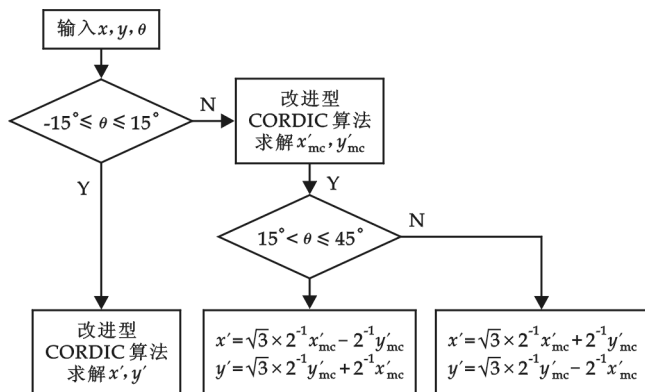


图 7 $\theta \in [-45^\circ, 45^\circ]$ 时改进型 CORDIC 算法的流程图

3 改进型 CORDIC 算法的误差分析

设旋转角度为 θ , 利用改进型 CORDIC 算法

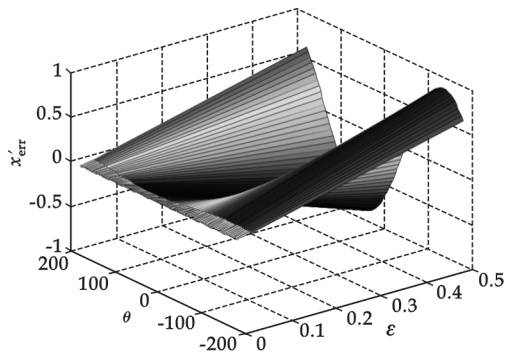


图 8 x'_{err} 随 θ 和 ϵ 的变化曲线

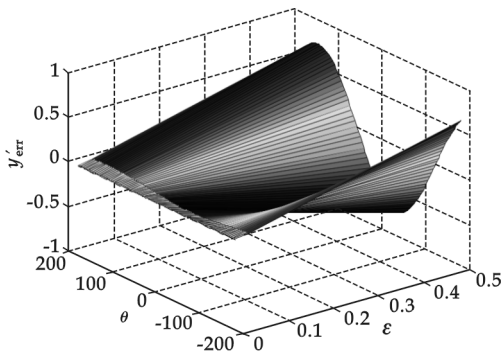


图 9 y'_{err} 随 θ 和 ϵ 的变化曲线

计算出的旋转角度为 θ_{mc} , 则角度误差为 $\epsilon = \theta_{mc} - \theta$, 它就是上述提到的系统精度, 反映了系统的位数 n 。将 θ_{mc} 和 θ 分别代入式(1)可得:

$$\begin{cases} x'_{mc} = x \cos \theta_{mc} - y \sin \theta_{mc} \\ y'_{mc} = y \cos \theta_{mc} + x \sin \theta_{mc} \end{cases} \quad (14)$$

$$\begin{cases} x' = x \cos \theta - y \sin \theta \\ y' = y \cos \theta + x \sin \theta \end{cases} \quad (15)$$

向量经过旋转后, 根据式(14)和式(15)可以求出目标向量的终点坐标对应的误差为:

$$\begin{cases} x'_{err} = x'_{mc} - x' = -2 \sin 0.5\epsilon [x \sin \theta \cos 0.5\epsilon + x \cos \theta \sin 0.5\epsilon + y \cos \theta \cos 0.5\epsilon - y \sin \theta \sin 0.5\epsilon] \\ y'_{err} = y'_{mc} - y' = 2 \sin 0.5\epsilon [x \cos \theta \cos 0.5\epsilon - x \sin \theta \sin 0.5\epsilon - y \sin \theta \cos 0.5\epsilon - y \cos \theta \sin 0.5\epsilon] \end{cases} \quad (16)$$

由于 ϵ 通常很小, 趋向于 0, 因此可以对式(16)中含有 ϵ 的三角函数进行一阶近似, 于是式(16)可以简

化为:

$$\begin{cases} x'_{\text{err}} \approx -\epsilon[0.5\epsilon(x\cos\theta - y\sin\theta) + x\sin\theta + y\cos\theta] \\ y'_{\text{err}} \approx \epsilon[-0.5\epsilon(x\sin\theta + y\cos\theta) + x\cos\theta - y\sin\theta] \end{cases} \quad (17)$$

设初始向量的终点坐标为 $(x, y) = (1, 1)$, 在 matlab 软件中利用改进型 CORDIC 算法得到目标向量的终点坐标对应的误差 x'_{err} 和 y'_{err} 随旋转角度 θ 与系统精度 ϵ 的变化曲线如图 8、图 9 所示. 从图 8 和图 9 可以看出, 随着 ϵ 的逐渐减小, 对所有的旋转角度而言, 改进型 CORDIC 算法得到的误差已经非常小并且逐渐收敛几乎接近于 0, 这说明改进型 CORDIC 算法具有非常优越的性能.

4 结束语

在传统 CORDIC 算法中, 其迭代运算不仅需要利用乘法器来实现模校正因子的乘法运算, 而且还需要利用查找表来计算离散化角度, 此外它能够计算的角度范围也有限. 本文提出一种改进型 CORDIC 算法, 该算法的创新之处在于它不需要模校正因子和查找表, 硬件实现简单, 数据处理快速并且适用于所有的旋转角度, 这在 CORDIC 算法的诸多应用领域具有一定的实用价值.

参考文献

- [1] Lin C H, Wu A Y. Mixed-scaling-rotation CORDIC (MSR-CORDIC) algorithm and architecture for high-performance vector rotational DSP applications [J]. IEEE Transactions on Circuits and Systems I: Regular Papers, 2005, 52(11): 2 385-2 396.
- [2] Sumanasena M G B. A scale factor correction scheme for the CORDIC algorithm [J]. IEEE Transactions on Computers, 2008, 57(8): 1 148-1 152.
- [3] Granado J, Torralba A, Chávez J, *et al.* Optimization of CORDIC cells in the backward circular rotation mode [J]. AEU-International Journal of Electronics and Communications, 2007, 61(5): 337-340.
- [4] Alexander S W, Pfann E, Stewart R W. An improved algorithm for assessing the overall quantisation error in FPGA based CORDIC systems computing a vector magnitude [J]. Microprocessors and Microsystems, 2007, 31(2): 87-93.
- [5] Wang H Z, Leray P, Palicot J. Reconfigurable architecture for MIMO systems based on CORDIC operators [J]. Comptes Rendus Physique, 2006, 7(7): 735-750.
- [6] Sung T Y, Hsin H C. Design and simulation of reusable IP CORDIC core for special-purpose processors [J]. IET Computers & Digital Techniques, 2007, 1(5): 581-589.
- [7] Maharatna K, Banerjee S, Grass E, *et al.* Modified virtually scaling-free adaptive CORDIC rotator algorithm and architecture [J]. IEEE Transactions on Circuits and Systems for Video Technology, 2005, 15(11): 1 463-1 474.
- [8] Shiraishi S, Haseyama M, Kitajima H. Steady-state properties of a CORDIC-based adaptive ARMA lattice filter [J]. IEICE Transactions on Fundamentals of Electronics, Communications and Computer Science, 2006, 89(12): 3 724-3 729.
- [9] Ray K C, Dhar A S. CORDIC-based unified VLSI architecture for implementing window functions for real time spectral analysis [J]. IEE Proceedings of Circuits, Devices and Systems, 2006, 153(6): 539-544.
- [10] Juang T B. Low latency angle recoding methods for the higher bit-width parallel CORDIC rotator implementations [J]. IEEE Transactions on Circuits and Systems II: Express Briefs, 2008, 55(11): 1 139-1 143.
- [11] Antelo E, Villalba J, Zapata E L. A low-latency pipelined 2D and 3D CORDIC processors [J]. IEEE Transactions on Computers, 2008, 57(3): 404-417.
- [12] Karabernou S M, Kessal L, Terranti F. Erratum to “real-time FPGA implementation of Hough transform using gradient and CORDIC algorithm” [J]. Image and Vision Computing, 2007, 25(6): 1 032.

RESEARCH OF MODIFIED CORDIC
ALGORITHM WITH LOW COMPLEXITY

ZHANG Tian-yu

(Department of Mechanical and Electrical Engineering, Wuxi Radio & Television University, Wuxi 214011, China)

Abstract: Traditional coordinate rotation digital computer (CORDIC) algorithm can realize the calculation of many transcendental functions by multiplier and look-up table, which will result in the complexity of hardware circuit and decrease the operation speed. Moreover the angle range which can be calculated is also limited. According to the defects of traditional CORDIC algorithm, a modified CORDIC algorithm is proposed in rotation mode. It needn't scale factor correction and look-up table and can realize the calculation of many transcendental functions only by simple shift and addition-subtraction operation, which can reduce the cost of hardware and improve operational performance. The proposed algorithm is suitable for all the rotation angles by domain transformation. The error analysis shows that the error of the proposed algorithm is very small.

Key words: CORDIC algorithm; rotation mode; scale factor correction; look-up table; pipeline structure



(上接第 92 页)

APPLICATION RESEARCH ON FREQUENCY-DIVISION
MULTIPLEXING TO SECRET COMMUNICATION

WU Dan-hui

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

Abstract: Chua's circuit, which is improved to integrate conveniently, is presented. A drive-response band chaotic synchronization system is constructed, which possesses to a certainly stability, resisting-disturbance and so on, at the same time, the major factors of influencing chaotic synchronization and the method of estimating bond frequency band are presented; according to FMD technique, the critical problem of how to simultaneously transmit the controlling signal of chaotic synchronization and the secret signal at a channel can be solved, and that, a practical experiment validates the method; as a result, the research in the paper provides the foundation of putting chaos into practice application to secret communication.

Key words: secret communication; FMD; Chua's circuit; chaos synchronization; chaos synchronization self-maintenance

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0100-03

基于网络的远程虚拟仪器检测系统开发

李秦君, 张玉杰

(陕西科技大学电气与信息工程学院, 陕西 西安 710021)

摘要:将现场信号检测及网络技术与虚拟仪器技术相结合,在比较各种实用远程虚拟仪器检测系统实现方案和技术的基础上,以 LabVIEW 为平台,采用 DataSocket 技术构建了远程虚拟仪器检测系统,并给出了系统总体设计方案及各模块的功能框图。

关键词:虚拟仪器;这网络;C/S 模式;LabVIEW

中图分类号:TP202⁺.4

文献标识码:A

0 引言

虚拟仪器是对传统的仪器概念的重大突破,它利用计算机的强大功能,在测量测试中的数据采集、传输、处理、显示、打印、储存等方面均突破了传统仪器的局限性。虚拟仪器具有很高的灵活性,用户可以通过编制软件来定义它的功能,实现了“软件就是仪器”的理念,使仪器更具个性化,也可以很方便地对它进行维护、扩展、升级和开发^[1]。

现场检测系统有时必须要有人干预,而在许多条件恶劣、有毒、危险以及过于偏僻的环境中则无法很好的解决这一问题,因此需要一种更好的方法来实施测量和控制。随着网络技术的兴起和发展,使用特定的协议,操作者可以在远端通过网络来监控现场的情况、接收测量数据和进行实时控制。远程虚拟仪器技术就是利用计算机网络技术,结合虚拟仪器平台实现这一目的的有效方式。

1 实现方法和相关技术的选择

远程检测系统由多个现场检测系统(以下简称现场检测端)与多个监控主机系统(以下简称监控主机)组成。现场检测端由分布在各个现场的测量设备(如工业现场常用的温度、湿度及压力测量传感器等)、转换及调理电路、数据采集卡、计算机组成,它一方面在现场采集被测信号传送给各个监控主机,另一方面接受监控主机的控制。监控主机系统通过网络实现对远端各个被测信号点的实时监测、处理与保存、打印输出。

在远程虚拟检测系统开发过程中,一般可采用 4 种不同的技术和方法来实现现场检测端与监控主机之间的实时数据通信和实时控制,这 4 种方法分别是基于 TCP、浏览器、RDA 方式和 Datasocket 技术的远程测控。

利用 TCP 进行网络数据传输设计方法简单、易于理解,可以很方便的实现基于 TCP 协议的局域网通信。但是,在用 TCP 节点进行通信时,要在现场检测端程序中指定网络通信端口,监控主机端也要指定相同的端口才能与现场检测端之间进行正常的通信。通信建立连接后,不能改变端口号,通过浏览器进行网络数据检测。监控主机端的用户可以以极为简单的方式直接在本地计算机上打开并操作浏览器进行网络数据检测,LabVIEW 的前面板窗口嵌入到一个网页中直接进行操作,但用户需要经过主机授予权限才可

* 收稿日期:2009-07-13

作者简介:李秦君(1977-),男,陕西省宝鸡市人,讲师,硕士,研究方向:电子信息技术、信息处理技术

对 VI 有控制权. 如采用 RDA 方式, 用户可方便地实现远程数据采集, 但该系统需在现场检测端增加任务管理程序来对监控主机进行管理, 以避免几个用户同时使用而发生冲突^[2].

DataSocket (DS) 技术是一种面向测控领域, 通过网络实时进行数据交换的编程技术, 它包括了 DS Server Manager、DS Server 和 DS 函数库等工具以及数据传输协议 DSTP(DataSocket Transfer Protocol)、统一资源定位符 URL(Uniform Resource Locator)和文件格式等技术规范. 一个 DataSocket 服务器最多可连接 1 000 个客户. DataSocket 技术具有实时性好、可靠性高、开发难度低、远程控制方便等优点. 基于 Datasocket 技术的远程测控方案是应用 Datasocket 技术进行远程测控的一种技术, 优点是 Datasocket 定义了一个测控数据传输协议, 从而可以达到很高的数据传输效率, 而且实时性能好, 缺点是监控主机端的控制功能较弱, 尚有待加强. 在本系统中, 3 种方案的性能比较如表 1 所示.

根据方案各自的优缺点和实际需求, 最后采用 DataSocket 技术来达到远程检测的目的.

2 方案的设计与实现

2.1 系统的实现及工作原理

应用 Datasocket 开发远程检测系统的基本结构示意图如图 1 所示, 监控主机和现场检测端之间的远程数据通信任务均通过 DataSocket 服务器来实现. 对监控主机而言, 程序只需要负责从现场检测端的 DataSocket 服务器 Read 端口处读取数据, 并将控制指令发送到 DataSocket 服务器的 Write 端口, 现场检测端对监控主机程序完全是透明的操作. 对现场检测端而言, 只需要对本地 DataSocket 服务器的两个端口读写数据即可完成对客户端发送数据和响应控制指令. 底层的工作则由服务器端的 DataSocket 服务器完成^[3].

系统中使用的仪器均采用带有 GPIB 接口或者 TCP/IP 接口的程控仪器, 通过各自的通讯接口将仪器硬件与计算机相连, 而面对用户的远地计算机要实现远程仪器的控制, 必须把控制命令发送给实际控制测试仪器执行的服务器端本地计算机, 本地计算机接受到客户端的命令数据后获得命令控制组字符串, 再通过各自的接口卡把这些命令发给指定的测量仪器, 这些仪器依令执行被要求的操作, 然后将测得的数据结果返回发送给客户端, 最终在客户机上将结果显示出来, 从而实现了远程控制. 由于一个性能指标的测试要用到一个或者多个 GPIB 仪器, 所以这些发送的命令必须加上相应的可以被仪器识别的数据头, 我们用每个仪器唯一的地址作为命令的可识别数据头.

设备故障诊断系统一般由 3 部分组成: 在线数据采集和监测系统、数据传输网络、远程诊断中心. 为实现这些功能和提高开发系统的运行效率与可靠性, 更是考虑到本系统的安全性, 我们采用 C/S 模式构建远程虚拟仪器系统结构. 本文以 LabVIEW 作为虚拟仪器软件开发平台, 整个测试系统由服务器端——现场测试计算机、客户机——远程监测计算机组成, 其中包括服务端人机界面的实现、客户端控制程序的实现和数据库的实现以及客户机和现场

表 1 4 种方案性能的比较

方案	实时性	远程控制	开发难度	可靠性
TCP	中	差	低	好
浏览器	低	中	低	差
RDA	好	中	高	差
DataSocket	好	中	低	好

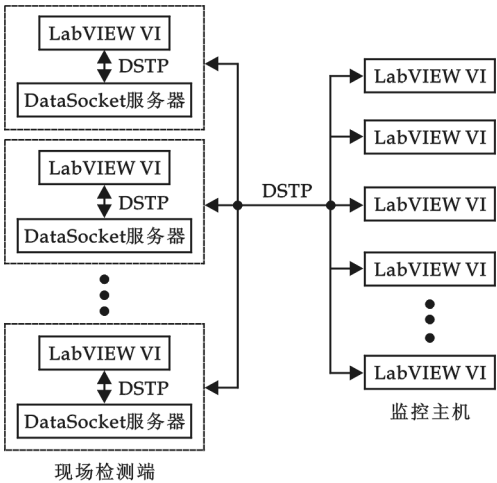


图 1 系统基本结构示意图

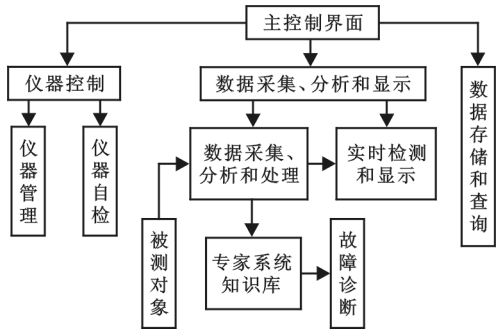


图 2 服务器端功能框图

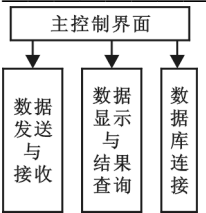


图 3 客户机功能框图

机之间的通讯实现^[4,5].

2.2 服务器端的主要功能设计

服务器端接受客户端发来的命令数据,对应做出相应的操作,对现场仪器进行控制,完成数据的采集,然后将操作采集的数据结果返回给客户端,所以服务器端的功能模块主要包括数据接收和显示、仪器操作、数据分析处理和数据库连接等.服务器端的功能框图如图 2 所示.

2.3 客户端的程序设计

客户端需要向服务器端发送命令数据,向服务端发出操作指令请求,并将取得的结果数据在监视界面上显示出来,完成远程监测的功能.与此同时,与数据库进行连接,以实现对数据结果进行查询的功能.客户端的软件主要功能模块如图 3 所示.

3 结束语

DataSocket 技术能够达到更好的实时性和更高的数据交换率,加上具有访问控制管理等安全措施,这些优点使它符合本课题的远程温度检测系统设计方案的要求.本研究设计出的基于 DataSocket 技术虚拟远程控制温度等信号的检测系统对信号楼内各个地点的被测信号有着很好的实时监控效果,并且具有设计方案简单、数据传输速率快、准确性高、操作简单等优点.

参考文献

[1] 孙美香. 远程虚拟仪器技术的研究及实现[D]. 上海:上海大学硕士学位论文,2001.
[2] 汪翠英,裴 锋. 基于虚拟仪器的网络化实验室构建[J]. 现代电子技术,2005,(12):37-40.
[3] 李 亚,郝应光,唐祯安. 基于 Internet 的远程虚拟实验室系统的开发[J]. 微型电脑应用,2001,(8):20-22.
[4] 贾瑞武,彭光正,范 伟. 基于 Labview 平台和网络的计算机过程在线监控[J]. 北京理工大学学报,2002,22(2):76-80.
[5] 王香港,刘功申,李生红. 高性能互联网信息监控系统的研究与实现[J]. 微计算机信息,2008,9(3):92-92.

LONG-DISTANCE VIRTUAL INSTRUMENT DETECTION SYSTEM
DEVELOPMENT BASED ON NETWORK

LI Qin-jun, ZHANG Yu-jie

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

Abstract: Combine the scene signal detection and the networking and the virtual instrument technology, this article base on comparing each kind of realizable plan and technology of practical long-distance virtual instrument detection system , take LabVIEW as the platform, used the DataSocket technology to construct the long-distance virtual instrument detection system, and has given the system overall and various modules function diagram.

Key words: virtual instrument; network; C/S model; LabVIEW

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0103-03

基于 DSP 的指纹识别门禁系统设计

周克林, 鲁植雄

(南京农业大学工学院, 江苏 南京 210031)

摘 要:在 DSP 技术及指纹识别算法的基础上,采用 TI 公司的 TMS320VC5501 为数字信号处理器,结合 TI 公司的 DSP 集成开发环境 CCS 完成了基于 DSP 的指纹识别门禁系统的软硬件设计.实际测试表明该系统工作稳定可靠,达到了设计目的.

关键词:指纹识别; CCS; DSP

中图分类号:TP391.4

文献标识码:A

0 引言

目前有很多的生物测定技术可用于身份认证,包括虹膜识别技术、视网膜识别技术、面部识别、签名识别、声音识别技术、指纹识别等,具有安全、可靠的特点,其中自动指纹识别系统是目前研究最多、最有应用前景的生物识别系统.指纹识别技术的应用十分广泛,指纹因具有终生不变性及稳定性,而且不同人指纹相同的概率几乎为零,因此指纹自动识别系统被广泛应用于案例分析、商业活动中的身份鉴别等领域.

指纹识别技术的发展得益于现代电子集成制造技术的进步和快速可靠的算法的研究.尽管指纹只是人体皮肤的一小部分,但用于识别的数据量相当大,对这些数据进行比对也不是简单的相等与不相等的问题,而要使用需要进行大量运算的模糊匹配算法.现代电子集成制造技术使得我们可以制造相当小的指纹图像读取设备,同时个人计算机飞速发展的运算速度提供了在微机甚至单片机上进行两个指纹的比对运算的可能.另外,匹配算法的可靠性也在不断提高,从而使指纹识别技术进入了实用阶段.

门禁系统(Access Control System),又称出入口控制系统,是为保障人们生活、工作及财产安全,对重要通道的出入口进行管理与控制的系统.随着技术的发展,门禁系统已经从传统的卡式门禁系统发展到今天的生物特征识别门禁系统.生物特征识别门禁系统是以人体生物特征作为辨识条件的,如指纹比对、掌纹比对、语音比对等,这些生理特征相同的概率达到数十亿分之一,因此具有无法仿冒与借用、不怕遗失、不用携带、不会遗忘并有着个体特征独特性、唯一性、安全性的特点,适用于高度机密场所的安全保护,其中指纹识别发展最早,使用也最广泛.基于此,本文设计了基于 DSP 的指纹识别门禁系统^[1].

1 指纹识别门禁系统的构成

在传统的 DSP 系统的硬件电路中,通常使用 CPLD 来产生 DSP 的控制信号,这种方式的优点在于系统的可靠性很高,可扩展性很强,但同时这种方式也存在着缺点:CPLD 需要专门设置,且利用率不高,造成系统资源的浪费.本文设计的基于 DSP 的指纹识别门禁系统主要由以下几个部分构成:指纹图像采集部分、指纹图像识别部分、电源管理及复位部分、时钟控制部分、JTAG 调试接口部分、程序及数据存储部分、电子锁驱动部分,其中指纹图像识别部分的算法主要通过 DSP(TMS320VC5501)芯片来完成.系统结构如图 1 所示,这种结构保证了系统的可靠性和可扩展性,同时节省了硬件资源,降低了成本.

* 收稿日期:2009-07-28

作者简介:周克林(1985-),男,江苏省盐城市人,在读硕士生,研究方向:车辆电子控制技术

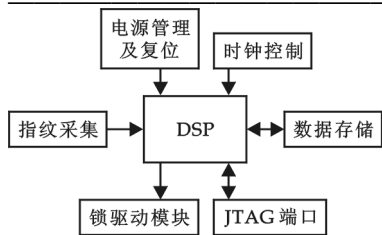


图 1 指纹识别门禁系统的构成

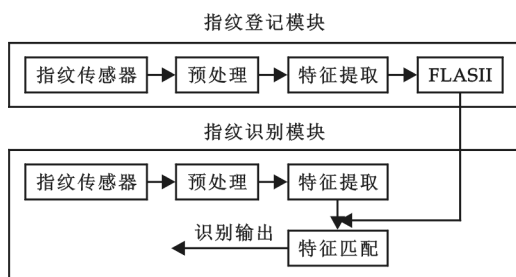


图 2 指纹自动识别系统工作流程图

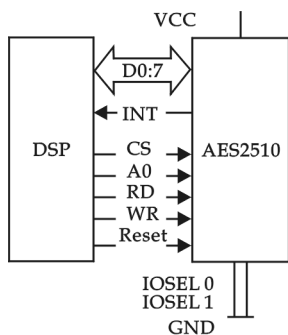


图 3 指纹采集系统原理图

2 指纹识别原理^[2]

指纹识别是用指纹采集传感器读取指纹图像,并通过指纹识别的相应步骤及匹配算法鉴定所有人的身份.该指纹识别系统的简单流程如图 2 所示,其中指纹传感器采用 AuthenTec 公司推出的 AES2510 指纹传感器,其分辨率为 500 dpi. AES2510 提供了一个 8 位的并行接口、一个主从模式的同步串行接口,并支持片上 DMA 方式.由于采用了图像搜索

索专有技术(Image Seek)和高速图像传输技术,因此可以获得各种类型手指的高质量指纹图像;预处理过程包括了指纹图像的归一化、方向提取、频率提取、滤波、二值化、细化等环节;特征提取过程是根据预处理后的图像上每个点的交叉情况确定出端点和分叉点这两种特征点,进一步提取出特征点相应的坐标位置、种类、方向等有用信息;特征匹配主要解决对从两幅给定的指纹图像提取的特征信息集合进行匹配,判断这两枚指纹是否来自同一枚指纹.

3 系统硬件设计

该系统硬件设计如图 1 和图 3 所示,由 DSP、AES2510 指纹传感器、SRAM、FLASH、JTAG 接口、锁驱动接口、电源及复位电路、时钟电路等组成^[3]. DSP 采用的是 C5000 系列 16 位浮点数字信号处理器 C5501,易于进行高级语言编程,且动态范围宽,精度高. AES2510 指纹传感器将采集的指纹图像存储在 SRAM/FLASH 中,进行匹配时将 SRAM/FLASH 中的图像数据块分别取到内部 256KRAM 中进行图像预处理及特征提取,再由 DSP 和已有的特征指纹匹配来驱动电子锁.

电源管理及复位:众所周知,低功耗设计是嵌入式系统设计的重要指标之一,为了降低芯片功耗, TI C5000 系列 DSP 芯片采用双电源供电方案,即内核电压和 I/O 电压.与之相对应的,芯片电源也分为内核电源和 I/O 电源.其中 I/O 电源通常采用 3.3 V 电压,而对于内核电压,不同型号的芯片通常各不相同,

对于 C5501,其内核电压为 1.6 V.

可选用 Maxim 公司的 MAX1775 电源芯片,由单片芯片双路分别输出内核电压及 I/O 电压.通常 C5501 系列 DSP 芯片的复位信号都是由复位芯片或者电源监测器输出得到的,系统复位电路设计可选用 TPS3106K33DBV 复位芯片.

时钟控制:该系统中,由于选用的是 C5501 芯片,而 TI 公司的 C5501 系列芯片均没有片内振荡电路,无法为晶体提供激励和检测,因此不能使用晶体时钟电路.系统频率的单一决定了使用可编程时钟芯片会造成浪费,最主要的,C5501 系列 DSP 芯片内置锁相环(PLL),外部输入的时钟经过 PLL 倍频后即可产生 CPU 的工作时钟及其他时钟信号,因此以晶振作为时钟源无疑是最合理的选择.

JTAG 调试接口: TI C5501 系列 DSP 都集成了 JTAG 控制端口,结合仿真器,可以访问 DSP 的所有资源,包括片内寄存器以及所有的存储器,从而提供了一个实时的硬件仿真与调试环境.仿真器通过一个 14Pin 的接插件与芯片的 JTAG 端口进行通信.

4 系统软件设计

该系统软件以 TI 公司的 DSP 集成开发环境 CCS 为开发调试工具,用 C/C++ 语言编程开发,调试

工具选用 JTAG 仿真器^[4]. 在各功能模块软硬件调试通过后,就要考虑构建整个模块的软件系统,使其能完成预定的工作,该指纹识别门禁系统流程如图 4 所示,主要包括以下几个部分:

- (1)系统初始化. 该部分的工作主要包括系统工作时钟设置、中断设置和各寄存器的设置.
- (2)命令解析. 该部分的工作主要是解析命令,进入不同的模块.
- (3)指纹图像的采集与识别. 该部分主要实现指纹图像的采集与识别.
- (4)指纹图像的登记与删除. 该部分主要实现指纹图像的登记与删除.

该系统的软件设计主要有以下几个流程:基本硬件加电初始化;指纹采集和识别;控制电控锁的开启. 软件的结构形式为一个无限循环的函数,在循环体中调用各个功能模块,完成相应的功能. 其中指纹算法模块是整个代码的核心,系统的精度主要取决于指纹识别算法的优劣.

5 结束语

本文介绍了基于 DSP 的指纹识别门禁系统的软硬件设计. DSP 体系结构是面向低预算市场的第一款 RISC 微处理器,是一种可扩展、可移植、可集成的处理器. 随着性价比的提高,DSP 在嵌入式领域的应用会越来越广泛. 本研究从指纹识别的可靠性及速度上考虑,在门禁系统中以 DSP 微处理器做控制器,充分利用了其高速的运算处理能力. DSP 具有可集成、可扩展的特性,可根据具体需要进行二次开发.

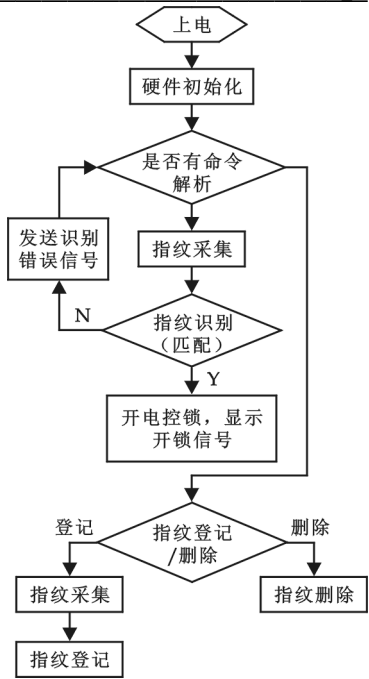


图 4 指纹识别系统流程图

参考文献

[1] 王侃伟. 生物识别技术在汽车安全领域应用的研究[D]. 西安:西北工业大学博士学位论文,2006.
[2] 王 玮. 自动指纹识别系统关键技术研究[D]. 重庆:重庆大学博士学位论文,2007.
[3] Texas Instruments Incorporated. TMS320C6000 系列 DSP 的 CPU 与外设[M]. 北京:清华大学出版社,2007.
[4] Texas Instruments Incorporated. TMS320C2000 Chip Support Library API Reference Guide[R],2004.

DESIGN OF VEHICLE LOCKS BASED ON DSP AND FINGERPRINT IDENTIFICATION SYSTEM

ZHOU Ke-lin ,LU Zhi-xiong

(College of Engineering,Nanjing Agricultural University, Nanjing 210031,China)

Abstract: DSP technology and fingerprint recognition algorithm based on the use of a TMS320LF2407A for TI's digital signal processors, combined with TI's DSP integrated development environment CCS, the design of DSP-based fingerprint access control system software and hardware design. After the work of the actual testing of the system is stable and reliable, which designed is reached.

Key words: fingerprint Identificati-on; code composer studio; digital signal processor

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0106-04

基于 SAX 的 XML 解析异常处理方法

王 炎

(陕西财经职业技术学院信息工程系, 陕西 咸阳 712000)

摘 要:高级 API 中的抽象无法细粒度控制解析器与 XML 数据之间的交互,有时会产生异常,Simple API for XML(SAX)提供了一种易于处理这些异常的方法.在分析 SAX 工作机制的基础上,作者提出了基于 SAX 的 XML 解析异常处理方法,即使在没有直接使用 SAX 的情况下,该法仍然能细粒度控制解析器与 XML 数据之间交互而无异常,并在多个实例中得到了验证,为应用程序用户提供了更好的经验.

关键词:SAX; XML; DOM; JAXP

中图分类号:TP319 **文献标识码:**A

0 引言

随着 Java 语言 API 不断更新,XML 解析变得更加容易,从 JAXP 到 JAXB,再到 JAX-WS,XML 解析已经成为 Java 编程的重要部分.但是,随着抽象和更高级 API 的出现,无法控制解析器和 XML 数据之间的细粒度交互,异常可能随时出现,即使最小的异常也会造成解析完全停止. Simple API for XML (SAX)提供了一种易于处理这些异常的方法,即使在没有直接使用 SAX 的情况下仍然可以访问这种机制.

1 SAX 介绍

用于读取和操作 XML 文件的标准是文档对象模型(Document Object Model,DOM).遗憾的是,DOM 方法涉及读取整个文件并将该文件存储在一个树结构中,而这样可能是低效的、缓慢的,并且很消耗资源.一种替代技术就是 Simple API for XML,或称为 SAX,翻译过来的意思是简易应用程序编写接口. SAX 允许在读取文档时处理它,从而不必等待整个文档被存储之后才采取操作.

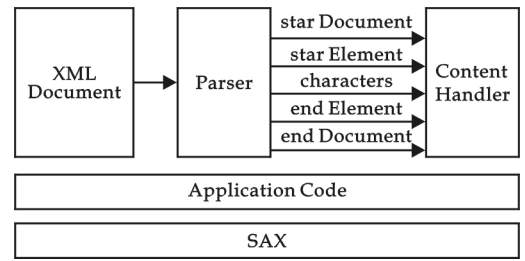


图 1 SAX 工作机制

2 SAX 工作机制

SAX 是一种基于事件驱动的 API.利用 SAX 解析 XML 文档,涉及到两个部分:解析器和事件处理器.解析器负责读取 XML 文档,并向事件处理器发送事件,如元素开始和元素结束.事件处理器则负责对事件做出响应,对传递的 XML 数据进行处理,如图 1 所示.

SAX 在概念上与 DOM 完全不同.首先,不同于 DOM 的文档驱动,它是事件驱动的,也就是说,它并不需要读入整个文档,而文档的读入过程也就是 SAX 的解析过程.所谓事件驱动,是指一种基于回调(callback)机制的程序运行方法,我们也可以把它称为授权事件模型.

* 收稿日期:2009-05-21
作者简介:王 炎(1972-),女,陕西省咸阳市人,讲师,硕士,研究方向:分布式系统与计算机网络

SAX 解析器装载 XML 文件时,它遍历 XML 文档并在其主机应用程序中产生事件(经由回调函数、指派函数或者任何可调用平台完成这一功能)表示这一过程。这样,编写 SAX 应用程序就如同采用最现代的工具箱编写 GUI 事件程序。

3 SAX 支持大多数的 XML 处理

几乎所有的 XML 处理都在一定程度上与 SAX 有关,原因很简单:SAX 对 XML 进行操作相当容易,但从很多方面来看,它并不是一种直观的语言。XML 有很多结构和奇怪的语法习惯,很难进行解析。对于多数的解析器和处理器供应商来说,构建一个自定义的解析器 API 来处理 XML(从文本数据到元素,再到名称空间、实体引用),这种想法完全不可取或者非常难以实现,首要一步是从使用处理 API 转向使用 SAX。

3.1 DOM 一般使用 SAX

很多 DOM 解析器^[1]实际上是采用 SAX 解析器建立了一个 DOM 树。DOM API 本身并不公开底层 SAX 解析器,因为 DOM API 主要是处理一个 DOM 树,而不是生成树的结构。很多实现 DOM 的解析器至少提供一个供应商专用的方法来访问一个底层 SAX 解析器。例如,在 Xerces 中,构建 DOM 树的类称为 org.apache.xerces.parsers.DOMParser。可以调用该对象的 parse() 方法,以 Document 对象的形式获得一个 DOM 树,如清单 1 中的代码段所示。

```
DOMParser parser = new DOMParser();  
parser.parse(new InputSource(xmlFilename));  
Document doc = parser.getDocument();
```

清单 1 使用 SAX 创建一个 DOM 树

这与 SAX 中的解析过程相似。实际上,InputSource 类(将文档导入 DOMParser 实例的方法之一)是一个 SAX 结构。如果打开 Xerces-J API 文档或跟踪源代码,将会注意到 DOMParser 扩展了另外一个 Xerces 类 org.apache.xerces.framework.XMLParser。该类成为了 DOMParser 和 Xerces 中的 SAX 解析类 SAXParser 的基础。它的基本意思^[2]是:XML 解析的实现为 Xerces-J 中的 SAX 解析服务,也是 DOM 解析类的基础。所以,虽然不能将 DOMParser 类追溯到 SAX 的 XMLReader,但支撑 Xerces-J 的 XMLReader 实现的代码同样支持 DOMParser。因此,有很多有价值的方法可用于 DOMParser:

(1)setEntityResolver():该方法使用一个 SAX 结构——EntityResolver,用来处理 XML 文档中的实体。

(2)setFeature():这是另外一个起源于 SAX 的方法,允许设置解析器与 DOM 相关的以及与 SAX 相关的特性。

(3)setErrorHandler():这是错误处理的关键方法。该方法接收一个 SAX ErrorHandler 实现,允许截取和响应错误。

即使不能直接访问 SAX XMLReader 实现,也可获得一些与 SAX 有关的方法,它们是错误处理的核心方法。

3.2 JAXP 也采用 SAX

很多开发人员不会直接使用 SAX 或 DOM,他们使用 JAXP API(Java API for XML Processing)。清单 2 中的代码段使用 JAXP 进行 SAX 解析:

```
SAXParserFactory factory = SAXParserFactory.newInstance();  
factory.setValidating(true);  
factory.setNamespaceAware(false);  
SAXParser parser = factory.newSAXParser();  
XMLReader reader = parser.getXMLReader();
```

清单 2 使用 JAXP 进行 SAX 解析^[3]

这里可以使用这些 JAXP 结构,而且更接近 SAX. 具体来讲,JAXP SAXParser 类提供了一种叫作 getXMLReader()的方法,可以返回底层 SAX XMLReader 实现. 接下来可以像处理一个简单 SAX 应用程序一样处理 XMLReader 实例,并设置一个错误处理程序. 使用 JAXP 进行 DOM 解析时也同样如此,提供了一种更为简便的 DOM 到 SAX 的 API 分层. 清单 3 中的代码段说明了一般的 DOM 解析过程.

```
DocumentBuilderFactory factory = DocumentBuilderFactory.newInstance();
factory.setValidating(true);
factory.setNamespaceAware(false);
DocumentBuilder builder = factory.newDocumentBuilder();
Document doc = builder.parse(new File(args[0]));
```

清单 3 使用 JAXP 进行 DOM 解析

虽然这是基于 DOM 的解析,但是转换为 SAX 非常容易. 实际上,在考虑将代码由 DOM 转换为 SAX 之前,首先要考虑更基本的事实:如果使用 JAXP,就已经获取 SAX 类(参见清单 2). 所以,如果使用 JAXP,则不用考虑将 DOM 转换为 SAX 的问题,只需要重写一些代码,使用 SAXParser 代替 DOMBuilder 即可,这样就可以开始添加与 SAX 有关的错误处理了.

4 错误处理示例

使用 DOM 的高层 API 或模型 JAXP 也能够使用 SAX. 当然对于这些 API 需要做一些处理,但是可以从中得到一个基础的 SAX. 另外一个满足该模式的流行 API 是 Sun 公司用于 XML 绑定的 Java API (JAXB). JAXB 允许将一个 XML 文档转换为一个 Java 对象模型^[4],然后将对象模型再转换回 XML. 将 XML 转换到 Java 的过程叫作解组,可分为两步:

- (1)解析 XML 文档,保存文档中的数据、元素和属性的名称以及元素、属性和数据之间的关系.
- (2)将数据转换为成员变量和 Java 对象模型的实例.

在解析的过程中可能会产生错误,因此必然会用到 SAX. JAXB 就是这样,并且会间接得到一个 SAX XMLReader,清单 4 展示如何获得用于解组的核心类 Unmarshaller,并实现对基于 SAX 的解析过程的细粒度控制:

```
JAXBContext context = JAXBContext.newInstance("dw.ibm");
Unmarshaller unmarshaller = context.createUnmarshaller();
// Get the lower level handler from the Unmarshaller
UnmarshallerHandler unmarshallerHandler = unmarshaller.getUnmarshallerHandler();
// Now use JAXP to get a SAX parser
SAXParserFactory factory = SAXParserFactory.newInstance();
// Set options on the factory, using standard JAXP calls
factory.setNamespaceAware(true);
XMLReader reader = factory.newSAXParser().getXMLReader();
// We can use the handler from the unmarshaller as the content handler
reader.setContentHandler(unmarshallerHandler);
// Register a custom ErrorHandler implementation
reader.setErrorHandler(new MyJAXBErrorHandler("/logs/logfile.txt"));
//Now parse, using the unmarshalling handler from JAXB
reader.parse(new InputSource(new FileReader(xmlDocument)));
MyCustomObject topObject = (MyCustomObject)unmarshallerHandler.getResult();
```

清单 4 从 JAXB 中获得 SAX XMLReader 并设置一个错误处理程序

这个例子没有直接使用 JAXB 框架,而是通过 Unmarshaller.unmarshal()方法得到 JAXB 的处理程序,其中包含所有的解组代码. 下面是代码实现的功能:

```
// Get the lower level handler from the Unmarshaller  
UnmarshallerHandler unmarshallerHandler = unmarshaller.getUnmarshallerHandler();
```

然后,使用返回的处理程序手动处理 SAX 解析,对内容进行处理.这里可以插入自定义的错误处理代码.最后,进行解析,通过这个调用返回到 JAXB 框架中:

```
MyCustomObject topObject = (MyCustomObject)unmarshallerHandler.getResult();
```

当进行解组时,可以实现严格的细粒度控制,这样可以积累经验、避免或顺利报告错误,为应用程序用户提供更好的经验^[5].

