

# 敞开式卧式陈列柜食品包温度分布的数值模拟

吕彦力, 曹秀琴, 吴学红, 孟志强

(郑州轻工业学院 机电工程学院, 河南 郑州 450002)

**摘要:**研究了在不同送风风速和温湿度情况下敞开式卧式陈列柜食品的温度分布,并考察辐射传热和传质对食品温度分布的影响.结果表明:食品包温度的总体分布为左低右高、下低上高;且陈列柜送风风速增大时,食品温度降低,但冷耗增加,故风速存在最佳值;环境温度每升高 $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,食品包温度平均升高 $0.1\sim 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,湿度每升高 $20\%$ ,其温度平均升高 $0.1\sim 0.7\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**关键词:**敞开式卧式陈列柜;食品包温度;数值模拟

**中图分类号:**TH12;TB65 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.001

## Numerical simulation of temperature distribution of food packages on open-type horizontal display cabinet

LV Yan-li, CAO Xiu-qin, WU Xue-hong, MENG Zhi-qiang

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

**Abstract:** The temperature distribution of food packages of open-type horizontal display cabinet was investigated under the different wind speed, air temperature and humidity; at the same time, the radiation and mass transfer were considered. The computational results showed that the temperature distribution of food packages is low on the left and the bottom of the food and is high on the right and the surface of the food. When the blowing wind speed of the display cabinet increases, food temperature reduces, but cold consumption increases, so there is an optimal value of the wind speed. While the ambient temperature is increased by  $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , the average temperature of food packages rise  $0.1\sim 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; humidity is increased by  $20\%$ , its average temperature rise  $0.1\sim 0.7\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**Key words:** open-type horizontal display cabinet; temperature of food packages; numerical simulation

## 0 引言

冷藏陈列柜能够保证食品质量、防止食品变质.为便于顾客选购,敞开式陈列柜成为超市的主要冷藏设备.它不仅能保证食品冷藏温度,而且可以利用风幕来隔离食品与高温环境,以减少环境热空气的侵入,阻止灰尘、昆虫的危害.近年来的研究

表明,CFD数值模拟与实验及理论分析相符,验证了计算流体力学方法用于冷藏陈列柜性能测试的可行性.从目前的研究情况看,陈列柜性能研究内容主要包括热负荷、风幕、节能3个方面<sup>[1-3]</sup>.谢卓等<sup>[4]</sup>研究表明湿空气引起的潜热负荷占 $11\%$ ,对陈列柜性能有较大影响.文献<sup>[5-7]</sup>通过研究风速、环境湿度、辐射对风幕的影响,发现送风速度存在

收稿日期:2012-12-28

基金项目:国家自然科学基金项目(21076200);河南省教育厅项目(2011A470013)

作者简介:吕彦力(1955—),男,河南省确山县人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为制冷与低温设备的节能技术.

最佳值,且考虑辐射更贴近实验值. J. Cui 等<sup>[8]</sup>通过对比实验数据与模拟结果,得出影响风幕的关键因素,并提出高效节能风幕的改进措施. J. Moureh 等<sup>[9]</sup>提出在湍流模型中增加雾状流可改善陈列柜性能. 以上大部分文献在计算中,陈列柜都处于空载状态,且都未考虑负载状态下食品温度分布情况. 由于食品安全是评价陈列柜性能的关键,因此本文拟在不同送风风速和温湿度情况下,研究卧式冷藏陈列柜食品包温度分布,并考察辐射传热和传质对食品温度分布的影响.

## 1 冷藏陈列柜的结构

研究对象为 1 台卧式陈列柜,长宽高分别为 2.0 m × 0.9 m × 0.87 m,如图 1 所示,将其简化为二维模型,其中长度方向垂直于纸面. 根据 GB/T21001.2—2007 确定食品包的大小及布置,取其尺寸为 100 mm × 50 mm(宽高),布置为 2 行 8 列,并对其编号 1—16.

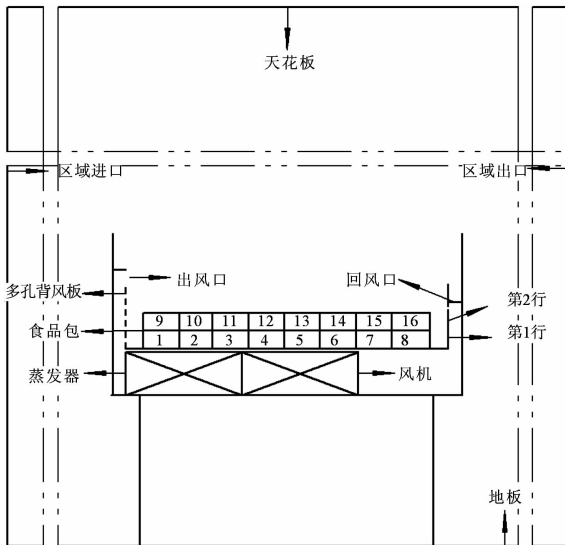


图 1 陈列柜二维图

## 2 冷藏陈列柜的 CFD 模型

### 2.1 模型的简化假设

1) 视气体为空气和水蒸气的混合物,引入组分模型,但忽略水蒸气相变换热对食品包温度分布的影响;

2) 由于冷风幕射流属于湍浮力射流且与环境温差较大,因此采用标准  $k-\varepsilon$  湍流模型方程进行

计算;

3) 陈列柜内外温差较大,考虑辐射换热,并在计算中采用 DO 辐射模型.

### 2.2 控制方程

由以上简化假设得,二维不可压缩、稳态、常物性的 Navier-Stokes 方程的通用形式为<sup>[10]</sup>

$$\text{div}(\rho U\varphi) = \text{div}(\Gamma_{\varphi} \text{grad}\varphi) + S_{\varphi}$$

其中, $\varphi$  为通用变量, $U$  为流体速度矢量, $\Gamma_{\varphi}$  为广义扩散系数, $S_{\varphi}$  为广义源项.

表 1 控制方程各项

方程	通用变量 $\varphi$	扩散系数 $\Gamma_{\varphi}$	源项 $S_{\varphi}$
连续	1	0	0
$u$ -动量	$u$	$\eta$	$-\partial P/\partial x$
$v$ -动量	$v$	$\eta$	$-\partial P/\partial y$
能量	$T$	$\lambda/C_p$	0

辐射控制方程为

$$\frac{dI}{ds} + (\alpha + \sigma_s)I = \alpha \frac{\sigma T^4}{\pi} + \frac{\sigma_s}{4\pi} \int_0^{4\pi} I d\Omega$$

式中, $I$  为定向辐射强度/ $(W \cdot (m^2 \cdot sr)^{-1})$ ;  $s$  为光程长/m; $\alpha$  为吸收率; $\sigma_s$  为散射率; $T$  为当地温度/K; $\sigma$  为斯忒藩-玻耳兹曼常数,其值为  $5.67 \times 10^{-8}/W \cdot ((m^2 \cdot K)^{-1})$ ;  $\Omega$  为立体角/sr.

### 2.3 边界条件

按照 GB/T21001.2—2007 确定陈列柜在实验室内的定位,陈列柜左右柜板距于室内左右边界 1.5 m,其顶部距房顶 2.13 m,构成了陈列柜数值模拟的计算区域(如图 1 所示). 区域左边界定为压力进口,右边界定为压力出口;蒸发器的出口定为速度进口,风机定为速度出口;食品包四周及其他边界都定为为墙;将食品包设置为固体区域,其物性按照瘦牛肉物性设定. 整个计算区域考虑空气相对湿度的影响,视流体为空气与水蒸汽的混合物,引入组分模型,其相关数据由文献[11]得出,如表 2 和表 3 所示,其中环境温度、进出口温度及相对湿度的控制精度分别为  $\pm 3\%$ ,  $\pm 0.1\%$ ,  $\pm 3\%$ .

表 2 不同环境相对湿度下的相关数据

环境相对湿度/%	蒸发器出口温度/°C	蒸发器出口相对湿度/%	风机入口温度/°C	风机入口相对湿度/%
30	-0.9	91	5.3	67
50	0.4	95	6.4	81
70	0.7	99	7.1	94

表3 不同环境温度下的相关数据

环境温度/℃	蒸发器出口温度/℃	蒸发器出口相对湿度/%	风机入口温度/℃	风机入口相对湿度/%
23	0.4	95	6.4	81
25	0.4	95	6.4	81
27	0.4	95	6.4	81

### 2.4 网格划分及独立性验证

由于陈列柜内部、风幕区及回风口区速度梯度较大,因此这些区域采用四边形均匀细网格,其他区域采用渐变粗网格,如图2所示.用3种网格密度对陈列柜进行网格独立性验证,其中网格数依次为88 896,116 056和171 132.图3表明不同网格密度下食品包的温度分布相差较小,并且以116 056为基础,经计算得出其相对误差都<5%.取网格数为116 056进行计算.

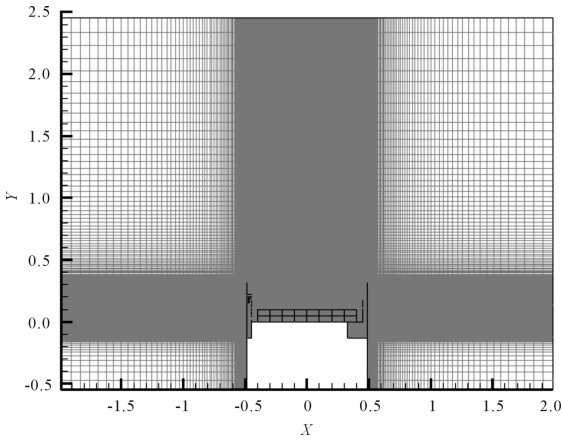


图2 网格划分示意图

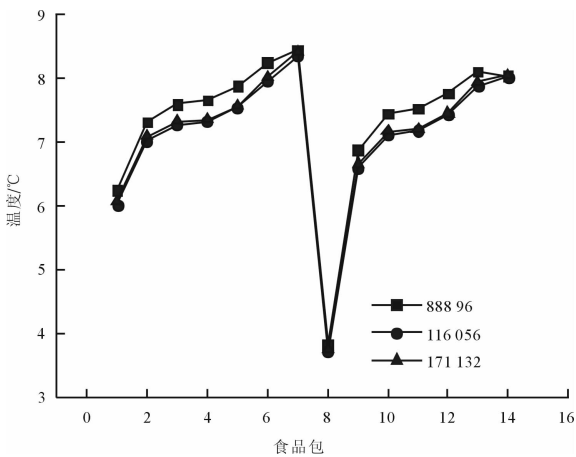


图3 不同网格密度下食品包的温度分布

## 3 模拟结果及分析

陈列柜食品包温度分布的影响因素有送风风

速、环境温湿度、初始紊流度、购物产生的扰动等.其中送风风速是影响食品温度的重要因素,而环境温湿度对其也有较大影响,并且目前对环境温湿度的研究还不充分,因此本文考虑这3个因素的影响.

### 3.1 柜内食品包温度分布分析

在环境温度25℃,相对湿度50%,蒸发器出口风速0.5 m/s的条件下,通过数值模拟计算出的结果见图4—图6.

