



引用格式:孟君,郭全海,曹汉青,等. 4种常见中药材中Ca、Fe、Zn、Cu、Mn含量测定与分析[J]. 轻工学报,2020,35(5):1-6.

中图分类号:TS255.1;S571.1 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.001

文章编号:2096-1553(2020)05-0001-06

4种常见中药材中 Ca、Fe、Zn、Cu、Mn含量测定与分析

Content determination and analysis of Ca、Fe、Zn、Cu、Mn in four common Chinese herbal medicines

孟君¹,郭全海²,曹汉青¹,徐清萍¹,周文珊¹

MENG Jun¹,GUO Quanhai²,CAO Hanqing¹,XU Qingping¹,ZHOU Wenshan¹

1. 郑州轻工业大学 食品与生物工程学院,河南 郑州 450001;

2. 商丘职业技术学院 动物工程系,河南 商丘 476000

1. College of Food and Bioengineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;

2. Department of Animal Engineering, Shangqiu Vocational and Technical College, Shangqiu 476000, China

关键词:

中药材;微波消解;浸提;微量元素;火焰原子吸收光谱法

Key words:

Chinese herbal medicine; microwave digestion; extract; microelement; flame atomic absorption spectrometry

摘要:采用微波消解和浸溶处理方法,浸提中药材(怀菊花、枸杞子、罗汉果和西洋参)样品,然后利用火焰原子吸收光谱法测定这4种中药材及其浸提液中Ca、Fe、Zn、Cu、Mn 5种微量元素的含量,并对样品进行Ca、Fe、Zn元素加标回收实验,以验证测定方法的准确度.结果表明,4种中药材样品中的5种微量元素含量具有一定的差异,其含量从高到低分别为:怀菊花中Ca > Fe > Zn > Mn > Cu,枸杞子、罗汉果和西洋参中Ca > Fe > Zn > Cu > Mn;怀菊花中5种微量元素的含量均高于其他3种中药材样品,其中,Ca元素含量高达3.097 5 mg/g. 5种微量元素的浸溶率与其在4种中药材样品中的质量浓度没有直接关系. Ca、Fe、Zn元素的回收率在81%~97%之间,表明本文所采用的测定方法准确度较高.

收稿日期:2020-03-03

基金项目:国家自然科学基金青年基金项目(31500442)

作者简介:孟君(1971—),女,河南省永城市人,郑州轻工业大学教授,主要研究方向为食品分析.

Abstract: Microwave digestion and soaking were used to extract the samples of traditional Chinese herbal medicine (Huai chrysanthemum, wolfberry, *Siraitia grosvenorii* and American ginseng). The contents of Ca, Fe, Zn, Cu and Mn in the four traditional Chinese herbal medicines and their extracts were determined by flame atomic absorption spectrometry. The recovery experiments of Ca, Fe and Zn were carried out to verify the accuracy of the determination method. The results showed that the contents of five microelements in four kinds of traditional Chinese herbal medicine samples were different. The contents were as follows: Ca > Fe > Zn > Mn > Cu in chrysanthemum; Ca > Fe > Zn > Cu > Mn in wolfberry, *Siraitia grosvenorii* and American ginseng; the contents of five micro elements in Huai chrysanthemum were higher than those in the other three kinds of traditional Chinese herbal medicine, and the content of Ca element was as high as 3.097 5 mg/g. And there was no direct relationship between the leaching rate of microelements and the mass concentration of microelements in the four traditional Chinese herbal medicines sample. The recoveries of Ca, Fe and Zn were between 81% and 97%, showing that the accuracy of the determination method was high.

0 引言

中医学是我国优秀传统文化的一部分,已有数千年的历史.它不仅影响着中华民族的繁衍昌盛,推动着我国卫生保健事业的发展,而且在世界医药学的发展中发挥了积极而重要的作用.中药材是中医学的基础,能治疗疾病是基于其所含的有效化学成分^[1].

怀菊花,又名簪头菊、甜菊花、药菊等,是常用的传统中药材之一,主产于河南省焦作市等地,具有清热、解毒、祛风、平肝、明目等功效^[2].现代药理研究表明,怀菊花的清热解毒功效缘于其具有广谱抗菌作用,对多数真菌、葡萄球菌、痢疾杆菌、绿脓杆菌、链球菌等均有较强的抵抗力^[3-4].

枸杞子,又名甜菜子、红耳坠、地骨子等,为茄科植物宁夏枸杞 (*Lycium barbarum* L.) 的干燥成熟果实.枸杞子性平,味甘,归肝、肾、肺经,具有滋补肝肾、益精明目等功效^[5].

罗汉果 (*Siraitia grosvenorii*) 是葫芦科 (*Cucurbitaceae*) 罗汉果属多年生攀援藤本植物的果实,性凉味甘,无毒,具有润肺止咳、凉血、润肠通便等功效,是广西壮族自治区药食两用特产中药材^[6-7].罗汉果除了含有对人体有益的罗汉果苷、油酸、亚油酸等有机成分外,还含

有丰富的微量元素,常用作祛痰剂,在治疗百日咳、慢性气管炎、咽喉炎等方面疗效显著^[8].

西洋参 (*Panax quiquefolium* L.), 又名广东人参、花旗参等,为五加科人参属多年生草本植物的干燥根.西洋参富含氨基酸、皂甙和多种人体必需微量元素,具有促进血清蛋白等合成、提高机体免疫力、抑制癌细胞生长等功效^[9-10].

Ca、Fe、Zn、Cu、Mn 是人体必需的有益微量元素,也是临床中具有防病、治病作用的重要基础物质.有研究^[11]显示,微量元素能参与人体的多种代谢,提高中药材中有效化学成分的活性,降低其毒副作用,而且还可与中药材中有效化学成分相结合,产生新的生物活性物质,这对提高人体免疫力具有十分重要的作用.过去,业界一直把研究重心放在中药材有效化学成分的分析上,近几年新兴的中药材微量元素研究热潮则是对中药材有效化学成分研究的补充和发展.中药材所含的微量元素大多以天然配合物的形式存在,欲检测这些元素,首先要使元素从有机物中游离出来,或者将有机物尽可能破坏之后,准确测定这些元素在样品中的总含量^[12].水煎口服是中药材传统的给药方式,考察水煎过程中微量元素的溶出特性对于研究中药材的有效化学成分具有重要意义^[13].

鉴于此,本研究拟选用4种常见中药材(怀

菊花、枸杞子、罗汉果和西洋参)为研究对象,采用微波消解和浸溶处理方法对其进行浸提,然后通过火焰原子吸收光谱法测定这4种中药材及其浸提液中Ca、Fe、Zn、Cu、Mn 5种微量元素的含量,并验证该测定方法的准确度,通过富集人体必需微量元素,为研究中药材微量元素含量及其与药效的关系提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

怀菊花、枸杞子、罗汉果,购于郑州市老百姓大药房;西洋参,购于昆明市中药材店;浓HNO₃(优级纯),烟台市双双化工有限公司产;Ca、Fe、Zn、Cu、Mn元素标准储备液(质量浓度均为1000 μg/mL),国家标准物质研究中心产;实验用水均为娃哈哈去离子水。

1.2 仪器与设备

DHG-9145型电热恒温鼓风干燥箱,上海一恒科技有限公司产;CP214型电子天平,上海奥豪斯仪器有限公司产;MARS6型微波消解仪,美国CEM公司产;AA240FS型原子吸收光谱仪,Ca、Fe、Zn、Cu、Mn空心阴极灯,美国瓦里安公司产。实验所用的玻璃仪器均用体积分数为10%的HNO₃溶液浸泡24 h,并用去离子水清洗干净后,烘干备用。

1.3 实验方法

1.3.1 中药材样品的微波消解处理 分别准确称取4种中药材的干燥样品各0.300 0 g,(平行各3份),置于消解罐中,加入10 mL浓HNO₃,室温下预消化10 min后,加盖,放入消解仪中进行样品微波消解处理,微波消解样品的工作参数见表1。消解完毕后,待罐内温度降低到适当温度时,将消解罐从消解仪的外套中卸出,待完全冷却后,将罐内澄清透明无色消解溶液完全转移至25 mL或50 mL容量瓶中,再用少量去离子水冲洗消解罐内壁和罐盖3次,将洗涤

溶液一并转移至容量瓶中,用去离子水定容至刻度线,摇匀,待测,同时做试剂空白。

1.3.2 中药材样品的浸溶处理 分别准确称取4种中药材的干燥样品各0.500 0 g(平行各2份),置于锥形瓶中,加入30 mL去离子水,加热至100℃后煮沸0.5 h,用滤纸过滤得到澄清液,置于烧杯中,完全转移至25 mL或50 mL容量瓶中,再用少量去离子水冲洗烧杯3次,将洗涤溶液一并转移至容量瓶中,用去离子水定容至刻度线,摇匀,待测。

1.3.3 5种微量元素系列标准溶液的配制

Ca元素系列标准溶液的配制:在空气-乙炔条件下,Ca元素的灵敏度比较低,为了提高测定的灵敏度,需要在系列标准溶液与待测的样品中加入相同质量浓度的释放剂LaCl₃溶液或La(NO₃)₃溶液,Ca元素的系列标准溶液的配制见表2,各溶液中La元素的质量浓度均为10 g/L。

Fe、Zn、Mn、Cu元素系列标准溶液的配制:分别准确移取4种微量元素标准储备液,采用逐级稀释的方法,用去离子水配制成相应的系列标准溶液。此4种微量元素的系列标准溶液

表1 微波消解样品的工作参数

Table 1 The working parameters of microwave digestion samples

步骤	温度/℃	功率/W	爬行时间/min	保温时间/min
1	150	1600	13	5
2	190	1600	4	20

表2 5种微量元素的系列标准溶液的配制

Table 2 Preparation of serial standard solutions for five microelements mg/L

编号	微量元素质量浓度				
	Ca	Fe	Zn	Mn	Cu
溶液1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
溶液2	0.5	1.0	0.2	0.5	1.0
溶液3	1.5	2.0	0.4	1.0	3.0
溶液4	2.5	3.0	0.6	1.5	5.0
溶液5	3.5	4.0	0.8	2.0	7.0
溶液6	4.5	5.0	1.0	2.5	9.0

的配制见表2。

1.3.4 样品测定中干扰素的消除

Ca元素在空气-乙炔火焰中测定时有干扰产生,这种干扰可通过在溶液中加入释放剂(10 000 mg/L的La元素)来消除,但释放剂应在标准样和样品中都加入相同的量才能基本匹配。

Fe元素在柠檬酸质量浓度达200 mg/L时,其吸光度会下降50%,采用调节火焰燃烧比的方法不能克服该干扰,但选用磷酸可减少这种干扰,且需同时调整燃烧头高度以获取最好的灵敏度。另外,较高浓度的硫化物对Fe元素的分析有一定影响,需采用氧化亚氮-乙炔火焰消除所有干扰。

Cu、Mn元素在空气-乙炔火焰中测定时,磷酸盐、高氯酸盐、Fe、Ni、Si、Co会使吸光度降低。而在贫焰或氧化亚氮-乙炔火焰中,这些干扰较小,通常无须加入释放剂。

Zn元素在空气-乙炔火焰中测定时,未见化学干扰。但在分析生化样品时,应在样品制备过程中对样品进行灰化处理以避免蛋白分子对雾化器产生物理影响,进而影响雾化效率。在213.9 nm处的非特征吸收较强,需要采用氘灯扣背景的方法。

1.3.5 5种微量元素最佳测定工作条件的选择 采用火焰原子吸收光谱法测定4种中药材样品中Ca、Fe、Zn、Mn、Cu 5种微量元素的质量浓度和平均吸光度值,其最佳测定工作条件见表3。

表3 5种微量元素的优化测定工作条件

Table 3 The optimized determination working conditions of five microelements

微量元素	波长/ nm	狭缝 宽度/nm	灯电流/ mA	空气流量/ (L·min ⁻¹)	乙炔流量/ (L·min ⁻¹)	氘灯扣 背景
Ca	422.7	0.5	4	13.5	2	关
Fe	248.3	0.2	10	13.5	2	开
Zn	213.9	1.0	10	13.5	2	开
Cu	32.5	0.5	10	13.5	2	开
Mn	279.5	0.2	10	13.5	2	开

1.3.6 加标回收实验 加标回收实验是化学分析中常用的实验方法,是方法验证的主要内容之一,也是重要的质控手段,可以评估方法的准确度并找出干扰因素。其中,回收率是判定分析结果准确度的量化指标^[14],其计算公式^[15]为

$$\text{回收率} = \frac{\text{实际测得的标准物质的量}}{\text{加入的标准物质的量}} \times 100\%$$

为验证测定方法的准确度,本文对4种中药材样品进行Ca、Fe、Zn元素加标回收实验。

Ca元素:分别取微波消解的4种中药材样品溶液各20 mL,再根据样品中所测Ca元素的含量,分别取质量浓度为5 mg/L的Ca标准液加标溶液各0.2 mL,按照表3条件测定加标前后样品中的Ca元素含量,并计算其回收率。

Fe元素:分别取微波消解的4种中药材样品溶液各20 mL,再根据样品中所测Fe元素的含量,分别取质量浓度为4 mg/L的Fe标准液加标溶液各0.2 mL,按照表3条件测定加标前后样品中的Fe元素含量,并计算其回收率。

Zn元素:分别取微波消解的4种中药材样品溶液各10 mL,再根据样品中所测Zn元素的含量,分别取质量浓度为0.2 mg/L的Zn标准液加标溶液各0.1 mL,按照表3条件测定加标前后样品中的Zn元素含量,并计算其回收率。

2 结果与分析

2.1 5种微量元素的线性回归方程与线性相关系数分析

在最佳测定条件下,采用火焰原子吸收法对中药材样品中5种微量元素的系列标准溶液进行测定,得到各元素的线性回归方程与线性相关系数(见表4)。由表4可知,在5种微量元素的系列标准溶液浓度范围内,所得线性回归方程的相关系数在0.991 4~0.998 7之间,表明此方法的稳定性较好。

2.2 5种微量元素的含量和精密度分析

中药材样品中5种微量元素的含量和相对

标准差(RSD)见表5。由表5可知,5种微量元素在4种中药材中的含量有一定的差异,其含量从高到低分别为:怀菊花中Ca>Fe>Zn>Mn>Cu;枸杞子、罗汉果和西洋参中Ca>Fe>Zn>Cu>Mn。怀菊花中5种微量元素的含量均高于其他3种中药材样品中同种微量元素的含量,其中Ca元素含量相对较高(为3.0975 mg/g),Fe元素次之,Zn、Cu、Mn元素差异不显著。

2.3 5种微量元素的溶出结果分析

在各微量元素的测定条件下,5种微量元素的质量浓度和浸溶率见表6。由表6可

表4 5种微量元素的线性回归方程与线性相关系数

Table 4 Regression equation and correlation coefficient of five microelements

微量元素	线性方程	相关系数 R
Ca	$y = 0.05240x + 0.01333$	0.9977
Fe	$y = 0.10637x + 0.32475$	0.9968
Zn	$y = 0.67495x + 0.01458$	0.9945
Cu	$y = 0.10034x + 0.38490$	0.9914
Mn	$y = 0.22826x + 0.00687$	0.9987

知,怀菊花中,Mn元素的浸溶率较高,为56.40%,Ca、Zn、Cu元素的浸溶率在20.00%~31.00%之间,Fe元素的浸溶率仅有4.13%;枸杞子中,Mn元素的浸溶率高达67.92%,Ca、Cu元素的浸溶率在42.00%~51.00%之间,Fe、Zn元素的浸溶率在27.00%~36.00%之间;罗汉果中,5种微量元素的浸溶率差异不显著,都在12.00%~27.00%之间,相对较低;西洋参中,Cu、Mn元素的浸溶率接近60.00%,Ca、Zn元素的浸溶率在20.00%左右,Fe元素的浸溶率只有6.59%。从5种微量元素浸溶率的大小可知,微量元素的浸溶率与其在样品中的质量浓度没有直接关系。造成浸溶率差异的原因可能有两方面:一是不同微量元素在样品中的存在形态不同;二是不同样品的物质结构对微量元素的迁移阻碍不同。

2.4 微量元素的加标回收实验结果分析

4种中药材样品中Ca、Fe、Zn元素加标回收实验结果见表7。由表7可知,Ca元素的回收率

表5 5种微量元素的含量和RSD

Table 5 The actual content and relative standard deviation of five microelements

样品	Ca		Fe		Zn		Cu		Mn	
	含量/ (mg·g ⁻¹)	RSD/%	含量/ (mg·g ⁻¹)	RSD/%	含量/ (mg·g ⁻¹)	RSD/%	含量/ (mg·g ⁻¹)	RSD/%	含量/ (mg·g ⁻¹)	RSD/%
怀菊花	3.0975	0.6	0.6764	0.4	0.0348	0.5	0.0218	1.0	0.0449	1.0
枸杞子	0.3868	0.8	0.0570	1.0	0.0209	0.9	0.0199	1.0	0.0088	1.8
罗汉果	0.3327	0.6	0.0188	1.0	0.0175	0.8	0.0168	1.0	0.0095	1.0
西洋参	0.7868	0.7	0.0619	1.0	0.0228	0.1	0.0142	1.0	0.0112	1.8

表6 5种微量元素的质量浓度和浸溶率

Table 6 The concentration and dissolution rate of five microelements

微量元素	怀菊花			枸杞子			罗汉果			西洋参		
	浸溶前 质量浓度/ (mg·L ⁻¹)	浸溶后 质量浓度/ (mg·L ⁻¹)	浸溶 率/%	浸溶前 质量浓度/ (mg·L ⁻¹)	浸溶后 质量浓度/ (mg·L ⁻¹)	浸溶 率/%	浸溶前 质量浓度/ (mg·L ⁻¹)	浸溶后 质量浓度/ (mg·L ⁻¹)	浸溶 率/%	浸溶前 质量浓度/ (mg·L ⁻¹)	浸溶后 质量浓度/ (mg·L ⁻¹)	浸溶 率/%
Ca	18.585	3.786	20.37	2.321	1.165	50.19	1.996	0.324	16.23	4.721	0.765	16.19
Fe	4.059	0.168	4.13	0.342	0.121	35.38	0.113	0.025	22.22	0.372	0.045	6.59
Zn	0.209	0.053	25.36	0.126	0.034	27.33	0.105	0.028	26.64	0.137	0.030	21.94
Cu	0.131	0.040	30.53	0.120	0.051	42.68	0.101	0.013	12.43	0.085	0.048	56.80
Mn	0.270	0.152	56.40	0.053	0.036	67.92	0.057	0.010	16.67	0.067	0.040	59.70

表7 Ca、Fe、Zn元素加标回收实验结果

Table 7 The standard recovery

experiment result of Ca、Fe and Zn

微量元素	样品	样品值/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	加标后样品值/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	加标测定值/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	回收率/ %
Ca	怀菊花	4.733	9.188	4.950	90
	枸杞子	2.245	5.367	3.465	90
	罗汉果	2.024	5.298	3.465	94
	西洋参	1.905	5.127	3.465	93
Zn	怀菊花	0.159	0.351	0.198	97
	枸杞子	0.136	0.225	0.099	90
	罗汉果	0.101	0.195	0.099	94
	西洋参	0.145	0.234	0.099	90
Fe	怀菊花	0.847	1.203	0.396	90
	枸杞子	0.351	0.673	0.396	81
	罗汉果	0.110	0.191	0.089	91
	西洋参	0.441	0.797	0.396	90

在90%~94%之间,Fe元素的回收率在81%~91%之间,Zn元素的回收率在90%~97%之间,表明本文采用的测定方法的准确度较高。

3 结论

本文采用微波消解和浸溶处理方法浸提怀菊花、枸杞子、罗汉果和西洋参这4种中药材样品,然后利用火焰原子吸收光谱法测定消解样品及其浸提液中的Ca、Fe、Zn、Mn、Cu 5种微量元素的含量,并对样品进行加标回收实验以验证测定方法的准确度。结果表明,4种中药材样品中的5种微量元素含量具有如下差异:怀菊花中 $\text{Ca} > \text{Fe} > \text{Zn} > \text{Mn} > \text{Cu}$;枸杞子、罗汉果和西洋参中 $\text{Ca} > \text{Fe} > \text{Zn} > \text{Cu} > \text{Mn}$;怀菊花中5种微量元素的含量均高于其他3种中药材样品,其中,Ca元素含量高达 3.0975 mg/g ,Fe元素次之,Zn、Cu、Mn元素差异不明显。5种微量元素的浸溶率与其在4种中药材样品中的质量浓度无直接关系。Ca、Fe、Zn元素的回收率在81%~97%之间,表明本文采用的测定方法具有较高的准确度。本文可为研究中药材微量元素含量、中药药效与微量元素之间的关系,进而促进中药材有效化学成分的研究,指导人们科学合理地利用中药材等提供理论参考。

参考文献:

- [1] 曹治权. 微量元素与中医药[M]. 北京: 中国中医药出版社, 1996.
- [2] 黄保民, 张留记, 李威, 等. 怀菊花本草考证及实验研究[R/OL]. (2000-10-10)[2001-03-01]. <http://kms.cnki.net/kns8/defaultresult/index>.
- [3] 田柱萍, 何邦平, 王小燕, 等. 中药材的药效与其所含微量元素关系的研究进展[J]. 微量元素与健康研究, 2005, 22(4): 54.
- [4] 徐清萍, 安广杰, 常法玲. 酶法提取怀菊花总黄酮工艺研究[J]. 郑州轻工业学院学报(自然科学版), 2010, 25(5): 31.
- [5] 钱彦丛, 宇文萍. 枸杞子的化学成分及药理研究新进展[J]. 中医药学报, 2000, 28(4): 33.
- [6] 周欣欣. 罗汉果的化学成分及其开发应用[J]. 中医药学刊, 2003, 21(9): 1482.
- [7] 莫利书, 潘雪珍, 王益林, 等. 高压微波消解-ICP-AES测定罗汉果中的微量元素[J]. 广西科学, 2008, 15(4): 408.
- [8] 李典鹏, 张厚瑞. 广西特产植物罗汉果的研究与应用[J]. 广西植物, 2000, 20(3): 270.
- [9] 周学忠, 谢华林. ICP-MS法测定西洋参中微量元素[J]. 食品科学, 2013, 34(10): 207.
- [10] 宋晓凯. 10种产地西洋参中微量元素的含量研究[J]. 吉林林学院学报, 1997, 13(4): 231.
- [11] 张燕, 李飞, 王文全, 等. 中药炮制前后微量元素的变化及其对功效的影响[J]. 微量元素与健康研究, 2006, 23(6): 54.
- [12] 易军鹏, 殷勇, 李欣. 食品中微量元素的现代检验方法[J]. 河南科技大学学报(自然科学版), 2004, 25(5): 89.
- [13] 金鹏飞, 宋丽洁, 胡欣, 等. ICP-MS研究中药炮制前后18种微量元素总量和溶出特性的变化[J]. 中国药学杂志, 2010, 45(12): 893.
- [14] 伍云卿, 涂杰峰, 范超, 等. 加标回收实验方案探讨[J]. 福建分析测试, 2010, 19(3): 67.
- [15] 吴国峰, 李国全, 马永强. 工业发酵分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2014.



引用格式:宋丽丽,李科娜,杨旭,等.小黄姜精油提取工艺优化、成分分析及其生物活性研究[J].轻工学报,2020,35(5):7-15.

中图分类号:TS201.1 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.002

文章编号:2096-1553(2020)05-0007-09

小黄姜精油提取工艺优化、成分分析及其生物活性研究

Study on the optimization of extraction process, composition analysis and biological activity of essential oil from *Zingiber officinale* Roscoe

宋丽丽,李科娜,杨旭,张志平,马歌丽

SONG Lili, LI Kena, YANG Xu, ZHANG Zhiping, MA Geli

郑州轻工业大学 食品与生物工程学院,河南 郑州 450001

College of Food and Bioengineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China

关键词:

小黄姜;精油;同时蒸馏萃取;抗氧化活性;抑菌活性

Key words:

Zingiber officinale
Roscoe; essential oil;
simultaneous-distillation
and solvent extraction;
antioxidant activity;
antibacterial activity

摘要:以小黄姜为原料,采用同时蒸馏萃取法提取小黄姜精油,通过单因素试验和正交试验获得小黄姜精油的最佳提取工艺,利用 GC-MS 分析其化学成分,并对其抗氧化活性和抑菌活性进行研究.结果表明:小黄姜精油的最佳提取工艺条件为料液比 1:24,蒸馏时间 2.5 h,浸泡时间 1.5 h,在此条件下,小黄姜精油的提取率为 2.70%;小黄姜精油中共检测出 58 种化学成分,相对含量在 0.50% 以上的挥发性化学成分有 20 种,其中,姜烯含量最高,为 27.14%,其次是 β -倍半水芹烯、 α -金合欢烯和 β -水芹烯;小黄姜精油对 ABTS 自由基和 DPPH 自由基均具有较强的清除能力,其 IC₅₀ 分别为 0.450 5 mg/mL 和 0.703 7 mg/mL;与市售姜精油相比,小黄姜精油显示出更强的抑菌性能,在抑制大肠杆菌(革兰氏阴性菌)方面更具优势.

收稿日期:2020-05-11

基金项目:国家自然科学基金项目(31801535);郑州轻工业大学博士基金项目(2013BSJJ005)

作者简介:宋丽丽(1987—),女,河南省信阳市人,郑州轻工业大学讲师,博士,主要研究方向为食品生物技术.

Abstract: *Zingiber officinale* Roscoe was used as materials to extracting the essential oil by simultaneous-distillation and solvent extraction. Single factor test and orthogonal test were carried out to obtain optimal conditions. The composition of essential oils was analyzed by GC-MS, and antibacterial activity and antioxidant activity of the essential oil were further studied. Results showed that the optimal process conditions of *Zingiber officinale* Roscoe essential oil were 1 : 24 solid-liquid ration, 2.5 h extraction time and 1.5 h soaking time, and the yield of essential oil was 2.70%. A total of 58 chemical components were detected in the essential oil of *Zingiber officinale* Roscoe, and there were 20 kinds of volatile chemical components with a relative percentage of more than 0.50%. Among them, the content of Zingiberene was the highest, which was 27.14%, followed by β -sesquiphellandrene, α -faresene and β -phellandrene. Meanwhile, essential oil had significant scavenging effect on ABTS radicals and DPPH radicals, the IC₅₀ were 0.450 5 mg/mL and 0.703 7mg/mL, respectively. Compared with the commercial ginger essential oil, the *Zingiber officinale* Roscoe essential oil had stronger antibacterial effect, which had more advantages in inhibiting *Escherichia coli* (Gram-negative bacteria).

0 引言

姜 (*Zingiber officinale* Roscoe), 又称百辣云、鲜生姜、姜根等, 作为常见的香辛类蔬菜, 具有药食同源的功效。姜中含有姜精油、姜多糖、糖蛋白、黄酮类等多种活性物质^[1], 具有抗肿瘤、消炎解暑、杀菌消毒、开胃健脾等多种保健功能^[2]。此外, 姜作为抗氧化香料还被广泛应用于食品保鲜, 以防止食品变质、腐败等。姜有小种姜、大种姜、山姜(野姜)等品种, 药用以小种姜最好。小种姜习惯上称为“小黄姜”, 与普通姜相比, 小黄姜个头小, 肉质紧实, 各种生物活性成分(如姜辣素、姜多糖等)含量更高^[2-3]。S. Abhishek 等^[4]研究了9种姜的理化性质和抗氧化活性, 发现个头越小的姜, 其抗氧化活性越强。因此, 与普通姜相比, 小黄姜更具食药价值与研究价值。

精油是一系列碳氢化合物、萜类、酚类和醛类组成的混合物^[5]。精油的成分和功效根据植物提取部位和种类的不同而有所不同^[6]。精油作为天然活性成分, 具有无毒、无污染、生物活性高、抑菌作用显著等优点, 被广泛应用于食品工业^[7]。精油的提取方法主要有压榨法、溶剂萃取法、水蒸气蒸馏法等传统方法, 以及同时蒸馏萃取 SDE (simultaneous-distillation and solvent

extraction) 法、超临界 CO₂ 萃取法、微波辅助萃取法、超声复合酶法等现代工艺方法^[8-9]。其中, SDE 法是近二十年发展起来的一种提取挥发性和半挥发性成分的分馏方法, 其优点是将样品的水蒸气蒸馏和馏分的溶剂萃取两个过程合二为一, 与传统的水蒸气蒸馏法相比, 简化了实验步骤, 节约了溶剂, 并降低了样品在转移过程中的损失, 同时, 提取到的精油可直接进行 GC-MS 分析, 微量成分的萃取率较高^[10]。

姜的根茎含有大量的挥发性油分, 即姜精油, 呈透明、浅黄或金黄色, 具有姜的特征性芳香气味^[11]。姜精油组分不仅是姜的香气和部分风味的呈现者, 而且是姜的多种药理作用的主要功能因子, 如生姜酚、单萜、倍半萜、姜黄素、 β -榄香烯、 α -生姜烯等^[6,12]。目前, 对小黄姜精油深度开发的研究较少, 鉴于此, 本研究拟以小黄姜为原料, 采用 SDE 法提取小黄姜精油, 并对其提取工艺条件进行优化, 通过 GC-MS 分析小黄姜精油的化学成分, 进一步研究其抗氧化活性和抑菌活性, 以期后续小黄姜精油在食品防腐保鲜等领域的工业化应用提供参考, 同时为深度开发小黄姜食药价值提供理论依据。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

实验材料: 新鲜小黄姜, 购于云南当地菜市

场,清洗切片,50 ℃烘干 24 h,粉碎过 60 目筛,密封保存.

供试菌株:大肠杆菌、枯草芽孢杆菌,取自郑州轻工业大学食品生物工程学院实验室,4 ℃斜面保存.

主要试剂:LB 培养基、无水 Na_2SO_4 、乙醚、抗坏血酸(Vc)、 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$,上海国药集团产;2,2'-联氮双(3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸)二铵盐(ABTS)、1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH),阿拉丁试剂有限公司产.以上试剂均为分析纯.

1.2 仪器与设备

FW 100 型高速万能粉碎机,天津市泰斯特仪器有限公司产;HWS-24 型电热恒温水浴锅、DHG-9010 型电热鼓风干燥箱、LDZF-50L 型高压蒸汽灭菌锅,上海一恒科学仪器有限公司产;UV-1800 型紫外可见分光光度计,上海美谱达仪器有限公司产;SW-CJ-2D 型超净工作台,苏州净化设备有限公司产;Agilent 7890A-5975C 型高效气相色谱质谱仪,美国安捷伦科技公司产;ME204/02 型电子天平,上海舜宇恒平科学仪器有限公司产.

1.3 实验方法

1.3.1 小生姜精油的提取

称取一定量的小生姜粉末置于 1000 mL 圆底蒸馏烧瓶中,将 600 mL 去离子水和少量沸石置于同时蒸馏萃取装置水相端,电热套加热至水相微沸,另一端连接装有 60 mL 乙醚的圆底烧瓶,水浴锅加热至 60 ℃,进行同时蒸馏萃取.提取结束后,收集乙醚相,经无水 Na_2SO_4 干燥后,旋转蒸发浓缩至无有机相,得到具有生姜芳香气味的淡黄色油状物质,密封保存于 4 ℃冰箱中,备用.

参照陈培珍等^[13]的实验方法,精油提取率 Y 计算公式为

$$Y = \frac{m_1}{m} \times 100\%$$

其中, m 表示小生姜原料的质量/g, m_1 表示小生姜精油的质量/g.

1.3.2 小生姜精油提取工艺的优化

在前期实验的基础上,以料液比、蒸馏时间和浸泡时间为考查因素,研究单因素条件下小生姜精油的提取率,并以此为基础,设计正交试验以获得小生姜精油提取的最佳工艺条件.

1.3.2.1 料液比的选择 分别称取 10 g, 15 g, 20 g, 25 g, 30 g 小生姜粉末,置于 1000 mL 圆底蒸馏烧瓶中,加入少量沸石和 600 mL 去离子水,使得料液比分别为 1:60, 1:40, 1:30, 1:24, 1:20, 浸泡 1.0 h 后连接装置,进行同时蒸馏萃取 2 h,研究料液比对小生姜精油提取率的影响.

1.3.2.2 蒸馏时间的选择 称取 20 g 小生姜粉末,置于 1000 mL 圆底蒸馏烧瓶中,加入少量沸石和 600 mL 去离子水,浸泡 1.0 h 后连接装置,分别进行同时蒸馏萃取 1.0 h, 1.5 h, 2.0 h, 2.5 h, 3.0 h, 研究蒸馏时间对小生姜精油提取率的影响.

1.3.2.3 浸泡时间的选择 称取 20 g 小生姜粉末,置于 1000 mL 圆底蒸馏烧瓶中,加入少量沸石和 600 mL 去离子水,分别浸泡 0.5 h, 1.0 h, 1.5 h, 2.0 h, 2.5 h 后连接装置,进行同时蒸馏萃取 2.0 h, 研究浸泡时间对小生姜精油提取率的影响.

1.3.2.4 正交试验方法 在单因素试验的基础上,以小生姜精油提取率为考查指标,以料液比(A)、蒸馏时间(B)、浸泡时间(C)三因素设计 $L_9(3^3)$ 正交试验.正交试验因素水平如表 1 所示.

1.3.3 GC-MS 分析方法^[14-15]

气相色谱分析条件:色谱柱为 HP-5 (60 m × 250 μm × 0.25 μm) 毛细管柱,进样口温度为 250 ℃,分流比为 20:1,载气为 He,流速为 1 mL/min.升温程序:45 ℃ 保持 1 min;以

表1 正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal experiment

水平	因素		
	A	B/h	C/h
1	1:30	2.0	1.0
2	1:24	2.5	1.5
3	1:20	3.0	2.0

5 ℃/min 的速度升至 120 ℃, 保持 5 min; 以 3 ℃/min 的速度升至 160 ℃, 保持 2 min; 以 4 ℃/min 的速度升至 250 ℃, 保持 1 min.

质谱分析条件: 采用电子轰击(EI)源进行分析, 电离能为 70 eV, 离子源温度为 230 ℃, 质量扫描范围为 35 ~ 550 amu, 溶剂延迟时间为 7 min. 利用 Nist 11 谱库对采集到的质谱图进行检索, 并采用峰面积归一化法进行分析.

1.3.4 小生姜精油抗氧化活性的研究方法

1.3.4.1 ABTS 自由基清除率的测定^[16]

ABTS⁺工作液的配制: 于 200 mL 蒸馏水中加入 0.385 g ABTS 和 0.135 g K₂S₂O₄, 混合均匀, 于避光处静置 15 h 后, 用体积分数为 95% 的乙醇将上述混合溶液稀释至 734 nm 波长下吸光度为(0.70 ± 0.01), 即得 ABTS⁺工作液.

取 4 mL ABTS⁺工作液和 1 mL 不同质量浓度的小生姜精油样品溶液混合均匀, 避光反应 16 min 后, 在 734 nm 波长下分别测其吸光度; 用体积分数为 95% 的乙醇替代 ABTS⁺工作液作本底对照; 用体积分数为 95% 的乙醇替代小生姜精油样品溶液作空白对照; 以不同质量浓度的 Vc 溶液作阳性对照. 小生姜精油对 ABTS 自由基清除率的计算公式为

$$\text{自由基清除率} = \left(1 - \frac{A - A_0}{A_x}\right) \times 100\% \quad \text{①}$$

其中, A 表示精油反应管吸光度, A₀ 表示本底对照吸光度, A_x 表示空白对照吸光度.

1.3.4.2 DPPH 自由基清除率的测定^[17]

DPPH工作液的配制: 准确称取 9.86 mg DPPH 固体粉末, 溶于 100 mL 无水乙醇中, 即得 DPPH

工作液, 并于 4 ℃ 条件下避光保存.

取 1 mL 不同质量浓度的小生姜精油样品溶液于试管中, 加入 1 mL DPPH 工作液, 混合均匀后, 避光反应 30 min, 在 517 nm 波长下分别测其吸光度; 用无水乙醇替代 DPPH 工作液作本底对照; 用无水乙醇替代小生姜精油样品溶液作空白对照; 以不同质量浓度的 Vc 溶液作阳性对照. 小生姜精油对 DPPH 自由基清除率的计算公式同式①.

1.3.5 小生姜精油抑菌活性的研究方法

1.3.5.1 菌种的活化^[18] 将大肠杆菌和枯草芽孢杆菌接种于 LB 斜面培养基中, 于 37 ℃ 条件下培养 18 ~ 24 h; 挑取一定量的菌株于 LB 液体培养基中, 于 37 ℃ 条件下摇床培养 18 ~ 24 h; 用质量分数为 0.9% 的无菌生理盐水制备菌悬液, 并调整菌数为 1 × 10⁶ CFU/mL, 备用.

1.3.5.2 抑菌活性的测定^[19-21] 采用滤纸片法: 向培养基中倾注 20 mL LB 固体培养基, 静置待其凝固后, 吸取 100 μL 菌悬液均匀涂布于该培养基上; 选用 1 号定性滤纸制备直径为 6 mm 的圆形滤纸片, 灭菌备用; 取灭菌滤纸片分别浸泡于市售姜精油和小生姜精油中, 待精油被滤纸片充分吸收后, 均匀贴于涂布有菌悬液的 LB 培养基上, 于 37 ℃ 条件下培养 24 h, 采用交叉法测量抑菌圈的直径.

2 结果与分析

2.1 小生姜精油提取工艺的优化结果分析

2.1.1 料液比的选择结果

料液比对小生姜精油提取率的影响如图 1 所示. 由图 1 可以看出, 随着料液比的增加, 小生姜精油的提取率呈先增加后减少的趋势. 当料液比为 1:24 时, 小生姜精油的提取率达到最大值, 为 2.21%. 这可能是因为此时的小生姜粉的细胞几乎完全破裂, 精油充分游离出来, 提取率达到峰值. 继续增加料液比, 小生姜精油

的提取率反而下降,表明当物料较多时,小生姜粉未能充分润湿,反而不利于精油的提取.因此,选择料液比 1:24 较为适宜.

2.1.2 蒸馏时间的选择结果

蒸馏时间对小生姜精油提取率的影响如图 2 所示.由图 2 可以看出,随着蒸馏时间的增加,小生姜精油的提取率呈先增加后减少的趋势.当蒸馏时间为 2.5 h 时,小生姜精油的提取率最高,为 2.35%.蒸馏时间过短,不利于精油的充分提取;而蒸馏时间过长,精油则易受热分解^[22].因此,选择蒸馏时间 2.5 h 较为适宜.

2.1.3 浸泡时间的选择结果

浸泡时间对小生姜精油提取率的影响如

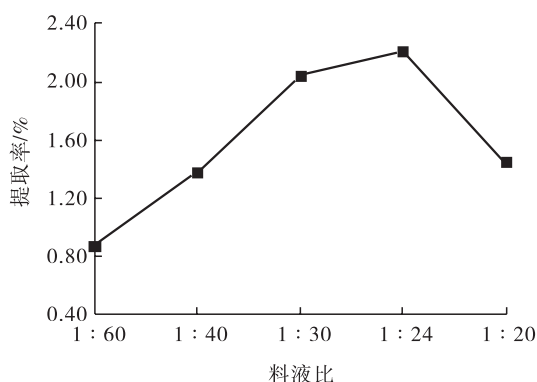


图 1 料液比对小生姜精油提取率的影响

Fig. 1 Effect of the rate of the material to solvent on *Zingiber officinale* Roscoe essential oil extraction rate

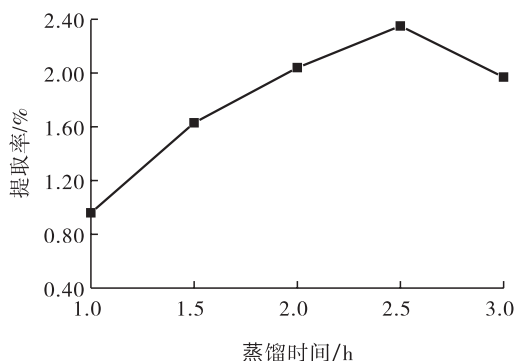


图 2 蒸馏时间对小生姜精油提取率的影响

Fig. 2 Effect of distilling time on *Zingiber officinale* Roscoe essential oil extraction rate

图 3 所示.由图 3 可以看出,当小生姜粉的浸泡时间由 0.5 h 增加到 1.0 h 时,精油提取率由 1.48% 增加到 2.04%,但当精油浸泡时间高于 1.5 h 时,继续增加浸泡时间对精油的提取率影响并不显著 ($P < 0.05$),表明小生姜粉已被充分浸润,在精油提取过程中,可考虑适当缩短小生姜粉的浸泡时间.因此,选择浸泡时间 1.5 h 较为适宜.

2.2 正交试验结果分析

正交试验结果如表 2 所示.由表 2 可知,影响小生姜精油提取率的因素主次为:蒸馏时间 > 料液比 > 浸泡时间,确定小生姜精油的最佳提取工艺条件组合为 $A_2B_2C_2$,即料液比为 1:24,蒸馏时间为 2.5 h,浸泡时间为 1.5 h.验证实验表明,在此条件下,小生姜精油的提取率可达 2.70%.

2.3 化学成分分析

通过 GC-MS 在小生姜精油中共检测出 58 种化学成分,化学成分名称及其相对含量见表 3.由表 3 可知,小生姜精油中所含的化学成分种类繁多,挥发性成分主要包括萜烯类、醇类、醛类、酯类、酮类化合物,其中,萜烯类、醇类、醛类的相对含量较高.相对含量在 0.50% 以上的挥发性化学成分有 20 种,其中,姜烯相对含量最高,为 27.14%,其次是 β -倍半水芹烯 (11.14%)、 α -金合欢烯 (7.99%)、 β -水芹烯

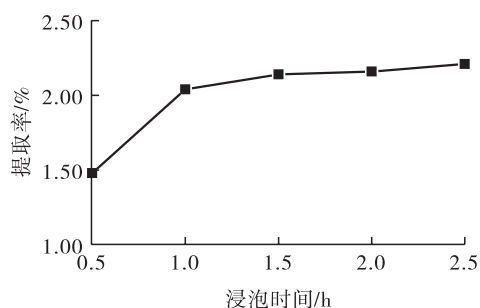


图 3 浸泡时间对小生姜精油提取率的影响

Fig. 3 Effect of soaking time on *Zingiber officinale* Roscoe essential oil extraction rate

表2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test

试验号	因素			提取率/%
	A	B	C	
1	1	1	1	2.04
2	1	2	2	2.14
3	1	3	3	1.21
4	2	1	2	2.24
5	2	2	3	2.55
6	2	3	1	1.38
7	3	1	3	1.55
8	3	2	1	1.61
9	3	3	2	0.99
K_1	5.39	5.83	5.03	
K_2	6.17	6.30	5.37	
K_3	4.15	3.58	5.31	
k_1	1.80	1.94	1.68	
k_2	2.06	2.10	1.79	
k_3	1.38	1.19	1.77	
R	0.68	0.91	0.11	
优先顺序	B > A > C			

(7.44%)。骆海林等^[8]研究表明,姜烯和 α -姜黄烯为姜类精油中特有的化学成分,可确定为姜风味的特征挥发性化学成分.与肖娟等^[23]的研究对比发现, α -蒎烯、柠檬(橙花)醛等在柠檬精油中特有的化学成分在小黄姜精油中也存在.徐宗季等^[24]通过CO₂超临界萃取实验提取得到的相对含量较高的挥发性成分包括姜烯(24.89%)、姜黄烯(7.60%)和姜酮(11.26%),而本研究中并未测出姜酮,这可能是由于提取方法的不同导致所测挥发性化学成分也有所不同.A. Brum等^[25]研究发现,姜精油的主要成分为柠檬醛,其相对含量为41.10%,而本研究检测出的柠檬醛相对含量仅为5.08%,这可能是由姜的品种、生长环境、成熟度等因素差异所导致.A. Amalraj等^[26]研究也表明,姜的产地不同,其挥发性物质的成分和含量可能不同,不同提取方法得到的精油中所含物质也有所不同.

表3 小黄姜精油化学成分及其相对含量

Table 3 The chemical components and relative contents of *Zingiber officinale*

Roscoe essential oil					
编号	化学成分名称	相对含量	编号	化学成分名称	相对含量
1	2-庚醇	0.12	30	β -衣兰烯	0.07
2	三环萜	0.08	31	γ -榄香烯	0.89
3	α -蒎烯	1.50	32	异丁香酚	0.11
4	茨烯	4.21	33	(E)- β -法尼烯	0.43
5	β -半水芹烯	0.11	34	β -石竹烯	0.22
6	β -蒎烯	0.14	35	香树烯	0.26
7	甲基庚烯酮	0.09	36	α -雪松烯	0.69
8	β -月桂烯	0.65	37	α -姜黄烯	3.46
9	α -水芹烯	0.47	38	大根香叶烯	1.67
10	β -水芹烯	7.44	39	异喇叭烯	0.18
11	桉叶油醇	1.70	40	姜烯	27.14
12	萜烯	0.28	41	δ -芹子烯	1.11
13	芳樟醇	0.44	42	α -金合欢烯	7.99
14	香茅醛	0.36	43	β -红没药烯	5.41
15	2-茨醇	1.30	44	表二环倍半水芹烯	0.46
16	α -松油醇	0.46	45	萜澄茄醇	0.16
17	β -香茅醇	0.37	46	β -倍半水芹烯	11.14
18	柠檬(橙花)醛	2.79	47	榄香醇	0.66
19	橙花醇	0.17	48	橙花叔醇	0.41
20	(E)-柠檬醛	5.08	49	γ -榄香烯	0.06
21	左旋乙酸冰片酯	0.09	50	β -红没药醇	0.19
22	2-十一烷酮	0.35	51	γ -桉叶油醇	0.20
23	δ -榄香烯	0.15	52	香树烯	0.17
24	2,6-二甲基-辛二烯	0.08	53	β -桉叶醇	0.29
25	(+)-环苜蓿烯	0.29	54	α -桉叶醇	0.25
26	乙酸香叶酯	0.09	55	金合欢醇	0.17
27	α -胡椒烯	0.52	56	金合欢醛	0.08
28	β -榄香烯	1.04	57	香叶基-对-甲基异丙基苯	0.12
29	α -姜烯	0.22	58	香叶基芳樟醇	0.27

2.4 抗氧化活性分析

姜中含有酚基、羟基、烯链结构等多种生物活性成分,这些成分具有很强的抗氧化活性.笔者前期研究^[2]已证实,小黄姜多糖具有较强的抗氧化活性,本研究进一步对小黄姜精油的抗氧化活性进行研究,结果如图4所示.

ABTS 自由基清除率能反映亲水性和亲脂性物质的抗氧化能力^[27].小黄姜精油对 ABTS 自由基的清除率如图4a)所示.由图4a)可以看

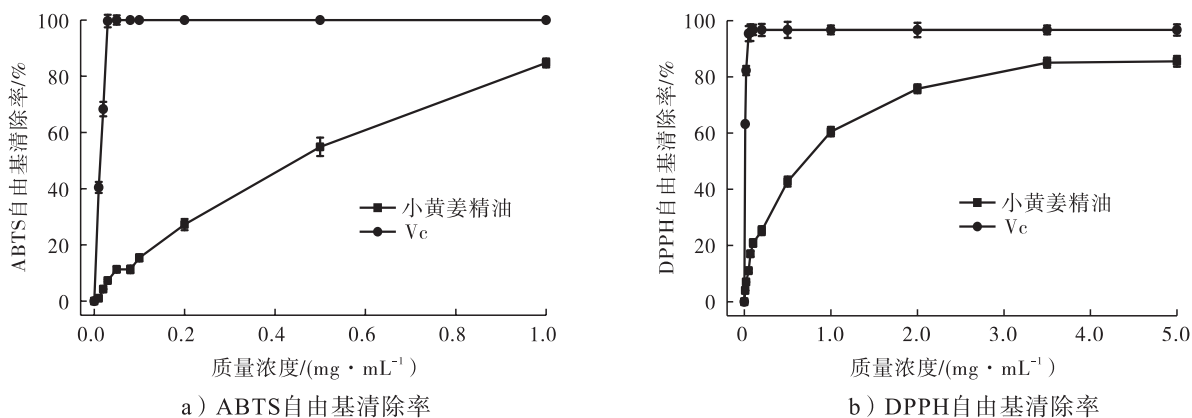


图4 小黄姜精油的抗氧化活性

Fig. 4 Antioxidation activity of *Zingiber officinale* Roscoe essential oil

出,与 Vc 阳性对照相比,小黄姜精油对 ABTS 自由基的清除率与其质量浓度呈正相关,其半抑制浓度 IC₅₀ 为 0.450 5 mg/mL,即小黄姜精油在较低质量浓度范围内呈现出对 ABTS 自由基较强的清除能力。

DPPH 自由基是一种以氮为中心的稳定自由基,常用于反映样品抗氧化能力的强弱:样品对 DPPH 自由基清除率越大,表明其抗氧化能力越强^[28]。小黄姜精油对 DPPH 自由基的清除率如图 4b) 所示。由图 4b) 可以看出,与 Vc 阳性对照相比,在较低质量浓度范围内,DPPH 自由基清除率随小黄姜精油质量浓度的升高而逐渐提升,当小黄姜精油的质量浓度为 3.5 mg/mL 时,DPPH 自由基清除率达 85%;继续增加小黄姜精油的质量浓度,DPPH 自由基清除率趋于平缓;经计算,小黄姜精油的半抑制浓度 IC₅₀ 为 0.703 7 mg/mL,即小黄姜精油在较低质量浓度范围内也呈现出对 DPPH 自由基较强的清除能力。对比段斌等^[29]的研究发现,小黄姜精油的抗氧化性能(对 DPPH 自由基的清除率)高于普通姜精油。

2.5 抑菌活性分析

本研究以市售姜精油为对照,比较了两种姜精油对大肠杆菌(革兰氏阴性菌)和枯草芽孢杆菌(革兰氏阳性菌)的抑菌活性,两种姜精

油对供试菌的抑菌圈直径见表 4。由表 4 可知,与市售姜精油相比,小黄姜精油对大肠杆菌和枯草芽孢杆菌的抑菌圈直径分别提高了 93.49% 和 26.97%,表明小黄姜精油在抑制大肠杆菌(革兰氏阴性菌)方面更具优势,这可能与其所含的活性物质有关^[30]。邓开野等^[31]研究发现,姜精油对枯草芽孢杆菌、金黄色葡萄球菌等革兰氏阳性菌具有抑制作用,这与本实验结果一致。

3 结论

本文以小黄姜为原料,采用同时蒸馏萃取法提取了小黄姜精油,通过单因素试验分析了料液比、蒸馏时间、浸泡时间对小黄姜精油提取率的影响,并设计正交试验得到了提取小黄姜精油的最佳提取工艺条件,即料液比为 1:24,蒸馏时间为 2.5 h,浸泡时间为 1.5 h。在此条件下,小黄姜精油的提取率为 2.70%。GC-MS

表4 两种姜精油对供试菌的抑菌圈直径

Table 4 Diameter of inhibition cycle of two ginger essential oils on tested bacteria mm

精油类型	抑菌圈直径	
	大肠杆菌	枯草芽孢杆菌
市售姜精油	7.38 ± 0.63	11.68 ± 0.18
小黄姜精油	14.28 ± 0.83	14.83 ± 0.53

分析结果表明,小黄姜精油中共检测出 58 种化学成分,而相对含量在 0.50% 以上的挥发性化学成分有 20 种,其中,姜烯含量最高,为 27.14%, β -倍半水芹烯、 α -金合欢烯和 β -水芹烯次之. 抗氧化活性研究结果表明,小黄姜精油具有较强的抗氧化活性,在较低质量浓度下即对 ABTS 自由基和 DPPH 自由基均具有较强的清除能力,其对应 IC₅₀ 分别为 0.450 5 mg/mL 和 0.703 7 mg/mL;与市售姜精油相比,小黄姜精油对大肠杆菌和枯草芽孢杆菌的抑菌圈直径分别提高了 93.49% 和 26.97%,并显示出对大肠杆菌更强的抑菌特性. 本研究可为小黄姜资源的深度开发利用提供参考,也可为小黄姜精油在食品和药品行业中的应用提供理论依据.