在清单 4 中,JAXB 一旦获得 XMLReader 实例就可以通过 setErrorHandler()方法注册一个新的自定义的 ErrorHandler 实现.

在本例中,自定义的错误处理程序叫作 MyJAXBErrorHandler,该程序将记录错误的文件的路径作为参数.完成之后,解析(通过 parse())便开始了,任何问题都会传递给 MyJAXBErrorHandler 中的方法.

5 结束语

错误处理被认为是应用程序开发的重要部分,用 10% 的额外时间来轻松处理错误或阻止错误发生将极大地改进用户体验.当涉及处理 XML 解析和处理错误,关键问题不只是一个特定的 SAX 接口,还需要理解是什么驱动 XML 处理.在 SAX 中,可以使用 XMLReader 和 ErrorHandler 接口来接收错误信息,可以立即处理这些错误,或把它们传送给一个调用程序,或将它们与附加信息打包到自定义对象中.只要意识到 SAX 是多数 XML 处理的基础,那么将会明白 SAX 是高质量错误处理的核心.

参考文献

[1] 赵俊岚. XML 编程中的 DOM 与 SAX 技术[J]. 计算机工程,2004,30(24):70-72.
[0] Pitts N. XML 技术内幕[M]. 北京:机械工业出版社,2002.
[3] 戴蓓洁,余 双,金蓓弘. 基于 DOM 解析器的 XML 编辑器研究[J]. 计算机工程与设计,2007,28(22):5 334-5 338.
[4] Williamson H. XML 技术大全[M]. 北京:机械工业出版社,2002.
[5] The Apache XML Project: Xerces Java 2[EB/OL]. <http://xml.apache.org/xerces2-j/>.

SAX-BASED XML PARSING ERROR HANDLING METHOD

WANG Yan

(Department of Information Engineering, Shaanxi Financial Vocational and Technical College, Xianyang 712000, China)

Abstract: The high-level API can not fine-grained control of data between the XML parser and interactive, will generate an error. Simple API for XML (SAX) to provide an easy-to-use way of dealing with these errors, even without the direct use of SAX, can still be using this method. Analysis of the working mechanism of SAX, the SAX is the basis of the majority of XML processing, and applied in the example, to achieve strict control of the fine-grained. This accumulation of experience, can avoid or smooth reporting error, the application to provide a better user experience.

Key words: SAX; XML; DOM; JAXP

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0110-04

一种代价估算规则在入侵响应系统中的应用

党圣鸣, 何湘岩

(河北建材职业技术学院信息机电系, 河北 秦皇岛 066004)

摘 要:代价估算问题是入侵响应中成本分析的重要依据,因此也是影响入侵响应系统是否做出响应决策的关键问题.作者在分析了现有 Northcutt 的损失代价估算方法并对其代价估算规则进行了总结的基础上,提出了一种新的代价估算准则,并将基于该代价准则的成本分析模块应用到入侵响应系统中设计了基于成本分析的入侵响应系统,进而对该响应系统进行了损失代价估算、响应代价的估算,结果表明该项应用能够合理有效的利用有限的系统资源.

关键词:代价估算; 成本分析; 入侵响应

中图分类号:TP393.08

文献标识码:A

0 引言

代价估算问题是成本分析理论中的重要问题,广泛存在于各个领域,同样也存在于入侵响应系统中,是影响入侵响应系统是否做出响应决策的关键问题,因此制定合适的代价估算规则至关重要.

本文提出了一种适用于入侵响应系统的代价估算规则,并应用该规则构建了一个基于成本分析的自适应入侵响应系统 CAIRS(Cost-based Adaptive Intrusion Response System),对该系统做了简要的性能分析.

1 成本分析理论

所谓成本分析(cost-sensitive),简单地说,就是考虑付出与收获之间的代价平衡.其基本方法有:

(1)比较法.又称“指标对比分析法”.就是通过技术经济指标的对比,检查计划的完成情况,分析产生差异的原因,进而挖掘内部潜力的方法.这种方法具有通俗易懂、简单易行、便于掌握的特点,因而得到了广泛的应用,但在应用时必须注意各技术经济指标的可比性.比较法通常有下列应用形式:

①将实际指标与计划指标对比,以检查计划的完成情况,分析完成计划的积极因素和影响计划完成的原因,以便及时采取措施,保证成本目标的实现.在进行实际与计划对比时,还应注意计划本身的质量.如果计划本身出现质量问题,则应调整计划,重新正确评价实际工作的成绩.

②本次实际指标与上次实际指标对比.通过这种对比,可以看出各项技术经济指标的动态情况,反映项目实施管理水平的提高程度.在一般情况下,一个技术经济指标只能代表一个侧面,只有成本指标才是项目应用水平的综合反映.因此,成本指标的对比分析尤为重要,一定要真实可靠,而且要有深度.

③与本领域平均水平、先进水平对比.通过这种对比,可以反映本项目的技术管理和经济管理与其他项目的平均水平和先进水平的差距,进而采取措施赶超先进水平.

(2)因素分析法.又称连锁置换法或连环替代法.这种方法可用来分析各种因素对成本形成的影响程度.在进行分析时,首先要假定众多因素中的一个因素发生了变化,而其他因素则不变,然后逐个替换,并分别比较其计算结果,以确定各个因素的变化对成本的影响程度.因素分析法的计算步骤如下:

* 收稿日期:2009-06-17

作者简介:党圣鸣(1962-),男,陕西省子洲县人,副教授,研究方向:计算机网络安全

- ①确定分析对象(即所分析的技术经济指标),并计算出实际与计划预算数的差异;
- ②确定该指标是由哪几个因素组成的,并按其相互关系进行排序;
- ③以计划预算数为基础,将各因素的计划预算数相乘,作为分析替代的基数;
- ④将各个因素的实际数按照上面的排列顺序进行替换计算,并将替换后的实际数保留下来;
- ⑤将每次替换计算所得的结果与前一次的计算结果相比较,两者的差异即为该因素对成本的影响程度;
- ⑥各个因素的影响程度之和应与分析对象的总差异相等。

(3)差额计算法. 差额计算法是因素分析法的一种简化形式,它利用各个因素的计划与实际的差额来计算其对成本的影响程度。

(4)比率法. 是指用两个以上的指标的比例进行分析的方法. 它的基本特点是:先把对比分析的数值变成相对数,再观察其相互之间的关系. 常用的比率法有以下几种:

①相关比率. 由于项目经济活动的各个方面是互相联系、互相依存又互相影响的,因而将两个性质不同而又相关的指标加以对比,求出比率,并以此来考察经营成果的好坏。

②构成比率. 又称比重分析法或结构对比分析法. 通过构成比率,可以考察成本总量的构成情况以及各成本项目占成本总量的比重,同时也可看出量、本、利的比例关系(即预算成本、实际成本和降低成本的比率关系),从而为寻求降低成本的途径指明方向。

③动态比率. 就是将同类指标不同时期的数值进行对比并求出比率,以分析该项指标的发展方向和发展速度. 动态比率的计算通常采用基期指数(或稳定比指数)和环比指数两种方法。

本文采用了传统的比较法对入侵响应系统进行了比较估算. 因为对于入侵响应系统来说,付出与收获之间的代价平衡问题是需要考虑的一项重要指标,实质上这也就是入侵响应的成本分析问题^[1]. 入侵响应过程中涉及的成本因素可以分为损失代价(D_{cost}),即在响应系统不做响应,攻击对系统造成的损失;响应代价(R_{cost}),即系统对攻击做出响应所付出的代价. 针对入侵检测系统检测到的具体入侵行为,如果其损失代价大于响应代价,即 $D_{\text{cost}} \geq R_{\text{cost}}$,则采取相应的响应措施;如果 $D_{\text{cost}} < R_{\text{cost}}$,则响应就没有必要了. 特殊情况,对于某些特殊计算机安全性要求很高的系统,可以针对某个或某类入侵攻击,不论付出响应代价多少,都要予以攻击。

D_{cost} 和 R_{cost} 的准确估算是成本分析的重要依据,只有制定合适的代价估算规则才能得出二者的准确值,响应系统才能据此做出是否响应的正确判断。

2 代价估算规则

代价的准确估算在成本分析中至关重要,包括攻击带来的损失代价的估算和响应攻击的响应代价的估算,二者是成本分析代理做出响应入侵与否的重要依据。

2.1 Northcutt 的损失代价估算方法

SANS 研究机构的主要负责人 Northcutt 在研究攻击带来的损失代价时,认为制定代价规则的主要依据是 Lindqvist 的入侵攻击分类,该分类根据入侵后果的严重性和被攻击目标的重要性来对攻击进行分类. Northcutt 根据这种攻击分类,对一次入侵事件中的两个要素——后果严重性和目标重要性进行经验值赋值,然后将经验值相乘,从而得到入侵带来的损失代价,即

$$\text{损失代价} = \text{后果严重性} * \text{目标重要性}$$

2.2 代价估算规则

根据 Northcutt 的代价估算方法,总结归纳代价估算规则为:

(1)一个事件的总代价(Cost)等于为完成该事件的各个分事件代价(cost 简记为 c)之和。

(2)每个分事件的代价是为完成该分事件的每个分类或者每个步骤的代价(Sort 或 Step 简记为 S)之积. 用公式描述为:

$$\text{Cost} = c_1 + c_2 + \dots + c_n = S_{11} * S_{12} * \dots * S_{1n} + S_{21} * S_{22} * \dots * S_{2n} + \dots + S_{n1} * S_{n2} * \dots * S_{nn}$$

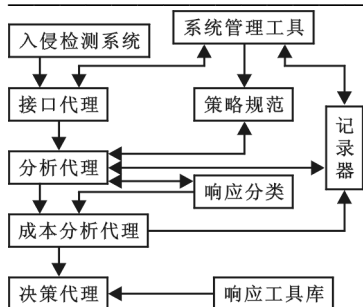


图 1 CAIRS 系统结构

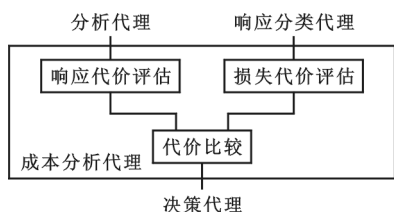


图 2 成本分析代理

$$= \sum_{1 \leq i \leq j} \prod_{1 \leq j \leq n} s_{ij} \quad (1)$$

3 代价估算规则在 CAIRS 中的应用

代价估算规则对于入侵响应系统做出响应入侵与否十分重要。

3.1 CAIRS 系统结构

美国得克萨斯 A&M 大学 Carver 设计的基于代理的自适应入侵响应系统 AAIRS^[2] (Adaptive Agent-based Intrusion Response System) 能够快速及时地响应入侵攻击, 不足之处在于 AAIRS 在做出响应决策时没有考虑到成本代价问题, 即入侵值不值得响应的问题, 使系统为此付出了很多不必要的代价。基于 AAIRS 和成本分析原理, 应用上述代价规则, 作者设计了一个基于成本分析的自适应入侵响应系统 CAIRS, 系统结构如图 1 所示。

在该 CAIRS 中, 多个入侵检测系统 (IDS) 监视一个计算机网络系统并生成入侵事件报告。接口代理把事件表示成为统一格式, 并依据对 IDS 以往误报或漏报的统计赋予当前事件一个可信度值, 将这个值与

事件报告交给分析代理。为了生成一个比较合理的响应策略, 分析代理会判定和分析该事件报告, 并调用响应分类代理^[3]对攻击进行分类, 同时调用策略规范以保证响应策略符合各种约束。成本分析代理 (如图 2 所示) 接收分析代理传递的响应方案和响应分类代理传递的攻击分类, 在此估算响应方案的响应代价和攻击造成的损失代价, 比较代价大小, 据此判定是对入侵不予响应, 只传给记录器备份, 还是将策略传给决策代理, 调用响应工具库中的工具实施响应。

3.2 损失代价估算

本系统中入侵事件分类是采用 Carver 的攻击分类方法, 一次入侵事件由 5 个分类要素组成: 攻击时间 (Time)、攻击目标 (Aim)、攻击类型 (Attack)、攻击者类型 (Attacker) 和事件可信度 (Reliability)。按上述代价估算规则, 将该 5 个分类分别赋以合适的经验权值, 得到损失代价:

$$D_{\text{cost}} = \text{Time} * \text{Attack} * \text{Attacker} * \text{Reliability} * \text{Aim} \quad (2)$$

3.3 响应代价的估算

本系统中响应代价包括两种分代价: 响应分析代价和响应执行代价, 最终的响应代价就是二者之和。

分析代价是生成一个 PTI 方案的代价。一个 PTI 中包含响应计划、响应策略和具体实施响应步骤。求 PTI 是一个计算机分析判断的过程, 付出的是计算机分析判断消耗的资源代价。与前述损失代价估算方法类似, 将每个 P 、 T 和 I 都分别赋以合适的经验值, 代表为求解每步所付出的分析代价, 按估算代价规则得到一个生成 PTI 的代价:

$$PTI_{\text{cost}} = P * T * I \quad (3)$$

响应执行代价是按照具体实施步骤 I 执行响应所付出的代价, 赋经验值记为 I_{Cost} , 按照代价估算规则, 最终响应代价为响应分析代价和响应执行代价之和:

$$R_{\text{cost}} = PTI_{\text{cost}} + I_{\text{Cost}} \quad (4)$$

4 系统实现及性能分析

该系统设计使用了 Java 语言平台, 所有内部代理的交流都在系统内部执行, 并采用了 SQL Sever 数据库来长期存储各种响应方案和系统参数。

为了验证改进后的系统性能, 以一个可信度为 0.5 的初级入侵者对一个低级目标系统进行拒绝服务攻击为例, 利用公式 (2) 得出该攻击造成的损失为 $D_{\text{cost}} = 8$, 系统做出的响应方案 PTI 为 P : 收集攻击证

据; T : 阻止攻击; I : 通知系统管理员. 利用公式(3)、(4)得到 $R_{\text{cost}} = 9$.

未应用成本分析代理的 AAIRS 中, 系统会不计较代价地对该攻击进行响应, 但是这种响应造成的代价消耗比入侵带来的损失还要大, 这样得不偿失, 不值得响应. 应用了成本分析代理的 CAIRS 中则得出 $D_{\text{cost}} < R_{\text{cost}}$, 因而系统对该攻击不采取任何响应措施, 只是将该次攻击进行历史备份, 系统损失仅仅是攻击带来的损失.

由上述分析可知应用了成本分析代理之后, CAIRS 系统能够按照代价估算规则得出损失代价和响应代价, 并比较二者得出是否该响应入侵的结论, 可以避免很多不必要的损失.

5 结束语

本文提出了一种新的代价估算规则, 并将其应用到入侵响应系统中, 改进构建了基于成本分析的自适应入侵响应系统(CAIRS), 对系统性能做了简要分析. 该系统能够基本实现及时、灵活、自适应的入侵响应, 并且通过对响应成本的分析比较合理有效地利用有限的系统资源.

参考文献

- [1] Wenke Lee, Wei Fan. Toward Cost-Sensitive Modeling for Intrusion Detection and Response[R]. In 1st ACM Workshop on Intrusion Detection Systems, 2000.
- [2] Carver Jr C. A. , Hill JM D, Pooch U. A Methodology for Using Intelligent Agent to Provide Automated Intrusion Response[M]. New York: IEEE Systems. Man and Cybernetics Information Assurance and Security Workshop, West Point, 2000.
- [3] C. A. Carver Jr, U Pooth. An Intrusion Response Taxonomy and Its Role in Automatic Intrusion Response[M]. New York: IEEE Systems, Man and Cybernetics Information Assurance and Security Workshop, West Point, 2000.
- [4] Wang Zengquan, Wang Huiqiang, Zhang Ruijie. Research on adaptive intrusion response system in network[J]. Electronic Measurement Technology, 2007, (3): 47-51.
- [5] DU Yun-feng. Cost-based adaptive intrusion response system[J]. Computer Knowledge and Technology(Academic Exchange), 2007, (5): 62-66.
- [6] WANG Hui-qiang, XU Dong, CAO Yi-Xuan. Evaluation of response effectiveness of adaptive intrusion response systems[J]. Journal of Harbin Engineering University, 2004, (3): 73-77.
- [7] DING Yong , YU Ping , GONG Jian. A study of automated intrusion response systems[J]. Computer Science, 2003, (5): 58-61.
- [8] XIONG Naixue. Relevant technology on the model of distributed intrusion detection and response system[J]. Computer Engineering, 2003, (6): 29-32.

COST-BASED ADAPTIVE INTRUSION RESPONSE SYSTEM

DANG Sheng-ming, HE Xiang-yan

(Information and Mechanical Department, Hebei Vocational & Technical College of Building Materials, Qin-huangdao 066004, China)

Abstract: Evaluation of the cost is the important base of the cost-sensitive in the intrusion response system, so it is also the critical point for making a response determination in intrusion response system. After analyzing existing the cost evaluation method——Northcutt and summarizing its rules, this paper presents a new cost revaluation rule which could be applied to the cost-sensitive model in the intrusion response system, and estimate this system about loss cost revaluation and response cost revaluation. Then it conclude that this application can make full use of the limited resources efficiently and rationally in the system from the result of comparison and analysis.

Key words: cost evaluation; cost-sensitive; intrusion response

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0114-04

基于 J2EE 架构的“一站式”网上行政审批服务平台的解决方案

赵锦奇¹, 侯勃峰², 赵 晓³

(1. 陕西科技大学理学院, 陕西 西安 710021; 2. 咸阳市信息化工作办公室, 陕西 咸阳 712000; 3. 陕西科技大学电气与信息工程学院, 陕西 西安 710021)

摘 要:在 J2EE 架构的基础上, 通过对技术路线与关键技术以及系统整体框架的分析与研究, 设计并实现了一站式网上行政审批服务平台的技术解决方案。

关键词:J2EE; 一站式服务; 网上行政审批; 解决方案

中图分类号:TP393

文献标识码:A

0 引言

随着电子化浪潮的来临, 各国政府都已经把利用信息技术改进传统管理模式看作是新世纪政府变革的重大机遇和挑战。其中, 行政审批作为体现政府管理职能的重要内容, 各国纷纷进行了网上行政审批系统建设, 目前已经收到了明显的成效。

网上行政审批系统是改革行政审批制度、促进政府职能转变的重要举措。实践证明, 在借鉴发达国家公共行政改革的经验并结合我国国情的基础上, 推进以网络为载体的审批方式改革, 为群众提供更优质便捷的公共服务, 是行政审批制度改革的发展趋势^[1]。本文结合咸阳市网上行政审批服务平台建设, 深入探讨了基于 J2EE 结构的“一站式”网上行政审批服务平台的解决方案。

1 系统概述

“一站式”网上行政审批服务平台是在深入研究了咸阳市行政审批业务情况的基础上, 结合行政许可法颁布后“服务型”政府的业务特点, 为各业务部门的申报、审批、管理、考核、服务、监察等职能而研发的一套完整的行政审批解决方案。该系统的设计符合《行政许可法》, 系统开放数据交换接口, 能够灵活的与各委办局业务系统、电子监察系统等电子政务相关应用系统进行对接。

2 技术路线与关键技术

2.1 J2EE 技术架构

基于 J2EE 架构的程序体系结构是 3 层或多层的结构^[2], 主要层次如下:

(1) 用户接口层, 负责处理用户和应用程序的交互过程; 它可以是一个通过防火墙运行的 WEB 浏览器, 也可以是一般的桌面应用程序, 还可以是无线的移动设备。

(2) 表示逻辑层, 定义了用户界面要显示的内容和如何处理用户的请求, 根据所支持的是什么样的用户接口, 对于不同的用户, 会有不同的版本。

(3) 业务逻辑层, 把业务逻辑封装到组件里面, 通过和数据结合, 对应用的业务规则建模。

* 收稿日期: 2009-07-27

作者简介: 赵锦奇(1959-), 男, 陕西省扶风县人, 工程师, 研究方向: 物理学和网络技术

(4)基础框架服务层,提供系统需要的其他一些公共功能,如消息、事务支持等。

(5)数据层,存放所有的数据,存放的形式可以是关系数据库、文档数据库、文件、XML 文档、目录服务等。

基于这种体系结构的应用程序采用了模型/视图/控制(MODEL-VIEW-CONTROLLER,MVC)的模式,它的主要目的是把数据(模型)和数据表现(视图)形式分离出来,它们之间通过控制管理信息的流向。在该系统中,具有 2 个容器:WEB 容器和 EJB 容器,它们包含了宿主 SERVLETS、JSP 页面、企业级 JAVABEAN 组件供其他程序使用。从结构层次上来分析,数据层和 NET 方案一样,应用层和界面层就不一样了。

(6)应用层:主要部署了两个容器:WEB 容器和 EJB 容器。

(7)运行平台:基于 J2EE 架构的系统运行环境非常大的一个优势就是平台无关性,可以运行于 UNIX、WINDOWS、LINUX 等不同的操作系统。

总的来说,所使用的 J2EE 方案是一个企业级的方案,非常适合网上行政审批应用系统的应用特点。

2.2 中间件技术

中间件是一种独立的系统软件或服务程序,分布式应用软件借助这种软件在不同的技术之间共享资源。中间件位于客户机服务器的操作系统之上,管理计算资源和网络通讯^[3]。

从中间件的定义可以看出,中间件是一类软件,而非一种软件;中间件不仅仅实现互连,还要实现应用之间的互操作;中间件是基于分布式处理的软件,最突出的特点是其网络通信功能。

2.3 应用集成技术

随着信息化建设的不断深入,信息系统之间的信息共享越来越受到重视。如何达到信息交换与共享,提高政府部门的协同能力,应用集成技术成为当今信息化建设的一种重要手段与技术基础。

应用集成的核心是一组开发工具,它可以生成用于联接不同应用系统的组件,通过这些组件对应用系统进行再构造,形成一个更强大的包含交换平台的系统。

应用集成系统由以下几部分组成:开发套件、运行平台和应用集成联接组件。

应用集成系统的开发套件有两个功能:开发应用集成联接组件和部署应用集成联接组件。开发套件通过其中的工具分别对联接组件的输入、输出端、对应关系和处理要求进行描述,开发组件根据这些描述,运用已有的基本模板,生成专用的应用集成联接组件,并通过部署工具将应用联接组件部署到运行平台。

运行平台是应用联接组件的基础,对组件的运行进行协调和监控,包括对运行框架进行解释以及运行情况的记录和显示、异常情况处理等。

应用集成联接组件是整个应用集成系统的关键部分,它的作用是连接系统中已有的部件,构成一个新整体,强化整个应用系统的特性。

2.4 XML 技术

XML(EXTENSIBLE MARKUP LANGUAGE,可扩展置标语言)是由 W3C 于 1998 年 2 月发布的一种标准。它同样是 SGML 的一个简化子集,它将 SGML 的丰富功能与 HTML 的易用性结合到 WEB 的应用中,以一种开放的自我描述方式定义了数据结构,在描述数据内容的同时能突出对结构的描述,从而体现出数据之间的关系。这样所组织的数据对于应用程序和用户都是友好的、可操作的。

XML 的优势之一是它允许各个组织、个人建立适合自己需要的置标集合,并且这些置标可以迅速地投入使用。这一特征使得 XML 可以在网上行政审批服务平台领域中一展身手。

XML 的最大优点在于它的数据存储格式不受显示格式的制约。一般来说,一篇文档包括 3 个要素:数据、结构以及显示方式。对于 HTML 来说,显示方式内嵌在数据中,这样在创建文本时要时时考虑输出格式,如果因为需求不同而需要对同样的内容进行不同风格的显示时要从头创建一个全新的文档从而重复工作量很大。此外 HTML 缺乏对数据结构的描述,对于应用程序理解文档内容、抽取语言信息都有诸多

不便.

2.5 单点登录/一次退出技术

目前的电子政务应用环境中往往有很多的应用系统,如办公自动化(OA)系统、档案管理系统、信息查询系统、行政审批系统、电子监察系统等等,这些应用系统服务于政府的信息化建设带来了很好的效益.但是,用户在使用这些应用系统时并不方便.用户进入每个系统,都必须输入用户名称和用户密码.特别是对于应用系统数目较多、用户数目也很多的政府单位,这个问题尤为突出.问题的原因并不是系统开发出现失误,而是缺少整体规划,缺乏统一的用户登录平台.

单点登录(SINGLE SIGN-ON,SSO)平台就是为了解决上述问题而提出的.单点登录平台能够简化使用流程,用户只需要登录一次,即输入一次统一的用户名称和用户密码就可以多次使用多个应用系统.只有达到系统安全策略边界条件时,用户才需要重新登录.

单点登录平台构架在电子政务应用支撑平台上,基于目录服务技术,保证用户认证的安全.单点登录支持口令认证方式,也支持指纹识别、IC 智能卡、CA 证书等认证方式.单点登录平台能够详细记录用户使用单点登录平台的情况,包括登录时间、登录用户名称、登录的应用系统、登录时使用的客户机 IP 地址、计算机名和 MAC 地址等.

2.6 Web services 技术

Web services 是为了让地理上分布在不同区域的计算机和设备一起工作,以便为用户提供各种各样的服务.用户可以控制要获取信息的内容、时间、方式,而不必在无数个信息孤岛中浏览,去寻找自己所需要的信息.利用 Web services 能够迅速通过互联网向全球用户提供服务,建立全球范围的联系.随着 WEB 服务技术的发展与运用,我们目前所进行的开发和使用应用程序的信息处理活动将过渡到开发与使用 Web

services.

2.7 动态表单技术

当我们的业务涉及到政府各个委办局的各种审批业务时,制作各种表单的任务就变得格外繁重,而这些表单需要输送到网站上,让用户填写,并将填写的数据上传到数据库,以完成项目的申报和预审.动态的数据表单技术可以让用户自定义各种类型的表单输送到网上,而表单的制作可以采用所见即所得的方式进行,并通过和数据库的绑定使得一般的用户通过培训之后就可以在今后的工作中不断更新和新增不同的表单.

3 系统整体框架

我们所设计的系统其总体框架如图 1 所示.从图 1 可以看出,系

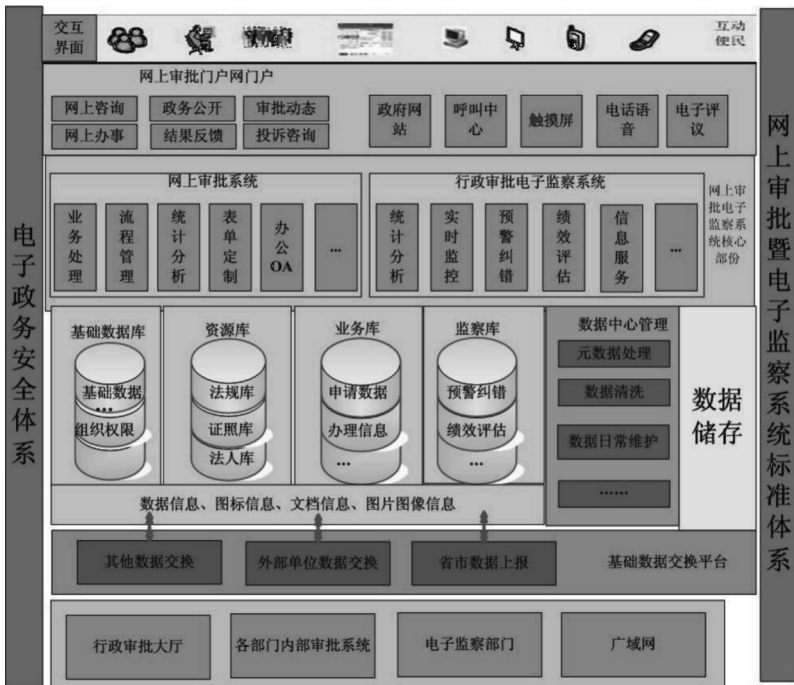


图 1 一站式网上行政审批服务系统总体框架图

统的总体框架分 4 个层次.

3.1 交互界面

交互界面是申请者查看审批事项与审批流程、提交审批申请和材料、获取审批结果反馈、提出建议或

投诉等的通道. 交互界面包括政府网站、电话语音、呼叫中心、触摸屏和电子评议等方式.

3.2 网上审批电子监察系统核心部分

包括网上业务处理、业务流程管理、表单定制、OA 系统、协同审批数据交换、审批实时监控、绩效评估、信息服务、统计分析等部分.

3.3 数据存储

针对网上审批电子监察系统数据进行统一管理,分为基础数据库、资源库、业务库、监察库.

3.4 数据交换部分

包括各个独立办公部门局域网上的专用审批系统. 对于已经建立独立审批系统的部门,在构建跨部门审批系统时通过信息交换平台和在其一方设置业务代理实现互联互通信息. 对于尚未建立独立审批系统的部门,应结合具体审批事项或集中建立或基于通用审批系统单独构造其内部的审批系统.

4 结束语

我们所设计的一站式网上行政审批服务系统可以整合政府各部门的业务应用进行协同作业,提高了办事效率,简化了办公流程,降低了办公成本,增加了工作的透明度. 同时,可获取实时项目申报进度数据和部门业务处理统计数据,能够推动政府部门工作绩效的考核. 企业和公众可以通过本应用平台获得全面、准确的行政办事要求,免去企业多次提交资料的麻烦,减化企业和公众的办事程序,最终达到既方便公民获得政府服务,又提升政府工作效率的效果.

参考文献

[1] 陈 波,王焯尘. 电子政务建设与政府治理变革[J]. 国家行政学院学报,2002,(4):23-25.
[2] Rick Cattell Jim Inscore Enterprise Partners. J2EE 技术实践[M]. 北京:电子工业出版社,2002.
[3] 张云勇. 中间件技术原理与应用[M]. 北京:清华大学出版社,2004.
[4] 吴慰娜. 基于工作流的“一站式服务”行政许可系统[J]. 计算机工程, 2006,32(18):26-27.

SOLUTION OF ONE-STOP SERVICE PLATFORM FOR
THE ONLINE ADMINISTRATIVE PERMISSION BASED ON J2EE

ZHAO Jin-qi¹, HOU Bo-feng², ZHAO Xiao³

(1. Faculty of Science, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China; 2. Office of Information of Xianyang City, Xianyang 712000, China; 3. School of Electricai and Information Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

Abstract:Based on J2EE, analyzing and researching the technical line, the key technology and the system framework, we deeply discussed the solution of one-stop service platform for the online administrative permission.

Key words: J2EE; one-stop service; online administrative permission; solution

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0118-02

NX 环境下齿轮轴的模态分析

刘言松¹, 蒋新萍²

(1. 陕西科技大学机电工程学院, 陕西 西安 710021; 2. 常州轻工职业技术学院机械工程系, 江苏 常州 213164)

摘 要:针对齿轮轴的结构特点,运用有限元方法建立了齿轮轴的有限元模型,并进行了模态分析,给出了齿轮轴的前 10 阶的固有频率和振型,对其频率和位移响应态进行了分析,指出了最大位移变形发生的部位,对齿轮轴的优化设计提出了建议与改进措施。

关键词:NX; 齿轮轴; 模态分析; 优化设计

中图分类号:TH133.2 **文献标识码:**A

0 引言

高速状态下齿轮轴的动态特性,如振动、噪声、稳定性是判别其性能的重要指标,同时也是影响整机性能的重要指标之一. 在传统的齿轮轴的设计过程中,常采用理论分析确定其性能,并需要反复试制才能定型,因此在该零件的设计中应用新的现代设计方法和先进的设计分析工具显得尤为重要. 本文利用 NX 软件对齿轮轴进行了动态分析,为该零件的设计研究提供了参考。

1 齿轮轴三维模型的建立

利用 NX 软件建立齿轮轴的实体模型如图 1 所示,其材料为 20CrNi2Mo,为了减小网格划分难度和降低对计算机硬件的要求,将两个斜齿轮简化成直径为分度圆的圆柱,如图 2 所示。

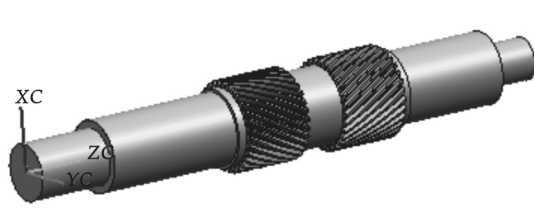


图 1 齿轮轴实体模型

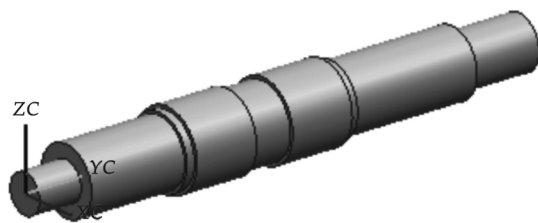


图 2 齿轮轴实体简化模型

2 模态分析^[1,2]

利用有限元法建立齿轮轴的微分方程:

$$[M]\{\ddot{X}\} + [C]\{\dot{X}\} + [K]\{X\} = \{F(t)\}$$

式中: $[M]$ —系统质量矩阵; $[C]$ —系统阻尼矩阵; $[K]$ —系统刚度矩阵; $\{X\}$ —系统的位移响应向量, $\{X\} = \{X_1, X_2, \dots, X_n\}^T$; $\{\dot{X}\}$ —系统的速度响应向量; $\{\ddot{X}\}$ —系统的加速度响应向量; $\{F(t)\}$ —系统的激励向量, $\{F(t)\} = \{F_1, F_2, \dots, F_n\}^T$ 。

* 收稿日期:2009-07-24
作者简介:刘言松(1975—),男,安徽省凤阳县人,讲师,硕士,研究方向:虚拟样机技术、机械动力学

在进行模态分析时,系统可看作不受外力作用,即 $[C]\dot{X} = 0, \{F(t)\} = 0$. 微分方程简化为:

$$[M]\{\ddot{X}\} + [K]\{X\} = 0$$

其对应的特征方程为: $([K] - \omega^2[M])\{X\} = \{0\}$.

求解该特征方程就可以得到 ω 和 $\{X\}$, 即系统的固有频率和主振型.

利用 NX 的 NASTRAN 模块, 可以很方便地计算齿轮轴的固有频率和主振型. 由于系统的中低阶模态对系统的振动影响较大, 因此在分析中求解了齿轮轴的前 10 阶模态. 根据齿轮轴的实际工作状态, 采用简单支撑约束处理, 得到齿轮轴的固有频率和主振型, 如表 1 所示.

同时可以得出齿轮轴的前 10 阶主振型云图, 图 3 是齿轮轴的第 4、第 7 和第 10 阶振型的位移云图.

3 结果分析^[3]

从模态频率看出, 前 3 阶实际上是刚性频率, 4~10 阶才是实际的第 1~7 阶频率. 第 6 阶模态的振动位移最大, 发生在轴端位置, 因此应对该双斜齿轮轴撑位置进行进一步优化设计.

实际的第 1 阶频率为 786.21 Hz, 比 171.67 Hz 的外部激振频率高, 因此避免了该激振力作用下的共振发生.

将振型位移放大, 通过振型动画演示, 可清晰地看出各阶模态的变化规律. 图 3(a) 为双斜齿轮轴阶振型, 以支撑为基准, 发生水平方向的弯曲变形; 图 3(b) 为双斜齿轮轴阶振型, 以支撑为基准, 发生竖直方向的弯曲变形; 图 3(c) 为双斜齿轮轴 0 阶振型, 以支撑为基准, 发生水平方向的 3 次弯曲变形.

从第 4 至 10 阶振型变化看到, 无论是位移变形最大的 6 阶振型还是位移变形次大的 10 阶振型, 其发生位置均在双斜齿轮轴部, 因此应该适当调整支撑的位置.

4 结束语

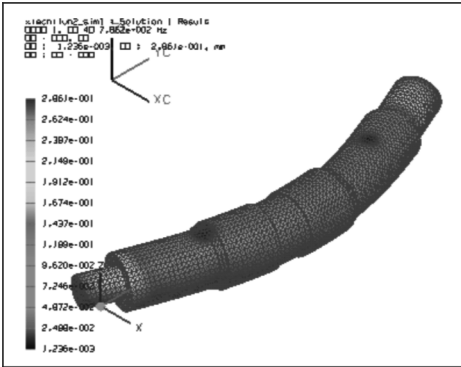
采用 NX 软件可以有效进行双斜齿轮轴态分析, 通过分析前几阶模态的频率和振型, 可以找到双斜齿轮轴形规律, 指导优化设计, 计算结果可以用来指导模态实验, 经过验证的合理化模型为继续进行减速器强度和振动计算打下了基础.

参考文献

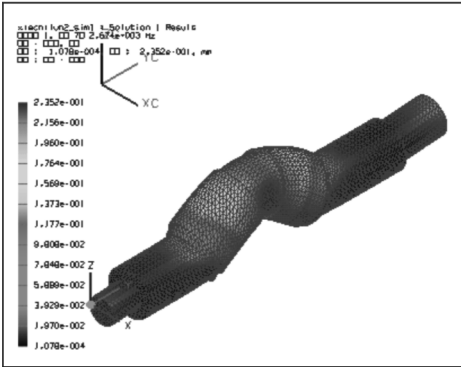
[1] 马秋成. UG CAE 篇[M]. 北京: 机械工业出版社, 2002: 50-80.
[2] 姜旭升. 基于 ANSYS 的数控铣床关键部件动力学分析[J]. 机械设计与制造, 2009, (5): 160-162.
[3] 史春涛, 朱建广, 张宝如. 基利用 UG NX 软件进行摩托车架的动态分析[J]. 摩托车技术, 2005, (9): 12-15.

表 1 齿轮轴的固有频率及振幅表

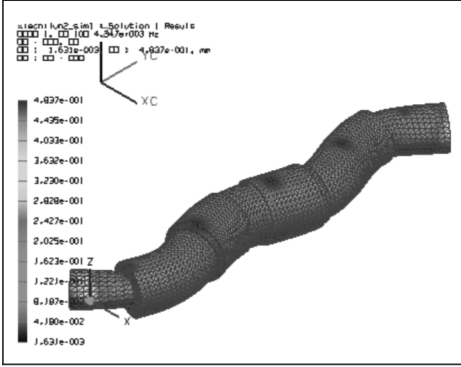
模态阶数	固有频率/Hz	总振幅/mm
1 阶	2.466e-004	2.151e-001
2 阶	2.085e-004	2.361e-001
3 阶	2.151e-004	1.112e-001
4 阶	7.862e+002	2.861e-001
5 阶	1.805e+003	3.333e-001
6 阶	2.448e+003	6.727e-001
7 阶	2.674e+003	2.352e-001
8 阶	3.048e+003	3.960e-001
9 阶	3.231e+003	1.835e-001
10 阶	4.347e+003	4.837e-001



(a) 4 阶振型位移云图



(b) 7 阶振型位移云图



(c) 10 阶振型位移云图

图 3 第 4、第 7 和第 10 阶振型的位移云图

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0120-04

基于 Pro/E 的装载机工作装置仿真研究

赵耀虹

(中北大学机械工程与自动化学院, 山西 太原 030051)

摘要:通过对装载机工作装置各构件及铰接点的分析,在 Pro/E 平台下对装载机工作装置进行了实体建模、虚拟装配、动态模拟、干涉检查、运动仿真和动力学分析,实现了在 Pro/E 环境下的装载机工作装置的虚拟样机设计.这种基于虚拟样机模型的建模方法对装载机工作装置的设计具有普遍的适用性.仿真表明本研究方案可以提高设计效率,缩短产品设计、试制周期,对于设计工作有一定的指导意义.

关键词:装载机; 工作装置; 运动学仿真; 动力学仿真

中图分类号:TH122 **文献标识码:**A

0 引言

在装载机工作装置设计中,各构件铰点位置基本确定之后,需要检验机构参数设计的合理性,传统设计需绘出工作装置多个工况下的机构装配图.这些工作多采用手工制图,工作量大、绘图精度低、周期长.随着计算机性能的不断提升,以计算机辅助分析为核心,配有机构前、后处理功能的分析和仿真软件得到了广泛应用,可以构造出机构的三维实体模型并动态仿真分析机构的运动特性. Pro/E 就是这样一套由设计至生产的机械自动化软件,是新一代的产品造型系统,也是一个参数化、基于特征的实体造型系统,并且具有单一数据库功能,这样就保证了三维建模和机构的动态仿真分析统一,可以根据分析结果实时更改零件和机构的参数. Pro/E 的机构分析的类型有运动学、动态、静态、力平衡及重复的组件等 5 种,机构分析还能适时测量分析指定部分的各种参数并绘制相应曲线、图表,也可直观地了解运动主体的点、边或曲线的运动轨迹曲线,这样就可以适时获取工作装置在不同工况下的运动参数,为后续工作装置结构强度分析中极限工况的选取和载荷分析提供依据,并可以直接将分析结果带入结构强度分析,实现 CAD/CAE 集成.

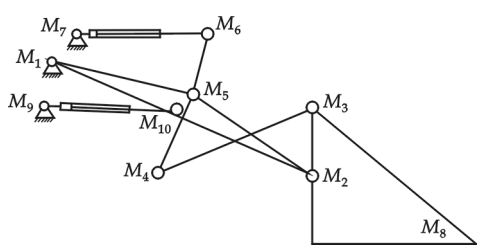


图 1 装载机工作装置机构简图

复杂的空间构件,其构简图如图 1 所示.

当举升缸闭锁时,工作装置由曲柄摇块机构 $M_7M_6M_5$ 和一个 II 级杆组 $M_4M_3M_2$ 组成一个六连杆机构.当转斗缸闭锁时,工作装置由曲柄摇块机构 $M_1M_9M_{10}$ 和两个 II 级杆组 $M_4M_3M_2$ 和 $M_7M_6M_5$ 组成一个八连杆机构,其三维模型如图 2 所示.