由图4可以看出,食品包及风幕的温度分布是不均匀的,总体变化情况为左低右高、下低上高,这主要是由于陈列柜从左侧送风.由于风速及陈列柜回风口玻璃挡板的影响,风幕有少量外溢且方向向上.图5是该条件下的速度场分布图.由图5可知,在食品上表面与风幕之间形成一个大涡,使得上层食品产生不同的热交换方式,其中左侧食品与大涡

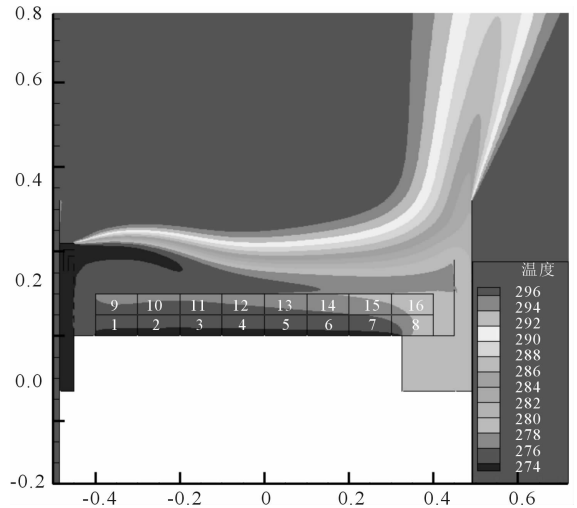


图4 环境温度25℃,相对湿度50%,蒸发器出口风速0.5 m/s条件下的温度场

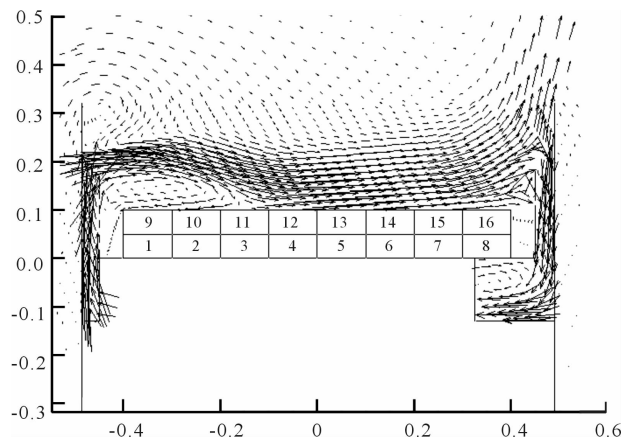


图5 环境温度25℃,相对湿度50%,蒸发器出口风速0.5 m/s条件下的速度场

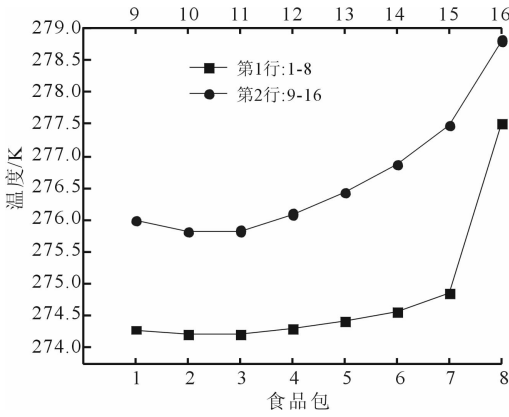


图6 环境温度 25 °C,相对湿度 50%,蒸发器出口风速 0.5 m/s 条件下食品包的温度分布

进行热交换,而右侧食品与风幕进行直接热交换. 同时在出回风口之间形成完整风幕,起到隔离环境的作用. 但是风幕在出风口处形成漩涡,使热空气渗入,与环境进行热质传递,使其厚度自左向右逐渐增大,在回风口处再次形成漩涡,导致冷量外溢.

图6是图1所示的2行食品包温度分布的对比,通过对比可以看出,第1行食品包温度比第2行小,且从左到右2行温差逐渐增大,但食品包8和16的温差较小. 这是由于其传热机理不同,第1行是靠陈列柜存放食品的容积底板与食品进行导热来降低食品温度的,而第2行主要是靠对流换热带走食品热负荷的. 对于第1行,因为底板受蒸发器的影响温度较低,所以底板与第1行食品温差较大,使得第1行食品温度较低;对于第2行,虽然其传热系数大于第1行,但其传热温差较小,故其温度略小于第1行. 从左到右2行食品包温差逐渐增大,这表明风幕与环境空气存在热传递,环境空气的渗入使得风幕温度增加,上层食品包的换热减弱. 由于回风温度较高,食品包8主要是通过导热来降低温度的,传热系数小,且回风温度较高,传热温差小,故其温度较高,与食品包16的温差较小. 同时可以看出食品包1和7的温度高于2和9,这是由于大涡的形成使得1和7处的传热系数较低.

### 3.2 蒸发器出口风速对柜内温度的影响

图7—图9给出了环境温度为 25 °C,相对湿度 50%时,风速从 0.2 m/s 到 0.8 m/s 变化时,柜内温度分布情况(由于食品包7和8的温差较大,使得第1行的温度梯度分布不明显,故以下各第1行温度分布图忽略食品包8). 当送风风速很小时,冷射流的初动能较小,无法形成完整风幕,使得该陈列柜右侧食品温度过高,且左右两侧梯度过大,无法满

足食品储存要求. 随着风速的增加,冷射流的初动能也逐渐增大,使得形成完整风幕. 这样既能满足食品温度要求,又能有效地隔离热空气,阻止灰尘等侵入. 因此送风风速对食品包温度分布有重要影响. 由模拟得出,当风速小于 0.25 m/s 后,食品储存温度将无法保证.

从图7和图8可以看出,随着送风风速的增大,食品包温度减小,且第2行食品包受风速影响较大,这是因为随着风速的增大,其传热系数也增大,但第1行主要是靠导热来降温的. 风速由 0.25 m/s 增加到 0.35 m/s,第1行食品包平均减少 0.17 °C,而

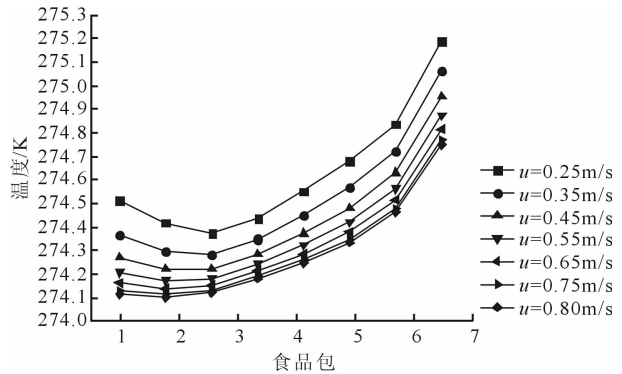


图7 不同送风风速下第1行食品包的温度分布

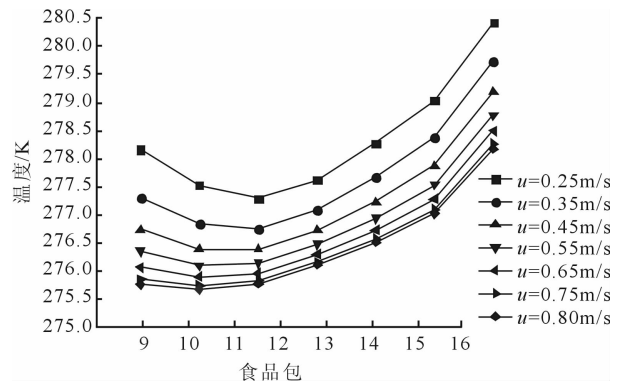


图8 不同送风风速下第2行食品包的温度分布

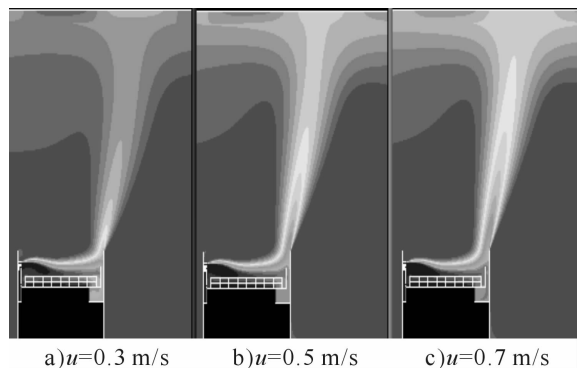


图9 不同送风风速下柜内温度场

第2行平均减少0.48℃.同时也可以看出,当风速较小时,随着风速的增大,食品包温度降低较明显;当风速增大到0.55 m/s后,随着风速的增大,食品包温度变化较小.风速由0.25 m/s增加到0.5 m/s,第1行和第2行食品包温度平均分别减少0.35℃和0.95℃,而风速由0.55 m/s增加到0.8 m/s,其温度平均分别减少0.13℃和0.35℃.说明送风风速较小时,提高风速对陈列柜有益;由于漏冷量随着风速的增大逐渐增多(如图9所示),因此当风速较大时,提高风速使冷量外溢增多,能耗增加,但对食品温度影响不大.所以风速存在最佳值.

### 3.3 环境温湿度对柜内温度分布的影响

由于冷射流的卷吸现象使得环境空气侵入风幕造成冷耗,因此必须考虑环境温湿度对食品温度分布的影响.图10—图11表示在环境湿度50%,蒸发器出口风速0.5 m/s,环境温度分别为23℃,25℃,27℃条件下食品包温度分布的对比.从图中可看出,当环境温度增加时,食品包温度也随之增大,同时可明显看出环境温度对第2行食品包的影响高于第1行.环境温度从23℃到25℃,第1行和第2行

食品包温度分别平均增加0.101℃和0.277℃;但从25℃到27℃,其温度分别平均增加0.103℃和0.281℃.这是由于环境温度既能增加侵入风幕的热空气温度,又能增加柜内壁面和食品与环境的辐射换热.因此要控制环境温度对食品的影响,需降低其温度.

图12—图13表示在环境温度25℃,送风风速0.5 m/s,环境湿度分别为30%,50%,70%条件下食品包温度分布的对比.从图中可以看出,当环境湿度增加时,食品包温度也随之增大,但梯度变小,同时可明显看出环境湿度对第2行食品包的影响高于第1行.环境湿度从30%到50%,第1行和第2行食品包温度平均增加0.23℃和0.72℃;但从50%到70%,其温度平均增加0.09℃和0.17℃.综上所述可知,当环境温湿度增加时,食品温度都将变大.因此为满足食品储存要求,应尽量降低超市环境温湿度.