参考文献:

- [1] 赵文竹,张瑞雪,于志鹏,等. 生姜的化学成分及生物活性研究进展[J]. 食品工业科技, 2016,37(11):383.
- [2] 宋丽丽,闻格,霍姍浩,等. 小黄姜多糖的分离纯化及其结构特征及抗氧化活性研究[J]. 食品与发酵工业,2020,46(12):73.
- [3] 杨松宸. 小黄姜(*Zingiber officinale* Roscoe) 脱毒苗快繁及遗传变异研究[D]. 贵阳:贵州大学,2017:25.
- [4] ABHISHEK S, VAIBHAV G, CHANDAN D. Antioxidant potential and nutritional compositions of selected ginger varieties found in North-east India[J]. *Industrial Crops and Products*, 2019,128:167.
- [5] HOFFMAN R S, HOWLAND M A, LEWIN N A, et al. Essential oils, Goldfrank's toxicologic emergencies [M]. 10th edition. Hong Kong: McGraw-Hill Education, 2015:575.
- [6] RAMAKRISHNA P J, REKHA B, HARSHITH P B, et al. Chapter 50-ginger (*Zingiber officinale* Rosc.) oils [J]. *Essential Oils in Food Preservation, Flavor and Safety*, 2016:447.
- [7] 丁华,王建清,王玉峰,等. 罗勒精油成分分析及抑菌性研究[J]. 中国调味品,2017,42(2):43.
- [8] 骆海林,陆宁. 同时蒸馏-萃取法(SDE)提取/GC-MS 分析姜精油的组分[J]. 中国调味品,2010,35(10):104.
- [9] 何凤平,雷朝云,范建新,等. 植物精油提取方法、组成成分及功能特性研究进展[J]. 食品工业科技,2019,40(3):307.
- [10] 陈丛瑾,黎跃,李欣. 植物挥发油的提取技术研究进展[J]. 食品研究与开发,2011,32(11):151.
- [11] 梁峥,胡雪芳,赵航,等. 分子蒸馏纯化姜精油工艺的响应面法优化[J]. 食品科学,2010,31(20):67.
- [12] 吴嘉澜,王笑园,王坤立,等. 生姜营养价值及药理作用研究进展[J]. 食品工业,2019,40(2):237.
- [13] 陈培珍,马春华,刘俊劭,等. 桂花精油提取工艺优化及其成分分析[J]. 粮食与油脂,2016,29(10):54.
- [14] 赵东升,邓景丹,郭幼红,等. 桂南山姜茎精油化学成分及抗菌活性研究[J]. 福建农业科技,2019(8):13.
- [15] 王娣,程柏,丁莉,等. 百里香精油的提取工艺及化学成分分析[J]. 中国调味品,2019,44(7):76.
- [16] 赵国超,周欣,李容,等. 青胡桃总黄酮含量测定及抗氧化活性分析[J]. 南方农业学报, 2019(2):357.
- [17] 段亚云,李建颖,程瑶,等. 黑果枸杞叶槲皮素的制备及其体外抗氧化活性研究[J]. 食品研究与开发,2019,40(5):59.
- [18] 顾仁勇,张石峰,刘莹莹,等. 五种香辛料精油抑菌及抗氧化性能研究[J]. 食品科学,2008,29(3):106.
- [19] 段斌,葛永红,李灿婴,等. 香菜精油的稳定性

- 及其抑菌和抗氧化作用[J]. 食品与发酵工业,2019,45(1):145.
- [20] VALERO M, SALMERON M C. Antibacterial activity of 11 essential oils against *Bacillus cereus* in tyndallized carrot broth [J]. International Journal of Food Microbiology, 2003, 85 (1/2):73.
- [21] ARAUJO F M, DANTAS M C, SILVA L S, et al. Antibacterial activity and chemical composition of the essential oil of *Croton heliotropiifolius* Kunth from Amargosa, Bahia, Brazil [J]. Industrial Crops and Products, 2017, 105:203.
- [22] 李辉. 水蒸气蒸馏法提取姜精油[J]. 粮油加工, 2010(11):16.
- [23] 肖娟, 周康, 胡滨, 等. 超声波辅助水蒸气提取柠檬精油工艺优化及成分分析[J]. 食品与机械, 2018, 34(9):172.
- [24] 徐宗季, 鞠兴荣. 生姜精油挥发性物质的主成分分析[J]. 粮油工程, 2016, 23(4):5.
- [25] BRUM A, PEREIRA S A, OWATARI M S, et al. Effect of dietary essential oils of clove basil and ginger on Nile tilapia (*Oreochromis niloticus*) following challenge with *Streptococcus agalactiae* [J]. Aquaculture, 2017, 468:235.
- [26] AMALRAJ A, HAPONIUK J T, THOMAS S, et al. Preparation, characterization and antimicrobial activity of polyvinyl alcohol/gum arabic/chitosan composite films incorporated with black pepper essential oil and ginger essential oil [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2020, 151:366.
- [27] POPOVI J B, CENGIZ M, OZER M S, et al. *Calamintha incana*: Essential oil composition and biological activity [J]. Industrial Crops and Products, 2019, 128:162.
- [28] 王笑晴. 基于 DPPH 自由基清除能力的姜黄提取物抗氧化活性评价[J]. 药物评价研究, 2011, 34(5):360.
- [29] 段斌, 葛永红, 李灿婴, 等. 生姜精油的提取及体外抗氧化性研究[J]. 包装与食品机械, 2018, 36(6):25.
- [30] SHUKLA A, GOUD V V, DAS C. Antioxidant potential and nutritional compositions of selected ginger varieties found in Northeast India [J]. Industrial Crops and Products, 2019, 128:167.
- [31] 邓开野, 周海钰, 邢盼盼. 生姜的抗菌及抗氧化作用的研究进展[J]. 中国调味品, 2012, 37(2):28.



引用格式:李慧敏,王玉梅,林凤,等. 结合 1-MCP 保鲜技术的脱涩处理对恭城月柿贮藏品质的影响[J]. 轻工学报,2020,35(5):16-25.

中图分类号:TS255.3 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.003

文章编号:2096-1553(2020)05-0016-10

结合 1-MCP 保鲜技术的 脱涩处理对恭城月柿贮藏品质的影响

Effects of deastringent treatment combined with 1-MCP fresh preservation technology on storage quality of Gongcheng persimmon

李慧敏,王玉梅,林凤,毛瑞丰

LI Huimin, WANG Yumei, LIN Feng, MAO Ruifeng

广西大学 轻工与食品工程学院, 广西 南宁 530000

College of Light Industry and Food Engineering, Guangxi University, Nanning 530000, China

摘要:以处于商业成熟期的恭城月柿为研究对象,研究了3种脱涩方法(温水脱涩、乙醇脱涩和离子溶液脱涩)及其与1-MCP保鲜技术相结合对柿子贮藏保鲜品质的影响。结果表明:所有脱涩处理组的外观色泽和内在品质均有不同程度的降低,其中,温水处理组出现成熟度加快、果肉软化现象最为明显、贮藏品质降低等问题,但在短期贮藏时,可溶性单宁含量下降迅速,表现出较显著的脱涩优势,且可溶性糖(SS)含量升高,可提高柿子的食用品质;乙醇处理组出现表皮褐变、软烂等问题,不利于柿子脱涩后贮藏;离子溶液处理组的硬度保持较好,褐变程度较轻,涩味去除效率较高,1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH)的损失最少,柿子品质可保持在较高水平;结合1-MCP的脱涩处理组都能延迟抗坏血酸(AA)的损失,抑制SS含量的急剧变化,降低抗氧化能力的丧失,有效延缓柿子成熟衰老的进程,保持柿子的内在品质;不同处理组的电子鼻响应雷达响应值区分明显,PCA的累计方差贡献率达91.8%,且不同处理组对挥发性成分影响明显。

关键词:

柿子;脱涩;1-MCP;
贮藏品质

Key words:

persimmon; deastringent;
1-methylcyclopropene;
storage quality

收稿日期:2020-03-16

基金项目:广西重点研发计划项目(2018AB45017)

作者简介:李慧敏(1996—),女,山西省晋中市人,广西大学硕士研究生,主要研究方向为红曲米中微生物及其发酵食品的开发。

通信作者:毛瑞丰(1964—),男,广西壮族自治区桂林市人,广西大学副教授,博士,主要研究方向为传统食品的现代化改造、微生物菌种筛选。

Abstract: The aim of this study was to evaluate the quality characteristics of GongCheng persimmon treated by three different methods (warm water destringency, ethanol destringency and ion solution destringency) and to explore the effect of 1-MCP on the fresh preservation of persimmon. The results showed that the external color and internal quality of persimmon decreased in different degrees after all the treatments. Among them, in the warm water treatment group, the maturity was accelerated, pulp softening was the most obvious, and storage quality was decreased, but in the short-term storage, soluble tannin content decreased rapidly, showing a significant advantage of astringency, and soluble sugar (SS) content increased, which could increase the food quality of persimmon. In ethanol treatment group, skin Browning, soft rot and other problems occurred, which was not conducive to storage of persimmon after destringency. In the ion solution treatment group, hardness of persimmon was maintained better, Browning degree was lighter, astringency removal efficiency was higher, the loss of DPPH was the least, and the quality of persimmon could be maintained at a higher level. The treatment group combined with 1-MCP could delay the loss of ascorbic acid (AA), inhibit the rapid change of SS content, reduce the loss of antioxidant capacity, effectively delay the maturation and aging process of persimmon, and maintain the internal quality of persimmon. The response values of electronic nose response radar in different treatment groups were significantly differentiated, the cumulative variance contribution rate of PCA reached 91.8%, and different treatment groups had a significant impact on the volatile components.

0 引言

柿子(*Diospyros Kaki* L.f)隶属于柿树科(*Ebenaceae*)柿树属(*Diospyros*)^[1],为多年生落叶柿科植物的果实,原产于中国.柿子营养丰富,根据收获时果实的涩味程度,可分为甜柿和涩柿.甜柿通常可以直接作为新鲜水果食用,而涩柿即便到了最佳采收期,柿子中可溶性单宁的含量仍然超过涩味阈值,口尝会有强烈的收敛性涩味,因此,在鲜食或者加工之前,都必须进行脱涩处理.在长期生产实践过程中,产生了多种传统的柿子脱涩方法,主要分为三大类^[2]:液体脱涩方法、气体脱涩方法和其他脱涩方法.其中,液体脱涩方法包括冷水脱涩、温水脱涩、石灰水脱涩、酒精脱涩、离子溶液脱涩等,具有操作简单、成本较低、适合小规模销售运输等优点,但容易导致柿子品质降低;气体脱涩方法包括 CO₂ 脱涩、N₂ 脱涩等,具有脱涩效率高、适合大规模生产等优点,但气体的浓度不易控制,容易造成柿子褐变,加大成本投入;其他脱涩方法包括真空脱涩、乙烯利脱涩等,因其安全性有待考证,所以目前应用尚不

广泛.

1-甲基环丙烯(1-MCP)是一种安全有效的乙烯激素类拮抗剂^[3],被广泛应用于果蔬采后贮藏和运输^[4].采后施用 1-MCP 可有效控制水果(苹果、桃、猕猴桃、柿子、梨、橄榄等)中乙烯的生成,进而控制水果的成熟度,起到保鲜的作用^[5-7].H. Q. Lou 等^[8]研究发现,经 1-MCP 处理既可延缓柿子中乙烯的产生和呼吸作用的发生,也可显著抑制果胶甲基酯酶和聚半乳糖醛酸酶的活性.因此,1-MCP 处理法在保持柿子品质和延长其贮藏期方面具有广阔的应用前景.

脱涩处理往往会造成柿子变软、褐变、腐烂等问题,因此,保持柿子贮藏品质和加工品质的关键是脱涩、保鲜和保脆.董长林^[9]通过冰温结合 1-MCP 贮藏柿子,可延缓果实的成熟衰老进程,防止果实褐变.J. L. Zhang 等^[10]研究表明,冷藏中结合使用 1-MCP 和体积分数为 5% 的 CO₂ 是增强房山柿子耐贮藏性和减少浪费的有效方法.N. Fahimeh 等^[11]研究了乳酸钙与温水处理相结合在保持柿子硬度、品质方面的作用,取得了良好的效果.目前,液体脱涩与 1-MCP 保鲜技术组合处理柿子的研究鲜见报

道. 鉴于此, 本文拟以处于商业成熟期的恭城月柿为研究对象, 将温水脱涩、乙醇脱涩、离子溶液脱涩分别与 1-MCP 保鲜技术相结合处理恭城月柿, 并在 18 °C 贮藏环境下, 研究柿子的贮藏品质变化情况, 寻求适合柿子小规模生产销售的最佳脱涩保鲜方法, 为改善由脱涩处理造成的贮藏品质下降问题, 以及延长柿子贮藏期等提供参考.

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

材料: 恭城月柿, 处于商业成熟期, 硬度和大小均匀, 果重(120 ± 5) g, 取材自广西壮族自治区桂林市恭城瑶族自治县.

主要试剂: 乙醇(体积分数为 75%)、葡萄糖、NaOH、NaCl、十二水合硫酸铝钾(明矾)、红菲罗啉(BP)、H₃PO₄、钼酸钠、钨酸钠、Na₂CO₃、浓 H₂SO₄、三氯乙酸、无水 CuSO₄、抗坏血酸, 北京化工有限公司产; 葱酮、1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH), 源叶生物有限公司产. 以上试剂均为分析纯.

1.2 仪器与设备

CM-3600d 型分光测色仪, 日本柯尼卡·美能达公司产; TA-XT plus 型物性测定仪, 英国 Stable Micro 公司产; XMT-F9 型电热恒温水浴锅, 上海洪记仪器设备有限公司产; UV1800-PC 型紫外可见分光光度计, 上海美谱达仪器有限公司产; PEN3 型电子鼻, 德国 AIRSENSE 公司产; PHBJ-260 型 pH 计, 上海雷磁仪器厂产; 198 × 30 型手持折光仪, 力辰科技有限公司产.

1.3 样品处理

将所选择的柿子随机分为 7 组(每组 6 个平行样): 1) 对照组, 将柿子置于 18 °C 贮藏环境中, 密封容器顶部, 打开侧面通气孔; 2) 温水处理组, 将柿子在 35 °C 水浴中保藏 2 d, 而后与

对照组作相同处理; 3) 温水 + 1-MCP 处理组, 将柿子用体积分数为 0.000 05% 的 1-MCP 处理后, 在 35 °C 水浴中保藏 2 d, 而后与对照组作相同处理; 4) 离子溶液处理组^[12], 将 NaCl 与明矾按照质量比 3 : 1 混合后, 对柿子进行脱涩处理, 脱涩温度 33.7 °C, 脱涩时间 24 h, 而后与对照组作相同处理; 5) 离子溶液 + 1-MCP 处理组, 将柿子用体积分数为 0.000 05% 的 1-MCP 处理后, 按照离子溶液处理组的方法进行脱涩处理, 最后与对照组作相同处理; 6) 乙醇处理组, 将柿子置于保鲜箱中, 均匀喷洒一定量的乙醇, 而后与对照组作相同处理; 7) 乙醇 + 1-MCP 处理组, 将柿子用体积分数为 0.000 05% 的 1-MCP 处理后, 按照乙醇处理组的方法进行脱涩处理, 最后与对照组作相同处理.

1.4 实验方法

1.4.1 硬度和颜色的测定 柿子硬度采用物性测定仪进行测定: 将测量直径为 2 mm 的探针垂直于柿子赤道面, 以 5 mm 的深度和 10 mm/min 的速度穿透柿子果肉, 结果即为去除柿子果皮后穿透柿子果肉所需的牛顿负荷^[13].

柿子颜色采用分光测色仪进行测定^[14]: 在柿子赤道面选取 4 个点, 依次读取 L^* , a^* , b^* , C^* . 其中, L^* 值代表明亮度; a^* 值代表红绿度; b^* 值代表黄蓝度; C^* 值代表饱和度, $C^* = (a^* + b^*)^{1/2}$. 同时, 计算色相角 $h = \arctan(b^*/a^*)$.

1.4.2 可溶性单宁含量的测定 使用紫外可见分光光度计测定柿子的可溶性单宁含量. 以没食子酸为标准品做标准曲线, 建立回归方程, 于 765 nm 处测定样品的可溶性单宁含量. 每 24 h, 从不同脱涩处理组中随机取出 3 个柿子, 顺着柿子横切面切开, 在果核附近取果肉 2 g, 研磨破碎后加入 20 mL 去离子水, 于 4 °C 水浴条件下提取 30 min, 再于 8000 r/min 条件下离心 10 min 后, 取上清液, 定容至 50 mL, 即得样

品提取液. 取 1.0 g 样品提取液, 分别加入 5.0 mL 去离子水、1.0 mL 钨酸钠 - 钼酸钠混合溶液和 3.0 mL 饱和 Na_2CO_3 溶液后混匀, 放置 2 h 显色后, 测定样品的可溶性单宁含量. 每个样品重复 3 次.

1.4.3 pH 值和可溶性固形物含量的测定 将柿子对切成两半, 再沿纵轴切成薄片, 放入聚乙烯袋 (10 cm × 12 cm) 中, 用手按压取汁. 使用 pH 计测定柿子汁的 pH 值, 然后采用手动折光仪测定柿子汁的总可溶性固形物含量.

1.4.4 抗坏血酸 (AA) 含量和可溶性糖 (SS) 含量的测定 AA 含量的测定采用分光光度法^[15]; SS 含量的测定采用蒽酮比色法^[16], 以标准葡萄糖溶液制作标准曲线, 结果即为每千克新鲜柿子的葡萄糖质量.

1.4.5 DPPH 自由基清除率的测定 DPPH 自由基清除率 c 按照如下公式进行测定:

$$c = [(A_0 - A_1) / A_0] \times 100\%$$

其中, A_0 表示空白样品的吸光度值, A_1 表示样品的吸光度值.

1.4.6 电子鼻检测分析 将经不同方法处理 15 d 的 10 g 恭城月柿样品分别放入 60 mL 采样瓶中, 常温放置 30 min 后进行电子鼻检测分析. 采用顶空吸气法直接将进样针头插入采样瓶中, 测定条件为: 样品测试时间 180 s, 采样间隔 1 s, 清洗时间 120 s, 归零时间 10 s, 载气流速 300 mL/min, 进样流量 300 mL/min. 每组样品做 5 次平行, 分析比较后去掉异常值. 电子鼻传感器的性能描述见表 1.

1.5 统计分析

所有实验均做 3 次平行, 数据表示为 (平均值 ± 标准差). 通过方差分析 (ANOVA) 评估脱涩处理对柿子切片品质的影响, 并使用 Duncan 多范围检验比较平均值 ($P < 0.05$). 使用 SPSS 统计软件进行统计分析, 采用 Origin 函数绘图软件制图.

2 结果与分析

2.1 硬度和颜色变化分析

硬度是用于评估水果成熟度最常见的物理参数之一. 在 18 °C 贮藏环境下, 不同处理方法下柿子硬度的变化如图 1 所示. 由图 1 可以看出, 随着贮藏时间的增加, 所有样品的硬度都逐渐降低. 其中, 温水处理组的软化现象最为明显, 其次是乙醇处理组, 而离子溶液处理组的硬度保持较好; 添加 1-MCP 后, 温水 + 1-MCP 处理组与乙醇 + 1-MCP 处理组的硬度保持效果基

表 1 电子鼻传感器的性能描述

Table 1 Performance description of electronic nose sensor

传感器	名称	响应特性
R1	W1S	对芳香成分物质灵敏
R2	W5S	对氮氧化物灵敏
R3	W3C	对氨水、芳香成分灵敏
R4	W6S	对 H_2 有选择性
R5	W5C	对烷烃、芳香成分灵敏
R6	W1C	对甲烷灵敏
R7	W1W	对无机硫化物灵敏
R8	W2S	对乙醇灵敏
R9	W2W	对有机硫化物灵敏
R10	W3S	对烷烃灵敏

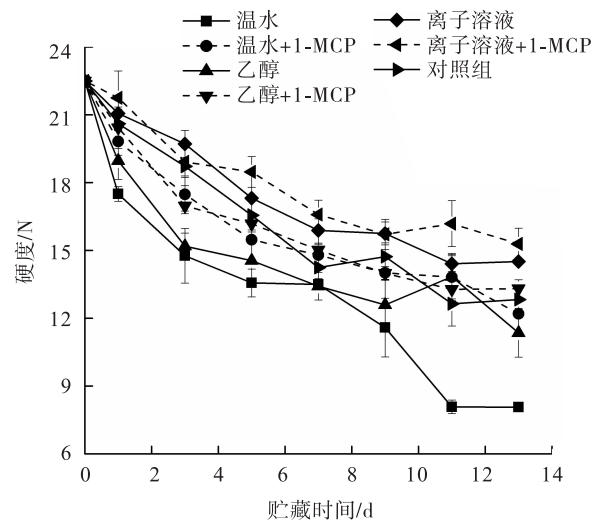


图 1 不同处理方法下柿子硬度的变化

Fig. 1 Changes of persimmon hardness under different treatment methods

本相当,而离子溶液+1-MCP处理组的硬度保持最好.果实的硬度主要与纤维素、半纤维素、果胶、淀粉含量、果实表皮结构有关,温水处理可增加酶活力,加快水解速度,而乙醇处理可明显破坏表皮结构,造成柿子软化.1-MCP在保持柿子硬度方面效果显著,这可能是因为其能减缓糖代谢、酶促反应速度和呼吸速率,控制水分散失^[17].

L^* 值可用于评估果蔬的褐变程度, L^* 值越低表示褐变越严重.在18℃贮藏环境下,不同处理方法下柿子颜色的变化如图2所示.由图2a)可以看出,所有处理组的 L^* 值均随贮藏时间的增加而降低,其中,乙醇处理组的 L^* 值下降率显著高于其他处理组,而经离子溶液处理的柿子褐变程度较轻,保鲜效果较好;结合了1-MCP保鲜处理的脱涩柿子,与对应的处理组相比,具有较高的 L^* 值.

a^* 值是判断水果成熟度的有效指标, a^* 值越低表示成熟度越低,即水果衰老越缓慢.由图2b)可以看出,所有处理组的 a^* 值均随贮藏时间的增加而急剧增加,其中,温水处理组和乙醇处理组柿子的 a^* 值明显高于离子溶液处理组,而结合了1-MCP保鲜处理的脱涩柿子,与对应的处理组相比,具有较低的 a^* 值,表明1-MCP保鲜处理可有效延缓柿子的衰老.

在贮藏期间,各处理组柿子的 b^* 、 C^* 、 h 值均无显著变化.贮藏7d后,温水和乙醇处理组柿子的表面均出现褐斑,色差结果不准确,故未列出.

2.2 可溶性单宁含量变化分析

可溶性单宁是柿子涩味的主要来源,它是柿子中含量最多的一种多酚类化合物.在18℃贮藏环境下,不同处理方法下柿子中可溶性单宁含量的变化如图3所示.由图3可以看出,未添加1-MCP时,3种脱涩处理方法均能大大降低柿子中的可溶性单宁含量.温水处理前期,可

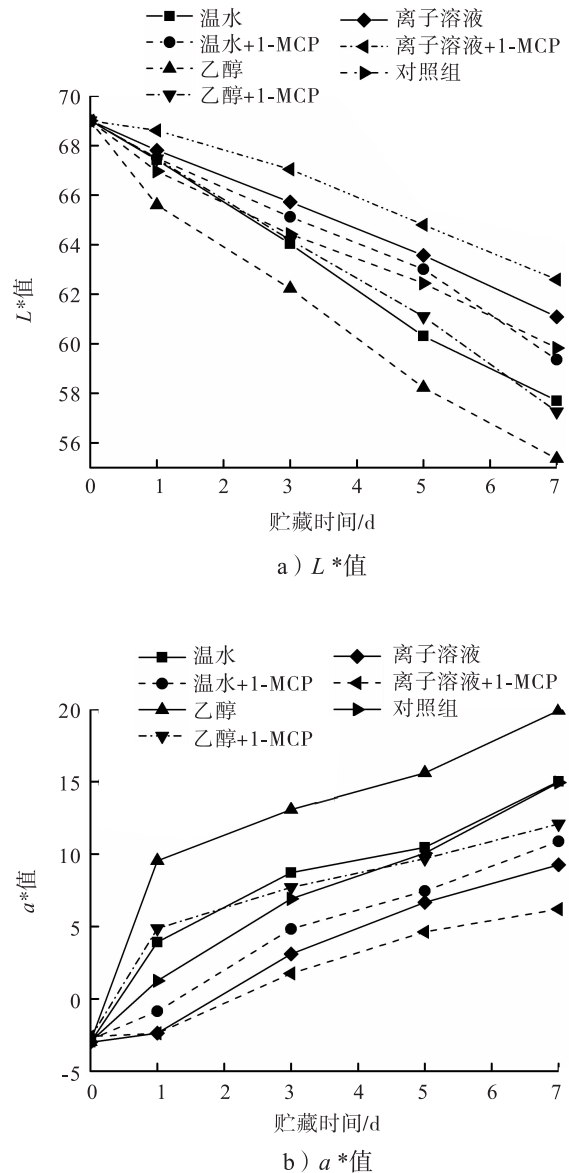


图2 不同处理方法下柿子颜色的变化

Fig. 2 Changes of persimmon color under different treatment methods

溶性单宁含量迅速下降,而后与其他处理组保持一致的变化趋势.这可能是因为温水处理可加快柿子软化,而在柿子软化过程中,原果胶可分解成可溶性果胶和果胶酸,二者可直接与可溶性单宁结合生成不溶性单宁,从而减少柿子的涩味;另一方面,当水温在40℃左右时,柿子中的丙酮酸脱羧酶(PDC)和乙醇脱氢酶(ADH)活性最高,因而生成的乙醛含量最多,大大缩短了脱涩所需的时间,所以在前期贮藏

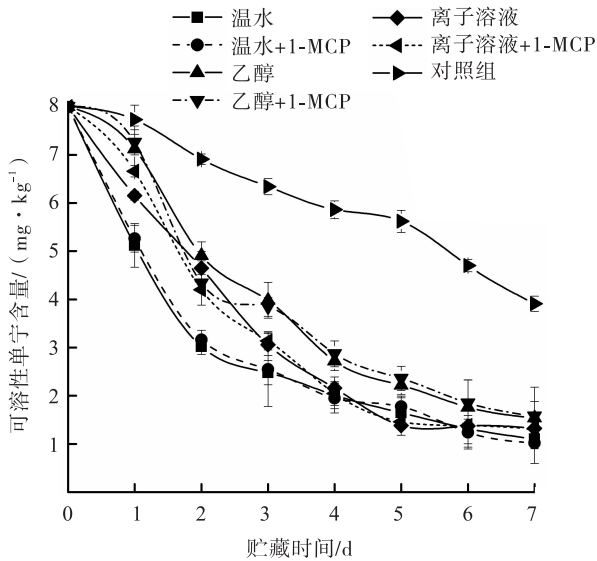


图3 不同处理方法下柿子中可溶性单宁含量的变化

Fig. 3 Changes of soluble tannin content in persimmon under different treatment methods

过程中,温水处理表现出较显著的脱涩优势.使用离子溶液脱涩时,可溶性单宁与金属离子结合生成不溶性盐类,使可溶性单宁变为不溶性沉淀,从而减少了柿子涩味.而乙醇脱涩主要是利用乙醇渗入柿子果肉细胞内,在 ADH 的作用下,乙醇转变为乙醛,促使可溶性单宁转变为不溶性单宁.3种脱涩方法均可以将柿子的涩味降到阈值以下,当需要短期食用时,推荐选用温水脱涩.而结合了 1-MCP 保鲜处理的脱涩柿子与对应的处理组相比并无显著区别,表明 1-MCP 的添加对降低柿子中可溶性单宁含量无明显作用.

2.3 pH 值和可溶性固形物含量变化分析

在 18 °C 贮藏环境下,不同处理组的 pH 值未显示出明显差异,初始 pH 值均约为 5.5.

在 18 °C 贮藏环境下,不同处理方法下柿子中可溶性固形物含量的变化如图 4 所示.由图 4 可以看出,除温水处理组和温水 + 1-MCP 处理组外,其他处理组的可溶性固形物含量随着贮藏时间的增加,均保持在 14% 左右,非常接

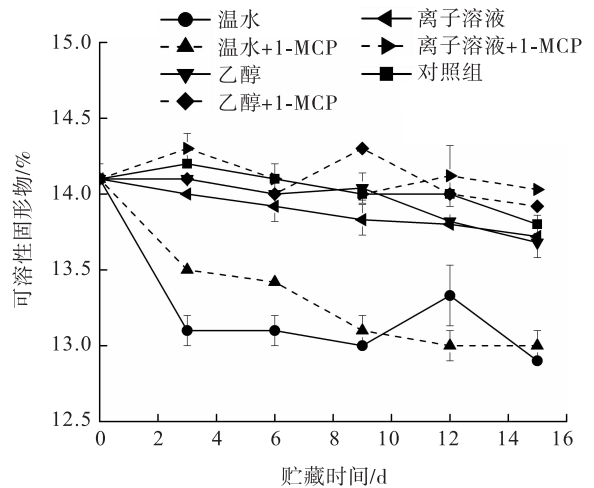


图4 不同处理方法下柿子中可溶性固形物含量的变化

Fig. 4 Changes of soluble solids content in persimmon under different treatment methods

近收获时的水平.当柿子经过温水脱涩处理后,可溶性固形物含量可降至 13% 左右.这可能是因为随着脱涩时温度的升高,柿子呼吸作用加强,消耗的糖分增多,从而导致可溶性固形物含量减少.这与钟需霖等^[18]的研究结果一致.离子溶液处理是在水环境条件下进行的,柿子会进行无氧呼吸,造成可溶性固形物缓慢减少的趋势,但未产生明显差异($P < 0.05$),表明结合了 1-MCP 保鲜处理的脱涩方法对柿子可溶性固形物含量的影响不明显.

2.4 AA 含量和 SS 含量变化分析

AA 含量会随着柿子生长而减少,是评估柿子成熟快慢的有效指标之一.在 18 °C 贮藏环境下,不同处理方法下柿子中 AA 含量的变化如图 5 所示.由图 5 可以看出,所有处理组的 AA 含量均随贮藏时间的增加呈下降趋势.由于 AA 含量受温度的影响很大,所以在贮藏前期,温水处理组的 AA 含量降低速率很快,贮藏第 13 d 时,其 AA 含量明显低于对照组.与未经保鲜处理的柿子相比,结合了 1-MCP 处理的柿子可延迟 AA 的损失.

SS 是水果中碳水化合物的重要来源,成熟

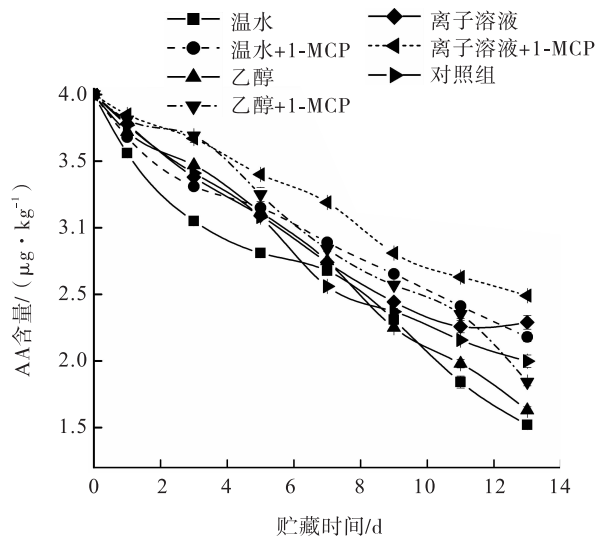


图5 不同处理方法下柿子中AA含量的变化
Fig.5 Changes of ascorbic acid content in persimmon under different treatment methods

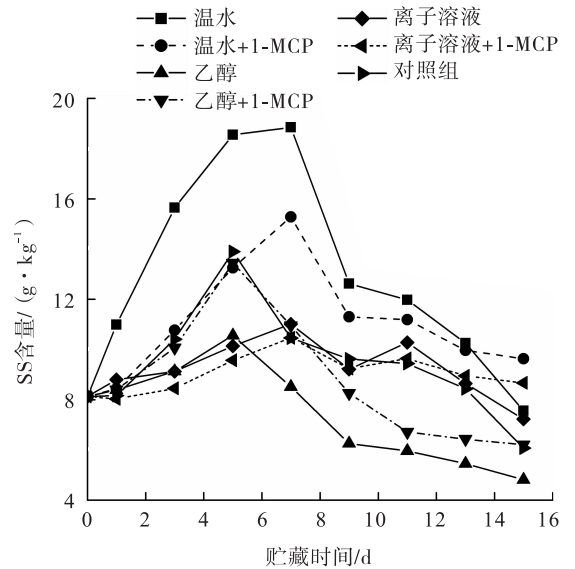


图6 不同处理方法下柿子中SS含量的变化
Fig.6 Changes of soluble sugar content in persimmon under different treatment methods

果实果肉中的SS主要包括果糖、葡萄糖和蔗糖.在果实贮藏过程中,蔗糖含量显著增加,而葡萄糖和果糖含量相对保持稳定^[19-20].因此,蔗糖酶活性、呼吸作用、表皮结构状态等是影响柿子SS含量变化的主要因素.在18℃贮藏环境下,不同处理方法下柿子中SS含量的变化如图6所示.由图6可以看出,所有处理组的SS含量均呈先升高后降低的趋势,其中,温水处理组在0~8d的贮藏过程中SS含量急剧增加,这可能是因为温水处理可以增加酶活力和呼吸强度,从而增加SS含量.添加1-MCP的处理组均抑制了SS含量的急剧上升和下降,这可能是因为1-MCP具有抑制呼吸强度、乙烯释放量和糖代谢的作用,可控制柿子前期SS的生成和后期SS的损失.

2.5 DPPH 自由基清除率变化分析

在18℃贮藏环境下,不同处理方法下柿子中DPPH自由基清除率的变化如图7所示.由图7可以看出,所有处理组的DPPH自由基清除率均随贮藏时间的增加呈下降的趋势,其中,离子溶液脱涩处理中DPPH自由基清除率的降

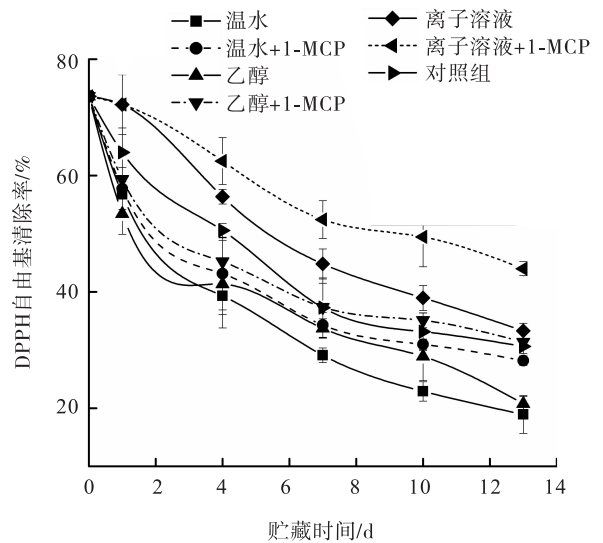


图7 不同处理方法下柿子中DPPH 自由基清除率的变化

Fig.7 Changes of DPPH radical scavenging rate in persimmon under different treatment methods

低幅度较小,温水脱涩、乙醇脱涩处理中DPPH自由基清除率的降低幅度较大.结合1-MCP处理可以有效降低抗氧化能力的丧失,其中,离子溶液+1-MCP处理组的效果最好.

2.6 电子鼻检测结果分析

不同处理方法下柿子的电子鼻响应雷达图

如图 8 所示. 由图 8 可以看出,不同处理组的响应值区分明显,其中,乙醇处理组挥发性成分显著上升,这可能是因为部分乙醇脱涩柿子有腐败的现象,经过 1-MCP 处理后,这种现象明显缓和.

主成分分析(PCA)是采取降维的方法找出贡献率最大的最主要的因子,利用 PCA 空间分布图可以最大程度地体现样品间的差异. 不同处理方法下柿子的 PCA 空间分布如图 9 所示. 由图 9 可以看出, $PC1$ 和 $PC2$ 的累计方差贡献率达 91.8%,表明 2 个主成分已经能够很好地反映样品的整体信息;不同处理组分布在不同

区域,表明不同处理组对挥发性成分影响明显. 其中,温水处理组与乙醇处理组的组内差异比较明显,表明经温水处理后,柿子的风味品质不稳定;结合 1-MCP 处理后,样品间的排布更加密集,表明此保鲜处理能够很好地保持样品的风味.

3 结论

本文以处于商业成熟期的恭城月柿为研究对象,研究了分别经过温水脱涩、乙醇脱涩和离子溶液脱涩处理后柿子贮藏品质的变化,并考察结合 1-MCP 处理对脱涩后柿子保鲜的作用

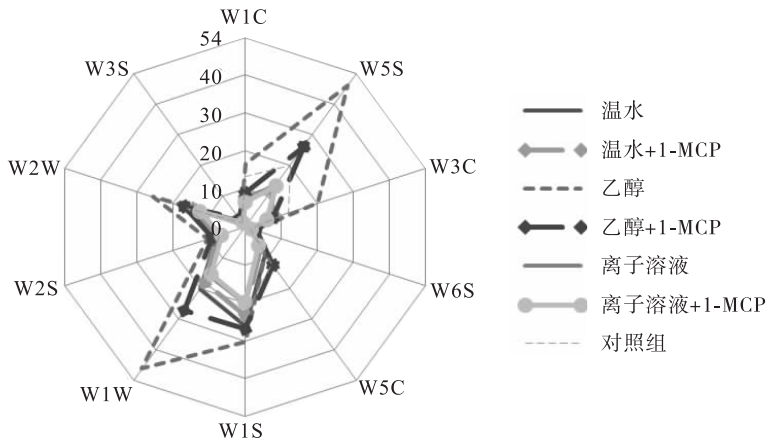


图 8 不同处理方法下柿子的电子鼻响应雷达图

Fig. 8 Radar image of electronic nose response of persimmon under different treatment methods

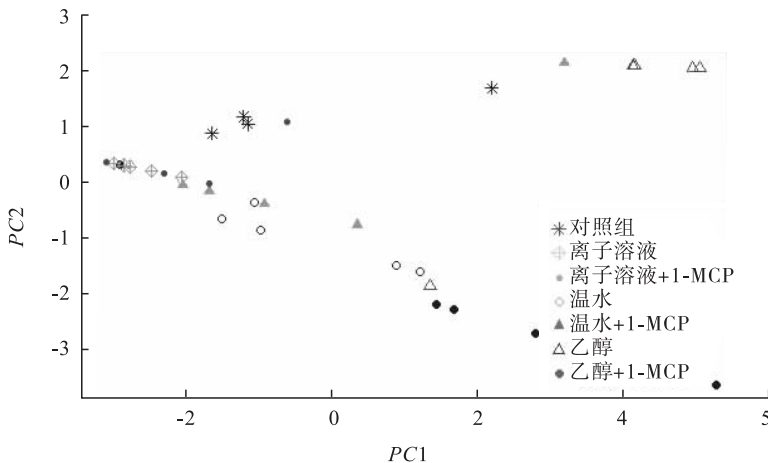


图 9 不同处理方法下柿子的 PCA 空间分布图($PC1 = 70.5%$, $PC2 = 21.3%$)

Fig. 9 Principal component analysis spatial distribution map of persimmon under different treatment methods($PC1 = 70.5%$, $PC2 = 21.3%$)

效果. 结果表明:温水脱涩具有脱涩快速、前期可增加口感、操作简单等优点,但应注意的是柿子在水中长时间浸泡后,会使果实加快软化,不适合长期贮藏,可作为即食或即用加工的首选方式;乙醇脱涩方法处理柿子会影响果实的外观,降低商品价值,不推荐采用此方法;采用NaCl和明矾的离子溶液脱涩方法较适合于去除柿子涩味,且可以很好地保持柿子品质,适合长时间贮运销售;1-MCP保鲜处理可以减轻柿子在贮藏过程中的变质,主要表现在控制颜色、硬度变化,减缓SS、AA、DPPH的损失等方面.

本文着重研究了在小规模销售运输时的柿子脱涩保鲜方法,而对于柿子在低温贮藏时的生理变化,以及从采摘到保鲜全过程的不断探索与优化是今后的研究重点.另外,在寻求最佳脱涩保鲜技术的同时,也应该积极改变我国柿子生产销售规模小的问题,以适应当前销售渠道增多、市场需求增大、品质要求更严格等新形势.

参考文献:

- [1] 夏学超,朱传合. 柿子酒渣中色素提取工艺的优化[J]. 中国酿造,2019,38(12):158.
- [2] CHUNG H S, KIM H S, LEE Y G, et al. Effect of destringency treatment of intact persimmon fruits on the quality of fresh-cut persimmons [J]. Food Chemistry, 2015, 166(1):192.
- [3] LUO Z S. Effect of 1-methylcyclopropene on ripening of postharvest persimmon (*Diospyros kaki* L.) fruit [J]. LWT-Food Science and Technology, 2007, 40(2):308.
- [4] BUBBA M D, GIORDANI E, PIPPUCCI L, et al. Changes in tannins, ascorbic acid and sugar content in astringent persimmons during on-tree growth and ripening and in response to different postharvest treatments [J]. Journal of Food Composition & Analysis, 2009, 22(7/8):668.
- [5] LV (LYU) J Y, ZHANG M Y, BAI L, et al. Effects of 1-methylcyclopropene (1-MCP) on the expression of genes involved in the chlorophyll degradation pathway of apple fruit during storage [J]. Food Chemistry, 2020, 5(5):308.
- [6] DU M J, JIA X Y, LI J K, et al. Regulation effects of 1-MCP combined with flow microcirculation of sterilizing medium on peach shelf quality [J]. Scientia Horticulturae, 2019, 27(1):260.
- [7] RINAIDI R, AMODIO M L, COLELLI G. Influence of maturity stage on the effectiveness of 1-MCP treatment of 'Hayward' kiwifruits during storage [J]. Acta Horticulturae, 2012, 934(934):304.
- [8] LOU H Q, HU Y, ZHANG L Y, et al. Nondestructive evaluation of the changes of total flavonoid, total phenols, ABTS and DPPH radical scavenging activities, and sugars during mulberry (*Morus alba* L.) fruits development by chlorophyll fluorescence and RGB intensity values [J]. LWT-Food Science and Technology, 2012, 47(1):19.
- [9] 董长林. 磨盘柿脱涩及防褐变控制技术的研究 [D]. 大连:大连工业大学, 2016.
- [10] ZHANG J L, LU J W, MANTRI N, et al. An effective combination storage technology to prolong storability, preserve high nutrients and antioxidant ability of astringent persimmon [J]. Scientia Horticulturae, 2018, 241:304.
- [11] FAHIMEH N, VALI R, FARHANG R, et al. Effect of calcium lactate in combination with hot water treatment on the nutritional quality of persimmon fruit during cold storage [J]. Scientia Horticulturae, 2018, 15(5):233.
- [12] 王辉,王丽,句荣辉,等. BBD响应面法优化食盐、明矾溶液对柿子脱涩工艺的研究 [J]. 食品工业科技, 2016, 37(9):262.
- [14] TESSMER M A, BESADA C, HERNANDO I,

- et al. Microstructural changes while persimmon fruits mature and ripen: Comparison between astringent and non-astringent cultivars[J]. *Post-harvest Biology and Technology*, 2016, 120(10):52.
- [15] 徐赛,杨慧,陈岩,等.采收时间对不同保鲜环境荔枝耐贮藏能力的影响[J].*食品科技*, 2018,43(8):36.
- [16] JIA H F, CHAI Y M, LI C L, et al. Abscisic acid plays an important role in the regulation of strawberry fruit ripening[J]. *Plant Physiology*, 2011,157(1):188.
- [17] 朱明涛,王美军.1-MCP和蜂胶对水蜜桃贮藏保鲜效果的影响[J].*包装工程*, 2020, 41(11):33.
- [18] 钟霏霖,乔荣,王天文.温度对夏秋草莓可溶性固形物含量的影响[J].*贵州农业科学*, 2006(S1):53.
- [19] GONG H J, FULLERTON C, BILLING D, et al. Retardation of ‘Hayward’ kiwifruit tissue zone softening during storage by 1-methylcyclopropane[J]. *Scientia Horticulturae*, 2020, 3(1):259.
- [20] CANDIR E E, OZDEMIR A E, KAPLANKIRAN M, et al. Physico-chemical changes during growth of persimmon fruits in the East Mediterranean climate region[J]. *Entia Horticulturae*, 2009, 121(1):42.

本刊数字网络传播声明

本刊已许可中国知网,万方数据资源系统,维普网,国家科技学术期刊开放平台,博视网,超星,中国科技论文在线,中教数据库,EBSCOhost,CA, Ulrichs, FSTA 等在其系列数据库产品中以数字化方式复制、汇编、发行、信息网络传播本刊全文.其相关著作权使用费与本刊稿酬一并支付.作者向本刊提交文章发表的行为即视为同意我刊上述声明.



引用格式:瞿先中,张劲,蒋士盛,等.外形尺寸对造纸法再造烟叶品质特性的影响[J].轻工学报,2020,35(5):26-32.

中图分类号:TS443 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.04.004

文章编号:2096-1553(2020)05-0026-07

外形尺寸对造纸法再造烟叶品质特性的影响

The effect of size on the quality characteristics of paper-making reconstituted tobacco

瞿先中¹,张劲¹,蒋士盛²,程雷平²,邵名伟¹,雷振¹
QU Xianzhong¹,ZHANG Jing¹,JIANG Shisheng²,CHENG Leiping²,
SHAO Mingwei¹,LEI Zhen¹

- 1. 安徽中烟工业有限责任公司 技术中心,安徽 合肥 230088;
- 2. 安徽中烟工业有限责任公司 芜湖卷烟厂,安徽 芜湖 241002
- 1. Technology Center, China Tobacco Anhui Industrial Co., Ltd., Hefei 230088, China;
- 2. Wuhu Cigarette Factory, China Tobacco Anhui Industrial Co., Ltd., Wuhu 241002, China

关键词:

造纸法再造烟叶;外形尺寸;保润性能;吸湿性能;品质特性

Key words:

paper-making reconstituted tobacco; size; moisture retention performance; hygroscopicity; quality characteristic

摘要:为确定适宜的造纸法再造烟叶外形尺寸,制备了3种不同外形尺寸的烟草薄片,分析其保润性能、吸湿性能和切丝性能,并对其在制丝线上的加工性能进行研究,然后将所得烟丝应用于卷烟产品进行感官品质对比分析。结果表明:3种烟草薄片的保润性能和吸湿性能无显著性差异,小尺寸烟草薄片吸收水分和散失水分的速率略快;掺配小尺寸烟草薄片切丝后的整丝率略有降低,碎丝率略有升高,掺配中尺寸与小尺寸烟草薄片差异不明显;掺配小尺寸烟草薄片的成品烟丝混合均匀性较优,薄片丝缠绕和结团减少,加工过程中的造碎减少,卷制过程中的烟支物理指标稳定性较好,能一定程度减少烟丝消耗;掺配小尺寸烟草薄片的卷烟样品烟气刺激性降低,香气质感提升。

收稿日期:2020-03-06

作者简介:瞿先中(1979—),男,安徽省安庆市人,安徽中烟工业有限责任公司高级工程师,主要研究方向为烟草化学与卷烟加工工艺。

通信作者:张劲(1971—),男,安徽省宣城市人,安徽中烟工业有限责任公司工程师,主要研究方向为烟草设备。

Abstract: In order to determine an appropriate size of paper-making reconstituted tobacco, three kinds of tobacco sheets with different sizes were made. Its moisture retention performance and hygroscopicity were analyzed and its cutting performance was evaluated. The processing performance of the pipe tobacco on the silk processing line was studied, and then the pipe tobacco was applied to the cigarette products for comparative analysis of sensory quality. The results showed that there was no significant difference in moisture retention performance and hygroscopicity among three kinds of tobacco sheets, but the water absorption and water loss rate of small-sized tobacco sheets were slightly faster. The whole cutting rate of small-sized tobacco sheets decreased slightly, and the shredding rate increased slightly, but the difference between medium-sized and small-sized tobacco sheets was not obvious. The blending uniformity of finished pipe tobacco blended with small-sized tobacco sheets was better, the filament winding and caking were reduced, the crushing in the processing process was reduced, and the physical index of the cigarette in the rolling process was stable, which could reduce the consumption of pipe tobacco to a certain extent. The cigarette samples blended with small-sized tobacco sheets had lower smoke irritation and improved aroma texture.