1 装载机工作装置

装载机工作装置是一个由铲斗 (M_2 、 M_3 、 M_8)、斗臂 (M_1 、 M_2 、 M_5)、摇臂 (M_4 、 M_5 、 M_6)、连杆 (M_3 、 M_4)、前车架 (M_1 、 M_7 、 M_9)、转斗油缸 (M_6 、 M_7)、举升油缸 (M_9 、 M_{10}) 等多构件组成的

* 收稿日期:2009-07-11
作者简介:赵耀虹(1977-),女,山西省祁县人,讲师,硕士,研究方向:机械制造及其自动化

2 工作装置的运动学仿真

装载机工作装置运动学仿真的前期步骤与一般产品的机构设计过程类似,是由一个零部件的绘制、部件组装再到整体装配的过程.在装配的过程中需要用一些约束对构件进行连接,使其形成一个机构,然后对其进行运动学仿真分析,具体见图 3 仿真流程,通过对结果的显示、分析,再根据结果反复修改前期的零部件、装配和机构,直至结果满足设计要求.

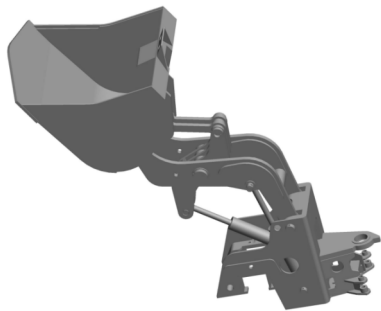


图 2 机构运动仿真截图

2.1 模型的建立

2.1.1 零部件的生成

用 Pro/E 软件零件图窗口绘制出工作装置各零部件的三维实体图.绘制三维实体零件图时需注意基准平面和基准

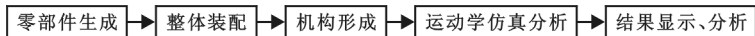


图 3 仿真流程

轴的选择,合理的选择将使后续的装配、连接工作比较顺利.也可将不同的零件用不同颜色绘制.对于像机架这样的焊接件可以直接生成一个零件,对于前机架也可以不建模,在装配中确定其与油缸和斗臂的铰接点即可.油缸的实体建模分为缸筒和活塞杆两部分,这样装载机工作装置由 9 个构件组成,在运动仿真中需对对应生成 9 个零件的三维实体.

2.1.2 机构形成

在 Pro/E 中首先对机构的各零部件进行装配,在装配的过程中定义连接,然后进行必要的连接轴设置,具体步骤如下:

(1)装配连接.利用装配的添加指令可把前面所生成的零配件逐一添加到机构中.在此过程中,首先添加前机架并固定其位置,固定时其坐标系最好与车辆坐标系一致,然后添加其他零件.其他零件在装配时需要根据不同的功能添加相应的连接约束,装配中提供了多种连接约束,有刚性、销钉、滑动杆、圆柱、平面、球、焊接、轴承和常规等.装配过程的所有连接设置都可以在以后的分析中反复修改并实时观看修改结果.

(2)连接轴设置.装配连接后转入应用程序的机构分析模块.在机构分析中设置连接轴,连接轴设置主要是对连接做参数设定,设定连接零件之间的运动范围、零位参照、相对位置、摩擦及恢复系数等,以控制机构的运动.

(3)添加电动机、运动副、定义力及其运动规律.机构的运动是靠主动件的驱动来实现的,在这里的驱动主要是通过添加电动机来实现.系统提供了伺服电动机、执行电动机两种.伺服电动机为机构提供驱动,执行电动机可以为运动机构施加载荷,电动机的各项参数可以根据运动要求设定并反复修改.在工作装置运动学仿真中,因其有两个自由度(转斗缸和举升缸同时动作时),所以需把转斗缸和举升缸自身的相对移动连接轴添加电动机并按需要设定其运动参数.当指定某种运动(如加速运动)时,转斗缸和举升缸按给定的运动特性运动.

在机构中还可以添加运动副、阻尼、力及力矩等来模拟现实中的外部环境.

2.2 运动学分析、运动学仿真和结果显示

2.2.1 机构运动学分析

工作装置的基本作业工况:举升缸不动作时,斗臂固定在某一位置.工作装置靠转斗缸的伸缩使铲斗绕其与斗臂的铰点转动,从而完成铲掘和卸载作业过程.当转斗缸闭锁时,斗臂在举升缸作用下绕其与前车架的铰接 M_1 旋转,从而带动铲斗上升或下降,完成工作装置的提升和下降作业过程.当工作装置边铲

掘边提升时,装载机完成联合作业工况。

以上工况可以通过电动机的时间设定来满足分析要求,完成以上机构设定后可以开始机构运动学分析,通过分析可以获取工作装置的最大卸载高度、最小卸载距离、卸载角、自动放平、平动性、结构的稳定性和卸载及举升时间等性能参数图表,本文只列举了举升动力分析中举升倍力系数的分析结果。

2.2.2 工作装置运动学仿真

分析了工作装置的作业过程,在仿真中建立相应的分析来仿真这些作业过程,为方便起见,仿真中把铲掘过程定为最常用的地面铲掘位置的作业过程,卸载过程定为最高位置时的卸载作业过程。

在工作装置进行铲掘和卸载期间,举升缸处于闭锁状态,其长度保持不变,为此,可以应用锁定主体使举升缸之间变成刚性连接,这样在运行分析后就可以确定举升缸长度和行程是否满足要求,也可通过测量菜单获得一些铲掘力及铲斗卸载角等相关参数并绘制相应的测量结果曲线图。

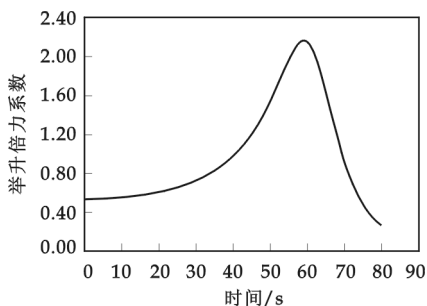


图 4 举升动力分析中举升倍力系数曲线

在工作装置提升和下降的仿真过程中,用同样方式锁定主体使转斗缸之间变成刚性连接,其长度分别为最大安装距和铲斗卸载角为 45° 时的液压缸长度,图 1 为运动仿真截图。

2.2.3 结果显示

运动仿真结果,除用动画显示外,还可用其他方式显示测量结果,它包括 X-Y 坐标图、运动包络和运动轨迹曲线显示等。

X-Y 坐标图能绘出机构上任意一点的位移、速度和加速度图,X-Y 坐标图结果可以导入到 Excel 中定量地分析工作装置的运动特性,图 4 是举升动力分析中举升倍力系数曲线。

通过对曲线进行分析可以明确工作装置在各个工况下的详细情况,包括位移、受力、转动角度和运动轨迹。

3 结束语

采用 Pro/E 完成了工作装置的运动学和动力学仿真,在方案论证和设计阶段从各个角度观察、审视它的运动情况,评价它的运动特征,依据分析各工况下的的受力状况,可以直接进行部件的结构强度分析,帮助设计人员改进和完善设计方案,利用干涉检查功能,可及时发现干涉部位和确定干涉量大小,并及时更改零部件的三维实体,直到获得满意的结果,从而提高设计质量、缩短设计周期,此方法可广泛地应用到机械中各种机构设计,为工程机械产品的研制和开发提供了一种手段。

参考文献

- [1] 宁晓斌,孟彬,姚宏,等.装载机工作装置强度的动态仿真研究[J].工程机械,2008,(5): 16-19.
- [2] 马文蕾,毕玲霞,毕玉强.装载机工作装置优化设计及多系统动力学仿真[J].机械研究与应用,2008,(3): 115-117.
- [3] 陈亮,宋德朝.基于 Pro/Mechanism 的装载机工作装置运动仿真[J].机械,2008,(5): 48-50.
- [4] 葛永斌,陈秀玉,肖威威.基于 Pro/E 的装载机工作装置优化设计[J].农业装备与车辆工程,2008,(9): 19-21.
- [5] 吕其惠,王力夫.基于 Pro/E 的多功能装载机工作装置的设计及仿真分析[J].农业装备与车辆工程,2007,(4): 30-32.
- [6] 曹旭阳.装载机工作装置的仿真与校核[J].建筑机械,2008,(3): 76-80.
- [7] 段楠.装载机工作装置的建模与仿真分析[J].煤矿机械,2007,(5): 70-72.

INVESTIGATION OF SIMULATION TO LOADER WORK EQUIPMENT BASED ON PRO/E

ZHAO Yao-hong

(School of Mechanical Engineering & Automatization, North University of China, Taiyuan 030051, China)

Abstract: From the analysis of the pat of the loader's work device and joint point, based on Pro/E platform, the modeling, virtual assemble, dynamic emulation, interference detection, kinematics simulation, dynamic analysis and loader's work device is carried out. The 3 dimension solid model of working device of loader is set up based on the virtual prototype technology and Pro/E software. This method which is based on the model of virtual prototype has general applicability to the research of loader working device and strong practicability and is guidance meaning to designing work. The result indicates that the research project can improve the designing efficiency and shorten the design and trial-produce period of products.

Key words: loader; work device; kinematic simulation; dynamic simulation

(上接第 119 页)

MODAL ANALYSIS OF GEAR SHAFT BASED NX

LIU Yan-song¹, JIANG Xin-ping²

(1. School of Mechanical and Electrical Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China; 2. Department of Mechanical Engineering, Changzhou Institute of Light Industry Technology, Changzhou 213164, China)

Abstract: According to the structure of gear shaft, the finite element model of gear shaft was established by means of FE method, and the modal analysis is carried. The first 10 natural frequencies and mode shapes of housing were given and explained. It gives the parts of the largest displacement, and the advices and improvement measures for optimal design of gear shaft.

Key words: NX; gear shaft; modal analysis; optimal design

我校荣获第四届“中国技术市场协会金桥奖”

近日接中国技术市场协会通知,我校科技处成果推广中心荣获第四届“中国技术市场金桥奖”,陕西省共有包括西安交通大学、西北工业大学、陕西科技大学在内的六所高校获此殊荣.

近年来,我校成果推广中心在学校“立足陕西、面向全国、产学研结合以及构筑平台、发挥优势、服务社会”方针的指引下,充分发挥学校学科优势,建立服务平台,坚持探索,勇于实践,积极推介,在“九五”、“十五”期间,连续获得陕西省产学研合作先进集体,为国家经济特别是为陕西地方经济建设做出了应有贡献。

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0124-03

最小二乘法在空间直线度检测中的应用

王宁侠

(陕西科技大学机电工程学院, 陕西 西安 710021)

摘要:在基于相对比较测量法的深孔直线度测量系统中,作者应用最小二乘法建立了深孔直线度检测的数学模型,并对该系统的软件进行了研究与开发,对解决深孔零件加工中直线度的检测具有一定的实际意义.

关键词:最小二乘法; 直线度; 理想圆柱

中图分类号:TH161⁺.11 **文献标识码:**A

0 引言

根据国家标准 GB/T1182-1996,任意方向直线度误差是包容实际轴线最小圆柱面的直径. 空间直线度误差的评定方法有:简易算法、两端点连线法、最小包容四棱柱法、最小包容区域法. 通常评定空间直线度误差的数学模型维数高(5 维),且为非线性模型,计算难度较大,如采用其他常用算法存在计算量大、运算复杂、运算时间长等不足. 而最小二乘评定法计算简单、运算速度快、便于运用,因此在相对比较测量法的深孔直线度测量系统中,作者应用最小二乘法得出各测量截面的最小二乘圆的圆心坐标及最小二乘直线与 XOY 坐标平面交点和其方向数,最后评定出空间直线度.

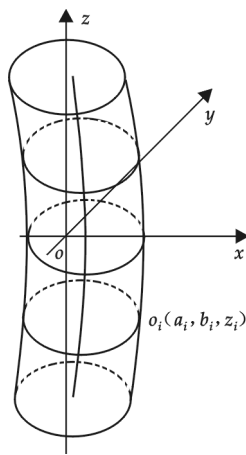


图1 在空间直角坐标系中的工件

1 最小二乘评定法

采用最小二乘评定法来评定空间直线度误差时,是采用最小二乘轴线代替最小的理想圆柱体的轴线. 由最小二乘原理得:实际轴线上各点到最小二乘轴线的距离不等,它们之中总有一个点到最小二乘轴线的距离为最大,以这个最大距离为半径,以最小二乘轴线为轴线作理想圆柱,该理想圆柱的直径就是轴线直线度误差. 由此可见,实际轴线的直线度误差是实际轴线上距离最小二乘轴线最远的点到最小二乘轴线距离的 2 倍,其数学模型如图 1 所示. 将被测零件置于空间直角坐标系 O-XYZ 中,且令 OZ 坐标轴为采样时的回转轴线,在垂直于 OZ 轴且彼此等距的正截面轮廓上等角度间隔地离散采样,采样数据为 $P_{ij}(\Delta r_{ij}, \theta_{ij}, z_i)$ ($j=1, 2, \dots, m$; $i=1, 2, \dots, n$),其中 Δr_{ij} 为各采样点的半径增量, θ_{ij} 为各采样点处于 X 轴正向可见的角度值, z_i 为各采样截面沿 Z 轴的坐标值.

若被测零件各采样截面轮廓的最小二乘圆心为 $o_i(a_i, b_i, z_i)$,则有

* 收稿日期:2009-05-24
作者简介:王宁侠(1963-),女,陕西省咸阳市人,教授,研究方向:机械制造与设计

$$\left. \begin{aligned} a_i &= \frac{2}{m} \sum_{j=1}^m \Delta r_{ij} \cos \theta_{ij} \\ b_i &= \frac{2}{m} \sum_{j=1}^m \Delta r_{ij} \sin \theta_{ij} \\ z_i &= z_i \end{aligned} \right\} \quad (i=1, 2, \dots, n) \quad (1)$$

其中, m —各采样截面轮廓上的采样点数, n —采样截面数.

如图2所示, 将所有被测点置于空间直角坐标系 O - XYZ 中, 且令测量时的基准轴线与 OZ 坐标轴重合. 各被测点的坐标为 $O_i(a_i, b_i, z_i)$

($i=1, 2, \dots, n$, n 为被测点个数).

若取被测点最小二乘直线 L 与 XOY 坐标平面的交点为 $A_0(x_0, y_0, 0)$, 其一组方向数为 u, v 和 1, 则最小二乘直线 L 的直线方程为

$$\frac{x_i - x_0}{u} = \frac{y_i - y_0}{v} = \frac{z_i}{1} \quad (i=1, 2, \dots, n) \quad (2)$$

即最小二乘直线 L 的直线方程可写作

$$x_i = x_0 + uz_i \quad (3)$$

$$y_i = y_0 + vz_i$$

各被测点 O_i 至最小二乘直线 L 的偏差为

$$\epsilon_i = \sqrt{(a_i - x_i)^2 + (b_i - y_i)^2} = \sqrt{(a_i - x_0 - uz_i)^2 + (b_i - y_0 - vz_i)^2} \quad (4)$$

根据最小二乘法原理, 应使偏差的平方和为最小, 即求 $Q(x_0, y_0, u, v) = \sum_{i=1}^n \epsilon_i^2$ 的最小值. 分别求 Q 对 x_0, u, y_0, v 的偏导数并令其等于零, 并整理可得方程组:

$$\begin{cases} nx_0 + u \sum_{i=1}^n z_i = \sum_{i=1}^n a_i \\ x_0 \sum_{i=1}^n z_i + u \sum_{i=1}^n z_i^2 = \sum_{i=1}^n a_i z_i \\ ny_0 + v \sum_{i=1}^n z_i = \sum_{i=1}^n b_i \\ y_0 \sum_{i=1}^n z_i + v \sum_{i=1}^n z_i^2 = \sum_{i=1}^n b_i z_i \end{cases} \quad (5)$$

上述方程组可分为两部分: 第一部分包括前两式, 是关于 x_0 和 u 的方程组; 第二部分包括后两式, 是关于 y_0 和 v 的方程组. 这两部分的形式和性质基本一致, 其系数矩阵为对称矩阵, 且是正定的. 由方程组(5)可唯一解出 x_0, u, y_0, v , 然后代入式(2)中, 即可确定最小二乘直线 L . 观察可知系数矩阵是病态的, 为避免求解病态方程组, 需进行正交化处理. 取各被测点的对称中心平面为 XOY 坐标平面, 则方程组(5)可转换为

$$\begin{cases} nx_0 = \sum_{i=1}^n a_i \\ u \sum_{i=1}^n z_i^2 = \sum_{i=1}^n a_i z_i \\ ny_0 = \sum_{i=1}^n b_i \\ v \sum_{i=1}^n z_i^2 = \sum_{i=1}^n b_i z_i \end{cases} \quad (6)$$

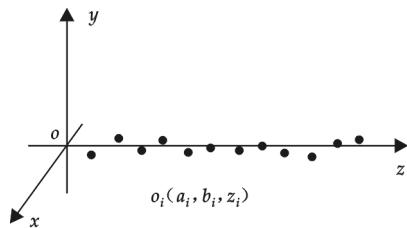


图2 最小二乘法模型

由方程组(6)可求得

$$\begin{cases} x_0 = \frac{\sum_{i=1}^n a_i}{n}, u = \frac{\sum_{i=1}^n a_i z_i}{\sum_{i=1}^n z_i^2} \\ y_0 = \frac{\sum_{i=1}^n b_i}{n}, v = \frac{\sum_{i=1}^n b_i z_i}{\sum_{i=1}^n z_i^2} \end{cases} \quad (7)$$

令各被测点 O_i 至最小二乘直线 L 的距离为 R_i ,

则

$$R_i = \frac{|(O_i - A_0) \times S|}{|S|} \quad (8)$$

$$O_i = \{a_i, b_i, z_i\}, A_0 = \{x_0, y_0, 0\}, S = \{u, v, 1\}$$

根据空间直线度误差的定义,最小二乘评定法的空间直线度误差为

$$f = 2 \max\{R_i\} \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (9)$$

在实际应用中,为简化计算,提高运算速度,可用各被测点 O_i 至最小二乘直线 L 的偏差 ϵ_i 代替各被测点至最小二乘直线 L 的距离 R_i ,即

$$f = 2 \max\{\epsilon_i\} \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (10)$$

这样处理带来的误差很小,对最终计算结果的影响可忽略不计。

2 最小二乘法评定空间直线度的流程图

3 结束语

在相对比较测量法的深孔直线度测量系统中,应用最小二乘法得出各测量截面的最小二乘圆的圆心坐标及最小二乘直线与 XOY 坐标平面交点和其方向数,最后评定出空间直线度。数据处理系统运算速度快,使用方便,价格便宜,能满足深孔直线度的检测,尤其适应现场检测深孔零件直线度,具有较高的实际使用价值。

参考文献

- [1] 王世清. 深孔加工技术[M]. 西安:西北工业大学出版社,2003 年.
- [2] 岳武陵,杨 杰,朱志松. 空间直线度误差的评定[J]. 计量技术,2001,(3):15-17.
- [3] 张 青,李 柱. 空间直线度误差评定的计算机实现方法[J]. 计量技术,1998,(1):9-12.
- [4] 王宁侠. 深孔直线度检测装置的设计及应用[J]. 机械设计与制造,2007,(2):17-18.

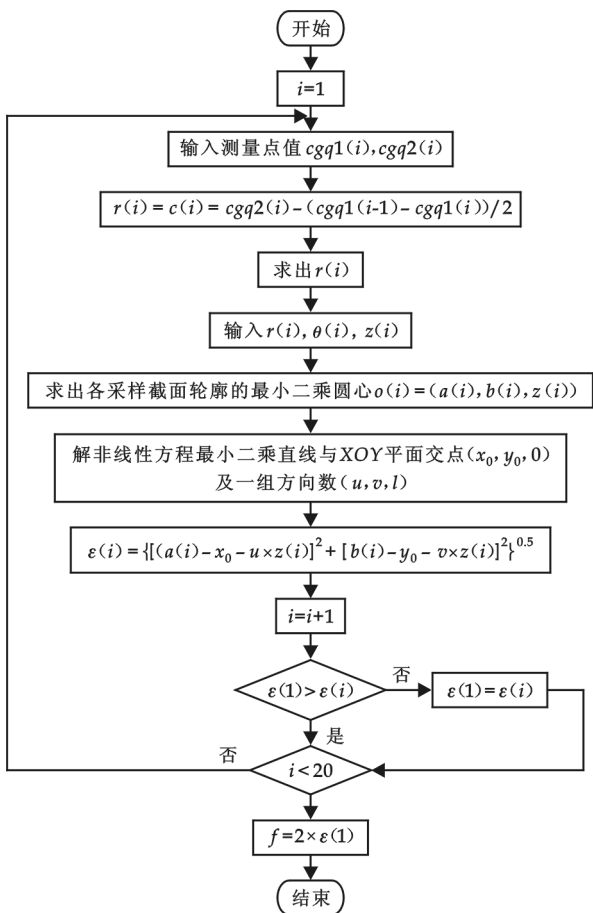


图 3 最小二乘法评定法的运算流程图

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0127-03

基于 Master CAM 的曲面造型中加工特点分析

宋国龙

(江苏技术师范学院机械工程学院, 江苏 常州 213001)

摘 要: 曲面加工一般采用自动编程的数控加工, 作者对基于 Master CAM 的曲面多种精加工方法进行了研究并做了比较.

关键词: 曲面; Master CAM; 精加工

中图分类号: TH164

文献标识码: A

0 引言

随着装备制造业的不断发展, 复杂曲面在航空、汽车、造船、国防等各行业的应用越来越广泛. 由于曲面表面形状复杂、材料难以切削, 因此其加工质精度和加工效率的高低直接影响设备的精度.

1 曲面加工现状

复杂曲面采用普通机加工方法是难以甚至无法完成的, 数控机床在国内普遍应用前, 模具曲面加工方法一般采用“退火-铣削加工-热处理-磨削”或“电火花加工-手工打磨、抛光”等工艺流程, 或者通过手工放样、手工打磨或辅助于电脉冲等手工制造方式完成, 并且为了便于检测通常还需要制作大量型线样板, 不仅制作周期长、材料消耗量大, 而且加工精度难以满足生产实际的需要. 市场经济的不断发展, 使工业产品越来越向多品种、低成本的方向发展, 传统的制造方法已很难适应高效、高质量的加工要求.

近些年来, 数控技术被广泛应用于曲面加工中, 从而在很大程度上改变了传统落后的生产状况. 用数控机床加工曲面类零件一般是在多轴数控铣床或加工中心上进行, 其中最重要的一环是数控加工程序的编写, 目前编写程序多采用 CAD/CAM 技术. 利用 CAD/CAM 软件可以比较轻松地实现曲面零件的三维建模以及自动化加工.

国外在复杂曲面的加工方面, 基于多轴联动的数控技术已经比较成熟, 而且解决了其铣削、精密磨削加工的专业数控技术和设备问题以及 CAD 建模和 CAM 自动化编程等问题, 使这类产品实现了标准化、系列化、多元化生产. 与国外相比, 国内在设备、规模、加工精度、标准化、系列化等方面都还存在着较大差距.

2 Master CAM 介绍

CAD/CAM 技术是一项涉及计算机科学、信息处理、系统工程、工程计算数学、计算机图形学、数控编程、加工过程仿真及人工智能等多学科领域的复杂系统工程, 并以其强大的优势和先进性成为加快国民经济发展和国防现代化的一项关键技术.

Master CAM 是由美国 CNC Software 公司开发的集 CAD/CAM 于一体的软件, 具有强大的计算机辅助设计和计算机辅助制造功能, 有实体和曲面造型、数控加工刀具轨迹计算和干涉检查、仿真加工、后置

* 收稿日期: 2009-06-22

作者简介: 宋国龙(1971-), 男, 青海省西宁市人, 实验师, 研究方向: 计算机辅助机械制造

处理等功能,并且集工件的二维几何图形设计、三维曲面设计、刀具路径模拟加工、实体模拟等功能于一身,是当今广泛使用的计算机辅助设计和计算机辅助制造软件。

Master CAM 主要由 Design、Mill、Lathe、Wire 4 个功能模块组成,能实现的功能包括:(1)设计制造功能;(2)实现机械加工;(3)加工仿真模拟;(4)与数控设备实现直接通信;(5)文件管理和数据交换功能。

3 Master CAM 曲面精加工方式及其比较

Master CAM 的曲面加工又称为三维刀具路径。针对复杂的曲面外形,Master CAM 提供了两大类功能用于切削加工曲面,即曲面粗加工和曲面精加工。Master CAM 软件提供了很多种曲面加工方式,加工方式选择的好坏会直接影响到加工的效率和加工质量。曲面粗加工的目的是为了尽可能快地将曲面零件从毛坯中分离出来。在大多数情况下,需要在粗加工后留下余量给精加工去最后完成。曲面精加工方式有 10 种,其中平行铣削、放射状切削、投影加工、曲面流线、等高外形铣削/曲面轮廓是粗、精加工共有的方法,而陡斜面加工、浅平面加工、环绕等距、交线清角、残料清除是精加工特有的方法。

平行铣削、放射状切削、曲面流线、等高外形铣削/曲面轮廓、环绕等距 5 种方法用于曲面加工,剩余 5 种用于曲面的补加工。

上述 5 种曲面加工方法又有其各自的特点:平行铣削是一种较为理想的曲面精加工方法,在各种曲面精加工中加工质量高、加工时间和代码长度均较短;放射状切削总体说来其加工效果较好,但同时放射中心点的选取和加工点与放射中心点距离的选择会影响到工件加工质量和加工时间;曲面流线在复杂流线型曲面的精加工中效果较好,不太适合加工简单的非流线型曲面,而更适用于加工高精度的复杂复合流线型曲面;等高外形铣削/曲面轮廓在各种曲面精加工中加工质量都不好,加工时间也相对较长。为了在曲面精加工中获得较好的加工质量,必须辅以相应的补加工刀具路径。环绕等距加工效果好,其加工时间也较短,因此该加工方法是一种比较理想的曲面精加工方法。此外,通过实验研究发现,环绕等距精加工在加工质量和加工时间方面也优于平行铣削精加工。

采用 CAM 软件编程时走刀路径是否合理直接影响到加工质量。Master CAM 的曲面精加工刀具路径难以同时保证平坦面与陡峭面的加工质量,加之加工中心不宜使用过小的刀具,因此对于刀具难以加工到的地方和既含有平坦面又含有陡峭面的零件可按如下方法编制刀具路径以达到预期的加工质量。

对于同一个零件,可能在不同的部位需要不同的走刀方式,对于零件两个面之间的衔接部分还需要采用专门的清根刀路。要合理选择刀具,优化走刀路径,减少提刀、空刀及不必要的重复路径,在改善加工质量的同时提高加工效率。Master CAM 编制刀具路径时大多采用以下几种方法:

(1)平行铣削+陡斜面。切削间距相同时,陡斜面上刀痕比平坦曲面上大,这使得陡斜面的加工质量较差。因此,在平行铣削之后要添加陡斜面刀路。陡斜面的切削方式如果选择双向切削,则刀具在沿 Z 轴上升时会导致加工质量下降;选择单向切削,路径中提刀路径过多又会影响加工效率。

(2)等高外形+浅平面。在平坦的表面上,Z 方向下降相同的距离比陡峭表面的路径间距大,无法保证浅平面的表面质量,所以在编制刀路时大多在等高外形加工之后添加浅平面加工刀路,但是浅平面区域不连续会使加工顺序不理想,影响加工质量,因此这种方法加工效率较低。

(3)环绕等距。对于形状不规则的曲面,在路径转向地方的路径间距大于其他位置的路径间距时会在工件表面形成刀具路径转折的刀痕,影响加工质量。

以图 1 所示手机模具的加工为例(曲面的外形尺寸为 $45\text{ mm} \times 100\text{ mm} \times 14\text{ mm}$),说明曲面加工方式的选取方法。

(1)粗加工。粗加工的原则是采用大刀具、大步距、大行距、大切削深度,去除毛坯的大部分余量,这样可以节省加工时间、提高劳动生产率。应设置合适加工余量,如果设置过大,会影响后续加工,致使加工表面粗糙;过小,由于粗加工时刀具的振动已经伤及最后成型表面,致使加工失败。在加工时运用多层铣削功能设置层的深度。刀具选用 R5 球刀,加工余量设为 0.13 mm 。分区域设置加工层深,手机模型比较复杂,

进给切削力不能过大,切削深度适当减少. 主轴转速 1 500 r/min. 进刀采用螺旋式下刀,速度为 200 mm/min,正常切削速度为 1 000 mm/min.

(2)半精加工. 粗加工后加工表面刀痕粗糙,在斜面上呈“梯田”状,表面应力大,有变形现象. 半精加工时步距、行距、切削深度和刀具半径等参数都相应减少,提高表明精度、消除应力变形,留少许余量,为精加工做好准备. 刀具可以采用与粗加工时刀具相同,主轴转速 1 500 r/min,正常切削速度 1 500 mm/min.

(3)精加工. 精加工后零件要满足设计图样的最终精度,模具零件的加工质量与加工设备、装夹、操作者、刀具、冷却液等诸多因素有关,为此做加工计划时步距、行距、走刀公差 的设置要比图样设计小,这样才能加工出符合质量要求的零件.

手机模具上面部分比较平坦,称为浅平面,中间部分曲面陡峭,称为陡斜面. 基于以上工艺分析及曲面特点,浅平面与陡斜面是一个加工难点. 解决这一问题所需的精加工时间长,同时还要兼顾效率,因此合理选择精加工方法至关重要,但是以上 3 种加工方法均使工件局部表面达不到加工质量的要求. 根据曲面特点可采取分区域加工,即将浅平面与陡斜面分开加工,平坦的表面选择平行刀路加工,陡峭的表面选择等高刀路加工. 平行铣削时采用 R4 球刀,切削间距为 0.2;等高刀路加工时采用 R1.5 球刀,Z 轴进给量为 0.2. 对于一部分平坦而一部分陡峭的曲面,可用切削深度确定平行铣削与等高外形的加工区域,这种加工方式与前面所述的 3 种方法相比,在加工参数选择相同时加工质量要好,加工效率也有所提高.



图 1 手机模具的加工

4 结束语

采用 Master CAM 软件能方便地建立曲面的几何模型,迅速自动生成数控代码,特别是对复杂曲面进行数控程序编制,大大提高了程序的正确性和安全性,降低了生产成本,提高了工作效率,所以 Master CAM 在实际加工中有着广泛的应用.

参考文献

[1] 邓 奕. Master CAM 数控加工技术[M]. 北京:清华大学出版社,2004.
[2] 孟凡秋. 基于 Master CAM 的凸形曲面数控加工技术研究[J]., 2008.
[3] 马秋生,王春海. Master CAM 的曲面精加工方法比较与应用[J]. 现代制造工程,2005,(4):47-50.
[4] 何满才. Master CAM X 基础教程[M]. 北京:人民邮电出版社,2006.

ANALYSIS OF MACHINING CHAMBER'S
MOULD MAKING IN MASTER CAM

SONG Guo-long

(Mechanical Engineering School, Jiangsu Teachers University of Technology, Changzhou 213001,China)

Abstract:Chamber processing generally takes the measure of automatic computer numerical control, this thesis deals with the researches and comparisons on multiple methods of finishing operations in Master CAM.

Key words: chamber; Master CAM; finishing operations

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0130-05

出口反倾销预警指标体系及综合评价方法研究

张 剑, 朱相宇

(北京理工大学管理与经济学院, 北京 100081)

摘 要:从分析出口反倾销的影响因素入手,根据其内容、特点及分类,构建了出口反倾销的预警评价指标体系;从定性与定量相结合的角度出发,应用多级模糊综合评判法对出口反倾销风险进行了量化评价,对定性分析指标采用了专家调查与模糊统计相结合的方法,对定量指标的处理则引入了模糊数学的方法,从而实现了定性指标与定量指标的结合。

关键词:出口反倾销; 预警机制; 指标体系; 综合评价

中图分类号:F752.62

文献标识码:A

0 引言

WTO 官方统计显示,自 1995 年起,我国遭受的反倾销调查数量位于世界第一,WTO 成员国发起的反倾销调查中每 7 件中就有一件是针对中国产品的,同时,我国还是受到最终反倾销措施制裁最多的国家。

2008 年全年,中国出口产品共遭受来自 21 个国家和地区的 93 起贸易救济调查,涉案总金额约为 61.4 亿美元,其中反倾销案件 70 起、反补贴案件 11 起、保障措施案件 10 起、特保案件 2 起^①。随着全球经济危机的袭击,国际贸易保护主义将进一步抬头,2009 年我国将面临更多贸易摩擦,并可能呈现出一些新特点。首先,国外对华反倾销的商品种类不断扩大,逐步从初级原料产品和低附加值产品转向高新产品与高附加值产品。一些新兴优势行业,如钢铁、汽车、通信设备、化工产品将成为我国与发达国家贸易摩擦的新热点。其次,国外对华反倾销所征收的税率不断攀升,目前国外对华所征收的反倾销税率一般在 100%~300%之间,欧盟对我国鞋类征收的反倾销税竟高达 1 105%,这使得我国企业不得不退出国际市场,国际化经营战略严重受阻。再次,我国和一些发展中国家之间的贸易摩擦可能加剧。一些东欧、拉美国家与我国同属发展中国家,经济结构同样以制造业为主,因此与我国在经济结构上缺少互补性,其国内新兴产业和支柱产业容易受到我国产品的冲击。

我国出口产品在反倾销调查和制裁中处于不利地位的原因是多方面的,但是出口反倾销预警机制的不完善是其中一个重要的原因。反倾销预警机制,是指对可能出现的倾销及反倾销情况进行预报、预控,从而保护本国相关产业免受倾销及反倾销损害的一套保障机制。出口产品反倾销预警机制,是通过反倾销利害关系方的产品价格、产品数量、市场变化、生产经营情况等重要参数变化进行跟踪监测,同时由专家进行相关数据分析,最终进行相应的反倾销危险评估。

成熟的出口产品反倾销预警机制至少有两个作用:不但可以对目标国提出反倾销投诉的可能性进行预测,避免被提起反倾销调查,保护国内产业;还可利用此平台让国内企业更清晰地了解海外市场情况,使国内企业最大限度地获得利润,达到促进产业发展的目的。

* 收稿日期:2009-07-17

作者简介:张 剑(1986-),男,山东省东营市人,在读博士生,研究方向:贸易救济与反倾销

①中华人民共和国商务部:<http://www.mofcom.gov.cn>.

1 我国出口反倾销预警机制现状分析

在愈演愈烈的国际反倾销实践中,很多国家和地区都建立了相应的预警预报机制,如美国的“扣动扳机机制”、欧盟的“大宗产品进出口检测机制”、台湾地区的“纺织品出口预警机制”等^[1]。

在反倾销预警方面,我国现已参照世界其他各国有关产业损害预警机制,从 2001 年启动了重点行业进出口监测系统,初步建立了化肥、汽车、钢铁 3 大行业的产业损害预警机制。但是,我国在如何建立一个全面的反倾销预警机制研究方面尚不完善,迫切需要一个全方位、多层次的,政府、协会、企业和科研院所四体联动的反倾销预警机制。一方面,政府应在努力提高运用贸易救济措施的水平 and 能力的基础上,进一步提高预警监测分析的广度和深度;另一方面,行业协会、商会更要发挥它在维护产业安全中的凝聚力和影响力;同时,所有出口的企业都要时刻树立预警思想,随时准备应对国外反倾销调查;最后,科研院所的理论研究人员应立足国内实情,为反倾销预警政策的指定和实施提供建议和指导。

本文针对我国贸易出口状况和反倾销的法律实践,通过多级模糊综合评价法对这一问题进行了研究,探索构建出口反倾销预警指标体系,以期为出口预警评价的科学化和可操作化奠定模型基础和理论依据。

2 出口反倾销预警指标体系的构建

2.1 出口反倾销预警指标体系的构建原则

出口反倾销预警指标体系,是一系列相互联系的具体指标构成的有机整体。预警指标的设计既要考虑到指标体系的完备性,又要考虑到指标间反映预警主体的非重复性,尽可能使所建立的指标体系为指标集中的最小完备集。所以,出口反倾销评价指标体系的构建原则如下:

(1)科学性原则。指标体系的设置应符合出口反倾销预警的目标,能够全面真实地反映机制运行的效果以及存在的问题。

(2)广泛性原则。因为不同类别的行业,在不同时期都具有其特定的反倾销风险,所以要求指标体系有高度的概括性。

(3)可比性原则。指标体系的设置要有可比性,才能反映各项指标对反倾销风险的相关度大小,并据此有针对性的采取措施。

(4)相对独立原则。设计指标时应尽量减少各指标之间的重叠区域,将其相关性减少到最低限度。

(5)定性 with 定量指标相结合原则。有些指标不能用数据来准确的描述,只能定性的阐述,但对反倾销预警非常重要,因而需定性、定量结合。

2.2 反倾销预警指标体系的设计思路

反倾销预警指标体系是预警体制中的核心部分,是预警发出的根据。指标的选取根据是:

(1)目标国提出调查申请的依据,即出口价格低于正常价值,进口数量增加导致目标国同类产业受损害;

(2)目标国反倾销管理部门确定立案的依据,反倾销管理部门代表国家利益,受到该国经济形势和我国与其经济关系的影响。

为了实现预警的有效性,结合预警指标的选取依据,反倾销预警指标应该分为企业层指标、行业层指标以及国家层指标 3 个层次。

2.3 反倾销预警指标体系的基本结构

根据反倾销预警指标体系的设计思路和构建原则,结合前人在反倾销预警中的研究成果^[2],根据企业、行业和国家 3 个层次的归纳组合,构建反倾销预警指标体系(A)基本结构如下(如图 1 所示):

(1)企业层(A_1)。包括:出口产品的种类(A_{11});出口产品的质量(A_{12});出口产品价格及降幅(A_{13});出口产品的数量及增幅(A_{14});目标国市场占有率及变化情况(A_{15})。

(2)行业层(A_2)。包括:目标国同类产品行业平均价格(A_{21});目标国市场同类产品第三国出口平均价

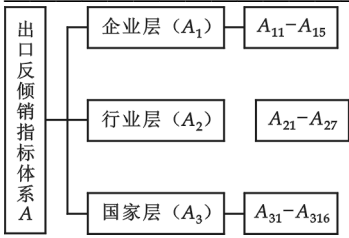


图 1 出口反倾销预警指标体系

格(A_{22});我国出口产品在目标国市场平均价格(A_{23});目标国本地厂商市场占有率及变化情况(A_{24});我国出口产品在目标国市场占有率及变化情况(A_{25});目标国市场同类产品第三国市场占有率(A_{26});目标国同类产品设备闲置率和工人失业率(A_{27})。

(3)国家层(A_3)。包括:目标国失业率(A_{31});目标国经济增长率(A_{32});目标国贸易收支逆差(A_{33});目标国通货膨胀率(A_{34});目标国出口总额(A_{35});目标国进口总额(A_{36});中国出口额(A_{37});中国出口增长率(A_{38});中国与目标国的贸易额(A_{39});中国从目标国的进口额(A_{310});中国向目标国的出口额(A_{311});中国与目标国的贸易顺差(A_{312});目标国的贸易条件、

政策(A_{313});目标国国内宏观经济周期(A_{314});中国出口占目标国进口的比重(A_{315});市场集中度(A_{316})^②。

3 出口反倾销预警综合评价方法

在确定了出口反倾销预警指标体系之后,就可利用评价指标体系对国外反倾销的风险进行预测,通过这些指标的值域变化范围判断出反倾销风险在某一时间所处的状态,针对不同的风险级别,采取相应的贸易措施。

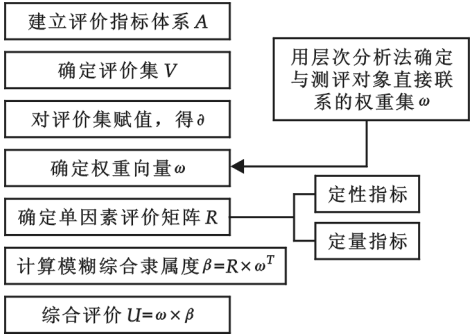


图 2 多级模糊综合评判方法

出口反倾销的综合评价是一个比较典型的涉及多因素的综合评判问题,在所有指标之中,除了有直接量化的指标之外,还有大量的定性指标,其结论存在很大的模糊性;同时,在指标之中,还存在难以直接比较的问题,缺乏可比性. 本文采用多级模糊综合评判法,将模糊综合评判与层次分析法相结合,可以较好的处理多因素、模糊性及主观判断等问题;对定性指标采取专家调查与模糊统计相结合的方法,对定量指标的处理则引入模糊数学的方法,从而实现了定性指标与定量指标的结合。

评价步骤如图 2 所示。

3.1 建立模糊评价的指标集 A

设定出口反倾销预警指标体系为评判指标集合,按其不同层次分成互不相交的因素子集 $A = (A_1, A_2, A_3)$ 。本文中出口反倾销共有 3 个一级评价指标,即企业层指标、行业层指标和国家层指标,共计 28 个

表 1 预警等级评语表

预警等级	反倾销风险得分区间分布	风险程度
V_1	8—10	正常
V_2	6—8	较正常
V_3	4—6	低危
V_4	2—4	中危
V_5	0—2	高危

3.2 确定评价集 V

借鉴经济安全预警警级划分的方法^[3],设定预警评估等级为 5 级,即 V_1, V_2, V_3, V_4, V_5 ,分别代表正常、较正常、低危、中危、高危。

3.3 对评价集赋值 \vartheta

对评价分别赋值为:正常为 10,较正常为 8,低危为 6,中危为 4,高危为 2,如表 1 所示。

3.4 确定各指标的权重集 \omega

根据各个指标的重要程度对各指标赋予相应的权重. 层次分析法是确定指标权重的一种比较常用的方法. 在出口反倾销预警中,也可以采用层次分析法来确定指标的权重,其基本步骤为:首先,建立层次结构模型;然后,构造判断矩阵,一般采用 1~9 标度法,如表 2 所示,请专家打分;最后,进行层次单排序和一

* ②市场集中度=中国向目标国的出口额/中国总进口额。

致性检验,求得权重 ω .