## 4 结论

本文应用标准  $k-\epsilon$  模型、组元模型和 DO 辐射

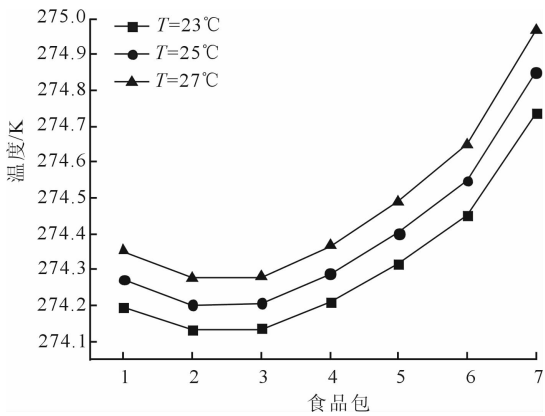


图10 不同环境温度下第1行食品包的温度分布

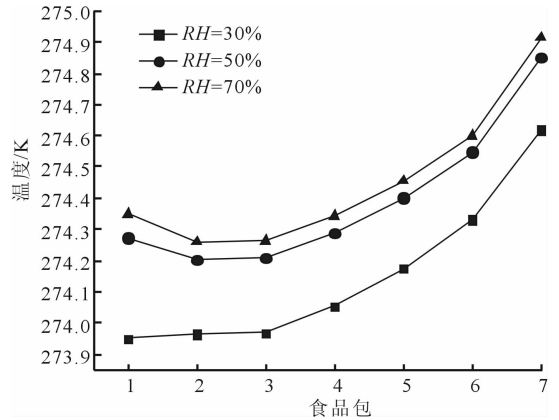


图12 不同环境湿度下第1行食品包的温度分布

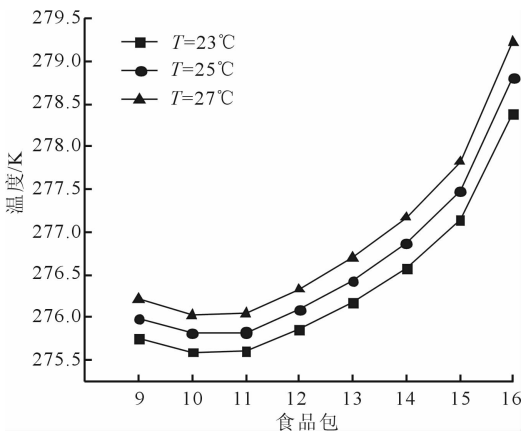


图11 不同环境温度下第2行食品包的温度分布

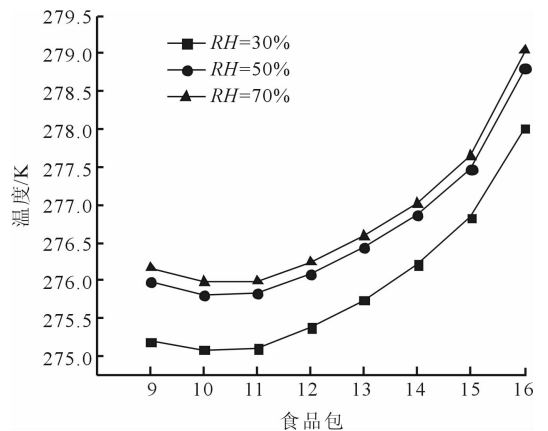


图13 不同环境湿度下第2行食品包的温度分布

模型,对敞开式卧式陈列柜在不同的送风风速和环境温湿度条件下进行 CFD 数值模拟,得出以下结论:

1)食品上表面靠近出风口侧与大涡进行换热,而靠近回风口侧与风幕进行直接热交换.食品包温度分布趋势为左低右高,下低上高.

2)蒸发器出口风速对食品包的温度分布有重要作用.当风速  $< 0.25 \text{ m/s}$  后,风幕无法形成;且风速每增大  $0.1 \text{ m/s}$ ,第 2 行食品包温度平均减少  $0.1 \sim 0.53 \text{ }^\circ\text{C}$ ,而第 1 行影响不大.随着风速的增大,食品包温度减少,其温度梯度也减少,但是冷耗增加.因此送风风速有一最佳值,以求冷藏陈列柜的经济性.

3)随着环境温度的增加,食品包温度也增大,环境温度每升高  $2 \text{ }^\circ\text{C}$ ,食品包温度平均升高  $0.1 \sim 0.3 \text{ }^\circ\text{C}$ .随着环境湿度的增加,食品包温度也增大,且对上层食品包的影响大于下层.湿度每升高 20%,其上层温度平均升高  $0.17 \sim 0.72 \text{ }^\circ\text{C}$ ,下层温度平均升高  $0.1 \sim 0.23 \text{ }^\circ\text{C}$ .故在满足顾客舒适度的条件下,应尽量降低超市温湿度,从而降低陈列柜能耗,保证食品储存温度.

#### 参考文献:

- [1] Chen Y G, Yuan X L. Experimental study of the performance of single-band air curtains for a multi-deck refrigerated display cabinet [J]. *Journal of Food Engineering*, 2005, 69(3): 261.
- [2] Cao Z, Gu B, Han H, et al. Application of an effective strategy for optimizing the design of air curtains for open vertical refrigerated display cases [J]. *International Journal of Thermal Sciences*, 2010, 49(6): 976.
- [3] Stignor C H, Sundén B, Fahlén P. Energy-efficient flat-tube heat exchangers for indirectly cooled display cabinets [J]. *International Journal of Refrigeration*, 2009, 32(6): 1460.
- [4] 谢卓, 陈江平, 陈芝久. 环境湿度对卧式陈列柜热负荷影响的数值分析 [J]. *能源技术*, 2007(4): 234.
- [5] 穆景阳, 陈江平, 娄骏, 等. 卧式超市陈列柜风幕系统数值分析 [J]. *工程热物理学报*, 2001(3): 313.
- [6] 杨一帆, 徐正本, 陈蕴光, 等. 卧式陈列柜风幕的数值模拟 [J]. *制冷与空调*, 2003(4): 18.
- [7] 陈洁, 张娅妮, 陈蕴光, 等. 卧式陈列柜风幕的数值分析 [J]. *制冷与空调*, 2007(3): 36.
- [8] Cui J, Wang S. Application of CFD in evaluation and energy-efficient design of air curtains for horizontal refrigerated display cases [J]. *International Journal of Thermal Sciences*, 2004, 43(10): 993.
- [9] Moureh J, Letang G, Palvadeau B, et al. Numerical and experimental investigations on the use of mist flow process in refrigerated display cabinets [J]. *International Journal of Refrigeration*, 2009, 32(2): 203.
- [10] 陶文铨. 数值传热学 [M]. 2 版. 西安: 西安交通大学出版社, 2009.
- [11] Ge Y T, Tassou S A, Hadaway A. Simulation of multi-deck medium temperature display cabinets with the integration of CFD and cooling coil models [J]. *Applied Energy*, 2010, 87(10): 3178.

# 热管式空气预热器热管间温度场模拟

吴磊, 刘亚莉, 许培援, 戚俊清, 董华东, 侯佳佳

(郑州轻工业学院 材料与化学工程学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**为考察热管间的排列方式对热管传热效果的影响,用 Fluent 软件模拟不同气速及不同排列方式下热管式空气预热器热管间的温度场,结果表明,热管间正三角形排列更有利于热管传热.

**关键词:**热管式空气预热器;Fluent 软件;温度场模拟

**中图分类号:**TK172.4      **文献标志码:**A      **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.002

## The temperature field simulation of the heat pipes air preheater

WU Lei, LIU Ya-li, XU Pei-yuan, QI Jun-qing, DONG Hua-dong, HOU Jia-jia

(College of Material and Chemical Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China)

**Abstract:** To observe the heat transfer effect on heat pipes, under the different gas velocity and different arrangement of heat pipes, the air side of heat pipes air preheater's temperature field was simulated using Fluent software; the results showed that the equilateral triangle arrangement is the best heat transfer of heat pipes arrangement.

**Key words:** heat pipe air preheater; Fluent software; temperature field simulation

## 0 引言

热管自 1960 年代在美国 Los Alamos 国家实验室诞生以来<sup>[1]</sup>,以其良好的传热性能、高效的传热效果、简单的结构、可靠的安全性等优点而得到迅速的发展和推广<sup>[2]</sup>.热管技术不仅在节约能源和新能源开发方面得到了广泛的应用,而且在航天、冶金、电路、轻工等行业也得到了广泛的应用<sup>[3]</sup>.

由于国外同行对热管新技术研究的不断推进及热管技术效益的逐步显现,我国自 1970 年代开始对热管的传热性能进行研究,并将其在航空航天、大功率晶体管、干燥系统、微电子等相关领域推广和应用<sup>[1,4-5]</sup>.随着热管技术的进一步发展,对热管间的流场研究就显得尤为重要.针对空气侧热管间温度场的模拟研究,可以有效验证热管间的排列方

式对热管传热效果的影响.本文拟采用 Fluent 软件,对热管式空气预热器空气侧热管间温度场进行模拟,以考察热管间排列方式对热管传热效果的影响.

## 1 数值模拟的理论基础与软件

### 1.1 热管的工作原理

热管是一种高效的传热元件,主要依靠热管内部物质的相变和蒸汽流动传递能量.图 1 是热管的工作原理示意图.热管的传热过程是:当热管的一端受热后,管内的空间处于负压状态,热管的蒸发段毛细芯中的液体蒸发汽化,蒸汽在微小的压差下流向另一端冷却段放出热量凝结成液体,液体再流回蒸发段进行吸热.如此循环,即可实现热管的热量传输<sup>[6]</sup>.由于热管传热属于相变传热,因此热管内部的热阻力很小,所以能以较小的温差获得较大

收稿日期:2013-02-04

基金项目:河南省教育厅科技攻关项目(2011A530010);郑州轻工业学院校基金项目(2011XJJ017)

作者简介:吴磊(1984—),男,河南省沁阳市人,郑州轻工业学院助教,硕士,主要研究方向为化工装备.

的传热率.

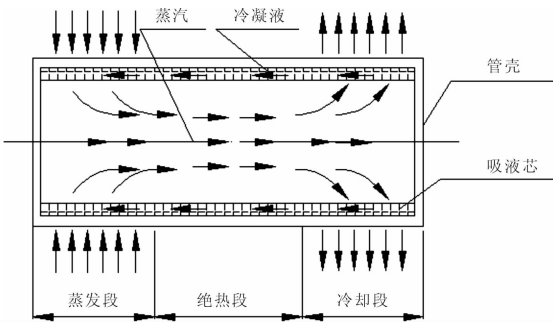


图 1 热管工作原理示意图

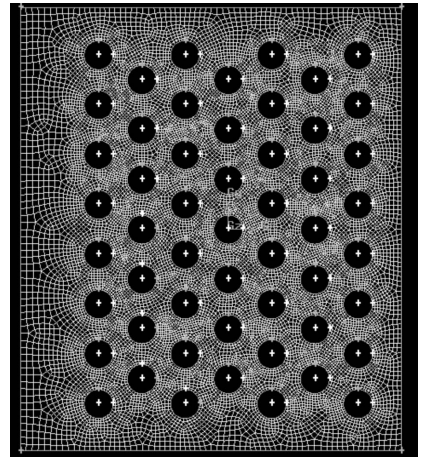


图 2 热管正三角形排列的网格图

### 1.2 Fluent 软件的工作原理

Fluent 软件是通用的 CFD 软件包,遵守流体质量守恒定律,动量守恒定律和能量守恒定律,用来模拟从不可压缩至高度可压缩范围内的复杂流动.该软件采用了多种求解方法和多重网格加速收敛技术,因而能达到极佳的收敛速度和求解精度.

## 2 热管间温度场的流场模拟

图 2 是本次模拟采用正三角形排列热管划分网格后的结构图.模型中  $x, y$  方向上的尺寸分别为  $0.55 \text{ m} \times 0.64 \text{ m}$ ,采用划分网格函数来画网格单元,共有 27 661 个网格节点.环境的边界条件设置是:空气流通速度分别为  $5 \text{ m/s}, 6 \text{ m/s}, 7 \text{ m/s}$ ;环境温度设定为  $293 \text{ K}$ .热管的边界条件是:热管设定为二类边界条件,管体温度设定为  $443 \text{ K}$ .通过模拟可得出空气流通过后热管间不同风速情况下的温度场,如图 3 所示.图 4 是环境风速  $5 \text{ m/s}$  时,热管间距离不变,改变热管的排列方式时的温度场.

由图 3 可以看出,3 种风速下的温度分布具有相似的规律,沿着流动方向流经气体的温度是逐渐升高的;每次模拟时与来风方向较近的前面几排温度变化迅速,换热比较强,后面几排温度变化缓慢,换热比较弱;每根管子后面的尾流区温度变化缓慢,

这是由于流体沿管束侧向扰流造成的.随着流速的减小,可以看出流体升温越快,热管尾流区范围越大,说明流速越小换热越强,越有利于换热.