0 引言

造纸法再造烟叶,俗称烟草薄片,是卷烟配方的原料之一。在卷烟中添加适量的造纸法再造烟叶,一方面可以节省烟叶原料,降低卷烟成本;另一方面可以在一定程度上使卷烟的物理性能和化学成分可调可控,从而提高卷烟的内在品质,也是减少烟草有害成分的一项重要措施^[1-3]。

由于造纸法再造烟叶在卷烟产品减害降焦、突出产品风格特征、提升卷烟品质等方面发挥着重要作用,因此提升再造烟叶使用效果一直是烟草行业普遍关心的问题。要在卷烟中充分发挥再造烟叶的诸多优良性能,前提条件是其作为“催化剂”或者“载体”在烟支中分布均匀。但目前的实际情况是再造烟丝在烟支中普遍分布不均匀,且在烘丝后还会出现因再造烟丝过长而产生的缠绕、结团等问题^[4-13]。为提高烟草加工中固体物料混合的均匀性,刘岨^[14]提出,参与混合的烟草各组分(叶片或烟丝)的物理性状差异越小越好。车靖等^[15]研究了不同尺寸再造烟叶在卷烟中的应用,发现再造烟叶菱形边长由45 mm调整为25 mm后,在卷烟中的应用效果得到了部分改善。

目前,烟草行业开展再造烟叶外形尺寸研

究主要采用离线研究的方式,无法准确评价不同尺寸烟草薄片在制丝线上的加工性能。鉴于此,本文拟根据烟草行业中甲乙两企业再造烟叶外形尺寸的对比分析结果,制作不同外形尺寸的烟草薄片,分析其保润性能、吸湿性能和切丝性能,并对其在制丝线上的加工性能进行研究,然后将所得烟丝应用于卷烟产品进行感官品质对比分析,以期改善烟草薄片的加工性能,提升制丝过程中产品质量的稳定性。

1 材料与amp;方法

1.1 材料和仪器

材料:再造烟叶,由甲、乙两企业提供;某卷烟品牌a牌号常规卷烟薄片组烟叶,加工模式为分组加工,薄片干燥组配方中无再造烟叶;某卷烟品牌b牌号卷烟,加工模式为全配方加工,叶组配方中含有150 kg/箱的正常尺寸(65 mm × 50 mm)再造烟叶。

仪器:钢尺(量程150 mm,精度0.5 mm),温州博大文具公司产;MT204型电子分析天平(感量0.001 g),瑞士Mettler公司产;SODIMAX型多功能综合测试台,法国Sodim Instrumentation公司产;YQ-2型烟丝振动分选筛,郑州烟草研究院提供;D41-01型填充值测定仪,博瓦特凯希(中国)有限公司产;KBF-20型恒温恒

湿箱,德国 Binder 公司产。

1.2 样品的制备

烟草行业内再造烟叶的主流外形尺寸规格为 50 mm × 32 mm 和 65 mm × 50 mm。对比分析甲、乙两企业再造烟叶的外形尺寸,利用钢尺测量每种再造烟叶各 100 片,测量结果如表 1 所示。由表 1 可知,甲企业再造烟叶的平均尺寸为 49.58 mm × 31.63 mm,乙企业再造烟叶的平均尺寸为 65.59 mm × 48.63 mm,乙企业再造烟叶外形尺寸明显偏大,但再造烟叶对角线长度标准差略低。

根据测量结果设计不同的外形尺寸,选用乙企业再造烟叶作为原料,通过调整薄片分切机打辊的转速、打辊与纸机的速度差,制备 3 种外形尺寸的烟叶薄片(见表 2)。

1.3 实验方法

1.3.1 不同外形尺寸烟草薄片的保润性能和吸湿性能评价方法

在实验室开展外形尺寸对烟草薄片保润性能和吸湿性能的影响研究。将初始含水率约为 13% 的不同外形尺寸烟草薄片在温度 22.0 °C、相对湿度 20.0% 的恒温恒湿箱中平衡,间隔 0.25 h 取样,检测烟草薄片的含水率,含水率越高,烟草薄片的保润性能越好。将初始含水率约为 11% 的不同外形尺寸烟

表 1 再造烟叶外形尺寸对比表

Table 1 Comparison table of size of reconstituted tobacco mm

指标	甲企业再造烟叶		乙企业再造烟叶	
	平均值	标准差	平均值	标准差
对角线(长)	49.58	5.32	65.59	3.59
对角线(短)	31.63	3.42	48.65	2.72

表 2 3 种外形尺寸的烟叶薄片

Table 2 Three kinds of size of tobacco sheets mm

指标	外形尺寸规格		
	小尺寸	中尺寸	大尺寸
对角线(长)	50	55	65
对角线(短)	32	40	50

草薄片在温度 22.0 °C、相对湿度 70.0% 的恒温恒湿箱中平衡,间隔 0.25 h 取样,检测烟草薄片的含水率,含水率越高,烟草薄片的吸湿性能越好。

首先对不同外形尺寸烟草薄片的保润性能和吸湿性能数据进行方差齐性检验,符合方差齐性检验要求后,再进行多样本单因素方差分析,以确定不同外形尺寸烟草薄片在保润性能和吸湿性能上是否存在显著差异。

1.3.2 不同外形尺寸烟草薄片的切丝性能评价方法

将不同外形尺寸烟草薄片在薄片分切后装袋密封,烟草薄片含水率约为 18%,做好标识,运送至丙卷烟厂。取 3 份 100 kg 某卷烟品牌 a 牌号卷烟薄板组烟叶,分别按照每 100 kg 叶片中含 25 kg 薄片的比例掺入含水率约为 18% 的 3 种外形尺寸烟草薄片,人工混匀,在切丝前喂料机处搭入,并在切丝机出料皮带处取样,晾干后检测切丝后烟丝的物理指标,记录切丝机运行参数。以 a 牌号卷烟薄板组烟叶为对照,样品在温度 22 °C、相对湿度 60% 条件下平衡 48 h 后,对比检测切后烟丝结构,分析外形尺寸对烟草薄片切丝性能的影响。

1.3.3 不同外形尺寸烟草薄片在制丝线上加工性能的评价方法

将小尺寸烟草薄片正常干燥,装箱,做好标识,运送至丁卷烟厂,替代某卷烟品牌 b 牌号卷烟配方中正常尺寸(65 mm × 50 mm)烟草薄片,按照正常模式生产,对比研究分析小尺寸薄片和正常尺寸薄片在烟支卷制过程中制丝线上的加工性能(烟支结构、烟支物理指标)的影响。

1.3.4 不同外形尺寸烟草薄片所得卷烟感官品质评价方法

组织产品评价人员,按照《烟草及烟草制品 感官评价方法》(YC/T 138—1998)^[16]中的方法对掺配正常尺寸烟草薄片和小尺寸烟草薄片制得的卷烟试验样品的感官品质进行对比分析。

2 结果与分析

2.1 不同外形尺寸烟草薄片的保润性能分析

不同外形尺寸烟草薄片在相对湿度 20% 条件下平衡不同时间的含水率变化结果如表 3 所示. 由表 3 可知,在相对湿度 20% 条件下,不同外形尺寸烟草薄片的保润性能变化趋势基本一致,均散失水分,且小尺寸烟草薄片的水分散失速率略快,这可能是小尺寸烟草薄片的比表面积较大引起的.

3 种不同外形尺寸烟草薄片的保润性能方差齐性检验结果如表 4 所示,多样本单因素方差分析结果如表 5 所示. 由表 4 可知,在相对湿度 20% 条件下,3 组数据方差齐性检验的 P 值为 0.809,说明符合方差齐性检验要求. 根据表 5 中方差分析结果可知,3 组数据之间不存在显著性差异 ($P > 0.05$),即 3 种尺寸烟草薄片的保润性能无显著性差异.

2.2 不同外形尺寸烟草薄片吸湿性能分析

不同外形尺寸烟草薄片在相对湿度 70%

表 3 不同外形尺寸烟草薄片在相对湿度 20% 条件下平衡不同时间的含水率变化结果

Table 3 The results of moisture content change of tobacco sheets with different sizes under the condition of relative humidity 20% %

平衡时间/h	外形尺寸		
	小尺寸	中尺寸	大尺寸
0	13.10	13.05	12.93
0.25	11.68	11.87	11.83
0.50	11.13	11.31	11.25
0.75	10.92	11.09	11.07
1.00	9.82	10.21	10.17
1.25	9.57	9.74	9.64
1.50	8.38	8.64	8.57
1.75	7.24	7.65	7.64
2.00	6.87	7.01	6.98
2.25	6.57	6.62	6.63
2.50	6.42	6.53	6.44
2.75	6.37	6.41	6.32
3.00	6.28	6.33	6.25

条件下平衡不同时间的含水率变化结果如表 6 所示. 由表 6 可知,在相对湿度 70% 条件下,不同外形尺寸烟草薄片的吸湿性能变化趋势一致,均随着平衡时间的延长,其含水率逐渐增大,且小尺寸烟草薄片的水分吸收速率略快,这可能是小尺寸烟草薄片的比表面积较大引起的.

3 种不同外形尺寸烟草薄片的吸湿性能方差齐性检验结果如表 7 所示,多样本单因素方差分析结果如表 8 所示. 由表 7 可知,在相对湿度 70% 条件下,3 组数据方差齐性检验的 P 值为 0.999,说明符合方差齐性检验要求. 根据表 8 中方差分析结果可知,3 组数据之间不存在显著性差异,即 3 种尺寸烟草薄片的吸湿性能无显著性差异.

2.3 不同外形尺寸烟草薄片的切丝性能分析

掺配不同外形尺寸烟草薄片的烟丝物理指标检测结果如表 9 所示. 由表 9 可知,a 牌号卷烟薄板组烟叶配方中无造纸法再造烟叶,在掺入 25% 的再造烟叶后,烟丝整丝率高于正常薄板组切丝后样品,说明造纸法再造烟叶的组织结构紧密,抗造碎性能较好,同时也说明掺配的

表 4 烟草薄片的保润性能方差齐性检验结果

Table 4 Test results of homogeneity of variance of moisture retention performance of tobacco sheets

指标	列文统计	自由度 1	自由度 2	P 值
含水率	0.213	2	35	0.809

表 5 烟草薄片的保润性能

多样本单因素方差分析结果

Table 5 Analysis results of variance of multivariate single sample for moisture retention performance of tobacco sheets

差异来源	偏差平方和	自由度	平均值平方	F 值	P 值
组间	0.968	2	0.484	0.091	0.913
组内	185.319	35	5.295		
总计	186.287	37			

注: $P > 0.05$ 表示差异显著.下同.

表6 不同外形尺寸烟草薄片在相对湿度70%条件下平衡不同时间含水率变化结果

Table 6 The results of moisture content change of tobacco sheets with different sizes under the condition of relative humidity 70%

平衡时间/h	含水率		
	小尺寸	中尺寸	大尺寸
0	10.86	10.92	11.12
0.25	11.72	11.69	11.78
0.50	12.54	12.37	12.29
0.75	12.97	12.89	12.96
1.00	13.48	13.47	13.51
1.25	14.36	14.27	14.35
1.50	15.04	14.97	14.98
1.75	15.31	15.27	15.26
2.00	15.39	15.36	15.37
2.25	15.52	15.49	15.52
2.50	15.64	15.57	15.67
2.75	15.72	15.64	15.75
3.00	15.84	15.73	15.81

表7 烟草薄片的吸湿性能方差齐性检验结果

Table 7 Test results of variance homogeneity of hygroscopicity of tobacco sheets

指标	列文统计	自由度1	自由度2	P值
含水率	0.001	2	36	0.999

表8 烟草薄片的吸湿性能多样本单因素方差分析结果

Table 8 Analysis of variance results of multivariate single sample for hygroscopicity of tobacco sheets

差异来源	偏差平方和	自由度	平均值平方	F值	P值
组间	0.028	2	0.014	0.005	0.995
组内	100.936	36	2.804		
总计	100.964	38			

烟草薄片外形尺寸比片烟大. 随着烟草薄片外形尺寸变小, 整丝率略有降低, 碎丝率略有升高, 中尺寸与小尺寸薄片差异不明显. 从上述分析发现, 由于中小尺寸烟草薄片的外形尺寸与片烟更加接近, 因此, 使用中小尺寸烟草薄片可能会对卷烟产品成品的烟丝结构和烟丝混合均匀性产生正面的作用.

表9 掺配不同外形尺寸烟草薄片的烟丝物理指标检测结果

Table 9 Test results of physical indexes of pipe tobacco with different sizes of tobacco sheets

样品名称	平衡后含水率/%	填充值/ $(\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1})$	整丝率/%	碎丝率/%
a 牌号薄板组烟叶	12.5	3.3	86.4	0.9
掺配大尺寸烟草薄片	12.2	3.3	94.4	0.5
掺配中尺寸烟草薄片	12.5	3.1	91.8	0.6
掺配小尺寸烟草薄片	12.8	3.4	91.5	0.7

2.4 不同外形尺寸烟草薄片在制丝线上的加工性能分析

根据上文大、中、小尺寸烟草薄片的性能变化趋势研究结果, 小尺寸烟草薄片的优势更明显, 故使用小尺寸烟草薄片替代正常尺寸烟草薄片. 按照正常的工艺加工技术标准生产, 对小尺寸烟草薄片和正常尺寸烟草薄片在烟支卷制过程中制丝线上的加工性能(烟丝结构、烟支物理指标)进行对比分析.

2.4.1 不同外形尺寸烟草薄片对烟丝结构的影响分析

烟丝结构检测结果见表10. 由表10可知, 与掺配正常尺寸的烟草薄片相比, 掺配小尺寸烟草薄片烘丝后的烟丝整丝率略高, 喂丝工序整丝率提高了1.4%. 这可能是由于再造烟叶外形尺寸变小, 薄片在烘丝过程中缠绕结团现象较少, 薄片丝与叶丝的混合均匀度较高. 与掺配正常尺寸烟草薄片相比, 掺配小尺寸烟草薄片的烟枪处碎丝率减小, 整丝率提高了0.5%, 这可能是由于薄片丝长度变短, 结团和缠绕现象减少, 在卷烟机供丝过程中造碎减小. 由此可知, 小尺寸烟草薄片对提高烟丝混合均匀度、烟丝结构均匀性, 降低烟丝消耗均具有一定的优势.

2.4.2 不同外形尺寸烟草薄片对烟支物理指标的影响分析

不同外形尺寸烟草薄片掺配后的烟支物理指标见表11. 由表11可知, 较掺配正常尺寸的烟草薄片, 掺配小尺寸烟草薄片的

样品烟支质量标准差略有降低,为 0.022 g/支,而吸阻标准差基本一致.这可能是因为烟草薄片外形尺寸变小,薄片丝与叶丝的外形尺寸更加接近,烟丝结构均匀性提升,减小了卷制过程中烟支物理指标的波动.

2.5 不同外形尺寸烟草薄片对感官品质的影响分析

卷烟样品感官品质的评价结果见表 12.由表 12 可知,卷烟样品的感官品质总体评价结果为掺配小尺寸烟草薄片优于掺配正常尺寸烟草薄片,两个样品风格基本一致.掺配小尺寸烟草薄片的样品烟气刺激性降低,香气质感提升.

表 10 烟丝结构检测结果

Table 10 Detection results of pipe tobacco structure %

样品名称	取样点	一层比例	二层比例	三层比例	四层比例	整丝率	碎丝率
掺配正常尺寸烟草薄片	烘丝后	54.5	26.6	18.6	0.3	81.1	0.3
	喂丝	44.1	33.1	21.8	1.0	77.2	1.0
	烟枪	32.0	38.3	27.5	1.6	70.3	1.6
掺配小尺寸烟草薄片	烘丝后	55.2	26.3	18.1	0.4	81.5	0.4
	喂丝	46.8	31.8	19.9	0.7	78.6	0.7
	烟枪	32.8	38.0	27.0	1.4	70.8	1.4

表 11 烟支的物理指标

Table 11 Physical indicator of cigarettes

样品名称	烟支质量		烟支吸阻	
	标准差/ (g·支 ⁻¹)	变异系数/ %	标准差/ Pa	变异系数/ %
掺配正常尺寸烟草薄片	0.024	2.600	0.04	3.65
掺配小尺寸烟草薄片	0.022	2.357	0.04	3.61

表 12 卷烟样品感官品质评价结果

Table 12 Sensory quality evaluation result of cigarette samples 分

样品名称	光泽	香气	谐调	杂气	刺激性	余味	总分
掺配正常尺寸烟草薄片	5	29.5	5	11	18.0	22	90.5
掺配小尺寸烟草薄片	5	30.0	5	11	18.5	22	91.5

3 结论

为确定适宜的造纸法再造烟叶外形尺寸,制作了小尺寸(50 mm×32 mm)、中尺寸(55 mm×40 mm)、大尺寸(65 mm×50 mm)3种外形尺寸的烟草薄片,分析其保润性能、吸湿性能和切丝性能,并对其在制丝线上的加工性能进行研究,然后将所得烟丝应用于卷烟产品进行感官品质对比分析,得到如下结论.

1)3种烟草薄片含水率变化趋势基本一致,其保润性能和吸湿性能无显著性差异.掺配小尺寸烟草薄片切丝后的整丝率略有降低,碎丝率略有升高,掺配中尺寸与小尺寸烟草薄片的差异不明显.

2)掺配中小尺寸烟草薄片在烘丝过程中缠绕结团较少,薄片丝与叶丝的混合均匀度高,在加工过程中造碎减少,烟支卷制过程中物理指标稳定性较好,能一定程度减少烟丝的消耗.

3)与掺配正常尺寸烟草薄片卷烟样品相比,掺配小尺寸烟草薄片卷烟样品的烟气刺激性降低,香气质感提升.

综上,再造烟叶外形尺寸影响烟草薄片在卷烟生产过程的加工性能.因此,在再造烟叶生产过程中,应严格按照技术标准组织生产并开展工艺优化,优先选择小尺寸再造烟叶进行掺配,减小外形尺寸标准差,提高外形尺寸一致性是再造烟叶生产过程中的关键.

参考文献:

- [1] 汪华文.造纸法薄片在卷烟中的应用效果分析[J].烟草科技,2000(8):15.
- [2] 王加深,刘晓晖,吉雄.国产造纸法再造烟叶在烤烟型卷烟产品改造中的应用[J].烟草科技,2004(3):9.
- [3] 王浩雅,殷艳飞,王保兴,等.影响造纸法再造烟片物理特性关键指标的筛选[J].纸和造纸,2014,33(2):43.

- [4] 席年生,邓国栋,宋伟民,等.再造烟叶物理特性及其对切丝与卷制效果的影响[J].烟草科技,2014(4):15.
- [5] 陈祖刚,蔡冰,王建新,等.国内外造纸法薄片工艺与品质比较[J].烟草科技,2002(2):4.
- [6] 张志刚,许淑红,熊安言.造纸法再造烟叶使用方式对其利用率和卷烟理化指标的影响[J].烟草科技,2012(4):13.
- [7] 将军烟草集团有限公司.提高烟草薄片线混合料配比精度的方法:200510045333.7[P].2006-05-24.
- [8] 国家烟草专卖局.卷烟工艺规范[M].北京:中国轻工业出版社,2016.
- [9] 李溢.薄片烟丝结团问题的分析与解决[J].科技创业家,2013(5):197.
- [10] 郝明显,杜云海,张世东,等.烟草薄片丝平均长度快速测定方法[J].中华纸业,2012(8):29.
- [11] 白晓莉,邹泉,牟定荣,等.制丝过程对再造烟叶物理及化学性质的影响[J].烟草科技,2009,33(8):14.
- [12] 蒋燕奇.造纸法薄片分组加工应用研究[C]//上海市烟草系统.上海市烟草系统2008年度优秀学术论文集.上海:[出版者不详],2009:113.
- [13] 车靖,钱启福,刘维涓,等.再造烟丝形态优选及在卷烟中的应用初探[J].化学工程与装备,2011(12):118.
- [14] 刘岷.烟草加工中固体物料混合的探讨[J].烟草科技,2002(7):6.
- [15] 车靖,华一崑,何邦华,等.不同尺寸再造烟叶在卷烟中的应用研究[J].宁夏农林科技,2012,53(5):22.
- [16] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品 感官评价方法:YC/T 138—1998[S].北京:中国标准出版社,1998.



引用格式:喻森,杨涛,徐兴阳,等. 环境湿度对卷烟抽吸品质的影响研究[J]. 轻工学报, 2020,35(5):33-40.

中图分类号:TS452 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.005

文章编号:2096-1553(2020)05-0033-08

环境湿度对卷烟抽吸品质的影响研究

Study on the influence of environmental humidity on smoking quality of cigarettes

喻森¹,杨涛²,徐兴阳³,周瑾²,沈彦文²,彭泽芬²,杨紫刚²
YU Sen¹, YANG Tao², XU Xingyang³, ZHOU Jin², SHEN Yanwen², PENG Zefen²,
YANG Zigang²

1. 四川三联新材料有限公司,四川 成都 610041;
 2. 云南巴菰生物科技有限公司,云南 昆明 650217;
 3. 云南省烟草公司昆明市公司,云南 昆明 650051
1. Sichuan Sanlian New Materials Co., Ltd., Chengdu 610041, China;
2. Yunnan Tobacco Biological Technology Co., Ltd., Kunming 650217, China;
3. Yunnan Province Tobacco Companies Kunming City Company, Kunming 650051, China

关键词:

环境湿度;固结性;
掉灰;感官评吸;
致香成分

Key words:

environmental humidity;
consolidation;
ash dropping;
sensory evaluation;
aroma component

摘要:将某品牌卷烟在不同环境湿度(40%、50%、60%、70%、80%)中平衡48 h后,采用卷烟燃烧烟灰完整性测试仪检测卷烟的包灰固结性、掉灰次数和燃烧性能,并对卷烟进行感官评吸及烟气致香成分种类和总量的分析.结果表明:随着环境湿度的增加,卷烟的包灰固结性变差,掉灰次数和频率上升,燃烧时间增加;感官评吸得分呈先升高后降低的趋势,当环境湿度为60%时,感官评吸结果最优;烟气致香成分种类和总量也呈先升高后降低的趋势,当环境湿度为60%时,致香成分种类和总量最多,与感官评吸结果一致.综上,最佳的环境湿度为60%,此时卷烟的外观品质和内在品质都有较大的改善.

收稿日期:2020-03-19

基金项目:中国烟草总公司云南省公司重点资助项目(2017YN12)

作者简介:喻森(1968—),男,重庆市人,四川三联新材料有限公司工程师,主要研究方向为卷烟新材料的开发与应用.

通信作者:杨紫刚(1985—),男,云南省大理市人,云南巴菰生物科技有限公司工程师,主要研究方向为卷烟新材料的开发与应用.

Abstract: After a certain brand of cigarettes was equilibrated in different environmental humidity (40%, 50%, 60%, 70%, 80%) for 48 hours, the cigarette ash measuring tester was used to test the ash consolidation, ash dropping times and combustion performance. The sensory evaluation of cigarettes and the types and total amount of aroma components in the smoke were analyzed. The results showed that: with the increase of environmental humidity, the ash consolidation of cigarettes became worse, the number and frequency of ash dropping increased, and the burning time increased. The sensory evaluation score first increased and then decreased. When the environmental humidity was 60%, the sensory evaluation results were the best; the types and total amount of aroma components in the smoke also increased first and then decreased. When the environmental humidity was 60%, the types and total amounts of aroma components were the most, which was consistent with the sensory evaluation results. In summary, the best environmental humidity was 60%, and the appearance and internal quality of cigarettes were greatly improved at this humidity.

0 引言

消费者对卷烟抽吸时的外观品质和内在品质都有较高的要求,其中,外观品质主要体现在烟柱的包灰固结性和掉灰次数方面,卷烟的包灰固结性越好,烟柱越美观,越能传递给消费者卷烟品质优良的信号,有助于提升卷烟的品牌形象;内在品质主要体现在卷烟的燃烧性能、感官评吸、烟气致香成分等方面,其在很大程度上影响着消费者的身心感受^[1-2]。

在不同的环境湿度中,同一品牌同一规格卷烟的含水率也会不同,主要表现在湿度对卷烟纸和烟丝含水率的影响。目前对卷烟外观品质(包灰固结性和掉灰)的研究主要集中在卷烟纸物理参数的控制和配方的调整等方面^[3-8]。另外,卷烟的含水率对其物理燃烧性能、感官评吸、烟气致香成分等内在品质都有重要的影响。张莹等^[9]研究发现,随着环境湿度的增加,卷烟的燃烧速度变慢。孙雯等^[10]研究发现,随着卷烟含水率的增加,卷烟的抽吸品质由差变好再变差,烟丝含水率为12%~14%的卷烟抽吸品质较好。黎洪利等^[11]研究表明,随着卷烟含水率的增加,烟气中具有卷烟增香、减少刺激性和干燥感作用的物质(柠檬烯、新植二烯、丙二醇、丙三醇等)增加,而具有刺激性作用的物质(甲醛、乙醛、苯酚等)减少。张宏宇^[12]研究表明,不同烟丝含水率会影

响卷烟的燃烧和热解反应,烟丝含水率过高会降低其燃烧速率,从而影响烟气成分的释放量和感官品质,同时,烟丝含水率的改变还会引起抽吸品质和烟气总粒相物的改变。

目前,环境因素对卷烟抽吸品质的影响主要是通过通过对不同含水率的烟丝进行感官抽吸评价和烟气化学成分分析来判定,较少涉及环境湿度对卷烟抽吸品质的影响。另外,在不同环境湿度下对卷烟燃烧性能、感官评吸和烟气成分进行综合评价也鲜有报道,因此,深入研究不同环境湿度下卷烟抽吸时的外观品质与内在品质的相关性对提高卷烟整体品质非常重要。鉴于此,本文拟通过研究某品牌卷烟在不同环境湿度处理下抽吸时外观品质和内在品质的变化规律,探寻适宜的环境湿度,以期为卷烟的生产、保存提供理论参考和技术支持。

1 材料与amp;方法

1.1 材料和试剂

卷烟样品:某品牌卷烟,购自某烟酒专卖店。

试剂:二氯甲烷(AR),天津瑞金特化学品有限公司产;无水 Na_2SO_4 (AR,使用前于400℃条件下干燥5h),天津科密欧化学试剂有限公司产;无水乙醇(色谱纯),迪马科技有限公司产。

1.2 仪器和设备

YM-CAD型卷烟燃烧烟灰完整性测试

仪,韩国 YM 国际科技有限公司产;KBF 型恒温恒湿箱,德国 Binder 公司产;202-0 型台式干燥箱,北京永光明医疗仪器厂产;F319-04 型剑桥滤片,英国沃特曼公司产;RM-20H 型吸烟机,德国 Borgwaldt KC 公司产;6890N/5973N 型 GC/MS 联用仪,美国 Agilent 公司产;PB602-S 型电子天平(感量 0.1 mg),瑞士 MettlerToledo 公司产;VGT-1730QT 型超声波发生仪,广东固特超声股份有限公司产;R-100 型旋转蒸发仪,瑞士 Buchi 公司产。

1.3 实验方法

1.3.1 样品的制备和含水率的测定

将卷烟先置于温度为 $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$,相对湿度分别为 40%、50%、60%、70%、80% 的恒温恒湿箱中平衡处理 48 h,即得实验所需样品。根据《烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定烘箱法》(YCT 31—1996)^[13]测定不同湿度处理下卷烟样品的含水率。

1.3.2 卷烟样品外观品质的检测

1.3.2.1 包灰固结性的检测 选择不同湿度处理下的卷烟样品各 15 支,分 3 组(每组 5 支)测试其包灰固结性,结果取平均值。固定卷烟测试长度为 40 mm,每分钟抽吸循环 1 次,静燃 58 s,抽吸时间 2 s,抽吸容量 35 mL。将 5 支卷烟按竖直方向放置,利用卷烟燃烧烟灰完整性测试仪点火装置自动点火,同时观察卷烟的整个燃烧过程。当卷烟完全燃烧后,摄像头会瞬时自动成像捕捉,而后利用计算机分析已捕捉的图像,并自动计算其包灰固结性指数。

1.3.2.2 掉灰次数的检测 选择不同湿度处理下的卷烟样品各 15 支,分 3 组(每组 5 支)测试其掉灰次数。固定卷烟测试长度为 40 mm,每分钟抽吸循环 1 次,静燃 58 s,抽吸时间 2 s,抽吸容量 35 mL。将 5 支卷烟按竖直方向放置,利用卷烟燃烧烟灰完整性测试仪点火装置自动点火,同时观察卷烟的整个燃烧过程。每隔 1 min

将卷烟呈水平状态逆时针和顺时针各旋转 180°,记录其掉灰次数。

1.3.3 卷烟样品内在品质的检测

1.3.3.1 燃烧性能的检测 选择不同湿度处理下的卷烟样品各 15 支,分 3 组(每组 5 支)测试其燃烧性能。固定卷烟测试长度为 40 mm,每分钟抽吸循环 1 次,静燃 58 s,抽吸时间 2 s,抽吸容量 35 mL。将 5 支卷烟按竖直方向放置,利用卷烟燃烧烟灰完整性测试仪点火装置自动点火后,使卷烟呈水平放置。在燃烧到第一个红外线感应处开始计时,并在燃烧到第二个红外线感应处结束计时,两个红外线的距离为 40 mm。

1.3.3.2 卷烟感官评吸方法 从四川三联新材料有限公司的卷烟评吸专家库中随机抽取 9 名专家,按照《卷烟 第 4 部分 感官技术要求》(GB 5606.4—2005)^[14]进行感官评吸,汇总 9 名专家评吸结果并进行对比。

1.3.3.3 烟气致香成分的检测 根据《卷烟用常规分析用吸烟机测定总粒相物和焦油》(GB/T 19609—2004)^[15]检测烟气致香成分。具体步骤如下。

1) 吸烟机抽吸卷烟

保持吸烟机室温度为 $(22 \pm 1)^\circ\text{C}$,相对湿度为 $(60 \pm 2)\%$,用吸烟机抽吸卷烟样品后,主流烟气总粒相物附着于吸烟机的剑桥滤片上。

2) 萃取主流烟气总粒相物

将剑桥滤片放入 1000 mL 圆底烧瓶中,然后加入 350 mL 超纯水和少量沸石,置于电热套中加热至沸腾;将二氯甲烷置于另一个 100 mL 圆底烧瓶中,在水浴锅上加热至 55 °C。超纯水端和二氯甲烷端的圆底烧瓶同时加热,待超纯水沸腾后开始计时,同时蒸馏萃取 2 h 后,用 10 mL 超纯水冲洗冷凝管,将所得冲洗液并入萃取溶液中。将萃取溶液移至锥形瓶中,向盛有二氯甲烷溶液的锥形瓶中加入 10 g 无水 Na_2SO_4 ,然后将其置于干燥器中进行冷却,备

用. 将锥形瓶置于 $-4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中冷藏过夜后, 采用旋转蒸发器将萃取溶液浓缩(温度为 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$) 至 1.0 mL , 并用一次性针头过滤器过滤后, 供仪器分析用.

3) GC-MS 分析

色谱柱: HP-5MS ($30\text{ m} \times 0.25\text{ mm} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$) 毛细管柱; 进样口温度: $260\text{ }^{\circ}\text{C}$; 载气: He, 1 mL/min ; 程序升温: 首先升温至 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保持 1 min , 然后以 $8\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ 的速率升至 $160\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保持 2 min , 再以相同速率升至 $260\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保持 15 min ; 分流比: $25:1$; 传输线温度: $280\text{ }^{\circ}\text{C}$; 电离方式: EI, 电离能量: 70 eV ; 离子源温度: $230\text{ }^{\circ}\text{C}$; 四级杆温度: $160\text{ }^{\circ}\text{C}$; 质量范围 $35 \sim 455\text{ aum}$. 采用 NIST14/Wiley275 谱库检索定性.

2 结果与分析

2.1 卷烟样品外观品质分析

2.1.1 包灰固结性

不同环境湿度中卷烟的固结性成像如图 1 所示. 在卷烟包灰固结性分析系统中, 包灰固结性指数(A)为图 1 中变碎面积占烟灰总面积的比例, 即

$$A = \frac{S_1}{S_2} \times 100\% \quad (1)$$

其中, S_1 为变碎面积; S_2 为烟灰总面积.

不同环境湿度中卷烟的烟丝含水率和包灰固结性指数如表 1 所示. 将表 1 的包灰固结性指数数据与图 1 相对比可知, 包灰固结性越小, 卷烟的包灰效果越好, 包灰固结性指数可以更直观准确地反映卷烟的包灰能力.

由表 1 可以看出, 随着环境湿度由 40% 增加到 80% , 烟丝含水率由 9.02% 上升到 16.73% , 说明环境湿度是影响卷烟烟丝含水率的一个重要因素. 当环境湿度为 40% 时, 卷烟的包灰固结性指数均值最小, 说明该卷烟样品此时的包灰固结性能最好; 当环境湿度由 60%



图 1 不同环境湿度中卷烟的包灰固结性成像图
Fig. 1 Ash consolidation imaging of cigarettes in different environmental humidity

表 1 不同环境湿度中卷烟的烟丝含水率和包灰固结性指数

Table 1 Cut tobacco moisture content and ash consolidation index of cigarettes in different environmental humidity

指数	环境湿度/%				
	40	50	60	70	80
烟丝含水率/%	9.02	10.45	12.38	14.94	16.73
包灰固结性指数均值/%	3.8	4.0	4.3	5.8	7.1
包灰固结性指数标准差	1.4	1.7	1.3	2.3	1.7

增加到 80% 时, 卷烟的包灰固结性指数均值也在增加, 说明环境湿度越高, 卷烟包灰固结性能越差. 总体上, 该卷烟样品在环境湿度为 $40\% \sim 60\%$ 时, 其包灰固结性能较好.

2.1.2 掉灰次数

不同环境湿度中卷烟的掉灰次数如表 2 所示. 由表 2 可知, 随着湿度的增加, 卷烟的掉灰次数和频率增加. 当环境湿度超过 60% 后, 掉灰现象最为明显, 说明环境湿度对卷烟的持灰能力有明显的影 响, 掉灰次数不应超过 1 次.

综上所述, 卷烟的包灰固结性随着环境湿度的增加而降低, 可能原因为卷烟纸含水率越高, 燃烧时水分散失越快, 越容易导致烟柱开裂, 变碎面积增大, 从而使卷烟的掉灰次数和频率增加.

表2 不同环境湿度中卷烟的掉灰次数

Table 2 Ash dropping times of cigarettes in different environmental humidity 次

烟支序号	环境湿度/%				
	40	50	60	70	80
1	1	1	1	2	3
2	1	1	1	2	1
3	1	1	1	1	3
4	1	1	1	2	2
5	1	1	2	2	2
6	1	1	1	1	2
7	1	1	1	2	2
8	1	1	1	1	2
9	0	1	1	2	1
10	1	0	1	3	3
11	0	1	1	1	1
12	1	2	1	1	1
13	1	1	1	2	1
14	1	2	1	3	2
15	1	1	1	1	3

2.2 卷烟样品内在品质分析

2.2.1 燃烧性能

不同环境湿度中卷烟的燃烧性能检测结果如表3所示。由表3可知,当环境湿度为40%时,卷烟的燃烧时间最短,为210.2 s;随着环境湿度的增加,燃烧速率减慢;当环境湿度为80%时,卷烟燃烧时间最长,为296.8 s,较40%时延长了86.6 s。

2.2.2 卷烟感官评吸结果

不同环境湿度中卷烟的感官评吸结果如表4所示。由表4可知,随着湿度的增加,刺激性的单项得分均有所上升,表明适当提高环境湿

表3 不同环境湿度中卷烟的燃烧性能

Table 3 Combustion performance of cigarettes in different environmental humidity

指标	环境湿度/%				
	40	50	60	70	80
燃烧时间均值/s	210.2	227.6	240.9	266.4	296.8
燃烧时间标准差	1.1	1.2	0.7	1.5	1.8

度可降低卷烟抽吸时的感官刺激,提升抽吸舒适性。但整体上,过高或过低的环境湿度都会对卷烟吸味造成不利影响:环境湿度过高,卷烟会出现渗油、抽吸困难、香气衰弱等现象;环境湿度过低,卷烟会出现烟气干燥、刺激性加强、杂气明显等现象。因此,环境湿度范围为50%~70%时,卷烟抽吸感受较好。

2.2.3 烟气致香成分

不同环境湿度中卷烟的致香成分相对含量如表5所示。由表5可知,不同环境湿度下,均鉴定出不少于70种的相同挥发性成分:当环境湿度为60%~70%时,致香成分最多,达到72种,当环境湿度为50%时,鉴定出71种致香成分;环境湿度分为40%和80%时,均鉴定出70种致香成分。烟气致香成分的总量呈现出先增加后减少的趋势,当环境湿度为60%时,致香成分总量最高;环境湿度为80%时,致香成分总量最低。这些致香成分中酚类物质的总含量随着湿度的增加有所下降。

3 结论

本文选用某品牌卷烟,测定其不同环境湿度(40%、50%、60%、70%、80%)中的包灰固结性、掉灰次数、燃烧性能,对其进行感官评吸以及烟气致香成分种类和相对含量的测定,进而分析环境湿度对卷烟抽吸品质的影响,结

表4 不同环境湿度中卷烟的感官评吸结果

Table 4 Sensory evaluation results of cigarettes in different environmental humidity 分

指标	环境湿度/%				
	40	50	60	70	80
光泽	5.00	5.00	5.00	5.00	4.50
香气	25.92	26.46	28.86	27.61	25.42
谐调	4.28	4.86	5.15	4.69	4.15
杂气	8.37	8.94	10.59	10.48	9.73
刺激性	15.78	15.94	16.46	16.90	17.53
余味	20.32	20.45	21.53	21.45	20.19
合计	79.67	81.65	87.59	86.13	81.52

表5 不同环境湿度中卷烟的致香成分相对含量

Table 5 Relative content of aroma components of cigarettes in different environmental humidity %

序号	保留 时间/min	化合物	环境湿度/%				
			40	50	60	70	80
1	4.56	右旋柠烯	0.11	0.15	0.16	0.12	0.13
2	4.83	2-甲基吡啶	0.21	0.28	0.23	0.24	0.17
3	5.12	2,6-二甲基吡啶	0.37	0.43	0.46	0.47	0.34
4	6.83	1,3,5-三甲基苯	0.17	0.16	0.13	0.15	0.17
5	7.16	1,3-二甲基环戊烯-1-酮	1.08	1.13	1.24	1.33	1.28
6	7.59	3,4-二甲基吡啶	0.85	0.77	0.86	0.69	0.76
7	8.13	2-环戊烯酮	1.05	1.27	1.12	1.28	1.26
8	8.86	2-甲基-2-环戊烯-1-酮	0.66	0.74	0.95	1.04	1.08
9	9.43	3-乙基吡啶	0.08	0.11	0.14	0.17	0.11
10	10.35	3,5-二甲基吡啶	0.43	0.57	0.63	0.58	0.64
11	11.45	乙酸	1.98	2.09	2.14	2.03	2.08
12	11.65	糠醛	1.34	1.49	1.45	1.67	1.56
13	11.89	3-乙基吡啶	0.14	0.21	0.21	0.19	0.23
14	12.46	2,3,4-三甲基-2-环戊烯-1-酮	1.21	1.31	1.43	1.05	1.34
15	12.89	十五烷	0.11	0.17	0.27	0.35	0.46
16	13.58	3-甲基-2-环戊烯-1-酮	0.65	0.71	0.69	0.86	0.77
17	13.84	丙酸	1.43	1.86	2.81	1.98	2.08
18	14.57	1-乙酰环己烯	0.38	0.31	0.59	0.45	0.44
19	15.89	5-甲基呋喃醛	0.17	0.21	0.29	0.29	0.26
20	16.38	4-环戊烯-1,3-二酮	0.32	0.42	0.5	0.38	0.43
21	16.42	丙二醇	2.21	2.13	2.45	2.67	2.03
22	17.29	3-乙基-2-环戊烯-1-酮	0.18	0.25	0.34	0.46	0.31
23	17.69	丙烯酸	2.33	2.44	2.85	2.35	2.13
24	18.04	糠醇	1.27	1.43	1.39	1.52	1.29
25	18.38	3-甲基-2-(5H)-呋喃酮	0.16	0.25	0.29	0.25	0.07
26	18.98	十七烷	0.11	0.13	0.19	0.13	0.05
27	19.46	5-甲基-2-呋喃甲醇	1.16	1.21	1.09	0.98	0.76
28	19.95	3-萜烯	0.14	0.31	0.34	0.22	0.28
29	20.49	乙烯基乙酸	1.07	1.12	1.29	1.04	1.03
30	21.38	巴豆酸	0.89	0.77	0.82	0.56	0.45
31	22.58	异巴豆酸	0.34	0.21	0.27	0.11	0.17
32	22.86	3,5-二甲基环戊烯醇酮	0.64	0.52	0.36	0.42	0.33
33	23.76	3-乙酰氧基吡啶	0.04	0.09	0.08	0.14	0.07
34	24.84	3-甲基-1,2-环戊二酮	1.21	1.31	1.23	1.45	1.17
35	25.39	2-羟基-3-甲基-2-环戊烯-1-酮	0.87	1.27	1.35	1.55	1.43
36	25.84	烟碱	34.21	33.05	33.45	32.34	30.76
37	26.10	3-乙基-2-羟基-2-环戊烯-1-酮	—	0.03	0.05	0.05	—
38	26.31	2,6-二甲基苯酚	0.37	0.32	0.29	0.23	0.17
39	27.43	2-甲氧基-4-甲基苯酚	0.31	0.27	0.23	0.17	0.08
40	27.94	麦芽醇	0.21	0.36	0.47	0.54	0.41
41	28.08	2-乙酰基吡咯	0.27	0.43	0.58	0.63	0.52
42	28.63	巨豆三烯酮	4.12	4.22	4.38	4.45	4.21
43	29.17	苯酚	0.87	0.82	0.74	0.65	0.61

表 5(续)

%

序号	保留 时间/min	化合物	环境湿度/%				
			40	50	60	70	80
44	29.43	4-羟基-2,5-二甲基-3(2H)呋喃酮	0.12	0.24	0.28	0.22	0.21
45	30.86	间乙基苯酚	0.56	0.51	0.48	0.39	0.31
46	31.28	对甲基苯酚	0.44	0.38	0.31	0.29	0.23
47	31.81	4-甲基-1-茛满酮	0.23	0.32	0.57	0.48	0.46
48	32.23	对乙基苯酚	0.42	0.59	0.55	0.49	0.42
49	33.41	2,4-二甲基苯酚	0.62	0.57	0.54	0.45	0.37
50	33.54	棕榈酸甲酯	1.06	1.11	1.04	1.05	1.01
51	34.89	2-甲基-3-羟基吡啶	0.43	0.65	0.53	0.43	0.37
52	34.96	对乙烯基苯酚	0.53	0.49	0.41	0.36	0.25
53	35.63	6-甲基-3-羟基吡啶	—	—	0.09	0.07	—
54	35.91	3-羟基吡啶	0.21	0.37	0.42	0.35	0.33
55	36.17	苯甲酸	2.11	2.31	2.42	2.17	2.15
56	36.67	吡啶	0.17	0.12	0.10	0.08	0.05
58	38.09	3-甲基吡啶	0.29	0.36	0.54	0.28	0.37
59	39.59	5-羟甲基糠醛	0.28	0.22	0.37	0.27	0.21
60	40.13	亚油酸甲酯	0.68	0.87	1.07	1.28	1.17
61	40.31	对甲硫基苯甲醛	0.93	0.96	1.03	1.12	1.05
62	40.59	苯乙酸	0.42	0.43	0.65	0.63	0.54
63	41.29	邻苯二酚	0.77	0.72	0.65	0.58	0.47
64	42.42	4-甲基邻苯二酚	0.88	0.78	0.74	0.65	0.55
65	42.45	新植二烯	9.37	10.02	10.34	10.22	9.85
66	43.62	1,2-环氧-1-乙烯基环十二烯	0.11	0.13	0.17	0.13	0.16
67	44.59	4-乙基-1,3-苯二酚	0.42	0.36	0.25	0.23	0.17
68	45.23	棕榈酸	1.31	1.23	1.06	1.67	1.64
70	47.58	对苯二酚	0.71	0.69	0.65	0.63	0.57
71	48.34	油酸	0.19	0.22	0.35	0.29	0.41
72	49.59	亚麻酸	2.47	2.53	2.81	2.75	2.63
总量			91.45	94.51	99.25	95.79	89.87

注:“—”表示未检出。

论如下。

1) 随着环境湿度的增加,卷烟包灰固结性指数增加,环境湿度为 40% ~ 60% 时卷烟包灰性能较好。环境湿度对卷烟的持灰能力有明显的影响,湿度超过 60% 后,掉灰现象最为明显。

2) 卷烟燃烧速率随着湿度的增加而下降。过高或过低的环境湿度都会对卷烟吸味造成不利影响,环境湿度为 50% ~ 70% 时抽吸感受较好,环境湿度 60% 时卷烟感官评吸效果最优;不同环境湿度中卷烟均鉴定出不少于 70 种相同的致香成分,环境湿度为 60% ~ 70% 时致香

成分种类最多,达到 72 种,烟气致香成分的总量随环境湿度的增加呈现先增加后减少的趋势,环境湿度为 60% 时致香成分总量最高。

综上所述,最佳的环境湿度为 60%,卷烟的外观品质(包灰固结性、掉灰次数)和内在品质(燃烧性能、感官评吸、烟气致香成分)都有较大的改善。但卷烟燃烧是一个复杂的化学变化过程,与叶组配方、香料配方、卷烟纸辅材等都有密切的关系,尚需进一步研究。

参考文献:

[1] 寇伟,马林,王建民,等. 卷烟的卷制水分变化

- 对卷制质量的影响[J]. 郑州轻工业学院学报(自然科学版), 2000, 15(4): 130.
- [2] 郭吉兆, 郑赛晶, 颜权平, 等. 卷烟纸助燃剂对主流烟气7种有害成分释放量的影响[J]. 烟草科技, 2012(7): 43.
- [3] 张亚平, 张晓宇, 周顺, 等. 卷烟纸组分对常规和细支卷烟烟气释放量及感官质量的影响[J]. 烟草科技, 2017, 50(11): 48.
- [4] 董艳娟, 田海英, 高明奇, 等. 卷烟纸参数对细支卷烟烟气常规成分释放量的影响[J]. 烟草科技, 2018, 51(6): 51.
- [5] 郑晗, 詹建波, 王浩, 等. 卷烟包灰性能的研究现状分析[J]. 新型工业化, 2018, 8(11): 92.
- [6] 周全, 银董红, 文建辉, 等. 卷烟纸参数对细支卷烟主流烟气常规化学成分和香味成分释放量的影响[J]. 烟草科技, 2018, 51(8): 61.
- [7] 于龙国. 卷烟纸相关因素对卷烟包灰性影响分析[J]. 中华纸业, 2015, 36(6): 37.
- [8] 乔月梅, 赵秋蓉, 李力群, 等. 卷烟纸参数对卷烟燃烧锥掉落率的影响分析研究[J]. 农产品加工, 2017(12): 44.
- [9] 张莹, 詹建波, 缪明明, 等. 卷烟纸对卷烟凝灰性能的影响分析[J]. 中国造纸, 2017, 36(7): 44.
- [10] 孙雯, 李雪梅, 曾晓鹰, 等. 烟丝含水率对卷烟燃吸品质、烟气水分及粒相物挥发性成分的影响[J]. 烟草科技, 2009(11): 33.
- [11] 黎洪利, 文鹏, 戴迎雪, 等. 烟支含水率对卷烟烟气成分的影响[J]. 中国烟草学报, 2009, 15(2): 10.
- [12] 张宏宇. 含水率对烟草燃烧性与烟气化学成分的影响[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2007.
- [13] 国家烟草专卖局. 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法: YC/T 31—1996[S]. 北京: 中国标准出版社, 1996.
- [14] 国家烟草专卖局. 卷烟 第4部分 感官技术要求: GB 5606.4—2005[S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [15] 国家烟草专卖局. 卷烟 用常规分析用吸烟机测定总粒相物和焦油: GB/T 19609—2004[S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.



引用格式:汪冬冬,侯加文,李帆,等.基于阴影检测的传送带烟丝堵料视觉检测系统设计[J].轻工学报,2020,35(5):41-47.

中图分类号:TS43;TP274 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.006

文章编号:2096-1553(2020)05-0041-07

基于阴影检测的 传送带烟丝堵料视觉检测系统设计

Design of visual detection system of tobacco blockage in conveyor belt based on shadow detection technology

汪冬冬¹,侯加文¹,李帆¹,李小福²

WANG Dongdong¹,HOU Jiawen¹,LI Fan¹,LI Xiaofu²

1. 河南中烟工业有限责任公司 驻马店卷烟厂,河南 驻马店 463000;

2. 河南中烟工业有限责任公司 技术中心,河南 郑州 450000

1. Zhumadian Cigarette Factory, China Tobacco He'nan Industrial Co., Ltd., Zhumadian 463000, China;

2. Technology Center, China Tobacco He'nan Industrial Co., Ltd., Zhengzhou 450000, China

关键词:

烟丝堵料;阴影检测;
机器视觉技术;H通道
图像

Key words:

tobacco blockage;
shadow detection;
machine vision
technology; H-channel
image

摘要:为了有效解决卷烟生产过程中烟丝在传送带上发生堵料的问题,实现烟丝物料皮带传送的在线检测,开发了基于阴影检测的传送带烟丝堵料视觉检测系统.该系统使用 CCD 工业相机采集传送带上烟丝的图像信息,通过两次 HSV 颜色空间变换对 H 通道图像进行二值化处理,通过形态学操作和阴影面积进行滤波去噪,最后对去噪后的阴影图像面积进行归一化处理,结合经验阈值判断是否发生堵料.实践应用结果表明,该系统简单可靠,能够在线完成堵料检测,误检率小于 10%,漏检率小于 3%,大大减少了烟丝传送状态异常的停机时间,提高了卷烟企业的智能化水平和生产效率.

收稿日期:2020-04-27

基金项目:河南中烟公司科技资助项目(ZW201737)

作者简介:汪冬冬(1983—),男,河南省驻马店市人,河南中烟工业有限责任公司工程师,主要研究方向为电气控制技术、图像识别与处理.

通信作者:侯加文(1972—),男,河南省驻马店市人,河南中烟工业有限责任公司工程师,主要研究方向为电气自动化控制.