3.5 确定单因素评价矩阵 R

在出口反倾销预警指标体系中,一级指标为 n ,二级指标为 m_1, m_2, \dots, m_n ,则可以得到下列隶属度公式:

$$R_1 = (R_{ij})_{m_1 n}, R_2 = (R_{ij})_{m_2 n}, \dots, R_n = (R_{ij})_{m_n n}$$
$$R = (R_1, R_2, \dots, R_n)^T$$

通过企业的调研、行业协会的咨询以及我国相关统计部门的统计数据,可以得到指标体系中定量指标的取值范围.在模糊集合中,其中的元素与模糊集合存在一定的隶属程度,即隶属度.百分之百的隶属关系则记为隶属度 $R=1$,百分之百地不存在隶属关系则记为隶属度 $R=0$,隶属度的取值区间为 $R \in [0, 1]$.

在矩阵 R_i 中,对于定性指标和无法收集到数据的定量指标,采用专家评价法计算隶属度矩阵,其中 r_{ij} 表示在第 i 个评价指标上,对它第 j 等级评定的人数占全部专家组人数的百分比,即: $r_{ij} = d_{ij} / d$, d_{ij} 表示第 i 个评价指标上,对它做出第 j 个等级评定的人数, d 表示全部专家人数.

对反倾销预警指标评价结论值进行模糊统一.某个指标的评价结论值是该指标在某一时期内各个月(年)的结果在这个评价结论的数值区域内所出现的比例,其计算方法是先统计某个指标在某个时期内各个月(年)的结果在各个评价结论数值区域的次数,然后用该次数除以该时期所含的总月数(年数),所得的值即为该指标的各个评价结论值.同一指标的结论值之和等于 1.

3.6 计算模糊综合隶属度指集 β

由单因素评价矩阵及各指标的权重可以得到各具体指标的评分:

$$\beta_k = R_k \times \omega^T$$

3.7 综合评价

进行模糊变换: $U = \omega \times \beta$,做出综合评价结论,即按照模糊数学中的最大隶属度原则,分析综合评价结论值,选取评价结论最大的评价结论作为评价进行报警,据此进行决策.

通过出口反倾销预警指标体系的综合评价,即可看出其对应的风险等级,并根据不同的风险状态发出不同程度的警报.在出口反倾销风险的预测和报警之后,就要根据不同程度的报警研究制定和实施不同的风险预警管理措施,使企业更清晰地了解海外市场情况,避免被采取反倾销措施,从而使企业得到长期稳定的发展,达到保护国内产业的目的^[4,5].

4 结束语

本文在分析了反倾销预警重要性的基础上,给出了反倾销预警的指标体系及其模糊综合评价方法,为出口预警评价的科学化和可操作化奠定了模型基础和理论依据.但是出口反倾销预警是一个复杂的系统,针对不同的产品、不同的出口地区,预警指标也应该做出具体调整.另外,模糊综合评价中的隶属度和权数确定以及权重在不同时期的变化情况是评价警讯精度的关键所在,对隶属度和权数确定也须根据实际情况将理论和实际结合起来运用.

表 2 比例标度定义

标度	含义
1	两因素相比,前者与后者一样重要
3	两因素相比,前者比后者稍重要
5	两因素相比,前者比后者明显重要
7	两因素相比,前者比后者强烈重要
9	两因素相比,前者比后者极端重要
其他	2,4,6,8 上述相邻判断的中间值
倒数	后者与前者的比值为前者与后者比值的倒数

参考文献

[1] Laitinen EK, Hong HG. Early-Warning system for crisis in SME: Preliminary evidence from Finland and the U. K [J]. Journal of Small Business and Enterprise Development, 1999,(1): 89-102.

[2] 卓 骏. 发达国家对华反倾销预警系统的警兆指标探讨[J]. 统计研究, 2002,(12): 39-42.

[3] 崔 斌. 对宏观经济监测预警分析系统的改进[J]. 统计研究, 1997,(2): 46-51.

- [5] 张为付, 武 齐. 出口产品反倾销预警指标体系的理论研究[J]. 对外经济贸易大学学报, 2005, (4): 47-50.

EXPORTS ANTI-DUMPING RISK WARNING INDICATOR SYSTEM AND COMPREHENSIVE EVALUATING

ZHANG Jian, ZHU Xiang-Yu

(School of Management and Economics, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China)

Abstract: From the various factors which impact on exports anti-dumping activities, in accordance with its contents, characteristics and classification, an evaluation indicators system which can forecast the exports anti-dumping risk has been constructed. From the perspective of qualitative and quantitative analysis, multi-level fuzzy comprehensive evaluation method has been used to evaluate the exports anti-dumping risk quantitatively. Expert investigation and fuzzy statistic methods have been used to analysis the qualitative indicators. As to the quantitative indicators, the fuzzy mathematics method has been introduced, so as to achieve the combination of qualitative and quantitative indicators.

Key words: exports anti-dumping; warning system; indicators system; comprehensive evaluation

(上接第 126 页)

APPLICATION OF LEAST SQUARE METHOD TO SPACE LINEARITY SURVEYING

WANG Ning-xia

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

Abstract: In deephole linearity surveying system based on relatively surveyor, apply least square method create the mathematics model of deephole linearity surveying, and study software of that system, for linearity examination this have certainly actual significance in deep-hole machining.

Key words: least square method; linearity; ideal cylinder

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0135-04

企业进化动力相互作用模型

赵 剑, 冯俊华

(陕西科技大学管理学院, 陕西 西安 710021)

摘 要:将生物学中的 DNA 及基因的概念引入到企业进化研究中,阐述了企业 DNA 的结构基础及其模型,基于该理论同时利用布尔代数模型进行了企业进化的机制研究,经过运算进一步发现,这个矩阵具有自组织进化的特征,即可以自动、自主地进化出原矩阵所没有的复杂性. 这些结果表明,企业进化是通过企业 DNA 的碱基相互作用走向组织性和新奇性程度更高的自组织过程.

关键词:企业进化; 企业 DNA; 布尔代数

中图分类号:F270

文献标识码:A

1 企业 DNA 结构模型

美国密歇根大学商学院 Tichy Noel M. 和 Sherman Stratorf 教授在 1993 年完整地提出了企业 DNA 的概念,认为企业作为活的非自然生物体与生物一样,有自己的遗传基因,正是遗传基因决定了企业的基本稳定形态和发展、变异的种种特征^[1]. 生物体的生命现象是遗传物质决定的, DNA 是主要的遗传物质, 储存着生物体的遗传信息,而基因作为具有遗传效应的 DNA 片段,控制着生物体遗传性状的表达. 企业也是有生命的,同其他自然界生物体一样,企业成长的内在决定因素是企业的遗传物质,即企业 DNA^[2]. 通过类比生物 DNA 的特征界定出企业 DNA 的构成模型是:

- (1)企业 DNA 是由双螺旋平行双链组成,构成基本骨架. 一条是人力资源链,另一条是资金链;
- (2)企业 DNA 的碱基组成为企业机制、企业文化、信息系统、技术能力.

2 企业进化的概念

在生物进化理论中,生物进化就是指生物种群多样性和适应性的变化,或一个群体在长期遗传组成上的变化^[3]. 类似生物,企业是一个进化系统,它在外界环境变化和内部调整的相互作用中随着时间的推移不断演变进化. 企业进化是指企业在与其环境相互作用中随时间而发生的一系列不可逆的变化,从而导致企业从无序到有序或从简单有序到复杂有序,从简单到复杂的演变. 企业进化也是适应性提高的过程,为了提高适应性,一方面,组织结构要适应组织功能的要求,并且与结构相关的功能应适合于企业在环境中的生存与发展,另一方面企业要保持与环境的协同进化关系. 与生命体相比,企业进化过程中表现出更强的自主性,企业可以通过自觉活动改变自身^[4].

3 企业 DNA 各种碱基相互作用模型

可以用数学上布尔代数的概念和方法建立企业 DNA 各种碱基相互作用的矩阵模型. 经过运算进一步发现,这个矩阵具有自组织进化的特征,即可以自动、自主地进化出原矩阵所没有的复杂性. 这些结果表明,企业进化是通过企业 DNA 的碱基相互作用走向组织性和新奇性程度更高的自组织过程^[5].

* 收稿日期:2009-06-25

作者简介:赵 剑(1983-),男,山西省长治市人,在读硕士生,研究方向:市场营销

$$M_{R3} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \text{ 或 } M_{R4} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 0 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 1 & 0 & 1 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \end{pmatrix}$$

它们之所以具有典型意义,是因为每一个都代表了一种类型的相互作用状态,其中 M_{R1} 反映了企业内战略与战略之间的相互作用状态; M_{R2} 反映了企业战略与各要素之间的相互作用关系; M_{R3} 反映了企业各要素自相关作用状态; M_{R4} 反映了企业除战略之外的各要素之间的交互作用状态. 此外,4 个矩阵之和的恰恰为一满秩矩阵,即涵盖了全部相互作用类型. 至此建立了 4 种表示不同相互作用的企业状态模型.

$$\sum_{R\text{总}} = \sum_{K=1}^m M_{RK} \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \end{pmatrix}$$

3.2 模型运算——企业内部要素的相互作用与企业的进化状态

$M_{Ri} (i=1,2,3,4)$ 相对于 $M_{R\text{总}}$ 是非完备的,它们既可以视为某一作用的状态结果,也可以视为某种非完备的企业. 在后一种意义上,它们仍然表明可以继续运用 $M_{Ri} \cdot M_{Rj}$, 并仍然表示两个不完备的企业要素之间在某种市场生态环境背景下的相互作用. 现在继续对 $M_{Ri} \cdot M_{Rj} (i,j=1,2,3,4)$ 做乘积运算,研究它们相互作用所呈现出何种状态结果以及这些状态结果的意义:

- (1) $M_{R1} \cdot M_{R2} = M_{R2} \cdot M_{R3} = M_{R3} \cdot M_{R4} = A$
- (2) $M_{R2} \cdot M_{R1} = M_{R3} \cdot M_{R2} = M_{R4} \cdot M_{R2} = A^*$
- (3) $M_{R1} \cdot M_{R4} = M_{R4} \cdot M_{R1} = 0$
- (4) $M_{R4} \cdot M_{R3} = M_{R3} \cdot M_{R4} = M_{R4}$
- (5) $M_{R1} \cdot M_{R1} = M_{R1}$
- (6) $M_{R2} \cdot M_{R2} = M_{R1} + M_{R3} + M_{R4}$ (自组织增长复杂性进化)
- (7) $M_{R3} \cdot M_{R3} = M_{R3}$
- (8) $M_{R4} \cdot M_{R4} = M_{R3} + M_{R4}$ (自组织增长复杂性进化)

$$A = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad A^* = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

对上述结果进行分析:

第一,由(5)、(7)发现,仅有企业战略的自相互作用或仅有企业其他要素的自相互作用,则企业是无法进化的,它或者是仅停留在对企业战略,或者是在各要素自身限定的范围内绕圈子(即 $M_{R3} \cdot M_{R3} = M_{R3}$).

第二,由(3)可以发现,纯粹的企业战略要素构成的状态和纯粹的企业其他要素构成的状态无法再相互作用,这似乎说明它们由于没有共同的“符码”而无法有交集存在,这说明,企业战略如果没有企业机制、技术能力、信息系统和文化等的支撑也就只能仅仅停留在空想的水平上。

第三,由(1)、(2)、(4)发现: $M_{R2} \cdot M_{R1} \neq M_{R1} \cdot M_{R2}$, $M_{R2} \cdot M_{R3} \neq M_{R3} \cdot M_{R2}$, $M_{R2} \cdot M_{R4} \neq M_{R4} \cdot M_{R2}$, 而 $M_{R3} \cdot M_{R4} = M_{R4} \cdot M_{R3}$ 。

这表明,当涉及到企业战略与企业其他要素之间的相互作用时,次序(即哪一类主动作用或哪一类被动作用)起作用。换句话说,主动作用与被动作用和企业进化的方向有关系;而仅仅涉及企业的其他诸要素之间的关系时,主动作用与被动作用和企业进化的方向无关,亦即作用次序不起作用。

$M_{R1} \cdot M_{R2} = M_{R2} \cdot M_{R3} = M_{R3} \cdot M_{R4} = A$ 表明,首先以富含企业战略要素的状态(M_{R1})作用于为了实现企业战略的其他要素的相互作用状态(M_{R2}),或者以包含了企业战略要素和其他要素相互作用了的状态(M_{R2})再作用于仅有企业其他要素状态(M_{R3} 或 M_{R4}),结果表现为企业战略对企业其他要素的“强”作用状态(A)。这种“强”相互作用可以解释为企业战略强化了企业其他要素对其的适应性,使企业尽可能多地满足企业战略的方向进化,这也是企业在自身进化过程中内化出的一个进化目标,因此企业战略是其其他要素的控制因子之一。

$M_{R2} \cdot M_{R1} = M_{R3} \cdot M_{R2} = M_{R4} \cdot M_{R2} = A^*$ 说明,首先以仅有企业各要素(企业战略要素除外)的状态(M_{R3} 或 M_{R4}),或者包含了企业战略要素与企业同其他要素作用了的状态(M_{R2}),作用于(M_{R2})或纯企业战略要素状态(M_{R1}),结果表现为企业其他要素对企业战略要素的“强”作用状态(A^*)。这可以解释为强化了的企业其他要素或企业其他要素的内在统一性,使企业向着更为适应、更能有效地获取和利用资源的方向进化,从而内在要求企业的整体性、有机性更高,各个部分更加统一,整体内在更自治。

第四,从(6)、(8)进一步发现两个有意义的增长结果,首先,从(8)发现 M_{R4} 在与其自身作用,其结果除了仍产生自身之外,还进化出一个形式为 M_{R3} 的状态矩阵,这是一种通过企业内部诸要素的相互作用增长复杂性和组织性的进化过程。其次,从(6)发现让 M_{R2} 再与自身相互作用,结果进化出了 M_{R1} 、 M_{R3} 和 M_{R4} 的形式。这一方面说明 M_{R2} 最具有创造性,它给企业带来复杂性、新奇性增长的程度最大; M_{R2} 的高度创造性来自于它同时包含企业战略要素与其他要素以及这些要素之间的相互作用。企业战略与为实现企业战略(具体指特定目标)而存在的其他要素紧密关联,即一个相互作用的具有自适应功能的企业有机体,如果除了企业战略子系统之外,不同时具备其他子系统等这样一些实现企业战略的必要要素,则企业的战略是没有意义的,没有企业战略(特别是目标)而存在的企业机制、技术能力、企业文化等同样也是没有价值和生命力的。另一方面, M_{R2} 的相互作用中自发和自主地产生企业新的战略和其他要素,同时扬弃旧的成份,这是企业最有创造力的进化表现,是企业的创新,正是这种特征反映了企业自组织进化的特性。

借鉴现代生物学理论,从企业 DNA 角度,利用布尔代数研究企业进化机制,即用有机的、生态联系的、系统的观点对企业进化的研究提供了一个新的视角。

参考文献

- [1] Tichy Noel M, Sherman Straford. Control Your Destiny, or Someone Else Will[M]. Newyork; Harper Business, 1993.
- [2] 冯俊华, 赵 剑. 基于企业 DNA 理论企业再造机理[J]. 商场现代化, 2009, (4): 76.
- [3] 杨忠直. 企业生态学引论[M]. 北京: 科学出版社, 2003: 30-34.
- [4] 曾庆成. 企业生命特征与进化研究[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工程大学出版社, 2003: 32.
- [5] 李朝霞. 企业进化机制研究[M]. 北京: 北京图书馆出版社, 2001: 95-101.

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0139-06

一类带 Bedding 反应函数的捕食模型 在不同斑块环境中的扩散作用

武海辉¹, 窦雾虹¹, 王秋芬²

(1. 西北大学数学系, 陕西 西安 710027; 2. 陕西师范大学数学与信息科学学院, 陕西 西安 710062)

摘要:研究了一类带 Bedding 类反应函数的捕食与被捕食扩散模型的整体及局部性态,证明了该模型在第一象限内存在一个吸引域,且它的一切正解是强持续生存的;得出系统的正平衡点是局部渐近稳定的充分条件;最后通过数值模拟仿真进一步验证了定理的准确性,补充和完善了前人的结果.

关键词:强持续生存; Bedding 反应函数; 扩散率

中图分类号:O175.12

文献标识码:A

0 引言

对带扩散的动力系统模型的研究,使得野生动物的保护有了很大的进展,因此人们越来越重视种群在不同斑块环境中的扩散作用.近年来大量文献研究了这类模型. Takeuchi 给出了不同斑块的具有竞争的 Lotka-volterra(LV)扩散模型的局部及全局渐近稳定性^[1],并证明了当为被捕食种群提供避难斑块环境时其种群的数量将会趋于稳定^[2,3]. CHEN Feng-de、XIE Xiang-dong 考虑了在多变的斑块环境中扩散对面临灭绝的单个或多个种群的永存和灭绝的作用^[4]. 张兴安、陈兰荪等人给出了具有两个斑块环境的捕食与被捕食 LV 系统的一些扩散性质^[5,6]. 本文在捕食与被捕食模型中引入了 Bedding 类反应函数,研究了在不同斑块环境中一类带 Bedding 类反应函数的捕食与被捕食扩散模型的整体和局部性态. 功能反应函数是反映捕食者的捕食能力大小的函数,是指在单个捕食者情况下,被捕食者的种群密度关于时间的变化率. 前人研究的功能反应函数多数为 volterra 函数,它表示一条过原点的无界直线,表明在食饵无限增多时每个捕食者在单位时间内所吃掉的食饵也无限地增加,即此捕食者“食量”无限大,永远吃不饱,这在一定范围里是合理的,但也明显忽略了消化饱和因素. 本文带 Bedding 类反应函数,补充和完善了张兴安、陈兰荪等人的结果^[5,6],使模型更加全面的描述了此类生态系统,从而得到了一些更加实用的扩散性质,但由于系统的参数增多,系统分析的难度也随之加大.

定义 0.1 考虑三维动力系统 $\dot{x}_i=f(x)$, $\dot{x}_i=(x_1,x_2,x_3)$,设其满足初始条件 $x_i(0)>0(i=1,2,3)$ 的解为 $x_i(t)(i=1,2,3)$,若 $x_i(t)(i=1,2,3)$ 满足 $\lim_{t \rightarrow +\infty} x_i(t)>0(i=1,2,3)$ 且有界,则称该系统是强持续生存的. 考虑如下三维模型:

$$\begin{cases} \dot{x}_1=r_1x_1\left(1-x_1-\frac{y}{a+bx_1+cy}\right)+\epsilon(x_2-x_1) \\ \dot{x}_2=r_2x_2\left(1-x_2-\frac{y}{a+bx_2+cy}\right)+\epsilon(x_1-x_2) \\ \dot{y}=y\left(-L+\frac{x_1}{a+bx_1+cy}+\frac{x_2}{a+bx_2+cy}\right) \end{cases} \quad \begin{matrix} x_1(0)>0 \\ x_2(0)>0 \\ y(0)>0 \end{matrix} \quad (0.1)$$

* 收稿日期:2009-07-04

作者简介:武海辉(1984-),男,山西省文水县人,在读硕士生,研究方向:微分动力系统
基金项目:西北大学研究生创新基金资助项目(自主创新型)(08YZZ31)

其中 x_i 是被捕食种群 x 在斑块 i 中的数量, y 是捕食种群, ϵ_i 为扩散系数, r_1, r_2, L 为内禀增长率, a, b, c 为功能反应系数, $i=1, 2$, 且 $a, b, c, \epsilon, r_1, r_2, L$, 考虑到模型的生态意义, 仅在 $R_+ = \{(x, y) | x \geq 0, y \geq 0\}$ 研究讨论, 我们假设 $L < \frac{2}{2a+b}$.

1 系统的整体性态分析

引理 1.1^[1] 系统 $\dot{x}_i = x_i(k_i - p_i x_i) + \epsilon_i(x_j - x_i), i, j=1, 2, i \neq j$, 其中 x_i 是种群 x 在斑块 i 中的数量, ϵ_i 为扩散系数, k_i 为内禀增长率, p_i 为密度制约系数, 对任意的 $\epsilon_i (i=1, 2) > 0$, 该系统有一个全局稳定的正平衡点.

系统(0.1)的非负平衡点是 $O(0, 0, 0), E_1(1, 1, 0), E_2(\bar{x}, \bar{x}, \bar{y})$ 和 $E_3(\bar{x}_1, \bar{x}_2, \bar{y}_1)$, 其中

$$\bar{x} = \frac{-2+2c+bs+\sqrt{8acs+(-2+2c+bs)^2}}{4c}$$

$$\bar{y} = -\frac{1}{4c^2s} [2c(-2+2as+bs) + (-2+bs+\sqrt{8acs+(-2+2c+bs)^2})], \bar{x}_1, \bar{x}_2, \bar{y}_1 \text{ 都不为 } 0.$$

事实上, O, E_1 是系统的两个非负平衡点. 由 Mathematica 软件可算出 $E_2(\bar{x}, \bar{x}, \bar{y})$.

当非负平衡点为 $E_3(\bar{x}_1, \bar{x}_2, \bar{y}_1)$, 且 $\bar{x}_1 \neq \bar{x}_2$ 时, 若 $y=0$, 由引理 1.1 知, 在 $y=0$ 平面上只有一个全局稳定的正平衡点, 即为 $E_1(1, 1, 0)$; 又 $\left. \frac{dx_1}{dt} \right|_{x_1=0} > 0, \left. \frac{dx_2}{dt} \right|_{x_2=0} > 0$, 即在 $x_1=0, x_2=0$ 平面上均无非负平衡点, 故 $\bar{x}_1, \bar{x}_2, \bar{y}_1$ 都不为 0.

定理 1.1 当 $L < \frac{2}{2a+b}$ 时, 系统(0.1)的正解是有界的, 并且该系统在第一象限内存在一个吸引域:

六面体 $\left\{ 0 \leq x_1 \leq M, 0 \leq x_2 \leq M, 0 \leq y \leq \frac{M}{L} \left[2 + (\epsilon + L) \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \right] - \frac{x_1}{r_1} - \frac{x_2}{r_2} \right\}$, 即系统(0.1)的所有非负平衡点及其他吸引子都落在该六面体内 ($M > 1$ 且 $M \in \mathbf{R}$).

证明 先证所有正解是有界的. 由于 $\left. \frac{dx_1}{dt} \right|_{x_1=0} = \epsilon x_2 > 0 (x_2 > 0)$, 且当 $M > 1, 0 \leq x_2 \leq M$ 时, 有

$$\left. \frac{dx_1}{dt} \right|_{x_1=M} = r_1 M \left(1 - M - \frac{y}{a + bM + cy} \right) + \epsilon(x_2 - M) < 0$$

又由于 $\left. \frac{dx_2}{dt} \right|_{x_2=0} = \epsilon x_1 > 0 (x_1 > 0)$, 且当时 $M > 1, 0 \leq x_1 \leq M$ 时有

$$\left. \frac{dx_2}{dt} \right|_{x_2=M} = r_2 M \left(1 - M - \frac{y}{a + bM + cy} \right) + \epsilon(x_1 - M) < 0$$

考察平面 $V = \frac{\Delta}{r_1} x_1 + \frac{1}{r_2} x_2 + y - l = 0$, 有

$$\left. \frac{dV}{dt} \right|_{V=0} = x_1(1-x_1) + \frac{\epsilon}{r_1}(x_2-x_1) + x_2(1-x_2) + \frac{\epsilon}{r_2}(x_1-x_2) + L \frac{x_1}{r_1} + L \frac{x_2}{r_2} - Ll$$

从而, 当 $0 \leq x_1 \leq M, 0 \leq x_2 \leq M, l \gg 1$ 时, $\left. \frac{dV}{dt} \right|_{V=0} < 0$; 又 $y=0$ 是系统的不变平面, 因此系统(0.1)的

正解的 ω 极限集均位于六面体 $U = \left\{ (x_1, x_2, y); 0 \leq x_1 \leq M, 0 \leq x_2 \leq M, 0 \leq y \leq l - \frac{x_1}{r_1} - \frac{x_2}{r_2} \right\}$ 内, 其中 $M > 1, l \gg 1$, 故系统(0.1)的一切正解都是有界的. 下面证明定理的后半部分, 由上面的分析可知当

$$l \geq \frac{1}{L} \left[x_1(1-x_1) + \frac{\epsilon}{r_1}(x_2-x_1) + x_2(1-x_2) + \frac{\epsilon}{r_2}(x_1-x_2) + L \cdot \frac{x_1}{r_1} + L \cdot \frac{x_2}{r_2} \right]$$

即 $l \geq \frac{M}{L} \left[2 + (\epsilon + L) \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \right]$ 时, 有 $\left. \frac{dV}{dt} \right|_{V=0} < 0$, 从而可取 $l = \frac{M}{L} \left[2 + (\epsilon + L) \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \right] (M > 1)$,

又由 M 可取到任意的正向无穷大数, 故系统(0.1)的非负平衡点及其他吸引子全部落在六面体 U 中, 故

定理得证.

定理 1.2 当 $L < \frac{2}{2a+b}$ 时, 系统 (0.1) 是强持续生存的.

证明 由定义 0.1 知, 若能证明非负的平衡点 $O(0,0,0), E_1(1,1,0)$ 不是系统 (0.1) 的正解的 ω 极限集, 并且在 3 个坐标平面上无系统 (0.1) 的正解的其他吸引子, 则系统 (0.1) 的正解是强持续生存的. 分析奇点 $O(0,0,0)$ 的局部几何性质, 奇点 $O(0,0,0)$ 的 Jacobian 矩阵是:

$$J(O) = \begin{bmatrix} r_1 - \epsilon & \epsilon & 0 \\ \epsilon & r_2 - \epsilon & 0 \\ 0 & 0 & -L \end{bmatrix}$$

其特征方程为 $(\lambda + L)[\lambda^2 - (r_1 + r_2 - 2\epsilon)\lambda + (r_1 - \epsilon)(r_2 - \epsilon) - \epsilon^2] = 0$.

令 $h(\lambda) = \lambda^2 - (r_1 + r_2 - 2\epsilon)\lambda + (r_1 - \epsilon)(r_2 - \epsilon) - \epsilon^2 = 0, \Delta = (r_1 - r_2)^2 + 4\epsilon^2 > 0$.

(1) 当 $h(\lambda) = 0$ 有同号正根时, 满足 $\begin{cases} (r_1 - \epsilon)(r_2 - \epsilon) - \epsilon^2 > 0 \\ r_1 + r_2 - 2\epsilon > 0 \end{cases} \Rightarrow \epsilon < \frac{r_1 r_2}{r_1 + r_2}$ 且 $\epsilon < \frac{r_1 + r_2}{2}$, 又

$$\frac{r_1 + r_2}{2} > \frac{r_1 r_2}{r_1 + r_2}, \text{ 即 } \epsilon < \frac{r_1 r_2}{r_1 + r_2}.$$

(2) 当 $h(\lambda) = 0$ 有异号实根时, $\lambda_1 \lambda_2 < 0$, 满足 $(r_1 - \epsilon)(r_2 - \epsilon) - \epsilon^2 < 0 \Rightarrow \epsilon > \frac{r_1 r_2}{r_1 + r_2}$.

(3) 当 $\epsilon = \frac{r_1 r_2}{r_1 + r_2}$ 时, 有 $\frac{r_1 + r_2}{2} > \epsilon \Rightarrow \lambda_1 + \lambda_2 > 0$, 故该方程有一个正根, 一个零根. 因此, 当 $0 <$

$\epsilon < \frac{r_1 r_2}{r_1 + r_2}$ 时, 奇点 $O(0,0,0)$ 是 $\dim W^s(0) = 1, \dim W^u(0) = 2$ (即局部稳定流形的维数是 1, 局部不稳定流形的维数是 2) 的鞍点; 当 $\epsilon > \frac{r_1 r_2}{r_1 + r_2}$ 时, 奇点 $O(0,0,0)$ 是 $\dim W^s(0) = 2, \dim W^u(0) = 1$ 的鞍点; 当

$\epsilon = \frac{r_1 r_2}{r_1 + r_2}$ 时, 奇点 $O(0,0,0)$ 是 $\dim W^s(0) = 1, \dim W^c(0) = 1, \dim W^u(0) = 1$ 的鞍结点. 由

Hartman-Grobman 定理可知系统 (0.1) 的正解不可能以奇点 $O(0,0,0)$ 为 ω 极限集. 奇点 $E_1(1,1,0)$ 的 Jacobian 矩阵是

$$J(E_1) = \begin{bmatrix} -r_1 - \epsilon & \epsilon & -\frac{r_1}{a+b} \\ \epsilon & -r_2 - \epsilon & -\frac{r_2}{a+b} \\ 0 & 0 & \frac{2}{a+b} - L \end{bmatrix}$$

其特征方程为 $\left(\lambda - \frac{2}{a+b} + L\right)[\lambda^2 + (r_1 + r_2 + 2\epsilon)\lambda + (r_1 + \epsilon)(r_2 + \epsilon) - \epsilon^2] = 0$, 通过计算得到它

的 3 个实特征根为: $\lambda_1 = -L + \frac{2}{a+b} > 0, \lambda_2 < 0, \lambda_3 < 0$, 从而奇点 $E_1(1,1,0)$ 是 $\dim W^s(E_1) = 2,$

$\dim W^u(E_1) = 1$ 的鞍点. 由 Hartman-Grobman 定理知, 奇点 $E_1(1,1,0)$ 不是系统的正解的 ω 极限集. 由

$\frac{dx_1}{dt} \Big|_{x_1=0} = \epsilon x_2 > 0$ 和 $\frac{dx_2}{dt} \Big|_{x_2=0} = \epsilon x_1 > 0$ 知, $x_1 = 0$ 和 $x_2 = 0$ 这两个平面均不存在系统 (0.1) 的正解的

ω 极限集. 又由引理 1.1 知, $E_1(1,1,0)$ 在 $y=0$ 平面上是全局稳定的正平衡点, 故在平面 $y=0$ 上的不变区域 $U_1: 0 \leq x_1 \leq M, 0 \leq x_2 \leq M (M > 1)$ 内不存在系统的正解的 ω 极限集. 证毕.

2 系统的局部性态分析

$E_2(\bar{x}, \bar{x}, \bar{y})$ 处的 Jacobian 矩阵是

$$J(E_2) = \begin{bmatrix} a_{11} & \epsilon & r_1 \bar{x} \left(\frac{c\bar{y}}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2} - \frac{1}{a+b\bar{x}+c\bar{y}} \right) \\ \epsilon & a_{22} & r_2 \bar{x} \left(\frac{c\bar{y}}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2} - \frac{1}{a+b\bar{x}+c\bar{y}} \right) \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{bmatrix}$$

$$\text{其中 } a_{11} = -\epsilon + r_1 - 2r_1\bar{x} - r_1 \frac{\bar{y}}{a+b\bar{x}+c\bar{y}} + \frac{r_1\bar{x}b\bar{y}}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2},$$

$$a_{22} = r_2 - 2r_2\bar{x} - r_2 \frac{\bar{y}}{a+b\bar{x}+c\bar{y}} + \frac{r_2b\bar{x}\bar{y}}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2} - \epsilon,$$

$$a_{31} = a_{32} = \bar{y} \left[-\frac{b\bar{x}}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2} + \frac{1}{a+b\bar{x}+c\bar{y}} \right], a_{33} = -\frac{2c\bar{x}\bar{y}}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2}.$$

它的特征方程为

$$\lambda^3 + I_1\lambda^2 + I_2\lambda + I_3 = 0 \quad (1)$$

其中

$$I_1 = (r_1 + r_2)(2\bar{x} - 1) + 2\epsilon + \frac{\bar{x}\bar{y}(2c - br_1 - br_2)}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2} + \frac{\bar{y}(r_1 + r_2)}{a+b\bar{x}+c\bar{y}} \quad (2)$$

$$I_2 = \frac{[(2\bar{x} - 1)(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2 + c\bar{y}^2 + a\bar{y}][(2\bar{x} - 1)r_1r_2(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2 + r_1r_2\bar{y}(a+c\bar{y}) + 2c\bar{x}\bar{y}(r_1 + r_2)]}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^4}$$

$$- \frac{b\bar{x}\bar{y}(r_1 + r_2) - 4c\bar{x}\bar{y}}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2} + \frac{\bar{y}(r_1 + r_2)}{a+b\bar{x}+c\bar{y}}(r_1 + r_2)(2\bar{x} - 1)$$

$$I_3 = I_{31} + I_{32} + I_{33} \quad (3)$$

$$I_{31} = \frac{2r_1r_2\bar{x}\bar{y}^2(a^2 + ac\bar{y} - bc\bar{x}\bar{y})}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^5} + \frac{2\bar{x}\bar{y}^2[(r_1 + r_2)c\epsilon + 2cr_1r_2(2\bar{x} - 1)]}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^3},$$

$$I_{32} = \frac{(r_1 + r_2)\epsilon(2a^2\bar{x}\bar{y} + 2ab\bar{x}^2\bar{y} + 2ac\bar{x}\bar{y}^2) + 2r_1r_2(2\bar{x} - 1)\bar{x}\bar{y}(a^2 + ab\bar{x} + ac\bar{y} - bc\bar{x}\bar{y}) + 2c\bar{x}\bar{y}^3r_1r_2}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^4},$$

$$I_{33} = \frac{2\bar{x}\bar{y}[(r_1 + r_2)c\epsilon(2\bar{x} - 1) + cr_1r_2(2\bar{x} - 1)^2]}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2}$$

设 $I_1I_2 - I_3 = f(\epsilon)$, 又由 Mathematica 软件得到, $f(\epsilon) = A\epsilon^2 + B\epsilon + C$.

其中 $A = 2(r_1 + r_2)(2\bar{x} - 1) + \frac{2\bar{x}\bar{y}(4c - br_1 - br_2)}{(a+b\bar{x}+c\bar{y})^2} + \frac{2\bar{y}(r_1 + r_2)}{a+b\bar{x}+c\bar{y}} > 0$ 恒成立(因 B, C 过于复杂此处不再具体给出), 从而关于 ϵ 的二次三项式 $f(\epsilon)$ 的判别式为 $\bar{\Delta} = B^2 - 4AC$.

若 $f(\epsilon) = 0$ 有两根, 则为 $\epsilon_1^-, \epsilon_2^-$.

定理 2.1 如果系统(0.1)中 $L < \frac{2}{2a+b}, 2c - br_1 - br_2 > 0, a^2 + ac\bar{y} - bc\bar{x}\bar{y} > 0$, 并且满足下列条件之一: (1) $\bar{\Delta} < 0$, (2) $\bar{\Delta} > 0, \epsilon < \epsilon_1^-$, (3) $\bar{\Delta} > 0, \epsilon > \epsilon_2^-$, 那么系统(0.1)的正平衡点 $E_2(\bar{x}, \bar{x}, \bar{y})$ 是局部渐近稳定的.

证明 由 Routh-Hurwitz 判据得到, 当 $H_1 = I_1 > 0, H_2 = \begin{bmatrix} I_1 & I_3 \\ 1 & I_2 \end{bmatrix} = I_1I_2 - I_3 > 0, H_3 =$

$$\begin{bmatrix} I_1 & I_3 & 0 \\ 1 & I_2 & 0 \\ 0 & I_1 & I_3 \end{bmatrix} = I_3(I_1I_2 - I_3) > 0 \text{ 时, } E_2(\bar{x}, \bar{x}, \bar{y}) \text{ 是局部渐近稳定的. 又由(2)式知, 当 } 2c - br_1 - br_2 > 0$$

时, $I_1 > 0$. 由(3)式知, 当 $a^2 + ac\bar{y} - bc\bar{x}\bar{y} > 0$ 时, $I_3 > 0$, 故定理得证.

3 数值模拟举例

例 3.1 考虑如下一个食饵-捕食系统:

$$\begin{cases} \dot{x}_1 = 2x_1 \left(1 - x_1 - \frac{y}{0.4 + 0.5x_1 + y} \right) + \epsilon(x_2 - x_1) \\ \dot{x}_2 = 3x_2 \left(1 - x_2 - \frac{y}{0.4 + 0.5x_2 + y} \right) + \epsilon(x_1 - x_2) \\ \dot{y} = y \left(-0.3 + \frac{x_1}{0.4 + 0.5x_1 + y} + \frac{x_2}{0.4 + 0.5x_2 + y} \right) \end{cases}$$

易验证满足定理 1.1、定理 1.2 的条件，下面用 Matlab 软件给出数值模拟(如图 1~图 4 所示)。

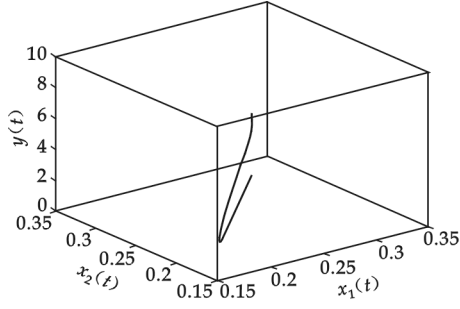


图 1 在正平衡点 E_2 附近取初值 $(0.28, 0.28, 5.4)$ 时轨线的走势图

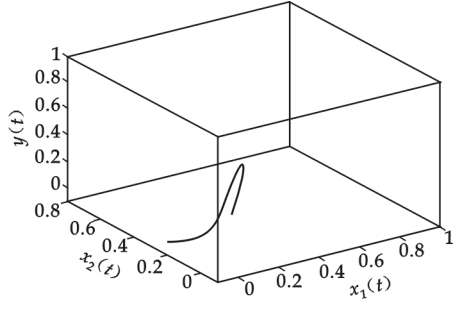


图 2 远离正平衡点 E_2 取初值 $(0.2, 0.1, 0.15)$ 时轨线的走势图

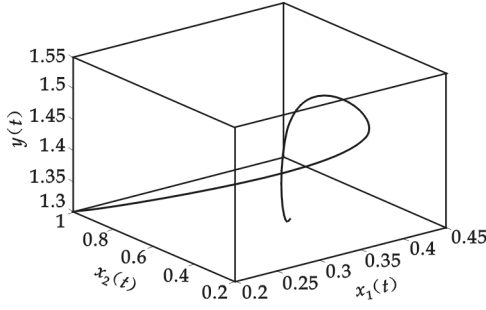


图 3 取初值点 $(0.2, 1, 1.3)$ 时轨线的走势图

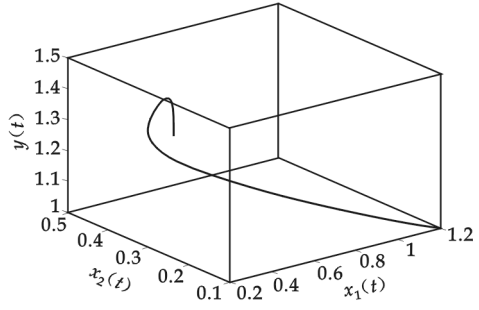


图 4 取初值点 $(1.2, 0.1, 1)$ 时轨线的走势图

由图 1~图 4 可以看出，满足定理 1.1、定理 1.2 条件的上述系统的正解是有界的，该系统在第一象限内存在一个吸引域，且该系统是强持续生存的，从而进一步验证了定理的准确性。

注：若在系统 (0.1) 中取 $c=0$ ，则该系统的功能反应函数变为 Holling II 类反应函数，本文的结论仍然成立，从而得到在不同斑块环境中，一类带 Holling II 类反应函数的捕食与被捕食模型的一些扩散性质，有一定的实用价值。

4 结束语

本文在捕食与被捕食模型中引入了 Bedding 类反应函数，使得系统的非负平衡点数量增多，系统分析的难度也随之加大。文中证明了这些非负平衡点都聚集在它的吸引域内，给出了该模型在不同斑块环境下的一些扩散性质，并对一些重要结论进行了数值仿真，更加全面地描述了此类系统的性态，补充和完善了张兴安、陈兰荪等人的结果^[5,6]，使扩散在此类模型中得到了更加广泛的应用。由定理 1.1、定理 2.1 可知，我们可以采取实际的策略，使种群数量保持稳定或产生周期性变化，从而达到生态平衡。

参考文献

[1] Y. TAKEUCHI, Z. LU. Permanence and global stability for competitive Lotka-volterra diffusion systems[J]. Nonlinear Analysis, 1995, (24): 91-104.
[2] Y. TAKEUCHI. Diffusion-mediated persistence in two-species competition Lotka-volterra model[J]. Math. Biosci., 1989, (95):

65-83.

- [3] Y. TAKEUCHI. Conflict between the need to forge and the need to avoid competition, persistence of two-species model[J]. Math. Biosci., 1990,(99): 181-194.
- [4] CHEN Feng-de, XIE Xiang-dong. Permanence and extinction in nonlinear single and multiple species system with diffusion[J]. Applied Mathematics and Computation, 2006,(177): 410-426.
- [5] 张兴安, 陈兰荪. 一类捕食与被捕食 LV 模型的扩散性质[J]. 系统科学与数学, 1999,19(4): 407-414.
- [6] ZHANG Xing-an, CHEN Lan-sun. The linear and nonlinear diffusion of the competitive Lotka-volterra model[J]. Nonlinear Analysis, 2007,(66): 2 767-2 776.
- [7] GE Zhi-hao, HE Yin-nian. Travelling wavefronts for a two-species predator-prey system with diffusion terms and stage structon [J]. Applied Mathematical Modelling, 2009,(33):1 356-1 365.
- [8] Edelstein-keshet L. Mathematical Model in Biology[M]. New York: Random House, 1988.
- [9] 原冠秀, 窦彩虹, 赵书红. 一类二次系统的 Hopf 分支[J]. 陕西科技大学学报, 2008, 26(5): 139-144.

DIFFUSIVE APPLICATIONS OF A CLASS OF PREDATOR- PREY MODEL WITH BEDDING FUNCTIONAL RESPONSE OVER TWO PATCHES

WU Hai-hui¹, DOU Ji-hong¹, WANG Qiu-fen²

(1. Department of Mathematics, Northwest University, Xi'an 710027, China; 2. College of Mathematics and Information Science, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China)

Abstract: The global and local behaviors of a class of a predator-prey model with Bedding functional response is studied in this passage . That the attraction domain exists in the first quadrant and all positive soluions are of strong persistence are proved. Which the positive equilibrium of the system is local asymptotical stable is given when certain conditions are satisfied in the model. Meanwhile, The model is more accurate than model without modifying factor. So the model is developed.