结合图 3 和图 4 可以看出,热管正三角形排列,冷流体对每一根热管都有充分的热交换,温升较大,换热效果较好.转角三角形为顺排管束,经过各个热管表面流程变小,比正三角形流体流动道截面积大,流速相对也较小,传热效果差.对正方形排列,穿流而过的冷流体接受传热较为均匀,温度变化比较稳定,温升较小.对于转角正方形排列,冷流体的流程变大,有绕流,从而热交换增强,温升提高.

不同速度、不同排列方式时区域右侧温度分布曲线图如图 5 所示.由图 5 可以看出,各种速度及各种排列方式下,热管的排列区域右侧温度基本均匀,可见排列方式及不同风速只会改变热管温度场的通过后温度,其边界温度与热管的多少及通过区域长度有关.

由此可知,正三角形排列的热管传热效率强于转角三角形排列,转角正方形排列的传热效果强于正方形排列.对正三角形排列,每一根热管周围都有冷流体绕流而过,热管与冷流体有较大的接触换

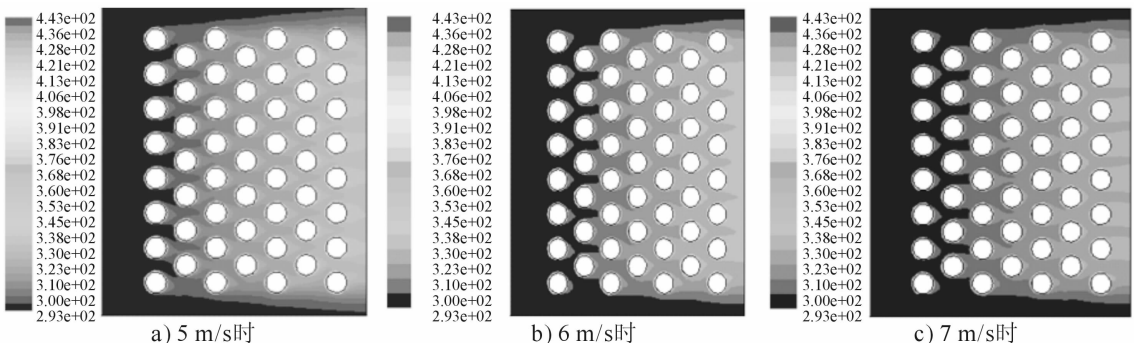


图 3 热管正三角形排列时不同风速情况下的温度场



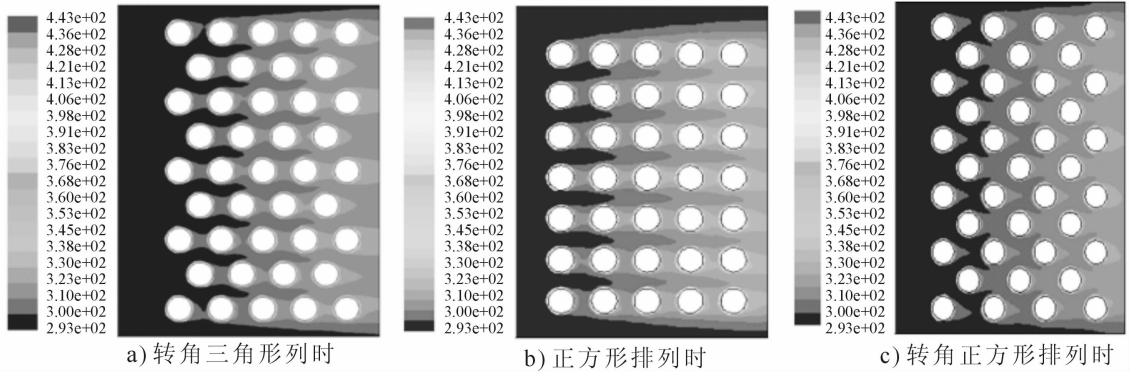


图4 环境风速 5 m/s 时热管不同排列方式下的温度场

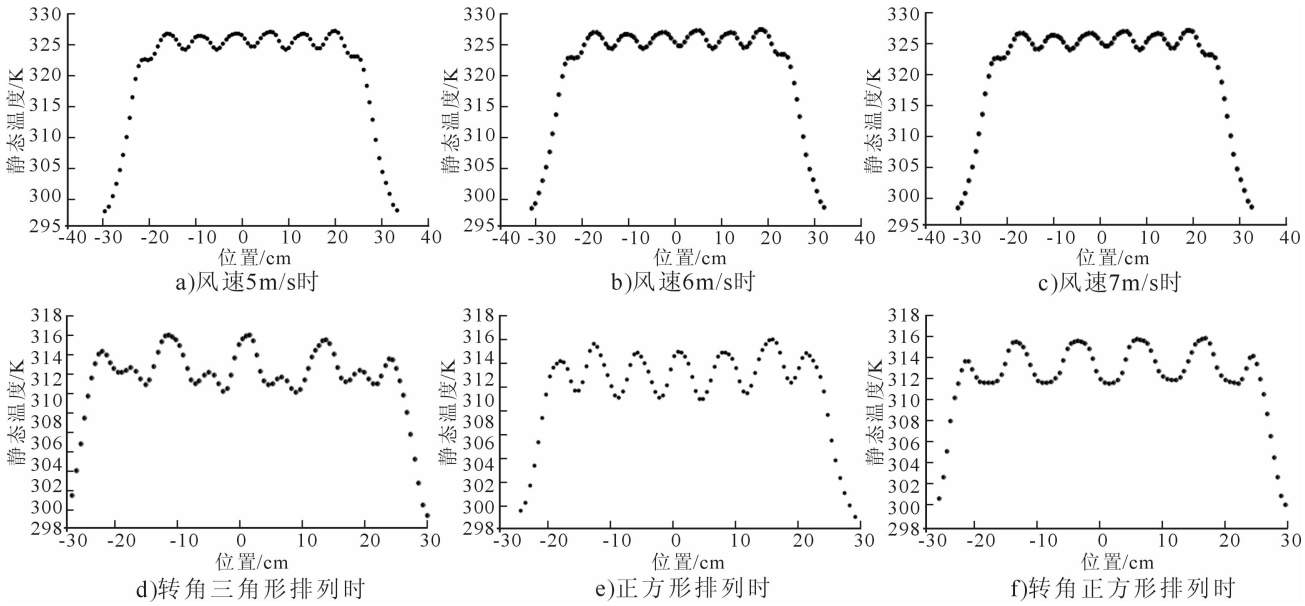


图5 不同速度、不同排列方式时区域右侧温度分布曲线图

热面和较强的流动速度;对转角三角形排列,出现了顺排管束,顺排管束前后管间的冷流体流速很小,与正三角形排列相比,冷流体流过的传热面积较小;对正方形排列,管间小桥形成一条直线通道,冷流体穿流而过,易走短路,冷流体和热管的接触传热面积很小;对转角正方形排列,流体的速度分布稍微复杂,由于管束错列,冷流体对热管有绕流,热交换能够更好地进行,与正方形排列相比,热交换效率也得到了提高.但转角正方形排列的管间距较大,传热效果也比正三角形排列效果差.

### 3 结论

本文通过 Fluent 软件模拟了不同风速及不同排列方式下热管式空气预热器空气侧热管间的温度场,结果表明热管间正三角形排列更有利于热管传热,这与文献[7]报道相吻合.热管转角三角形排列时,传热面积较小;热管转角正方形排列时,冷流体

对热管有绕流;热管正方形排列时,流体易走短路.

### 参考文献:

- [1] 陈彦泽,喻建良,丁信伟.热管技术及其应用[J].现代化工,2003,23(4):17.
- [2] 马炳辉,卢泽生.热管在机械装置上的应用[J].航空精密制造技术,2007,43(5):57.
- [3] 陈彦泽,丁信伟,喻建良,等.新型热管技术的开发及应用[J].热能动力工程,2004,19(1):1.
- [4] 柴本银,李选友,周慎杰,等.振荡流热管研究现状及在干燥系统中的应用[J].化工机械,2009,36(2):78.
- [5] 蒋朝勇,夏侯国伟.新型微型平板热管的传热性能[J].长沙理工大学学报:自然科学版,2009,6(1):65.
- [6] 董其伍,王丹,刘敏珊.余热回收用热管式换热器的研究[J].工业加热,2007,36(4):37.
- [7] 闫登强,卿德藩,邹家柱,等.异型管在热管换热器中传热数值模拟研究[J].机械研究与应用,2010(4):21.

# 外伸式端板连接型钢-混凝土 组合节点合理螺栓布置研究

陈杰, 李升才

(华侨大学 土木工程学院, 福建 泉州 362021)

**摘要:**对7个高强螺栓外伸式端板连接的蜂窝钢梁-复合焊接环式箍筋混凝土柱组合节点试件进行低周反复加载试验,分析组合节点在模拟地震作用下的破坏形态和抗震性能,研究地震作用下组合节点合理螺栓布置形式,结果表明:相同的螺栓布置形式,螺栓直径大的其抗震受剪承载力高;不同的螺栓布置形式,螺栓尽量靠近梁翼缘的布置形式(3行3列)的节点是外伸式端板连接型钢-混凝土组合节点更为合理的节点形式。

**关键词:**外伸式端板连接;蜂窝钢梁;焊接环式箍筋;螺栓布置;组合节点;抗震性能

**中图分类号:**TU398.9 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.003

## Research on the reasonable arrangement for bolts in steel-concrete composite joint of extended end-plate connection

CHEN Jie, LI Sheng-cai

(College of Civil Engineering, Huaqiao University, Quanzhou 362021, China)

**Abstract:** The low frequency cyclic loading tests on 7 composite joints specimens of cellular steel beam and welded compound-ring-hooped concrete column connected by extended end-plate with high-strength bolts were carried out to investigate the failure mode and seismic behavior of composite joints under simulated seismic action, intends to put forward a reasonable bolts arrangement in composite joints under seismic action. On the basis of test observation and analysis results, the conclusion can be drawn that with the same arrangement of bolts, the greater the bolt diameter is, the higher its seismic and shear capability would be; Among different types of arrangement for bolts, joints in which the bolts are arranged as close as possible to the beam flange (three rows and three columns) are the more reasonable ones among steel-concrete composite joints of extended end-plate connection.

**Key words:** extended end-plate connection; cellular steel beam; welded ring-hoop; bolts arrangement; composite joint; seismic behavior

收稿日期:2012-10-16

基金项目:国家自然科学基金项目(50948036);建设部研究开发项目(06-K3-17);厦门市科技计划项目(3502Z20073035);福建省科技计划重点项目(2012H0028)

作者简介:陈杰(1986—),男,福建省南平市人,华侨大学硕士研究生,主要研究方向为结构抗震。

通信作者:李升才(1960—),男,辽宁省朝阳市人,华侨大学教授,主要研究方向为结构抗震。

## 0 引言

蜂窝钢梁-复合焊接环式箍筋混凝土柱框架体系兼备传统的钢结构框架体系和钢筋混凝土框架体系的优点. 蜂窝钢梁重量轻、用钢量少,可以提供较大的跨度,同时具有较好的延性和耗能能力<sup>[1-2]</sup>;另外,复合焊接环式箍筋约束的高强混凝土柱与钢管混凝土柱有着类似的受力性能<sup>[3]</sup>,但比钢管混凝土柱要经济得多,并且克服了钢管混凝土柱易锈蚀和抗火性能差等缺点. 该结构受力合理,可充分发挥钢材及混凝土2种材料的作用<sup>[4]</sup>.