Abstract: In order to effectively solve the problem of tobacco blocking on the conveyor belt in the process of cigarette production, realize the online detection of cut tobacco material belt transportation, a vision detection system of tobacco blockage in conveyor belt based on shadow detection was developed. Firstly, the CCD industrial camera of the system collected the image of tobacco leaf on the conveyor belt. Then binarized the H-channel image through two HSV color space transformations, and carried out morphological operation and shadow area filtering to remove noise. Finally, the area of the area of the shadow image without noise was normalized and the blocking was judged according to the experience threshold. The results showed that the system was simple and reliable, could complete blockage detection online, the false detection rate was less than 10%, and the missed detection rate was less than 3%. The method greatly reduced the downtime of abnormal tobacco conveying state and improved the automation level and the generation efficiency of tobacco factory.

0 引言

制烟过程中的皮带输送机主要用于输送各种叶片、叶丝、烟梗、梗丝、混合烟丝、再造烟丝等烟草物料,是衔接各工序间的主要设备之一。在换牌后,烟草物料的配方、含水率等都会发生改变,如果皮带输送机在工作过程中物料流量瞬间增大,而传送带速度不变,可能会导致堵料现象的发生。一旦发生堵料现象,会导致物料泄漏,进而影响生产环境,严重时还需要停机维护^[1],因此,如何实时检测堵料是烟草行业制烟过程中亟待解决的问题。文献[2]提出在出料口加装活动挡板,根据活动挡板的状态判断是否发生堵料,但是这种做法相当于人为减小输料通道,反而更容易发生堵料。文献[3]开发了一种防烟丝堵料输送机,在下料斗顶端安装反射式光电开关,以检测是否发生堵料,但由于在下料过程中,光电开关一直处于被遮挡状态,且容易被灰尘干扰,导致误报警频发。文献[4]提出在下料口安装搅拌棒,但不管是否发生堵料,搅拌棒都一直处于工作状态,烟丝造碎较大。

随着计算机技术的发展,机器视觉技术不断成熟并广泛应用于电力、交通、烟草等行业^[5-9],但鲜见用于堵料检测的相关报道。阴影检测主要应用于目标跟踪和遥感图像识别,由于存在一定的干扰,因此研究主要集中在如何消除阴影。例如,卢璇^[10]提出了一种改进的基

于背景差分的目标检测算法,对彩色图像分通道进行像素级和帧级两个阶段的处理,并在背景更新过程中区别处理目标区域和背景区域,实现了阴影的检测与去除,以及粘连人体的分割。裘国永等^[11]提出一种基于自适应亮度高程模型的路面阴影消除算法,不仅能够对路面阴影影像进行自动消除,而且阴影消除后的路面影像亮度的过渡更加自然。可见,目前阴影检测的主要目的是为了消除阴影,而利用阴影进行目标检测尚未见报道。

由于传送带两行耙齿上的烟丝较多,两行耙齿之间会形成凹陷,而卷烟企业车间照明充足,在光源照射下,耙齿上的烟丝会形成一定的阴影。而当耙齿上的烟丝过多时,传送带会出现堵料,从而形成较大的阴影面积。基于此,本文拟提出基于阴影检测^[12-14]的传送带烟丝堵料视觉检测系统,通过检测烟丝在传送带上形成的阴影面积,结合经验阈值判断是否堵料,以期实现传送带烟丝堵料的自动检测、预警和报警,提高生产过程的自动化水平。

1 堵料视觉检测系统设计

1.1 结构设计

在不改变卷烟企业现有生产线并充分利用现有光源的条件下,设计的堵料视觉检测系统结构如图1所示。该系统包括 CCD 工业相机、视觉光源、数据处理分析中心、数据传输网络

等. 系统将 CCD 工业相机安装在车间现场顶部传送带的前上方, 并与传送带保持较小的夹角. 该设计一方面可以避免烟丝传送系统所带来的震动影响, 另一方面便于获取烟丝轮廓图像. 采用现有光源照明, 亮度可以通过光圈、相机的曝光时间和增益进行调整, 图像的清晰度利用镜头加以调整. 通过以太网将相机所采图像传送至控制室的数据处理分析中心, 由软件统一控制各个采集单元的采集频率和相关参数.

1.2 流程设计

烟丝堵料视觉检测系统流程如图 2 所示. 首先, 获取传送带和烟丝的图像, 利用随机抽样一致算法提取传送带边缘, 确定传送带区域; 然后通过色彩空间变换对传送带区域进行阴影检测; 其次, 由于检测到的阴影含有噪声, 需通过形态学操作和阴影面积进行滤波去噪; 再次, 由于图像在坐标系下“远小近大”, 对阴影面积计算影响较大, 需对所有阴影进行归一化处理; 最后, 根据归一化后的阴影面积和经验阈值, 分别给出橙色预警和红色预警(橙色预警表示即将

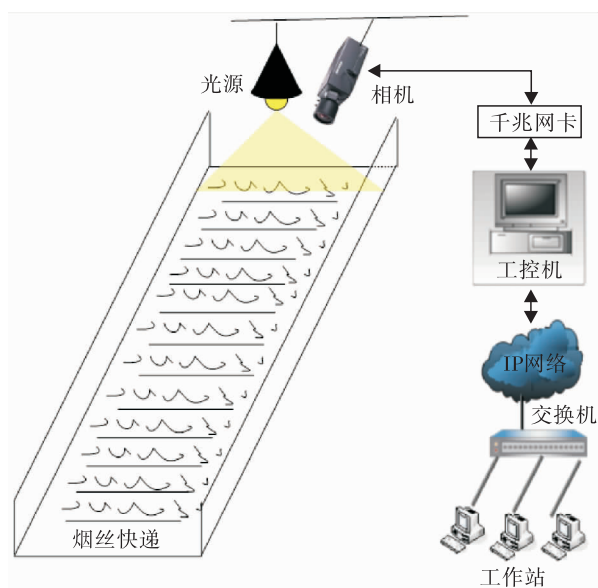


图 1 堵料视觉检测系统结构示意图

Fig.1 Structure diagram of visual inspection for tobacco blockage

发生堵料, 需要降低传送带的速度; 红色预警表示已发生堵料, 要求迅速给出相应的指令)。

2 堵料检测算法设计与可行性验证

在堵料视觉检测系统中, 堵料阴影图像的处理需要使用检测算法, 本文设计的新堵料检测算法包括颜色空间的选取、通道的确定和阴影面积处理方法的确定, 并对其进行可行性验证.

2.1 颜色空间的选取

图像的颜色在不同色彩空间中的表现不同, 颜色空间包括 RGB、HSV、CMYK、C1C2C3、YCbCr、Lab 等^[15]. 其中, 最常用的是 RGB 颜色空间. 在 RGB 颜色空间中, 任意色光都可以用不同分量的 R、G、B 三色相加混合而成. 不同于 RGB 颜色空间, HSV 颜色空间最早由 A. R. Smith^[16] 在 1978 年提出, 基于人的主观视觉, H 代表色度 (Hue), S 代表饱和度 (Saturation), V 代

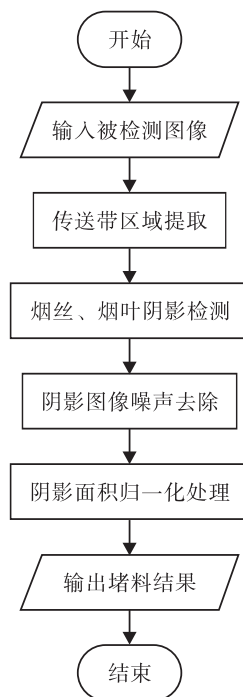


图 2 烟丝堵料视觉检测系统流程图

Fig.2 Flow chart of visual inspection for tobacco blockage

表亮度(Value). 文献[17]对阴影图像在色彩空间中的特性进行了分析,指出阴影在色度和饱和度通道中都与非阴影区域有明显的区别,因此本文选择在HSV颜色空间进行处理. HSV颜色空间可由RGB颜色空间转换得到, $R, G, B \in [0, 1]$, 其中包含H、S、V 3个通道,各通道值计算公式^[18]分别为

$$V = \max(R, G, B) \tag{1}$$

$$S = \begin{cases} \frac{V - \min(R, G, B)}{V} & V \neq 0 \\ 0 & \text{其他} \end{cases} \tag{2}$$

$$H = \begin{cases} \theta & G \geq B \\ 2\pi - \theta & \text{其他} \end{cases} \tag{3}$$

其中

$$\theta = \arccos \frac{(R - G) + (R - B)}{2 \sqrt{(R - G)^2 + (R - B)(G - B)}} \tag{4}$$

2.2 通道的确定

卢璇^[10]分析了图像中某一像素被阴影覆盖前后 HSV 颜色空间各分量的变化(如图3所

示),可以根据阴影的特征分割出阴影. 然而,本设计并不存在某一点上阴影的有无问题:在光源照明下,烟丝凸起的地方无阴影,而凹陷的地方则有阴影. 为此,本文通过分析烟丝阴影特征,并利用其特征进行阴影检测,最后根据阴影面积判定是否发生堵料.

由式②可知, S 取值范围为 $[0, 1]$, 当 R, G, B 三值相等时为 0, 当其中任一值为 0 时取 1. 记 $R - G = \alpha, R - B = \beta$, 式④的函数图像如图4所示. 由图4可以看出,当 α, β 值接近时,函数值 θ 会迅速趋近于正负极值. 根据这一性质对 HSV 图像再做一次变换,所得两次 HSV 变换后的各通道图像和某列的轮廓曲线如图5所示,其中 BL_1, BL_2 和 BL_3 分别为大阴影区域、小阴影区域和耙齿无阴影区域. 由图5可以看出, BL_1 处可以比较明显地区分阴影三通道,但 H 通道的区分度更好; BL_2 处阴影的 S 通道完全无法分割,而 V 通道的区分度也比较差,只有 H 通

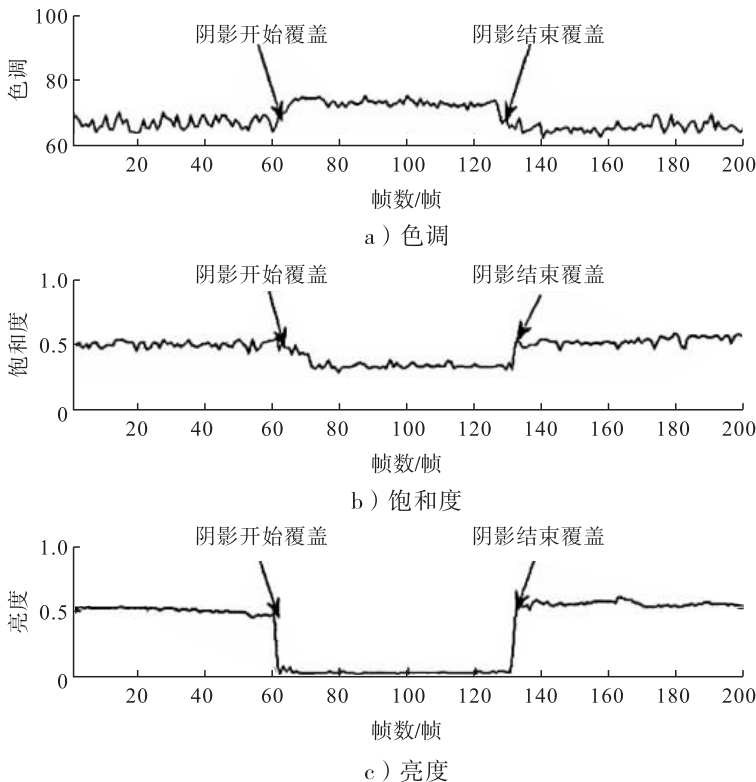


图3 图像中某一像素被阴影覆盖前后 HSV 颜色空间各分量的变化

Fig. 3 Changes of components in HSV space before and after a pixel was shaded in the image

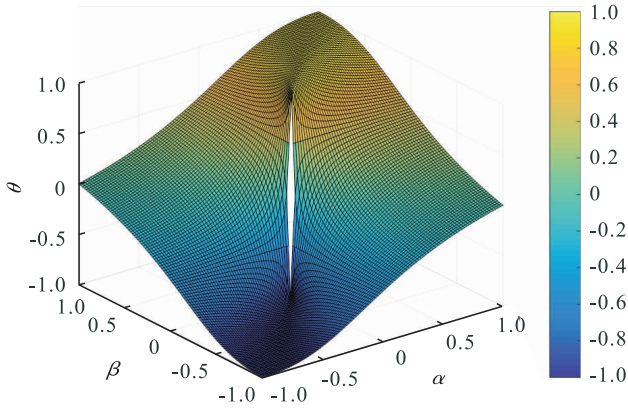


图4 式④的函数图像

Fig. 4 Function image of formula ④

道的区分度较好; BL_3 处的非阴影部分本不需要分割,但是 V 通道却误认为阴影. 综上所述, H 通道对阴影有很好的区分度,而 S 通道的区分度很差, V 通道则很容易受物体颜色的影响.

2.3 阴影面积处理方法

根据以上分析结果,先将采集到的传送带烟丝图像利用式①②③进行两次 HSV 变换,以得到 HSV 图像. 由于 H 通道区分度较好,选取固定阈值,即 H 图像的最大值,按下式

$$B(x,y) = \begin{cases} 1 & H(x,y) > \max(\max(H)) \\ 0 & \text{其他} \end{cases}$$

进行二值化处理,进而得到 H 通道图像的二值化图像(如图 6a)所示. 从二值化图像可以看出,该图像中存在一些较小的噪声,可通过形态学操作和阴影面积对其进行滤波去噪,将小于

一定值的阴影去除后,即可得到去噪后的阴影图像(如图 6b)所示). 根据“远小近大”的原理对阴影面积进行归一化处理,将其与经验阈值进行比较,判断是否发生了堵料现象.

2.4 算法可行性验证

大津法(OTSU)^[19]是一种经典的阈值分割算法,又称最大类间方差法,按照由大津法求得的阈值进行图像二值化分割后,前景与背景图像的类间方差最大. 将本文算法与大津法在不同光照强度下进行 3 组对比实验,其中第 1 组光照强度最强,第 3 组光照强度最弱,结果如图 7 所示. 图 7 中的数字表示阴影最大面积的像素个数,其代表了阴影的面积. 由图 7 可以看出,虽然采用大津法的部分识别结果与本文算法结果相近,但是大津法易受光照强度影响,而本文算法的结果更加稳定.

3 堵料视觉检测系统的实践应用

将本文设计的传送带烟丝堵料视觉检测系统应用在驻马店卷烟厂的生产实践中,用以检测其可行性. 系统硬件采用大恒图像的 200 万像素 CCD 工业相机水星系列,将采集的图像通过以太网传送至控制室的数据处理中心,在 VS2010 平台下,对所采集的图像进行两次 HSV 变换、二值化、滤波等处理,最终根据过滤的阴影面积和经验阈值综合判断,给出堵料的预判

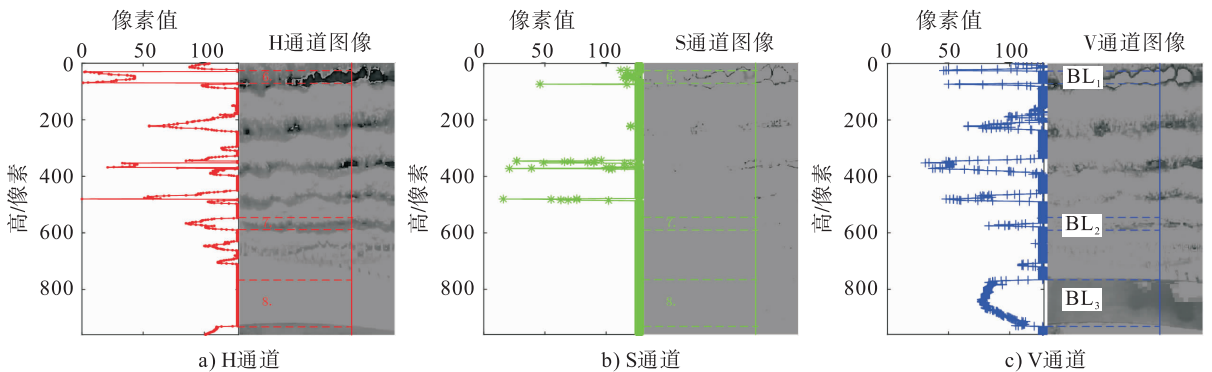
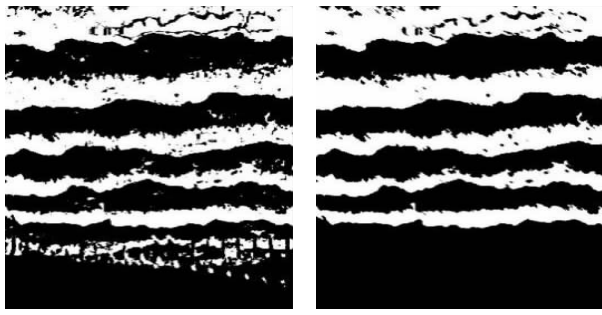


图5 两次 HSV 变换后的各通道图像和某列的轮廓曲线

Fig. 5 The contour of each channel image and column after two HSV transformations



a) 二值化图像 b) 去噪后阴影图像

图6 二值化图像及滤波后阴影图像

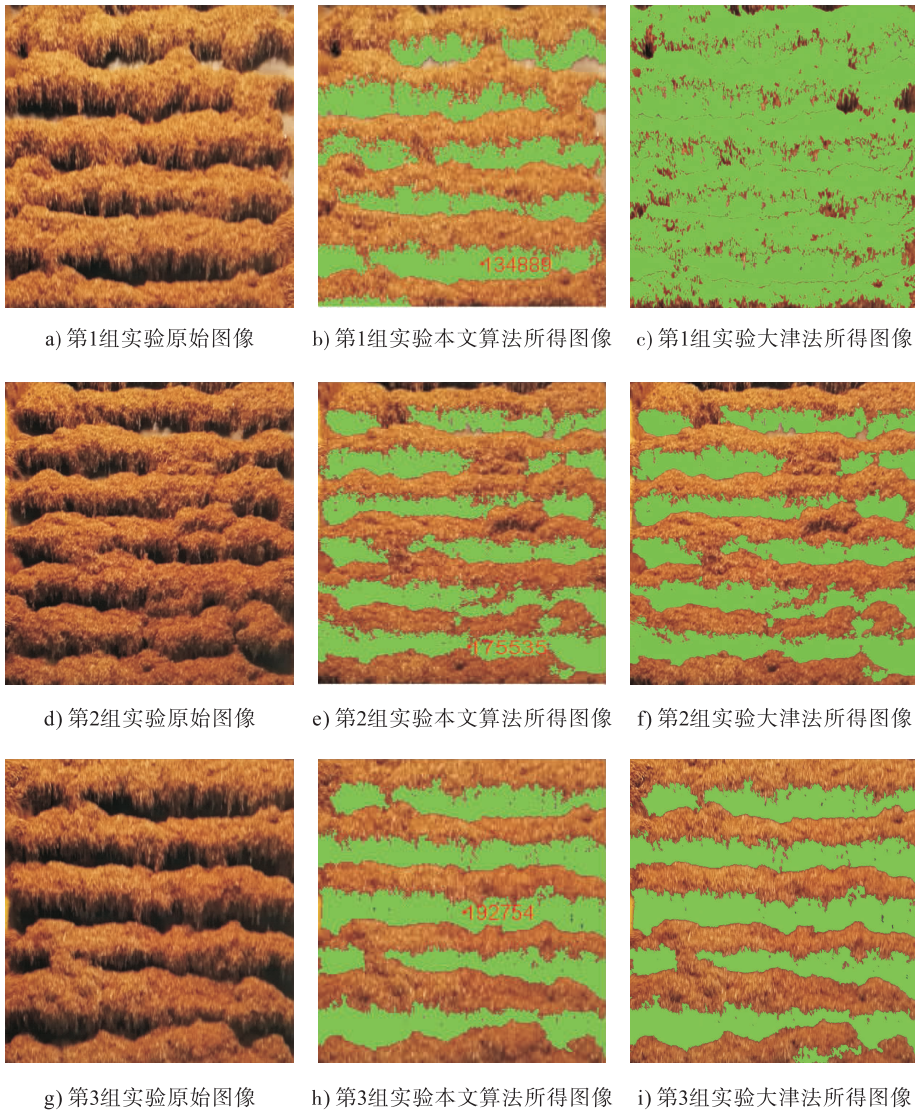
Fig.6 Binary image and denoising shadow image

该检测系统在驻马店卷烟厂运行半年,误检率小于10%,漏检率小于3%,大大减少了由于堵料引起的设备停机时间,提高了生产效率.

4 结语

本文针对卷烟企业中传送带堵料问题,在不改变现有生产线和光源条件的情况下,设计了基于阴影检测的在线视觉堵料检测系统.该系统根据阴影在HSV颜色空间的特征,提出了一种基于HSV颜色空间的阴影检测方法,以实现传送带上烟丝的阴影检测.根据两次HSV变换后的三通道图像特征,对H通道进行二值化

量化值,实验结果如图8所示.由图8可以看出,该系统可以准确地检测出阴影的面积大小.



a) 第1组实验原始图像 b) 第1组实验本文算法所得图像 c) 第1组实验大津法所得图像
d) 第2组实验原始图像 e) 第2组实验本文算法所得图像 f) 第2组实验大津法所得图像
g) 第3组实验原始图像 h) 第3组实验本文算法所得图像 i) 第3组实验大津法所得图像

图7 本文算法与大津法对比结果

Fig.7 The comparison results between the algorithm in this paper and OTSU

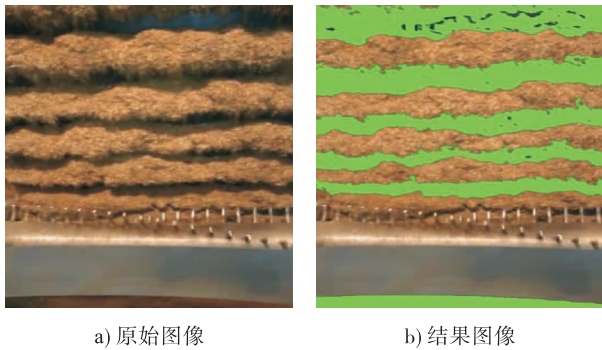


图8 原始和结果图像

Fig. 8 Original image and result image

处理,然后通过形态学操作和阴影面积进行滤波去噪,去除二值化图像中面积较小的噪声,最后对面积进行归一化处理,根据经验阈值判断是否堵料,并将判断结果推送给远程监测人员.监测人员根据结果以及实时传送的图像进行二次确认,提高紧急情况下操作处理的可靠性.实践应用结果表明,本文设计的检测系统的堵料检测算法受环境变化的影响较小,能够满足在线堵料检测的需求,可解决人工检测的漏检问题,有效提高卷烟企业的智能化水平和生产效率.

参考文献:

- [1] 山东中烟工业有限责任公司青州卷烟厂. 带式输送机运行状态检控装置:201220499203.6 [P]. 2013-02-20.
- [2] 曾令金,胡永豪. 烟丝出柜堵料检测装置的设计应用[J]. 广东科技,2014(20):175.
- [3] 湖北中烟工业有限责任公司. 一种烟丝防堵料输送机:201520509921.0 [P]. 2015-11-11.
- [4] 刘丽娜. 一种烟丝下料防堵料装置:201620162318.4 [P]. 2016-07-06.
- [5] 汤勃,孔建益,伍世虔. 机器视觉表面缺陷检测综述[J]. 中国图象图形学报,2017,22(12):164.
- [6] 鞠乾翔,应忍冬,蒋乐天. 基于机器视觉的快速车道线识别[J]. 计算机应用研究,2013,30(5):1544.
- [7] 刘斌,朱文魁,周雅宁,等. 基于机器视觉和MSD微结构描述算法的霉变烟在线检测研究[J]. 中国烟草学报,2015,21(2):29.
- [8] SANIN A, SANDERSON C, LOVELL B C. Shadow detection: A survey and comparative evaluation of recent methods [J]. Pattern Recognition, 2012,45(4):1684.
- [9] 田建东,王占鹏,唐延东. 静态阴影检测的研究进展[J]. 信息与控制,2015,44(2):215.
- [10] 卢璇. 室内运动人体检测与跟踪算法的研究与实现[D]. 成都:电子科技大学,2010.
- [11] 裘国永,李丽,李良福,等. 基于自适应亮度高程模型的路面阴影消除算法研究[J]. 轻工学报,2018,33(1):79.
- [12] SANIN A, SANDERSON C, LOVELL B C. Shadow detection: A survey and comparative evaluation of recent methods [J]. Pattern Recognition, 2012,45(4):1684.
- [13] 张丽,李志能,宣旭峰,等. 基于HSV彩色空间与直方图信息的植物叶脉FFCM算法提取[J]. 计算机应用研究,2018,35(9):307.
- [14] 林雨准,张保明,郭海涛,等. HSV变换和多尺度分割相结合的高分辨率遥感影像阴影检测[J]. 测绘科学技术学报,2017(5):486.
- [15] 章惠. 色彩空间转换的理论和实证研究综述[J]. 包装工程,2011,32(13):102.
- [16] SMITH A R. Color gamut transform pairs [J]. Computer Graphics, 1978,12(3):12.
- [17] LIU J, FANG T, LI D. Shadow detection in remotely sensed images based on self-adaptive feature selection [J]. IEEE Transactions on Geoscience & Remote Sensing, 2011,49(12):5092.
- [18] 鞠何其. 基于色彩空间变换的遥感影像阴影检测与去除技术[D]. 上海:上海交通大学,2009.
- [19] OTSU N. A threshold selection method from gray-level histograms [J]. IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics, 1979,9(1):62.



引用格式:高红霞,王蒙.原位反应剂质量分数对复合强化法制备混杂颗粒增强铝基复合材料的影响[J].轻工学报,2020,35(5):48-54.

中图分类号:TB333 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.007

文章编号:2096-1553(2020)05-0048-07

原位反应剂质量分数对复合强化法制备混杂颗粒增强铝基复合材料的影响

Effect of in-situ reactant mass fraction on hybrid particle reinforced aluminum matrix composites prepared by composite strengthening method

高红霞,王蒙

GAO Hongxia, WANG Meng

郑州轻工业大学 机电工程学院,河南 郑州 450002

College of Mechanical and Electrical Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China

关键词:

原位反应剂;
复合强化法;
混杂颗粒增强铝基复合材料;耐磨性

Key words:

in-situ reactant;
composite strengthening method; hybrid particle reinforced aluminum matrix composites;
wear resistance

摘要:采用纳米颗粒强化、热压强化等多种方式相结合的复合强化法,以 Al-Si 系合金为基体、纳米级 CuO 颗粒为原位反应剂,外加微米 SiC 颗粒制备多尺度混杂颗粒增强铝基复合材料,并对其组织形貌进行表征,研究 CuO 质量分数对其硬度和耐磨性的影响.结果表明:所得复合材料的组织为共晶组织($\alpha + Si$) + SiC 颗粒 + AlCu₃ 颗粒,且随着 CuO 质量分数的增加,共晶组织的 α 晶粒和点状 Si 变得更加细小.当 CuO 质量分数为 3.0%,即试样配方为 3.0% CuO + 15.0% SiC + 82.0% Al-Si 时,复合材料的硬度最大,为 88.8 HB,比基体硬度 (51.8 HB) 提高了 71.4%;同时,复合材料的磨损量最低,为 0.003 0 g,且耐磨性最好,相对耐磨性为 2.93%,是基体耐磨性的 2.93 倍.

收稿日期:2019-09-08

基金项目:河南省科技攻关项目(162102210064)

作者简介:高红霞(1965—),女,河南省洛阳市人,郑州轻工业大学教授,主要研究方向为金属基复合材料.

Abstract: The reinforced aluminum matrix composites was prepared by using the composite strengthening method combining various methods such as nanoparticle strengthening and hot pressing strengthening, with Al-Si alloy as the matrix, nano-scale CuO particles as the in-situ reactant, and micron SiC particles plus multi-scale hybrid particles, the structure and morphology of the composites were characterized, and the effect of the in-situ reactant CuO mass fraction on its hardness and wear resistance was studied. The results showed that the structure of the obtained composites was eutectic structure ($\alpha + \text{Si}$) + SiC particles + AlCu_3 particles, and with the increase of the mass fraction of CuO, the α grains and point Si of the eutectic structure became finer. When the CuO mass fraction was 3.0%, that was, the sample formula was 3.0% CuO + 15.0% SiC + 82.0% Al-Si, the composites had the largest hardness of 88.8 HB, which was 71.4% higher than the matrix hardness (51.8 HB). At the same time, the composites had the lowest wear amount of 0.003 0 g, and the best wear resistance, the relative wear resistance was 2.93%, which was 2.93 times that of the matrix.

0 引言

随着航空航天事业和汽车轻量化的不断发展,密度较小且比强度和比刚度均较高的铝合金逐渐受到人们的青睐.但铝合金存在硬度偏低、耐磨性较差的缺点,难以满足某些产品对材料硬度及耐磨性的需求^[1-3].针对这些问题,有学者在铝基体中引入增强颗粒(SiC^[4], Al_2O_3 ^[5], TiB_2 ^[6]等)制得颗粒增强复合材料.这类复合材料能够在保持铝基体原有性能的同时,又具备增强颗粒高硬度、高弹性模量的性能.目前,常用的增强颗粒多为单一尺度颗粒或者单一种类颗粒,其中,单一尺度颗粒,如微米尺度颗粒可以提高复合材料的强度和硬度,但同时会降低其韧性和塑性;纳米尺度颗粒不仅有细晶强化复合材料的作用,还可提高其硬度和塑性,但当颗粒含量较高时容易发生团聚.这一问题限制了单一尺度颗粒增强铝基复合材料的发展^[7].而在基体中同时加入微米颗粒和纳米颗粒制备多尺度混杂颗粒增强铝基复合材料,可以发挥不同尺度的颗粒性能,进一步获得具有优异综合性能的复合材料,这已成为金属基复合材料的研究热点之一^[8].

颗粒增强铝基复合材料的制备方法目前已经有很多种,例如粉末冶金法^[9]、搅拌铸造法^[10]、挤压铸造法^[11]等,但是这些制备方法均

存在反应温度较高、生产周期较长、所制复合材料基体组织较粗大、增强颗粒与铝基体结合效果较差等缺点,影响复合材料的硬度、耐磨性等性能,无法满足工程实际要求^[12].鉴于此,本文拟提出一种新的制备方法,即纳米颗粒强化、热压强化等多种方式相结合的复合强化法,该方法在 Al-Si 系合金基体中引入微米 SiC 颗粒,通过 Al-Si 基体与 CuO 发生原位反应,制备多尺度混杂的颗粒增强铝基复合材料,通过研究不同质量分数原位反应剂 CuO 对该复合材料组织和性能的影响,为混杂颗粒增强铝基复合材料的制备工艺优化提供理论参考.

1 材料与方法

1.1 主要材料与设备

实验的基体材料:选用平均粒径为 40 μm 的 Al-Si 系合金粉末,成分组成为 Si 17.750% (若无特指,本文百分数均指质量分数), Fe 1.160%, Mg 0.312%, Cu 0.005%, 其他杂质小于 0.020%, 其余为 Al. 外加增强颗粒为平均粒径 75 μm 的 SiC 颗粒,原位反应剂为平均粒径 60 nm 的 CuO 粉末,按表 1 所示比例进行配粉.

主要仪器设备:XQM-2L 型行星式真空球磨机,长沙永乐康仪器设备有限公司产;RYJ-2000 型真空热压烧结机,郑州磨料磨具磨削研究所有限公司产;MMW1-A 型立式万能磨损

表1 试样的组成成分

Table 1 The chemical composition of samples

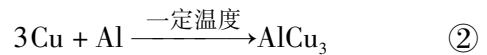
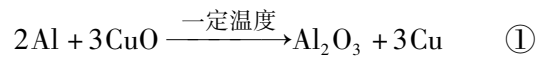
试样代号	化学成分组成/%		
	CuO	SiC	Al-Si 基体
M	0.0	0.0	100.0
A1	0.0	15.0	85.0
A2	1.5	15.0	83.5
A3	3.0	15.0	82.0
A4	4.5	15.0	80.5

试验机, 济南益华摩擦学测试技术有限公司产; BM-4XC 型金相显微镜, 上海彼爱姆光学仪器制造有限公司产; Phenom XL 型扫描电子显微镜, 复纳科学仪器(上海)有限公司产; HB-3000B 型数显立式硬度计, 山东莱州华银试验仪器有限公司产。

1.2 复合材料和试样的制备

采用粉末冶金球磨法、外加颗粒强化、热压强化等复合强化方法, 制备含有不同质量分数 CuO 的混杂颗粒增强铝基复合材料, 具体工艺如下: 将一定量的 SiC 颗粒进行预处理, 即加热到 700 °C 保温 1 h; 按照表 1 比例进行配粉; 使用行星式真空球磨机进行两次真空球磨混料, 球磨介质为陶瓷球, 球料质量比 15 : 1。其具体步骤为: 首先, 将一定量的 Al-Si 粉末和 CuO 粉末同时加入球磨机中, 进行第 1 次真空球磨混料, 球磨转速 300 r/min, 球磨时间 4 h; 然后, 将一定量的 SiC 颗粒加入球磨机中进行第 2 次真空球磨混料, 球磨转速 220 r/min, 球磨时间 1 h; 最后, 将球磨好的混合原料转移到石墨模具中, 置于真空热压烧结机中, 加热到原位反应

温度 640 °C 后, 保温 3 min, 使 Al-Si 基体与原位反应剂 CuO 充分反应得到纳米 Al₂O₃ 颗粒和 AlCu₃ 颗粒(反应原理如式①或②), 待炉温冷却至 510 °C 时, 进行真空热压, 压力维持在 3 MPa, 保压 3 min, 随炉冷却得到热压烧结好的试样, 其尺寸为 5 mm × 5 mm × 50 mm, 镶嵌试样和原试样如图 1 所示。具体工艺流程如图 2 所示。



1.3 组织形貌表征与硬度、摩擦性能测试

采用金相显微镜(放大倍数为 400 倍)和扫描电子显微镜(SEM 图放大倍数 1000 倍, 加速电压 30 kV)观察所得复合材料的组织形貌: 试样在观察前需进行镶嵌、研磨、抛光、烘干、0.6% HF 腐蚀等操作。

采用布氏硬度计对试样进行硬度分析: 载荷 0.980 7 N, 保压 10 s, 每个试样测 5 次, 取平

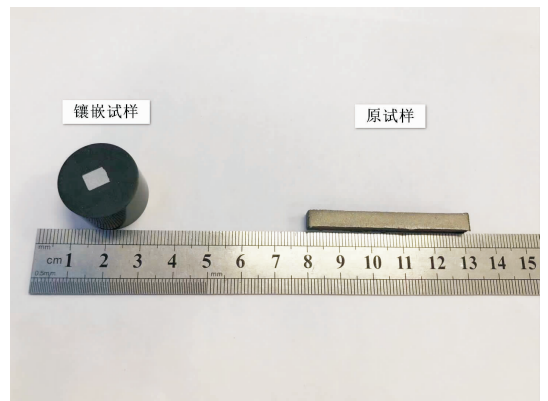


图1 镶嵌试样和原试样

Fig. 1 Inlaid sample and original sample

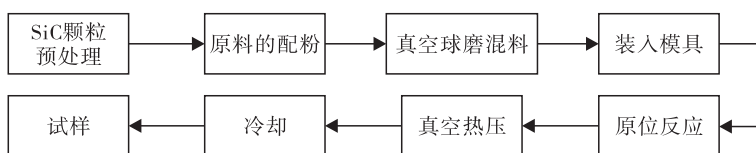


图2 复合材料制备工艺流程图

Fig. 2 Process flow chart for composites preparation

均值.

采用立式万能磨损试验机对试样进行磨损试验:磨盘为淬火后硬度 45HRC 的 45 钢,载荷 80 N,转速 200 r/min,时间 40 min. 本试验用相对耐磨性来衡量混杂颗粒增强铝基复合材料的摩擦磨损性能,用单位面积的磨损量 $\Delta S/(g \cdot mm^{-2})$ 来表示复合材料的相对耐磨性,计算公式为

$$\Delta S = \frac{\Delta W}{S} = \frac{W_1 - W_2}{S}$$

式中, ΔS 代表试样单位面积的磨损量, ΔW 代表试样质量损失, S 代表试样面积, W_1 代表试样磨损前的质量, W_2 代表试样磨损后的质量.

2 结果与讨论

2.1 复合材料的组织形貌分析

图 3 为基体材料和不同质量分数 CuO 所制复合材料的金相显微组织图. 由图 3a) 可以看出,基体材料金相组织由共晶组织($\alpha + Si$) + 初生 Si 相组成,其中共晶组织($\alpha + Si$) 中的 α

固溶体为明亮的 Al-Si 基体组织,且 α 固溶体的晶粒大小均匀,共晶组织($\alpha + Si$) 中的共晶 Si 为较大的黑灰色点状;初生 Si 相排列规则且呈条棒状. 由图 3b) 可以看出,单一微米 SiC 颗粒增强复合材料金相组织为共晶组织($\alpha + Si$) + SiC 颗粒,共晶组织($\alpha + Si$) 的晶粒比较小,共晶 Si 为较小的黑灰色点状,外加微米 SiC 颗粒呈菱形块状,均匀分布在共晶组织的基体中. 由图 3c) — e) 可以看出,添加 CuO 后,复合材料的组织形貌发生了明显的变化,其金相组织为共晶组织($\alpha + Si$) + SiC 颗粒 + $AlCu_3$ 颗粒($AlCu_3$ 颗粒通过前期 XRD 和 EDS 试验研究确定),且随着 CuO 质量分数的增加,共晶组织($\alpha + Si$) 的 α 晶粒和黑灰色点状 Si 变得更加细小;外加微米 SiC 颗粒呈菱形块状,均匀分布在共晶组织的基体中;原位反应生成物 $AlCu_3$ 颗粒呈棕黄色较大微米尺度颗粒分布于基体上(见图中箭头处),且随着 CuO 质量分数的增加, $AlCu_3$ 颗粒的数量不断增加.

图 4 为基体材料和不同质量分数 CuO 所

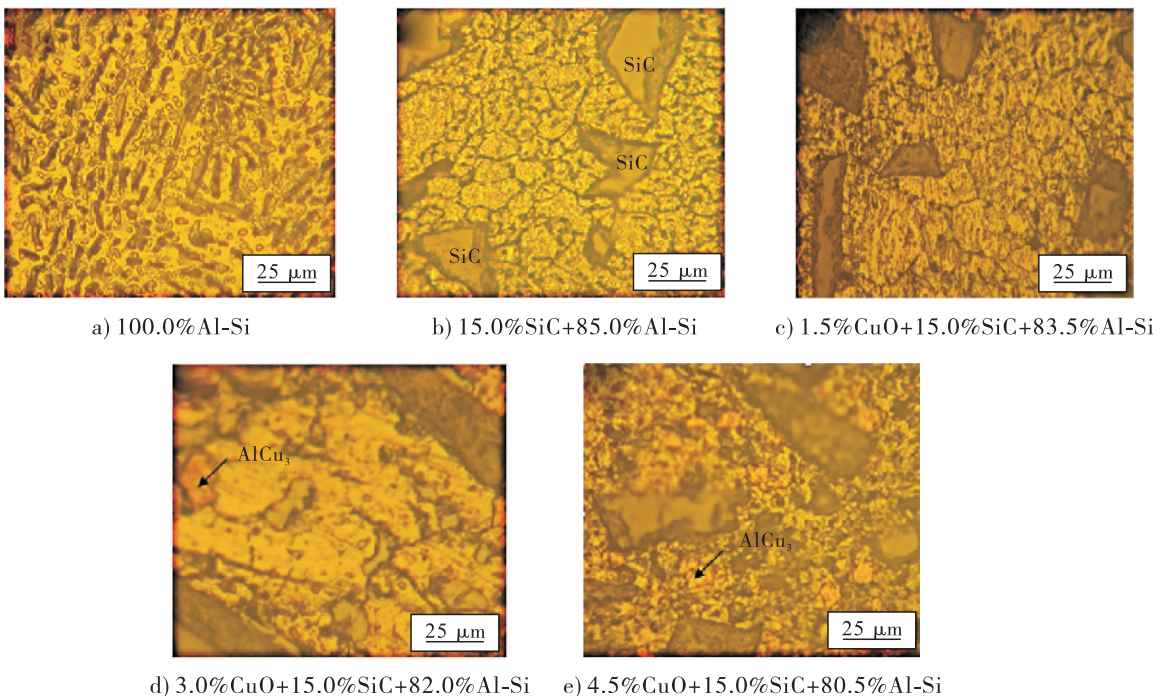


图 3 基体材料和不同质量分数 CuO 所制复合材料的金相显微组织图

Fig. 3 Metallographic microstructure of the matrix material and the composites prepared under different mass fraction of CuO

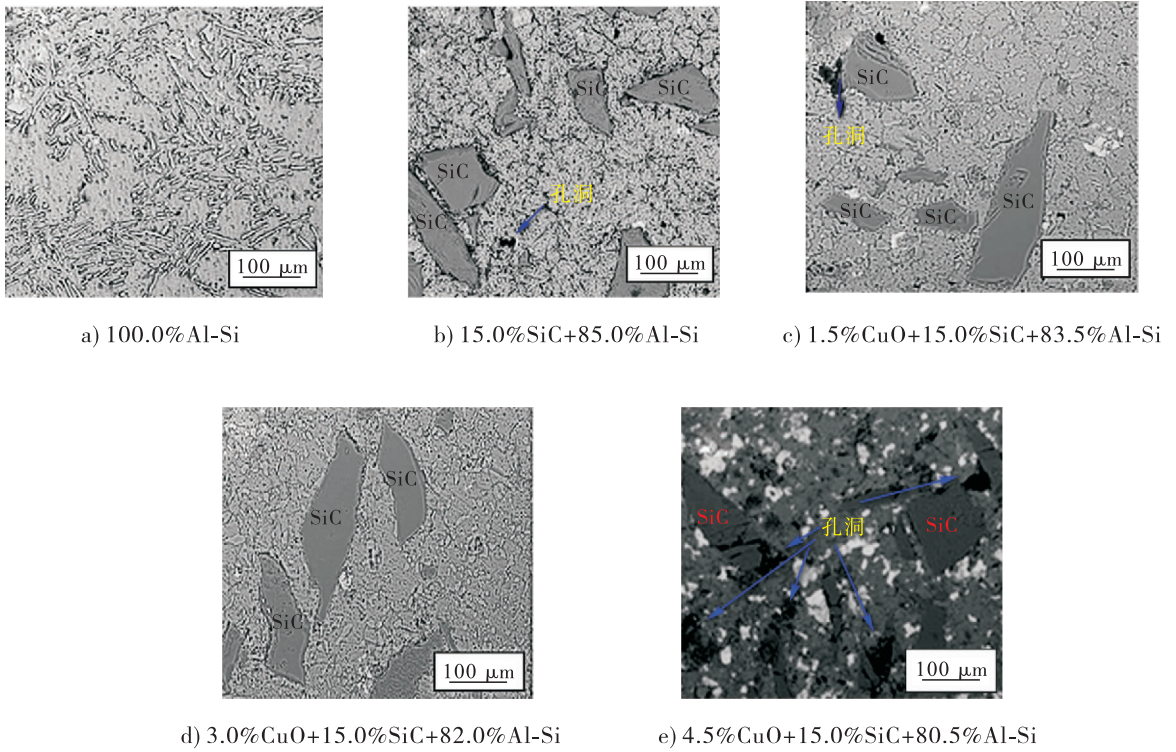


图4 基体材料和不同质量分数 CuO 所制复合材料的 SEM 图

Fig. 4 SEM of the matrix material and the composites prepared under different mass fraction of CuO

制复合材料的 SEM 图. 从图 4a) 可以看出, 基体组织由 α 固溶体和点状 Si 组成, Si 组织较大, 且排列规则为条状. 由图 4b) 可以看出, 未加入 CuO 时, 所得复合材料的组织中有少许孔洞; 由图 4c) — e) 可以看出, 所得复合材料的组织为共晶组织 ($\alpha + \text{Si}$) + SiC 颗粒 + AlCu_3 颗粒, 且随着 CuO 质量分数的增加, 共晶组织的 α 晶粒和点状 Si 变得更加细小, 这是因为小颗粒细化了组织晶粒, 促进了组织中成核晶粒的形成, 并控制了晶粒的长大; 外加微米 SiC 颗粒呈菱形块状均匀分布在共晶组织的基体中, 原位反应生成物 AlCu_3 颗粒呈白色较大微米尺度颗粒分布于基体中, 当 CuO 质量分数为 4.5% 时, 生成很多 AlCu_3 颗粒, 且组织中出现较多的孔洞和杂质, 这是由于原位反应颗粒比表面积较小、表面能较高, 容易发生团聚.

2.2 CuO 质量分数对复合材料硬度的影响

图 5 为 CuO 质量分数对所得复合材料硬

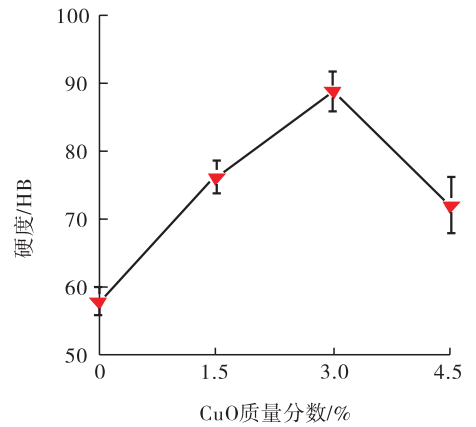


图 5 CuO 质量分数对所得复合材料硬度的影响

Fig. 5 Effect of CuO mass fraction on the hardness of the composites

度的影响. 由图 5 可以看出, 随着 CuO 质量分数的增大, 所得复合材料的硬度呈先上升后下降的趋势; 当 CuO 质量分数为 3.0% 时, 所得复合材料的硬度最大, 即试样 A3 (配方为 3.0%

CuO + 15.0% SiC + 82.0% Al-Si) 的硬度最大,为 88.8 HB,相对比基体硬度 51.8 HB,提高了 71.4%。这是由于随着 CuO 质量分数的增大,Al-CuO 体系的原位反应进行得更加充分,生成的强化相颗粒 Al_2O_3 和 $AlCu_3$ 越多,当承受载荷时,基体通过界面将载荷传递给增强颗粒,同时,增强颗粒也限制了基体的变形。但当 CuO 质量分数超过 3.0% 时,原位反应生成的增强颗粒 Al_2O_3 和 $AlCu_3$ 开始长大,严重分裂基体,造成应力集中,进而导致所得复合材料的硬度下降。

2.3 CuO 质量分数对复合材料耐磨性的影响

表 2 为不同 CuO 质量分数下所得复合材料的耐磨性能参数表。由表 2 可知,随着 CuO 质量分数的增大,所得复合材料的磨损量呈先减小后增大的趋势,耐磨性呈先升高后降低的趋势;当 CuO 质量分数为 3.0% 时,所得复合材料的磨损量最低,为 0.003 0 g,耐磨性最好,相对耐磨性为 2.93%,是基体的 2.93 倍。这是因为随着 CuO 质量分数的增大,原位反应生成的强化相颗粒 Al_2O_3 和 $AlCu_3$ 越多,混杂颗粒增强的“协同作用”越突出,且增强颗粒对基体的硬化作用和增强颗粒本身对复合材料硬度的提高作用越大,故所得复合材料的整体硬度越大,其耐磨性也越好;但当原位反应剂 CuO 质量分

数过高时,会产生大量的脆性相 $AlCu_3$,使复合材料整体性能下降,从而降低了复合材料的耐磨性。

3 结论

本文采用复合强化法制备了多尺度混杂颗粒增强铝基复合材料,研究了不同质量分数的原位反应剂 CuO 对所得复合材料的组织形貌、硬度和耐磨性的影响,得出以下结论:

1) 所得复合材料的组织为共晶组织(α + Si) + SiC 颗粒 + $AlCu_3$ 颗粒,适量的 CuO 可以使复合材料中共晶组织的 α 晶粒和点状 Si 变得更加细小;

2) 随着 CuO 质量分数的增大,所得复合材料的硬度呈先上升后下降的趋势,当 CuO 质量分数为 3.0%,即试样配方为 3.0% CuO + 15.0% SiC + 82.0% Al-Si 时,所得复合材料的硬度最大,为 88.8 HB,比基体硬度(51.8 HB)提高了 71.4%;

3) 随着 CuO 质量分数的增大,所得复合材料的磨损量呈先减小后增大的趋势,耐磨性呈先升高后降低的趋势,当 CuO 质量分数为 3.0% 时,其磨损量最低,为 0.003 0 g,耐磨性最好,相对耐磨性为 2.93%,是基体耐磨性的 2.93 倍。

综上所述,本文方法制备的多尺度混杂颗粒增强铝基复合材料组织更加细密,分布更加均匀,可以有效提升复合材料的力学性能,尤其是复合材料的硬度,为混杂颗粒增强铝基复合材料的制备工艺方法提供了一种新的思路。但复合材料的基体作为增强颗粒的载体,其组织状态将直接影响复合材料的硬度和耐磨性,因此如何进一步细化复合材料的基体组织将是下一步研究的重点。

参考文献:

[1] 吴树森,高琦,杜睿,等.单相或混杂颗粒增强铝

表 2 基体材料与不同质量分数 CuO 所得复合材料的耐磨性能参数表

Table 2 Parameter table of wear resistance of the matrix material and composites made with different mass fraction of CuO

试样代号	磨损量/g	单位面积磨损量 $\times 10^{-5} / (g \cdot mm^{-2})$	相对耐磨性/%
M	0.008 8	44	1.00
A1	0.004 8	24	1.83
A2	0.004 0	16	2.20
A3	0.003 0	10	2.93
A4	0.004 5	15	1.96

- 基复合材料的原位制备技术[J]. 西华大学学报(自然科学版), 2018(4):1.
- [2] HIRSCH J. Recent development in aluminium for automotive applications [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(7):1995.
- [3] 席小鹏,王快社,王文,等. 搅拌摩擦加工制备颗粒增强铝基复合材料的研究现状及展望[J]. 材料导报, 2018, 32(21):140.
- [4] 纪兴华,吕昕晖,陈刚,等. 粉末冶金及热挤压制备 SiC_p/铝基复合材料的磨损性能[J]. 特种铸造及有色合金, 2019, 39(1):67.
- [5] HANABE M R, ASWATH P B. Al₂O₃/Al particle-reinforced aluminum matrix composite by displacement reaction [J]. Journal of Materials Research, 1996, 11(6):1562.
- [6] 屈敏,刘鑫,崔岩,等. TiB₂ 颗粒尺寸和质量分数对原位自生 TiB₂/Al 复合材料耐磨性能的影响[J]. 铸造, 2018(5):404.
- [7] SINGH J, CHAUHAN A. Characterization of hybrid aluminum matrix composites for advanced applications: A review [J]. Journal of Materials Research & Technology, 2016, 5(2):159.
- [8] 高红霞,王蒙,樊江磊,等. 混杂颗粒增强铝基复合材料的研究进展[J]. 粉末冶金工业, 2019, 9(3):1.
- [9] 杨绍斌,张旭,谢帅. 高质量分数 Al₂O₃/Al 复合材料的硬度和耐磨性能[J]. 材料保护, 2018, 51(4):47.
- [10] BHARATH V, AJAWN S S, NAGARAL M, et al. Characterization and mechanical properties of 2014 aluminum alloy reinforced with Al₂O_{3p} composite produced by two-stage stir casting route [J]. J Inst Eng India Ser C, 2019, 100(2):277.
- [11] 邓德杰,赵海东,李芳东. 挤压铸造 10SiC_p/A356 铝基复合材料的摩擦磨损性能[J]. 特种铸造及有色合金, 2018, 38(12):1327.
- [12] 秦蜀懿,张国定. 改善颗粒增强金属基复合材料塑性和韧性的途径与机制[J]. 中国有色金属学报, 2000(5):621.