Key words: strong persistence; Bedding functional response; diffusive rate

(上接第 138 页)

ENTERPRISE EVOLUTIONARY DYNAMIC INTERACTION MODEL

ZHAO Jian, FENG Jun-hua

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

Abstract: This paper described the structure of DNA and model, through the biology of DNA and genes introduced the concept of the enterprise evolutionary studies. While this paper analyzes the mechanism of evolution, based on the enterprise DNA theory and taking advantage of Boolean algebra models. After further computing, we found that the matrix has the characteristics of self-organizing evolution, which can automatically have evolved independently of the original matrix that does not have the complexity. These results suggest that corporate evolution is the DNA-base interaction to result in the business organization and novelty toward a higher degree of self-organizing process.

Key words: enterprise evolution; enterprise DNA; Boolean algebra model

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0145-05

非奇异 H 矩阵的一个判定条件及一类实矩阵逆的无穷范数估计

杨亚强

(宝鸡文理学院数学系, 陕西 宝鸡 721013)

摘 要: 通过理论证明, 给出了判断一个矩阵为 H 矩阵的实用充分条件及一类实矩阵逆的无穷范数估计公式, 并给出数值例子进行了说明. 此结果对于判定系统的稳定性、特征值分布、线性方程组迭代解及矩阵范数估计等都具有重要的理论和实际意义.

关键词: 非奇异 H 矩阵; 对角占优; 严格对角占优; 无穷范数

中图分类号: O246

文献标识码: A

0 引言

在矩阵分析中, H 矩阵的判定和矩阵逆的无穷范数估计是目前研究的热门课题之一, 包括数学物理在内的许多实际问题均可归纳为大型稀疏矩阵的线性方程组的求解, 而线性方程组的讨论中往往假设系数矩阵是非奇异的 H 矩阵, 因为在许多迭代法中的迭代矩阵对于 H 矩阵都是收敛的^[1], 因而简捷、迅速地判定一个矩阵是否是 H 矩阵便成为理论和应用中一个十分有意义的问题. 另外在数值代数研究中往往要估计逆矩阵的范数, 但是已有的一些结论都假设需要估计的矩阵为严格对角占优矩阵, 这些都限制了估计矩阵的范围, 因为在实际研究中往往在很多种情况下要估计的矩阵并不是严格对角占优的. 本文给出了一个判断为 H 矩阵的简洁方法, 并依靠这种判定方法将矩阵逆范数的估计公式进行了推广, 去掉了严格对角占优这个条件, 扩大了可估计矩阵的范围.

1 定义及预备定理

定义 1^[1] 设 $M_n(C)$ 为 n 阶复矩阵的集合, $M_n(R)$ 为 n 阶实矩阵的集合, 设

$$A = (a_{ij}) \in M_n(C), R_i(A) = \sum_{j \neq i} |a_{ij}| \quad i, j = \{1, 2, \dots, n\}$$

若 $|a_{ii}| \geq R_i(A), i \in N$, 则称 A 为对角占优矩阵; 若 $|a_{ii}| > R_i(A), i \in N$, 则称 A 为严格对角占优矩阵.

引理 1 若 A 为严格对角占优矩阵, 则 A 为非奇异 H 矩阵.

引理 2^[1] 设 $A \in M_n(C)$, 如果存在正对角矩阵 X , 使得 AX 是非奇异 H 矩阵, 则 A 也是非奇异 H 矩阵.

引理 3^[1] 设 $M = (m_{ij})$ 为 $n \times n$ 矩阵, 且严格对角占优, 则有

$$\|M^{-1}\|_{\infty} \leq \max_i \left\{ \frac{1}{|m_{ii}| - \sum_{j \neq i} |m_{ij}|} \right\} \quad i, j = 1, 2, \dots, n$$

* 收稿日期: 2009-06-28

作者简介: 杨亚强(1978-), 男, 陕西省宝鸡市人, 硕士, 研究方向: 计算数学、并行和优化算法

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(10071048)、宝鸡文理学院重点科研资助项目(ZK08105)

在文章中记 $N_1 = \{i \in N : 0 < |a_{ii}| = R_i(A)\}$, $N_2 = \{i \in N : 0 < |a_{ii}| < R_i(A)\}$, $N_3 = \{i \in N : |a_{ii}| > R_i(A)\}$, 显然 $N_1 \cap N_2 = \emptyset$, $N_1 \cap N_3 = \emptyset$, $N_2 \cap N_3 = \emptyset$, $N_1 \cup N_2 \cup N_3 = N$, 规定 $\sum_{t \in \emptyset} \bullet = 0$. 则当 $N_1 \cup N_2 = \emptyset$ 时, A 为非奇异 H 矩阵, 而若 A 是非奇异 H 矩阵, A 至少有一个严格对角占优的行, 因此 $N_3 \neq \emptyset$, 由此我们总可以假设 $N_3, N_1 \cup N_2$ 非空^[2-4].

2 主要结果及证明

定理 1 设 $A = (a_{ij}) \in M_n(C)$ 且存在 δ 使得下面的式子成立:

$$|a_{ii}| > \sum_{t \in N_1, t \neq i} |a_{it}| + \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{it}| \quad (\forall i \in N_1) \quad (1)$$

$$|a_{ii}| > \frac{3R_i(A)}{2R_i(A) + \delta} \left[\sum_{t \in N_1} |a_{it}| + \sum_{t \in N_2, t \neq i} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{it}| \right] \quad (\forall i \in N_2) \quad (2)$$

其中 $|\delta| < \min R_i(A)$, $i \in N_2$.

则 A 是非奇异 H 矩阵.

证明: 由假设 $\forall i \in N_1$, 则有(3)式成立, $\forall i \in N_2$, 则有(4)式成立:

$$L_i = \frac{1}{\sum_{t \in N_3} |a_{it}|} \left[|a_{ii}| - \sum_{t \in N_1, t \neq i} |a_{it}| - \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| - \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{it}| \right] > 0 \quad (3)$$

$$L_i = \frac{1}{\sum_{t \in N_3} |a_{it}|} \left[\frac{2R_i(A) + \delta}{3R_i(A)} |a_{ii}| - \sum_{t \in N_1} |a_{it}| - \sum_{t \in N_2, t \neq i} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| - \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{it}| \right] > 0 \quad (4)$$

当 $\sum_{t \in N_3} |a_{it}| = 0$ 时, 记 $L_i = +\infty$, 显然 $\forall i \in N_1 \cup N_2, L_i > 0$, 因此一定存在充分小的 $\epsilon > 0$, 使得

$$0 < \epsilon < \min_{i \in N_1 \cup N_2} L_i \leq +\infty \quad (5)$$

构造 $X = \text{diag}(x_1, x_2, \dots, x_n)$, $\forall x_i > 0$, 其中

$$x_i = \begin{cases} 1 & i \in N_1 \\ \frac{2R_i(A) + \delta}{3R_i(A)} & i \in N_2 \\ \epsilon + \frac{R_i(A)}{|a_{ii}|} & i \in N_3 \end{cases} \quad \text{其中 } |\delta| < \min R_i(A), \quad i \in N_2$$

因为 $\epsilon \neq +\infty$, 故 $x_i \neq +\infty$, 显然 X 为正对角矩阵, 记 $B = AX = (b_{ij})$, 则 $b_{ij} = x_j a_{ij}$, $i, j = 1, 2, \dots, n$.

(1) $\forall i \in N_1$, 当 $\sum_{t \in N_3} |a_{it}| = 0$ 时, $\forall t \in N_3, a_{it} = 0$. 由(1)得

$$\begin{aligned} R_i(B) &= \sum_{t \in N_1, t \neq i} x_t |a_{it}| + \sum_{t \in N_2} x_t |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} x_t |a_{it}| \\ &= \sum_{t \in N_1, t \neq i} |a_{it}| + \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| < |a_{ii}| = |b_{ii}| \end{aligned}$$

当 $\sum_{t \in N_3} |a_{it}| \neq 0$ 时, 由(3)和(5)得

$$\begin{aligned} R_i(B) &= \sum_{t \in N_1, t \neq i} x_t |a_{it}| + \sum_{t \in N_2} x_t |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} x_t |a_{it}| = \sum_{t \in N_1, t \neq i} |a_{it}| \\ &+ \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} \left(\epsilon + \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} \right) |a_{it}| = \left(\sum_{t \in N_3} |a_{it}| \right) \epsilon + \sum_{t \in N_1, t \neq i} |a_{it}| \\ &+ \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{it}| < \frac{\sum_{t \in N_3} |a_{it}|}{\sum_{t \in N_3} |a_{it}|} \left[|a_{ii}| - \sum_{t \in N_1, t \neq i} |a_{it}| \right] \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
& - \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| - \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{it}|} |a_{it}| + \sum_{t \in N_1, t \neq i} |a_{it}| + \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| \\
& + \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{it}|} |a_{it}| \Big] = |a_{ii}| = |b_{ii}|
\end{aligned}$$

(2) 当 $\forall i \in N_2, \sum_{t \in N_3} |a_{it}| = 0$ 时, $\forall t \in N_3, a_{it} = 0$. 由(2)得

$$\begin{aligned}
R_i(B) &= \sum_{t \in N_1, t \neq i} x_t |a_{it}| + \sum_{t \in N_2} x_t |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} x_t |a_{it}| = \sum_{t \in N_1} |a_{it}| \\
&+ \sum_{t \in N_2, t \neq i} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| < \frac{2R_i(A) + \delta}{3R_i(A)} |a_{ii}| = |b_{ii}|
\end{aligned}$$

当 $\sum_{t \in N_3} |a_{it}| \neq 0$ 时, 由(4)和(5)得

$$\begin{aligned}
R_i(B) &= \sum_{t \in N_1, t \neq i} x_t |a_{it}| + \sum_{t \in N_2} x_t |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} x_t |a_{it}| = \sum_{t \in N_1} |a_{it}| \\
&+ \sum_{t \in N_2, t \neq i} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} \left(\epsilon + \frac{R_t(A)}{|a_{it}|} \right) |a_{it}| = \left(\sum_{t \in N_3} |a_{it}| \right) \epsilon + \sum_{t \in N_1} |a_{it}| \\
&+ \sum_{t \in N_2, t \neq i} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{it}|} |a_{it}| < \frac{\sum_{t \in N_3} |a_{it}|}{\sum_{t \in N_3} |a_{it}|} \left[\frac{2R_i(A) + \delta}{3R_i(A)} |a_{ii}| \right. \\
&- \sum_{t \in N_1} |a_{it}| - \sum_{t \in N_2, t \neq i} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| - \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{it}|} |a_{it}| + \sum_{t \in N_1} |a_{it}| \\
&\left. + \sum_{t \in N_2, t \neq i} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{it}|} |a_{it}| \right] = \frac{2R_i(A) + \delta}{3R_i(A)} |a_{ii}| = |b_{ii}|
\end{aligned}$$

(3) 当 $j \in N_3, \forall t \in N_2, 0 < \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} < 1, \forall t \in N_3, 0 < \frac{R_t(A)}{|a_{it}|} < 1$, 所以

$$\sum_{t \in N_1} |a_{jt}| + \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{jt}| + \sum_{t \in N_3, t \neq j} \frac{R_t(A)}{|a_{jt}|} |a_{jt}| - R_j(A) \leq 0$$

而 $|a_{jj}| - \sum_{t \in N_3, t \neq j} |a_{jt}| > 0$, 故

$$\begin{aligned}
m_j &= \frac{1}{|a_{jj}| - \sum_{t \in N_3, t \neq j} |a_{jt}|} \left[\sum_{t \in N_1} |a_{jt}| + \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{jt}| \right. \\
&\left. + \sum_{t \in N_3, t \neq j} \frac{R_t(A)}{|a_{jt}|} |a_{jt}| - R_j(A) \right] \leq 0
\end{aligned} \tag{6}$$

由 $\epsilon > 0$ 得 $\epsilon > m_j, \forall j \in N_3$, 由(6)得

$$\begin{aligned}
|b_{jj}| - R_j(B) &= x_j |a_{jj}| - \sum_{t \in N_1} x_j |a_{jt}| - \sum_{t \in N_2} x_j |a_{jt}| - \sum_{t \in N_3, t \neq j} x_j |a_{jt}| \\
&= \left(\epsilon + \frac{R_j(A)}{|a_{jj}|} \right) |a_{jj}| - \sum_{t \in N_1} |a_{jt}| - \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{jt}| \\
&- \sum_{t \in N_3, t \neq j} \left(\epsilon + \frac{R_t(A)}{|a_{jt}|} \right) |a_{jt}| = \epsilon \left(|a_{jj}| - \sum_{t \in N_3, t \neq j} |a_{jt}| \right) + R_j(A) - \sum_{t \in N_1} |a_{jt}| \\
&- \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{jt}| - \sum_{t \in N_3, t \neq j} \frac{R_t(A)}{|a_{jt}|} |a_{jt}| > \frac{|a_{jj}| - \sum_{t \in N_3, t \neq j} |a_{jt}|}{|a_{jj}| - \sum_{t \in N_3, t \neq j} |a_{jt}|} \left[\sum_{t \in N_1} |a_{jt}| \right. \\
&\left. + \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{jt}| + \sum_{t \in N_3, t \neq j} \frac{R_t(A)}{|a_{jt}|} |a_{jt}| - R_i(A) + R_j(A) \right]
\end{aligned}$$

$$-\sum_{t \in N_1} |a_{jt}| - \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{jt}| - \sum_{t \in N_3, t \neq j} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{jt}| \Big] = 0$$

即 $|b_{jj}| > R_j(B)$.

综上所述, $\forall i \in N$ 都有 $|b_{jj}| > R_j(B)$, 故由定义 1 可知 B 为严格对角占优矩阵, 从而 B 为非奇异 H 矩阵, 再由引理 2 即 A 为非奇异 H 矩阵^[5-7].

定理 2 设 $A = (a_{ij}) \in M_n(C)$, 且存在 δ 使得下面的式子成立:

$$|a_{ii}| > \sum_{t \in N_1, t \neq i} |a_{it}| + \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{it}| \quad (\forall i \in N_1)$$

$$|a_{ii}| > \frac{3R_i(A)}{2R_i(A) + \delta} \left[\sum_{t \in N_1} |a_{it}| + \sum_{t \in N_2, t \neq i} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{it}| + \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{it}| \right] \quad (\forall i \in N_2)$$

则 $\|A^{-1}\|_{\infty} \leq \max_i (L_{ij}), i=1, 2, 3$, 此时 $j \in N_i$, 其中 $0.5 \min R_i(A) < \delta < \min R_i(A), i \in N_2$.

$$L_{1j} = \left[|a_{jj}| - \left(\sum_{t \in N_1, t \neq j} |a_{jt}| + \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{jt}| + \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{jt}| \right) \right]^{-1} \quad j \in N_1$$

$$L_{2j} = \left[\frac{2R_j(A) + \delta}{3R_j(A)} |a_{jj}| - \left(\sum_{t \in N_1} |a_{jt}| + \sum_{t \in N_2, t \neq j} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{jt}| + \sum_{t \in N_3} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{jt}| \right) \right]^{-1} \quad j \in N_2$$

$$L_{3j} = \left[\frac{R_j(A)}{|a_{jj}|} |a_{jj}| - \left(\sum_{t \in N_1} |a_{jt}| + \sum_{t \in N_2} \frac{2R_t(A) + \delta}{3R_t(A)} |a_{jt}| + \sum_{t \in N_3, t \neq j} \frac{R_t(A)}{|a_{tt}|} |a_{jt}| \right) \right]^{-1} \quad j \in N_3$$

证明: 构造一个对角矩阵 $X = \text{diag}(x_1, x_2, \dots, x_n), \forall x_i > 0$, 其中

$$x_i = \begin{cases} 1 & i \in N_1 \\ \frac{2R_i(A) + \delta}{3R_i(A)} & i \in N_2 \\ \frac{R_i(A)}{|a_{ii}|} + \epsilon & i \in N_3 \end{cases} \quad \text{其中 } 0.5 \min R_i(A) < \delta < \min R_i(A) \quad i \in N_2$$

记 $B = AX = (b_{ij})$, 则 $b_{ij} = x_j a_{ij}, i, j = 1, 2, \dots, n$. (7)

由定理 1 的证明过程, 可以知道 B 为严格对角占优矩阵, 即为非奇异 H 矩阵, 而由 (7) 可知 $B = AX$, 则 $A = BX^{-1}$, 即 $A^{-1} = XB^{-1}$. 故由矩阵无穷范数的定义可以得到: $\|A^{-1}\|_{\infty} = \|XB^{-1}\|_{\infty} \leq \|X\|_{\infty} \|B^{-1}\|_{\infty}$, 由 X 的构造可以知道 $\|X\|_{\infty} = 1$, 即: $\|A^{-1}\|_{\infty} = \|XB^{-1}\|_{\infty} \leq \|B^{-1}\|_{\infty}$, 再由引理 [3] 可得:

$$\|A^{-1}\|_{\infty} \leq \max_i \left\{ \frac{1}{|b_{ii}| - \sum_{j \neq i} |b_{ij}|} \right\} = \max_i (L_{ij}) \quad i=1, 2, 3 \text{ 时 } j \in N_i$$

定理证明完毕.

3 数值例子

$$\text{例 1 } A = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 2 & 5.8 & 2 & 0 & 10 \\ 0 & 0 & 8 & 10 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 20 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 & 20 \end{bmatrix}, \text{ 其中 } N_1 = \{1\}, N_2 = \{2, 3\}, N_3 = \{4, 5\}.$$

由定理 1 的判定条件要有: $6.5333 < \delta < 14$, 而 $|\delta| < \min R_i(A) = 10$, 因此只要取 $\delta = 9$ 就可以满足定理 1 的判定条件, 所以由定理 1 的判定结果可以知道这是一个非奇异 H 矩阵.

$$\text{例 2 } A = \begin{bmatrix} 1 & 0.5 & 0.5 \\ 0.2 & 1 & 0.9 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}, \text{ 其中 } N_1 = \{1\}, N_2 = \{2\}, N_3 = \{3\}.$$

这里 $\epsilon = \frac{1}{3}$, 由定理 1 的计算方法可以得到 δ 需满足 $-1.1 < \delta < 1.1$ 即可, 由此可根据定理 1 的判定结果知道 A 是非奇异 H 矩阵. 再根据定理 2 对 δ 的约束最终可以得到 $0.55 < \delta < 1.1$.

由定理 2 的计算过程可得: $L_{11} = \frac{3.3}{1.65 - 0.5\delta}$, $L_{22} = \frac{3.3}{0.55 + \delta}$, 在 δ 的取值范围内可得: $2 < L_{ii} \leq 3, i = 1, 2, 3$, 所以由定理 2 的结果可以知道 $\|A^{-1}\|_{\infty} \leq 3$, 而由 MATLAB 软件可以计算 $\|A^{-1}\|_{\infty} = 2.222$, 可见估计结果是比较精确的.

注: (1) 定理 1 的判定适用范围是比较广泛的, 对以前的一些比较著名的判定结论进行了推广. 比如:

$$|a_{22}| = 5.8 < 5.804 = \frac{R_2(A)}{R_2(A) - |a_{22}|} \left[|a_{21}| + \frac{R_3(A) - |a_{33}|}{R_3(A)} |a_{23}| + \frac{R_4(A)}{|a_{44}|} |a_{24}| + \frac{R_5(A)}{|a_{55}|} |a_{25}| \right]$$

所以用文献[3]的定理无法判定.

$$|a_{11}| = 1 = |a_{12}| + |a_{13}| + \frac{R_4(A)}{|a_{44}|} |a_{14}| + \frac{R_5(A)}{|a_{55}|} |a_{15}|$$

所以用文献[4]的定理无法判定.

$$|a_{22}| = 5.8 < 11.103 = \frac{R_2(A)}{|a_{22}|} \left[\frac{|a_{11}|}{R_1(A)} |a_{21}| + \frac{|a_{33}|}{R_3(A)} |a_{23}| + \frac{R_4(A)}{|a_{44}|} |a_{24}| + \frac{R_5(A)}{|a_{55}|} |a_{25}| \right]$$

所以用文献[5]的定理无法判定.

(2) 由数值例子例 2 可以看出定理 2 的估计结果也是比较精确的, 最关键的是不再要求 A 是严格对角占优矩阵, 扩大了文献[1]中估计公式的适用范围.

4 结束语

本文给出了一个判定矩阵为 H 矩阵的实用充分条件及一类实矩阵逆的无穷范数估计公式, 这个判定条件扩大了以往文献所给的判定范围, 特别是无穷范数的估计公式对于判定迭代法收敛以及系统的稳定性都有重要作用. 另外对于文中 δ 取值可以再加以约定, 将会使估计的结果更精确, 限于篇幅将另著文给出.

参考文献

- [1] 胡家赣. 线性方程组迭代解法[M]. 北京: 科学出版社, 1991.
- [2] 杨亚强, 于建伟. 一个不可约矩阵非奇异 H 矩阵的判定条件[J]. 宝鸡文理学院学报, 2007, 27(1): 36-38.
- [3] 干泰彬. 非奇异 H 矩阵的实用充分条件[J]. 计算数学, 2004, (1): 109-116.
- [4] 黄廷祝. 非奇异 H 矩阵的简捷判据[J]. 计算数学, 1993, (3): 318-328.
- [5] 逢明贤. 广义对角占优矩阵的判定及应用[J]. 数学年刊, 1985, (3): 323-330.
- [6] 孙丽英, 许兴业. H 矩阵的刻化及一类实矩阵逆的上下界估计[J]. 云南大学学报, 2005, 27(4): 285-288.
- [7] 黄 荣, 刘建洲. 非奇 H 矩阵的实用性新判定[J]. 高校数学学报 A 辑, 2007, 22(1): 111-119.

(下转第 157 页)

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0150-04

完全区组设计在化学实验上的应用

刘利华¹, 罗小民², 杨 勇¹

(1. 陕西科技大学理学院, 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: 研究了如何利用实验数据的平均值来推断单因子对指标是否有显著的影响, 采用了完全化区组设计、方差分析、T 法等方法, 得到了推断单因子的各水平对指标的影响是否有显著差异的统计方法, 若影响有显著的差异, 还有判别具体哪两个水平之间对指标的影响有显著差异的方法, 通过实例说明了它在化学实验上的应用。

关键词: 完全区组设计; 效应模型; 参数估计; 方差分析; T 法

中图分类号: O212.6

文献标识码: A

0 引言

化学实验对筛选是通过指标的平均值进行的, 一般这些平均值是不相等的, 它们中的最值对应的单因子水平是否是最佳的, 还需要进一步证明. 基于统计学分析的相关定理, 介绍如何证明一个因子对某个重要指标的影响是否具有显著性且通过一个具体例子来说明该方法在化学实验设计上的应用。

陕西科技大学是以轻化工为特色的综合性大学, 许多专业的课题研究要基于大量的实验. 在不增加甚至减少实验次数的前提下, 怎么做能使有限的实验数据更具说服力、科学性、可靠性, 就需要对实验进行设计, 达到消除实验的系统误差和对数据统计分析的目的. 通过对实验数据统计分析, 得出相对科学、具有说服力的定性或定量推断, 从而提高实验效率. 而进行试验设计仅凭专业知识还不够, 因为对实验数据进行统计分析时要用到统计学知识, 这跟专业知识关系不大. 只有数学老师与专业人员精诚合作才能做出一个科学、合理的实验设计, 并在合作中充分发挥各自的特长。

1 随机化区组设计的步骤

实验的目的是回答一个或几个经过精心构思的问题的实践活动. 一项实验必须要有明确的目的. 例如为提高产品产量或质量而寻找最佳的或最满意的工艺参数搭配。

指标是用于衡量实验结果好坏的特性值; 因子是影响实验结果的因素, 因子所处的状态称为水平(或处理). 在明确了要考察的因子及其水平后对实验进行总体安排称为实验设计, 这里所指的试验设计包括实验数据处理. 在试验设计中比较某因子的 v 个水平时, 总希望实验的其它条件尽可能保持不变, 使得比较 v 个水平的统计推断更为可信, 但有时不能保证其它条件保持不变, 就可以把全部实验单元分为若干各组使得每个组内的各实验条件尽可能保持不变, 这样的组叫区组, 如何建立区组叫区组设计。

本文主要介绍如何证明某个因子对某个重要指标的影响是否具有显著性差异的区组设计方法, 它对实验的单因子水平筛选具有指导意义。

1.1 实验的设计

例 1, 化学制剂对布料有侵蚀作用, 从而降低布料的抗拉强度. 某工程师研究出一种能抗化学制剂的新型布料, 为检验新型布料的这种功能, 选定 4 种化学制剂对新型布料进行实验。

* 收稿日期: 2009-06-30

作者简介: 刘利华(1966), 女, 陕西省杨凌人, 副教授, 研究方向: 控制理论、数理统计

实验要回答的问题是选定的 4 种化学制剂对新型布料的抗拉强度的影响是否有显著的差异。工程师选了 5 匹新型布料进行实验,实验设计首先遇见的问题是要不要考虑到布匹间的差异。第一种方法是:不考虑布匹间的差异,随便取大小一样的 20 块新型布料,随机选出 5 块涂上化学制剂 A_1 ,然后在余下的 15 块中再随机选出 5 块,涂上化学制剂 A_2 ,其余类推。这就是完全随机化设计,此种设计要求除被考察的因子外其它条件尽可能保持不变,否则可能得到错误的结论。

第二种方法是:考虑到布匹的差异,把一匹布作为一个区组,选了 5 匹布,用 4 种化学制剂对每匹布进行实验。这个实验设计就是一个处理为 $v=4$,区组为 $b=5$ 的随机化完全区组设计。在每个区组内进行随机化实验,即从每布匹中取大小相同的 4 块,并随机选择一块,涂上一种化学制剂 A_1 ,再随机选出一块,涂上化学制剂 A_2 ,其余类推。再分别测试每块布料的抗拉强度,并对每个试验数据减去 70,所得数据见表 1。

其中:

表 1 试验数据(原始数据-70)

水平	区组						T_j	\bar{T}_i
	1	2	3	4	5			
1	3	-1	3	1	-3	3	0.6	
2	3	-2	4	2	-1	6	1.2	
3	5	2	4	3	-2	12	2.4	
4	5	2	7	5	2	21	4.2	
B_j	16	1	18	11	-4	$T=42$		
B_i	4	0.25	4.5	2.75	-1	$\bar{y}=2.1$		

$$T_i = \sum_{j=1}^b \quad \bar{T}_i = T_i/b \quad i=1,2,\cdots,v \tag{1}$$

$$B_i = \sum_{i=1}^v y_{ij} \quad \bar{B}_j = T_j/v \quad j=1,2,\cdots,b \tag{2}$$

由表 1 可知,布匹被侵蚀后的平均抗拉强度分别为 0.6、1.2、2.4、4.2,显然是有差异的,但还不能说明 A_1 对布的侵蚀最强, A_4 对布的侵蚀最弱。常用的办法是再重复进行实验,这就要成倍增加实验次数。另一种方法就是本文所介绍的,通过统计分析来确定该例中的平均抗拉强度的差异是否为显著的。

1.2 数据的统计模型

上述实验数据 y_{ij} 具有一定的结构,它的统计模型^[2]是

$$y_{ij} = \mu + a_i + b_j + \epsilon_{ij} \quad i=1,2,\cdots,v \quad j=1,2,\cdots,b \tag{3}$$

其中 μ 为总均值; a_i 为 i 第个处理的效应($a_i = \mu_i - \mu$) 满足 $\sum_{i=1}^v a_i = 0$; b_j 为第 j 个区组的效应满足 $\sum_{j=1}^b b_j = 0$,这些均是待估参数, ϵ_{ij} 为试验误差,它们是相互独立同分布于 $N(0, \sigma^2)$ 的随机变量,其中 σ^2 为误差方差,也是待估参数。

1.3 参数估计

利用最小二乘法^[1]估计参数,得各参数估计分别是:

$$\hat{\mu} = \bar{y}, \hat{a}_i = \bar{T}_i - \bar{y} \quad i=1,2,\cdots,v; \hat{b}_j = \bar{B}_j - \bar{y} \quad j=1,2,\cdots,b.$$

残差是
$$\epsilon_{ij} = y_{ij} - \hat{y}_{ij} = y_{ij} - \bar{T}_i - \bar{B}_j + \bar{y} \tag{4}$$

实验数据 y_{ij} 服从正态分布 $N(\mu + a_i + b_m, \sigma^2)$,它们涉及 $v \times b$ 个正态总体,且这些总体的方差都相同。

1.4 模型的适合性检验

在方差分析前必须确定实验数据 y_{ij} 是否具有正态性、方差齐性和相互独立性。否则,方差分析中的检验统计量 F 不再服从 F 分布,从而方差分析结果是不可靠的。

如果数据是在相同的或相似的试验环境下产生的,常可以认为误差方差近似达到齐性。另外,试验的独立性也可以保证所得数据的独立性。现在唯一要求对数据的正态性做出诊断^[3],方法之一是借助于残差分析。如果当确认观察值不服从正态分布时,采用数据变换的方法,使变换后的数据服从或近似服从正态分布。

1.5 方差分析

随机化完全区组设计的重点是 v 个处理效应是否彼此相等,即需要检验的一对假设是:

$H_0 : a_1 = a_2 = \cdots = a_v = 0$ 对 $H_1 : \text{诸 } a_i \text{ 不全为零.}$

在实验数据满足正态性,方差齐性和相互独立性这三个基本假设的情况下,用方差分析来检验这对假设. 在(3)式的模型中共有 $v \times b$ 个观察值,通过分解总平方和 $S_T = \sum_{i=1}^v \sum_{j=1}^b (y_{ij} - \bar{y})^2$,对表 1 中的实验数据

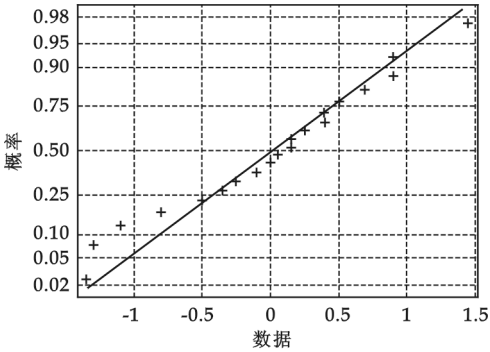


图 1 正态概率图

用下面的公式^[3]进行计算,

$$S_T = \sum_{i=1}^v \sum_{j=1}^b y_{ij}^2 - \frac{T^2}{vb} \quad f_T = vb - 1 \quad (5)$$

$$S_A = \frac{1}{b} \sum_{i=1}^v T_i^2 - \frac{T^2}{vb} \quad f_A = v - 1 \quad (6)$$

$$S_B = \frac{1}{v} \sum_{j=1}^b B_j^2 - \frac{T^2}{vb} \quad f_B = b - 1 \quad (7)$$

$$S_e = S_T - S_A - S_B \quad f_e = (v - 1)(b - 1) \quad (8)$$

可得方差分析表,给显著性水平为 α ,由 $F(v-1,(v-1)(b-1))$,分布表查出临界值,得到拒绝域. 来判断此因子对指标的影响是否有显著性差异,若有显著性差异就要进行多重比较,推断出到底哪些因子之间有显著性差异.

1.6 多重比较

用 T 法对 v 个处理进行多重比较. 显著水平为 α 的临界值^[3]为 $c = q_{1-\alpha}(v,(v-1)(b-1))\sqrt{MS_e/b}$,由方差分析表得误差均方和 MS_e ,查 t 化极差统计量的分位数表^[3] $q_{1-\alpha}(v,(v-1)(b-1))$,拒绝域为:

$$|\bar{T}_i - \bar{T}_j| > q_{1-\alpha}(v,(v-1)(b-1))\sqrt{MS_e/b} \quad i < j$$

表 2 方差分析表

来源	平方和	自由度	均方和	F 比
处理	37.8	3	12.6	14.16
区组	91.3	4	22.83	
误差	10.7	12	0.89	
合计	139.8	19		

按上述步骤来分析例 1 的数据,由(4)式和表 1 可得 20 个残差,按从小到大排序,利用 Matlab 画出残差的正态概率图(如图 1 所示),从该图看出,没有非正态性的显著标志,可认为该残差近似为正态分布,即实验数据具有正态性.

由公式(5)~(8)可得表 2.

若取显著性水平 $\alpha = 0.05$,则临界值 $F_{0.95}(3,12) = 3.49$,由于 $F > 3.49$,从而拒绝 H_0 ,故 4 种化学制剂对新型布料的抗拉强度的影响有显著差异,不同的制剂对布料的抗拉强度影响有强有弱. 于是就可以肯定 A_1 对布的侵蚀最强, A_4 对布的侵蚀最弱.

由表 2 得: $MS_e = 0.89$,查 t 化极差统计量的分位数表^[3] $q_{1-\alpha}(v,f_e) = 4.20$,拒绝域为: $|\bar{T}_i - \bar{T}_j| > 4.20 \times \sqrt{0.89/5} = 1.76$ 表示第 i 个处理与第 j 个处理间有显著差异. 从表 1 可查得

$$|\bar{T}_1 - \bar{T}_2| = 0.6; |\bar{T}_1 - \bar{T}_3| = 1.8 > 1.76; |\bar{T}_1 - \bar{T}_4| = 3.6 > 1.76$$
$$|\bar{T}_2 - \bar{T}_3| = 1.2; |\bar{T}_2 - \bar{T}_4| = 3.0 > 1.76; |\bar{T}_3 - \bar{T}_4| = 1.8 > 1.76$$

除了平均抗拉强度 0.6 与 1.2,1.2 与 2.4 的差异是不显著的,其它的差异均为显著的,即可以认为除了 A_1 与 A_2 侵蚀一样强、 A_2 与 A_3 的侵蚀一样强外,其它各对制剂对布匹的侵蚀程度均有显著差异,例如 0.6 与 2.4 差异是显著,可以肯定 A_1 比 A_3 的腐蚀性强.

工程师得到的结论是:新型布料抗化学制剂的能力有显著性差异;只有 A_1 与 A_2 、 A_2 与 A_3 两对制剂对新型布料的侵蚀程度无显著差异,其余各对化学制剂对布料的侵蚀程度均显著差异,说明新型布料抗化学制剂的能力不稳定,还有待于提高.

2 随机化区组设计的优点

例 1 中试验设计没有用完全随机化设计,而用了随机化区组设计,现在从设计中剔除区组,只进行完全随机化设计,若所得数据恰巧跟表 1 相同,则可得到方差分析表 3.

若取显著性水平 $\alpha=0.05$, 则临界值 $F_{0.95}(3,12)=3.49$, 由于 $F<3.49$, 故不能拒绝 H_0 , 即 4 种制剂对布匹没有显著差异, 得到完全相反的结论, 就是因为实验设计时没有进行区组设计. 可见随机化区组设计的优点是可以克服某些特征上的差别对实验的干扰, 所导致的错误结论. 另外, 由表 2 还可得到该试验的误差方差 σ 的估计: $\hat{\sigma}^2=0.89$, 其标准差的估计 $\hat{\sigma}=0.94$.

上述的随机化完全区组设计中区组效应是固定的, 5 匹布料是被选定的. 如果实验变为 5 匹布, 而且是从生产的布匹中随机抽取的, 区组效应 b_j 就为随机的, 且 $b_j \sim N(0, \sigma_b^2)$, 其中 σ_b^2 是区组效应的方差分量, 由表 2 可得其估计量为

$$\hat{\sigma}_b^2 = \frac{MS_B - MS_e}{4} = \frac{22.83 - 0.89}{4} = 5.485$$

其标准差的估计 $\hat{\sigma}_b=2.34$; $\hat{\sigma}_b/\hat{\sigma}=2.49$, 这个数字不近似等于 1, 表明生产的布匹一致性较差, 因此对该布匹进行划分区组是十分必要的.

3 结束语

在明确了单因子与指标后, 随机化区组设计的数据经过正态性检验、方差分析、多重比较, 可推断出, 单因子的各水平对某一指标的影响是否有显著差异; 若影响有显著差异, 还能判别出具体哪两个处理之间的影响有显著性差异, 哪两个处理间的影响不存在显著性差异, 则可根据需要筛选出单因子的最佳水平.

参考文献

[1] 茆诗松, 王静龙, 濮晓龙. 高等数理统计[M]. 高等数学出版社、施普林格出版社, 1998: P134-139.
[2] 王松桂, 史建红. 线性模型引论[M]. 科学出版社, 2004: 262-267.
[3] 茆诗松, 周纪芾. 试验设计[M]. 中国统计出版社, 2004: 69-77, 394.
[4] 王万中. 试验的设计与分析[M]. 高等教育出版社, 2004: 201-209.
[5] 王如德. 单因素重复测量设计与随机区组设计资料处理异同解析[J]. 中国医院统计, 2008, 15(2): 102-104.
[6] 吉庆兵. 一类部分均衡不完全区组设计的构造[J]. 重庆师范学院学报(自然科学版), 2001, 18(3): 65-67.

COMPLETE BLOCK DESIGN

LIU Li-hua¹, LUO Xiao-min², YANG Yong¹

(1. Faculty of Science, 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: It is studied that means of data concluded whether or not the levels of one-way factor affected remarkably index. Analysis of variance and Tukey method were applied in data statistic test whether or not the levels of one-way factor affect remarkably index of data, If the factor was remarkable effect, then a couple of levels have remarkable effect. A example of one-way factor test showed that how to use this method in design of chemistry experiment.

Key words: the complete block design; effects model; parametric estimation; analysis of variance

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0154-04

我国铝土矿资源开发利用现状及其产业研究

李 昊, 王庆飞

(中国地质大学(北京)地球科学与资源学院, 北京 100083)

摘 要:矿产资源是人类社会进步与经济发展的重要物质基础,也是可持续发展不可缺乏的重要资源,它的不可再生性和发展的可持续性要求我们必须以最小的能源消耗来实现最大化的经济发展.作者以铝土矿为例,对其资源开发利用情况及产业发展现状进行了研究.

关键词:矿产资源;铝土矿;产业经济;铝工业

中图分类号:TD982

文献标识码:A

0 引言

铝土矿是重要的矿产资源,我国铝土矿的找矿工作最早始于1924年,当时由日本人板本峻雄等对辽宁省辽阳、山东省烟台地区的矾土页岩进行了地质调查.此后,日本人小贯义男等人以及我国学者王竹泉、谢家荣、陈鸿程等先后对山东淄博地区、河北唐山和开滦地区、山西太原、西山和阳泉地区、辽宁本溪和复州湾地区的铝土矿与矾土页岩进行了专门的地质调查.我国南方铝土矿的调查始于1940年,首先是边兆祥对云南昆明板桥镇附近的铝土矿进行了调查.随后,1942~1945年,彭琪瑞、谢家荣、乐森王寻等人先后对云、贵、川等地的铝土矿、高铝粘土矿进行了地质调查和系统采样工作.总起来说,新中国成立以前的工作多属一般性的踏勘和调查研究性质.

铝土矿真正的地质勘探工作是从新中国成立后开始的.1950年北京地质学院冯景兰和张伯声教授在河南小关发现了铝土矿,为我国在华北地区寻找铝土矿开辟了新局面;此后,又相继在河南洛阳、许昌、开封、新乡等地勘探了为数众多的铝土矿床,提交了巨大的铝土矿储量.1953~1955年间,冶金部和地质部的地质队伍先后对山东淄博铝土矿、河南巩县小关一带铝土矿(如竹林沟、茶店、水头及钟岭等矿区)、贵州黔中一带铝土矿(如林夕、小山坝、燕垌等矿区)、山西阳泉白家庄矿区等进行了地质勘探工作.但是,当时由于缺少铝土矿的勘探经验,没有结合中国铝土矿的实际情况而盲目套用原苏联的铝土矿规范,致使1960~1962年复审时大部分地质勘探报告都被降了级,储量也一下减少了许多.1958年以后,我国对铝土矿的勘探积累了一定的经验,在大搞铜铝普查的基础上,又发现和勘探了不少矿区,其中比较重要的有河南张窑院、广西平果、山西孝义克俄、福建漳浦、海南蓬莱等铝土矿矿区.

1 我国铝土矿开采简史

我国铝土矿的开采最早始于1911年,当时日本人首先对我国辽宁省复州湾铝矾土矿进行了开采,随后于1925~1941年又对我国辽宁省辽阳、山东烟台矿区A、G两层铝土矿进行了开采.以上开采多用作耐火材料.1941~1943年日本人对我国山东省淄博铝土矿湖田和沔水矿区的田庄、红土坡矿段进行了开采,矿石用作炼铝原料,后来台湾铝业公司也曾进行过小规模开采供炼铝用.

我国铝土矿大规模开发利用是从新中国成立后开始的,1954年首先恢复了以前日本人曾小规模开采

* 收稿日期:2009-06-26

作者简介:李 昊(1984-),河南省洛阳市人,男,在读博士生,研究方向:资源产业经济方向研究

过的山东沔水矿山,1958年以后在山东、河南、贵州等省先后建设了501、502、503 3大铝厂.为了满足这3大铝厂对铝土矿的需求,在山东、河南、山西、贵州等省建成了张店铝矿、小关铝矿、洛阳铝矿、修文铝矿、清镇铝矿、阳泉铝矿等铝矿原料基地.

进入20世纪80年代,我国铝土矿的地质勘探和铝工业得到了迅速发展,在山东、河南、贵州、山西和广西等省区建设了一批重点矿山,并建成了山东铝厂、郑州铝厂、贵州铝厂、山西铝厂、中州铝厂、平果铝厂6大氧化铝生产基地.我国第一个铝工业基地是1954年建成的山东铝厂,它先后建成露天矿山2座、地采矿山2座,矿山设计生产能力为60万吨/年.而后,我国于1965年建成国内最大的郑州铝工业基地,先后建成6座露天矿山,矿山设计生产能力为开采铝土矿115万吨/年.上世纪80年代末建成了山西铝厂,并建成露天铝土矿山1座,设计生产能力为180万吨/年.1993年我国又建成了中州铝厂.我国原铝年产量由1954年的不足2000吨发展到了2005年的741万吨,建立了从地质、矿山到冶炼加工一整套完整的铝工业体系,基本可满足我国经济建设的需要^[1].