为了在保证优良的抗震性能的同时改善可施工性,采用高强螺栓外伸式端板连接,这样的节点无需现场焊接,可排除焊接连接可能带来的问题<sup>[5-6]</sup>. 因此,本文拟对7个高强螺栓外伸式端板连接的蜂窝钢梁-复合焊接环式箍筋混凝土柱组合节点的不同形式进行低周反复荷载拟静力试验,以研究其抗震性能,从而得到合理的螺栓布置形式.

## 1 试验设计

### 1.1 模型设计

本试验试件采用1/2比例缩尺模型<sup>[7]</sup>. 梁截面尺寸为160 mm×260 mm×8 mm×10 mm,采用Q345级钢. 柱截面尺寸为300 mm×250 mm,混凝土采用C50强度等级. 连接端板厚度为45 mm,螺栓采用10.9级螺栓. 整个试件几何尺寸及配筋图如图1所示.

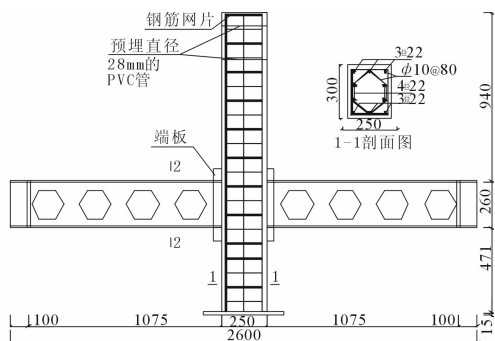


图1 试件几何尺寸及配筋图/mm

试件取自常规多层多跨框架结构侧向荷载作用下相邻梁柱反弯点之间的典型单元. 梁反弯点之间距离为2.4 m,柱反弯点之间距离为1.8 m. 试件分为3组,编号为RCSJ1—RCSJ7. 其中RCSJ1, RCSJ2, RCSJ3为8个螺栓排成4行2列,螺栓直径分别为20 mm,20 mm,18 mm(RCSJ1, RCSJ2为本课

题组曾做过的2个试件);RCSJ4, RCSJ5为8个螺栓排成3行3列,螺栓直径分别为18 mm,20 mm;RCSJ6, RCSJ7为6个螺栓排成3行2列,螺栓直径分别为20 mm,22 mm. 它们的布置形式如图2所示.

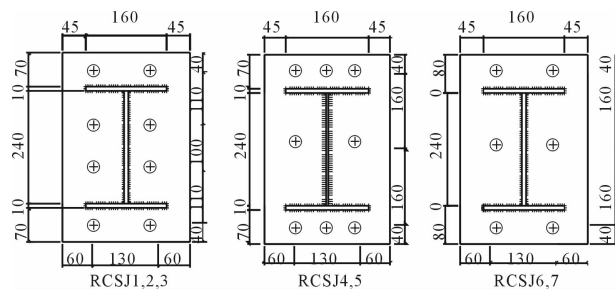


图2 螺栓布置形式图/mm

### 1.2 加载设计

为了反映框架梁柱组合件受地震荷载作用时的实际受力特征,考虑P-Δ效应的影响,水平荷载采用的是柱端加载方式. 柱端水平力由MTS电液伺服加载系统施加,整个加载过程采用位移控制.

竖向荷载由电动液压千斤顶通过超高压稳压油泵作用于柱顶(试验前预加500 kN预定轴向力),以保证柱轴力在试验中恒定不变,且在水平加载时可随上部低摩擦滑动小车水平移动. 竖向千斤顶前端球铰允许柱顶与柱底的转动,节点两侧梁端通过上下设有轴承的拉杆与底部压梁连接,形成可水平移动的铰接支承,以模拟组合节点边界条件. 整个加载装置如图3所示.

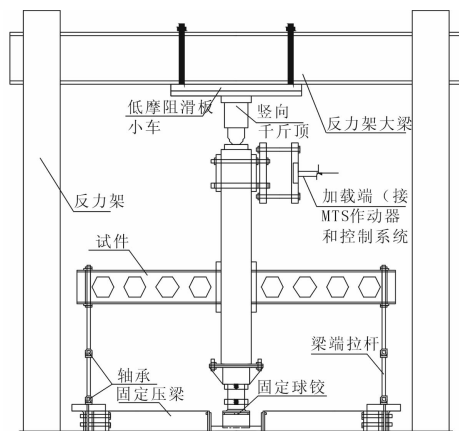


图3 试验加载装置示意图

水平荷载采用低周反复循环荷载,加载制度如图4所示. 试件屈服前各位移幅值循环1次;试件屈服后,在各幅值下循环3次,直至试件承载力降至最大承载力的85%后停止加载.

### 1.3 测量设计

该试验主要测量内容包括:1)采用 MTS 高精度拉索电子位移计(精度为 1%)测量组合件的侧移;2)采用电子位移计测量柱顶水平力作用点的侧向位移和柱底可能发生的位移;3)采用导杆引伸仪测量塑性铰区域的弯曲变形、纵向钢筋在节点区的滑移和节点核心区的剪切变形;4)采用电阻应变片和应变花分别测量纵筋、箍筋、钢梁顶部、钢梁腹板和钢梁核心区腹板的应变。

所有荷载、位移和应变信号均通过 MTS—GT 控制器自动采集。

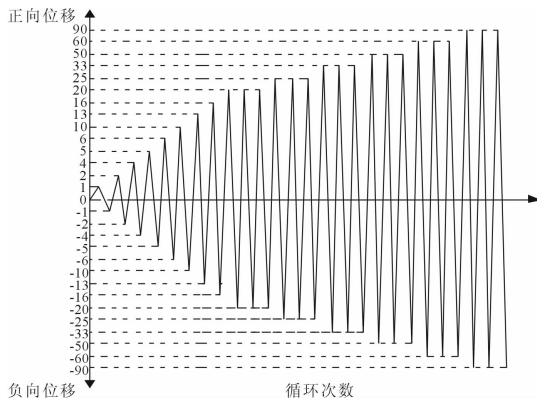


图4 加载制度示意图

## 2 试验结果分析

### 2.1 试件的开裂荷载、屈服荷载、极限荷载统计以及延性系数统计

试件 RCSJ1—RCSJ7 的开裂荷载、屈服荷载、极限荷载以及延性系数的实测值见表 1。

表1 试件的开裂荷载、屈服荷载、极限荷载和延性系数

试件编号	开裂荷载/kN	屈服荷载/kN	极限荷载/kN	延性系数 $\beta$
RCSJ1	34.0	105.1	141.3	3.05
RCSJ2	35.0	133.1	170.7	2.75
RCSJ3	45.4	112.5	150.0	2.62
RCSJ4	58.6	131.4	175.4	2.48
RCSJ5	41.3	135.9	180.7	2.48
RCSJ6	44.4	111.9	144.3	2.23
RCSJ7	52.4	126.5	156.5	2.39

由表 1 可以看出:相同的螺栓布置形式,RCSJ1 和 RCSJ2 与 RCSJ3 相比,RCSJ4 与 RCSJ5 相比,RCSJ6 与 RCSJ7 相比,螺栓直径大的承载力高,延性

好;不同的螺栓布置形式,RCSJ5 承载力最高,RCSJ1 延性最好,而 RCSJ6 承载能力最低,延性最差.由此可得,3 行 3 列的螺栓布置形式承载能力最高,4 行 2 列的螺栓布置形式延性最好。

### 2.2 滞回曲线分析

在反复荷载作用下,每次加载、卸载和在反方向加载、卸载过程中,荷载和该构件的变形会形成一个滞回环,在多次循环加载的情况下,会产生一系列的滞回环,称为滞回曲线.本文滞回曲线是以荷载为 Y 轴,以位移幅值为 X 轴做出的图形.图中所包围曲线的面积反映了在反复荷载作用下构件通过塑性变形对外输出能量的消耗.各试件的滞回曲线如图 5 所示。

从图 5 可以看出:当位移幅值在 20 mm 以下时,各试件的滞回曲线包围的面积积极小,力和位移基本成直线状态,几乎不产生塑性变形,结构基本处于弹性工作状态;随着荷载的增加,试件均进入弹塑性阶段,荷载—位移曲线呈非线性,产生较明显的塑性变形,滞回曲线逐渐向位移轴靠拢,滞回曲线包围的面积逐渐增大,卸载后存在一定的残余变形,但无明显的屈服点;达到屈服荷载后,其承载力下降较快,表现出明显的刚度退化现象.由于节点核心区混凝土的开裂及钢筋的粘结滑移,试件均出现捏缩现象。

7 个试件的滞回曲线中,相同的螺栓布置形式,RCSJ1 和 RCSJ2 与 RCSJ3 相比,RCSJ4 与 RCSJ5 相比,RCSJ6 与 RCSJ7 相比,螺栓直径大的承载能力高,抗震性能好;不同的螺栓布置形式,RCSJ5 承载能力最高,而 RCSJ6 承载能力最低,说明 3 行 3 列的螺栓布置形式抗震性能最好。

### 2.3 耗能性能分析

本试验节点模型采用等效黏性阻尼系数  $h_e$  来表示耗能能力<sup>[8]</sup>, $h_e = A / (2\pi P_0 \Delta_0)$ ,其中 A 为滞回环面积/ $\text{mm}^2$ , $P_0$  为滞回环顶点的荷载/kN, $\Delta_0$  为滞回环顶点的位移值/mm.各试件在不同加载阶段的等效黏性阻尼系数  $h_e$  如图 6 所示。

由图 6 可以看出:相同的螺栓布置形式,RCSJ1 和 RCSJ2 与 RCSJ3 相比,RCSJ4 与 RCSJ5 相比,RCSJ6 与 RCSJ7 相比,螺栓直径大的耗能性能好;不同的螺栓布置形式,RCSJ1 耗能性能最高,而 RCSJ6 耗能性能最低,说明 4 行 2 列的螺栓布置形式耗能性能最好,3 行 3 列的螺栓布置形式次之。