引用格式:周向葵,李莹,朱雪杨,等. 烧结温度对硬质合金梯度形成及晶粒生长的影响[J]. 轻工学报,2020,35(5):55-60.

中图分类号:TG146.4 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.008

文章编号:2096-1553(2020)05-0055-06

烧结温度对 硬质合金梯度形成及晶粒生长的影响

Effect of sintering temperature on the gradient formation and grain growth of the hardmetals

周向葵¹,李莹¹,朱雪杨²,刘建秀¹,高红霞¹

ZHOU Xiangkui¹,LI Ying¹,ZHU Xueyang²,LIU Jianxiu¹,GAO Hongxia¹

1. 郑州轻工业大学 河南省机械装备智能制造重点实验室,河南 郑州 450002;

2. 上海理工大学 能源与动力工程学院,上海 200093

1. He'nan Key Laboratory of Intelligent Manufacturing of Mechanical Equipment, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China;

2. School of Energy and Power Engineering, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China

关键词:

硬质合金; 烧结温度;
梯度形成; 晶粒生长

Key words:

hardmetals;
sintering temperature;
gradient formation;
grain growth

摘要:以 WC-10% Co 硬质合金为研究对象,通过添加立方碳氮化物 Ti(C,N) 和 (W,Ti)C,采用两步法烧结对硬质合金进行热处理,研究烧结温度对其梯度形成和晶粒生长的影响.结果表明,超细 WC 粉末经过真空预烧结后,合金的表层和芯部都均匀分布着硬质相 WC、粘结相 Co 和立方相,且出现少量异常长大的 WC 晶粒;经过 1460 °C 梯度烧结热处理后,合金表面无立方相,梯度层的厚度可达 55 μm,WC 晶粒平均尺寸约为 1.23 μm,尤其是异常长大的 WC 晶粒数量和尺寸都显著增加.

收稿日期:2020-04-30

基金项目:河南省高等学校重点科研项目(20A430034);郑州轻工业大学博士启动基金资助项目(2016BSJJ011)

作者简介:周向葵(1986—),男,河南省平顶山市人,郑州轻工业大学讲师,博士,主要研究方向为硬质合金.

Abstract: Taking WC-10% Co hardmetals as the research object, by adding cubic carbonitrides Ti(C,N) and (W,Ti)C, the hardmetals was heat treated by two-step sintering method, and the effects of sintering temperature on the gradient formation and grain growth were studied. The results showed that after the ultrafine WC powder was vacuum pre-sintered, the surface layer and core of the alloy were evenly distributed with hard phase WC, binder phase Co and cubic phase, and a small amount of abnormally grown WC grains appeared. After 1460 °C gradient sintering heat treatment, there was no cubic phase on the surface of the alloy, the thickness of the gradient layer could reach 55 μm and the average size of WC grains was about 1.23 μm, especially the number and size of abnormally grown WC grains were significantly increased.

0 引言

采用化学气相沉积的方法在硬质合金表面涂覆一层或多层 Al₂O₃、TiN 等耐磨涂层,能够在保持硬质合金强度的同时增强其耐磨性能^[1-2]。但是,由于涂层与基体之间的热膨胀系数不同,涂层中不可避免地会产生一些细小的微裂纹,而这些微裂纹会逐渐向基体内部扩展,最终导致刀具崩刃失效。如何增强硬质合金基体表面的抗裂纹扩展能力,对于提高涂层刀具的性能至关重要。H. Suzuki 等^[3]通过向硬质合金中添加部分含氮立方碳氮化物,然后经过无 N₂ 气氛烧结发现,在合金表面形成了一层无立方相而富粘结相的梯度层。由于无立方相梯度层中的粘结相含量较高,故其韧性较高,可以提高合金表层的抗微裂纹扩展能力^[4-5]。因此,表面无立方相梯度层硬质合金常被用作涂层刀具基体。

表面无立方相梯度层主要通过两步法烧结获得:先在含有 N₂ 的真空炉中预烧结,然后再经过梯度烧结热处理。有研究^[6-9]表明,表面无立方相梯度层的形成主要由扩散控制,立方相、C 含量、Co 含量、WC 晶粒尺寸等对梯度层的形成厚度具有重要影响。然而,目前国内外应用的表面无立方相梯度层硬质合金的 WC 晶粒尺寸一般在 1 μm 以上,使得涂层刀具的强度和硬度较低,无法显现出耐磨涂层的性能^[10]。

当采用尺寸分布为 0.2 ~ 0.6 μm 之间的超细晶组织时,硬质合金的强度和硬度可以得

到显著提高,但制备超细晶硬质合金需要以超细 WC 粉末为原料,而超细 WC 粉末在烧结过程中很容易长大,所以目前还未见以超细 WC 粉末为原料来制备梯度硬质合金的相关研究。因此,本文拟以 WC-10% Co(若无特指,百分数均指质量分数)硬质合金为研究对象,通过添加立方碳氮化物 Ti(C,N)和(W,Ti)C,首先进行真空预烧结,然后在无 N₂ 气氛下进行梯度烧结热处理,研究热处理温度对合金表面无立方相梯度层的形成及晶粒生长的影响,确定表面无立方相梯度层的形成机理,为制备高性能梯度硬质合金提供理论参考。

1 材料与方法

1.1 原料与仪器

主要原料与试剂:GWC-004 超细 WC 粉末,厦门金鹭特种合金有限公司产;金刚石研磨膏(粒度分别为 1.0 μm 和 2.5 μm),郑州金刚石磨料磨具研究所产;无水乙醇(分析纯),郑州赛洲化工有限公司产;铁氰化钾(K₃[Fe(CN)₆],分析纯),上海紫一试剂厂产;NaOH(分析纯),济南运泽化工有限公司产;Co 粉,深圳格林美股份有限公司产;Ti(C,N)、(W,Ti)C、VC 粉末和 Cr₃C₂ 粉末,株洲德丰粉末冶金科技有限公司产。

主要仪器:ZDRY-100 型真空热压烧结炉,沈阳恒进真空科技有限公司产;LSM 700 型激光共聚焦扫描显微镜,德国蔡司有限公司产;SHIMADZU SSX-550 型钨灯丝扫描电子显微

镜,日本岛津仪器有限公司产。

1.2 试样的制备

合金成分按如下比例进行配料:WC 79%, Co 10%, Ti(C,N) 5%, (W,Ti)C 5%, VC 0.3%, Cr₃C₂ 0.7%, 经球磨、干燥后压制成型。采用两步法烧结:首先在压力为 5000 Pa 的 N₂ 气氛下升温至 1400 °C,保温 15 min 进行预烧结;然后再在无 N₂ 气氛下进行梯度烧结热处理,热处理温度为 1430 °C 和 1460 °C,保温时间均为 2 h,保温结束后随炉冷却至室温,即得合金试样。

测试试样的处理:首先用粒度为 3 μm 的金刚石磨盘磨去线切割痕迹并将试样表面磨平,然后用金刚石研磨膏对其表面进行抛光,并用无水乙醇清洗试样表面;为了观察合金表层的组织,采用质量分数为 20% 的 K₃[Fe(CN)₆] 和 NaOH 混合溶液对试样进行腐蚀,时间为 2 min。

1.3 测试方法

采用激光共聚焦扫描显微镜(放大倍数为 20~10 000)和钨丝灯扫描电子显微镜观察硬质合金表层和芯部的微观组织:分辨率为 3.5 nm,加速电压为 0.5~30 kV;利用钨丝灯扫描电子显微镜的线扫描对表层的 Co 元素和 Ti 元素分布进行检测。采用 WinROOF 图像分析软件对 600 个 WC 晶粒的等效直径进行测量。

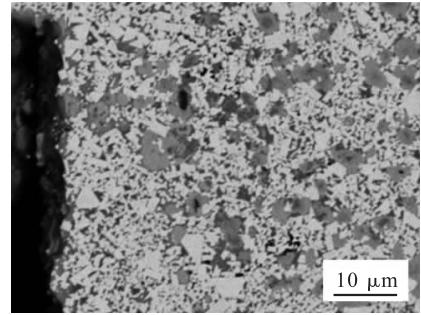
2 结果与分析

2.1 预烧结后合金的微观组织和晶粒尺寸分析

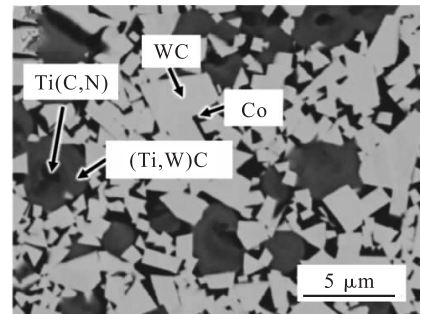
经过真空预烧结后合金的微观组织如图 1 所示。由图 1 可以看出,经过预烧结后,合金的表层和芯部都均匀分布着硬质相 WC、粘结相 Co 和立方相,硬质相 WC 呈现亮灰色,粘结相 Co 呈现黑色,立方相呈现灰色。

预烧结后合金的 WC 晶粒尺寸分布如图 2 所示。由图 2 可以看出,WC 晶粒平均尺寸为 0.89 μm,晶粒尺寸在 0.4~1.5 μm 之间的 WC 晶粒数量占比约为 95%,而晶粒尺寸超过 2 μm

异常长大的 WC 晶粒数量占比约为 3%。由于 WC 粉末颗粒之间尺寸大小相差较大,小颗粒的 WC 粉末具有非常大的表面活性,易溶解并析出在大尺寸 WC 晶粒表面,使得小颗粒 WC 消失,大颗粒 WC 长大,最终导致出现较多异常长大的 WC 晶粒。



a) 表层



b) 芯部

图 1 预烧结后合金的微观组织

Fig. 1 The microstructure of alloy after pre-sintering

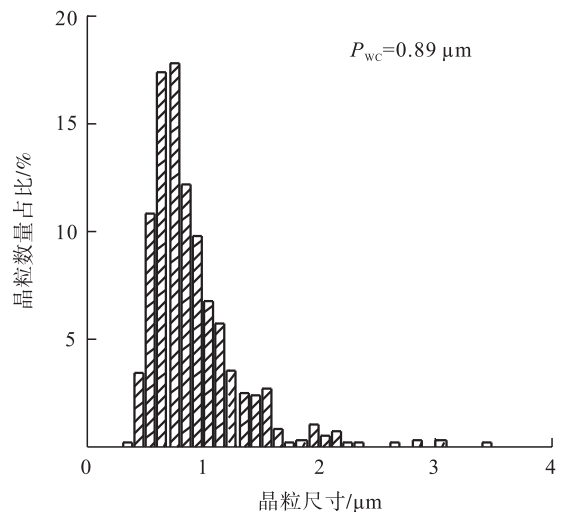


图 2 预烧结后合金的 WC 晶粒尺寸分布

Fig. 2 The distribution of WC grain size after pre-sintering

2.2 热处理后合金的表层组织和晶粒尺寸分析

不同热处理温度下合金的表层微观组织如图3所示. 由图3可以看出, 不同热处理温度下合金的表层和芯部的组织明显不同, 在表层仅存在亮白色的 WC 和黑色的粘结相 Co. 另外, 不同梯度烧结温度下梯度层的厚度也不同: 当梯度烧结温度较低(1430 °C)时, 梯度层厚度约为 45 μm, 而当梯度烧结温度较高(1460 °C)时, 梯度层厚度可达 55 μm 以上. 这表明提高热处理温度, 可以增加合金表面无立方相梯度层的厚度.

图4是1430 °C 梯度烧结后保温2 h 的合金表层元素分布. 由图4可以看出, 右侧表面梯度层的 Co 元素含量明显高于左侧芯部 Co 元素含量, 而 Ti 元素含量的分布刚好相反, 梯度层内的 Ti 元素含量几乎为0, 可以进一步证实在合金表面形成了一层富含粘结相而不含 N 立方相

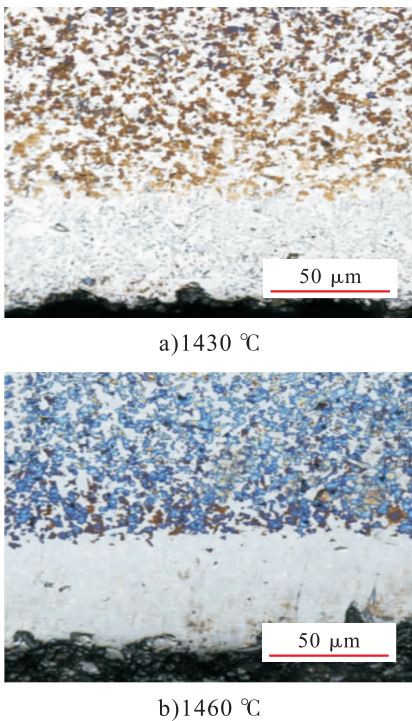


图3 合金热处理后的表层微观组织
Fig. 3 The surface microstructure of hardmetals after heat treatment

的梯度层. 在梯度烧结过程中, 由于炉内 N₂ 分压低于基体中的 N₂ 平衡分压, 在基体表面与芯部之间建立了 N 的活度梯度, 基体表面的 N 原子会向外逸出. 由于 Ti 原子与 N 原子之间具有强热力学耦合特性, Ti 原子向内部扩散而 N 原子向外扩散^[11-12]; 粘结相 Co 则会填充到 N 原子和 Ti 原子扩散后的空位, 从而使合金表层的粘结相含量高于芯部, 而立方相 Ti 元素含量低于芯部, 在表面形成了一层富含粘结相而缺少含 Ti 立方相的梯度层. 因此, 在烧结过程中, 温度对 N 立方相的稳定性和碳化物的形成具有重要影响. 梯度烧结温度越高, 立方相 Ti(C, N) 和

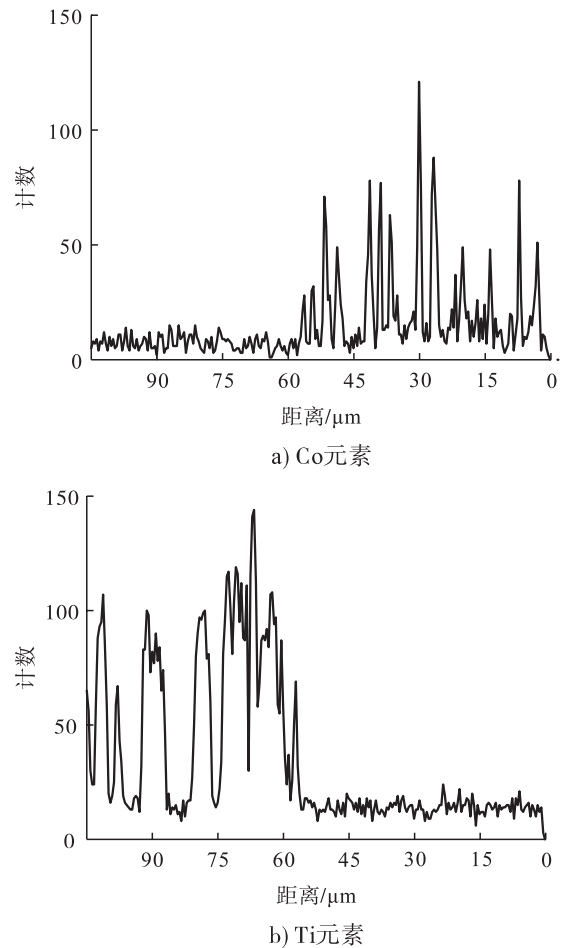
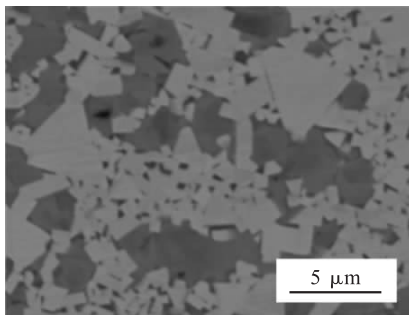


图4 1430 °C 梯度烧结后保温2 h 的合金表层元素分布
Fig. 4 The element distribution of hardmetals at 1430 °C for 2 h

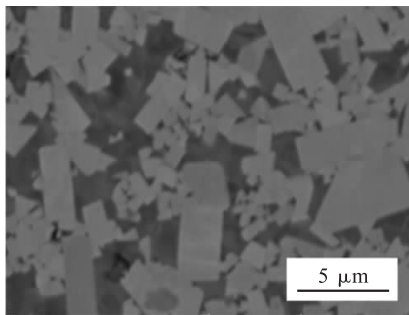
(W,Ti)C 越容易在液相中溶解,液态粘结相中的 N 原子和 Ti 原子的浓度梯度增加,加快了 N 原子和 Ti 原子的扩散与溶解,同时 N 原子和 Ti 原子在液态粘结相中的扩散系数也会显著增加,从而导致梯度层厚度增加。

图 5 和图 6 分别是不同梯度烧结温度下硬质合金芯部的显微组织和 WC 晶粒尺寸分布图。由图 5 和图 6 可以看出,随着梯度烧结温度的增加,WC 晶粒尺寸增大,分布更加不均匀,异常长大的 WC 晶粒数量显著增多;当烧结温度增至 1460 °C 时,最大 WC 晶粒尺寸约为 5 μm,平均晶粒尺寸约为 1.23 μm。

已有研究^[13]表明,烧结过程中晶粒主要是按照溶解-析出机制长大。在梯度烧结热处理过程中,尺寸越小的 WC 晶粒表面活性越高,越容易溶解,然后析出在大尺寸 WC 晶粒表面,导致小尺寸的 WC 晶粒消失,WC 晶粒尺寸不断增大,使得合金中的 WC 晶粒之间尺寸相差较



a) 1430 °C



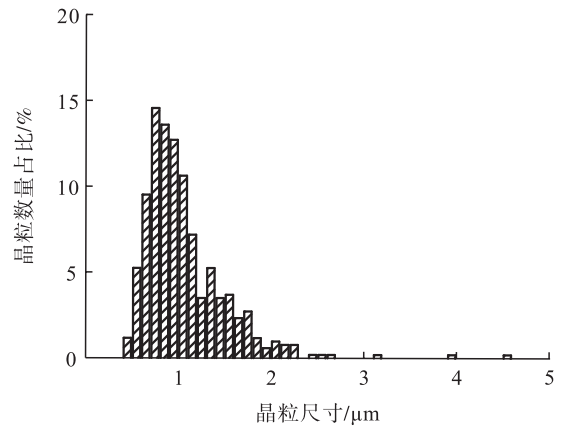
b) 1460 °C

图 5 热处理后合金芯部显微组织
Fig. 5 The core microstructure of hardmetals after heat treatment

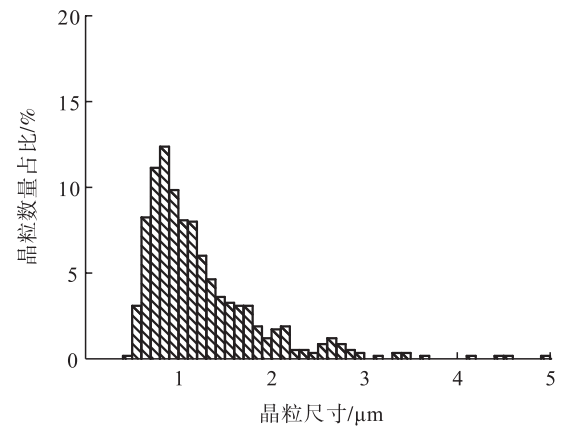
大,分布范围变宽。同时,液相中的 WC 含量增加且其扩散速率增大,WC 晶粒的生长速率加快,尺寸增大。

3 结论

本文以 WC-10% Co 硬质合金为研究对象,通过添加立方碳氮化物 Ti(C,N) 和 (W,Ti)C,采用两步法烧结制备了表面不含有立方相的功能梯度结构硬质合金,并研究了梯度烧结温度对梯度层形成和 WC 晶粒生长的影响,得到如下结论:表面无立方相梯度层的形成主要受立方相溶解和原子扩散控制,增加梯度烧结温度,可以加快立方相的溶解和原子扩散,有利于形成更厚的梯度层,但同时也会使 WC 晶粒尺寸



a) 1430 °C



b) 1460 °C

图 6 热处理后 WC 晶粒尺寸分布
Fig. 6 The WC grains size distribution of hardmetals after heat treatment

增大,异常长大的 WC 晶粒数量显著增加;当梯度烧结热处理温度为 1460 ℃时,合金表面无立方相的梯度层厚度约为 55 μm, WC 晶粒平均尺寸约为 1.23 μm,异常长大的 WC 晶粒尺寸最大可达 5 μm。上述结果证实了超细 WC 粉末不适合采用真空预烧结,下一步拟选用合适的烧结方式,降低烧结温度,抑制 WC 晶粒在烧结过程中的长大,在不减小梯度层厚度的同时获得晶粒细小的组织。

参考文献:

- [1] KOVILADA B, GANGOPADHYAY S, THAKUR A. Comparative evaluation of machinability characteristics of Nimonic C-263 using CVD and PVD coated tools [J]. *Measurement*, 2016, 85: 152.
- [2] ABHISHEK S, GHOSH S, ARAVINDAN S. Flank wear and rake wear studies for arc enhanced HiPIMS coated AlTiN tools during high speed machining of nickel-based superalloy [J]. *Surface & Coating Technology*, 2020, 381: 125190.
- [3] SUZUKI H, HAYASHI K, TANIGUCHI Y. The β -free layer formed near the surface of vacuum-sintered WC- β -Co alloys containing nitrogen [J]. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 1981, 22: 758.
- [4] DENKENA B, GROVE T, THEUER M. Micro crack formation in hardmetal milling tools [J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2018, 70: 210.
- [5] HOLLMANN P, GRUMBT G, ZENKER R, et al. Investigation of cracking prevention in magnetron-sputtered TiAlN coatings during subsequent electron beam hardening [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2018, 338: 75.
- [6] EKROTH M, FRYKHOLM R, LINDHOLM M, et al. Gradient zones in WC-Ti(C,N)-Co-based cemented carbides: Experimental study and computer simulations [J]. *Acta Mater*, 2000, 48: 2177.
- [7] YANG T E, SUN L, XIONG J, et al. Adherent coating on gradient cemented carbide with ultra-fine Ti(C_{0.5}, N_{0.5}) [J]. *Rare Metal*, 2015, 34(6): 413.
- [8] GARCIA J, PITONAK R. The role of cemented carbide functionally graded outer-layers on the wear performance of coated cutting tools [J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2013, 36: 52.
- [9] CHEN W M, XIE W, ZHANG L J, et al. Diffusion-controlled growth of fcc-free surface layers on cemented carbides: Experimental measurements coupled with computer simulation [J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2013, 41: 531.
- [10] ORTNER H M, ETTMAYER P, KOLASK H, et al. The history of the technological progress of hardmetals [J]. *Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2015, 49: 3.
- [11] WALBRUHL M, BLOMQUIST A, KORZHAVYI P A, et al. Surface gradients in cemented carbides from first-principles-based multiscale modeling: Atomic diffusion in liquid Co [J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2017, 66: 174.
- [12] WALBRUHL M, LINDER D, AGREN J, et al. Diffusion modeling in cemented carbides: Solubility assessment for Co, Fe and Ni binder systems [J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2017, 68: 41.
- [13] MANNESSON K, JEPPSSON J, BORGSTAM A, et al. Carbide grain growth in cemented carbides [J]. *Acta Materials*, 2011, 59: 1912.



引用格式:吴深,李杰超,王晓威,等.高频低损耗软磁复合材料的研究进展[J].轻工学报,2020,35(5):61-70.

中图分类号:TB383.1;TM271.2 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.009

文章编号:2096-1553(2020)05-0061-10

高频低损耗软磁复合材料的研究进展

Development of high-frequency low-loss soft magnetic composites

吴深¹,李杰超¹,王晓威²,刘建秀¹,肖艳秋¹,王辉¹,高红霞¹
WU Shen¹,LI Jiechao¹,WANG Xiaowei²,LIU Jianxiu¹,XIAO Yanqiu¹,
WANG Hui¹,GAO Hongxia¹

1. 郑州轻工业大学 机电工程学院,河南 郑州 450002;

2. 河南坤华同盛建设工程有限公司,河南 南阳 473000

1. College of Mechanical and Electrical Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China;

2. He'nan Kunhua Tongsheng Construction Engineering Co., Ltd., Nanyang 473000, China

关键词:

软磁复合材料;绝缘包覆;磁损耗;磁性基体;新型制备技术

Key words:

soft magnetic composites; insulation coating; magnetic loss; magnetic substrate; new preparation technology

摘要:从软磁复合材料的磁性基体设计、绝缘包覆处理和新型制备技术3个方面对软磁复合材料的研究现状进行综述,得出:磁性基体设计时通过对不同特性的磁粉进行性能互补或对基体形态进行控制都可以有效地提高软磁复合材料的密度和磁导率;经绝缘包覆处理可以提高软磁复合材料的电阻率,从而降低其涡流损耗,但是非磁性相绝缘材料的加入会导致复合材料磁导率和饱和磁化强度降低;采用等离子烧结、微波烧结、激光烧结等新型制备技术可以有效改善软磁复合材料的性能。目前软磁复合材料的综合性能已无法满足电子元器件高频化、微型化的发展需求,未来应将研究重点放在优化基体成分设计与粒度配合、开发新的绝缘包覆材料、创新制备工艺、优化制备工艺参数、完善现有理论模型等方面。

收稿日期:2020-05-06

基金项目:河南省科技攻关计划项目(192102210033);郑州轻工业大学博士科研基金资助项目(2014BSJJ022)

作者简介:吴深(1987—),男,河南省周口市人,郑州轻工业大学讲师,博士,主要研究方向为软磁复合材料。

Abstract: The research status from magnetic substrate design, insulation coating treatment and new preparation technology were reviewed. It pointed out that the density and resistivity of soft magnetic composites could be effectively improved by using magnetic powders with different characteristics to complement the performance or controlling the morphology of the substrate during the design of the magnetic substrate. The insulation coating treatment could be used to increase the resistivity of the soft magnetic composite to reduce eddy current loss, but the addition of non-magnetic phase insulation materials would lead to a decrease in the magnetic permeability and saturation magnetization of the material. The optimized new preparation technology could effectively improve the performance of soft magnetic composite materials, such as plasma sintering, microwave sintering and laser sintering. The current comprehensive performance of soft magnetic composite materials could not meet the development needs of high frequency and miniaturization of electronic components. The future research directions would be further optimization of substrate component design and particle size coordination, development of new coating materials, innovative preparation processes, optimization of process parameters, and perfection of theoretical models.

0 引言

软磁复合材料 SMCs (soft magnetic composites), 又称磁粉芯, 它是将软磁粉体绝缘包覆后, 采用粉末冶金工艺压制所需形状并通过热处理等工艺制备而成, 是一类重要的软磁材料^[1]. 软磁复合材料具有三维各向同性、涡流损耗较低、频率特性良好、易于机械加工等优点, 其机理为: 1) 与铁氧体相比, 软磁复合材料具有较高的磁通密度, 有利于电子器件小型化; 2) 软磁复合材料在微观结构上由高电阻率绝缘材料包覆铁磁性颗粒组成, 可以有效降低高频下的涡流损耗, 在 kHz 到 MHz 的频率范围内具有很大的应用潜力; 3) 非铁磁性绝缘层会阻碍磁化过程中磁畴壁的移动, 而磁路中的间隙又能提高材料的抗磁饱和能力, 从而使软磁复合材料具有优良的交流偏置特性. 基于软磁复合材料的优异特性, 其在变压器、扼流线圈、传感器、电感器、动力驱动系统电磁部件中的应用较为广泛^[2-4]. 近年来, 随着电子器件微型化和高频化的快速发展, 要求软磁材料需同时具有较高的磁导率和较低的高频损耗, 而传统的金属软磁材料和铁氧体已无法满足使用要求, 因此软磁复合材料受到了学术界和工业界的广泛关注. 基于此, 本文拟从磁性基体设计、绝缘包

覆处理和制备工艺优化 3 个方面对软磁复合材料的发展现状进行综述, 以期获得综合性能更加优良的新型软磁复合材料及推进其产业化进程提供参考.

1 磁性基体设计

作为软磁复合材料的主体组元, 磁性基体对软磁复合材料的性能起到决定性作用: 在降低颗粒磁滞损耗和颗粒内涡流损耗的同时, 保证软磁复合材料具有较高的饱和磁感应强度和磁导率.

1.1 基体成分设计

软磁复合材料常用的基体主要是金属软磁磁粉, 根据磁粉微结构的不同可以分为晶态 (Fe、FeSi、FeSiAl、FeNi 等)、非晶 (FeSiBNb、FeCrSiB 等) 和纳米晶 ($(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ 等) 3 种类型, 每种磁粉独特的磁性能决定了其应用范围. 其中, 非晶软磁材料由于原子排列长程无序、不存在晶界和磁晶各向异性, 具有电阻率较高和矫顽力较低的特点, 为获得较高的非晶形成能力需加入非磁性元素, 但这会降低软磁材料的饱和磁化强度. 纳米晶软磁材料是将非晶合金热处理后得到的纳米级尺寸的多晶颗粒, 具有较高的电阻率, 但存在磁畴钉扎效应, 从而导致其磁导率较低. 另外, 该

材料制备工艺复杂、成本较高,目前应用较少. 常见软磁材料的性能和特点如表 1^[5-7]所示. 为获得综合性能优异的磁粉,软磁合金的成分设计主要集中在 3 个方向:加入磁性元素,提高材料的饱和磁化强度;添加引起晶格畸变的合金元素,提高材料的电阻率,降低涡流损耗;加入使磁晶各向异性和磁致伸缩系数同时趋向于零的元素,降低矫顽力.

目前,对单一基体软磁复合材料的研究已较为完善,研究者们将不同类型的金属软磁粉末混合后作为基体,可使不同特性的磁粉性能互补以提升材料的性能. D. H. Liu 等^[8]将纳米 Fe 粉颗粒与 Fe-6.5% Si 颗粒(若无特指,百分数均指质量分数,下同)混合后发现,纳米 Fe 粉颗粒可以有效填充在 Fe-6.5% Si 颗粒的空隙中,从而提高复合材料的密度;当纳米 Fe 粉颗粒含量为 3% 时,软磁复合材料的磁导率提高了 24% 且具有相对较低的磁损耗.

1.2 基体形态设计

粉末的基体形态影响软磁复合材料的压制性能和绝缘包覆性能,通过对基体形态的控制可以有效提高软磁复合材料的性能. 粉末的基体形态主要包括不规则形、球形、椭圆形、片状和纤维状几种类型. 不规则形磁粉一般通过机械破碎法和水雾化法制备,此种形态的磁粉易

于压制,但棱角部分难以被均匀包覆,易导致软磁复合材料的电阻率较低;球形磁粉一般采用气雾化法制备,易于被绝缘包覆,但成型后的软磁复合材料存在较多孔洞间隙,材料的密度和饱和磁感应强度也不高;椭圆形、片状和纤维状磁粉采用球磨、拉拔等特殊工艺制备而成,可以提高软磁复合材料的压制密度和磁导率. 例如, B. V. Neamtu 等^[9]采用 Fe 纤维替代常规的磁性颗粒,通过水热法包覆 SiO₂ 绝缘层来制备软磁复合材料. Fe 纤维的长度为 200 ~ 400 μm,厚度为 80 ~ 120 μm,其形态如图 1 所示. 利用 Fe 纤维作为基体,可以降低退磁因子,有利于磁化的进行,从而大幅度提升软磁复合材料的初始磁导率. W. C. Li 等^[10]采用片状磁粉设计了一种层状仿生贝壳结构的 FeSiAl 软磁复合材料,有效提升了块状软磁复合材料的电阻率,其制备过程如图 2 所示. 这种仿生贝壳结构的材料在 1000 kHz 下具有超过 600 的磁导率,在 100 mT 磁场下,当测试频率为 200 kHz 时,其磁损耗仅为 1 162.6 kW/m³,有望成为匹配宽禁带半导体的高功率软磁材料.

2 绝缘包覆处理

软磁粉末基体需要经过绝缘包覆处理来提高复合材料的电阻率以降低涡流的损耗,但是

表 1 常见软磁材料的性能和特点^[5-7]

Table 1 Properties and characteristics of common soft magnetic materials^[5-7]

类型	密度 $\rho/(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	饱和磁感应强度 B_s/T	有效磁导率 μ_e	损耗 $P_s/(\text{mW} \cdot \text{cm}^{-3})$ (在 0.1 T, 50 kHz 条件下)	直流偏置/ (在磁场强度 100 Oe 条件下)	特点
Fe	5.0 ~ 7.2	2.10	25 ~ 100	600 ~ 1000	40	价格便宜、饱和磁感应强度较高,加工性好,但电阻率较小,损耗较大
FeSi	7.5	1.60 ~ 2.10	25 ~ 90	300 ~ 600	75	饱和磁感应强度和电阻率较高,但脆性较大
FeSiAl	6.2	0.90 ~ 1.10	25 ~ 160	200 ~ 400	40 ~ 50	磁导率较高,电阻率较大,但饱和磁感应强度较低
FeNi	7.6	1.50	60 ~ 130	250 ~ 350	68	磁导率较高、损耗较低,但成本高
非晶	7.2	1.56	20 ~ 90	250 ~ 350	50 ~ 60	电阻率较高,矫顽力较低,但力学性能和温度稳定性差
纳米晶	7.4	1.25	25 ~ 90	200 ~ 310	70	饱和磁感应强度较高,矫顽力和损耗较低,但磁导率较低,成本较高

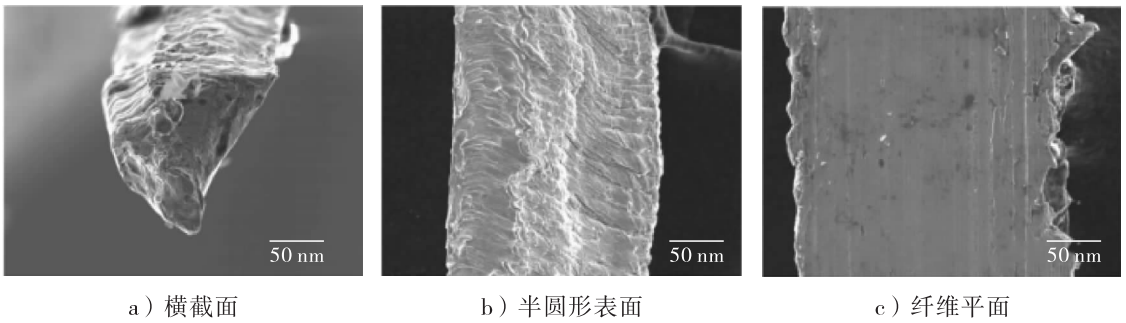


图1 Fe纤维的SEM图^[9]

Fig.1 SEM images of Fe fibres^[9]

加入的绝缘材料一般为非磁性相,这会导致复合材料的磁导率和饱和磁化强度降低.因此,绝缘包覆层需尽量满足薄、电阻率高、热稳定性好、与磁粉结合紧密并能完整均匀包覆的要求.根据包覆材料的类型,一般将绝缘包覆分为有机包覆、无机包覆、有机-无机复合包覆和磁性相包覆4种类型.

2.1 有机包覆

有机包覆材料大部分为热固性有机物,如环氧树脂、丙烯酸树脂、聚氨酯树脂和它们的混合物^[11-14].有机包覆工序简单、包覆均匀且经绝缘包覆后的粉末易于压制成型,但压制成型过程也会导致材料内应力增大,从而使其矫顽力增加.内应力的消除需进行高温退火处理,而

大部分有机物在高温下会发生分解,易导致绝缘包覆层失效,电阻率降低,无法有效地降低复合材料的涡流损耗.图3退火温度对为环氧树脂和酚醛树脂包覆软磁复合材料电阻率的影响.由图3可以看出,两种材料包覆软磁复合材料的电阻率均随着退火温度的升高而逐渐降低^[15].

为满足高温热处理的要求,需在有机领域寻找既耐高温又适合作为绝缘包覆剂的新材料.例如,S. Wu等^[16-17]采用耐高温性能良好的硅酮树脂作为绝缘包覆剂制备铁基软磁复合材料,并研究了硅酮树脂绝缘包覆对铁基软磁复合材料磁性能的影响.结果表明,经绝缘包覆后的复合材料在较高的电阻率和较宽的频率范围内具有良好的频率特性.此外,S. Wu等^[18-19]还

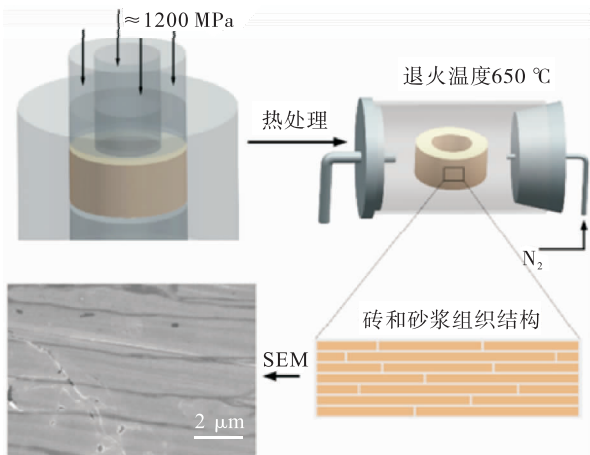


图2 仿生贝壳结构软磁复合材料的制备示意图^[10]

Fig.2 Schematic diagram of the fabrication route to the nacre-like structure SMCs^[10]

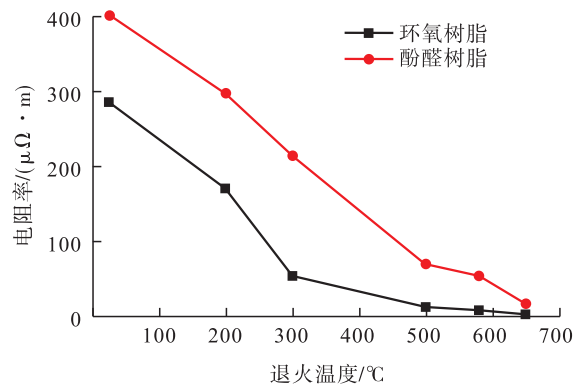


图3 退火温度对环氧树脂和酚醛树脂包覆软磁复合材料电阻率的影响^[15]

Fig.3 Effect of annealing temperature on resistivity of resin-coated soft magnetic composites with epoxy resin and phenolic resin^[15]

利用化学气相沉积法在铁粉表面成功包覆厚度为 300 nm 左右的 parylene C 薄膜,该膜摩擦系数较低且具有自润滑特性,与环氧树脂包覆的复合材料相比,在 800 MPa 时该复合材料的压制密度提高了 17.02%,具体的包覆过程如图 4 所示.

2.2 无机包覆

由于有机包覆受热处理温度的限制,耐高温的无机包覆逐步成为研究重点.目前,常用的无机包覆材料有磷酸盐、氧化物和低熔点玻璃.对于使用磷酸盐包覆的软磁复合材料,当退火温度高于 500 °C 时,磷酸盐包覆层中的 P 元素和 O 元素发生扩散破坏磷化层结构,复合材料的电阻率 (< 10 μm) 急剧下降,导致高频下材料的涡流损耗增加^[20].磷酸盐包覆在一定程度上提高了复合材料的热处理温度,但尚未解决绝缘层电阻率随热处理温度升高而急剧下降的问题.以 MgO^[21]、Al₂O₃^[22] 和 SiO₂^[23] 为代表的氧化物用作绝缘包覆材料时,这些包覆材料具有较高的耐热特性,在不显著提高涡流损耗的前提下可以有效地去除内应力. J. W. Zheng 等^[24] 采用水热法制备了 Li-Al-O 包覆的铁基软磁复合材料,研究发现,当将 Li₂CO₃ 添加到

Al(NO₃)₃ 溶液中时,最初形成的 Al₂O₃ 包覆层转化为含有几种 Li-Al 混合物的层状氧化物;与包覆 Al₂O₃ 的软磁复合材料相比,包覆 Li-Al-O 的 SMCs 在 100 ~ 300 kHz 高频范围内表现出更低的磁损耗,且具有更高、更稳定的有效磁导率.

由于金属氧化物与基体粉末的热膨胀系数差别较大,高温环境下在材料内部会产生较高的内应力, W. Ding 等^[25] 和 F. Hu 等^[26] 采用低熔点玻璃作为包覆材料,较好地解决了这一问题.在添加了树脂的 SMCs 中,流体树脂会在压制过程中填充到金属颗粒之间的空隙中,不同金属颗粒之间的接触点变为欧姆接触;而在压制过程中,玻璃颗粒的运动不明显,高温热处理时软化成薄片的玻璃颗粒仍然分布在金属颗粒之间,从而切断了不同颗粒之间的涡流.带有树脂和玻璃的 SMCs 金属颗粒结构如图 5 所示.涡流被限制在一个单独的区域中,从而降低了涡流损耗.此外,低熔点玻璃既充当绝缘体又充当粘合剂,金属颗粒在冷却过程中通过软化薄片而紧密结合,从而提高了 SMCs 的机械强度.

2.3 磁性相包覆

由于磁稀释效应,非磁性相绝缘材料的加

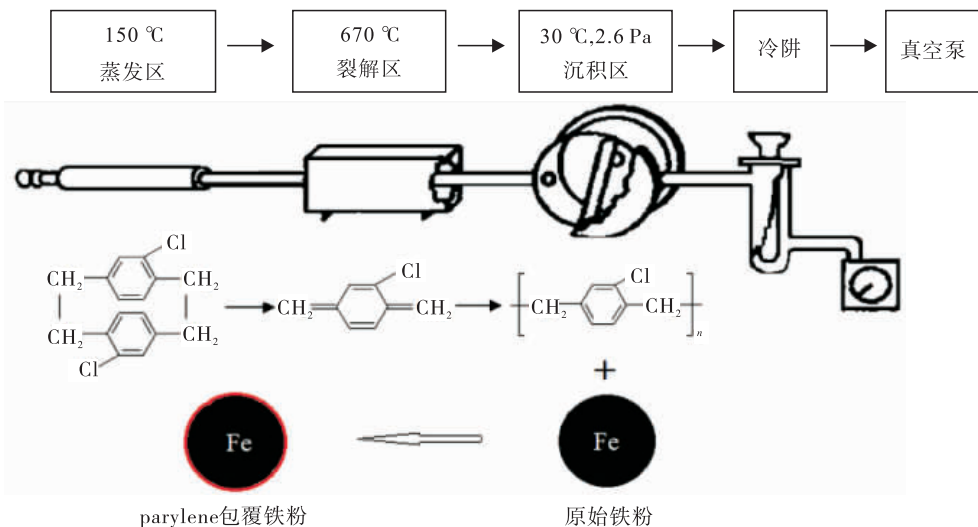


图 4 化学气相沉积法包覆 parylene C 薄膜流程图^[18-19]

Fig. 4 Diagram of chemical vapor deposition polymerization of parylene C^[18-19]

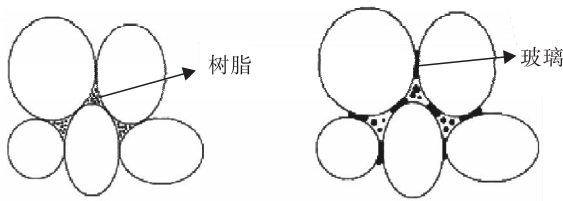


图5 带有树脂和玻璃的

SMCs 金属颗粒结构示意图^[26]

Fig.5 Schematic diagram of metallic particles configuration of SMCs with resin and glass^[26]

入不可避免地会导致软磁复合材料的饱和磁化强度和磁导率降低. 据悉, 仅有 5% 的非磁性材料包覆层就可导致软磁复合材料的磁导率降低超过 75%^[27]. 为了抑制磁性稀释的影响, 研究者使用铁磁材料作为包覆材料, 利用其高绝缘性来增强复合材料的软磁性能. Fe_3O_4 的原位包覆^[28-30] 为软磁复合材料提供了一个减少磁稀释作用的有效途径, 但是, Fe_3O_4 在 450 °C 温度下会分解, 使得软磁复合材料的内部应力无法完全释放. W. C. Li 等^[31] 通过离子掺杂的方式在 $Fe@Fe_3O_4$ 表面成功制备出 $Fe@$ 复合铁氧体软磁复合材料, 改善了 Fe_3O_4 的热稳定性和绝缘性, 复合磁性相包覆层形成过程如图 6 所示. 在 5000 A/m、50 Hz 的条件下, 该类复合材料的饱和磁感应强度保持在 1.32 T, 最大磁导率为 625.14; 而在 50 Hz、1.3 T 的条件下, 软磁复合材料的磁损耗仅为 10.02 W/kg.

2.4 有机-无机复合包覆

有机包覆不能进行高温退火处理以充分

释放压制过程中产生的内应力, 而单纯的无机包覆形成的绝缘层脆性较大, 无法获得较高的压制密度. 为提高软磁复合材料的性能, 有机-无机复合包覆备受关注, 其综合了有机和无机包覆材料的优势, 如较高的电阻率、良好的温度稳定性和理想的压制性能. A. H. Taghvaei 等^[32] 首先通过湿化学法在铁粉上形成一层磷酸铁薄层, 然后将质量分数为 0.7% 的酚醛树脂包覆在磷化粉末表面, 与仅用磷酸盐处理的粉末相比, 经有机-无机复合包覆所制得的软磁复合材料损耗因子减少了约 85%. K. L. Li 等^[33] 选择磷酸盐和有机树脂作为绝缘层, 制备了具有多层包覆结构的铁粉基软磁复合材料, 包覆后粉末的形态如图 7 所示. 研究表明, 经过工艺优化制备的软磁复合材料具有较高的相对密度 (93.7%) 和电阻率 ($2.23 \times 10^{11} \mu\Omega \cdot m$)、稳定的磁导率 (在 5 ~ 1000 kHz 的频率范围内)、较高的品质因数 (700 kHz 时为 44.8) 和相对较低的磁损耗 (100 kHz 时为 159.0 kW/m^3).

当前对绝缘包覆材料的研究已较为完善, 但由于绝缘包覆处理很大程度上决定了复合材料的密度、磁导率、电阻率、涡流损耗和机械强度, 因此绝缘剂的加入量、包覆层厚度、包覆的均匀程度、包覆层与基体的结合效果仍是制备软磁复合材料过程中需重点关注的问题. 此外, 软磁复合材料绝缘包覆的方法大多仍处于实验室研究的阶段, 开发高效的制备方法以满足产业化需求, 将是软磁复合材料研究领域努

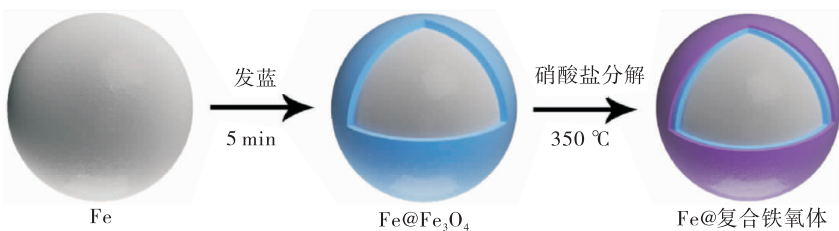


图6 复合磁性相包覆层形成过程示意图^[31]

Fig.6 Schematic diagram of the evolution of the composite-Ferrite coating layer^[31]

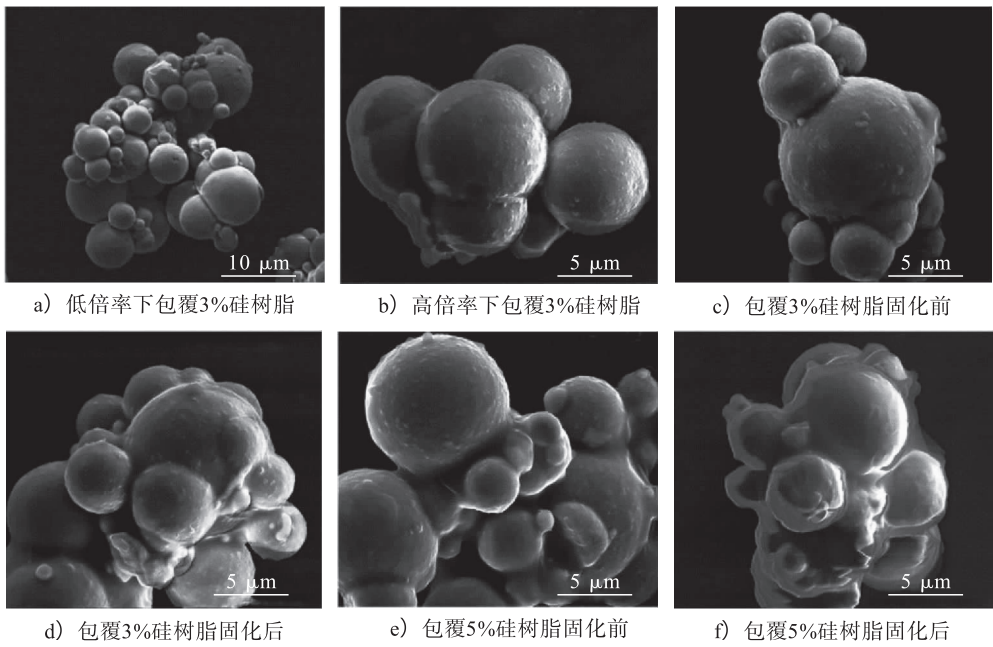


图 7 磷酸-树脂复合包覆后粉末的 SEM 图^[33]

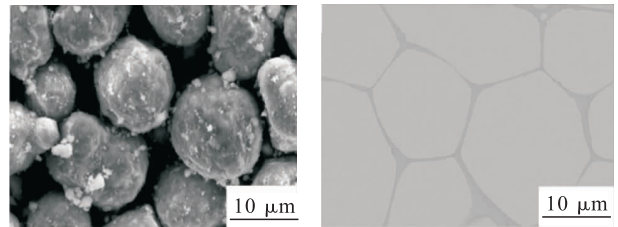
Fig. 7 SEM images of particles after phosphating and resin coating

力的方向.