铝土矿的开采形式一是国有自建矿山,按照矿山设计进行规模化开采;二是国企与地方联合开发矿山,依据矿石储量多少及矿床开采难易程度分别按设计进行机械化或人工开采;三是乡镇、个体采矿点,其工艺落后,基本上是人工或半机械化开采.

上世纪六、七十年代,铝工业国有矿山一枝独秀,自采自给.上世纪80年代之后,两大行业用户竞相争购高品位铝矿.耐火材料销售渠道拓展,高铝矿石供不应求.氧化铝工业快速发展,各大氧化铝厂又向高品位富矿要效益,于是自建矿山因先天不足而被迫停产,收购矿石自在情理之中,形成了目前的以民采矿为主或完全依赖的局面,导致民采矿全国遍地开花,采富弃贫,无序开采,造成了资源的严重浪费,使高铝富矿面临枯竭,中低品位矿石大量堆弃,或采而成为呆矿.

截止到本世纪初,河南省铝土矿开采量最大(400万吨),以开发高品位铝土矿为主,除满足本省两大铝厂混联法和烧结法生产氧化铝原料需求外,每年还向山东、山西供应100多万吨铝土矿,还有大量高品位铝土矿用于国内外耐火材料业^[2].山西铝土矿资源最丰富,但多数资源勘探程度较低,矿石品位也较河南低,开发条件较差.山西铝厂混联法生产氧化铝所用的高铝原矿由山西本省供应的不足1/2,大部分高铝矿石靠河南供应.山西还具有世界上最好的耐火材料原料铝土矿(或称高铝粘土),每年用于耐火材料的铝土矿也较多.贵州省铝土矿开采除满足贵州铝厂混联法生产氧化铝所需外,也有部分用于耐火材料.广西主要开采堆积型铝土矿,满足平果铝业公司拜耳法氧化铝生产.山东省主要开发低品位铝土矿,供应山东铝厂烧结法生产氧化铝.广西铝土矿主要由国营矿山开采,资源的保护和利用较好,而河南、山西、贵州和山东国营矿山开采量较少,大多数铝土矿由集体及个体开采,资源浪费和破坏较严重.

2 我国铝土矿资源开发利用现状

2.1 氧化铝生产的发展

截至2007年底,我国氧化铝产能达到2800万吨/年.2007年比上年新增产能1094万吨/年,同比增长64.1%,增长速度低于上年,但增量是历年来最大的一年.自2003年以来,中国氧化铝产能出现急剧扩张,年均增长率达到33.8%,2007年国内氧化铝生产能力是2003年的5.37倍,这样的发展速度举世罕见.到2007年底,国内现有大小氧化铝厂24家,平均产能116万吨/年.生产能力最大的是中国铝业公司,氧化铝产能约为1150万吨/年,占全国总能力的41%.单厂生产能力最大的企业是山东茌平华宇铝业公司,年生产能力达到500万吨.目前我国氧化铝生产能力已经跃居世界第一位,成为名副其实的世界氧化铝第一生产大国^[3].

2006年国内氧化铝产量达到1370万吨,与2005年产量相比增长60.5%,净增516.4万吨,已连续5年位居世界第二位.2007年国内氧化铝产量进一步上升到1945.7万吨,比上年增长42%,净增575.7万吨,成为世界第一氧化铝生产大国.在2003年至2007年期间,中国氧化铝产量的年均增长率为26%,

2007 年氧化铝产量是 2003 年的 3.18 倍. 氧化铝产量如此高速增长, 主要是由于国内电解铝生产快速增长, 氧化铝需求旺盛, 特别是国内外市场氧化铝价格持续多年高位运行, 投资氧化铝回报丰厚, 形成了国内氧化铝投资热潮. 2006~2007 年期间, 我国一批新建和改扩建的氧化铝项目陆续投产, 使产量大幅增长. 但从增速上看, 2006 年增长最快, 2007 年呈现回落趋势. 近年来我国氧化铝产量及变化情况如表 1 所示.

表 1 近年来我国氧化铝产量情况

年 份	产量/万吨	同比增长%
2002 年	544.96	14.8
2003 年	611.21	12.2
2004 年	698.0	14.2
2005 年	853.6	22.3
2006 年	1 370.0	60.5
2007 年	1 945.7	42.0
2008 年	2 278.4	17.1

表 2 近年来我国电解铝产量增长情况

年 份	产量/万吨	同比增长%
2002 年	451.1	26.1
2003 年	596.2	32.2
2004 年	668.88	12.2
2005 年	780.6	16.7
2006 年	935	19.8
2007 年	1 255.86	34.3

2.2 电解铝生产的发展

截止 2007 年底, 我国电解铝产能约为 1 540 万吨/年, 比 2006 年净增 354 万吨/年, 同比增长 29.8%, 是我国铝工业发展过程中电解铝产能增量最多的一年. 自 2003 年以来, 我国电解铝产能年平均增长率为 13%. 2007 年, 国内实际生产的电解铝厂平均规模超过 15 万吨/年, 而 2003 年时平均规模还只有 5.7 万吨/年. 目前国内电解铝年生产能力达到 10 万吨以上的生产企业已经发展到 50 多家.

2007 年中国电解铝产量约为 1 256 万吨, 比上年增长 34.33%, 连续 6 年居世界第一位. 目前, 我国有 21 个省(自治区)生产电解铝, 但主要集中在河南、山东、山西、内蒙古、青海和贵州等铝土矿资源及能源丰富的地区, 其中河南省是我国电解铝第一生产大省, 2007 年产量达到 306 万吨, 约占全国产量的四分之一.

近十几年来, 我国电解铝产量一直呈增长趋势, 2000 年以前发展比较平稳, 年均增长率约为 10% 左右; 2003~2007 年期间, 产量平均增长速度达到 16.1%. 2001~2003 年是我国电解铝生产的一个高速发展阶段, 产量连续 3 年增长超过 20%; 2005~2007 年期间, 又出现了一个高速发展阶段, 产量年均增长再次超过 20%. 2002~2007 年我国电解铝产量增长情况及趋势见表 2.

3 结束语

近 20 年来, 我国铝工业进入了快速发展的轨道, 尤其是近年来其发展速度异常迅猛^[4]. 随着中国氧化铝产量加速增长, 国内市场对铝土矿的需求十分强劲, 原料供求关系趋于紧张. 尤其是国内新建氧化铝项目多采用拜耳法生产, 对铝土矿质量要求较高, 更加剧了高铝硅比矿石供应的紧张趋势, 并推动价格急剧上涨. 国内铝土矿采矿量统计数据表明近年来采矿量呈快速增长态势, 2006 年采矿量达到 2 152 万吨, 是 2002 年的 1.5 倍, 主要是受氧化铝产量快速增长的拉动, 使铝土矿资源的开采规模不断扩大. 我们在开发利用铝土矿资源时, 应该坚持“在保护中开发, 在开发中保护”和“谁开发谁保护, 谁污染谁治理, 谁破坏谁恢复”的原则, 在注重经济效益的同时, 综合运用法律、经济和行政手段有效保护资源, 切实改善生态环境, 这样才能推动矿业与国民经济的可持续繁荣发展.

参考文献

[1] 张吉龙, 姜立春. 我国铝土矿资源开采技术综述[J]. 轻金属, 2007, (6): 5-6.
[2] 朱东晖. 河南省铝土矿勘查现状及找矿前景分析[J]. 中国国土资源经济, 2008, (7): 4-5.
[3] 孙志伟, 鹿爱莉. 我国铝土矿资源开发利用现状, 问题与对策[J]. 中国矿业, 2008, 17(5): 13.
[4] 陈绪柱, 对我国铝工业发展战略的思考[J]. 世界有色金属, 2008, (3): 9-10.

RESEARCH ON THE DEVELOPMENT AND UTILIZATION
OF THE HISTORY AND STATUS QUO OF BAUXITE
RESOURCES ON CHINA

LI Hao, WANG Qin-fei

(School of Earth Sciences and Resoures, China University of Geosciences, Beijing, 100083, China)

Abstract: Bauxite is an important mineral resource. In recent year, China's bauxite production increased year by year, aluminum industry is also developing fast. In this paper, we study the development and utilization of the history and status quo of bauxite resources in China. We hope that China's mineral resources industry goes into the path of scientific development early and achieve the goal of greensustainabl development.

Key words: mineral resources; bauxite; alumina; aluminum



(上接第 149 页)

A CRITICAL CONDITION FOR THE MATRIX TO BE AN
 H -MATRICES AND THE INFINITE NORM ESTIMATION
FOR THE INVERSE OF A CLASS OF REAL MATRIX

YANG Ya-qiang

(Dept. of Math, Baoji Univ. Arts & Sci., Baoji 721013, China)

Abstract: The conditions to judging a matrix to be an H -matrix and the infinite norm estimation for the inverse of a class of real matrix are given, by logical reasoning. Moreover, the feasibility of the result is shown by a numerical example. It is significant in many fields, such as the stability of control system, the distribution of characteristic value, the iterative solutions of the systems of linear equations and the norm estimation for the matrices.

Key words: nonsingular H -matrix; diagonal dominance; strictly diagonal dominance; infinite norm

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0158-00

基于复合 DEA 的分地区高校科研管理效率评价

李婉丽

(西安科技大学人文与社会科学学院, 陕西 西安 710054)

摘要:应用复合 DEA 方法全面评价了我国分地区高校科研资源的配置现状,分析了 2001~2005 5 年间影响区域科研资源优化配置的原因,得出目前制约我国高校科研效率的主要因素包括科研经费的投入及利用问题以及高水平师资匮乏两个方面,并提出了相应的改进对策。

关键词:复合 DEA; 高校科研; 效率评价

中图分类号:C93 **文献标识码:**A

0 引言

高等院校的两大任务是教学和科研,目前国内一些高校排名中将科研赋予了较高的权重^[1]。那么,如何对高校科研进行科学合理的评价是近几年来一直在研究的问题,合理准确的研究方法是一种积极的导向。随着科学技术的不断发展,越来越多的科学研究涉及到的学科领域不断扩展,越来越多的工程技术日益庞大和复杂,如何将有限的科研资源进行合理配置,使其发挥最大的功效,成为一个亟待解决的问题。

科研评估不能只从产值的角度出发,还应当充分考虑效率,即考虑其产出和投入的比值。随着高校之间竞争的加剧,高校管理者都希望更有效的利用资源并获得更大的成果,因而如何更合理地安排人力、物力和财力,提高学校资源的利用效率,就成为值得研究的命题。

1 复合 DEA 方法

数据包络分析(Data Envelopment Analysis,简称 DEA)是以相对效率概念为基础,以数学规划为主要工具,以优化为主要方法,根据多指标投入和多指标产出数据对相同类型的单位(部门或企业)进行相对有效性或效益评价的多指标综合评价方法^[2]。

由于在不同指标下 DEA 方法的评价结果是不同的,为了获取指标的变化对 DEA 有效变化的影响,有研究者提出了一种复合 DEA 方法^[3]。利用该方法可以对决策单元进行“诊断”,即找出导致决策单元无效的原因。

本文选用输出 DEA 模型。基于输出 DEA 模型的科研管理效率评价研究,能够发现地区高校的科研产出潜力,并指出其改进方向,具有积极的现实意义。

基于输出的 CCR 模型,如公式(1)所示:

Maximize

$$\theta_k + \epsilon \sum_{r=1}^s s_r + \epsilon \sum_{i=1}^m s_i$$

s. t.

$$\theta_k y_{rk} - \sum_{j=1}^n \lambda_j y_{rj} + s_r = 0, \quad r = 1, \dots, s$$

$$x_{ik} - \sum_{j=1}^n \lambda_j x_{ij} - s_i = 0, \quad i = 1, \dots, m$$

$$\lambda_j, s_r, s_i \geq 0, \quad \forall j = 1, \dots, n; r = 1, \dots, s; i = 1, \dots, m$$

(1)

* 收稿日期:2009-06-12
作者简介:李婉丽(1976-),女,陕西省宝鸡市人,讲师,研究方向:管理科学

其中 y_{rj} 和 x_{ij} 分别代表第 j 个决策单元的第 r 种产出和第 i 种投入. 根据 (1) 式, 其含义是当新的投入组合不大于原投入时, 新的产出组合比原产出多 θ_k 倍, 才能使决策单元达到 DEA 有效. 当所估计的效率值 $\theta_k > 1$, 说明决策单元技术效率非有效; 当 $\theta_k = 1$, 说明决策单元技术效率有效.

如果对任意决策单元, 都利用 DEA 模型求得它的有效性系数, 可以得到一个以各决策单元的有效性系数为分量的向量 $\theta(D)$.

$$\theta(D) = \{\theta_1(D), \dots, \theta_n(D)\}^T$$

若 D_1, D_2, \dots, D_τ 是 τ 个由 D 中部分指标组成的不同的子指标集, 可简记为 $D \supset D_i (i=1, 2, \dots, \tau)$, 则在 τ 指标下 DEA 方法可求得以各决策单元的有效性系数为分量的向量 $\theta(D_i)$.

$$\theta(D_i) = \{\theta_1(D_i), \dots, \theta_n(D_i)\} \quad i=1, 2, \dots, \tau$$

复合 DEA 方法的要点可以概括为: 对给定的一组决策单元以及一组评价指标 D , 选择 $D_i (i=1, 2, \dots, \tau)$, 使得 $D \supset D_i$, 并用适当的 DEA 模型求出各指标集相关的有效性系数向量 $\theta(D), \theta(D_1), \dots, \theta(D_\tau)$, 以这些向量为变量, 建立泛函数 $F = F(\theta(D_1), \dots, \theta(D_\tau), \theta(D))$, 并从 F 中得到有效性关于指标变化的信息.

复合 DEA 方法的应用表现在两个方面:

$$(1) \text{ 分析某一指标对评价系统中决策单元的影响: } S_j(i) = \frac{\theta_j(D) - \theta_j(D_i)}{\theta_j(D_i)}.$$

考虑决策单元 j_0 , j_0 满足 $S_{j_0}(i) = \max S_j(i)$, 这表示决策单元 j_0 在利用第 i 个指标方面相对于其他决策单元具有优势, 因为加入 i 指标后有效性相对增加最大. 如果第 i 个指标是输入指标, 也可能表示决策单元 j_0 在第 i 个指标方面投入不足, 资源获得渠道不畅, 主要依靠其他要素替代来实现产出.

$$(2) \text{ 分析某一无效单元形成的原因: 若某一决策单元 } j_0 \text{ 在 } D \text{ 指标下非 DEA 有效, 则 } S_{j_0} = \frac{\theta_{j_0}(D) - \theta_{j_0}(D_i)}{\theta_{j_0}(D_i)}.$$

取 i_0 使 $S_{j_0} = \min(S_i)$, 这表示指标 i_0 是对决策单元 j_0 无效性影响最大的指标, 可能由于该指标对应的输入过大, 利用率太低或由于该指标对应的输出过小, 因此未达到有效的产出规模.

2 分地区高校科研管理效率评价实证分析

2.1 决策单元及投入产出指标的确定

利用 DEA 方法, 首先要明确模型的决策单元. 一般来说, 决策单元的选取应具有相同的目标和任务、相同的外部环境以及相同的投入和产出指标, 并具有一定的代表性^[4]. 这里选取中国大陆省级区域高等学校作为决策单元, 评价 2001~2005 年度中国大陆分地区高等学校的科研管理效率的相对有效性, 共选择了 28 个决策单元.

选择投入产出指标的首要原则是反映评价目的和内容, 其次从技术上应避免输入(输出)集内部指标间的强线性关系, 还要考虑指标的重要性和可获得性^[5]. 本文的研究内容为测度我国分地区高校的科研管理效率, 依据国内外学者的研究, 根据数据的可获得性和可靠性, 选取《高等学校科技统计资料汇编》作为指标和数据来源. 选取教学与科研人员中科学家与工程师人数(X_1)、其他教学与科研人员人数(X_2)、科研经费支出金额(X_3)为投入指标; 选取科技著作数量(Y_1)、国家级项目验收数(Y_2)、发表学术论文国外数(Y_3)、发表学术论文国内数(Y_4)、专利授权数(Y_5)、技术转让当年实际收入(Y_6)为产出指标.

2.2 模型应用及结果分析

本文以省级区域高等教育为决策单元, 输入、输出的历史数据源于 2002~2006 年《高等学校科技统计资料汇编》有关数据资料*. 采用具有非阿基米德无穷小的 C^2R 模型, 应用上述复合 DEA 方法, 运用 LINDO 软件工具进行有关计算, 2005 年度结果见表 1 和表 2.

* 选取 2007 年出版的《2006 高等学校科技统计资料汇编》为 2005 年统计数据, 所以本文得到结果称为 2005 年度结果.

表 1 2005 年不同指标下的 DEA 评价结果

决策单元	去掉 X_1	去掉 X_2	去掉 X_3	去掉 Y_1	去掉 Y_2	去掉 Y_3	去掉 Y_4	去掉 Y_5	去掉 Y_6
北京	1	1	1	1	1	1	1	1	1
天津	1.300 7	1.102 4	1.147 3	1.136 3	1.102 4	1.227 2	1.125 2	1.102 4	1.102 4
河北	1	1	1	1	1	1	1.237 4	1	1
山西	1.384 8	1.306 2	1.447 0	1.451 5	1.306 2	1.306 2	1.306 2	1.403 3	1.361 2
内蒙古	1.437 3	1.402 2	2.065 4	1.402 2	1.402 2	1.430 3	1.862 4	1.405 2	1.402 2
辽宁	1.319 8	1.322 8	1.289 1	1.370 7	1.268 6	1.268 6	1.272 6	1.302 2	1.341 8
吉林	1.080 9	1.034 9	1.522 0	1.034 9	1.034 9	1.034 9	1.191 5	1.034 9	1.044 8
黑龙江	1	1	1	1	1	1.025 4	1	1	1
上海	1	1	1	1	1	1	1	1	1
江苏	1	1	1	1	1	1	1	1	1
浙江	1	1	1	1	1	1	1	1	1
安徽	1	1	1	1	1	1	1	1	1.412 8
福建	1	1	1.668 9	1	1	1.194 5	1	1.054 1	1
江西	1.738 9	1.454 7	1.845 7	1.454 7	1.454 7	1.455 0	1.974 4	1.454 7	1.454 7
山东	1	1.000 1	1.093 1	1	1	1	1	1	1
河南	1	1	1	1	1	1	1	1	1
湖北	1.053 7	1	1.021 6	1	1	1	1	1	1
湖南	1.341 6	1	1.210 1	1	1	1	1.4705	1	1
广东	1.569 5	1.193 4	1.445 6	1.193 4	1.193 4	1.193 4	1.563 2	1.193 6	1.193 4
广西壮族	1.259 0	1.073 9	1.501 5	1.073 9	1.073 9	1.073 9	1.840 7	1.073 9	1.073 9
海南	1.416 3	1.438 2	2.198 5	1.416 3	1.416 3	1.416 3	1.807 4	1.497 2	1.416 3
重庆	1.340 7	1.017 9	1.240 9	1.017 9	1.018 2	1.017 9	1.598 0	1.017 9	1.017 9
四川	1.564 5	1.111 4	1.141 1	1.111 4	1.111 4	1.111 4	1.170 8	1.111 4	1.111 4
贵州	1.191 9	1.194 3	2.564 8	1.193 8	1.191 9	1.191 9	1.655 3	1.335 1	1.191 9
云南	1	1	2.149 4	1	1	1	1.026 4	1.275 9	1
陕西	1.213 0	1	1	1	1.0577	1	1	1	1
甘肃	1	1	1	1	1	1	1	1	1
新疆	1	1	2.410 1	1	1	1	1	1	1

从表 1 中初始 DEA 相对效率评价结果来看,分地区高等学校科研管理效率差别不大,大体来说,经济发达省市像北京、上海、江苏、浙江等省科研管理效率要优于全国其他省份,西部欠发达地区科研管理效率整体水平较低,但是西部的甘肃、新疆、陕西等省份科研管理效率是有效的,要优于西部其他省份.特别要注意的是,吉林、辽宁、天津和广东等发达省市虽拥有丰富的高等学校科研资源,DEA 资源配置相对效率却很低,可见区域高等学校科技管理效率并非单纯受区域经济的影响.通过表 2 复合 DEA 分析测评结果我们可以进一步探寻影响区域高等学校科研管理效率的深层次原因.

从表 2 结果可知,首先,各省份资源投入方面,经费投入列累积值为 4.361 9,高于高水平教师资源和其他教师资源的列累积值,这表明影响各省份高校科研资源优化配置最重要的制约因素是科研经费的投入,其次才是高水平教师资源和其他教师资源.在全部省份中,最缺乏高等教师队伍的是四川、湖南、重庆、广东等省份,它们的评价系数分别为:0.289 6,0.254 6,0.240 8,0.239 7,可以表示他们在利用高级教师指标方面相对于其他省份具有优势,因为加入这个指标后有效性相对增加最大.去掉高水平教师资源后评价系数为零的 15 个省份,说明其高素质的师资队伍资源配置为最佳状态.

其他教师资源影响这一列,累积值为 0.058 3,说明其他教师资源不是制约各省份科研资源配置的主要因素.科研经费投入影响这一列,累积值为 4.361 9,说明科研经费投入是制约各省份科研资源配置的最重要因素,科研经费各省份分配不公平造成的效率低下不容忽视,其中科研经费利用率最高的是新疆、贵

州、云南、福建等几个省份,评价系数分别为 0.585 1,0.535 3,0.534 7,0.400 8,而北京、河北等 10 个省份评价系数为 0,说明它们并不缺少科研经费,相对其他省份科研经费的利用率不高。

表 2 2005 年复合 DEA 分析相对效率的测评结果

决策单元	输入			输出					
	$S_j(1)$	$S_j(2)$	$S_j(3)$	$S_j(1)$	$S_j(2)$	$S_j(3)$	$S_j(4)$	$S_j(5)$	$S_j(6)$
北京	0	0	0	0	0	0	0	0	0
天津	0.152 5	0	0.039 2	0.029 9	0	0.101 8	0.020 3	0	0
河北	0	0	0	0	0	0	0.191 9	0	0
山西	0.056 8	0	0.097 3	0.100 1	0	0	0	0.069 2	0.040 4
内蒙古	0.024 4	0	0.321 1	0	0	0.019 7	0.247 1	0.002 2	0
辽宁	0.038 8	0.041 0	0.015 9	0.074 5	0	0	0.003 2	0.025 8	0.054 6
吉林	0.042 5	0	0.320 0	0	0	0	0.131 4	0	0.009 5
黑龙江	0	0	0	0	0	0.024 8	0	0	0
上海	0	0	0	0	0	0	0	0	0
江苏	0	0	0	0	0	0	0	0	0
浙江	0	0	0	0	0	0	0	0	0
安徽	0	0	0	0	0	0	0	0	0.292 2
福建省	0	0	0.400 8	0	0	0.162 9	0	0.051 3	0
江西	0.163 4	0	0.211 8	0	0	0.000 2	0.263 2	0	0
山东	0.000 1	0.085 2	0	0	0	0	0	0	
河南	0	0	0	0	0	0	0	0	0
湖北	0.050 9	0	0.021 1	0	0	0	0	0	0
湖南	0.254 6	0	0.173 6	0	0	0	0.319 9	0	0
广东	0.239 7	0	0.174 5	0	0	0	0.236 6	0.0001	0
广 西	0.147 0	0	0.284 8	0	0	0	0.416 6	0	0
海南	0	0.015 2	0.355 8	0	0	0	0.216 4	0.054 0	0
重庆	0.240 8	0	0.179 7	0	0.000 2	0	0.363 0	0	0
四川	0.289 6	0	0.026 0	0	0	0	0.050 8	0	0
贵州	0	0.002 0	0.535 3	0.001 6	0	0	0.280 0	0.107 3	0
云南	0	0	0.534 7	0	0	0	0.025 7	0.216 2	0
陕西	0.175 6	0	0	0	0.054 5	0	0	0	0
甘肃	0	0	0	0	0	0	0	0	0
新疆	0	0	0.585 1	0	0	0	0	0	0
求和	1.876 6	0.058 3	4.361 9	0.206 1	0.054 8	0.309 2	2.765 9	0.526 2	0.396 6

其次,在各省份科研资源产出效益方面,6 项产出指标中,发表国内论文数累计值最大为 2.765 9,其次是专利授权数为 0.526 2,最小的是国家级项目验收 0.054 8,这表明对各个省份高校科研资源优化配置影响作用最大的产出因素是国内论文的发表数目,相比之下,高校科研在专利产出及国家级项目验收方面发挥的作用还很有限。

科技专著产出方面相比之下山西省受此因素影响最大,产出效率比较高,评价系数为 0.100 1。在国家级项目验收方面陕西省在此方面相对于其他省份有优势,加入此指标后对有效性相对增加最大,评价系数为 0.054 5。国外论文发表数这一指标,福建省在此方面产出效率最高,评价系数为 0.162 9。在国内论文发表数这一指标中,评价系数相对其他产出指标来说数值较大,这就说明了其重要程度,其中广西、重庆、湖南等省份受此因素影响最大,产出效率较高,评价系数分别为 0.416 6,0.363 0,0.319 9。专利产出在高校产出中属于弱项,因为高校并不是专利产出的主要来源,在专利产出方面云南省和贵州省相对于其他省份有优势,评价系数分别为 0.216 2,0.107 3。科技转让实际收入是高校科技产出的一个薄弱环节,科技成果的转化问题也是我国高校现在所面临的主要问题之一,在此方面安徽省的优势较为明显,产出效率较高,

评价系数为 0.292 2.

最后,由表 2 可以获得各省份高校相对科研资源配置效率非 DEA 有效形成的原因及优化的方向. 根据初始科研资源配置相对效率 DEA 评价结果,各省份中共有 12 个省份处于配置效率非有效状态,其中江西省资源配置相对效率最低,为 1.454 7,从上表看,该决策单元高水平教学与科研人数缺乏,科研经费利用率低,科技产出效率普遍不高,其中较低的是国家级项目验收、专利授权数和科技技术转让,3 项指标产出值过小,没有达到有效的产出规模. 可见江西省今后教育科研资源优化配置的方向是加快高水平教师资源的引进,提高科研经费的利用率,加速地区高科技知识产业的孵化和发展,提高科技产出效率.

表 3 2001~2005 年评价系数和值

评价系 数和值	$\sum S_j(i)$	2001	2002	2003	2004	2005
输入	$S_j(1)$	3.178 6	3.552 1	3.177 8	1.429 0	1.876 6
	$S_j(2)$	0.755 9	0.529 4	0.749 4	0.442 9	0.058 3
	$S_j(3)$	1.456 5	1.817 7	3.430 7	3.892 1	4.361 9
输出	$S_j(1)$	0.277 2	0.400 9	0.876 0	0.169 0	0.206 1
	$S_j(2)$	0.303 7	0.169 0	0.185 2	0.278 9	0.054 8
	$S_j(3)$	0.116 4	0.121 2	0.450 2	0.332 2	0.309 2
	$S_j(4)$	2.904 5	3.770 3	2.999 8	1.996 2	2.765 9
	$S_j(5)$	0.181 7	0.246 6	0.173 6	0.216 9	0.526 2
	$S_j(6)$	0.115 7	0.224 9	0.031 6	0.104 7	0.396 6

从表 3 可以看出,在各省 5 年中资源投入方面,在 2001、2002 年教学与科研人员指标中科学家与工程师数目列累积值高于经费投入列累积值和其他教学与科研人员资源的列累积值,说明教学与科研人员中科学家与工程师数目的匮乏是制约 2001、2002 年高校科研效率的主要因素. 在 2003、2004、2005 年中,科研经费的投入列累计值高于教学与科研人员中科学家与工程师数目列累积值和其他教学与科研人员资源的列累积值,说明在 2003、2004、2005 年中科研经费投入是制约

各省份高校科研资源配置的最重要因素. 各省份高校科研资源产出效益方面,6 项产出指标中,5 年中发表国内论文数指标累计值一直最大,表明在 5 年中对各个省份高校科研资源优化配置影响作用最大的产出因素是国内论文的发表数目,相比之下,高校科研在专利产出、科技专著产出及国家级项目验收方面发挥的作用还很有限.

3 结束语

本文应用复合 DEA 方法评价了我国分地区高校的科研管理效率,分析了影响我国各个省份高校科研效率的投入指标,得出目前制约我国高校科研效率的主要因素包括科研经费的投入及利用问题以及高水平师资匮乏两个方面. 应该进一步采取相关措施在加大高校科研经费投入的同时加强科研经费的管理,提高其利用效率,并加大高水平教师的培养和引进力度. 分析影响我国各省份高校科研效率的产出指标,目前对高校科研产出贡献最大的是发表学术论文国内数这一指标,这就要求我们在其他较弱的环节采取相应措施,如强调论文发表质量、鼓励外文学术论文发表;为高校开通专利申请便捷渠道,鼓励专利申请;进一步改善合作模式,提高科研成果转化率等等.

参考文献

[1] 段永瑞. 数据包络分析—理论和应用[M]. 上海:上海科学普及出版社,2006:81-82.
[2] 魏权龄. 数据包络分析[M]. 北京:科学出版社,2004:17-20.
[3] 盛昭瀚. DEA 理论、方法与应用[M]. 北京:科学出版社,1996:16-58.
[4] 傅毓维,邵争艳. 影响区域高等教育资源优化配置的复合 DEA 分析[J]. 科学学与科学技术管理,2004,(11):94-97.
[5] 周 鹏,林 健. 基于复合 DEA 的人才使用效率评价模型[J]. 科技进步与对策,2009,(9):116-118.

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0163-06

薯蓣皂素分析方法综述

李 祥¹, 马建中², 田广文³, 史云东⁴

(1. 陕西科技大学化学与化工学院, 陕西 西安 710021; 2. 陕西科技大学资源与环境学院, 陕西 西安 710021; 3. 西北农林科学大学生命学院, 陕西 杨凌 712100; 4. 玉溪师范学院环境与资源系, 云南 玉溪 653000)

摘 要:薯蓣皂素是从薯蓣科植物中提取的一种激素类母体化合物,具有多种生物活性,现已成为治疗癌症的重要药物.作者综述了薯蓣皂素的测定方法,重点介绍了酶免技术在薯蓣皂素测定中的应用.

关键词:薯蓣皂素; 分析方法; 测定

中图分类号:R284.1

文献标识码:A

0 引言

薯蓣皂素是薯蓣属植物薯蓣皂苷的水解产物,又称薯蓣皂苷元,是合成甾体类激素化合物的重要原料.上世纪 30 年代,日本学者 Tsukamoto 从 D. tokoro 中分离出薯蓣皂甙元,Marker 等人用微生物法在甾核 11 位引入羟基,使薯蓣皂甙元成为合成甾体激素类药物的重要原料,真正揭开了薯蓣皂素研究的新篇章,被誉为上世纪医药工业取得的两大突破性进展之一.

随着人们对肿瘤细胞认识的不断深入,发现薯蓣皂素具有诱导肿瘤细胞分化、凋亡的作用. Moalic 等发现薯蓣皂苷配基(薯蓣皂素)作用人骨肉瘤 1547 细胞 12 小时后,细胞周期阻滞于 G1 期(DNA 合成前期)且伴随着 S 期(DNA 合成期)下降,说明薯蓣皂苷配基能够阻止 1547 细胞通过 R 点(G1 晚期存在的一个限制点)进入 S 期而抑制细胞的分裂、增殖^[1]. Hu 等的研究表明薯蓣皂苷配基(薯蓣皂素)具有极其广泛的抗癌谱,能够抑制多达 60 种人类恶性肿瘤细胞的生长,尤其对白血病、肠癌和前列腺癌细胞最为敏感^[2]. 薯蓣皂素抑制癌细胞增殖具有时间、剂量的依赖性,使其成为目前化疗的重要药物.

从薯蓣皂素诞生之日起,薯蓣皂素的测定就吸引了科学家的浓厚兴趣,先后出现了质量法、分光光度计法、薄层色谱法、气相色谱法、高效液相色谱法及近年来出现的酶免分析技术.本文对各种分析方法进行了评述,重点介绍了酶免技术在薯蓣皂素测定中的应用.

1 薯蓣皂素各种测定方法

薯蓣皂素测定方法是原料鉴别、品种优选、工艺条件及提取方法评价、药效比较的重要手段,是检测合成过程薯蓣皂素变化的主要依据.常见的分析方法有质量法、分光光度计法、薄层色谱法、气相色谱法、高效液相色谱法及近年来出现的酶免分析技术,这些分析方法各有利弊.

1.1 质量法

质量法出现较早,它是利用薯蓣皂素易溶于有机溶剂及重结晶的原理而快速测定薯蓣皂素的一种方法,具有测定仪器简单、快速简便等优点,目前被生产企业所采用.

* 收稿日期:2009-06-20

作者简介:李 祥(1963—),男,陕西省扶风县人,高级工程师,在读博士生,研究方向:天然产物分离提取及鉴定
基金项目:陕西省重点实验室建设项目、陕西省自然科学基金项目(2007C125)、云南省自然科学基金项目(2005B0079)

本法分为两种, (1) 多次重结晶法, 即将得到的薯蓣皂素结晶采用多次重结晶的方法, 得到纯度很高的薯蓣皂素, 本方法精确度高、重复性好, 但存在操作复杂等缺点, 为薯蓣皂素经典的测定方法. (2) 将有机溶剂的提取物减压浓缩、干燥至恒重, 称量干燥物质量, 计算出薯蓣皂素的含量, 该法实际得出的薯蓣皂素的含量比实际的含量要高, 但操作简单, 省时省力, 故对薯蓣皂素的含量进行粗略测定时大多采用此法.

1.2 分光光度计法

它是利用薯蓣皂素独特的化学结构, 与化学试剂发生反应, 产生独特的颜色变化, 在一定的波长条件下检测薯蓣皂素含量的一种方法.

王俊等^[3]利用薯蓣皂素具有 C-3 位羟基, 5, 6 位上有双键, 在与高氯酸-香荚兰醛作用时 C-3 位羟基脱水, 形成共扼体系, 因而吸收位置红移程度很大, 在 530 nm 处有最大吸收, 在 1.00~20.00 mg/L 范围内呈良好线性关系的原理建立了专属性好、灵敏度高、重现性好分光光度计分析方法.

马敬中^[4]等利用薯蓣皂素结构中环戊烷多氢菲甾体可以发生 Liebenmann-Barchard 反应, 形成有色化合物的原理, 以 Liebenmann-Barchard 试剂(乙酸酐与浓硫酸体积比为 19:1)为显色剂, 以 CHCl_3 为提取剂, 在 50 °C, 显色 40 min 的条件下进行显色, 用 460 nm 波长进行比色测定, 发现其在 $7.76 \times 10^{-7} \sim 9.31 \times 10^{-5}$ g/mL 范围内线性相关.

易自力等^[5]以香兰素-浓硫酸作为显色剂, 按下面的操作条件进行测定. 称取烘干样品粉末 100 mg → 1.0 M 浓硫酸酸解 4 h → 过滤、洗中性 → 烘干滤渣 → 室温下用 100 mL 无水酒精浸提 0.5 h → 香兰素-浓硫酸氧化显色 → 测吸光值 Abs → 计算百分含量.

分光光度计法仪器简单、方法简便, 但比色时溶液的显色受其他杂质的干扰较大, 要依据所作标准曲线来确定结果, 精密度不是很高. 另外, 操作过程中要用到酸、碱及一些强腐蚀性的试剂, 给操作带来一定难度.

1.3 色谱法

1.3.1 薄层色谱法(TLC)

薄层色谱法(薄层层析)是近年来发展起来的一种微量、快速、简便的分析分离方法, 它利用溶液各组分在固定相和展开剂中溶解能力与被吸附能力的不同而将各组分分开.

王强^[6]等人用薄层扫描法测定重楼属植物的薯蓣皂苷元含量时, 采用硅胶 G 板, 以环己烷-乙酸乙酯(4:1)为展开剂分离, 显色剂为 5% 磷钼酸, $\lambda_S = 610$ nm, $\lambda_R = 480$ nm, 从所得薄层扫描图谱可见薯蓣皂苷元与其他斑点基本达到基线分离, 测定结果的精密度试验、回收率测定、含量测定结果均较满意.

谢如刚^[7]对薯蓣皂苷元进行了薄层光密度法测定, 展开剂为石油醚(60~90 °C)-乙酸乙酯(4:1), 浓硫酸喷雾, 测定结果的误差较小, 适合于含量较高的薯蓣皂苷元成品的测定.

刘玉珍^[8]等在测定蒺藜中薯蓣皂苷元时, 用氯仿-乙酸乙酯(9:1)为展开剂, 茴香醛-冰醋酸-硫酸(1:100:2)为显色剂, $\lambda_S = 433$ nm, $\lambda_R = 480$ nm, 薄层扫描结果呈良好的线性关系.

康阿龙^[9]等在 510 nm 的检测波长下, 用氯仿-甲醇-水(65:35:10)在 10 °C 以下放置过夜的下层溶液作展开剂, 并用 10% 的硫酸乙醇溶液喷雾测定其含量, 精密度较好.

此法的优点是简单易行, 但需使用统一定制的标准板或是自制固定相, 薄板易破损, 不便保存, 且受周围环境或温度影响较大, 重现性不够理想.

1.3.2 气相色谱法(GC)

气相色谱法是以气体为流动相的色谱分析法. 由于气体粘度小, 传质效率高, 渗透性强, 故用气体作流动相能获得很高的柱效, 配上高灵敏度的检测器, 能实现多组分复杂混合物的分离和分析.

由于薯蓣皂苷元是一种甾烯醇($\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{O}_3$), 极性较大, 相对分子量较高(414.61), 用气相色谱分离则受柱温、固定相限制, 因此只能选择非极性的 CP Sil 5CB、SE-30 和 OV-17 等高温分析固定液(要求固定液涂渍量低)的填充柱或毛细管柱.

薯蓣属植物中薯蓣皂素含量偏低, 杂质干扰大, 需采取程序升温方法. 因样品沸点较高, 为尽快出峰,

需要较高的最终柱温,综合考虑以 280 ℃ 为宜.初始柱温和升温速率分别在 230~260 ℃ 和 1~15 ℃/min 之间选择.

刘杨等^[10]以 CP Sil 5CB 熔融石英毛细管柱, FID 检测器采用程序升温气相色谱法,经反复实验表明,在初始柱温 250 ℃、升温速率 10 ℃/min 的条件下样品分离良好.薯蓣皂苷元在 0.20~5.0 μg 范围内具有良好的线性关系, $r=0.9998$,测定方法平均回收率为 97.20%.

都述虎等^[11]采用 HP-6890 型气相色谱仪,配备 FID 检测器、HP-1 (Methyl siloxane) 30.0 m×320 μm×0.25 μm 不锈钢毛细管柱,采用柱温 270 ℃,柱头压 123.7 kPa,汽化室温度 330 ℃,检测器温度 310 ℃,载气(N₂)流速 2.0 mL·min⁻¹,分流比 40:1,进样量 2 μL 的本色谱条件,发现对照品峰与杂质峰没有重叠,分离效果好,分析速度快(t_R 约为 6.40 min),理论塔板数按薯蓣皂苷元计算为 28 756($n=3$, $RSD=1.6\%$).样品无需衍生化,即在 352~1 758 μg 范围内的峰面积与其浓度线性关系良好.

气相色谱法(GC)以气体作流动相,样品需要汽化后才能在柱上分离分析,而薯蓣皂苷元的沸点较高,所以 GC 条件较为苛刻而使其在实际应用上受到了一定限制.

1.3.3 高效液相色谱(HPLC)

高效液相色谱适合于高沸点、大分子、强极性和热稳定性差的化合物的分离分析.用 HPLC 法测定薯蓣皂苷元的方法已有不少报道.根据流动相与固定相极性大小的相对不同而将高效液相色谱法分为正相色谱和反相色谱法.反相色谱可分离分析的样品非常多,通过文献可见 70%~80% 的 HPLC 分离分析都是在反相色谱上完成的.

薯蓣皂苷元的分子光谱仅在 206 nm 处有一中等强度的吸收峰,故选择 206 nm 为检测波长,其溶剂(甲醇)有较大的背景吸收,因此灵敏度较低,但恒配比流动相洗脱时则对测定基本无影响.阳波等^[12]采用 HP 1100 高效液相色谱仪及 VWD 检测器,色谱柱为 ZORBAX-C8(4.6 mm×250 mm, 5 μm),流动相为甲醇-水-乙腈(30:20:50),流速为 1.0 mL·min⁻¹,柱温为 30 ℃,检测波长为 210 nm,理论塔板数按薯蓣皂苷元计不低于 6 000 的测定条件,发现进样量在 0.4~2.0 μg 时线性相关,回归方程为 $Y=0.04503X+0.0040$, $r=0.9992$.魏永春等^[13]为了克服薯蓣皂苷元只有紫外末端吸收,用紫外检测时灵敏度低,基线易漂移,视差折光检测器易受外界条件干扰的影响而采用了蒸发散射光检测器(ELSD).ELSD 是通用型检测器,其响应值只与样品的质量有关,而与有无紫外吸收无关.采用 Mightysil RP-18 GP 柱(4.6 mm×150 mm),流动相为甲醇(色谱纯),流速 1 mL/min,柱温为常温,蒸发散射光检测器漂移管温度为 900 ℃,载气流速为 3.0 L/min,回归方程为 $Y=1.4719X+10.579$, $r=0.9996$.该标准曲线表明薯蓣皂苷元在 4~24 μg 范围内具有良好的线性关系.