### 2.4 刚度退化特性分析

通常节点的刚度越大,刚度降低率越小,滞回曲

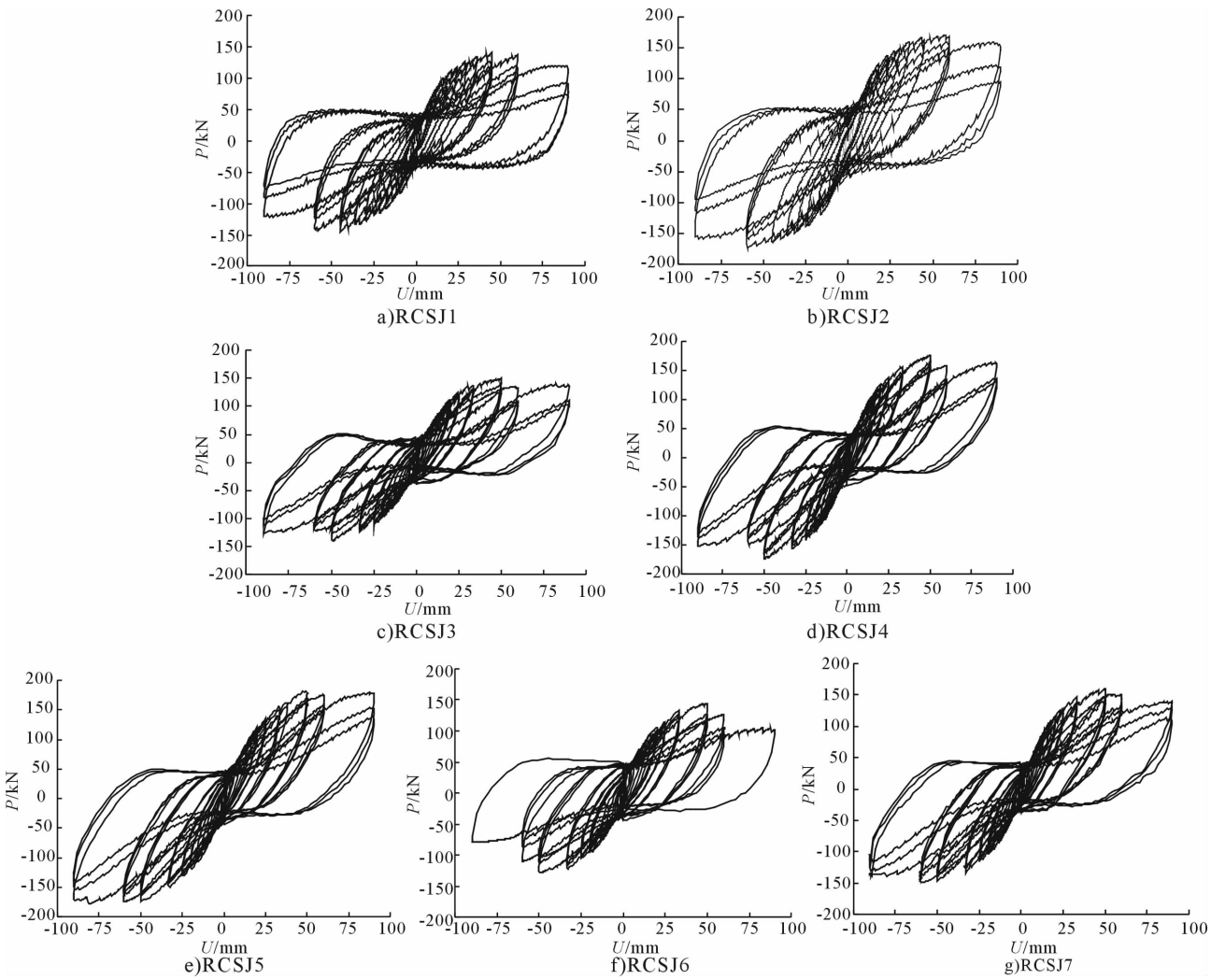


图5 试件的荷载-位移滞回曲线

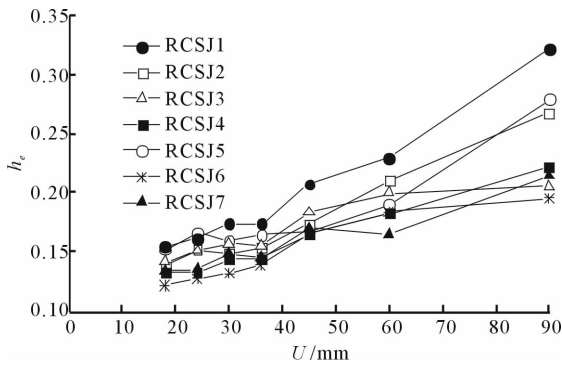


图6 等效阻尼系数

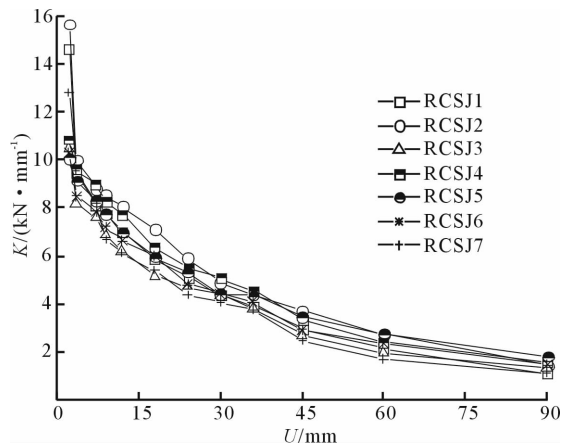


图7 各试件的刚度退化

线越稳定,耗能能力也较好. 刚度退化一般用环线刚度  $K$  表示,各试件的刚度退化示意图如图7所示.

由图7可以看出:各节点的刚度退化情况比较接近,刚度在加载初期下降很快,在开裂前后刚度值已降至很低,随后退化程度逐渐变慢,最后趋于平

缓.这说明螺栓直径大小和螺栓布置形式对刚度退化影响不大.

### 2.5 承载力退化特性分析

承载力退化特性是指结构在反复荷载作用下,

当保持相同的峰值位移时,其峰值荷载随循环次数的增多而降低的现象.承载力退化特性通过承载力退化系数表示.从位移为 50 mm 的循环开始,至构件承载力下降到极限荷载的 85% 为止,各试件承载力退化系数见表 2.

表 2 承载力退化系数

试件	位移/mm		
	50	60	90
RCSJ1	0.904	0.872	0.817
RCSJ2	0.942	0.867	0.845
RCSJ3	0.922	0.868	0.815
RCSJ4	0.932	0.867	0.836
RCSJ5	0.927	0.885	0.854
RCSJ6	0.878	0.793	0.762
RCSJ7	0.923	0.807	0.786

由表 2 可知,相同的螺栓布置形式,RCSJ1 和 RCSJ2 与 RCSJ3 相比,RCSJ4 与 RCSJ5 相比,RCSJ6 与 RCSJ7 相比,螺栓直径大的承载力退化速度较慢;不同的螺栓布置形式,RCSJ5 承载力退化速度最慢,而 RCSJ6 承载力退化速度最快,说明 3 行 3 列的螺栓布置形式抗震性能更好.

### 3 结论

对 7 个高强螺栓外伸式端板连接的蜂窝钢梁 - 复合焊接环式箍筋混凝土柱组合节点试件进行低周反复加载试验,分析组合节点在模拟地震作用下的破坏形态和抗震性能,并研究地震作用下组合节点合理螺栓布置形式,得出以下结论:

1) 高强螺栓外伸式端板连接型试件耗能增长

快,核心区箍筋、纵筋、混凝土能充分发挥作用,是一种合理的节点模式.

2) 蜂窝钢梁 - 复合焊接环式箍筋混凝土柱组合节点有较高的承载力与抗震性能,该节点的综合性能高于普通钢筋混凝土梁柱节点.

3) 相同的螺栓布置形式,螺栓直径大的其抗震受剪承载力高;不同的螺栓布置形式,螺栓尽量靠近梁翼缘的布置形式(3 行 3 列)的节点是外伸式端板连接型钢 - 混凝土组合节点更为合理的节点形式.

### 参考文献:

- [1] Griffis L G, Dowling P J. Composite Frame Construction. In *Constructional Steel Design* [M]. Holland: Elsevier Science Publishers, 1992.
- [2] Shiekh T M, Deierlein G G. Beam-column moment connection for composite frames: Part 1 [J]. *Journal of Structural Engineering*, 1989, 115(11): 2858.
- [3] 聂建国, 秦凯. 方钢管混凝土柱节点抗剪受力性能的研究[J]. *建筑结构学报*, 2007, 28(4): 8.
- [4] 王文杰, 李升才. 蜂窝梁 - 焊接环式箍筋柱半刚性节点试验研究[J]. *郑州轻工业学院学报: 自然科学版*, 2009, 24(1): 71.
- [5] 肖岩, 安德森 J C. 螺栓连接钢 - 混凝土组合结构的开发[J]. *建筑钢结构进展*, 2005, 7(2): 12.
- [6] 颜军, 张德生, 李升才, 等. 端板螺栓连接混凝土柱 - 蜂窝钢梁节点延性及耗能研究[J]. *嘉应学院学报: 自然科学版*, 2010, 28(11): 39.
- [7] JGJ101—96, 建筑抗震试验方法规程[S].
- [8] 陈伟恩. 钢 - 混凝土组合结构节点抗震性能研究[D]. 福州: 福州大学, 2002.

# 方支管-H型钢主管T型节点轴压性能数值分析

吴颖, 陈誉

(华侨大学 土木工程学院, 福建 厦门 361021)

**摘要:**为研究方支管-H型钢主管平面T型节点的轴压性能,利用有限元软件 ABAQUS,对方支管-H型钢主管平面T型节点进行模拟计算,以得到破坏模式和极限承载力.试验结果表明,破坏模式为支管根部屈曲破坏,极限承载力为242 kN,模拟结果和试验结果误差10.5%,有限元能够较好地模拟实验节点,工程中应适当增加支管壁厚以避免支管过快发生屈曲破坏.

**关键词:**方支管-H型钢主管T型节点;轴压性能数值分析;破坏形态;极限承载力

**中图分类号:**TU392.3 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.004

## Numerical analysis of axial compression behavior for square hollow section brace-H section chord T-joints

WU Ying, CHEN Yu

(College of Civil Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

**Abstract:** In order to study the axial compression behavior of square hollow section (SHS) brace-H section chord T-joint, a finite element model simulating the experiment on a SHS brace-H section chord T-joint was generated in order to obtain the failure mode and ultimate capacity using ABAQUS software. The results showed that the failure mode is brace local buckling and the ultimate capacity is 242 kN. The error of experiment compare with simulation is 10.5%. The brace was buckling since the square hollow section is a thin-walled component relative to H section chord. The finite element model is quite similar to the experimental one, and the wall thickness of brace should be thicken to avoid buckling.

**Key words:** square hollow section brace-H section chord T-joints; numerical analysis of axial compression behavior; failure mode; ultimate capacity

## 0 引言

目前使用较普遍的T型轴压节点多为方管节点或圆管节点,而以方钢管为支管,H型钢为主管的T型轴压节点(以下称为方支管-H型钢主管T型轴压节点)使用较少.对于纯方钢管T型轴压节点,国内外学者已做了大量研究<sup>[1-4]</sup>.对于方钢管与H型钢组合节点的研究,目前大多集中于方钢管-H

型钢梁柱节点<sup>[5-6]</sup>,专门针对方支管-H型钢主管节点的研究甚少.规范《Eurocode 3》<sup>[7]</sup>规定了此种节点的承载力计算方法,而国内《钢结构设计规范》<sup>[8]</sup>尚未涉及此种节点极限承载力的计算规定.鉴于此,本文拟以方支管-H型钢主管T型轴压节点为例,利用有限元软件 ABAQUS 对其进行非线性有限元分析,模拟其破坏模式及抗压极限承载力,将得到结果和试验结果进行对比,并分析差异性原因.

收稿日期:2012-11-10

基金项目:福建省自然科学基金计划项目(2012J01219)

作者简介:吴颖(1987—),女,福建省龙岩市人,华侨大学硕士研究生,主要研究方向为钢结构.

# 1 有限元模型

## 1.1 模型设计

模型的支管采用边长为 120 mm, 壁厚为 2.8 mm 的方钢管, 长为 250 mm, 主管采用型号为 HW 200 mm × 200 mm × 8 mm × 12 mm 的工字型钢, 长为 1 100 mm. 节点两端铰支, 在支座处各加 2 块加劲肋以确保支座不会先于节点破坏, 支座处采用线约束. 加载端部设置盖板以施加荷载, 在盖板上采用位移加载的方式进行加载, 当加载端位移为 10 mm 时终止加载. 节点简图及计算模型分别见图 1 和图 2, 节点尺寸如下: 节点 ① 为 HW 200 mm × 200 mm × 8 mm × 12 mm, 节点 ② 为 120 mm × 120 mm × 2.8 mm, 节点 a 为 520 mm, 节点 b 为 350 mm. 节点 ① 和 ② 分别表示支管和主管.