3 新型制备技术

软磁复合材料的制备过程包含粉末基体选择、绝缘包覆、成型、热处理等过程,通过制备工艺优化可以提升软磁复合材料的性能.近年来,涌现了一些新型制备技术,如等离子烧结 (SPS)、微波烧结、激光烧结等.

SPS 是一种在粉末颗粒间直接通入脉冲电流进行加热烧结的方法,在合成材料制备方面具有烧结温度低和烧结快速的优点,利用 SPS 技术可以避免非晶合金的结晶,可用于制备多种较大尺寸的非晶金属材料. Z. K. Zhao 等^[34]采用 SPS 技术,在 487 °C 的条件下制备了 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5/\text{Zn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 非晶复合材料,其结构如图 8 所示. 该非晶复合材料具有微孔结构和较高的电阻率,这可能是由于 $\text{Zn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 纳米粒子的尖端效应促进了间隙中的局部放电和等离子体的产生,并且放电能量形成了瞬时的局部高温,从而在较低的烧结温度下完成了 $\text{Zn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 粒子的局部烧结和致密



a) 烧结前 b) 烧结后

图 8 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5/\text{Zn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 复合材料的 SEM 图^[34]

Fig. 8 SEM image of the $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5/\text{Zn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ composites^[34]

化;同时,局部高温会刺激相邻的间隙放电,从而促进新放电路径的连续形成,最终完成无定形复合材料的烧结和致密化.

微波烧结是一种过程化的热处理技术,微波加热与传统加热的根本区别在于将热能传递到材料的方式不同.与传统的烧结材料相比,微波烧结制得的复合材料的微观结构、物理和机械性能均得到了改善. R. Bures 等^[35]基于微波烧结技术制备了 Fe/MgO 软磁复合材料,并研究了其显微组织的形成机制、磁性和机械性能.结果表明,当 MgO 的质量分数为 5% 时,经过微

波烧结的软磁复合材料矫顽力从 460 A/m 降低至 290 A/m。

激光烧结集成了 CAD 技术、数控技术和激光加工技术,可迅速制造出任意复杂形状的三维实体零件。为了降低软磁复合材料的涡流损耗,B. Kocsis 等^[36]基于 3D 打印技术,利用激光烧结制备了具有层状结构的 FeSi 合金,其微观组织见图 9。通过 3D 打印技术可以控制材料的微观结构,制备出被高电阻率层隔离的厚度为 20 μm 的铁磁层,有效降低了颗粒间的涡流损耗,这是传统的粉末冶金方法无法做到的。另外,经激光致密化烧结后,复合材料的密度和强度都会得到大幅度的提升。

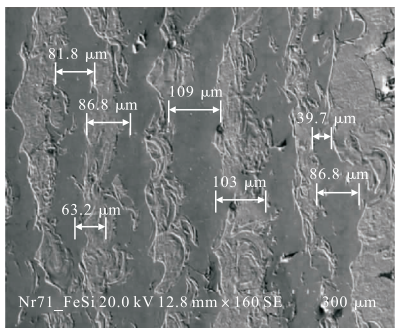


图 9 层状结构 FeSi 合金的微观组织^[36]

Fig. 9 Microstructure of FeSi alloy with layered structure^[36]

作为新型的烧结致密化技术,SPS、微波烧结和激光烧结都是基于快速烧结与活化烧结的有机结合。将这些新技术应用于软磁复合材料的制备,可以实现对软磁复合材料内部微观结构的精确控制。软磁复合材料的微观结构对其性能的影响具有多样性和复杂性,目前对微观结构、软磁性能与制备工艺参数之间相互关系的认识还不够深入,有待进一步的研究。

4 结语

本文从软磁复合材料的磁性基体设计、绝缘包覆处理和新型制备技术 3 个方面对软磁复合材料的研究现状进行了综述,指出了磁性基

体设计时,可通过对不同特性的磁粉进行性能互补或对基体形态进行控制,提高软复合材料的密度和磁导率;经过绝缘包覆处理,可以提高软复合材料的电阻率,降低其涡流损耗,但是非磁性相绝缘材料的加入也会导致材料的磁导率和饱和磁化强度降低;采用等离子烧结、微波烧结、激光烧结等新型制备技术可以有效改善软复合材料的性能。

随着科技的进步和电子元器件高频化、微型化的发展需求,软磁复合材料需要具备低磁损耗和高磁导率的特点,这就需要对软磁基体金属材料做进一步的优化设计,不断深入寻找新的绝缘包覆材料,同时对现有制造工艺进行改良,开发出综合性能更加优良的新型软磁复合材料。欲进一步提升软复合材料的性能,以下问题应重点关注:1) 优化基体成分设计与粒度配合,研发满足高磁导率、低矫顽力、高饱和磁感应强度要求的粉末金属基体;2) 开发新的绝缘包覆材料,重点寻找耐高温、压制性能良好的新材料;3) 创新制备工艺,不断将新型的制备技术应用在软复合材料的开发上;4) 优化制备工艺参数,考虑制备软复合材料的成本,探寻影响磁性能和力学性能的关键因素,综合权衡以确定最优工艺方案;5) 基于软复合材料的复杂结构,创新或完善现有理论模型来指导材料的制备,促进产业化的进程。

参考文献:

- [1] SHOKROLLAHI H, JANGHORBAN K. Soft magnetic composites material[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2007, 189: 1.
- [2] PERIGO E A, WEIDENFELLER B, KOLLAR P, et al. Past, present and future of soft magnetic composites[J]. Applied Physics Reviews, 2018, 5(3): 031301.
- [3] GUTFLEISCH O, WILLARD M A, BRÜCK E, et al. Magnetic materials and devices for the

- 21st century: Stronger, lighter, and more energy efficient [J]. *Advanced Materials*, 2011, 23(7):821.
- [4] CHEN Z H, LIU X S, KAN X C, et al. Phosphate coatings evolution study and effects of ultrasonic on soft magnetic properties of FeSiAl by aqueous phosphoric acid solution passivation [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 783:434.
- [5] 吴琛, 严密. 金属软磁复合材料研究进展[J]. *中国材料进展*, 2018, 37(8):582.
- [6] 刘君昌, 梅云辉, 陆国权. 电力电子中高频软磁材料的研究进展[J]. *材料工程*, 2017, 45(5):127.
- [7] 赵占奎, 邓娜, 咎朝, 等. 高性能软磁材料研究进展[J]. *长春工业大学学报(自然科学版)*, 2012, 33(5):521.
- [8] LIU D H, LIU X, WANG J, et al. The influence of Fe nanoparticles on microstructure and magnetic properties of Fe-6.5wt% Si soft magnetic composites [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 835:155215.
- [9] NEAMTU B V, BELEA A, POPA F, et al. Properties of soft magnetic composites based on Fe fibres coated with SiO₂ by hydrothermal method [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 826:154222.
- [10] LI W C, CAI H W, KANG Y, et al. High permeability and low loss bioinspired soft magnetic composites with nacre-like structure for high frequency applications [J]. *Acta Materialia*, 2019, 167:267.
- [11] HEMMATI I, MADAAH H R, KIANVASH A. The correlations between processing parameters and magnetic properties of an iron-resin soft magnetic composite [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2006, 305:147.
- [12] MADEA T, TOYODA H, IGARASHI N, et al. Development of super low iron-loss P/M soft magnetic material [J]. *SEI Tech Rev*, 2005, 60:3.
- [13] SLUSAREK B, JANKOWSKI B, SOKALSKI K, et al. Characteristics of powerloss in soft magnetic composites a key for designing the best values of technological parameters [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, 581:699.
- [14] KOLLAR P, BIRCAKOVA Z, FÜZER J, et al. Power loss separation in Fe-based composite materials [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2013, 327:146.
- [15] 周帮. 非晶/无机氧化物复合磁粉芯的制备及其软磁性能研究[D]. 大庆: 东北石油大学, 2019.
- [16] WU S, SUN A Z, ZHAI F Z, et al. Annealing effects on magnetic properties of silicone-coated iron-based soft magnetic composites [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2012, 324:818.
- [17] WU S, FAN J L, LIU J X, et al. Synthesis and magnetic properties of soft magnetic composites based on silicone resin-coated iron powders [J]. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 2018, 31:587.
- [18] WU S, SUN A Z, LU Z W, et al. Fabrication and properties of iron-based soft magnetic composites coated with parylene via chemical vapor deposition polymerization [J]. *Materials Chemistry and Physics*, 2015, 153:359.
- [19] WU S, PAN S L, LIU J X, et al. Effect of compaction parameters on the magnetic and corrosive properties of soft magnetic composites with parylene insulation [J]. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 2019, 32:4033.
- [20] LUO D H, WU C, YAN M. Incorporation of the Fe₃O₄ and SiO₂ nanoparticles in epoxy-modified silicone resin as the coating for soft magnetic composites with enhanced performance [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic materials*, 2018, 452:5.
- [21] TAGHVAEI A H, EBRAHIMI A, GHAFARI M, et al. Magnetic properties of iron-based soft

- magnetic composites with MgO coating obtained by sol-gel method [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2010, 322: 808.
- [22] YAGHTIN M, TAGHVAEI T H, HASHEMI B, et al. Effect of heat treatment on magnetic properties of iron-based soft magnetic composites with Al₂O₃ insulation coating produced by sol-gel method [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, 581: 293.
- [23] WU S, SUN A Z, LU Z W, et al. Magnetic properties of iron-based soft magnetic composites with SiO₂ coating obtained by reverse microemulsion method [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2015, 381: 451.
- [24] ZHENG J W, ZHENG H D, LEI J, et al. Structure and magnetic properties of Fe-based soft magnetic composites with an Li-Al-O insulation layer obtained by hydrothermal synthesis [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 816: 152617.
- [25] DING W, JIANG L T, LIAO Y Q, et al. Effect of iron particle size and volume fraction on the magnetic properties of Fe/silicate glass soft magnetic composites [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2015, 378: 232.
- [26] HU F, NI J L, FENG S J, et al. Low melting glass as adhesive and insulating agent for soft magnetic composites: Case in FeSi powder core [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2020, 501: 166480.
- [27] PITTINI-YAMADA Y, PERIGO E A, HAZAN Y D, et al. Permeability of hybrid soft magnetic composites [J]. *Acta Materialia*, 2011, 59(11): 4291.
- [28] LI W C, WANG Z, YING Y, et al. In-situ formation of Fe₃O₄ and ZrO₂ coated Fe-based soft magnetic composites by hydrothermal method [J]. *Ceramics International*, 2019, 45(3): 3864.
- [29] XIE Y, YAN P, YAN B. Enhanced soft magnetic properties of iron-based powder cores with Coexistence of Fe₃O₄-MnZnFe₂O₄ nanoparticles [J]. *Metals*, 2018, 8(9): 702.
- [30] YANG B, LI X, YANG X, et al. Chemical synthesis of Fe/Fe₃O₄ core-shell composites with enhanced soft magnetic performances [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2017, 428: 6.
- [31] LI W C, PU Y Y, YING Y, et al. Magnetic properties and related mechanisms of iron-based soft magnetic composites with high thermal stability in situ composite ferrite coating [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 829: 154533.
- [32] TAGHVAEI A H, SHOKROLLAHI H, JANGHORBAN K. Magnetic and structural properties of iron phosphate-phenolic soft magnetic composites [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2009, 321: 3926.
- [33] LI K L, CHENG D N, YU H Y, et al. Process optimization and magnetic properties of soft magnetic composite cores based on phosphated and mixed resin coated Fe powders [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2020, 501: 166455.
- [34] ZHAO Z K, SUN Y T, WANG M G, et al. Interfacial behavior of Fe₇₆Si₉B₁₀P₅/Zn_{0.5}Ni_{0.5}Fe₂O₄ amorphous soft magnetic composite during spark plasma sintering process [J]. *Progress in Natural Science (Materials International)*, 2016, 26(1): 85.
- [35] BUREŠ R, FÁBEROVÁ M, KOLLÁR P, et al. Microwave sintered Fe/MgO soft magnetic composite [J]. *Acta Physica Polonica A*, 2017, 31(4): 780.
- [36] KOCSIS B, FEKETE I, VARGA L K. Metallographic and magnetic analysis of direct laser sintered soft magnetic composites [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2020, 501: 166425.



引用格式:胡光武,张超钦,邬可可. 地址语义驱动的服务功能链架构方案研究[J]. 轻工学报,2020,35(5):71-79.

中图分类号:TP393.2 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.010

文章编号:2096-1553(2020)05-0071-09

地址语义驱动的服务功能链架构方案研究

Research on the architecture of address semantics-driven service function chaining

胡光武¹,张超钦²,邬可可¹

HU Guangwu¹,ZHANG Chaoqin²,WU Keke¹

1. 深圳信息职业技术学院 计算机学院,广东 深圳 518172;

2. 郑州轻工业大学 计算机与通信工程学院,河南 郑州 450001

1. School of Computer Sciences, Shenzhen Institute of Information Technology, Shenzhen 518172, China;

2. College of Computer and Communication Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China

关键词:

服务功能链;服务功能路径;地址语义;软件定义网络;中间件

Key words:

service function chaining; service function path; address semantics; software-defined networking; middlebox

摘要:针对服务功能链(SFC)服务功能路径建立机制中存在的数据流分类粒度不灵活、数据包转向机制开销较大等问题,提出一种地址语义驱动的服务功能链架构方案。该方案创新地将用户的多重语义属性编码于数据包中的IP源地址中,利用软件定义网络(SDN)架构,在定制的中心控制服务器上根据用户的需求形成策略并下发,从而指导流分类器根据地址语义属性对数据流进行灵活分类,同时使SDN转发设备建立基于IPv6源路由技术的数据流转向机制,构建多约束条件下的网络资源动态优化模型,以实现对服务功能链所承载网络资源的动态优化。实验结果表明,本方案可实现动态、灵活、多粒度、负载均衡的服务功能链,较同类型方案,本方案构建的服务功能链效率更高、时延更短,可作为一种为大型ISP/ICP提供多样化、智能化网络服务的解决方案。

收稿日期:2020-04-18

基金项目:深圳市基础研究项目(JCYJ20170817115335418);广东省自然科学基金项目(2018A030313746)

作者简介:胡光武(1980—),男,湖南省桃源县人,深圳信息职业技术学院副研究员,博士,主要研究方向为计算机网络体系结构和网络安全。

通信作者:张超钦(1978—),男,河南省柘城县人,郑州轻工业大学副教授,博士,主要研究方向为计算机网络体系结构。

Abstract: To address the shortcomings that existed in the establishment of SFC service function path, such as inflexible dataflow classification and high cost of flow steering, an address semantics-driven service function chaining architecture scheme was proposed. The scheme creatively encoded multiple semantic attributes of users into the IP source address, and used a software-defined network (SDN) architecture to form and issue policies based on user needs on a customized central control server, thereby instructing the flow classifier to flexibly classify data flows based on the semantic attributes of addresses. At the same time, SDN forwarding equipment established the data flow diversion mechanism based on IPv6 source routing technology. A dynamic optimization model of network resources under multiple constraints was constructed to achieve dynamic optimization of network resources carried by the service function chain. Experiment results showed that the scheme could build a dynamic, flexible, multi-granularity, load-balancing service function chain. Compared with the same type of scheme, the service function chain constructed by the scheme was more efficient and had less delay, and could be the best candidate for large ISP/ICP to provide diversified and intelligent network services.

0 引言

近年来,随着互联网规模的不断扩大和网民数量的急骤增长,互联网用户向网络提供商(ISP)和网络内容提供商(ICP)提出了多样化、差异化的服务需求^[1].为满足这些需求,ISP/ICP一般通过在网络中部署多种网络中间件设备(如防火墙、流量整形、WEB缓存、代理服务、入侵检测系统、网络地址转换、负载均衡设备等),并组合其提供的服务功能SF(service function)予以实现^[2-3].但是,传统的中间件设备基本都架构在网络设备厂商专属的硬件上,一般只能提供单一的服务功能,具有封闭性和专属性,且严重依赖网络的物理拓扑.这就导致网络管理者在增加或者调整网络服务时,极易出现配置错误,且人力成本较高.同时,网络管理者无法使用上层统一的管理策略表达,也无法动态地调整服务功能.而错误地改变一个或多个服务功能实例可能引发错误叠加效应,进而导致数据流引导的环路或黑洞^[4].这些问题不仅给网络的管理带来巨大的成本,同时也阻碍了网络的演进和创新.

软件定义网络SDN(software-defined networking)^[5]和网络功能虚拟化NFV(network functions virtualization)^[6]技术是为解决当前网络服务创新能力不足而提出的解决方案.SDN

将控制与转发平面分离,并将控制平面形成逻辑集中的控制器决策层,进而指导转发元素专注于数据包的转发.借助于SDN的网络编程能力和控制器提供的全局网络拓扑视图,网络管理者可以灵活制定上层网络策略,加快新协议、新功能的部署,实现网络功能创新.而NFV将物理资源与逻辑功能分离,以软件的方式实现传统必须基于硬件的网络功能,并可以部署于虚拟机或者普通服务器上,从而完成网络功能的快速部署与迁移,降低网络管控成本,实现网络功能的扩展.

近年来,在SDN、NFV等新技术的支持下,为了更好地满足上层业务需求,减少服务功能部署和管理成本,提高服务功能、中间件的灵活组合和动态调整能力,国际互联网工程组(IETF)和学术界提出了服务功能链SFC(service function chaining)或网络服务链NSC(network service chaining)的概念,简称“服务链”.然而截至目前,学术界和工业界对服务功能链还没有一种统一而明确的定义.IETF将其定义为“数据包必须经过的一组抽象服务特定序列”^[7],而学术界将其定义为“一种基于网络功能关联、运营商级别的持续交付服务组合”^[8]、“一组能够处理特殊应用的传输(数据平面)、控制、监视(控制平面)数据流的链序服务集合”^[9].基于此,本文对服务功能链尝试给

出的定义是“一种使数据流根据策略按序经过部署的一系列服务功能组合,为用户提供差异化网络服务的技术”。

在数据层面上,服务功能链主要通过数据包打标签^[10-11]、隧道封装^[12]、OpenFlow 多级流表^[13-14]等方法建立数据包的转向机制,从而使数据流按序经过服务功能节点 SFN (service function node);而在管理控制层面,网络管理者无须关心底层数据流分类、路由调度、数据包处理等细节,只需通过集中管控的服务链管理平台,将传统的中间件设备或者 NFV 环境下的服务功能识别为服务功能节点或服务功能实例,通过上层策略定义实现服务链的描述、构建和动态调整,从而构建出自定义的服务功能路径。

鉴于服务功能链具有解耦服务功能与物理拓扑之间紧耦合关系的能力,给网络管理和部署带来了极大的便利性,ISP 和 ICP 期望利用该技术构建动态的服务功能组合,从而为用户提供灵活性、多样化、差异化、定制化的服务。目前,利用 SDN、NFV 和相关技术构建服务功能链,助力传统网络服务进行变革,在学术界和工业界已形成共识,成为当前的研究热点。IETF 为此专门成立了 SFC 工作组^[15],主要负责服务功能链的场景描述、方案架构、路由机制、数据包格式等标准化的制定工作;欧洲电信标准化协会(ETSI)则成立了 NFV 工作组^[16],主要关注服务功能链应用于纯虚拟化/半虚拟化环

境的策略编排、流量调度与优化、控制器实现等问题;而学术界则集中对服务链的架构、策略定义、数据流与服务功能路径的映射机制、路由调度、数据流在服务功能处理前后的识别、服务功能实例的放置和负载均衡等问题进行研究。

目前针对服务功能链的研究成果较为分散,且学术界和工业界尚未形成统一、完整、可部署的技术架构方案。鉴于此,本文针对现有研究流分类粒度(五元组方式)不灵活、数据流转向机制开销较大等问题,拟提出一种地址语义驱动的服务功能链架构方案,以期为大型 ISP/ICP 提供多样化、智能化的网络服务提供解决方案。

1 地址语义驱动的服务功能链架构和关键技术

1.1 架构设计

服务功能链简单场景示意图如图 1 所示。流分类器首先对用户数据流进行分类,之后根据流分类结果使不同的数据流按序经过流量整形、地址转换、WEB 代理等中间件,形成 3 个不同的服务链,分别为 BT 数据流提供整形服务、为其他数据流提供地址转换服务、为 HTTP 数据流提供缓存服务。在大型网络的实际使用场景中,服务链的构成更加复杂,除了图 1 所示的单向路径服务链外,还有对称路径服务链、混合路径服务链等。其中,对称路径服务链要求数据

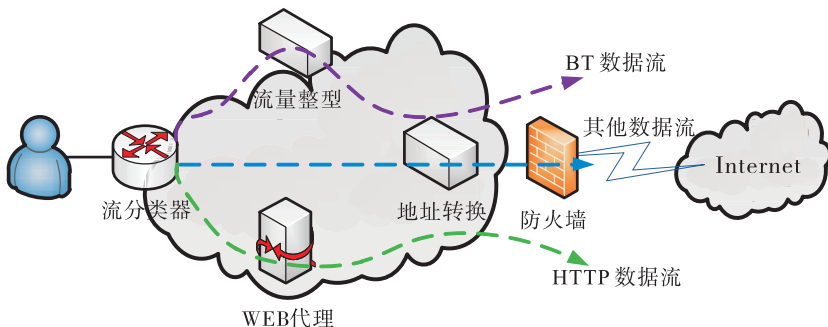


图 1 服务功能链简单场景示意图

Fig. 1 The scenario illustration of SFC

流经过的服务功能路径 SFP(service function path) 必须是对称的,而混合路径服务链则是单向路径服务链和对称路径服务链的混合,还可能包含有服务功能组合的环路.在数据流的引导策略控制下,服务功能路径的构建无须再依赖于物理网络拓扑,并可指导数据流按策略按序经过每一个服务功能节点,直至被最后一个节点处理后再按路由转发.

服务链可以用以下模型予以描述.若将服务功能节点记为 SFN ,那么一个服务链可以表示为 $SFC = \{SFN_1, SFN_2, \dots, SFN_m\}$,表明该服务链使数据包按序经过所列各节点;服务链策略则包含了多个服务的定义,即 $Policy = \{SFC_1, SFC_2, \dots, SFC_n\}$.另外,为了使数据流按服务功能节点顺序流转,在当前服务功能节点 SFN_i 上,还必须部署转发规则集合 $FR_{SFN_i} = \{(flow_j, SFN_{i+1}, Port_r)\}$,使得数据流 $flow_j$ 从其端口 $Port_r$ 转发给下一个服务功能节点 SFN_{i+1} .

结合 SDN、NFV 架构和实际需求,本文设计的由地址语义驱动的服务功能链总体架构如图 2 所

示,其自上而下包含 3 个层次,分别是 SFC 策略编排层、SFC 策略执行层和基础设施层.其中, SFC 策略编排层直接面向管理用户,由用户根据需求定义数据流的分类属性、服务功能路径组成,以及数据流与服务功能路径的映射关系; SFC 策略执行层在网络全局视图的支持下,将 SFC 策略和流分类策略形成逻辑上的映射关系: $\langle \text{服务链}, \text{数据流}, \text{拓扑路径} \rangle$,最终通过规则生成器将该映射关系转换成 SDN 的南向规则(如 OpenFlow^[17], POF^[18]),并下发至基础设施层的 SDN 交换机;基础设施层的流分类器根据执行层下发的映射规则,对数据流进行分类后,将其映射的服务功能路径中所有服务功能节点的 IP 地址,以源路由的方式按序加入源路由包头并进行转发,同时网络中的传统路由器只需按源路由的方式进行转发即可.而当数据包被某个服务功能节点处理后,其源路由包头应删除当前节点的 IP 地址,并向后续节点转发,最终完成服务功能节点的遍历,从而实现服务功能路径的流转.

1.2 地址语义驱动的数据流分类机制

传统网络流的定义由 $\langle \text{源地址}, \text{目的地址}, \text{源端口}, \text{目的端口}, \text{协议号} \rangle$ 五元组来确定.然而,作为服务功能链的服务对象,这样固定的流分类粒度并不灵活.例如,某服务要对 VIP 组的用户进行质量服务保证,当所有 VIP 组用户并非处于同一个子网或者由同一个设备提供接入服务时,传统方案必须为每个用户在其接入交换机上配置访问控制规则.而当用户因为更换接入位置或者移动访问导致 IP 地址发生变化时,网络必须删除旧规则并重新下发新规则,这就给网络的管理带来了不便.

为了提高数据流分类的灵活性和多重粒度性,本文提出地址语义驱动的数据流分类机制,其思路是将用户身份多重属性语义(如身份标签、身份组、接入交换机、所在子网等)有机地

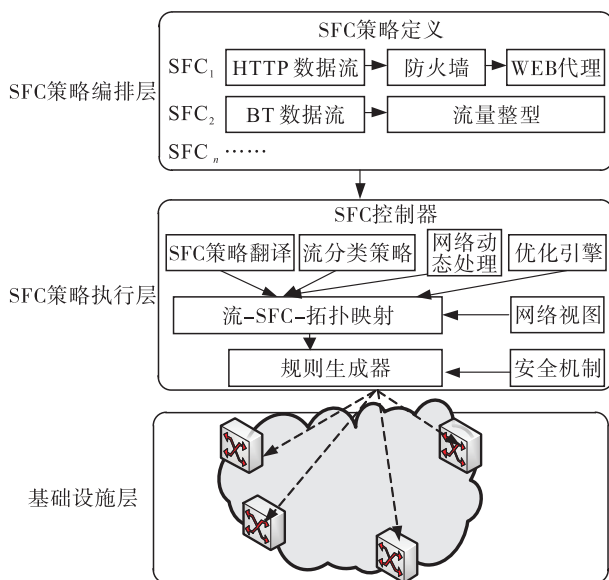


图 2 地址语义驱动的服务功能链架构

Fig. 2 The architecture of address semantics-driven SFC

组合到用户主机 IPv6 地址的后 64 位中,形成用户唯一的地址语义标签 (ASL), 即:
 $ASL(U_i) = f_1(P_{i,1}, P_{i,2}, \dots, P_{i,n})$.

该机制使得用户的 IPv6 地址变为: <子网前缀 Prefix(64 位), 用户地址语义标签 ASL(64 位)>. 在具体实现方式中, 可由管理者自行定义属性组合. 主机对以上 IPv6 地址的获取方式, 可通过改进 DHCPv6 协议来实现, 即当 DHCP 服务器在收到主机的 DHCPv6 Request 报文后, 通过查询后台用户身份数据库、确认请求主机的身份后, 根据管理员策略, 将用户的多重属性编码于 IPv6 地址中, 并以 DHCPv6 Offer 报文返回给用户.

流分类器收到用户数据包后, 首先对其进行分类, 然后根据分类结果为其建立服务功能路径. 本机制可根据上层定义的策略按应用类型、源地址、目的地址、用户组、所在楼宇、所在子网等多种单一语义灵活地对数据流进行分类, 也可以通过以上语义的组合进行分类, 即

$$Classifier(Packet_{U_i}) = f_2(P_{i,1}, P_{i,2}, \dots, P_{i,n})$$

尽管 OpenFlow 不能对 IP 地址语义进一步解析, 但华为的 POF^[18] (protocol oblivious forwarding) 协议可对任意字段进行任意长度的匹配. 因此, 本机制不需要改变转发设备的软硬件架构, 直接采用支持 POF 协议的 SDN 交换机即可实现流分类器功能.

可实现流分类器功能.

1.3 基于 IPv6 源路由的服务功能路径建立机制

分类之后的数据流应按服务功能路径 (SFP) 转发, 使属于同一流的数据包按定义的服务功能组合顺序流转. 目前, SFP 的建立机制主要通过 SDN 交换流表设计、多重隧道封装、设定标签 (在数据包中插入下一个服务功能的标签)、设计专门的网络包头来实现^[19], 但以上方案在交换机转发效率、数据包载荷比、可实现性等方面存在不足. 本文利用 IPv6 源路由 SRv6^[20] 技术, 提出了服务功能路径建立机制 (见图 3).

本机制首先使用 SDN 交换机充当的服务功能接入交换机 SFS (SF switch), 为所有服务功能提供接入服务, 使之能够接受 SFC 控制器的统一控制. 当用户数据包到达流分类器时, 流分类器首先根据 SFC 控制器下发的流分类策略对其进行分类, 根据数据流与服务功能链的映射关系, 对数据包添加源路由包头; 然后, 流分类器将其对应的服务功能路径上所有的服务功能节点 IP 地址、提供接入服务的 SDN 交换机 IP 地址成对地填充至源路由包头中; 最后进行转发.

当数据包流到达第一个服务功能交换机

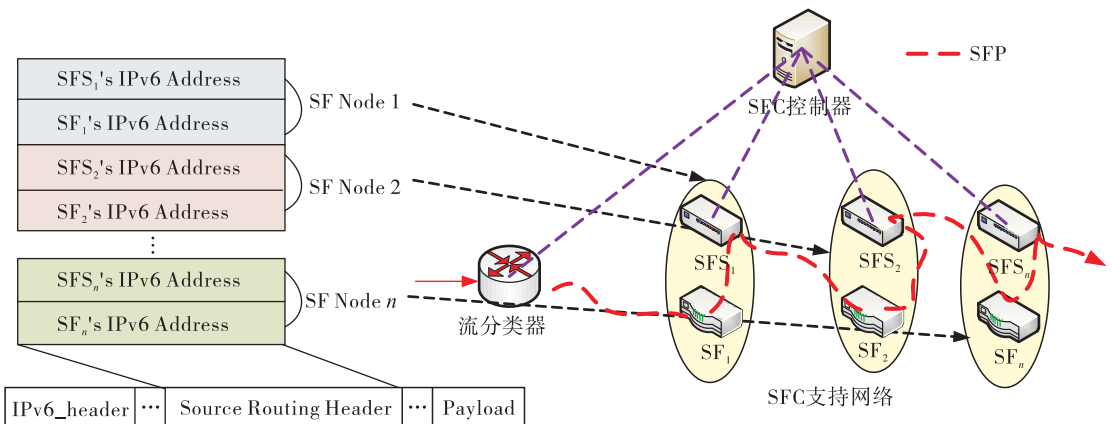


图 3 基于 IPv6 源路由技术的服务功能路径建立机制示意图

Fig. 3 The illustration of SFP establishment mechanism based on IPv6 source routing

(SFS₁)时,该交换机首先对源路由包头进行解析,并按顺序将数据包转发至第一个服务功能(SF₁).当数据包被SF₁处理完毕,重回SFS₁并向下一跳转发之前,SFS₁应删除自身这一跳的源路由对,转发至SFS₂;之后,当数据包被SF₂处理后,SFS₂再删除第二项路由地址.依次循环,直至数据包源路由包头中的IP地址列表为空,再转发至目的地址.

与添加标签、隧道封装等方式相比,本文提出的服务功能路径建立机制的优势在于:不改变现有网络架构和网络协议,只需部署相应的流分类器和服务功能接入交换机至网络对应位置即可.以上两种设备均可由成熟的SDN交换机充当,因此本机制具有易部署、易实现、兼容现在网络资产等优势.

1.4 多约束条件下的网络资源优化模型

为了进一步优化网络资源,防止SF交换机、中间件设备处理能力不足造成的单点故障,链路和路径因数据流分配过多造成网络拥塞等情况,本文对网络资源优化场景进行了建模.设网络拓扑G表示为

$$G = (V, E)$$

其中,V为网络中主要路由器和服务功能的集合,E为以上节点之间的链路(边)集合.本文设计的多约束条件下的服务功能链网络资源优化模型的符号描述如表1所示.

建立的模型在满足相关约束条件的同时,以最大化网络内所有链路的流量比例作为优化目标,即

$$\text{Max } DF$$

$$\forall v \in V_s : \sum_{p \in P} \delta(f(p)) \times \nu_p \leq r_v \quad \text{①}$$

$$\forall e \in E : \sum_{p \in P} f(p) \leq c_e \quad \text{②}$$

$$\forall m \in V_M : \sum_{p \in P} f(p) \leq g_m \quad \text{③}$$

$$\forall td_i : \sum_{p \in P} f(p) \geq DF \times d_i \quad \text{④}$$

$$\forall p \in P : f(p) \geq 0 \quad \text{⑤}$$

表1 服务功能链网络资源优化模型的符号表

Table 1 Notations for network resource optimization model of SFC

符号	意义
V	SDN交换机和服务功能节点的集合
E	链路(边)的集合
P	服务功能路径的集合
K	流量需求集合矩阵
V_s	集合 V 中所有SDN交换机的集合, $V_s \subset V$
V_M	集合 V 中服务功能节点的集合, $V_M \subset V$
r_v	SDN交换机 v 规则表的容量, $v \in V_s$
c_e	链路 e 的处理能力(带宽), $e \in E$
g_m	服务功能节点的流量处理能力, $m \in V_M$
c_p	路径的处理能力,其中 $p \in P$
ν_p	建立路径 p ,在交换机 v 中所需要的规则数量,其中 $v \in V_s, p \in P$
d_i	第 i 条数据流的流量需求
td_i	源节点 src_i 到目标节点 dst_i 的流量需求, $td_i = \langle src_i, dst_i, d_i \rangle, i \in K$
sfc_i	第 i 个服务功能链
$f(p)$	路径 p 所经过的流量比例, $p \in P$
$\delta(f(p))$	当 $f(p) > 0$ 时,则 $\delta = 1$,否则 $\delta = 0$
DF	网络内所有链路的流量比例因子

其中,式①描述了所有流经 v 节点的服务功能路径所需的流规则数量之和应不超过该节点的规则表容量;式②描述了所有经过链路 e 上的服务链总流量应不大于该链路的处理能力;式③描述了所有流经 m 节点的服务链的总流量应不高于该节点的流量处理能力;式④描述了所有经服务功能路径的流量比例之和应不小于每条数据流与链路所承载的流量比例因子,即网络中的每条链路的流量大小应满足服务链的流量需求;式⑤表明路径 p 上的流量比例应不小于0.显然,该模型属于NP-hard问题,无法直接求解,但可设计相关算法并采用cplex、lingo等工具进行近似求解.

2 实验评估

为了测试本文方案的可行性和有效性,采用华为POF虚拟交换机(POFSwitch)作为流分类器,采用软件形式的OpenvSwitch作为服务功

能接入交换机. 而 SFC 控制器则利用开源的 OpenDaylight SDN 控制器来实现, 其下发流分类规则至 POFSwitch, 以及下发数据包转发控制规则至 OpenvSwitch. 此外, 还使用负载均衡、NAT、防火墙等几种典型的服务功能进行方案测试. 在此基础上, 本文重点考察流分类器的处理效率、服务功能交换机的处理效率、服务功能链加载后数据包端到端的时延.

2.1 流分类器的处理效率

数据流的分类是服务功能链实现的第一步, 因此, 流分类器对数据包的处理效率是方案是否可行的关键. 为此, 本文考察了在不同数量属性匹配和不同数据流情况下流分类器的处理效率, 结果如图 4 所示. 由图 4 可以看出, 在匹配的属性个数达到 6 个、处理的数据流达到 1000 个以上时, 流分类器的处理效率开始明显下降, 但仍比 OpenFlow 方案效率高. 其原因在于本方案可以更加灵活地进行语义属性匹配, 而当 OpenFlow 方案匹配字段较多时, 需涉及多层流表, 因此处理效率受到一定影响.

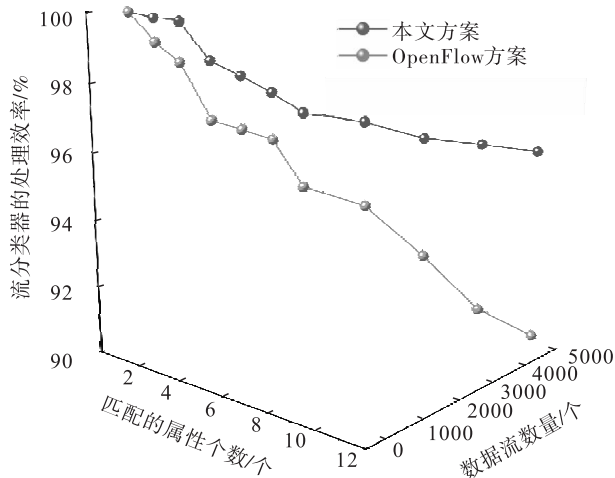


图 4 在不同数量属性匹配和数据流情况下流分类器的处理效率

Fig. 4 The flow classification efficacy comparison between our scheme and OpenFlow with different numbers of matched properties and flows

2.2 服务功能交换机的处理效率

服务功能交换机用于为服务功能提供接入服务, 并将接入的数据包转交给服务功能, 待服务功能处理完毕后, 再将数据包转发至源路由的下一跳, 同时删除当前这一跳的源路由. 因此, 服务功能交换机对数据包的处理效率也是影响服务功能路径建立的重要因素. 本文考察了在不同数据流情况下服务功能交换机的包转发效率和 CPU 压力, 结果如图 5 所示. 由图 5 可以看出, 随着数据流数量的增多, 交换机的包转发效率下降, 但下降幅度不大 ($< 10\%$); CPU 压力明显上升, 特别是当数据流数量达到 2000 个以上时, CPU 压力上升至 30% 左右, 尽管如此, 在 6000 个数据流的情况下, 该交换机的 CPU 压力仍不超过 50%.

2.3 数据包端到端的时延

服务功能链建立后, 数据包端到端的时延说明了服务功能链整体性能的优劣, 将本方案与基准方案 (Ping)、StEERING 方案^[15] 进行对比, 结果如图 6 所示. 由图 6 可以看出, 本方案比基准方案时延稍大, 相差并不明显, 但明显优于 StEERING 方案. 其原因在于, 基准方法只是

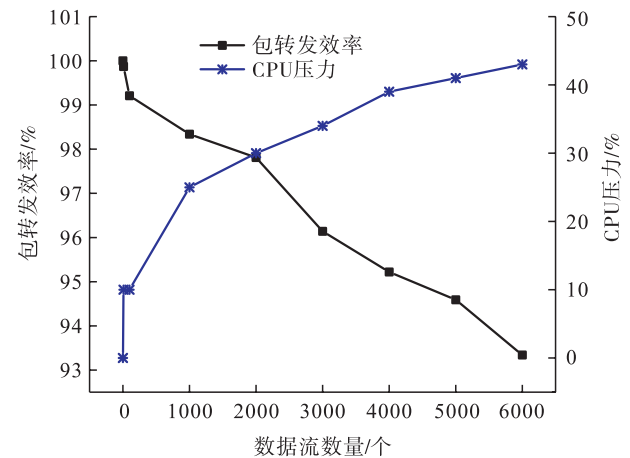


图 5 在不同数据流情况下服务功能交换机的包转发效率和 CPU 压力

Fig. 5 The packet forwarding efficacy and CPU pressure of SFS with different numbers of flows

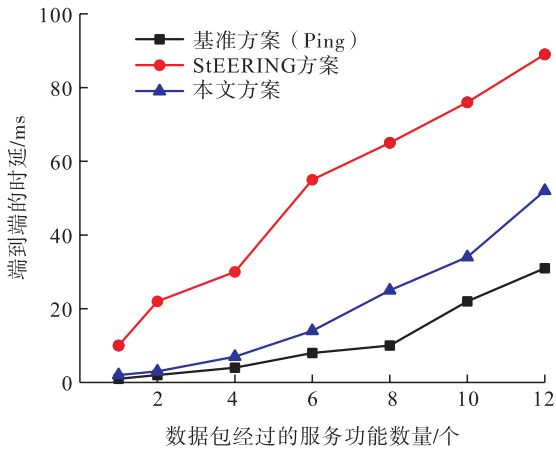


图6 服务功能链在不同服务功能数量时的数据包端到端时延

Fig. 6 The packets end-to-end latency of SFC with different numbers of service functions

表示数据包经过路由器节点往返的时间,并无服务功能对其进行处理,而 StEERING 方案是通过在 OpenFlow 交换机中创建多级流表,并对服务功能序列进行编码,以此完成数据流在不同服务功能实例之间的引导,本文方案则利用源路由的方式,交换机直接参与解析,因此更加高效。

3 结语

本文提出了一种地址语义驱动的服务功能链架构方案,包括地址语义编码和数据流分类机制、基于源路由技术的服务功能链路径建立机制,以及多资源约束条件下的服务功能链动态优化模型。实验结果表明,本方案可实现动态、灵活、多粒度、负载均衡的服务功能链,与同类型方案相比,本方案构建服务的功能链具有更高的效率和更短的时延,可作为一种为大型 ISP/ICP 提供多样化、智能化网络服务的解决方案。下一步拟结合人工智能的方法对链路流量进行预测研究,从而更好地对服务链的上层策略进行设计。

参考文献:

- [1] 中国互联网信息中心. 第44次中国互联网络发展状况统计报告[R/OL]. (2019-08-27)[2020-02-01]. <http://www.cnnic.net.cn/hlwfzyj/hlwzxbg/hlwtjbg/201908/P02019-0830356787490958.pdf>.
- [2] QUINN P, KUMARS, AGARWALP, et al. Network service chaining problem statement[S]. IETF RFC7498, 2015.
- [3] BHAMARE D, JAIN R, SAMAKA M, et al. A survey on service function chaining[J]. Journal of Network & Computer Applications, 2016, 75(11):138.
- [4] SHERRY J, HASAN S, SCOTT C, et al. Making middleboxes someone else's problem: Network processing as a cloud service[C]//Proceedings of the ACM SIGCOMM2012 Conference on Applications, Technologies, Architectures, and Protocols for Computer communication. New York:ACM, 2012:13.
- [5] MCKEOWN N, ANDERSON T, BALAKRISHNAN H, et al. OpenFlow: Enabling innovation in campus networks[J]. SIGCOMM Computer Communication Review, 2008, 38(2):69.
- [6] LIY, CHENM. Software-defined network function virtualization: A survey[J]. IEEE Access, 2015, 3:2542.
- [7] HALPERNJ, PIGNATARO C. Service function chaining (SFC) architecture[S]. IETF RFC 7655, 2015.
- [8] JOHN W, PENTIKOUSIS K, AGAPIOU G, et al. Research directions in network service chaining[C]//Proceedings of 2013 IEEE SDN for Future Networks and Services (SDN4FNS). Piscataway:IEEE, 2013:1.
- [9] MEDHATAM, TALEB T, ELMANGOUSH A, et al. Service function chaining in next generation

- networks; State of the art and research challenges [J]. IEEE Communications Magazine, 2017, 55(2):216.
- [10] HUANG C C, ZHU J F. Service forwarding label for network function virtualization and application-centric traffic steering [C] // Proceedings of International Joint Conference on E-business & Telecommunications. Piscataway: IEEE, 2015.
- [11] FAYAZBAKHSI S K, CHIANG L, SEKAR V. Enforcing network-wide policies in the presence of dynamic middlebox actions using flowtags [C] // Proceedings of the 11th USENIX NSDI. Berkeley: USENIX Association, 2014:533.
- [12] QAZI Z A, TU C C, CHIANG L, et al. Simplifying middlebox policy enforcement using SDN [C] // Proceedings of ACM SIGCOMM. New York: ACM, 2013:27.
- [13] ZHANG Y, BEHESHTI N, BELIVEAU L, et al. Steering: A software-defined networking for inline service chaining [C] // Proceedings of IEEE ICNP. Piscataway: IEEE, 2013.
- [14] VU A V, KIM Y H. An implementation of hierarchical service function chaining using OpenDaylight platform [C] // Proceedings of IEEE NetSoft. Piscataway: IEEE, 2016.
- [15] IETF. Service function chaining (sfc) [EB/OL]. (2013 - 05 - 01) [2020 - 03 - 27]. <https://datatracker.ietf.org/wg/sfc/about/>.
- [16] ETSI. Standards for NFV [EB/OL]. (2012 - 11 - 01) [2020 - 03 - 27]. <http://www.etsi.org/technologies-clusters/technologies/nfv>.
- [17] ONF. Openflow switch specification Version 1.5 [EB/OL]. (2011 - 10 - 01) [2020 - 03 - 27]. <https://www.opennetworking.org/wp-content/uploads/2014/10/openflow-switch-v1.5.1.pdf>.
- [18] SONG H Y. Protocol-oblivious forwarding: Unleash the power of SDN through a future-proof forwarding plane [C] // Proceedings of 2nd ACM SIGCOMM Workshop Hot Topics Software Defined Network. New York: ACM, 2013:127.
- [19] QUINN P, GUICHARD J. Service function chaining: Creating a service plane via network service headers [J]. Computer, 2014, 47(11):38.
- [20] FILS FILS C, PREVIDI S, GINSBERG L, et al. Segment routing architecture [S]. IETF RFC 8402, 2018.



引用格式:姚妮,高政源,娄坤,等. 基于 BERT 和 BiGRU 的在线评论文本情感分类研究[J]. 轻工学报,2020,35(5):80-86.

中图分类号:TP183 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.011

文章编号:2096-1553(2020)05-0080-07

基于 BERT 和 BiGRU 的 在线评论文本情感分类研究

Research on sentiment classification for online reviews based on BERT and BiGRU

姚妮,高政源,娄坤,朱付保

YAO Ni,GAO Zhengyuan,LOU Kun,ZHU Fubao

郑州轻工业大学 计算机与通信工程学院,河南 郑州 450001

College of Computer and Communication Engineering, Zhengzhou University of Light Industry,
Zhengzhou 450001, China

关键词:

深度学习;情感分类;
BERT;Word2Vec;
BiGRU

Key words:

deep learning;
sentiment classification;
BERT;Word2Vec;
BiGRU

摘要:针对互联网用户在线评论文本情感分类不准确的问题,提出一种基于 BERT 和 BiGRU 的在线评论文本情感分类模型. 该模型首先使用 Word2Vec 框架对文本内容进行词向量表示,然后利用 BERT 预训练语言模型提取词向量的深层动态表示,最后将其输入 BiGRU 网络进行情感分类. 实验结果表明,与双向 LSTM 结合 Attention 机制模型(W2V-BiLSTM-Attention)、传统卷积神经网络模型(W2V-CNN)和传统循环神经网络模型(W2V-RNN)相比,本文模型的 *MicroF1* 值最高(0.91),分类效果最好.

收稿日期:2020-07-01

基金项目:河南省 2020 年科技发展计划项目(202102210384);郑州轻工业大学 2019 年众创空间孵化项目(2019ZCKJ228)

作者简介:姚妮(1978—),女,湖南省桑植县人,郑州轻工业大学实验师,主要研究方向为智能医疗、信息处理技术.

Abstract: Aiming at the problem of inaccurate sentiment classification for online comment texts of Internet users, an online reviews sentiment classification model was proposed based on BERT and BiGRU. The model used the Word2Vec framework to represent the word vector of the text content, then extracted the deep dynamic representation of the word vector by the BERT pre-training model, and finally input it into the BiGRU network for sentiment classification. The experimental results demonstrated that compared with the dual-path LSTM combined with Attention mechanism model (W2V-BiLSTM-Attention), traditional convolutional neural network model (W2V-CNN) and traditional recurrent neural network model (W2V-RNN), the *MicroF1* value of this model was the highest (0.91) with the best classification results.

0 引言

随着信息技术水平的不断提升和互联网产业的飞速发展,越来越多的互联网应用已经渗入到人们生活的方方面面.普通用户与网络应用之间的交互越来越频繁,互联网用户群体的角色逐渐从互联网内容信息的浏览者演变为创造者.在这个过程中,用户可以在媒体平台上提出情感态度型的观点和评论,对其进行检测和分类不仅可以产生巨大的商业价值,还可以维护互联网环境的安全与整洁.因此,对互联网在线评论数据中的主观性文本进行情感分析有着重要意义^[1].

传统的情感分析方法主要是使用情感词典进行情感分析,B. Liu 等^[2]提出了几种构建情感词典的方法,通过对情感极性的标注和匹配,实现了对情感类型的计分和分类;周咏梅等^[3]使用信息熵来识别微博中评论的情感类型,结合 SO-PMI 算法选择情感词,构建了中文微博的情感词典.但由于信息量的不断增长,以及新型词汇的不断出现,基于情感词典的情感分析方法效果欠佳.近年来,机器学习方法的研究和应用不断深入,已逐渐成为情感分析的主流. B. Pang 等^[4]最早使用机器学习方法进行电影评论数据的情感分析,实验结果表明,基于机器学习的智能算法明显优于基于情感词典的规则算法.姜杰^[5]结合领域规则和机器学习方法提取更为丰富的情感特征,将其融入机器学习分类模型,在微博情感分类实验中分类性能明显优于规则算法.由于文本数据

的复杂多变,所以传统的机器学习方法无法学习到文本中的深层次语义信息,进而导致在一些情感分析任务中无法准确分类.

深度学习方法具有更好的特征表示能力和更高的分类能力,因此基于深度学习的情感分析方法成为研究热点.王利利^[6]通过规范化字符层面上的卷积神经网络(CNN)进行情感分类研究. R. Socher 等^[7]提出了循环神经网络(RNN)、递归神经张量网络(RNTN)等多个递归神经网络,其中 RNTN 模型通过使用句法分析树来获取词语的情感信息,然后通过求和来确定语句的情感类别.随着迁移学习的不断发展,预训练语言模型为基于大数据的情感分类提供了新的思路.鉴于此,本文拟基于 BERT (bidirectional encoder representations from transformers) 预训练语言模型,结合双向长短期记忆神经网络(BiGRU)设计 BERT + BiGRU 分类模型,对互联网在线文本评论数据进行情感分类,以提高情感分类的准确性.