为减少流动相对测定结果的干扰,周娟等^[14]以乙腈-水(90:10)为流动相(乙腈的紫外截止波长为 190 nm),采用 Kromasil-ODS 柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm),在检测波长为 205 nm,理论板数按薯蓣皂苷元峰计算不低于 2×10^3 条件下经测定发现薯蓣皂苷元与样品中的其他成分达基线分离,回归方程为: $Y=250.35X+9.71$ ($r=0.9999$, $n=6$),线性范围为 1~32 μg,平均回收率为 97.7%, $RSD=2.0\%$ ($n=6$).李卓等^[15]采用 Shim-pack CLC-Sil(150 mm×6.0 mm, 5 μm)为色谱柱,石油醚-异丙醇(98:2)为流动相,检测波长为 206 nm 的条件进行实验,发现薯蓣皂苷元在 0.58~11.6 μg 范围内线性关系良好,其回归方程为 $Y=3.682\times10^7X+1700$ ($r=0.9998$),平均回收率为 99.49% ($RSD=0.12\%$, $n=5$).赵宇新等^[16]以 KromasilC18 为固定相,采用色谱柱(250 mm×4 mm, 5 μm),柱温 40 ℃,乙腈-水(95:5)为流动相,体积流量 0.8 mL/min,蒸发光散射检测器检测,漂移管温度 85 ℃,气体体积流量 2.60 L/min 条件进行实验,发现样品中的薯蓣皂苷元可以达到良好的分离,标准曲线为 $Y=1.7031X+4.7579$, $r=0.9998$,结果表明,薯蓣皂苷元在 0.792~3.96 μg 线性关系良好.

高效液相色谱(HPLC)是一类封闭式的柱液相色谱,和敞开式的薄层色谱(TLC)比较,具有对环境污染小和受环境气氛影响小的优点.由于从进样到检测是封闭在一个系统中,易于实现仪器化、自动化,省时、省力,便于定量操作.

1.4 酶联免疫吸附法

酶联免疫吸附法始于 1971 年 Engvall 用碱性磷酸酯酶标记的 gIg, 随后这种方法得到了迅速发展和不断完善. 由于 ELISA 具有选择性好、灵敏度高、结果判断客观准确、实用性强等优点, 弥补了经典化学分析方法和其他仪器测试手段的不足, 目前已广泛应用于临床医学、生物学和分析化学等领域.

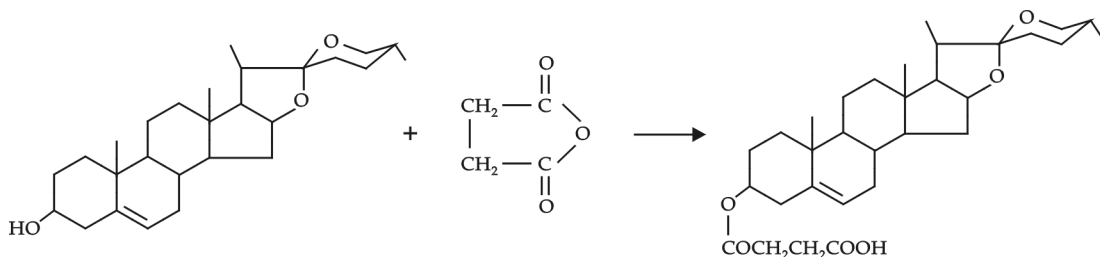
酶联免疫吸附法是一项把抗原抗体的免疫反应和酶的高效催化作用原理有机结合起来的一种检测技术. 该技术的主要依据有 3 点: (1) 抗体吸附在固相载体表面后仍具有和抗原产生免疫反应的特性; (2) 抗原和酶结合后所形成的结合物(酶标抗原)仍具有免疫反应特性和酶的催化特性; (3) 酶标抗原和抗体结合后, 结合物中的酶能催化底物生成有色物质, 且颜色的深浅可作为判定抗原含量的依据^[17].

薯蓣皂苷元酶联免疫吸附(LBIAS)定量分析方法的原理及步骤如下.

1.4.1 薯蓣皂苷元丁二酸单酯的制备

抗原物质一般必须应具备 3 个条件^[18]: (1) 相对分子质量要大(多在 10 kD 以上), 相对分子质量越小, 免疫原性越弱; (2) 化学组成复杂, 复杂的化学组成可以使分子的结构更趋于稳定、多变, 从而构筑起更多的抗原决定簇; (3) 抗原决定簇要表露, 有利于被免疫活性细胞接近、识别. 薯蓣皂苷元是一个多环化合物, 结构比较复杂, 满足第二个条件, 但相对分子质量低(414. 16), 本身不具有抗原性, 必须与大分子偶联才具有抗原性. 然而薯蓣皂苷元本身不存在能与蛋白结合的活性基团, 必须进行衍生化后才能与蛋白结合.

薯蓣皂苷元 3 位上有一个羟基, 处于整个分子的非中心部位, 如果从此部位引入一活性基团, 再与大分子蛋白偶联, 则偶联物中薯蓣皂苷元整个分子的大部分特征基团都远离蛋白结合位点, 有利于薯蓣皂苷元被免疫活性细胞所识别, 从而具备了良好抗原的另两个条件. 合成羟基化合物人工抗原的基本思路是将该物质转变为带有羧基的衍生物, 再与蛋白偶联. 最常用的衍生化方法是丁二酸酐(也称琥珀酸酐)法, 即将羟基化合物和丁二酸酐在无水的吡啶中反应, 经酰化反应在半抗原分子中引入一个含 4 个碳原子的羧基基团. 反应式如下:



1.4.2 薯蓣皂苷元与牛血清白蛋白(BSA)的结合物(DG-HS-BSA)的制备

影响人工抗原免疫原性的因素主要有两点: (1) 偶联位点. Nsiwender 等曾对各种甾类和蛋白质结合物的抗体作了系统比较, 并发现抗体的专一性、特异性往往取决于远离半抗原和蛋白质结合部位基团的性质, 而在该结合部位或其附近发生了某些结构变化的抗原依然保持着这种亲和力. (2) 结合物中半抗原连接数. 一般认为至少要 20 个以上的半抗原连接到载体上, 才能有效地刺激免疫动物产生抗体.

牛血清白蛋白 BSA 含有大量的反应基团(有 60 个游离氨基), 能在水相与某些有机溶剂的混合物中充分溶解, 使偶联反应可在较高浓度下进行.

采用混合酸酐法和脂溶性碳二亚胺法(DCC)合成薯蓣皂苷元和牛血清白蛋白结合物, 由于 3 位处于薯蓣皂苷元分子的非中心部位, 加之引进了 4 个碳原子的长度, 使得结合物中薯蓣皂苷元整个分子的大部分特征基团都远离蛋白结合位点, 为生产高质量的抗体提供了良好的条件. TNBS 法测得每分子结合物中薯蓣皂苷元连接数分别为 28. 2 和 1. 5.

1.4.3 抗薯蓣皂苷元抗体的制备

选择合适的免疫方法是产生良好免疫效果的关键. 以 DG-HS-BSA 作为免疫原, 采用皮内多点注射法, 免疫剂量 0. 8 mg, 对 3 只新西兰雄兔进行免疫. 以 EDC 法制得的 DG-HS-OVA 作为包被原, 采用免疫

印迹法定性检测,发现3只兔子都产生了抗薯蓣皂苷元的抗体。

1.4.4 薯蓣皂苷元 ELISA 检测实验条件的建立

ELISA 测定受很多因素的干扰.为了得到薯蓣皂苷元 ELISA 检测的工作曲线,必须先做预备实验,摸索出针对特定检测对象和既定实验方案的一整套基本参数.实验发现,ELISA 检测条件应为:包被原浓度为 4 ng/L,抗血清浓度为 1:100;二抗稀释倍数为 3 000.以薯蓣皂苷元浓度为横坐标 X, $OD(0)-OD$ (样品)值为纵坐标 Y,绘制薯蓣皂苷元的标准曲线,标准曲线在 25~400 ng/mL 范围内呈良好线性关系。

按照上述方法可以制成快速检测薯蓣皂素含量的试剂盒,提高了薯蓣皂素检测的精度和速度。

ELISA 灵敏度很高,是 HPLC 的几百倍,检测所需的样品量少,效率高,处理量大,尤其适用薯蓣皂素等甾体激素类物质的检测。

2 结束语

薯蓣皂素用途的不断发现,推动了薯蓣皂素检测技术的发展和成熟,生产及研究单位应根据自己的实际情况选择合适的检测技术.为了提高薯蓣皂素的检测精度,应在自身条件允许的情况下,采用数种技术并用,如将重量法、熔点测定结合在一起,利用高效液相色谱技术进行调整,构建重量法、熔点测定数据的关系,提高重量法的精度.陕西安康市某薯蓣皂素厂根据多年的生产经验,结合液相色谱技术,通过测定薯蓣皂素质量(重量)及熔点,准确测定出薯蓣皂素的含量,提高了现有设备的精度。

ELISA 技术在环境检测、食品安全、疾病预防等方面应用比较普遍,但在薯蓣皂素检测方面还存在一些不足,如制作手续相对比较繁琐,保存期较短,因而市场上还没有薯蓣皂素 ELISA 试剂盒.但薯蓣皂素酶免检测技术发展潜力大,一旦薯蓣皂素测定试剂盒投入规模生产,可大大简化薯蓣皂素测定的繁琐过程及由此带来的误差。

参考文献

- [1] Moalic S, Liagre B, Corbiere C, *et al.* A plant steroid, diosgenin, induces apoptosis, cell cycle arrest and COX activity in osteosarcoma cells[J]. FEBS Lett, 2001, 506(3): 225-230.
- [2] Hu K, Yao X. Protodioscin(NSC-698 796): its spectrum of cytotoxicity against sixty human cancer cell lines in an anticancer drug screen panel[J]. Planta Med, 2002, 68(4): 297-301.
- [3] 王 俊, 杨克迪, 陈 钧. 分光光度法测定薯蓣皂苷元[J]. 分析实验室, 2004, 23(1): 73-75.
- [4] 马敬中, 陈长水, 江 洪. 黄姜中皂素的提取及含量分析[J]. 广西师范大学学报, 2000, (6): 111-113.
- [5] 易自力, 董静洲, 蒋建雄. 快速测定黄姜中薯蓣皂甙元含量方法的研究[J]. 西部林业科学, 2005, 34(1): 57-59.
- [6] 王 强, 俞祥生, 潘如涛, 等. 重楼类中药中甾体皂元的含量测定[J]. 药物分析杂志, 1991, 11(2): 90-92.
- [7] 谢如刚, 鲁宁莉, 刘 菁, 等. 薯蓣皂苷元渣料成分的分离及薯蓣皂苷元的薄层光密度测定法[J]. 四川大学学报, 1989, 26(2): 208-211.
- [8] 刘玉珍, 钱本余, 夏莉杰, 等. 蒺藜中薯蓣皂甙元的双波长薄层扫描定量法[J]. 中成药, 1992, 14(10): 35-36.
- [9] 康阿龙, 孙文基, 汤迎爽, 等. 薄层扫描法测定盾叶薯蓣中盾叶新苷和薯蓣皂苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2003, (23): 59-60.
- [10] 刘 杨, 王永庆, 邱宁婴, 等. 气相色谱法测定菝葜中薯蓣皂苷元含量[J]. 江苏药学与临床研究, 2004, 12(4): 14-15.
- [11] 都述虎, 王晓华, 夏重道. 穿龙薯蓣总皂苷中薯蓣皂苷元含量的毛细管气相色谱法研究[J]. 药物分析杂志, 2001, 21(2): 116-118.
- [12] 阳 波, 李湘斌. HPLC 测定地奥心血康胶囊中薯蓣皂苷元的含量[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(7): 605-606.
- [13] 魏永春, 李 谦, 李明静, 等. 黄姜中薯蓣皂苷元的薄层扫描法测定[J]. 分析实验室, 2006, 25(11): 67-69.
- [14] 周 娟, 王 野, 高向军, 等. 金刚藤泡腾片的薄层鉴别及薯蓣皂苷元的含量测定[J]. 华西药学杂志, 2006, 21(4): 386-387.
- [15] 李 卓, 危当恒. 高效液相色谱法测定地奥心血康胶囊中薯蓣皂苷元的含量[J]. 中国药房, 2007, 18(6): 449-450.
- [16] 赵宇新, 李曼玲. 高效液相色谱-蒸发光散射法测定胡芦巴中薯蓣皂苷元[J]. 中草药, 2004, 35(10): 1 185-1 186.
- [17] 何小维, 郭秋华, 彭运平, 等. 酶联免疫吸附试验在微囊藻毒素检测中的应用进展[J]. 卫生研究, 2007, 36(3): 388-390.
- [18] 周永新, 慈云祥. 毕兹多克隆抗体的制备和分析应用[J]. 分析测试学报, 2007, 17(1): 26-28.

SUMMARIZING ON THE ANALYSIS METHODES IN DETERMINATION OF DIOSGENIN

LI Xiang¹, MA Jian-zhong², TIAN Guang-wen³, SHI Yun-dong⁴

(1. School of Chemistry and Chemical 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; 3. College of Life Sciences, North West A&F University, Yangling 712100, China; 4. College of Resource and Environment, Yuxi Normal School, Yuxi 653000, China)

Abstract: Diosgenin is a kind of hormones' maternal compounds with a variety of biological activity, and becoming an important drug for treating cancer gradually, which is extracted from diosgenin branch's plants. All kinds of determination of diosgenin are reseached, and the application of ELISA in the diosgenin determination is introduced focally.

Key words: diosgenin; analysis method; determination

(上接第 162 页)

COMPOSITE DEA AND ITS APPLICATION TO RESEARCH MANAGEMENT EFFICIENCY EVALUATION OF REGIONAL UNIVERSITIES

LI Wan-li

(Department of Social Sciences, Xi'an University of Science and Technology, Xi'an 710054, China)

Abstract: The composite DEA technique is adopted to evaluate regional actual status of configuration of scientific research of colleges in our country, analyze matters affecting configuration of scientific research of colleges in our country from 2001 to 2005, on the base of these facts, the paper educes primary factors of limiting scientific efficiency of colleges in our country, including input and using of scientific outlay and absence of high level teachers, and finally a scientific measure is brought forward.

Key words: composite DEA; research of universities; efficiency evaluation

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0169-03

玻璃纤维新的应用领域及发展

刘新年, 张红林, 贺 祯, 田 鹏

(陕西科技大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710021)

摘 要:介绍了玻璃纤维的一些优良性能及其在电工材料、环境、医疗、建筑、航空航天等领域的应用,并对玻璃纤维的发展历史做了简单的叙述,最后对玻璃纤维在这些领域的应用前景做了简要的展望.

关键词:玻璃纤维; 性能; 应用; 发展

中图分类号:TQ171.77⁺1.1

文献标识码:A

0 引言

玻璃纤维是玻璃在熔融状态下以外力控制喷吹或以离心力甩成的纤维状材料. 与其他材料相比玻璃纤维具有优良的性能:(1)玻璃纤维具有光滑的圆柱状外观特性,光滑表面对气体和液体的阻力小,因此用来制作过滤材料比较理想.(2)玻璃纤维的强度远远超过其他天然、合成纤维及各种合金材料,如 $3\sim 9\ \mu\text{m}$ 玻璃纤维的拉伸强度为 $1\ 470\sim 4\ 800\ \text{MPa}$,而尼龙、人造丝分别为 $490\sim 680\ \text{MPa}$ 和 $340\sim 440\ \text{MPa}$,铬金钢的拉伸强度为 $1\ 370\ \text{MPa}$.(3)玻璃纤维具有良好的电绝缘性能,可用来制作电气绝缘材料.(4)玻璃纤维具有良好的化学稳定性,能够抵抗水、酸、碱等介质的侵蚀,经过人们长期的研究摸索可知石英玻璃纤维非常耐酸侵蚀,AR(耐碱)玻璃纤维具有良好的耐碱特性,C(中碱)玻璃纤维具有较好的耐水性.(5)玻璃纤维的耐热性、隔音性也比较优良.这是因为玻璃纤维有较高的软化温度($550\sim 750\text{ }^{\circ}\text{C}$)和较大的吸声系数,因此宜于用来制作隔热材料及应用于各种声学设备中.近年来人们通过对玻璃纤维性能的深入研究,开发了玻璃纤维在工业领域中新的用途.

1 玻璃纤维的应用

1.1 玻璃纤维在电工绝缘领域的应用

电工绝缘材料根据JB/T2197-1996电气绝缘材料产品分类可分为8大类,而与玻璃纤维相关的就有6类,这也就足以说明玻璃纤维在这一领域中的应用之广.这6类材料包括:(1)绝缘浸渍制品:由玻璃纤维布、套管、无纺绑扎带等经浸渍或涂覆绝缘漆制成,用于电机、电器的包扎绝缘、相间绝缘、绝缘保护和衬垫等等.(2)玻璃纤维增强塑料层压制品:是以无碱玻璃纤维为增强材料,酚醛、环氧树脂等热固性树脂为基材而制成的材料,用于电机变压器、电工仪表、电子设备等,其中印制电路板用的覆铜箔层压板就是其中的一种.(3)玻璃纤维模塑料:如BMC(散状模塑料)、DMC(团状模塑料)、CMC(片状模塑料)等,在高压开关中用作绝缘隔板、提升杆等,在空气开关和家用电器的外壳以及各种阻燃支撑绝缘件中都有用到.(4)云母制品:云母带、云母板、云母箔等用作电机或高压电机的绝缘器件.(5)绝缘粘带和复合制品:用于绝缘绑扎.(6)电磁线:用于绕线电机、电器、电工仪表的绕组和线圈以及大型电机、汽轮发电机的绕组材料.

1.2 玻璃纤维在环境领域的应用

生态环境是人类生存和发展所必须的生态因素,我国政府明确指出保护环境是我国长期坚持的基本

* 收稿日期:2009-06-11
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:新型玻璃材料

国策. 玻璃纤维因其优良的各项性能在大气、水、生物、土壤等环境领域均有着较为广阔的应用.

玻璃纤维过滤材料在改善废气成分、降低粉尘排放量等方面做出了相当大的贡献. 美国 Holling Sworth & Vose 公司开发的低硼玻璃纤维过滤材料可以解决悬浮分子污染带来的问题. 一种用高硅氧玻璃纤维制成的过滤布能用于 800 °C 以上的高温气体中滤除固体粉尘, 可直接用于工业窑炉废气的消烟除尘而无需先对废气冷却, 从而降低了废气处理的费用. 此外, 一种玻璃纤维空气过滤纸, 是由玻璃纤维和脱臭剂沸石组成, 用于空气调节系统中可以除去空气中的异味, 如烟草烟臭味, 从而达到净化空气的目的.

玻璃纤维在水环境和土壤环境中亦有很好的应用. 美国伊利诺斯大学研制的由酚醛涂层玻璃纤维织成的耐磨织物可以有效而方便地代替常用的活性炭粒子来吸收环境污染物. OC 公司在比利时的 Battice 工厂采用 Advantex 玻璃纤维技术实现了废水处理和回收的技术升级, 使耗水量减少了 50% 以上, 废水中污染物含量减少约 80%.

玻璃纤维与有机纤维材料结合加工成土工材料可用于防水土流失. 德国一家公司研制出一种把玻璃纤维和合成纤维用作土壤加固材料的方法, 可提高土壤的强度. 另外经过玻璃纤维和合成纤维加固的土壤, 可以用于制作固体废弃物的填埋坑.

1.3 玻璃纤维在生物医学领域的应用

由于玻璃纤维的优良性能使玻璃纤维织物具有强度高、不吸湿、尺寸稳定等特点, 因而可在生物医学领域用作矫形和修复材料、牙科材料、医用器材等.

与传统的棉布石膏绷带相比, 玻璃纤维织物与各种树脂制作的矫形绷带克服了以往石膏绷带强度低、吸湿、尺寸不稳定等缺点. 英国 H. D. Michael 等人发明的由水溶性磷酸盐玻璃纤维和一种生物降解性聚合物构成的复合材料可用于病人体内损伤组织的修复. 日本北海道大学、千叶工学院研究的一种由生物相容性玻璃 CPSA 生产的玻璃纤维塑性非常好, 将其加工成球状和束状两种几何形状不同的结构, 与成骨蛋白(BMP)结合并植入动物体内, 以此可研究成骨诱导因素制定骨组织工程战略. 通过研究人员的多次实体试验, 证实 CPSA($\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$) 复合材料具有理想的生物相容性, 而且 CPSA 玻璃纤维在牙科中已投入临床应用.

实践证明, 玻纤膜滤器对白细胞有着很强的吸附能力和捕获能力, 具有很高的白细胞去除率, 而且作业稳定性极好. 另外, 玻璃纤维用作呼吸器的滤毒器已有多年历史, 这种滤材对空气的阻力很小, 细菌过滤效率很高.

1.4 玻璃纤维在建筑材料领域的应用

众所周知, 以水泥为基体的建筑材料突出的特点是抗压强度高而抗弯、抗拉强度和抗冲击强度低. 随着人们对玻璃纤维的深入研究开发, 耐碱玻璃纤维的问世便产生了一种新型的克服了水泥基体缺陷的玻璃纤维增强水泥材料, 这种材料不仅可以提高水泥基的抗弯、抗拉强度, 还可以提高其抗冲击强度.

玻璃钢是以热固性或热塑性树脂为胶结料, 以玻璃纤维纱或玻璃布为填充料的一种复合材料. 其综合发挥了这两种材料的优点, 具备轻质高强的主要特点, 耐热性、耐腐蚀性及电绝缘性都良好. 玻璃钢在建筑领域的应用有采光、卫生、装饰装修、给排水、采暖通风、围护土木、电气、工装器具等.

玻纤胎是玻璃纤维在建筑领域应用的又一种材料, 是通过短切玻璃纤维湿法成型, 然后浸渍高分子粘结剂, 经高温干燥固化而成的玻璃纤维制品, 具有良好的防水性能及耐老化耐霉变性能, 尺寸稳定且具有良好的加工性能. 同时, 在施工时可采用热溶或冷粘法, 因此全年施工都不会受气候的影响.

1.5 玻璃纤维在航空航天领域的应用

航空航天领域荟萃了当今世界上最先进的科技成果, 也是新材料科学技术水平的集中展示. 随着我国在该领域的大力发展, 高性能玻璃纤维复合材料已成为航空航天工业中不可或缺的一种材料, 与铝合金、钢和钛合金 3 大金属材料共同成为支撑航空航天事业发展的基石.

在航空上, 无论是民用客机还是军用飞机都使用了玻纤复合材料. 如在内外侧副翼、方向舵和扰流板等处都有用到. 纤维增强塑料有效地减轻了飞机质量, 提高了商用载荷, 节约了能源. 客舱内的顶板、行李

箱、各类仪表盘、机身空调舱、盖板等都用到纤维增强工程塑料,达到了质轻美观耐用的效果。

在航天领域,高性能玻纤复合材料作为主承力结构材料在运载火箭和航天器上的应用越来越普遍。利用纤维缠绕工艺制造的纤维/环氧复合材料固体发动机壳是近代复合材料发展史上的一个里程碑,它具有耐腐蚀、耐高温、耐辐射、阻燃、抗老化的性能。航天器上的耐热材料大量采用了纤维、高硅氧增强酚醛树脂。另外科研人员对玻璃纤维表面进行了化学等处理,有效地改善了玻璃纤维的脆性,从而制得了一种超细玻璃纤维织物,比开司米软7倍,比的确凉布软14倍,成功的用于宇航服的制作。总之,玻璃纤维这种材料从我国神舟2号开始直到神舟7号载人飞行均获得了成功应用。

2 玻璃纤维的发展

2.1 玻璃纤维行业的发展

玻璃纤维产生于20世纪30年代末,自E玻璃纤维问世并出现环氧树脂和不饱和聚酯以来,旋即形成了无机材料与有机材料相结合而成的复合材料时代,为玻璃纤维电气层压材料和玻璃纤维增强材料的发展奠定了基础。1958~1959年,玻璃纤维池窑拉丝工艺的成功实现了玻璃纤维技术的重要跨越,为玻璃纤维的规模化、现代化大生产创造了条件。目前,全世界已经有95%以上的玻璃纤维采用池窑法生产。20世纪末,玻璃纤维增强热固性及热塑性塑料、玻璃纤维增强沥青防水材料 and 用于电绝缘及建筑等企业的玻纤制品已成为相对稳定的4大玻璃纤维支柱市场。目前,已有几千个新品种,几万余种不同产品在各个领域卓有成效地发挥着作用。如今,玻璃纤维工业已被世界公认是衡量国民经济发展水平的一个指标。

2.2 我国玻璃纤维的发展现状及趋势

我国玻璃纤维起步于20世纪50年代,经过50余年的努力,也有着非凡的发展。据资料介绍,2000年左右我国玻璃纤维产量占世界总产量的1/10,排名第5、6位。2007年我国玻璃纤维总产量占世界产量的1/3,排名第一,同时我国的中国巨石集团有限公司及中国泰山玻纤股份有限公司分别为世界玻璃纤维公司排名的第三、第五名。

由于以下几方面因素,我国玻璃纤维产业有着很好的发展空间。一是玻纤市场供不应求因素,在缠绕和SMC等FRSP产品生产中,玻纤缺口量在20%左右;增强塑料和工程塑料的发展推动FRTP的快速发展也使玻纤供应不足;覆铜板工业的发展,使我国成为世界CCL制造基地,也对玻纤基材的需求快速增长。二是我国成功实现了世界玻璃纤维制造基地的转移,出口增长率一直保持较高的比例。如2002年我国出口量为16万吨,2006年增长为79万吨。三是节能减排的战略决策推动玻璃纤维市场的发展。能源利用方面,风能中FRP叶片和机罩的应用以及FRP在沼气池中的推广;节能方面,交通领域车船的轻量化都促使了玻纤复合材料的进一步发展。防腐和“三废”治理中,FRP塔、筒也得到迅速的推广使用。

参考文献

- [1] 张耀明,李巨白,姜肇中. 玻璃纤维与矿物棉全书[M]. 北京:化学工业出版社,2001:1-16.
- [2] 西北轻工业学院主编. 玻璃工艺学[M]. 北京:中国轻工业出版社,1993:586-591.
- [3] 邵恒中. 玻璃纤维在电工电子材料中的应用[J]. 玻璃纤维,2007,(1):41-44.
- [4] 邵恒中. 玻璃纤维在电工电子材料中的应用[J]. 玻璃纤维,2007,(2):38-42.
- [5] 邵恒中. 玻璃纤维在电工电子材料中的应用[J]. 玻璃纤维,2007,(3):31-36.
- [6] 叶鼎铨. 玻璃纤维在生物医学应用[J]. 玻璃纤维,2003,(3):9-16.
- [7] 鞠丽艳,张 雄. 玻璃纤维在建筑材料领域的应用[J]. 玻璃纤维,2003,(5):15-20.
- [8] 金雪霞,杜 娟. 玻璃纤维在环境领域的应用[J]. 玻璃纤维,2005,(1):23-25.
- [9] 钱世淮. 玻璃纤维在特殊领域中的应用[J]. 玻璃纤维,2002,(4):29-31.
- [10] 李 钺. 玻纤工业的发展现状及发展前景[J]. 建材发展导向,2003,(6):43-46.
- [11] 丁 权. 风电市场:增强材料的发展机遇[J]. 玻璃纤维,2007,(5):20-22.

新农村建设视域下新型农民培育研究: 问题提出及路径选择

姚书志¹, 杨效宏²

(1. 陕西科技大学校长办公室, 陕西 西安 710021; 2. 陕西科技大学管理学院, 陕西 西安 710021)

摘要: 新农村建设,既需要体制内的动力,也需要体制外的推动.农民是新农村建设的建设者、受益者和管理者.新型农民作为新农村建设的主体,其素质的高低直接决定着新农村建设的成效.培育新型农民,契合新形势下农村建设的实际,是农村内生性动力和外源性动力和谐统一的根本保证.新型农民培育必须从应急式管理中摆脱出来,在长效机制上下功夫,在解决突出问题上出实招.

关键词: 新农村; 新型农民; 路径

中图分类号: F320.3

文献标识码: A

0 引言

从党的十六届三中全会提出“统筹城乡发展”的思想,到十六届四中全会胡锦涛总书记“两个趋向”的论断,再到十六届五中全会提出的建设社会主义新农村,可以清楚地看出党和国家调整城乡关系、解决“三农”问题的政策脉络.其中,党的十六届五中全会提出了“提高农民整体素质,培养造就有文化、懂技术、会经营的新型农民,是建设社会主义新农村的迫切需要”重要论断^[1],为新时期加强和改进农民教育工作指明了前进的方向.由于历史、制度、观念等方面的深层次原因,目前广大农民整体素质偏低,已成为制约新农村建设的“瓶颈”.因此,走中国特色的农业现代化道路,加快培养新型农民,刻不容缓.

1 新型农民的内涵

对于什么是新型农民,目前还没有一致的表述.笔者认为,新型农民泛指从事农业及其相关产业的具备较高的科学文化素养和道德素养的从业者.新型农民作为一个新概念,具有以下几个特点:第一,历史性.从人类历史发展来看,新型农民不是从来就有的,是一个历史的范畴,是特定社会历史阶段的产物.第二,专业性.与传统小农经济、靠天吃饭相比,新型农民更多的是靠技术和市场意识适应社会.第三,开放性.新型农民的培养不是一蹴而就的,也不是一劳永逸的,是一个在市场经济中不断接受洗礼、不断提高的开放环境中完成的.第四,创新性.从意识和观念等层面来看,要求新型农民用现代观念来武装自己的头脑,破除迷信观念和小农意识等,具有创业精神、开拓意识和较高组织化程度.第五,主体性.建设新农村,新型农民的主体性必须充分凸显.第六,多样性.毫无疑问,新型农民应“有文化、懂技术、会经营”,这是客观标准,但具体而言,却体现为无数个体迥异的现代农民.

概而言之,培养新型农民,就是实现从个体优势转换为群体优势,由要素积累完成量变到质变的飞跃,从而真正实现传统农民向现代新型农民的跨越.培养新型农民实质上是重置农村人力资源布局,提升现代

* 收稿日期:2009-08-05

作者简介:姚书志(1962-),男,陕西省商南县人,副教授,副校长,研究方向:高等教育和大学生思想政治教育

基金项目:陕西省教育科学十一五规划项目:新农村建设视域下农民教育研究(SGH0902173)、陕西省科学技术发展研究计划项目:科技支撑新农村建设问题研究(2008KR66)

农业生产能力,加速实现农业现代化,确保农村长期稳定以适应社会主义现代化建设全局的战略选择。

2 培养新型农民的现实价值

2.1 建设社会主义新农村的内在要求

教育是社会主义新农村建设的基础,没有农村的小康,就不可能实现全国的小康;没有农村教育事业的稳步发展,就不可能建设成为社会主义新农村,就不能实现农村的全面小康。在当前社会转型时期,农村中各种社会矛盾、利益冲突比较突出,需要培养出一大批符合时代要求的新型农民,使其成为农村和谐稳定的中坚力量,在发展生产、保持和谐稳定方面起到示范引领作用,消除不稳定因素,为促进农村进步和建设社会主义新农村做出积极的贡献。

2.2 发展现代农业的关键举措

现代农业是以现代发展理念为指导,以现代科学技术和物质装备为支撑,运用现代经营形式和管理手段,形成贸工农紧密联接、产加销融为一体的多功能、可持续发展的产业体系。现代农业的生产经营、管理需要具备农学、机械学、管理学、信息学等多方面的知识技能,因此,高素质的新型农民是建设现代农业必不可少的条件。现代农业的一个主要标志是广泛采用先进的经营方式、管理技术和管理手段,把产前组织、生产过程,到产后农产品的加工销售有效组织起来,形成比较完整的产业链条,这就要求从事现代农业的农民必须具备一定的市场意识和经营管理意识,而目前广大农民则普遍缺乏这样的意识。因此,在发展现代农业的过程中,需要提高农民的经营管理能力、市场营销能力以及在市场交易中的谈判水平,尽可能地掌握生产经营的主动权。

2.3 落实党的惠农政策的应有之义

随着取消农业税费及土地的可流转,农村改革进一步走向深化,农村基层的治理结构发生了根本变化,以县、乡、村干部行政管理为主的传统治理模式已经不能适应新形势的要求。要使党和政府的各项惠农政策真正在农村基层落实,必须要转变到依靠广大新型农民为自治骨干的现代农村治理结构上来。培养新型农民是党和政府支农、惠农政策落实到农村的有效载体,也便于对各方面进行绩效评价和监督监管。

2.4 促进农民全面发展的必然选择

亿万农民是建设社会主义新农村的主体,是促进农村社会和谐主体,也是促进农村经济社会发展的主体。近年来,农村中出现的种种不和谐,归根到底是发展不平衡引起的。贯彻落实科学发展观,必须从讲政治的高度认识农民教育的重要性,妥善解决农民的再教育问题。从社会发展趋势看,稳步扩大农民民主权利,有序推动农村民主政治建设,离不开农村教育的及时跟进。基于现实农村基层村民的政治诉求、利益表达的需要,采取体制内推进,建立有效的农民利益表达机制和冲突化解机制,彻底扫除上访怪圈和暴力械斗等恶性冲突的发生。实施农民教育培训和劳动力转移再就业工程为抓手,切实便利农村,把改革开放的成果惠及广大农民,化解农民周期性的怨情,既是农村和谐稳定的需要,也是农民自身全面发展的必然要求。

3 当前我国农民素质现状

3.1 文化程度偏低

作为传统意义的农业大国,我国农民数量多,但文化程度不高。从整体情况看,2007年我国农村平均每百个劳动力中,不识字或识字很少的人所占比重为6.34%,小学文化程度的比重为25.76%,初中为52.91%,高中文化程度占11.01%,大专及以上仅占为1.45%,而且西部地区12个省区,这个比例更低,分别为9.88%,32.19%;46.81%,8.34%,0.82%^[2]。从上面的数据不难看出,我国大部分农民的文化程度均处于初中以下水平,并且多数没有受过正规的农业技术技能培训,他们所具有的农业技术技能只是从父母口传身授的经验中得来的,普遍缺乏科学的农业知识和技能。

3.2 科技素质水平较弱

当前,我国农村劳动力中绝大多数属于体力型和传统型农民,科技素质水平不高,不具备现代化生产对劳动者的技术要求.根据有关资料显示:在我国农村劳动力中,接受过培训的仅占 20%,接受过初级职业技术教育或培训的农业劳动力占全部农业劳动力的 3.74%,接受过中等职业技术教育及以上者仅占 0.13%,而没有接受过技术培训的竟高达 76.4%.资料显示,发达国家每万名农业人口中拥有农业技术推广人员 30~40 名,我国仅有 5 名.我国的农业推广机构共有 21.5 万个,有专职人员 130 万人,并且每年大约有 6 000~7 000 项农业科技成果问世^[3].然而,能被转化利用的只有 30%~40%,远低于发达国家的 60%~80%^[4],与国外相比较差距还很大.由于文化水平较低,使他们对于采用新技术的认识不够,很多农民会对采用新技术持观望态度.即使采用了新的农业科技,因受文化水平和技能的影响,也不能够很好的吸纳.在我国农民职业技术教育发展缓慢而科技迅速发展的今天,农业科技的创新推广普及尤其重要,只有让广大农民掌握了先进的农业科技知识和技能,达到科技致富,才能改变农村面貌.可见,当前我国农民整体科技素质水平离农业现代化的要求还有很大的差距,亟需得到提高.

3.3 观念意识滞后

当今农民的思想道德观念受长期以来浓厚的封建思想的影响,还有很多方面不能适应新时期的要求.相当一部分农民依然深受封建传统文化影响,尤其是部分青年农民还存在逆来顺受的习惯性行为,法律意识和民主参政意识淡漠,小农意识、家族意识、封建迷信意识还比较浓厚.另外,由于历史上我国农民长期处于被压迫地位,深受这种历史因素的影响,当前广大农民继续保留着“人不犯我,我不犯人”的观念,认为“好人不上法院”、“民不告官”.农民面对合法权益受到损害又不知道如何维权,只有求助于乡间精英的调解或族长的裁定.据有关调查显示,目前我国有 30% 的村级政权选举被家族势力所操纵^[5].农民受制于种种原因,不能有效行使自己的民主权利,致使乡村民主名不符实.

3.4 经营方式单一

我国广大农村地区很多还停留在传统的耕作水平上,生产工具落后,生产方式比较简单,劳动手段陈旧,经营管理属于粗放式管理.由于科技文化素质比较低,绝大部分农民还不会合理配置劳动资源,更不知道如何调整生产结构,其生产商品化意识远远没有建立起来,不能科学预测市场变化等.生产很多时候是凭直觉经验,带有相当程度的盲目性.如很多地方农民一窝蜂耕种同一种农作物,到最后造成“丰产不丰收”等现象常见诸报端.

当然,造成我国农民整体素质低的原因是多方面的,既有历史的因素,也有现实多方面的制约,既有经济方面的,也有制度、观念等方面的.从教育学的视角来看,主要是由于城乡教育发展不平衡,农村教育经费投入不足,农村基础教育的教育目标、教育内容没有结合农村实际等原因造成的.总之,要建设社会主义新农村,提高广大农民的素质、培养新型农民已迫在眉睫.

4 培育新型农民的路径选择

建设社会主义新农村,实现农业和农村现代化,需要对传统农民进行现代化改造,坚持培育造就千千万万高素质的新型农民.那么,如何培育新型农民呢?

4.1 推进观念体制创新

一提起农民教育,人们习惯性地联想由政府牵头、部门配合,发文动员,现场培训造势的常规做法.事实上,这些做法还没有摆脱传统套路的窠臼,依然停留在“增量式”、“外延式”、“恩赐式”等注入式的模式,致使效果差强人意.因此,要更新观念,实现从偏重外延式教育培训模式到建设内涵式模式的转变.首先,应加大村民教育体系的建设,优化县乡成人教育体系结构建设.坚持重心下移,按照“层次分明、结构合理、布局科学、规模适度、开放有序、实用高效”的要求,统筹城乡教育培训体系.同时,加强对各类培训机构的监督和管理,防止借培训之名,对农民工乱收费,以切实减轻农民负担.其次,要把尊重农民的首创精神和政府的引导推进相结合,建立以培育创新型农民为核心的教育培训框架.通过制度变迁和实践推动,将逐

步弱化因农民素质偏低而导致的加强农民教育的重要性的逻辑论证,从而客观上实现了基于人自身发展而进行的自我教育的内在诉求。再次,建立多元开放的教育体系。历史和现实一再证明,关起门来搞教育是不行的。新型农民的教育培训尚是一件新生事物,尤其身处急剧变迁的年代,更需要不断地总结经验、学习研究,形成实践到经验到理论再到实践的科学循环,从而更好地指导农民培训工作。

4.2 注重科技素质提升

发达国家的成功经验表明,用于把新知识带给农民的支出也许是任何一个贫穷的农业经济中所能够做出的生产率最高的投资。农民知识化进程的快慢,在很大程度上决定着农业和农村现代化发展的步伐,决定着我国经济社会发展第三步战略目标的实现。温家宝总理曾明确指出,我国农村全面建设小康社会的根本在于提高农民素质。其中,最为关键的是要切实加强农民科技素质教育,提高广大农民科技创收能力。一要继续组织实施绿色证书培训和“新世纪青年农民培训工程”。通过有组织、有计划地对农民进行农业基础知识和实用技术培训使农民边学边用、学用结合,掌握从事某一岗位所应具备的专业知识和基本技能,并将所学的知识用于当地经济建设、农业技术推广上。实施新型农民科技培训工程,要始终坚持以“为民”、“便民”为原则,树立质量意识,加强师资培训,强化教学管理,规范教学计划,推行灵活的办学模式和学习制度,为学员半工半读、工学交替、分阶段完成学业创造条件,保证学员学有所获、学有所用。二要建立健全农民教育培训网络。坚持职业教育和闲暇教育相结合,逐步建立以中等职业教育为龙头,职业教育为主体,各级各类教育和培训相互结合渗透、协调发展的多元化的农民教育培训网络。三要积极开展农业科普知识宣传和推广活动。要以开展“送农业科技下乡”和建设“农业科技110服务热线”等活动为依托,组织农业专家、技术人员深入农村和农业生产第一线,为农民进行现场指导、科技咨询、典型示范、田头会诊,宣传普及科技致富实用技术,无偿发放农业技术操作规程等科普书籍,举办相关农业专题技术讲座、农产品展览展示等,积极搭建各种平台,把科技知识普及推广到农村每个角落。

4.3 改进农村生产经营方式

新型农民不仅需要具备一定的专业技能,更要有驰骋市场的能力。在传统农业中,农民有较强的抗自然风险意识,但缺乏抗市场风险意识。在现代农业中,农民需要更强的抵御市场风险和驾驭市场的能力。这就需要发展农村先进生产经营方式,提高农民组织化程度,从根本上提升农民抵御各种风险的能力。要认真按照农业“四化”的目标,转变农业经营观念,改进农业经营模式,“四化”是指农业的组织化、农业经营的规模化、农业生产的标准化和农业产品的市场化。从历史和现实来看,分散的家庭联产承包责任制在一定程度上解放和发展了生产力,解决了特定时空环境下人们的基本需求,但随着社会向前发展,自然风险和自身需求的增长,个体经营的优势逐渐消解,集体意识理念下的合作趋向成为人们有意识的选择。一是要通过结构调整和推进农业产业化,发展高附加值农业,提高农产品生产经营者的竞争力,增加农民收入,改善农民生活;二是通过转移农业劳动力,推进农村经济社会发展,增加农民非农业收入,提升农民的生活质量。这就要求对继续从事农业生产的农民进行各种专项技能培训,提高他们的生产经营知识、农产品深加工知识,同时加强他们的新视野的培训。对分流从事二、三产业的农民进行转岗和继续教育培训,不断补充、更新和提高他们的专业知识和技能^[6]。

4.4 强化民主法制意识

在对农民进行法律意识培养时,要在内容选择、创新形式、机制改进和合力推动方面下工夫。首先,要加大开展以宪法为核心的法制宣传,增强广大干群的宪法意识;开展以农业生产、农村经营为重点的法规宣传,引导农民依法维护自身合法权益。其次,要坚持以人为本,丰富载体,创新形式,通过各种农民喜闻乐见的活动普及法律知识,引导村民依法解决各种矛盾和纠纷。同时积极运用现代传媒手段介入农民法律意识的培养,强化农民群众对法律制度严肃性、神圣性的认同,使他们认识现行法律法规不是与自身相脱离的望而生畏的绳索,而是人们自我规范行为、确立安定团结、创造和谐人际关系的保障,使广大农民形成自觉守法、知法、护法的和谐氛围。再次,要继续加大依法治村力度,完善农村基层民主制度,切实体现民主选举、民主管理、民主决策、民主监督的要求,促进农村各项事业健康发展。最后,要在基层党组织的领导下,

整合资源,构建长效机制,形成齐抓共管的合力.