## 1.2 网格划分

本文采用结构化网格划分技术. 由于主支管交汇处为本文研究的重点区域, 故在该处加密网格. 沿支管厚度方向分为 2 层, 主管翼缘沿厚度方向分为 3 层, 腹板沿厚度方向分为 2 层. 为了节省计算时间, 降低收敛难度, 只将塑性应变较大的支管及主支管交汇区域定义为弹塑性材料, 而主管上其他部位由于几乎不发生塑性变形, 且不是本文所关心的重要区域, 故将其材料定义为线弹性材料. 网格划分见图 3.

采用六面体二次减缩积分单元 C3D20R 来划分网格. 使用该种单元可以缓解由完全积分单元导致的单元过于刚硬、计算挠度偏小的问题, 并可避免剪切闭锁问题, 计算精度高. 用自动步长增量法得到节点极限荷载, 采用 Full Newton 计算方法.

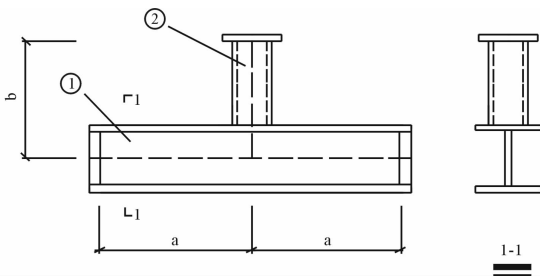


图 1 节点简图

## 1.3 材料

分析时考虑了几何非线性及材料非线性, 忽略焊缝与残余应力对节点极限承载力的影响, 采用双折线本构模型. 材料的力学参数如下: 钢材类型 Q345, 屈服强度 365 MPa, 弹性模量 209 GPa, 强化模量 2.09 GPa, 泊松比 0.3.

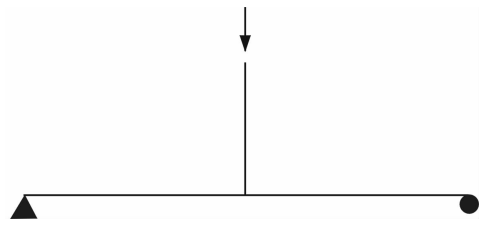


图 2 边界条件简图

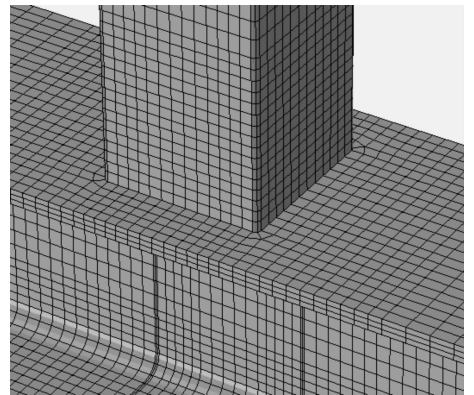
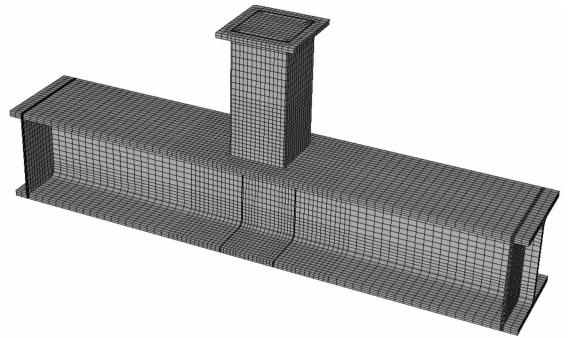


图 3 网格划分

# 2 结果分析

## 2.1 破坏模式

观察节点破坏时的应力云图, 可以推断该节点的破坏模式及其塑性发展规律. 在主支管交汇区域, 薄壁支管发生屈曲而无法继续承载, 支管根部发生鼓曲和凹陷, 造成节点破坏. 由于主管相对于支管过强, 破坏时主管并无较大应力应变. 试件在峰值荷载下的应力云图及破坏形态分别如图 4, 图 5 所示.

## 2.2 应力分布

由图 4, 图 5 可见, 应力较大区域发生在主支管交汇区. 利用 ABAQUS 时间历程动画可以观察到, 当节点还处于弹性阶段时, 应力应变均很小, 未有明显变形; 随着节点进入强化阶段, 较大应力首先发生在与 H 型钢腹板面垂直的支管壁根部, 随着荷载的加大, 支管根部应力往上发展, 支管开始发生



屈曲,最终应力集中在支管4条棱处,支管产生很大的变形,继而节点屈曲破坏.而在与H型钢腹板面平行的支管壁上,全程应力相对较小.

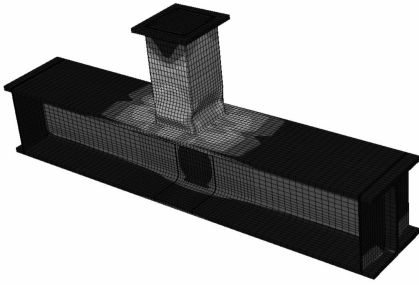


图4 整体应力云图

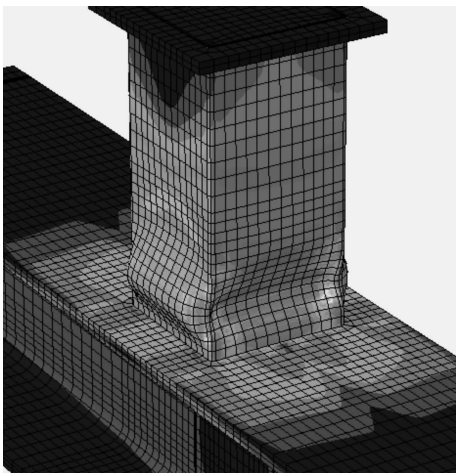


图5 局部应力云图

### 3 试验验证

#### 3.1 试验装置

试件通过主管端部对称放置于支座上,并均匀接触,两支座间隔1 000 mm,对称放置于反力架两侧.试件平面与反力架平面垂直,主管水平,支管竖直.通过千斤顶作用于支管端部施加轴向压力,千斤顶与横梁之间放置了50 t压力传感器,试验过程中的加载由专门的油泵装置控制.

#### 3.2 破坏模式对比

通过试验验证有限元分析,模拟破坏模式和试验破坏模式分别如图6,图7所示.由图6,图7可见,因为实际试验条件限制,无法保证试件的绝对对称,忽略对称性因素,模拟的节点破坏模式与试验破坏模式较为吻合.试验中节点表现为脆性破坏,这是由于支管本身为薄壁杆件,且存在初始缺陷,极易发生屈曲失稳,而无法发挥其延性.试验中应力较大区域与模拟吻合.

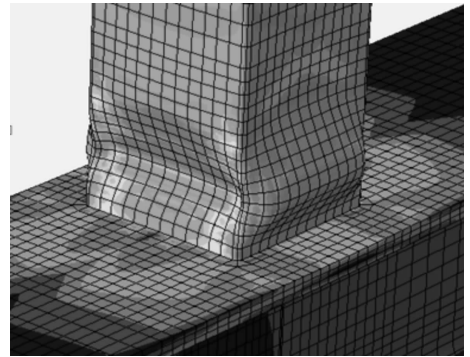


图6 模拟破坏模式



图7 试验破坏模式

#### 3.3 荷载-位移曲线对比

试验采用3816数据采集仪器绘制荷载-位移曲线,曲线顶点即为试验极限承载力,其值为219 kN,而模拟结果为242 kN,误差为10.5%,有限元分析结果与试验结果基本吻合(见图8).

由于屈曲失稳,试验曲线呈现一条直线,可见节点还处于弹性阶段即发生失稳破坏.而有限元分析中曲线趋向平缓,可见已进入塑性阶段.有限元分析曲线与试验曲线的初始刚度有一定差距,可能原因为有限元模拟未引入相应的屈曲失稳模态作为初始缺陷.

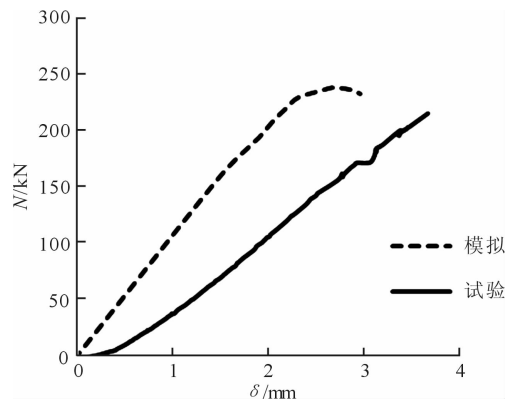


图8 荷载-位移曲线

# 多足电控吸附攀爬机器人的设计

代光辉, 崔光照, 过金超

(郑州轻工业学院 河南省信息化电器重点实验室, 河南 郑州 450002)

**摘要:**通过引入电流变胶 ERG(electro-rheological gel) 充当绝缘层来制备电控吸附阵列,以改进阵列的吸附性能.在此基础上设计了多足攀爬机器人.攀爬试验显示,机器人可吸附在玻璃、木材和混凝土壁面,静止吸附在玻璃壁面上最大承载力接近 1.0 kg.

**关键词:**电流变胶;电控吸附;吸附阵列;多足攀爬机器人

**中图分类号:**TP242.6 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.005

## Design of multiped climbing robot based on the electro adhesion technology

DAI Guang-hui, CUI Guang-zhao, GUO Jin-chao

(He'nan Province Key Laboratory of Information Electric Appliances, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

**Abstract:** A new adhesion method for multiped climbing robot was designed to enhance the adhesion force and reliable adhesion by introducing ERG(electro-rheological gel) instead of the ordinary insulating gel, to fill the insulating layer of adhesion array and improve adsorption performance. The climbing experiments showed that the robots can adsorb the surface of glass, wood and concrete, the largest carrying capacity of static adsorption in surface of glass is 1.0 kg.

**Key words:** ERG; electro adhesion; adhesion array; multiped climbing robot

## 0 引言

攀爬机器人作为一种能够在垂直壁面或高空位置进行作业的特种智能机器人,得到了越来越广泛的关注<sup>[1-2]</sup>.目前,攀爬机器人已在消防、核工业、石化行业、造船业和太空作业等领域得到了广泛应用.要成功实现攀爬应用,攀爬机器人必须具备吸附能力、移动能力及载重能力.吸附能力是机器人实现墙体攀爬的先决条件,是目前国内外攀爬机器人的研究重点.

传统的吸附方式有负压吸附、磁力吸附、推力与夹持力吸附及仿生吸附<sup>[3-10]</sup>等.负压吸附技术具有吸附力大、不受壁面材料限制、容易控制等优点,但是要求壁面光滑;磁力吸附吸附机构简单,也不

存在气体泄漏现象,对凸凹不平的壁面适应性较强,但是只适合在导磁面上吸附工作;推力吸附结构简单,但是效率低,受环境影响大,且不易控制;夹持力吸附不需要提供额外的吸附装置,易于小型化,但是要求壁面粗糙度高或硬度低且容易插入;仿生吸附灵活性强,可实现小型化设计,但是制造成本较高,加工难度大.

电控吸附技术是一种新颖的吸附技术,本质上为静电吸附.2007年,东京大学首先提出了柔性电极的概念<sup>[11]</sup>,并采用柔性电路板工艺制成了柔性电极.2008年,美国斯坦福大学 SPI 公司设计了采用薄膜电极作为吸附装置的攀爬机器人<sup>[12]</sup>,它能够在多种材质壁面上实现可靠吸附,吸附力最大可达 2 N/cm<sup>2</sup>.在国内,哈尔滨工业大学机器人技术与系

收稿日期:2012-12-28

基金项目:河南省基础与前沿技术研究计划资助项目(122102210123)

作者简介:代光辉(1984—),男,河南省浉池县人,郑州轻工业学院硕士研究生,主要研究方向为智能机器人.