1 数据与文本格式化

1.1 数据来源

本文采用国内图灵联邦平台上的情感分类练习赛所提供的数据集^[8]来进行模型的训练和实验评估.该数据集包括互联网线上各大电商平台商品评论数据、新闻媒体平台的新闻评论数据等共 16 000 余条.数据样例如图 1 所示,其中在 label 列中,0 代表消极评论(负向),1 代表积极评论(正向),2 代表中性评论(中性).

	id	text	label
1	10315	性价比不错,但降价太快...。买时4199元十天前,现在3999	2
2	9906	房间温度就最低,而且外面也不是很冷,真是想不明白,换了一个房间,还是一样,只好退房了!	1
3	15220	热水器很漂亮,而且比实体店实惠多了。配的配件齐全,安装后使用了一下,加热很快。超赞!	1
4	2928	总是Thinkpad系列的,系统的稳定性比较好,散热也做得不错,VISTA界面很漂亮。	1
5	16726	华语乐坛未来的巨星接班人,蒙牛酸酸乳巨星梦想学院也为他提供了赴韩国进行音乐游学的机会。	1
6	4452	该要怎样做。是一本讲解设计之道而不是设计之艺术的书。翻译得也不错。启发很多,受益匪浅。对	1
7	4116	有些区别的可能是自己没有一个人住过,所以没共鸣,书没看完就放一边了...还好就买了一本她的书	0
8	5206	最喜欢邓佑真,一如她名字里的真字,她真是十分讨喜的主角。画面感很好,大概是因为要电视	2
9	15291	剧作。3屏幕有些偏色,图片显示也不够靓丽,由于是STN屏幕的原因,强光环境下屏幕显示不清。	2
10	7651	共了双床房但是印象大打折扣补充点评2008年3月24日温泉住店客人是98池是46另外收费的	2
11	1193	则超过三天就要求用户取消订单重新订认为不人性化,应当在10天内用户在用户的要求下都可以才好	0
12	12045	外出携带,京东客服电话太难打,基本是摆设。触摸板那里温度高,包装箱被拆开过,不知何故。	0
13	16710	是背景很好罢了,选择在这样一个竞争激烈的时代,写了那么一个催人奋进的故事,文笔不咋地。	0
14	16011	价格不高,觉得是占了便宜,没想到去了之后,房间有很怪的味道,想换房间说没有了,四周都在	1
15	3154	蒙牛手工饼干搭配不错慢慢复习非家西点铺	1

图 1 数据样例

Fig. 1 Data samples

1.2 Word2Vec 词向量表示

Word2Vec 框架由 T. Mikolov 等^[9]于 2013 年提出,它通过深度神经网络模型将词映射到低维的实数向量空间上,从而得到词向量表示,并通过该向量空间上的词相似度来表示文本语义上的相似度. 该框架由两个神经网络语言模型组成:连续词袋(CBOW)模型和 Skip-gram 模型. 考虑到训练过程中的效率问题,两种模型均采用只包含输入层、隐藏层和输出层的浅层神经网络进行训练.

CBOW 模型通过已知上下文单词对当前单词出现的概率进行预测,其结构如图 2 所示. 该模型的输入为需要预测的词其周围词的 One-Hot 编码向量,继而通过前向传播加反向传播进行训练,最后得到词向量矩阵 $W_{V \times N}$. CBOW 模型在输入层到隐藏层的映射中进行权值共享以提高训练效率.

Skip-gram 模型通过中间单词预测上下文单词,其结构如图 3 所示. 该模型输入的是某个词的 One-Hot 编码后的向量,经由隐藏层线性组合到输出层,输出为该单词上下文的 One-Hot 编码,通过反向传播优化损失函数得到最后的词向量表示 $W_{V \times N}$.

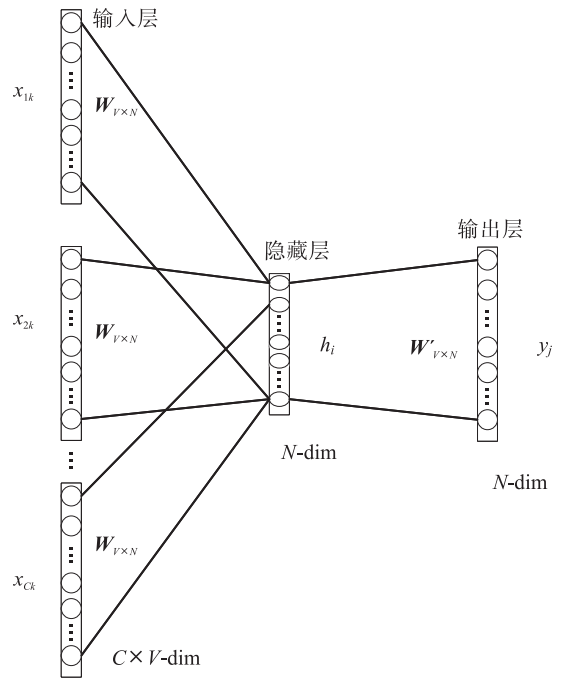


图 2 CBOW 模型结构

Fig. 2 CBOW model structure

2 网络结构设计

2.1 BERT 预训练语言模型

BERT 是由谷歌公司的 J. Devlin 等^[10]在 2018 年提出的一种 NLP 预训练语言模型. 该模型主要由双向 Transformer 编码器实现,其结构如图 4 所示,其中 E_1, \dots, E_N 表示字的文本输

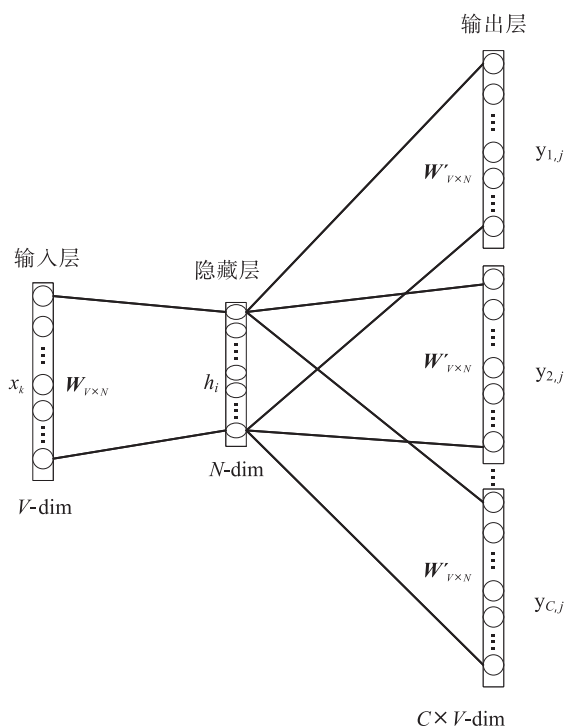


图 3 Skip-gram 模型结构

Fig. 3 Skip-gram model structure

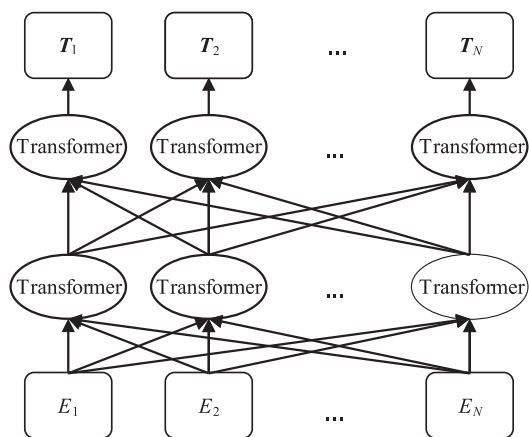


图 4 BERT 模型结构

Fig. 4 BERT model structure

入,经过双向 Transformer 编码器得到文本的向量化表示 T_1, \dots, T_N .

Transformer 模型是 BERT 的核心构成,也是一个基于自注意力机制的序列到序列模型,主要结构是 Transformer 中的编码(Encoder)部分,其结构如图 5 所示. Encoder 结构先将一段文本的字嵌入作为输入,之后与该段文本中每

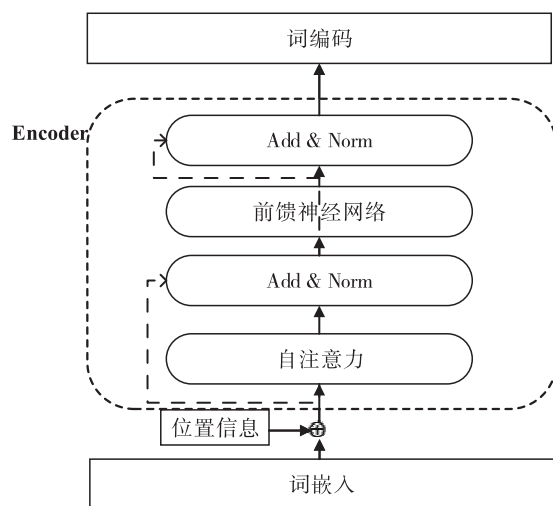


图 5 Transformer 中的 Encoder 结构

Fig. 5 Encoder structure in Transformer

个字的位置信息进行求和,再经自注意力层来帮助 Encoder 在对每个字进行编码时查看该字的前后信息,然后再经过 Add&Norm 层,其中,Add 表示将自注意力层的输入和输出结果进行相加, Norm 表示对相加后的输出结果进行归一化. 得到的向量列表会传到一层全连接的前馈神经网络,在该网络内部,也会有相应的 Add&Norm 层处理,最后输出全新的归一化后的词向量列表. 该向量列表能有效学习每个单词的前后信息,从而获得更好的词向量表示.

2.2 BiGRU 网络结构

J. L. Elman^[11]在 1990 年提出的 GRU (gate recurrent unit) 是一种循环神经网络 RNN (recurrent neural network),已被应用于自然语言处理领域. 在循环神经网络结构中,对于每一个神经元来说,当前时刻的输出主要由当前时刻的输入和之前时刻的输出决定,因此,该类型的网络结构可以对有时序依赖的数据进行更好的表示学习. 由于 RNN 在网络模型训练中进行反向传播时,梯度不能在较长序列中长期传递下去,因此便会出现梯度消失的情况. 而 GRU 网络可用来解决长期记忆和反向传播中梯度消失等问题,其结构如图 6 所示.

由图6可以看出,GRU网络通过训练可以学习如何遗忘信息和记住信息,因此具有更好

的捕捉长距离依赖关系的能力.但是GRU网络只能处理单向的时间序列,而文本中的前后信息关联较大,单向处理会遗漏许多信息,为此提出了BiGRU网络,其结构如图7所示.

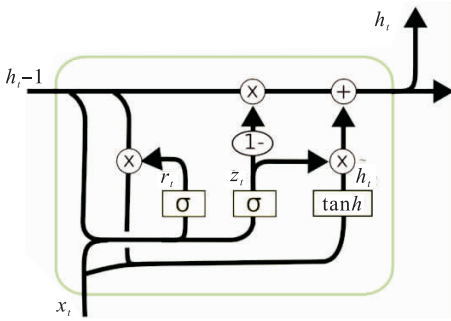


图6 GRU网络结构

Fig.6 GRU network structure

2.3 BERT + BiGRU 网络结构

综合考虑本机实验环境平台,选用由哈工大讯飞联合实验室发布的BERT-wwm-ext模型^[12],基于BERT,结合BiGRU网络设计的BERT + BiGRU网络结构如图8所示.由于BERT支持的最大输入token长度为512,因此该网络模型首先将长文本截成k段,分别输入

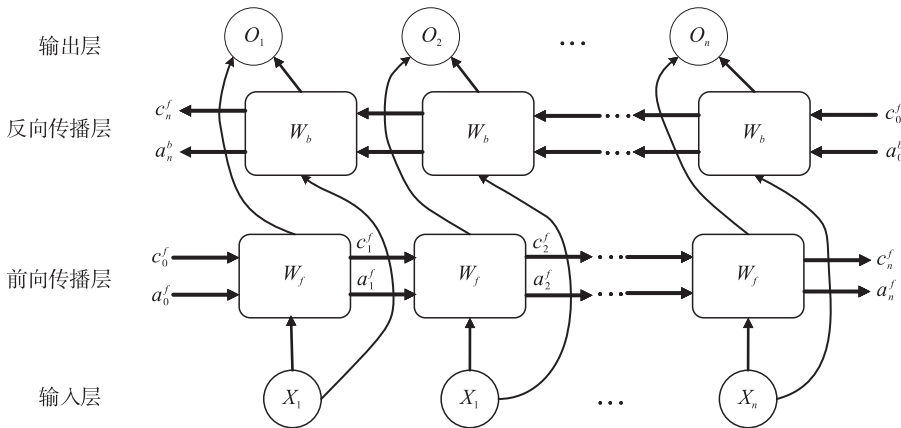


图7 BiGRU网络结构

Fig.7 BiGRU network structure

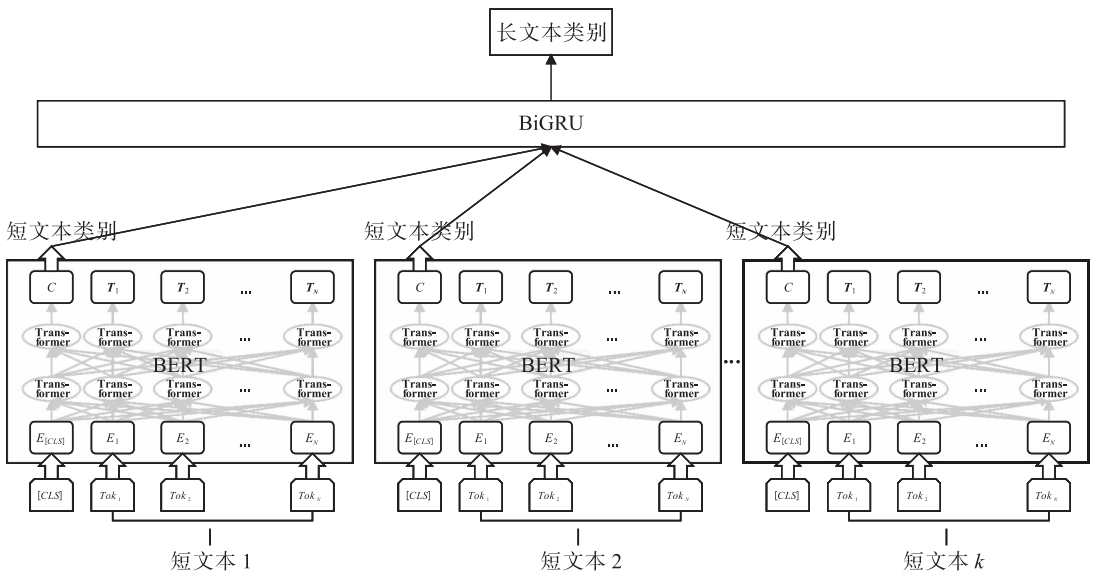


图8 BERT + BiGRU 网络结构

Fig.8 BERT + BiGRU network structure

BERT 预训练语言模型进行词向量的抽取,得到每段文本的包含上下文信息的词向量表示,这样既可以保证不损失文本信息,又可以通过调节输入文本长度来降低显存占用,从而更有效地利用资源;然后采用 BiGRU 模型对 k 个由 BERT 预训练语言模型得到的向量进行拼接,得到最终的特征向量;最后通过全连接层结合 softmax 进行情感分类。

3 实验结果与分析

3.1 评价指标

为了有效且全面地评估模型性能,实验采用的评价指标主要包括精确率 (*Precision*)、召回率 (*Recall*)、*F1* 和 *MicroF1*。精确率指分类器预测为正样本且预测正确的样本占全部预测为正样本的比例;召回率指分类器预测为正样本且预测正确的样本占所有真正样本的比例;*F1* 值指综合精确率和召回率的一个评估指标(精确率和召回率的调和平均值),无论针对类别平衡的数据还是类别不平衡的数据,该指标都能全面地评估模型;*MicroF1* 指各类别 *F1* 值的微平均,是综合评价多分类模型性能的指标。主要计算公式分别为

$$Precision = TP / (TP + FP)$$

$$Recall = TP / (TP + FN)$$

$$F1 = (2 \times Precision \times Recall) / (Precision + Recall)$$

其中,真正例 *TP* 表示被模型预测为正的样本个数;真负例 *TN* 表示被模型预测为负的样本个数;假正例 *FP* 表示被模型预测为正,但其实为负的样本个数;假负例 *FN* 表示被模型预测为负,但其实为正的样本个数。

3.2 结果与分析

实验平台使用 Pytorch1.2, CUDA 9.0 和具有 16 G 显存的英伟达 Tesla P100 GPU。采用数据集对 BERT 预训练语言模型进行参数微调。

微调的过程主要涉及输入文本的 max-seq-length、batch-size、迭代步数等。考虑到显存资源,在实验中单 GPU 的 batch 大小参数,即 per_gpu_train_batch_size 设置为 4, gradient_accumulation_steps 设置为 2, 学习率参数 learning_rate 设置为 $1e-5$;在训练过程中采用三角学习率,首先进行 warm_up,学习率逐渐变大,之后再继续进行 linear lr decay,学习率逐渐变小,这样可以有效地改善训练效果。

实验使用五折交叉验证方法对双向 LSTM 结合 Attention 机制模型 (W2V-BiLSTM-Attention)、传统卷积神经网络模型 (W2V-CNN)、传统循环神经网络模型 (W2V-RNN) 和本文提出的 BERT + BiGRU 网络模型进行训练和评估,其对比结果如表 1 所示。

表 1 BERT + BiGRU 模型与其他模型的对比结果

Table 1 Comparison of BERT + BiGRU model and other models

模型	类别	<i>Precision</i>	<i>Recall</i>	<i>F1</i>	<i>MicroF1</i>
W2V-CNN	0	0.814 7	0.898 9	0.854 7	
	1	0.804 1	0.880 5	0.840 6	0.82
	2	0.789 6	0.414 3	0.543 4	
W2V-RNN	0	0.858 9	0.891 0	0.874 6	
	1	0.857 1	0.855 3	0.856 2	0.83
	2	0.774 1	0.709 7	0.740 5	
W2V-BiLSTM-Attention	0	0.873 9	0.894 5	0.884 1	
	1	0.856 6	0.880 5	0.868 4	0.86
	2	0.790 7	0.692 7	0.738 5	
BERT + BiGRU	0	0.934 7	0.924 0	0.929 3	
	1	0.933 7	0.905 0	0.919 1	0.91
	2	0.787 4	0.867 6	0.825 5	

W2V-CNN 和 W2V-RNN 是神经网络产生以来较为传统的情感分类方法,由表 1 可知,W2V-RNN 的 *MicroF1* 优于 W2V-CNN,这是由于 W2V-RNN 的 RNN 网络具有结合上下文信息的特点,因此较 W2V-CNN 网络展现了更好的分类效果。

W2V-BiLSTM-Attention 网络是在传统 RNN 的基础上,基于双向 LSTM 和 Attention 模型的

网络结构设计的. 由表 1 可知, W2V-BiLSTM-Attention 的 *MicroF1* 显著优于 W2V-CNN 和 W2V-RNN, 这是因为 W2V-BiLSTM-Attention 不仅考虑句子中不同的维度信息, 而且通过最后的 Attention 层注意到文本句子对结果明显倾向的特征表示, 因此结合双向 LSTM 网络于 Attention 模型后, 可以更准确地针对评论文本进行情感分类; BERT-BiGRU 的 *MicroF1* 值最高, 这是因为采用 BERT 所获得的字或词向量是动态的, 同样的字或词在不同的语境中会有不同的字或词向量的表达, 具有更精确的情感分类效果, 且采用 BiGRU 模型对多个 BERT 模型得到的向量进行拼接, 可以结合文本的上下文信息, 避免截断后的文本出现信息损失.

4 结语

本文基于 BERT 预训练语言模型, 结合 BiGRU 设计了 BERT + BiGRU 网络模型. 该模型首先通过 Word2Vec 进行词向量表示, 再通过 BERT-wwm-ext 得到词向量的动态表达, 最后将其输入 BiGRU 网络进行情感分类. 实验结果表明, 较 W2V-BiLSTM-Attention、W2V-CNN 和 W2V-RNN 3 种模型, 本文模型的分类效果最好. 但本文采用的 BERT 预训练语言模型只是 BERT 模型中的一个 base 版本, 后续将对其他预训练模型的使用场景和分类效果进行对比研究, 以进一步提高情感分类的准确性.

参考文献:

- [1] 赵妍研, 秦兵, 刘挺. 文本情感分析[J]. 软件学报, 2010, 21(8): 1834.
- [2] LIU B, ZHANG L. A survey of opinion mining and sentiment analysis [M] // AGGARWAL C C, ZHAI C X. Mining text data. New York: Springer, 2012: 415 - 463.
- [3] 周咏梅, 杨佳能, 阳爱民. 面向文本情感分析的中文情感词典构建方法[J]. 山东大学学报(工学版), 2013, 43(6): 27.
- [4] PANG B, LEE L, VAITHYANATHAN S. Thumbs up sentiment classification using machine learning techniques [C] // Proceedings of the Conference on Empirical Methods in Natural Language Processing (EMNLP). Stroudsburg: Association for Computational Linguistics, 2002: 79.
- [5] 姜杰. 社交媒体文本情感分析[D]. 南京: 南京理工大学, 2017.
- [6] 王利利. 基于深度学习的中文文本情感分类研究及应用[D]. 徐州: 中国矿业大学, 2019.
- [7] SOCHER R, PENNINGTON J, HUANG E H, et al. Semi-supervised recursive autoencoders for predicting sentiment distributions [C] // Proceedings of the Conference on Empirical Methods in Natural Language Processing. Stroudsburg: Association for Computational Linguistics, 2011: 151.
- [8] 图灵联邦. 情感分类大赛 dataset [EB/OL]. (2020 - 01 - 23) [2020 - 05 - 31] <https://www.turingtopia.com/competitionnew/detail/319f33ab29c04d9583e7f5c208dea119/dataset>.
- [9] MIKOLOV T, CHEN K, CORRADO G S, et al. Efficient estimation of word representations in vector space [C] // Proceedings of the 2013 International Conference on Learning Representations. [S. l. : s. n.], 2013.
- [10] DEVLIN J, CHANG M W, LEE K, et al. BERT: Pre-training of deep bidirectional transformers for language understanding [C] // Proceedings of the North American Chapter of the Association for Computational Linguistics. Stroudsburg: Association for Computational Linguistics, 2019: 4171.
- [11] ELMAN J L. Finding structure in time [J]. Cognitive Science, 1990, 14(2): 179.
- [12] CUI Y, CHE W, LIU T, et al. Pre-training with whole word masking for Chinese BERT [J]. (2019 - 10 - 29) [2020 - 05 - 31] <https://arxiv.org/pdf/1906.08101.pdf>.



引用格式:彭能岭,聂红朋,王乾乾,等. 自动驾驶车辆故障诊断系统研究与应用[J]. 轻工学报,2020,35(5):87-95.

中图分类号:U463 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.012

文章编号:2096-1553(2020)05-0087-09

自动驾驶车辆故障诊断系统研究与应用

Study on the fault diagnosis system of autonomous vehicle and its application

彭能岭,聂红朋,王乾乾,朱敏,刘振楠

PENG Nengling, NIE Hongpeng, WANG Qianqian, ZHU Min, LIU Zhennan

郑州宇通客车股份有限公司,河南 郑州 450061

Zhengzhou Yutong Bus Co., Ltd., Zhengzhou 450061, China

关键词:

自动驾驶车辆;故障诊断;故障分级;故障处理;人工接管

Key words:

autonomous vehicle;
fault diagnosis; fault
level; fault handling;
manual takeover

摘要:为了减少自动驾驶车辆行驶过程中由于故障导致的车辆失控、碰撞等安全问题,设计了一种自动驾驶车辆故障诊断系统.该系统采用萤火虫算法对车辆故障进行预判,实时诊断车辆发生的故障信息,按照故障对自动驾驶车辆安全行驶影响的严重程度进行分级,并按照安全防护等级,结合责任敏感安全(RSS)防碰撞模型下发不同的控制指令进行车辆控制,以达到安全行车的目的.实车应用结果表明,该系统可有效应对由于自动驾驶车辆故障导致的车辆失控、碰撞等安全问题,保证了自动驾驶车辆的安全运行.

收稿日期:2020-07-15

基金项目:国家自然科学基金项目(U1664264)

作者简介:彭能岭(1977—),男,河南省新乡市人,郑州宇通客车股份有限公司高级工程师,博士,主要研究方向为客车自动驾驶技术、新能源电控技术.

Abstract: In order to reduce the safety problems such as out of control and collision caused by vehicle faults during the driving of autonomous vehicle, a fault diagnosis system for autonomous vehicle was developed. The system used the firefly algorithm to predict vehicle faults, and diagnosed the faults all the time. It divided the faults into five levels according to the severity of the impact of faults on the safe driving of autonomous vehicle. Different control commands were issued according to the safety protection level and the responsibility sensitive safety (RSS) to ensure the safe operation of the vehicle. The results showed that the system could effectively deal with some safety problems such as out of control and collision caused by the vehicle faults and could ensure the safe operation of autonomous vehicle.

0 引言

随着全球汽车保有量的快速增长,能源短缺、环境污染、交通拥堵、事故频发等现象日益突出,限制了汽车产业的可持续健康发展^[1-2]. 进入新世纪以来,人们对安全、节能省时、环境友好和舒适性交通服务的需求与日俱增,汽车及其相关工业随之面临更多的挑战^[3]. 随着汽车电子及互联网技术的发展,自动驾驶汽车受到越来越多的关注,全球各大传统车企、科研部门都相继开始了自动驾驶的研究工作.

车辆驾驶的自动化需通过自动驾驶系统根据接收到的感知系统信息、车辆系统信息进行决策,下发控制指令,控制执行机构动作. 因此,自动驾驶系统、感知系统、车辆系统的安全稳定运行非常重要. 2011年,何亮^[4]基于故障码设计并实现了故障读取与分析相结合的汽车故障诊断专家系统. 之后,李小敏等^[5-8]基于智能终端设备分别对车辆故障检测系统进行了研究. 然而,以上研究主要用于故障发生后分析、掌握车辆的故障信息,并不能在发生故障后继续保证车辆的安全运行. 2016年,S. Kim等^[9]提出一种具有轮毂电机和电子机械制动器(EMB)的四轮分布式制动容错控制系统. 2019年,周洪亮等^[10]设计了一种基于李雅普诺夫函数的容错控制方法,可实时诊断车辆驱动系统电机故障. 同年,曾贵苓等^[11]研究了一种线性转向汽车容错控制策略. 以上研究均是针对车辆局

部系统的故障展开的,不能应对车辆运行时发生的其他系统故障. 目前对于非自动驾驶车辆故障诊断系统研究成果颇丰,但鲜见自动驾驶车辆故障诊断系统的研究. 鉴于此,本文拟设计一种自动驾驶车辆故障诊断系统,用于诊断自动驾驶车辆运行过程中发生的故障,并对故障进行分级处理,针对不同故障进行必要的车辆控制,以提高自动驾驶车辆运行的安全性,为新一代汽车主动安全系统的产业化提供理论和技术参考.

1 系统架构设计

自动驾驶车辆故障诊断系统架构如图1所示. 该系统所需要的信息主要通过感知系统、车辆系统、自动驾驶功能模块获得.

自动驾驶车辆故障诊断系统从感知系统获得激光雷达、超声波雷达、毫米波雷达、感知相机的故障信息;从车辆系统获得车辆的制动、驱动、转向、车速、档位、电子驻车(EPB)状态、制动灯状态、双闪灯状态、车门状态等车辆信息,同时获得车辆各零部件和系统的故障信息;从自动驾驶功能模块获得轨迹规划信息、速度规划信息、底层控制信息、地图信息、定位信息、V2X信息、CAN服务信息、数据记录服务等模块信息,同时获得自动驾驶功能模块的故障信息. 自动驾驶车辆故障诊断系统通过故障处理输出相应的控制指令给VCU控制器,VCU控制器按照接收到的指令进行车辆控制.

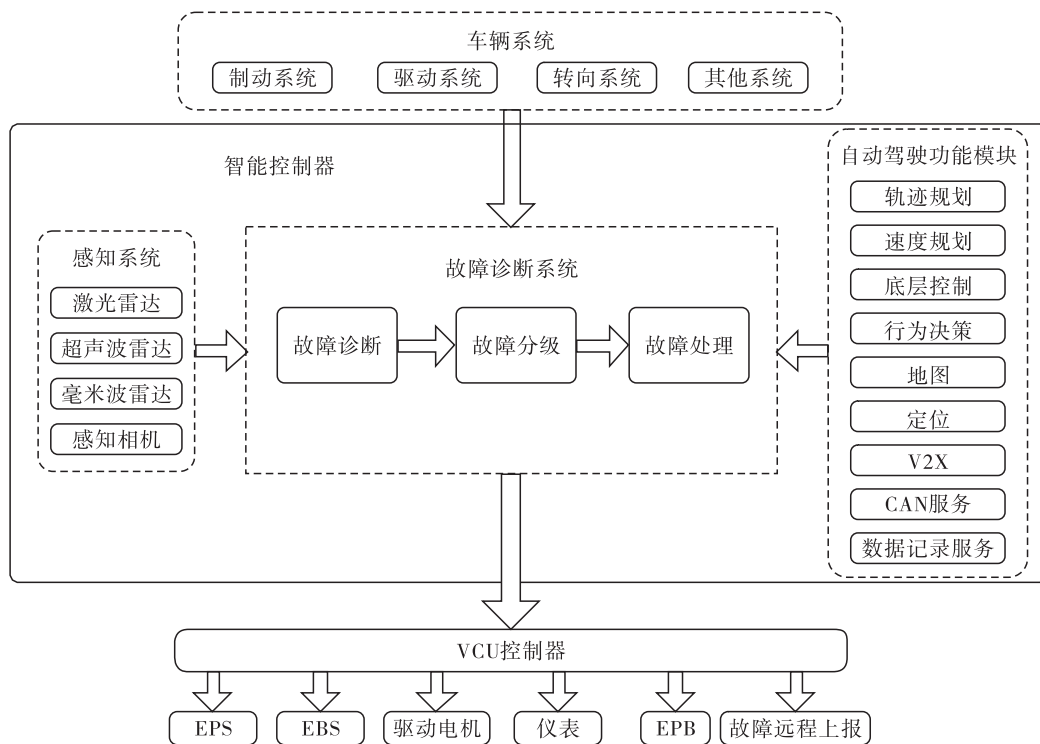


图1 自动驾驶车辆故障诊断系统架构

Fig. 1 Architecture for fault diagnosis system of autonomous vehicle

2 故障诊断系统构建与实现

2.1 故障诊断

自动驾驶车辆故障诊断系统的故障信息根据获取方式可分为4种:直接获得的故障信息、通信故障信息、功能故障信息、系统预判故障信息.

2.1.1 直接获得的故障信息 自动驾驶车辆故障诊断系统直接获得的故障信息主要来自各传感器、各系统内部判断,包括以下3个来源.

1) 感知系统:感知系统传递的故障信息主要包括激光雷达故障、超声波雷达故障、毫米波雷达故障、感知相机故障、感知融合故障等.

2) 车辆系统:车辆系统传递的故障信息主要包括制动系统故障、驱动系统故障、转向系统故障、车身控制模块(BCM)故障、空调系统故障、车门控制故障、胎压异常故障等.

3) 自动驾驶功能模块:自动驾驶功能模块传递的故障信息主要包括轨迹规划失败、速度

规划失败、行为决策失败、底层控制失败、地图数据不可用、定位失败、V2X不可用、CAN服务故障、数据记录失败等.

2.1.2 通信故障信息 通信故障信息是由自动驾驶车辆故障诊断系统通过判断感知系统、车辆系统、自动驾驶功能模块的心跳信息,以及通信数据长度获得.若自动驾驶车辆故障诊断系统接收到某模块的心跳信息不再变化,或者未接收到某模块的通信数据,则判定该模块出现通信故障.

2.1.3 功能故障信息 功能故障信息指自动驾驶车辆故障诊断系统判断的可能会对自动驾驶车辆安全运行产生影响的各系统的功能异常信息,主要包括制动响应超调、制动响应不到位、转向系统响应不到位、转向电机电流过大、档位不响应、EPB不响应、转向灯不响应、双闪灯不响应、制动灯不响应、车门异常开启、EPB异常拉起等.故障诊断系统对相关部件的性能

进行分析,当不满足要求时,则判断该部件功能故障.

2.1.4 系统预判故障信息 系统预判故障信息指故障发生之前故障诊断系统预判的可能会影响自动驾驶车辆安全运行的故障信息. 本文基于萤火虫算法原理,开发出一种用于车辆故障预判的多域萤火虫算法^[12]. 该算法可以根据车辆信号的变化率、大小、同步异步等信息,对车辆的故障进行预判,提前发现故障.

多域萤火虫算法首先基于自动驾驶系统功能、架构、涉及的系统部件等元素,将不同的故障分配在不同的控制域;然后根据导致故障的直接或间接原因梳理出多种关键故障因素;最后通过关键故障因素的故障严重程度和组合严重度,预判发生某一故障的可能性.

假设某故障的故障因素 i 会影响故障因素 j ,根据萤火虫算法原理,可认为 j 向 i 移动,那么 i 相对于 j 的影响称为关键故障因素的故障严重程度,表示为

$$T = T_0 e^{-\sigma r_{ij}}$$

其中, T_0 为故障因素 i 的最大故障严重程度,与关键故障因素判断机制的目标函数相关; σ 为关键故障因素关联系数,表示不同关键故障因素之间的相互影响程度; r_{ij} 为故障关键因素 i 与 j 之间的控制域差值.

根据关键故障因素的严重程度可得关键故障因素的组合严重度为

$$\rho = \rho_0 e^{-\sigma r_{ij}^2}$$

其中, ρ_0 为故障因素 i 与 j 的最大组合严重度,由故障因素 i 和 j 的故障严重程度获得.

故障因素 i 与 j 之间产生的影响会导致故障因素 i 的状态信息发生改变,因此故障因素 i 的状态信息改变可表示为

$$x_i(t+1) =$$

$$x_i(t) + \rho(x_j(t) - x_i(t)) + \varphi(RAND - 1/2)$$

其中, x_i 和 x_j 分别为故障因素 i 和 j 的状态信

息, φ 为步长因子, $RAND$ 为 $[0, 1]$ 上均匀分布的随机因子.

通过不同关键故障因素的故障严重程度和组合严重度获取搜索移动方向,通过搜索得到每个关键故障因素的状态信息. 当遍历完所有组合后,输出故障全局极值点,再与预判故障的判断阈值比较,从而确定某一预判故障是否会

2.2 故障分级

为了划分不同故障产生最终影响的严重程度,需要对故障进行定性安全分析,进而对各故障按其对于自动驾驶产生影响的严重程度进行分级.

本文采用故障模式、影响和危害性分析(FMECA)方法进行自动驾驶车辆故障定性安全分析,其实施步骤如图2所示. FMECA 包含故障模式及影响分析(FMEA)和危害分析(CA),可确定自动驾驶车辆所有可能的故障对车辆运行的影响,找出单点故障,并按照故障的严重程度及其发生的概率确定其危害性^[12-13].

FMECA 的评价标准包括故障严重程度、故障发生频度、故障检测度 3 个指标. 故障严重程度指故障发生时对整个系统或参与者的影响程度,同时应考虑故障所造成的最坏潜在结果,并根据最终可能出现的人员伤亡、系统损坏、经济损失等的程度进行评价;故障发生频度指故障发生的频率;故障检测度指故障可能被检测出来的能力. 故障严重程度等级、故障频度等级和故障检测度等级分别如表 1—3 所示. 自动驾驶车辆典型故障的 FMECA 如表 4 所示.

2.3 故障处理

2.3.1 故障处理方式 当自动驾驶车辆发生故障时,故障诊断系统需要根据故障严重程度判断是否需要

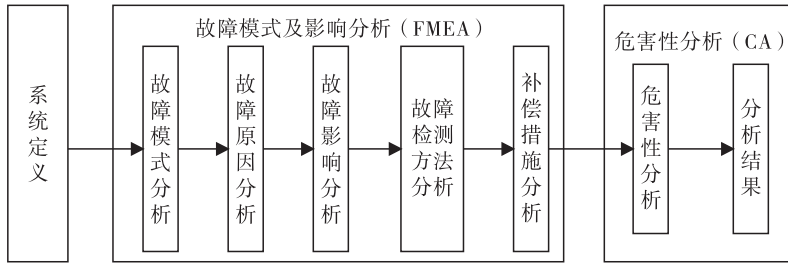


图2 自动驾驶车辆系统 FMECA 实施步骤

Fig.2 Implementation steps of FMECA for autonomous vehicle

表1 故障严重程度等级

Table 1 Level of fault severity

等级	描述
1级	会引起人员伤亡或车辆损坏
2级	会引起人员严重伤害、重大经济损失或导致自动驾驶失败
3级	可能引起人员轻度伤害和一定经济损失
4级	对自动驾驶功能有轻微影响
5级	对自动驾驶功能不产生影响,可正常自动驾驶

表2 故障频度等级

Table 2 Level of fault frequency

等级	描述
A	经常发生(>20%)
B	有时发生(10%~20%)
C	偶然发生(1%~10%)
D	很少发生(0.1%~1%)
E	极少发生(<0.1%)

表3 故障检测度等级

Table 3 Level of fault detection

等级	描述
I	故障很容易被检测出
II	故障比较容易被检测出
III	故障不容易被检测出
IV	故障不能够被检测出

为5个等级,具体故障处理措施如表5所示。

2.3.2 车辆减速控制 为了避免故障模式下发生碰撞事故,本文根据责任敏感安全 RSS (responsibility sensitive safety) 模型采取减速控制^[14]。

当两车同向行驶时,假设前车以最大减速

度 $a_{\max, \text{brake}}$ 减速,自车反应时间内以最大加速度 $a_{\max, \text{acc}}$ 加速行驶,然后开始以减速度 $a_{\min, \text{brake}}$ 减速行驶,安全距离 d_{\min} 的计算公式如下:

$$d_{\min} = v_r t + \frac{1}{2} a_{\max, \text{acc}} t^2 + \frac{(v_r + a_{\max, \text{acc}} t)^2}{2 a_{\min, \text{brake}}} - \frac{v_f^2}{2 a_{\max, \text{brake}}}$$

其中, v_r 为自车纵向速度/($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$), v_f 为前车纵向速度/($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$), t 为反应时间/s。

当两车相向行驶时,假设自车反应时间内两车均以最大加速度 $a_{\max, \text{acc}}$ 加速行驶,然后两车均以减速度 $a_{\min, \text{brake}}$ 减速行驶,安全距离 d_{\min} 的计算公式如下:

$$d_{\min} = \frac{v_r + v_{r,t}}{2} t + \frac{v_{r,t}^2}{2 a_{\min, \text{brake}}} + \frac{|v_f| + v_{f,t}}{2} t + \frac{v_{f,t}^2}{2 a_{\min, \text{brake}}}$$

其中, $v_{r,t}$ 为自车经过反应时间 t 后的纵向速度/($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$), $v_{f,t}$ 为经过反应时间 t 后对向车辆的纵向速度/($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)。

当自动驾驶车辆运行过程中发生故障,若两车之间的距离 $< d_{\min}$,则必须以不小于 $a_{\min, \text{brake}}$ 的减速度进行减速。

3 实际应用结果分析

将本文提出的自动驾驶车辆故障诊断系统应用于 12 m 纯电动 L3 级自动驾驶 BRT 公交车,并进行 5×10^4 km 以上的道路行驶验证,系统对 1—5 级故障的实际处理结果如图 3—7 所示。

由图 3 可以看出,非自动驾驶情况下车辆发生 1 级故障时,故障诊断系统仅上报故障和下

表4 自动驾驶车辆典型故障的FMECA

Table 4 FMECA for typical faults of autonomous vehicle

故障场景	故障原因	故障影响		故障检测方法	改进补偿措施	危害度分析		
		初影响	终影响			严重程度	频度	检测度
定位丢失	数据过载或网络中断	定位数据不准确	车辆偏航	实车测试	诊断超时,进行故障安全处理	1级	D	I
激光雷达故障	激光雷达内部故障	无法获取障碍物信息	车辆安全	激光雷达数据检测	进行故障安全处理	2级	E	I
网口网速异常	数据过载	影响自动驾驶控制精度	不能自动驾驶	实车测试	进行故障安全处理	3级	D	II
驱动力受限	驱动系统内部故障	无法达到预期车速	自动驾驶功能受限	实车测试	限制巡航时速	4级	C	II
远光灯故障	远光灯内部故障	无影响	无影响	远光灯状态检测	上报故障	5级	D	II

表5 故障诊断系统故障处理

Table 5 Fault handling of fault diagnosis system

安全防护等级	故障处理措施
1	点亮双闪灯、请求人工接管、不允许换道、进行紧急制动停车、停车后请求拉起EPB、上报故障
2	点亮双闪灯、请求人工接管、不允许换道、舒适制动进行停车、停车后请求拉起EPB、上报故障
3	点亮双闪灯、请求人工接管、靠边停车、停车请求后拉起EPB、上报故障
4	点亮双闪灯、下发限速值指令、下发限速激活指令、上报故障
5	仅上报故障,不进行处理

发不允许进入自动驾驶指令;自动驾驶情况下车辆发生1级故障时,故障诊断系统下发不允许左换道指令、不允许右换道指令、紧急制动减速度指令、双闪灯请求指令、人工接管请求指令和不允许进入自动驾驶指令,车辆停止后下发EPB请求指令,EPB拉起后取消下发紧急制动减速度指令。

由图4可以看出,非自动驾驶情况下车辆发生2级故障时,故障诊断系统仅上报故障和下发不允许进入自动驾驶指令;自动驾驶情况下

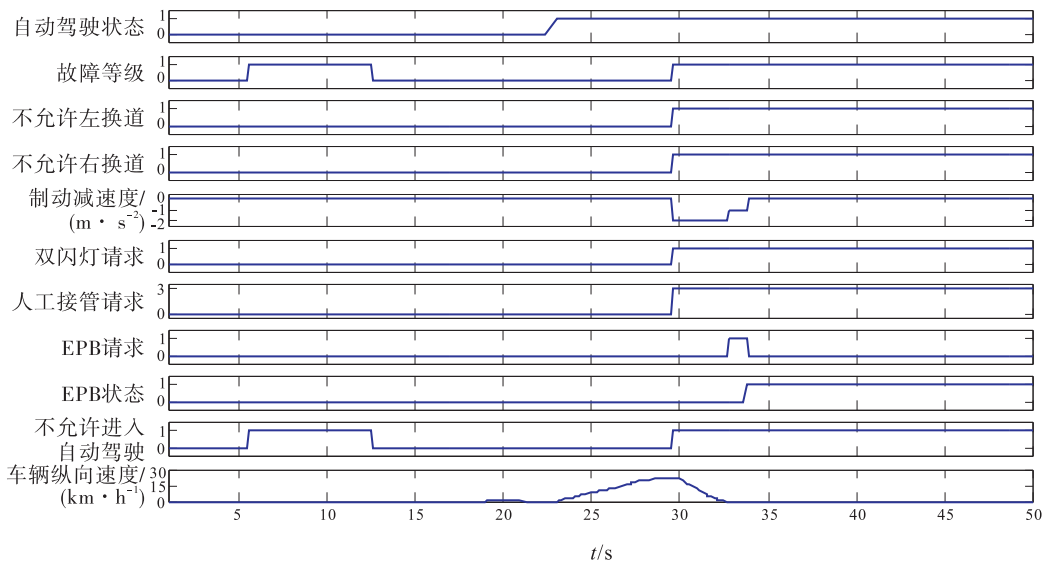


图3 自动驾驶车辆故障诊断系统对1级故障处理结果

Fig.3 Response result of fault diagnosis system of autonomous vehicle to level 1 fault

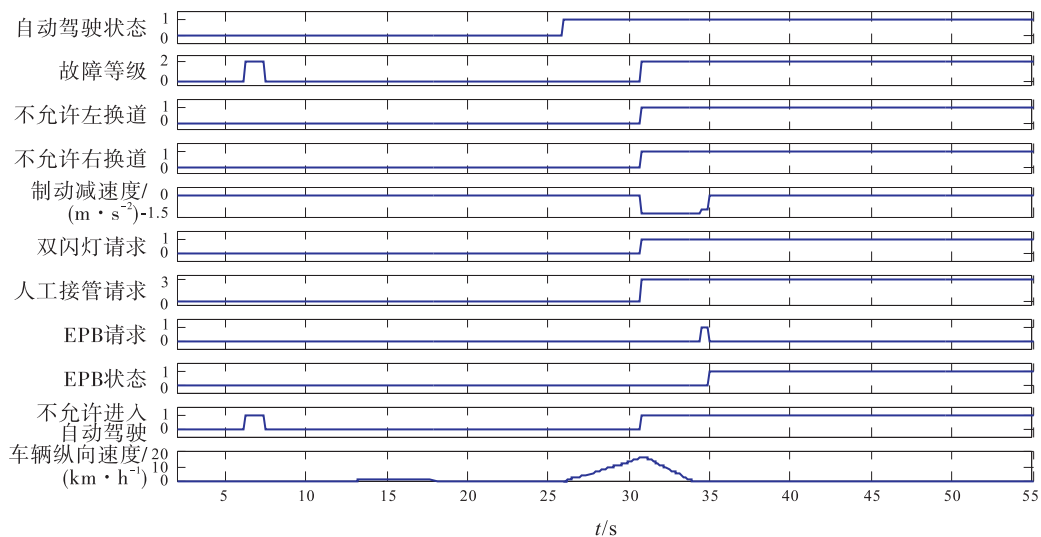


图4 自动驾驶车辆故障诊断系统对2级故障处理结果

Fig. 4 Response result of fault diagnosis system of autonomous vehicle to level 2 fault

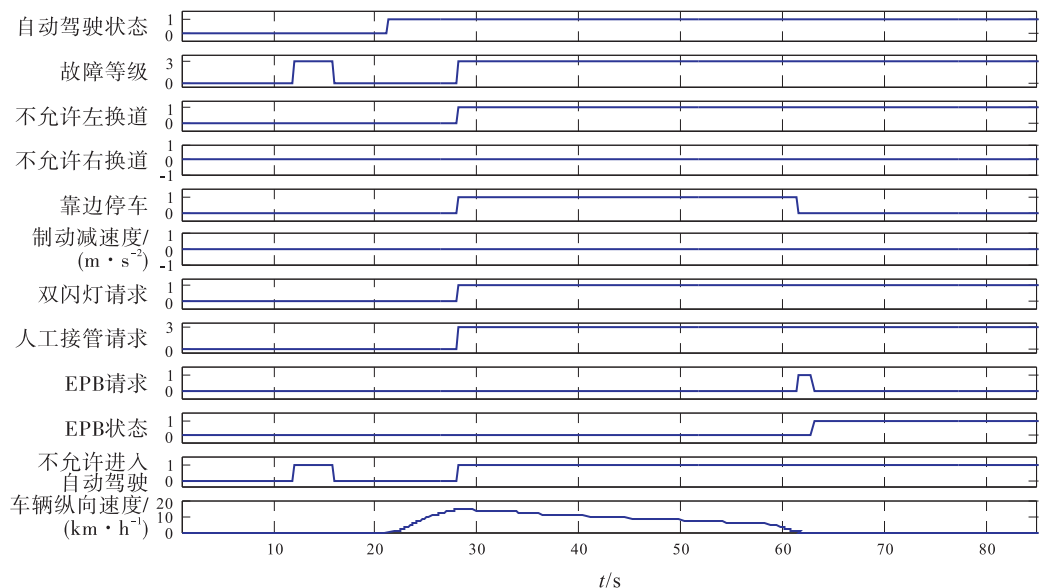


图5 自动驾驶车辆故障诊断系统对3级故障处理结果

Fig. 5 Response result of fault diagnosis system of autonomous vehicle to level 3 fault

车辆发生2级故障时,故障诊断系统下发不允许左换道指令、不允许右换道指令、舒适制动减速度指令、双闪灯请求指令、人工接管请求指令和不允许进入自动驾驶指令,车辆停止后下发EPB请求指令,EPB拉起后取消下发舒适制动减速度指令。

由图5可以看出,非自动驾驶情况下车辆发生3级故障时,故障诊断系统仅上报故障和

下发不允许进入自动驾驶指令;自动驾驶情况下车辆发生3级故障时,故障诊断系统下发不允许左换道指令、不允许右换道指令、靠边停车指令、双闪灯请求指令、人工接管请求指令和不允许进入自动驾驶指令,车辆停止后下发EPB请求指令。

由图6可以看出,非自动驾驶情况下车辆发生4级故障时,故障诊断系统仅上报故障;自动

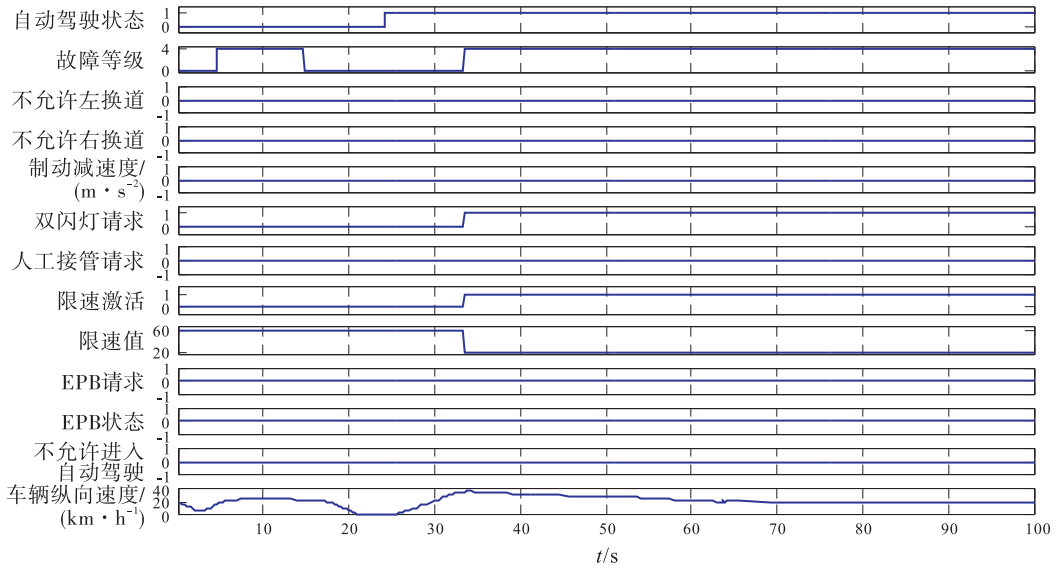


图6 自动驾驶车辆故障诊断系统对4级故障处理结果

Fig. 6 Response result of fault diagnosis system of autonomous vehicle to level 4 fault

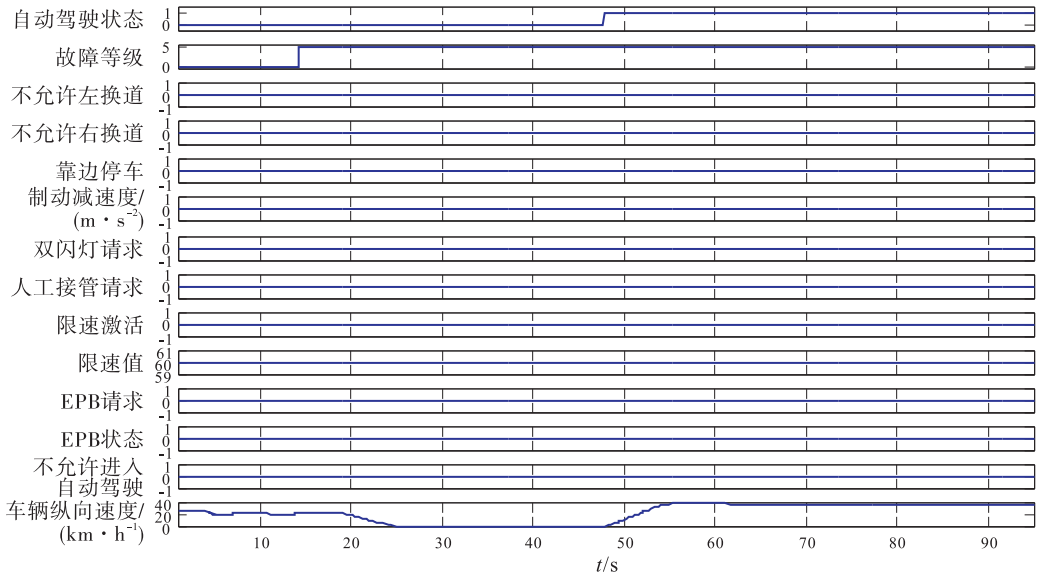


图7 自动驾驶车辆故障诊断系统5级故障处理结果

Fig. 7 Response result of fault diagnosis system of autonomous vehicle to level 5 fault

驾驶情况下车辆发生4级故障时,故障诊断系统下发双闪灯请求指令、限速激活指令和限速值。

由图7可以看出,车辆无论是否处于自动驾驶状态,在车辆发生5级故障时,故障诊断系统均只上报故障,不进行车辆控制。

4 结语

本文设计了一种应用于自动驾驶车辆的故

障诊断系统,按照故障对自动驾驶安全行驶影响的严重程度将所获得的故障信息划分为1—5级,并按照此等级下发不同的控制指令进行车辆控制,达到安全行车的目的.通过在12 m纯电动L3级自动驾驶BRT公交车上的应用结果可知,该自动驾驶车辆故障诊断系统可有效处理车辆故障导致的车辆失控、碰撞等安全问题,为自动驾驶车辆的安全运行提供保障.本文

研究可为自动驾驶车辆智能诊断系统的进一步研究提供借鉴,并可促进自动驾驶车辆的研发。

参考文献:

- [1] 崔胜民. 智能网联汽车新技术[M]. 北京:化学工业出版社,2017.
- [2] 郭烈,葛平淑,张明恒,等. 汽车安全辅助驾驶技术[M]. 北京:北京大学出版社,2014.
- [3] 李力,王飞跃. 智能汽车先进传感器与控制[M]. 北京:机械工业出版社,2018.
- [4] 何亮. 基于故障码的汽车故障诊断专家系统的研究[D]. 锦州:辽宁工业大学,2011.
- [5] 李小敏. 基于 Android 智能手机的汽车诊断系统的研究与实现[D]. 青海:中国海洋大学,2015.
- [6] 孟焱. 基于 Android 的车辆实时监测与故障救援系统移动应用的设计与实现[D]. 南京:南京大学,2015.
- [7] 刘昌鑫,叶桦,仰燕兰,等. 基于智能手机的车辆远程监测与诊断系统的设计[J]. 机械设计与制造工程,2017,46(11):128.
- [8] 安晓峰. 基于车联网的车载智能安全系统[J]. 客车技术与研究,2017,39(1):33.
- [9] KIM S, HUH K. Fault-tolerant braking control with integrated EMBs and regenerative in-wheel motors[J]. International Journal of Automotive Technology, 2016, 17(5):923.
- [10] 周洪亮,贾凤娇,刘志远,等. 四轮独立驱动汽车驱动系统故障诊断与容错控制[J]. 机械工程学报,2019,55(22):174.
- [11] 曾贵苓,王莘,马书香. 基于线控转向的汽车容错控制策略研究[J]. 重庆工商大学学报:自然科学版,2019(4):49.
- [12] 谢承旺,肖池,丁立新,等. HMOFA:一种混合型多目标萤火虫算法[J]. 软件学报,2018,29(4):251.
- [13] 周海京,遇金. 故障模式、影响及危害分析与故障树分析[M]. 北京:航空工业出版社,2003.
- [14] CHAI C, ZENG X M, WU X B, et al. Safety evaluation of responsibility-sensitive safety (RSS) on autonomous car-following maneuvers based on surrogate safety measurements[C] // 2019 IEEE Intelligent Transportation Systems Conference (ITSC). Piscataway: IEEE, 2019:175.