参考文献

- [1] 贾钢涛. 新农村建设视野下的农民主体作用发挥——兼论陕西旬邑新农村建设[J]. 陕西科技大学学报(自然科学版), 2008, (2): 151-154.
- [2] 国家统计局. 中国农村统计年鉴[M]. 北京: 中国统计出版社, 2008.
- [3] 刘恩才, 李淑清. 我国农业推广体系改革与创新研究探讨[J]. 农业经济, 2005, (5): 29-31.
- [4] 赵惠芳, 徐 晟. 促进高校技术成果转化的几点思考[J]. 中国创业投资与高科技, 2005, (2): 29-31.
- [5] 岳杰勇. 新农村建设视野中的新型青年农民培养[J]. 中国青年研究, 2006(9): 40-41.
- [6] 李水山. 我国新农村新农民培养目标与模式研究[J]. 教育与职业, 2009(2): 8-10.

RESEARCH ON THE NEW PEASANT'S CULTIVATION IN NEW RURAL CONSTRUCTION SIGHT: THE QUESTION PROPOSION AND THE WAY CHOICE

YAO Shu-zhi¹, YANG Xiao-hong²

(1. President's Office, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China; 2. School of Management, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

Abstract: New rural construction requires not only driving force inside the system but also impetus outside the system. Peasant is constructor of the new rural construction, benefiter and director. New peasant plays a main role in the new rural construction, whose quality's decides the effect on the new rural construction directly. Cultivation the new peasant is the basic guarantee on the countryside endogenetic driving force and exogenetic power harmonious unification agreeing with the rural construction reality under new situation. The new peasant cultivation must get rid from emergency management and work hard in persistent effect mechanism, make true confession in the solution prominent question.

Key words: new countryside; new peasant; way

我校 33 人代表团参加第 30 届 IULTCS 大会

10 月 11 至 14 日,第 30 届国际皮革工艺师和化学家协会联合会(IULTCS)会议在北京召开,这是该会议首次在中国举办.本次会议由中国皮革协会承办、中国轻工业联合会支持协办,来自中国、美国、法国、意大利、英国、西班牙、德国、印度、日本等 22 个国家和地区的科研院所、大专院校及相关企业的 300 余位代表出席了会议.我校派出由 33 人组成的代表团参加了此次盛会.

本届大会的议题主要包括:皮革领域的基础研究、皮革毛皮的清洁生产技术、制革新工艺与新技术、皮革及其制品的分析检测技术与质量标准、环保型皮革化工材料、环境保护技术与制革废弃物资源化利用、革制品设计与制造及皮革机械等.来自美国、英国、中国、印度、西班牙、意大利等 13 个国家的 41 位皮革科技工作者在会上作了专题报告,会议还安排了 80 篇海报粘贴论文的展示和参观活动,其中我校发表口头演讲 3 篇,分别为高党鸽博士代表马建中教授课题组所作的“Characterization and Properties of Polymer Diallyldimethylammonium Chloride/Montmorillonite Nanocomposite Tannage”、任龙芳博士代表王学川教授课题组所作的“Preparation of Novel Aminated Collagen Peptide and Evaluation of Its Formaldehyde Removal to Leather”和王鸿儒教授的报告“Preparation of Polyimide Membrane and Its Application in Treatment of Exhausted Unhairing Liquor”;包括 15 篇海报论文在内的 77 篇论文被大会收录,居各参会单位首位.值得一提的是,由我校王学川教授指导的年轻教师任龙芳博士获得了本次大会“优秀青年皮革工艺师(VESLIC)”大奖,这也是本次大会的唯一奖项.会议期间我校学者还与部分与会校友进行了深入交流并合影留念.

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0177-04

高职高专院校基于就业导向的 实习实训教学方法选择分析

孙红梅, 朱红霞

(陕西科技大学管理学院, 陕西 西安 710021)

摘要:随着我国近几年经济结构的战略性调整,社会急需大批技能型人才和熟练劳动者,而高职高专院校采取校企结合的实习实训教学方法所培养的技能型人才对当前社会这一类型人才的短缺起到了很大的缓解作用,但是高职高专院校在教学中仍存在校企结合的契合度不足等问题.为了解决这一难题,作者提出了校企一体化的改进实习实训教学方法的思路.

关键词:高职高专; 实习实训; 校企一体化

中图分类号:G719.21

文献标识码:A

0 引言

近年来,随着我国高等教育的不断普及和全球金融危机的爆发,使得国内社会就业压力不断增加,尤其是20世纪80年代人口高峰年出生的人口相继面临就业,使社会的就业压力更为严峻.以就业为培养导向的高职高专院校的职业教育,较好地契合了社会对技能型人才的需求,提高了我国技能型人才的总体技术水平,对于缓解社会就业压力起到了显著的作用.

然而,由于高等职业教育实习实训教学方法尚不成熟,存在校企合作不到位的弊端,即学校组织学生在企业的实习仅仅是见习和参观,而不能参加企业的实际操作;学校对学生的职业观等德育方面的教育重视不够,导致高职高专院校毕业生的专业技能水平有限,也使职业教育的总体质量亟待进一步提高.

1 基于就业导向的实习实训教学方法选择的必要性

1.1 我国高等职业教育的发展情况

高等职业教育作为我国高等教育的重要组成部分,为国家现代化建设培养了大量高素质技能型专业人才,为高等教育大众化做出了重要贡献,并逐步形成了高等职业教育的体系框架.国家对高等职业教育也越来越重视,教育部部长周济在《在国家示范性高等职业院校建设计划视屏会议上的讲话》中明确提出国家要在实施示范性高等职业院校建设计划中提高教学质量,推动高等职业教育持续健康发展.

高职院校毕业生专业技能较强,近几年其就业率一直保持了较高水平.2008年,上海、北京、广州、成都等大城市高职毕业生的就业率大幅超越本科生,较高水平的就业率也是对高职教育最大的肯定.

1.2 目前我国高等职业教育存在的问题

由于高职高专院校以就业为教学导向,契合了社会对技能型人才的要求,故而高职高专院校毕业生的就业情况比较好.但是高职高专院校毕业生在就业后面临工资待遇低、技术水平提高慢和工作不稳定等一系列的问题.其主要原因在于我国目前的实习实训教学主要集中在学生毕业前期的一学期,并且不重视学生就业观等德育方面的教育,导致毕业生进入工作岗位后不能很快提高自身的技术水平,屡屡发生经常性

* 收稿日期:2009-06-14

作者简介:孙红梅(1967-),女,四川省达州市人,教授,博士,研究方向:财务管理

基金项目:陕西省教改项目;陕西省高职高专院校实践教学管理机制研究(项目编号:2007JG71)

的跳槽,也影响了用人单位对高职高专院校毕业生的评价。目前,我国企业存在严重的工资待遇与学历挂钩的现象,这也在某种程度上严重影响了高职高专院校毕业生的工作积极性,进而形成了恶性循环。

2 基于就业导向的高职高专院校实践教学方法分类

本文对陕西省高职高专院校采取的实习实训教学方法进行了统计,并按照不同实习实训教学方法的特点对其进行了分类。陕西省高职高专院校共有 39 所,本文随机抽取 20 所院校对其实习实训教学方法进行了追踪调查。调查发现,目前我国高职高专院校实践教学采取的方法主要有 3 种:校内实训、校外实习、校企合作。其中,校内实训是指学校的实践教学主要安排在学校实验室进行;校外实习一般是安排应届毕业生在毕业前夕到企业实习;校企合作则是先安排毕业生在学校实验基地进行试验、实习后再进入与学校合作的企业实习。目前,这 3 种方法在我国高职高专院校采用的比例如图 1 所示。

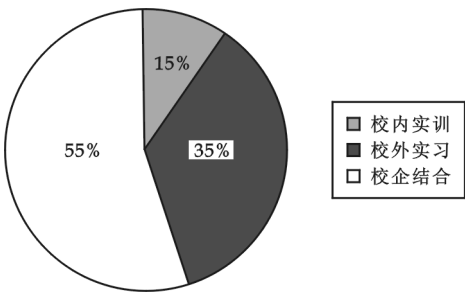


图 1 高职高专院校 3 种实践教学方法所采用的比例

3 国内外高职高专院校实习实训模式综述及比较

3.1 国内高职高专院校实习实训模式

由图 1 可见,国内高职高专院校目前采用较多的实习实训模式为校企结合的实习实训教学模式。随着教育改革的深入,目前我国高职高专院校的实习实训教学方法已由原来单一的校内实验基地实习和校外实习逐渐发展成工学结合的校企结合模式,对高职高专院校的毕业生掌握专业技能、提高技术水平起到很大的促进作用。校企结合指的是高职院校的学生在校学习理论知识,进入校内实验基地实习后再进入与学校合作的企业实习,企业可以优先考虑录用与其合作的高职院校的学生。

3.2 国外高职高专院校实习实训模式

国外高职高专院校实习实训模式最具代表性的是德国的被誉为德国职业教育秘密武器的“双元制”教育体制和美国的社区学院职业教育。

德国职业教育的核心是著名的“双元制”教育模式,该模式下学校和企业共同以就业为导向,以培养高技能、高素质的技术工人目标;学生参加实习实训的时间较长,约占整个学业时间的 70% 左右;在实习实训过程中强调操作的规范化,学生以正式工人的身份参加工作。由于训练严格,学生懒散、粗心大意、不负责任的行为得到了有效抑制,培养了较高的专业技能。

美国社区学院的职业教育制度兴起于 19 世纪 80 年代,经过 100 多年的发展形成了一种实践教学模式,它对美国教育和经济的发展起了很大的促进作用。社区学院的职业教育模式是通过学生与社区的有机互动,使学生的知识、能力和素质得以融合提高,让学生获取真实的实践经验,从而培养学生的专业技能。其教学方法灵活多样,课程设置的时间也不固定。社区学院的职业教育很重视产学结合,各专业的实践课时占总学时的 50% 甚至更多,学生必须到实际岗位参加生产劳动,参加实习的学生可以获得一定的报酬。

3.3 国内外高职高专院校实习实训模式比较

我国的职业教育起步于 20 世纪 80 年代,与欧美职业教育相比,我国的高职高专职业教育发展的时间非常短。由于我国校企结合的实习实训职业教学模式起步比较晚,发展还不够成熟,因此有待于进一步的改进和提高。

从教学模式上看,具有代表性的欧美职业教育模式更注重培养学生的专业技能,在实践教学中增加了很多社会因素,实践教学的时间安排较多,这样使学生毕业后更容易适应社会、融入社会。由于在实习实训环节对接受职业教育的毕业生提出了与在职工人一样的工作要求,因此使他们在毕业之前就能够真正地掌握工作中的操作技能,这样更利于其技术水平的提高。相比之下,我国的高职高专院校在实习实训过程中则侧重于理论知识的传授,安排学生参加实践的时间也比较短。

从上述比较可见,我国高职高专院校在实习实训教学方面存在明显的不足,除了必须树立先进的教学理念外,我国高职高专院校的实习实训教学应该不断汲取国外实习实训教学的精华、取长补短,更好的适应我国社会、经济的发展。

4 构建适合高职高专院校职业教育实习实训的管理方法及可行性分析

4.1 构建适合高职高专院校职业教育实习实训的管理方法

校企结合的实践教学模式是近几年我国高职高专院校摸索、总结经验和借鉴国外职业教育的实践教学模式而推行的一种教学模式,在实际中其成效非常显著,但是也存在一些亟待完善的问题。校企一体化实习实训教学方法是在校企结合的基础上改进的实践教学方法,它针对高职高专院校实习实训不到位、德育教育缺失等问题,提出要加宽校企合作实践教学的层面和加深校企合作实践教学的深度,从而全面提高我国高职高专院校实践教学的质量。

(1)加强实习实训的力度,改变原来仅在毕业前一学期参加企业实习的实践教学模式,使学生在企业实习的实践教学贯穿到学生职业学习的全过程。学生每完成一门课程,学校都要安排学生在参加校内实训基地的实习实训之后进入企业进行实际操作训练。学生每一学期结束时,学校都要安排学生集中参加企业实习。学生在参加企业实习过程中要严格按照企业的规定进行操作。企业应把每个参加本企业实习的学生的实习实训的情况及时和学校沟通,以便学校组织和安排学生的理论学习和校内实习。

(2)加强高职高专院校学生的“职业观”、“成才观”等方面的德育教育,使高职高专院校培养出具有精湛的专业技能和较高素质与文化修养且竞争能力较强的毕业生。加强德育教育利于学生在择业中进行自身准确定位,更容易找到适合自己的工作岗位;加强德育教育还可以使学生在工作中正确面对挫折,遇到困难时以积极的心态处理问题,并利于高职高专院校学生成熟的职业观和成才观的形成,促使学生踏实工作,积极提高专业技能,形成一种良性的循环。

高素质技能人才的培养不仅顺应了我国经济发展的趋势,也利于技能型人才社会地位的提高,可以抑制我国不断扩大的贫富差距,从而保证社会稳定和谐地发展。

4.2 构建适合高职高专院校职业教育实习实训管理方法的可行性分析

首先,从我国目前面临的经济环境看,我国正处在经济结构战略性调整的时期,急需大量的技能型人才和熟练工人,高职高专院校校企一体化实习实训教学的宗旨就是培养技能型人才和熟练的工作者,契合了当前我国经济发展的需要。

其次,高职高专院校校企一体化的实习实训教学模式与国内其他实践教学模式相比更加注重学生的实际操作能力,更符合职业教育的内涵;与国外实践教学模式相比,这一模式不仅培养了学生的职业技能,还增加了对学生的德育素质教育,更利于学生就业和成才,与人民素质的不断提高相得益彰。

再次,高职院校的学生参加企业实习,可以为学校减少不必要的实训基地建设,从而减轻了高职高专院校的经费压力。同时,还可以使学校了解企业一线使用的先进技术,改进教学方法,提高教学质量,使学生更好地就业。

在运用本实习实训教学方法时,一定要注意高职高专院校和企业的契合度以及对学生的思想素质的德育教育。只有学校和企业达到了一定的契合度,才能实现校企双赢;只有综合考虑到提高学生的专业技能和综合素质,才能使参与三方达到“三赢”,从而促进社会和经济的快速发展。

参 考 文 献

- [1] 董刚.在“教学做”一体化中实现深层次工学结合[J].中国德育,2006,(17):42-43.
- [2] 唐永泽.以工学结合为主线构建高职人才培养模式[J].中国高等教育,2009,(1):47-48.
- [3] 礼记·经解[Z].北京:高等教育出版社,2008,244.
- [4] 刘超良.制度的性论[M].武汉:湖北教育出版社,2007.

[5] 丁锦宏. 公民社会时代学校德育教育目标的思考[J]. 中国德育, 2006, (7): 25-29.

BASED ON EMPLOYMENT-ORIENTED VOCATIONAL
COLLEGE INTERNSHIP ANALYSIS OF PRACTICAL
TEACHING METHODS

SUN Hong-mei, ZHU Hong-xia

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

Abstract: In recent years, with the strategic adjustment of economic structure, our society urgently need a large number of skilled personnel and skilled workers in China, while school-enterprise in higher vocational colleges with internship training teaching methods on the current shortage of this type skills of society has played a significant role in mitigation, but the teaching of higher vocational colleges still exists the school-enterprise integration issues such as lack of fitting, in order to solve this problem, the authors propose an improved practice practical teaching ideas about school-enterprise integration.

Key words: higher vocational; internship training; school-enterprise integration

(上接第 171 页)

[12] 姜肇中. 玻璃纤维应用技术[M]. 北京: 中国石化出版社, 2004.
[13] 张碧栋, 吴正明. 连续玻璃纤维工艺基础[M]. 北京: 中国建筑工业出版社, 1998.

APPLICATION IN NEW FIELDS AND DEVELOPMENT
OF GLASS FIBER

LIU Xin-nian, ZHANG Hong-lin, HE Zhen, TIAN Peng

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

Abstract: This article states some excellent properties of glass fiber, and introduces the glass fiber's application in electronic material, environment, medical science, building, and aerospace. Then simplicity described the history of the glass fiber's produce technology. Finally indicates the glass fiber concisely use in the future.

Key words: glass fiber; property; application; development

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0181-04

新
经
济
环
境
下
高
校
绩
效
审
计
的
思
考

张学平

(陕西科技大学管理学院, 陕西 西安 710021)

摘 要:全球化知识经济的竞争推动了我国高等教育的快速发展,但也出现了许多新问题,建立一套系统的适合高校绩效审计的指标体系和规章制度对于推动高校绩效审计工作具有重要的意义. 作者通过统计分析,结合高校经济运行的特点,构建了一套高校绩效审计的评价指标,探讨了建立绩效问责制的必要性,以确保高校绩效审计的效果.

关键词:新经济环境; 高校绩效; 审计

中图分类号:F239.42 文献标识码:A

0 引言

近年来,随着我国高校办学规模的扩大,高等教育经费不断增加. 由于高等教育支出是国家财政支出的重要组成部分,因而高校教育经费的使用效益愈来愈受到社会的关注,迫切需要解决经费的使用效益问题. 但目前高校的审计仍以财务收支审计为主,对高校经常性经费的绩效审计还没有开展. 国家审计署在《2008 年到 2012 年审计工作发展规划》中提出,要全面推进绩效审计,到 2012 年,每年所有的审计项目都要开展绩效审计,这为我国今后 5 年的审计工作指出了发展方向和工作目标,同样也为我国高校的内部审计工作指明了未来的努力方向. 因此,高校绩效审计是政府职能转变的产物,是教育事业发展的需要,研究进而开展高校绩效审计势在必行.

1 新经济环境下高校绩效审计的必要性与特点

1.1 新经济环境对高校经济的影响

高等教育支出是国家财政支出的重要组成部分,其占财政支出的比例也在逐年增加,近年来,在高校扩招政策的带动下,我国接受高等教育的在校生人数大幅增加,高校办学规模日益扩大. 1978 年,全国普通高校 598 所,在校生 86.7 万人,平均每校的生均规模仅有 1 432 人,其中在校生 5 000 人以上的高校有 4 所,占高校总数的 0.67%;3 000~5 000 人的高校有 34 所,占高校总数的 5.69%;1 000 人以下的高校有 348 所,占高校总数的 58.19%;不足 300 人的高校多达 99 所,占高校总数的 16.56%. 经过 10 多年的改革和调整,我国高校的生均规模已从 20 世纪 80 年代末的 2 000 人左右上升到 4 000 人左右. 在教育部直属重点大学中,学校生均规模都达到了万人,并出现了一批拥有几万人的巨型大学. 高等院校的发展离不开教育经费的支撑和保障,一方面国家对高等教育的投入每年都在大幅增长,另一方面高校自主创收能力也日益加强,如表 1、表 2 所示.

表 1 全国高等教育经费收入情况			单位:千元
	1994 年	1998 年	2002 年
高等教育财政预算内拨款	17 667 940	26 346 683	56 052 130
高等教育各类拨款总计	17 901 983	27 447 023	65 009 109
高等教育经费收入总计	24 754 446	41 500 810	121 347 494
全国教育财政预算内拨款总计	87 783 499	132 924 137	245 317 728

* 收稿日期:2008-08-06
作者简介:张学平(1973-),男,甘肃省武威市人,会计师,研究方向:会计理论与实践

表 2 1980 年以来财政预算内高等教育经费支出及所占比例变化 单位:亿元

年份	国民生 产总值	国家财 政支出	预算内 教育经费	预算内高等教育经费拨款			
				总计	占 GDP 比例/%	占财政支 出比例/%	占预算内教育 总经费比例/%
1980	4 517.8	1 288.8					
1985	8 989.1	2 004.3	227.9	66.8	0.7	3.3	29.3
1990	18 598.4	3 083.6	426.1	102.4	0.6	3.3	24.0
1995	57 494.9	6 823.7	1 028.4	213.6	0.4	3.1	20.8
2000	88 189.6	15 886.5	1 951.40	491.2	0.6	3.1	25.2

从表 1、表 2 可以看出,高等教育经费在逐年增加,高校自主创收能力也日益增强.同时,随着高校扩招原有的校舍已远远不能满足学生急剧增加对资源的需求,因此许多学校开始从银行贷款建设新校区,从此背负了巨额的贷款,还要偿还沉重的利息;而另一方面,却是投资效益低下,资金使用率不高.据调查,2001 年教育部直属的 74 所高校中有 49 所已向银行贷款,年末未偿还贷款本息达 51.71 亿元,其中本金 48.4 亿元,利息 3.31 亿元.可以说,高校在经济效益方面存在的问题俯拾皆是,触目惊心.

1.2 高校绩效审计的必要性

高等学校随着扩招任务的不断加大,学校规模不断扩大,高校的基本建设投资、固定资产投资成倍增长.为保证办学质量,学校对教学科研进行了大量的投入,教学经费、科研经费、管理费用等各项费用大幅度增加.而且,新建学校很大一部分靠银行贷款,学校要支付相应的银行利息,学校的收入来源非常有限.随着竞争的不断加剧,谁能够降低办学成本,提高资金利用率,谁就能取得主动权.通过绩效审计,可以弄清组织内公共资金是否获取了效益,效益的程度如何?如高校在进行固定资产投资前进行评估,可以论证、预测最佳决策方案,以期实现最大效益;通过事中进行监督,可以挖掘提高固定资产的潜力;通过事后进行对比,可以分析、考核、评价预算执行结果,提出改进意见.因此,将绩效审计贯彻管理的整个过程能够获得资金的最佳使用效果.此外,近几年我国高校进行了调整合并、联合共建等多种体制改革,对高等教育的设置布局 and 结构进行了调整.但就资源配置来讲,各高校仍然无法作为独立法人的主体进入高等教育市场并遵守市场经济的基本原则参与竞争,其现有资源也根本不是以市场为导向来配置的,很少应用市场规律来调节,从而导致高等教育资源利用率低下,各高校的资源共享不完全,导致教学设备的重复配置与闲置并存.所有这些问题都应当进行审计,不仅要审计这些资金的核算,更要审计这些资金的使用效益,查清资金使用效益低下的原因.只有通过开展绩效审计,才能及时吸取教训,建立健全并认真落实各项管理制度,减少教育资源使用中存在的铺张浪费问题,促进高校资金使用效益的提高.目前,高校的审计工作仍以财务收支审计为主,根据内部审计协会的调查可知,目前高校审计项目中财务收支审计占到了 43%,对工程项目的审计只占到 14%,而效益的审计仅为 8.5%,绩效审计只在审计高校基建专项资金时使用,对高校经常性经费的绩效审计还没有开展.从当前教育事业发展来看,积极开展绩效审计是十分必需和刻不容缓的.国家审计署在《2008 年至 2012 年审计工作发展规划》中提出,要全面推进绩效审计,到 2012 年,每年所有的审计项目都要开展绩效审计,这为我国今后 5 年的审计工作指出了发展方向和工作目标,同样也为我国高校内部审计工作指明了未来的努力方向.因此,高校绩效审计是政府职能转变的产物,是时代发展的需要.

1.3 高校绩效审计的特点

- (1) 教育投资的有效性.投资效益的高低取决于学校对人力、财力、物力的合理使用和有效使用.教育投资的社会效益表现为培养的人才和研究的科学技术文化成果能为社会增加多少社会总产品和国民收入、能使受教育者提高多少劳动生产率.
- (2) 绩效评价的广泛性.高校存在系、部、科研所、工会、后勤服务中心、校办产业等不同的部门与经济实体,使财会核算出现配置等新的会计事项,致使高校资金管理特别复杂,这种财会核算体系的多样性和资金管理的复杂性决定了高校绩效审计评价的广泛性.

2 高校绩效审计标准评价体系与制度建设

2.1 高校绩效审计标准的特点

(1)模糊性.高校从事的是非物质生产活动,它在教学、科研、人才规格培养方面所显示出的效益很难从数量上进行全面概括,例如要求学生“德、智、体”全面发展,对学生在“德”的方面进行衡量,即对学生的思想、道德、精神境界做出数量上绩效评价是有困难的,只能根据客观情况从主观上推断出一个大致的评价,因而得出的结果具有一定的不确定性、模糊性,因此审计标准也只能是模糊的(不包括那些能用数量衡量的教学、科研成果).

(2)长远性.教学和科研工作以及培养专门人才不是一蹴而就的活动,它在促进科学文化水平的提高、丰富人们的精神生活等方面的成效往往要过一段时间才能表现出来,或者也可能马上就体现出来,而且持续的时间很长久,所以高校活动的效益具有长远性,其审计标准也应立足于长远.

(3)宏观性和间接性.高等学校是为全社会服务的,它所提供的劳动成果(社会所需要的专门人才以及自然科学和社会科学的研究成果)是为全社会服务的,其产生的效益将在很大范围内发生作用,同时产生的效益并不能全部在高校范围内直接反映出来,相当一部分效益是以潜在的、转换的形式间接地表现出来,因此,只有立足于宏观和间接效益的标准方能对高校的效益做出全面、正确的评价.

2.2 高校绩效审计标准评价指标

根据高校绩效审计的目标,结合高校绩效审计标准的特点和我国高校的事业特点以及资金运行状况,建立一套适合高校绩效审计的标准评价体系是非常必要的.高校绩效审计评价指标体系主要包括经费指标、资源利用效率指标、效果性指标、管理指标等一系列具体指标.

(1)财务收支预算执行情况指标

预算完成率=当年预算完成数/当年预算计划数 $\times 100\%$

(2)收支状况指标

①经费自给率=(事业收入+经营收入+附属单位上缴收入+其他收入)/(事业支出+经营支出) $\times 100\%$

②事业结余率=(事业收入-事业支出)/事业支出 $\times 100\%$

③人员支出比率=(基本工资+其他工资+补助工资+职工福利费+社会保障支出)/事业支出 $\times 100\%$

④公用支出比率=(公务费+设备购置费+修缮费+业务费+其他费用)/事业支出 $\times 100\%$

⑤事业收入占总收入比例=事业收入/总收入 $\times 100\%$

⑥经营收入占总收入比例=经营收入/总收入 $\times 100\%$

⑦事业收入增长率=(当年事业收入/上年事业收入-1) $\times 100\%$

⑧经营收入增长率=(当年经营收入/上年经营收入-1) $\times 100\%$

(3)资产管理情况指标

①流动资产周转率=(事业收入+经营收入)/年平均流动资产 $\times 100\%$

②总资产周转率=(事业收入+经营收入)/平均资产总额 $\times 100\%$

③投资收益率=投资收益/投资成本 $\times 100\%$

④资产负债率=负债总额/资产总额 $\times 100\%$

(4)经营能力情况指标

经营毛利率=(经营收入-经营支出)/经营收入 $\times 100\%$.

(5)高校的社会效益指标.高校作为社会单元中的一部分,自身也必须不停地发展、完善壮大才能适应社会的需要.高校在进行投资,培养人才、做出科研成果的同时,其自身的社会影响也在不断变化,评价其自身社会效益的指标为:高校社会效益=高校新增加的价值/高校投入资金.

2.3 建立绩效问责制

无论是外部环境(包括经济全球化的推动、知识经济时代的到来、国际高等教育市场的变化等),还是自身质与量的变化以及高校内部审计自身在新环境下角色与功能的调适,都要求我国高校绩效审计引入绩效问责制度,以从制度上保障绩效审计的效果.笔者以为,建立审计绩效问责制度应坚持问责结果与奖优罚劣、行政问责相结合的原则.一是建立问责结果在部门预算安排及预算执行中的应用制度,并建立相应的激励与约束机制,财务部门将问责情况作为今后年度编制部门预算和安排部门经费的重要依据;二是建立问责结果反馈整改与奖惩机制.问责工作结束后,问责小组将被问责部门和相关责任人的绩效情况、存在问题及相关建议反馈给被问责单位和责任人,并督促落实整改.在问责过程中发现问题的,将按相关规定追究责任;三是建立问责信息共享制机制.问责小组除将年度问责情况向学校相关部门报告,由学校对绩效工作做得好或差的单位和个人予以通报外,还将问责结果与年度考核挂钩,作为组织部门任用干部的一个参考和对单位进行绩效作风考评的内容之一.

绩效问责办法的施行,将形成强有力的问责机制,从制度层面为高校绩效审计保驾护航,从而促使高校合理配置资源,使有限的资源发挥最大的效益,同时提高资金使用率,将有限的资金运用到教学、科研上,促进学校发展的良性循环,低成本、高产出,取得良好的经济效益和社会效益,为高校加强管理能力,实现决策的科学化、精细化打下基础,进而为实现学校的跨越式发展做出贡献.

参考文献

- [1]吴娜,张瑞刚.绩效审计在我国的发展现状与战略思考[J].会计之友,2005,(2):29-30.
- [2]冯勋荣.关于高校开展绩效审计的思考[J].工业审计与会计,2006,(5):30-31.
- [3]李松.浅析高校绩效审计山东纺织经济[J].2008,(3):96-97.
- [4]吴俊,高二华.高校绩效审计探析[J].科技信息,2008,(32):192.
- [5]曾凡昌.高校绩效审计评价指标体系构建[J].西南民族大学学报,2008,(5):187-188.
- [6]孙丹.浅析中国绩效审计的实践历程与未来发展战略[J].经济研究导刊,2009,(18):98-99.

STUDY ON PERFORMANCE AUDITING OF HIGHER SCHOOL UNDER NEW ECONOMY ENVIRONMENT

ZHANG Xue-ping

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

Abstract: With the fast development of higher education in China which caused by global competition of knowledge economy a lot of new problems appear. It is meaningful to promoting the execution of performance auditing of higher school to establish a series of normal system and regulation, which adapt to the development of performance auditing of it. Considering the economic running feature of higher school the author uses way of statistical analysis to propose a series of evaluation index of higher school performance auditing, explore the necessity of establishing performance accountability system in order to ensure the effect of performance auditing of higher school.

Key words: new economy environment; performance auditing of higher school; audit

* 文章编号:1000-5811(2009)05-0185-03

网络环境下的多媒体语言学习系统功效探析

蔡 颖

(陕西科技大学外语与传播学院, 陕西 西安 710021)

摘 要:针对语言学习系统实践教学功能开发与利用不尽人意这一现状,从对多媒体语言学习系统的软硬件构成及功能介绍入手,采用问卷调查和举例分析的方法论证了语言学习系统在语言教学中的强大功能和优势地位,并就其应用中存在的问题提出了一些建设性的意见和行之有效的措施;只有提高实验室人员的思想素质和业务素质,加强网络多媒体语言学习系统的日常管理与维护,才能使多媒体语言学习系统的优势充分发挥出来,从而提高其使用效率,更好地为高校语言教学服务。

关键词:网络;多媒体;语言学习系统;功能

中图分类号:G434

文献标识码:A

0 前言

随着计算机技术的不断发展,近年来多媒体语言学习系统也发生了巨大的变化,数字网络语言学习系统已经逐步取代了传统的语言学习系统.数字化多媒体语言学习系统在激发学生的学习兴趣 and 自主学习能力、强化教师的主导地位以及教育资源共享等方面具有无可比拟的优势.数字化教学是语言教学改革趋势,随着大量新型教学设备和方法的涌现、信息技术的广泛应用及网络技术的迅猛发展,多媒体语言学习系统的功能更加全面,其突破了常规语言教学模式,为语言教学的改革提供了思路与平台.然而,尽管多媒体网络语言学习系统的功能如此强大,但在实践教学其功能的开发与利用却不尽人意.针对这一问题,作者从介绍网络多媒体语言学习系统的组成和功能着手,将其与传统多媒体语言学习系统进行了比较,并就使用多媒体网络语言学习系统中存在的问题进行了分析与探讨,提出了进一步的解决措施.

1 网络环境下多媒体语言学习系统的组成

电脑网络多媒体语言实验室是电脑室与语言实验室的有机结合,它是在标准电脑室的基础上增加了专业数字语言学习系统,从而组成了高档专业化的数字语言实验室,这对于已购置了电脑室的大中小学,既可节省教室,又可提高使用效率,并能最大限度地发挥一室两用的功能:计算机教学功能和专业化语言教学的功能.主控台由主、副显示器、服务器兼教师机、录像机、影碟机、电视机、实物展示台、卡座、打印机、资源服务器等组成;学生终端由学生显示器、PC机、鼠标、专用键盘、通用键盘等组成;教师机通过ATM技术交换机、以太网交换机及网线与学生终端、校园网、互联网等连接,以此构成一个功能强大的电脑网络多媒体语言实验室.其多媒体部分主要指利用卡座、DVD机、视频展台等外部设备以及教学软件提供多种媒体的教学功能,而网络部分则是指自主化的学习和基于网络的互动教学功能.网络化学习可以是一对一的学习,也可以是一对多的学习,学习者可以点播音视频文件或上网学习,可以在不同的地方与不同的人交互学习.因此,网络部分必须具备专业化的资源库以及音视频点播、自主学习等多方面的功能.基于对多媒体和网络设备的双重支持,多媒体网络语言学习系统为教学活动的展开提供了极大的空间.

2 网络环境下多媒体语言学习系统的优势

利用多媒体计算机网络技术辅助外语教学,不仅可以实现传统语言学习系统的所有功能,更重要的是它具备许多传统语言学习系统无法实现的功能.

* 收稿日期:2008-08-06

作者简介:蔡颖(1975-),女,黑龙江省绥化市人,工程师,研究方向:计算机多媒体语言教学

2.1 功能强大,资源丰富

与传统多媒体语言学习系统相比而言,网络语言实验室学习系统改变了传统的以录音机机型和控制按键为主体的系统结构,其系统结构建立在网络数据交换的基础上,与校园网实现无缝连接,将经过 A/D 转换的语言数据或音视频数据信号通过标准的国际网络协议传递给学生终端.多媒体网络语言实验室不仅包含了常规的多媒体语言实验室所具有的功能,而且还扩展了几十种网络教学与学习功能,如数字化复读、电子阅览、自由点播、模拟测试、听力原声和口语声音波形比较以及视频显示等等.例如,在大学英语的视听说教学中,传统的多媒体语言实验室只能依赖简单的主控录音机、投影、电脑、碟机等设备完成教学任务,在听一篇材料时,教师必须预先将生词表发给学生,或将生词抄在黑板上,很烦琐.而在使用网络学习系统教学时,当教师选定一篇材料后,可以在计算机屏幕上给出该段材料的生词,减少了每次给学生发放生词表的麻烦,并且可以让学生预听每个生词的发音.另外在学习过程中,学生在自己的电脑上能做到读看结合、视听并用,这样教学不仅生动活泼,而且效果也好.对教师而言,借助于教师主控机上安装的教师备课辅助系统,可以很方便地搜集与整合,制作出各种形式的教学素材和课件,包括文本、声音和图像等,可以在家里或其他地方将备课资料很方便地通过互联网传输到授课点.同时,还可以运用语言学习系统的测试与分析功能随时对学生进行测试和测试分析,使教学效果取得实时反馈,为合理调整教学进度提供有效的依据.这些新的功能的扩展,不仅使语言教学丰富多彩,有声有色,而且改变了传统型语言实验室的单一性.因此,可以说,多媒体网络语言学习系统功能强大、一室多用,是多种实验室的有机整合.

2.2 操作简单,灵活直观,激发了学习兴趣

由于计算机存储的信息是数字信号,随机存放,不同于磁带的顺序存放方式,因此教师或学生在选择听力材料时不必通过倒带定位,只须鼠标一点就可方便地选择各种听力材料,将自己读的内容录入计算机,反复听以便校正发音、语调、语气等,可见在电脑上进行这项操作比录音机方便得多.教师可以方便地将要显示的文字、图形、图像等输入计算机,并与声音、视频等混合,在教学需要时传送给学生.在软件设计上,多媒体网络语言学习系统充分考虑了使用者的要求与习惯,把一系列复杂的操作动作转变为一个简单的按键功能操作,降低了设备的故障率,保证了课堂授课的连续性,使学生有机会更大范围地接触到真实而完整的语言,极大地丰富了学习的内容,增强了学习的自由度和灵活性,激发了学习兴趣,进而提高了学习的效率.笔者从 2008~2009 年连续两个学期,通过随机问访的形式就学生对于网络环境下的多媒体语言学习系统的教学效果的满意度进行了调查,结果显示,有 85% 以上的同学对网络环境下的多媒体语言学习系统的学习效果表示认同,统计结果如表 1 所示.

表 1 网络环境下多媒体语言学习系统学习效果满意度调查表(%)

	好	一般	不好
第一次调查	90	7	3
第二次调查	88	8	4
第三次调查	86	8	7
第四次调查	84	7	9
第五次调查	88	5	9

3 网络环境下多媒体语言学习系统中存在的问题

3.1 功能挖掘不够,造成资源浪费

网络多媒体语言学习系统是多媒体实验室的整合,功能强大,资源丰富,由于其鲜活生动、集多种感官冲击为一体,极大地激发了学生的学习兴趣和学习主动性,但长期以来许多任课教师对语言实验室的功能开发利用不够,把一套功能齐全、设备先进的语言实验室当作普通听音室使用.电脑网络多媒体语言学习系统运用于教学中,普遍存在的现象就是高档设备低档使用,设备的许多功能没有挖掘出来,造成了极大的浪费.因此,我们必须打破旧的观念,将它应用到其他学科领域,充分发挥它的功能和效益.

3.2 过分依赖多媒体,失去教学主导作用

有些教师在认识上走入误区,认为多媒体教学无所不能,因而产生过分依赖多媒体教学手段的思想,把多媒体当作万能的教学工具.利用多媒体进行教学,教师要操作课件,学生的眼睛集中在投影屏幕上,无法直接面对教师,因而看不到教师的表情和肢体语言.长此以往,教师的主导作用发挥不够,学生就会忽视教师的存在,师生之间的直接交流弱化,学生的人文与素质教育就很难落到实处,长此以往,会失去教师在教学中的主导作用.

3.3 管理人员认识片面,管理水平不高

许多实验室人员片面地认为多媒体网络语言学习系统功能的开发与利用只是授课教师的事情,实验人员的工作就是语言学习系统的日常管理和设备维护,而与语言教学无关,因而缺乏参与实验教学活动的

意识,只穷于应付日常的管理技术工作,仅满足对设备技能、技巧的掌握和娴熟,忽视了语言实验教学的研究和能力的提高,管理能力欠佳.

4 加强语言学习系统的综合管理,最大限度地提高设备的使用效率

4.1 提高实验室人员的思想素质和业务素质

由于电脑网络多媒体语言学习系统综合了计算机技术、多媒体技术、网络技术等高新技术,对使用它的人员提出了更高的要求,这就要求使用人员应了解和掌握多媒体的新技术在教学中的应用.为了充分发挥网络环境下多媒体语言学习系统的功能,实验室人员首先应该熟练掌握各种新设备的使用方法,学习新的技术,在此基础上对教师应用语言系统各种功能进行指导培训.通过培训使教师更多地了解、熟悉设备的多项功能,提高教师综合应用网络多媒体语言学习系统的兴趣和能力.教师应改变旧的教学观念,具备现代教学意识,学习掌握运用现代教学媒体手段,熟悉各种教学媒体硬件设备的操作以及各种教学软件的设计与制作,并与自己的教学经验相结合,改进教学方法,提高教学质量,做到最优化教学.

4.2 加强网络多媒体语言学习系统的日常管理与维护

由于网络多媒体语言学习系统建立在学习系统与以太网连接的基础上,必然会受到网络病毒的侵袭,因此对系统的日常管理与维护就提出了更高的要求.笔者认为,一方面管理人员要加强责任心,定期检查网络多媒体语言学习系统的运行情况,安装防火墙和杀毒软件,定期进行网络设备的扫描工作和杀毒,另一方面要建立强有力的管理制度和措施,如学生个人携带的 U 盘、移动硬盘等移动设备不经管理人员的同意不能私自接入网络设备,或者直接将学生用机的 USB 接口封死,教师携带的移动设备在接入前要进行杀毒等,这样才能保证网络多媒体语言学习系统的设备正常运转,从而保证教学的正常进行.

总之,多媒体语言学习系统是大学生提高外语听说综合应用能力的一个主要平台,它在大学外语教学中的地位与作用将日益显现出来.我们相信,通过任课教师和实验室管理人员的共同努力,合理地使用电脑网络多媒体语言学习系统,必将产生良好的教学效果.

参 考 文 献

- [1] 李韶华. 电脑网络多媒体语言实验室的开发与利用[J]. 湖南人文科技学院学报, 2006, (3): 81-81.
- [2] 陈平平. 多媒体网络语言实验室功能优势与开发对策[J]. 科技资讯, 2006, (19): 121-122.
- [3] 陆海萍. 多媒体语言实验室建设与管理[J]. 长江大学学报, 2009, (2): 308.
- [4] 余 辉. 新环境下多媒体语言实验室管理的特点[J]. 科技资讯, 2009, (13): 187.
- [5] 童其兰. 我国高校多媒体外语教学模式现状分析和趋向预测[J]. 英语教学研究, 2008, (2): 44-45.

STUDY ON FUNCTION OF MULTI-MEDIA LANGUAGE-LEARNING SYSTEM IN NETWORK

CAI Ying

(School of Foreign Languages and Communications, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

Abstract: Through the introduction of software and hardware composition and function of multi-media language-learning system, the author shows its advantageous position in college language teaching especially in visual, audio and oral aspects. And some constructive advice is also put forward on how to further make use of it. The conclusion is that multi-media language-learning system will play more important role in language teaching of higher education if we succeed in improving laboratory personnel ideological and professional quality, strengthening the daily management and maintenance of the network of multi-media language learning system.

Key words: network; multi-media; language-learning system; function