引用格式:林胜勇,彭能岭,李钰锐. 自动驾驶汽车数据记录及上传系统设计[J]. 轻工学报, 2020,35(5):96-102.

中图分类号:U463 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.013

文章编号:2096-1553(2020)05-0096-07

自动驾驶汽车数据记录及上传系统设计

Design of autopilot vehicle data recording and uploading system

林胜勇,彭能岭,李钰锐

LIN Shengyong, PENG Nengling, LI Yurui

郑州宇通客车股份有限公司,河南 郑州 450061

Zhengzhou Yutong Bus Co., Ltd., Zhengzhou 450061, China

关键词:

自动驾驶;事件数据记录系统;上传

Key words:

autopilot; event data recorder(EDR); upload

摘要:针对目前EDR的标准及设备无法满足自动驾驶汽车数据记录项目多、数据量大的问题,设计了自动驾驶汽车数据记录及上传系统.该系统通过开发专用的ADR设备,并对车辆多个现有设备模块进行改造,完成了ADR设备配套的车载网联终端、视频记录设备和云端数据管理平台的设计,可采集记录自动驾驶汽车的监控视频、感知、决策、控制信息等数据,并通过车载两线以太网网关实现各域间设备的以太网通信.实际应用结果表明,该系统可采集和记录更多更全面的自动驾驶汽车事件数据,并可方便快速地提取数据,不仅为事故责任认定提供有效的数据支撑,还可为自动驾驶汽车的验证评估提供必要的数据来源,进而促进自动驾驶系统的快速迭代升级.

收稿日期:2020-06-10

基金项目:国家重点研发计划新能源汽车重点专项项目(2018YFB0105900);国家自然科学基金项目(U1664264)

作者简介:林胜勇(1985—),男,河南省新乡市人,郑州宇通客车股份有限公司助理工程师,主要研究方向为软件系统设计与算法研究.

通信作者:彭能岭(1977—),男,河南省新乡市人,郑州宇通客车股份有限公司高级工程师,博士,主要研究方向为客车自动驾驶技术、新能源电控技术.

Abstract: Aiming at the problem that the current EDR standard and equipment cannot meet the requirement of multiple items and large amount of data for autopilot vehicle data recording, the autopilot vehicle data recording and uploading system was designed. Through the development of special ADR equipment and the transformation of many existing equipment modules of the vehicle, the system had completed the design of the vehicle network connection terminal, video recording equipment and cloud data management platform of the ADR equipment. It could collect and record the data from monitoring video, perception, decision-making and control information of the autopilot vehicle, and realized the Ethernet communication between the devices in each domain through the two-wire Ethernet gateway. The practical application results showed that the system could collect and record more and more comprehensive autopilot vehicle event data, and could easily and quickly extract data, which not only provided effective data support for accident liability determination, but also provided the necessary data source for the verification and evaluation of autonomous vehicles so as to promotes the rapid iterative upgrade of autopilot system.

0 引言

自 1980 年代末开始,安全气囊便被广泛应用在车辆上. 为获得触发安全气囊所需的数据,汽车生产商在气囊控制模块中安装了一个小型存储器,即汽车事件数据记录系统 EDR(event data recorder)的雏形^[1]. EDR 可记录车辆碰撞事件发生前后几秒内的车速、油门状态、制动状态、纵向加速度、方向盘转角等车辆状态参数. 通过读取、分析 EDR 所记录的数据,可推断车辆发生碰撞事件前与事件中的运行情况 and 驾驶员的操作情况,协助还原事故真相.

随着自动驾驶汽车的发展,车辆上加装的感知、控制和计算设备越来越多,自动驾驶系统软件愈加复杂,事故分析所需要的数据也愈加庞大. 在自动驾驶车辆出现事故时,获取车辆在发生事故前准确的速度、行驶轨迹、安全员的操作行为(例如是否踩刹车),以及自动驾驶系统的感知情况、控制状态、行为动作等数据对于交通事故定责起到决定性作用. 因此,自动驾驶汽车碰撞前的数据重建十分重要,这些数据不但能作为自动驾驶汽车事故还原的依据,还能作为系统升级、交通事故避免策略的参考^[2-5].

现有 EDR 设备仅在加速度较大时才会记录事件发生前后很短时间内有限的 CAN 报文

数据,且无法记录自动驾驶汽车的监控视频、感知、决策、控制信息等,更无法记录车辆轻微刮蹭等非严重事件数据. 如果利用 EDR 记录自动驾驶系统数据,还会出现记录频率低、采集数据项不全等问题,无法满足自动驾驶系统庞大数据量的实时采集和存储需求,更无法满足自动驾驶汽车事故责任认定的分析需求^[6-7].

此外,自动驾驶行业还没有可用的车规级产品和方案,也没有正式发布的可参照的国家标准. 鉴于此,本文拟参考 EDR 技术标准^[4-5]的部分设计方法,根据参与国家汽标委自动驾驶汽车数据记录系统(DSSAD)标准制定过程的经验,通过对自动驾驶汽车数据记录及事件上传功能需求进行分析,设计开发自动驾驶汽车数据记录及上传系统(简称 ADR 系统),即自动驾驶汽车“黑匣子”,以期采集和记录更多更全面的自动驾驶汽车事件数据,为事故责任认定提供有效的数据支撑,并促进自动驾驶系统的迭代升级.

1 ADR 系统结构设计

本系统由 ADR 设备、车载两线以太网网关、车载网联终端、视频记录设备和云平台 5 个部分组成,其结构框图如图 1 所示. 其中,自动驾驶计算平台是自动驾驶系统感知、决策等模

块程序运行的宿主设备,为 ADR 系统提供自动驾驶汽车运行过程中所有功能模块的实时数据.

1.1 ADR 设备

系统中的 ADR 设备是本次全新设计开发的数据采集和存储设备,其硬件结构如图 2 所示.

该 ADR 设备具有 2 路 CAN 总线接口.1 路 CAN 连接 VCU 控制器,用于接收车辆上下电信号等状态标志数据,以便 ADR 设备自动开始或结束数据采集;另 1 路 CAN 连接仪表,用于对发生事件或 ADR 设备自身故障进行提醒警告^[8].

该 ADR 设备具有 1 路百兆的两线以太网接口,提供 10 MB/s 的网络接入能力,与车载两线以太网网关连接,实现自动驾驶系统内部及域间通信数据的采集;具有 1 路千兆的八线以

太网接口,提供 100 MB/s 的网络接入能力,可满足激光雷达原始点云、深度学习相机原始图片等大量数据文件的采集需求,同时也便于快速提取 ADR 设备内部存储的数据^[9].

如上所述,ADR 设备的网络接入数据总带宽最大约为 110 MB/s.为解决传统 EDR 存储空间过小的问题,ADR 设备内置了 2 TB 监控级固态硬盘,可满足自动驾驶汽车运行过程中大量数据的持续采集、快速记录和长时效本地存储的需要.硬盘存储性能如表 1 所示.

表 1 硬盘存储性能

Table 1 Storage performance of hard disk

参数	参数值
最大随机读取速度/(MB · s ⁻¹)	530
最大随机写入速度/(MB · s ⁻¹)	460
4 K 随机读取速度/(次 · s ⁻¹)	97 226
4 K 随机写入速度/(次 · s ⁻¹)	90 946
硬盘寿命/TBW	2100

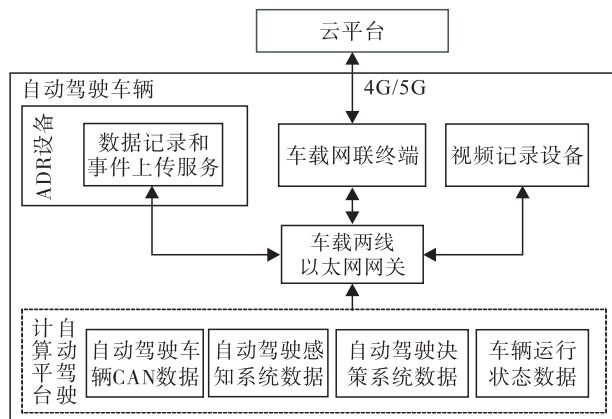


图 1 ADR 系统结构框图

Fig. 1 Structure block diagram of ADR system

1.2 车载两线以太网网关

为解决 EDR 的 CAN 总线采集数据频率不高、数据量少的问题,同时满足自动驾驶车辆大量数据的传输和采集需求,本系统引入车载两线以太网网络,并设计开发车载两线以太网网关来实现各域设备间的以太网通信,以提高各域间数据通信带宽,理论数据传输速度可达 100 MB/s.

车载两线以太网网关的硬件接口如图 3 所示,其功能类似于普通的网络路由器,可实现各域控制器间的两线组网.各域间通信协议层使用标准 AVB 协议进行通信,两线网关实现了域间不同业务数据的路由转发功能,避免了不必要的网内广播导致的数据风暴和安全风险.

1.3 车载网联终端

现有网联终端主要是实现车上各域控制器与云平台的联网通信功能.

本系统对当前网联终端的硬件和软件进行

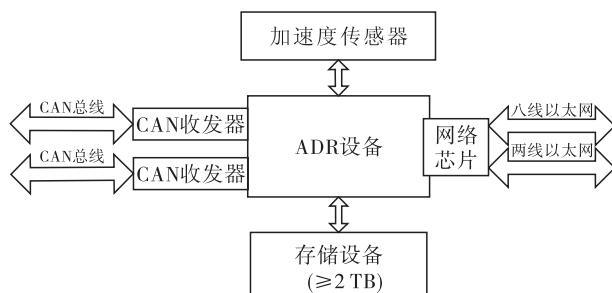


图 2 ADR 设备硬件结构

Fig. 2 Hardware structure of ADR device

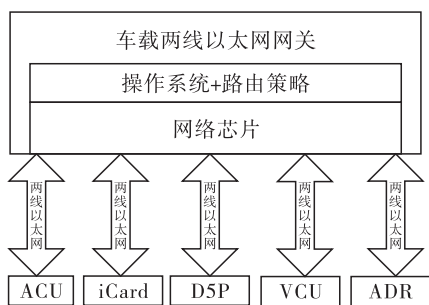


图3 车载两线以太网网关的硬件接口

Fig.3 Hardware interface of on-board two-wire Ethernet gateway

了升级改造,从现有硬件网络芯片中扩展出1路两线以太网接口,收集事件涉及的自动驾驶系统数据和视频记录设备提供的车辆视频数据,并在收集汇总后统一上传至云平台。

1.4 视频记录设备

为解决EDR无法记录车辆监控视频的问题,同时实现视频的采集存储,事件发生前后视频数据的自动分割、提取和锁存,并减少系统开发周期和成本投入,本系统对商用车普装的视频记录设备进行硬件和软件升级,以满足视频业务的需要。

本系统首先在原视频记录设备硬件网络芯片中扩展出1路两线以太网接口,用于与其他域控制器进行通信,实现接收ADR设备发来的事件信号;然后提取事件前后指定时间段的各路视频数据,并将其发给网联终端,进而上传至云平台。

1.5 云平台

为解决传统EDR设备的事件数据只能本地存储、不能及时提取和分析的问题,本系统设计开发了事件数据云端管理平台(简称云平台),以提高事件数据的提取实时性和分析效率,同时增强数据的安全性,防止数据在车端损坏或提取后被篡改。

云平台与车载网联终端通过4G物联网进行通信。云平台向网联终端提供云存储的本地

虚拟化映射功能,同时支持断点续传,简化网联终端事件数据文件的上传过程。

采用JT/T808通信协议进行云平台与网联终端之间的命令交互,实现双方事件通知、数据远程召唤等功能。在传输通道上对交互数据进行加密传输,降低公网传输的安全风险。

2 系统业务设计

ADR设备完成上电和初始化工作后,数据记录和上传服务将自动启动,按照预定域间通信协议,检查自动驾驶控制器(ACU)、网联终端、视频记录设备的通信是否正常。

ADR将自动侦听和采集ACU发来的自动驾驶系统数据,并将不同数据写入各自的文件缓存中。当文件缓存区储满之后,则将数据缓存异步持久化写入硬盘,以提高实时采集数据的响应速度和硬盘的整体写入效率。

2.1 数据采集和存储

ADR设备正常启动后,会接收自动驾驶控制器发来的感知、决策、车身状态和CAN网络数据,并使用多线程采集模式将采集的不同类型数据写入硬盘文件。

当ADR设备监测到剩余磁盘空间不足时,会启动数据清理功能,清理过程遵循最小量清理和最早数据优先清理原则,以确保保留尽量多的最新数据。ADR设备优先保留1h内的所有数据,先清理已经上传成功的事件数据,再清理1h前的非事件数据。如果空间仍然不足,再清理10h前未上传的事件数据。

系统在删除数据的同时,会在日志系统中记录所清理的事件发生时间、类型、级别等必要数据信息,以便在事件数据被清理后仍能查询到已发生事件的简要信息。

如果存储空间存在异常,将通过车辆仪表盘进行告警提示。数据采集和存储流程如图4所示。

2.2 事件处理流程

事件信号由自动驾驶系统的决策程序进行

判断和提供. 当接收到事件信号时, ADR 设备将通过 AVB 协议向网联终端和视频记录设备发送事件通知, 并将发生时刻前 90 s 和后 30 s 的数据进行锁定保护. 之后, ADR 设备和视频记录设备会通过 FTP 协议将该时间段内采集的自动驾驶系统数据和车辆视频数据上传至网联终端, 最终由网联终端上传至云平台. 事件处理流程如图 5 所示.

2.3 云端数据上传设计

ADR 设备不仅提供本地提取数据的以太网接口, 同时还支持将事件数据通过网联终端自动上传至云平台, 并在云平台上进行下载分析.

当车载网联终端监测到 ADR 设备发来的事件通知后, 将会收集自动驾驶系统数据和视频记录设备传来的监控视频, 然后通过 4G 物

联网通道向云平台上传数据. 上传过程支持断电续传, 可减少网络流量的浪费.

对网联终端与云平台的通信采用 RSA 非对称加密算法进行一层加密握手, 再为每次数据上传过程临时协商和分配二层 AES 对称加密密钥, 然后对所有交互命令和上传的数据进行 AES 加密传输. 由于网联终端每次与云平台的交互密钥都是动态生成的, 因此可以增强数据在公网上传输的安全性. 云端数据上传流程如图 6 所示.

2.4 数据存取测试

ADR 系统需要记录发生事件时的各种数据, 以便进行综合分析. 本文基于不同的事件类型对自动驾驶系统数据进行分类存储和提取, 根据自动驾驶系统所包含的计算设备、通信设

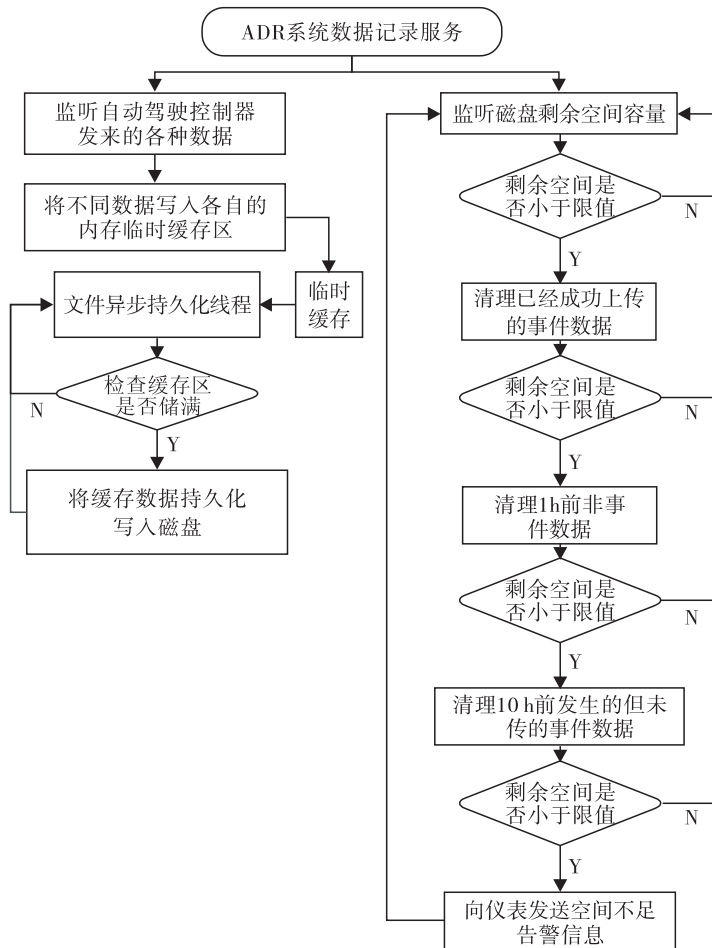


图 4 数据采集和存储流程图

Fig. 4 The flowchart of data collection and storage

备、决策系统、感知系统、控制系统、实际运营场景等信息,对事件进行分类设计,具体监控的车

辆事件清单如表 2 所示。

为了确保自动驾驶系统数据保存完整,ADR 系统需要采集和存储感知系统(如相机视频帧、激光雷达原始点云、毫米波原始报文、各感知和整合程序的目标物结果等)、V2X 系统、决策系统(如轨迹规划结果、运动控制命令等)、车辆控制系统的输入和输出结果数据,以及车身域、底盘域、网联域等所有交互的业务 CAN 报文和业务以太网数据包。为了支撑上述数据的实际存储需要,同时为 ADR 预留功能升级空间以满足不断增长的数据采集量需求,ADR 内部设计了 2 TB 存储空间,并实行循环覆盖存储。

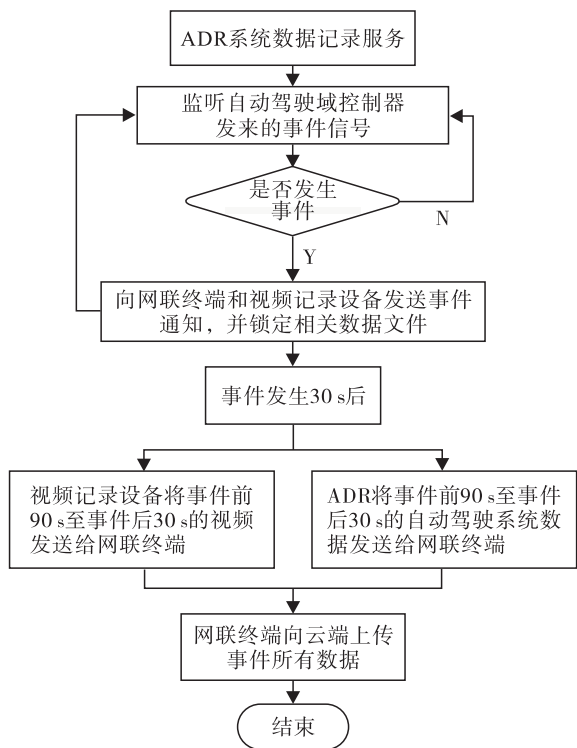


图 5 事件处理流程图

Fig. 5 Processing flowchart of event

3 实际应用验证

本系统在 12 台 L3 级自动驾驶 BRT 公交车上进行了为期 2 个月的实际运行,在不同采集场景下,ADR 设备可存储有效数据时长结果如表 3 所示。由表 3 可知,在自动驾驶模式下,ADR 设备可采集存储 85 h 的数据,按实际车辆每日运营 10 h 计算,可保存 8 d 的数据,存储数据的有效时长可以满足实际运营和提证时效的

表 2 车辆事件清单

Table 2 Vehicle event list

事件类型	事件描述
EDR 事件	遵循 EDR 中 A 级和 B 级事件定义标准,如横纵向加速度变化异常
算力消耗异常	计算资源占用异常增高等
网络异常	发生 CAN、以太网攻击,数据延迟、网络拥塞、网络中断等
软件异常	自动驾驶系统任何软件出现异常退出、数据异常等
感知系统故障	感知设备故障,障碍物处于危险范围内等
车辆状态异常	ABS、ASR、AEB 激活等
控制系统异常	驱动、制动、转向等装置无法正常响应控制命令等
人为接管	自动驾驶模式下急停按钮被按下, DMS 检测到司机状态异常等

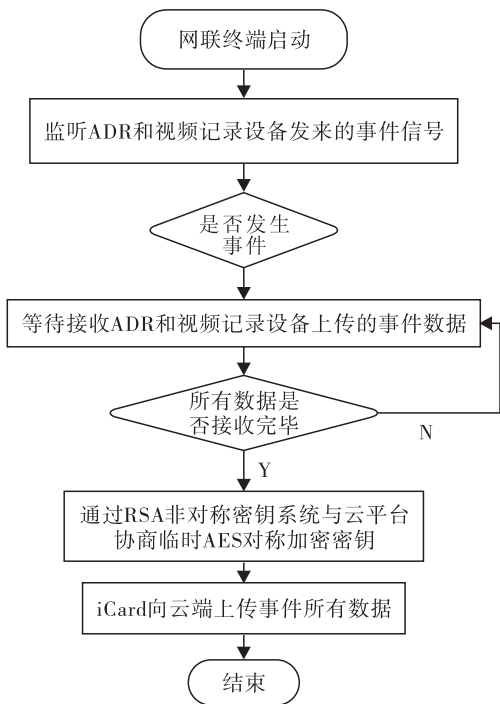


图 6 云端数据上传流程图

Fig. 6 Upload flowchart of cloud data

需要。

ADR 具有 1 路八线以太网接口可用于本地数据的提取。在不同业务场景下,采集 1 d 的数据量,其提取用时结果如表 4 所示。由表 4 可知,在辅助驾驶模式下,车辆运营 1 d 的数据约为 108 GB,可以在 18 min 内完成提取;在自动驾驶模式下,车辆运营 1 d 的数据约为 216 GB,可以在 36 min 内完成提取。由此可见,数据提取过程耗时很短,这不仅可以满足车辆事故数据提取效率的需要,也能提高研发数据的提取效率。

综上,ADR 系统不仅可以采集存储辅助驾驶和自动驾驶系统的实际运营数据,而且还可以提供快速的数据提取通道,同时还可以满足研发工作所需的大量数据的采集和存储,其应用场景可支撑自动驾驶系统研发调试和实际运营需要。

4 结语

本文引入车载两线以太网和 CAN 网络设计了 ADR 系统,通过对车辆多个现有设备模块进行改造,开发了 ADR 设备配套的车载网联终端、视频记录设备和云端数据管理平台。实际应

表 3 ADR 设备存储数据的有效时长

Table 3 The effective time for ADR stored data

数据写入速度/(MB·s ⁻¹)	有效存储时长/h	场景说明
3	170.0	辅助驾驶最小数据集
6	85.0	自动驾驶最小数据集
10	51.0	两线百兆网络全负荷采集
100	5.0	八线千兆网络全负荷采集
110	4.5	两线和八线网络均全负荷采集

表 4 数据提取用时

Table 4 Data extraction time

采集数据量/GB	本地提取用时/min	场景说明
108	18	辅助驾驶最小数据集 3 MB/s
216	36	自动驾驶最小数据集 6 MB/s
360	60	研发测试场景数据集 10 MB/s

用结果表明,相较于 EDR 设备,本系统能采集和记录更多更全面的自动驾驶汽车事件数据,并可方便快速地提取数据,为事故责任认定提供有效的数据支撑。

随着自动驾驶汽车的不断发展和落地应用,ADR 设备和配套管理系统将成为自动驾驶车辆的必备组成部分。基于成熟的车载以太网技术,通过满足车载 EMC 要求的百兆、千兆车载以太网和车规级高速存储设备,实现高带宽、高性能的数据传输和存储,在自动驾驶汽车领域将具有更加广阔的发展空间。

参考文献:

- [1] 谷阳阳,柴智勇,全宝强. 事故数据记录系统 EDR 在车辆质量司法鉴定中的应用[J]. 电子测量技术,2018,41(18):133.
- [2] 吴含冰,孙枝鹏,张广秀,等. 汽车事件数据记录(EDR)系统数据读取方案研究[J]. 汽车电器,2019(12):1.
- [3] 钱宇彬,李威,冯浩. 车辆 EDR 数据分析及应用[J]. 汽车技术,2017(12):48.
- [4] 施水娟,路长国,申彪. 车载数据记录设备的设计与实现[J]. 电子测量技术,2019,42(11):76.
- [5] 冯浩,方建新,陈建国,等. 道路交通事故速度重建技术现状[J]. 中国司法鉴定,2014(6):68.
- [6] 袁清峰,刘志远,赵天峰,等. 一种车辆状态通用自动监测装置设计与实现[J]. 计算机测量与控制,2016,24(6):15.
- [7] 刘全周,李占旗,陈慧鹏,等. 汽车事件数据记录系统控制策略研究[J]. 汽车电器,2019(11):52.
- [8] 李利飞,闫瑞杰,李海香. 基于 CAN 总线的汽车电气控制系统设计[J]. 山东工业技术,2019(6):69.
- [9] 李巍,张丽静,王燕芳. 车载以太网技术及标准化[J]. 电信网技术,2016(6):1.



引用格式:李秀芳,许佩,王建伟,等.面向制丝车间的电能数据采集与分析系统设计[J].轻工学报,2020,35(5):103-108.

中图分类号:TH17;TP302 文献标识码:A

DOI:10.12187/2020.05.014

文章编号:2096-1553(2020)05-0103-06

面向制丝车间的电能数据采集与分析系统设计

Design of electric energy data

collection and analysis system for silk making workshop

李秀芳,许佩,王建伟,赵春元,杨意

LI Xiufang, XU Pei, WANG Jianwei, ZHAO Chunyuan, YANG Yi

河南中烟工业有限责任公司 黄金叶生产制造中心,河南 郑州 450016

Goldenleaf Production and Manufacturing Center, China Tobacco He'nan Industrial Co., Ltd.,
Zhengzhou 450016, China

关键词:

电能数据采集;批处理;
智能分析;数据仓库;
高数据吞吐

Key words:

electric energy data
collection; batch;
intelligent analysis;
data warehouse;
high data throughput

摘要:为提升烟草制丝加工、生产质量等数据的综合分析及应用能力,设计了一套面向制丝车间高数据吞吐的电能数据采集与分析系统.该系统基于协议网关和 Cassandra 数据仓库实现异构数据的汇聚交互;通过 Spring Batch 批处理技术及流式的、面向切面的任务管理实现任务创建、管理与异常分析;运用 Quartz 实现任务的定时调度;采用 RabbitMQ 消息中间件实现采集数据的消峰;通过 MQTT 协议与 Vue 前端技术将信息展示给用户,最终实现从数据调度、存储、分析到展示的全流程功能.测试结果表明,该系统访问延时小、承载能力和稳定性强,可以满足烟草企业制丝车间的电能数据分析需求.

收稿日期:2020-04-27

作者简介:李秀芳(1973—),女,河南省长垣市人,河南中烟工业有限责任公司高级工程师,主要研究方向为制丝工艺设备管理、工业网络技术及应用.

Abstract: In order to improve the comprehensive analysis and application capabilities of tobacco silk processing, production quality and other data, a set of electric energy data collection and analysis system for high data throughput in the silk workshop was designed. The system realized the aggregation and interaction of heterogeneous data based on the protocol gateway and Cassandra data warehouse. It implemented task creation, management and abnormal analysis through adopting Spring Batch processing technology and a stream and aspect-oriented task management. The task real-time scheduling was implemented with Quartz and the peak elimination of the collection was achieved with RabbitMQ message middleware. The message could be efficiently shown to users by MQTT protocol and Vue front-end technology. Finally, the system could realize the whole process function from data scheduling, storage, analysis to presentation. The test results showed that the system had small access delay, strong carrying capacity and stability, and could meet the power data analysis needs of tobacco companies' silk workshops.

0 引言

电能企业的生产活动中占有重要地位,其能耗是企业生产成本的重要组成部分^[1-2]。设备的电能数据是企业生产活动中的关键数据,可直接反映设备状况,间接反映设备性能,价值密度较高。依据电能数据进行用电控制可节约企业能耗,创造间接利益^[3-5]。因此,对电能数据进行智能分析不仅可以指导生产活动、降本增效,对企业的高质量发展也具有极为重要的意义^[6]。

现有的电能数据采集系统大多依附于制造执行系统(MES),将服务端采集的数据存入数据库。MES的主要作用是实现信息的交互和管理,其数据分析任务依托于传统关系型数据库,存储能力有限,制约了企业对数据的分析与处理能力^[7-10]。目前市场上流行的数据分析平台,如Hadoop、Spark、Flink等都是针对互联网企业大规模的数据量而设计的,其构建成本高昂、灵活性差,难以满足烟草企业数据的分析需求。

在烟草企业信息化建设快速发展的同时,诸多企业致力于提高其在大数据背景下的业务分析能力。基于此,有学者提出使用云平台对数据进行相关分析、整理,以提高企业对数据的分析能力^[11-12];也有学者设计并使用第三方平台来满足烟草企业对电子商务数据分析的要求^[13]。

但是,云平台存在网络依赖性强、安全隐患突出等不足,而第三方平台由于设计的专属性,可在保证安全的基础上融合云平台的优质资源。

鉴于此,本文拟在传统MES电能监控系统的基础上,结合烟草企业制丝车间数据规模小的特点,设计一套电能数据采集与分析系统(独立的第三方平台),以期满足烟草企业制丝车间的电能数据分析需求,为企业的智能化发展提供参考。

1 系统总体结构设计

电能数据采集与智能分析系统主要包括两部分:一是异构数据汇聚网络;二是服务器端应用系统。系统采用智能电表采集电能数据,通过协议网关实现电能数据的异构网络数据交换。该方法可降低成本,缩短开发周期,并能够将电表数据的交互直接下放到服务器端控制层面。

目前市场上通用的智能电表一般都支持ModBus RTU协议^[14],可以通过网关转换装置将上层的以太网协议转换成ModBus RTU协议,将智能电表接入到网络中。ModBus RTU协议使用主从通信模式,在一个网关管理的网段内采用一个线程轮询访问电表的数据端程序。异构数据汇聚网络如图1所示。

服务器端应用系统的设计包括电能数据的调度、汇总、分析和展示。首先,将电能数据采集

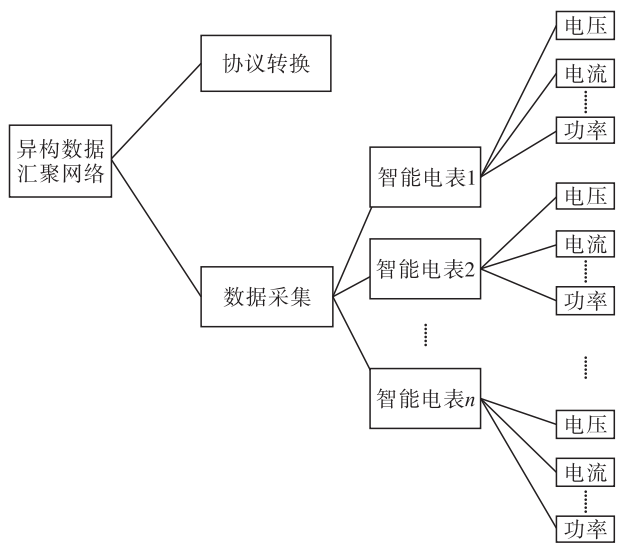


图 1 异构数据汇聚网络

Fig. 1 Heterogeneous data aggregation network

系统采集到的数据存放在由 Cassandra 集群搭建的数据仓库中,实现数据的持久化存储,便于分析;然后,由 Quartz 调度器完成任务调度,由 RabbitMQ 完成电能采集与模型层之间的数据通信,由 Spring Batch 完成电能数据批量处理,实现电能数据的分析;最后,通过 Vue 框架实现前端数据的展示.服务器端应用系统总体框架采用 JavaEE 和 SpringBoot 开发,其架构如图 2 所示.

1.1 异构数据汇聚网络设计

1.1.1 异构数据采集

异构数据的采集通过智能电表来实现.工厂设备的供电系统大多集中在低压配电柜,根

据车间低压配电分布及供配电回路,可选择多路智能电表,以实现一个电表对多个设备电能数据的采集.

系统采用安科瑞多路智能电表,它不仅可以测量电能及相关电参数,还可进行时段、费率等参数的设置,并具有多种信息输出接口.其 RS485 通讯接口支持 ModBus RTU 协议,基于此协议可实现与上位机的数据交换.

1.1.2 协议转换

由于智能电表支持 RS485 接口的 ModBus RTU 协议,所以基于以太网的企业信息化网络需要进行协议转换^[15].目前的主流技术路线有两种:一种是将智能电表中的数据汇聚到 PLC 中,通过 PLC 扩展通信接口,可以同时支持 ModBus 与以太网两种通信接口. PLC 作为 ModBus 主站访问获取智能电表数据,再通过以太网口将电能数据传递给服务器端.但 PLC 价格较高,还需要为同时支持两种通信协议而扩展通信模块,导致综合成本较高.另一种是采用协议转换网关,将协议数据读取编程工作上移.由于服务器端编程难度小于 PLC 端的编程难度,而且成本较低,所以本文选用协议转换网关来实现异构网络协议的转换.

1.2 服务器端应用系统设计

1.2.1 软件架构设计

该系统软件架构有诸多区别于传统企业信息化系统的设计:在数据调度方面,通过定时任务框架 Quartz 来实现定时轮询访问智能电表获取相关数据;在数据汇聚方面,设计消息中间件来缓冲数据,降低系统宕机隐患;在数据分析方面,由 Spring Batch 完成电能数据批量处理,实现电能数据分析;在数据展示方面,由于需要展示的是电能的实时数据,故不需要数据缓存系统,电能数据采集处理后可直接实时显示,设计采用 Vue 框架来实现前后端分离及数据实时展示.

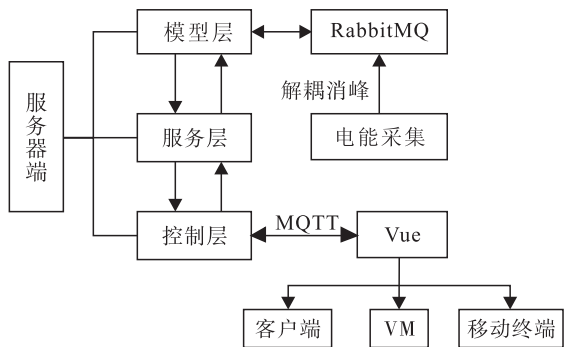


图 2 服务器端应用系统架构图

Fig. 2 Architecture of server application system

1.2.1.1 定时调度任务选择 为定时轮询访问智能电表来获取相关数据,服务器端的调度服务采用定时任务框架.目前有3种较为常见的定时调度任务设计技术.

1)基于JDK自带的Timer定时器实现的定时调度.该技术操作简单,但所有定时任务基于同一个线程,存在任务干扰问题,需要采用线程池配合,为每个调度任务单独创建线程,以解决Timer定时器存在的问题,但这也增加了编程的复杂度.

2)Spring框架整合的SpringSchedual定时调度.该技术通过简单的注解和Cron表达式可快速实现定时任务,但只适合单模块的定时任务调度,一旦服务满足不了并发需求,需要进行集群化,因此该调度策略不适用于本系统.

3)选择Quartz实现定时任务调度.该技术可以实现单系统调用和多系统任务调用,方便未来进行扩展,因此本系统选用该定时调度技术.

除上述定时调度任务的选择外,采集程序的另一个重要关注点是实现ModBus TCP通信.相较于传统的TCP/IP通信,ModBus TCP基于其应用层协议,在数据头增加了设备地址和功能码数据.可以采用简单的BIO模型作为数据采集端访问智能电表的数据,也可以选择封装好的工具包(如ModBus 4J)实现数据采集,减少代码开发量,提升开发速度.

1.2.1.2 数据汇聚 将采集的电能数据直接传输给分析系统进行处理存在安全隐患,具体表现在以下3个方面:数据没有备份,若出现异常,易丢失数据;分析系统直接面临数据源,当某时刻采集数据流过大时会造成系统拥堵;系统耦合度高,不利于系统的扩展,如果后期需要增加模块,就需较大的工作量去增加传输通道.

基于以上原因,本文系统在采集层与业务

层之间设计了一个消息中间件用来缓冲数据,从而有效避免上述数据汇聚时的不利影响,满足系统数据处理需求.

1.2.1.3 数据分析 数据分析系统用来实现任务的分配、结果汇总和差错控制.它可以将一个较大的任务分配给多个线程并行处理,并将基本任务模型分解为Map任务和Reduce任务.除此之外,还需要一个调度平台决定在哪个服务器和线程上执行任务,并将运行失败的任务进行重新分配,保证整体分析的有序进行.电能数据分析系统的总体框架如图3所示.

在Spring Batch数据批处理设计中,采用Job作为处理单位,一个Job可以包含多个步骤,每个步骤均可实现监视和异常处理,一旦执行失败,会有重试机制来保证任务的正常执行.

电能数据智能分析系统包括实时数据处理与批量分析,系统根据数据分析及时性的需求差异化来获取数据.本系统采用轻量级的Spring Batch框架实现批处理任务的分发与监控,用Quartz框架实现任务的控制;选择随机森林算法作为机器学习模型,实现异常设备监控和预警批处理.

为降低单位产品能源消耗,创建融合数据分析模型,将企业生产数据与设备电能参数进

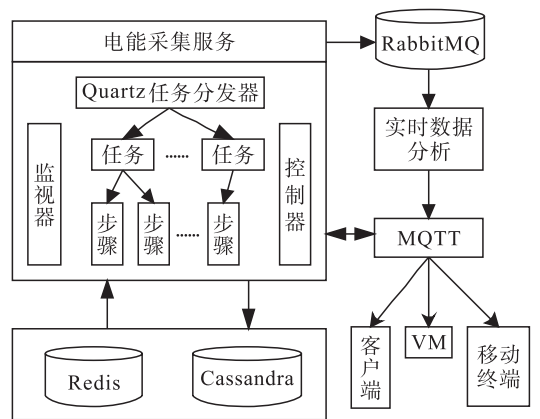


图3 电能数据分析系统框架图
Fig.3 Overall frame diagram of electric energy analysis system

行综合分析,不仅可实现能源信息的综合统计与分析,还可对设备的状态进行模型分析.本系统基于电能数据,结合设备的产量数据、环境数据、工艺过程数据等多个维度进行综合分析,可有效提高数据分析的实效性,挖掘蕴藏在数据背后的价值.该系统与现有的MES系统进行数据交互,获取需要的多维度数据,然后根据企业的需求目标,选择需要优化的参数,并为这些参数设置权重,从而将对多目标参数的优化转化为对单目标参数的优化;通过一些机器学习算法(如随机森林、线性回归、支持向量机、神经网络等)探究工艺参数、环境因素对生产的影响,寻求最优环境(单位产值能耗最低)和工艺参数设置,从而达到节能降耗、提高生产效率和产品品质的目的.

1.2.1.4 前端交互 分析之后的数据需要在Web端或移动端展示.早期的动态数据展示通常采用JSP等数据拼装技术,通过后台业务系统将动态数据与需要展示的页面进行拼装,然后传递给服务器端.这种技术的缺点较为明显,其传输的页面数据中只有一小部分是关键动态数据,即使页面仅发生非常小的变化,每次访问也都需要重新刷新页面.

本文基于Vue框架,采用前后端分离技术,前端控制页面展示,后端只需传输实时数据.另外,为了进一步降低服务器的内存损耗,设计采用发布/订阅方式来实现数据的推送:客户端只需在服务器上注册订阅一次就可实时收到订阅的数据;服务器端只需推送一次数据就可实现所有客户端的数据发布.

后端实时数据传输采用MQTT协议,底层采用消息队列实现方式,相对于主流的消息对流,不需处理重传、数据丢失等异常情况,适用于数据监控领域.

1.2.2 数据仓库设计

传统关系型数据库基于笛卡尔积设计,与

现实生活的实体对象相映射,便于业务代码处理.但在数据分析领域,关系型数据库的B树存储结构使得数据存储能力有限、扩展能力较差,所以当数据达到一定规模后需要及时清理,否则会导致查询与访问速度变慢、关系型数据库在扩展能力上表现变差、基于日志的主从备份存在数据不一致的风险等问题;在写入从库时,需要依赖主库,存在单点故障.

常用分析算法的精度与数据规模呈正相关,所以建立能够存放大规模企业历史电能数据的仓库是必要的.目前,数据仓库的构建主要基于HBase、Cassandra等列式数据库,它们的底层原理相似.其中,Cassandra的集成度较高,包含磁盘组件SSTable、节点间通信组件Gossip服务和注册中心DataStax,完成度更高,企业易用性更好.本系统采用Cassandra作为数据批量处理的数据库,与传统关系型数据库相比,其数据压缩率较高,可存储更多数据;扩展能力较强,可实现线性扩展,集群规模可实现水平扩展而不影响使用;访问速度较快,特别是在数据规模较大时,仍可保持较快的查询速度.

2 系统测试

本文所设计的系统已应用于某企业烟草制丝加工信息化改造项目中,运行良好.为检验该系统的性能,将其与实际工程结合进行了对比实验.采用Jmeter测试工具,模拟大规模并发访问及大数据量采集场景下的系统性能变化.在系统样本并发量分别为1000个、2000个和3000个的场景下,将本文所设计的系统与传统MES电能监控系统进行对比,结果如表1所示.

由表1可知,相较于传统MES系统,在并发量不同的情况下,本文系统的访问延时都得到大幅度降低,系统访问延时越小,访问响应就越快;在压力测试中,本文系统的TPS值都明显高于传统MES系统,这说明本文系统的处理速

表1 两种系统的访问延迟和并发测试对比结果

Table 1 Access delay and concurrency comparison table of the two systems

系统	并发量/个	访问延时/s	每秒事务处理量(TPS)/个	访问成功率/%
传统 MES 系统	1000	56	267	99
	2000	87	232	94
	3000	154	105	53
本文系统	1000	17	409	100
	2000	21	378	100
	3000	28	364	99

度更快,效率更高,承载能力更强;在系统样本并发量分别为 1000 个和 2000 个时,本文系统的访问成功率有小幅提升,但当样本并发量为 3000 个时,传统 MES 系统访问成功率大幅下降,而本文系统未发生明显变化,这说明本文系统的稳定性较强。

由此可见,本文系统的性能更加优良,可有效缩短系统从设备采集到展示的时间延迟、提高系统吞吐量、降低系统访问失败率等。

3 结语

本文在传统 MES 电能监控系统的基础上设计了一套比较完整的电能数据采集与分析系统,该系统采用协议网关,解决了异构数据的汇集交互问题;采用 Quartz 调度器,易于实现系统扩展,降低了系统的耦合性,使系统更加灵活;采用消息中间件 RabbitMQ,提高了系统的可用性、扩展性、安全性;采用 Spring Batch 数据处理框架,无需用户交互即可有效实现大量信息的自动、复杂处理;采用 Vue 用户界面框架,提供了高效的数据绑定和灵活的组件系统。测试结果表明,该系统具有访问延时小、承载能力和稳定性强的优点,可以满足烟草企业制丝车间的电能数据分析需求,为烟草企业的智能化发展提供有益参考。

参考文献:

[1] 龚立雄,谭小红,任良兰,等.“工业 4.0”与我

国工业能源消耗分析[J]. 经营与管理,2017(10):74.

- [2] HAIDER S, ADIL M H. Does financial development and trade openness enhance industrial energy consumption? A sustainable developmental perspective[J]. Management of Environmental Quality: An International Journal, 2019, 30(6):1297.
- [3] 彭沐鑫. 关于电气节能在工业电气设计中的应用分析[J]. 居舍, 2019(12):109.
- [4] 宋波. 工厂供配电的节能方法[J]. 湖北农机化, 2019(6):59.
- [5] 孔祥瑞,梁辉. 工业设计中电气节能技术的应用[J]. 工程技术研究, 2018(7):72.
- [6] 冯玉静,高德婷,周洛竹. 济南市工业能耗的现状与问题[J]. 价值工程, 2018, 37(10):74.
- [7] 卓炯尧. 智能能耗管理系统方案设计[J]. 电脑编程技巧与维护, 2019(7):100.
- [8] 贾蕾. 工业物联网数据融合低能耗传输算法研究[J]. 电子世界, 2019(6):55.
- [9] 王鹤鸣,郑良广,杨玉钊. 基于大数据平台的能耗分析与管理系统[J]. 机车电传动, 2019(4):107.
- [10] 何恒靖,赵伟,黄松岭,等. 云计算在电力用户用电信息采集系统中的应用研究[J]. 电测与仪表, 2016, 53(1):1.
- [11] 袁颖. 中小企业服务外包云平台需求分析及功能模块设计[J]. 江苏商论, 2019(4):27.
- [12] 高洁. 大数据时代中小企业营销模式困境分析[J]. 现代营销(下旬刊), 2020(3):63.
- [13] 彭海静. 第三方电子商务大数据分析平台的构建与应用研究[J]. 电子商务, 2017(2):24.
- [14] 胡存,骆德汉,童怀. 基于 Modbus 与 MQTT 融合工业能耗网关系统设计[J]. 物联网技术, 2019, 9(4):49.
- [15] 官游,刘惠颖,殷鑫,等. 电能表通信规约一致性自动检测系统[J]. 电测与仪表, 2018, 55(24):135.