统国家重点实验室用铝箔薄膜做电极,开发了滚轮式静电控吸附攀爬机器人<sup>[13]</sup>。

相对于传统的吸附方式,电控吸附功耗低、噪声小、隐蔽性强且能在宽泛的材质对象(木材、玻璃、金属、混凝土等)上实现可靠吸附,为多足攀爬机器人吸附方式的设计提供了一种新的方法。但电控吸附技术也存在吸附力较小、吸附阵列易受表面灰尘影响等问题。本文拟引入电流变胶 ERG (electro rheological gel) 充当绝缘层制备吸附阵列,提升其吸附力,以增强攀爬机器人的可靠性和稳定性。在此基础上设计制作多足攀爬机器人。

## 1 电控吸附阵列

目前,电控吸附阵列的研究主要有以下几个方面:1) 电极吸附阵列模型构建;2) 吸附力“开/关”可控性研究,目的是既能快速地实现稳定吸附,又能够迅速地实现脱附;3) 自清洁电极阵列的制备;4) 综合考量各种参数及相互间的耦合对吸附力的影响,进而实现电极及阵列结构整体布局的优化设计。

### 1.1 电控吸附

电控吸附阵列按结构可分为单极型阵列和双极型阵列。鉴于攀爬机器人的可移动性和稳定可靠吸附的要求,电控吸附阵列通常为双极型吸附阵列。电控吸附阵列通过将梳状电极附着在绝缘性好的柔性材料(如 PVC 薄膜)上,并且在电极阵列整个表面涂上绝缘层制备而成。

电控吸附实质上是电荷间静电力的矢量和。电控吸附包含了2种作用:一种是库伦作用,能耗小,产生的吸附力也小<sup>[12]</sup>;另一种是 J-R (Johnsen Rahbek effect) 效应<sup>[14]</sup>,能耗相对较大,产生的吸附力也较大。这2种作用在静电控吸附过程中同时存在,吸附电极与吸附壁面间绝缘层的电阻率决定了哪一种作用占主导地位。影响吸附阵列吸附力的因素主要有电极宽度、电极间距、电极占空比、施加电压大小与绝缘层厚度及柔韧性等。优化电极占空比、提高施加电压、在满足绝缘性能的前提下减小绝缘层厚度等措施都可以提升电控吸附阵列的吸附力。

### 1.2 改进的电控吸附

实验发现,引入电流变胶作为电极阵列的绝缘层,可以改善电极阵列的吸附效果。

电流变胶是将电流变微粒 (electro rheological particle, 简称 ER 微粒) 混入绝缘胶体中形成的。电流变胶和电流变液一样都会发生电流变效应<sup>[14]</sup>。图

1a) 中,电流变胶被置于平行板电极中间,没有直流强电场时,ER 微粒突出于胶体表面,这时电极板与电流变胶的接触面积很小。当在电极板上施加直流强电场(1~10 kV),在电场的作用下,ER 微粒被极化并相互吸引,以至于原来突出于胶体表面的电流变微粒沉入了胶体内,这时,电极板和电流变胶的接触面积就增大了,如图 1b) 所示。

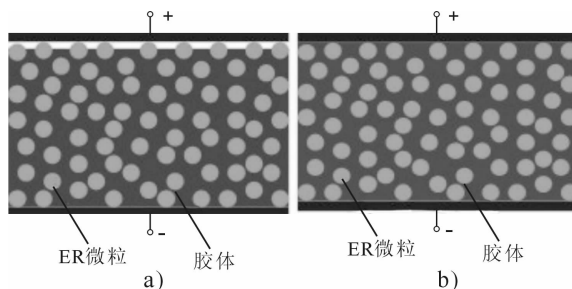


图1 ERG 的电流变效应

图2是在高倍电子显微镜下观察到的电流变微粒的动态沉陷过程<sup>[15]</sup>。没有施加电场时,ER 微粒可以在胶体表面观察到,如图 2a) 所示;当施加电场时,电流变胶发生电流变效应,原来突出于胶体表面的 ER 微粒被极化,产生相互吸引,就沉陷进胶体内部,如图 2b) 所示。

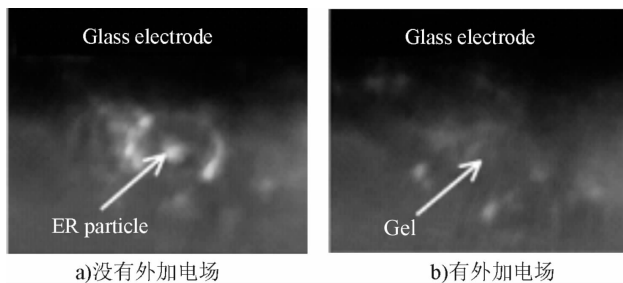


图2 电流变微粒的动态沉陷过程

实验发现,如果电流变胶代替普通的绝缘胶 (RTV118 高柔顺性绝缘胶) 用作电极阵列的绝缘层,不仅能够满足阵列的绝缘要求,而且还能提升阵列的吸附力。这是因为当电流变胶发生电流变效应时,突出于胶体表面的 ER 微粒沉陷进胶体内,从而增大了静电吸附装置与壁面的接触面积,间接地减小了电极电荷与壁面电荷的间距,提升了阵列对壁面的吸附力。

ER 微粒的动态变化不仅可以增大电极板和 ERG 的接触面积,而且当 ER 微粒在强电场作用下陷进胶体时,能够一同将其表面的灰尘等微小杂质带进胶体内,从而使电控吸附阵列得到一定程度的清洁,即电控吸附阵列拥有了一定的自清洁能力。

因此,将 ERG 用作多足攀爬机器人吸附阵列的绝缘层,不仅能够满足绝缘性和柔顺性的需要,还可以提升吸附阵列的吸附力,并且使电控吸附阵列具备一定的自清洁能力,从而确保机器人的可靠吸附和稳定攀爬.

## 2 电控吸附攀爬机器人的设计

基于电控吸附技术,笔者设计制作了单履带导轨式攀爬机器人,以验证 ERG 电控吸附阵列的性能,并在此基础上设计制作了多足攀爬机器人,以增强攀爬机器人的灵活性.

### 2.1 单履带导轨式电控吸附攀爬机器人

基于改进的 ERG 电极吸附阵列,设计的单履带导轨式电控吸附攀爬机器人主要由吸附履带、高压模块、导电轮、动力轮、控制器和电池等组成. 吸附履带尺寸 500 mm × 200 mm, 电极为碳粉, 绝缘层为 ERG; 导电轮为吸附阵列传递来自高压模块的直流高压; 控制器控制电机的运动.

通过试验,该机器人可以在玻璃、木材和混凝土壁面上稳定攀爬,静止吸附在壁面上最大承载能力大约为 1.5 kg(玻璃窗),如图 3 所示.

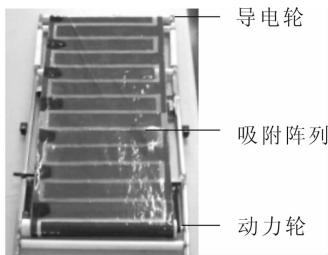


图 3 单履带导轨式电控吸附攀爬机器人

### 2.2 多足电控吸附攀爬机器人

为了进一步提升攀爬机器人运动的灵活性、可控性及避障能力,笔者又设计了多足仿生机器人,该机器人的设计主要包括吸附足、机械结构设计和控制器设计等.

该机器人吸附足由 ERG 吸附阵列附着在 PVC 薄板上制作而成. 设计完成后的机器人总质量约为 750 g, 根据机器人重量和吸附阵列的承载能力(约为 2.2 g/cm<sup>2</sup>), 每个吸附足尺寸为 80 mm × 80 mm, 电极宽度 10 mm, 电极间距 8 mm. 6 条足吸附阵列面积共 384 cm<sup>2</sup>, 承载能力接近 800 kg, 可以保证机器人可靠稳定地吸附在壁面上.

机器人的机械机构主要由支撑基盘和 6 条足组成. 支撑基盘用于固定机器人的 6 条足, 并承载控制器、电源等负载. 机器人的 6 条足具有类似的结构,

每条足有 3 个舵机构成 3 个自由度, 分别实现前后、左右和上下转动. 另外, 机器人左右两侧的 3 条足反向对称, 设计时需注意. 图 4 是利用 AutoCAD 2010 设计的机器人的支撑基盘和足关节连接部件.

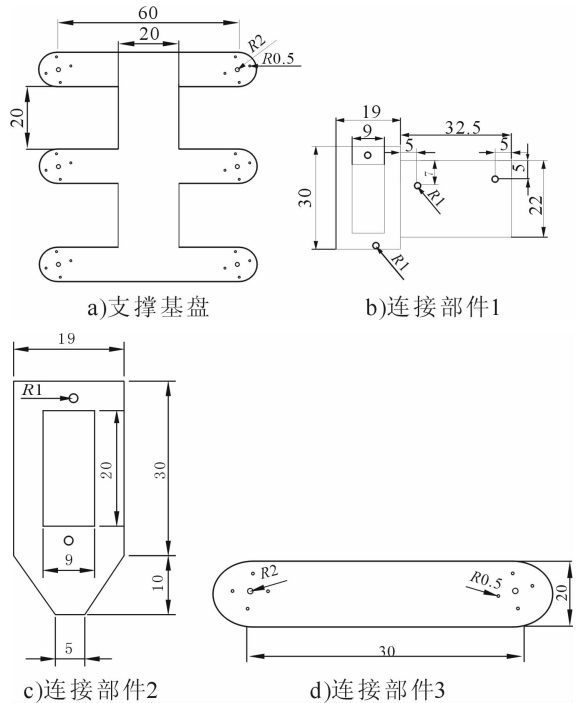


图 4 支撑基盘和足关节连接部件/mm

支撑基盘和足关节连接部件制作完成后, 将舵机安装在足关节连接部件的相应位置, 制成机器人的 6 条足, 将 6 条足安装在机器人支撑基盘的对应位置. 该机器人使用的舵机有 2 种, 每条足的关节 1 使用的舵机型号为 XIANGYU DIGITAL SERVO DS7.0, 关节 2,3 使用的舵机型号为 Ultra Micro Servo.

机器人的控制器以 SPCE061A 单片机为核心, 采用 555 构成的振荡器作为外部中断源, 单片机的 IOB2 口作为外部中断源 EXT1 的输入端, 下降沿触发, 每次中断, 单片机分别在各 IO 口输出高电平或低电平, 通过对 555 振荡器产生的脉冲进行计数来产生 PWM 信号, 从而实现对每个舵机的控制. 控制器硬件组成如图 5 所示.

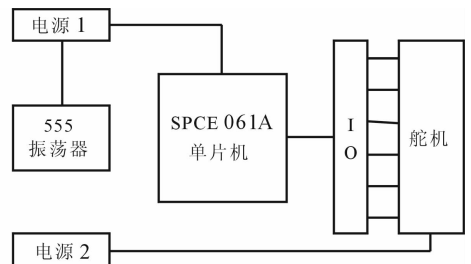


图 5 控制器硬件组成

将机器人的吸附足、机械机构和控制器组装在一起,最终完成的多足电控吸附机器人如图6所示.多足电控吸附机器人在多种材料壁面(玻璃、木材和混凝土)上进行了吸附攀爬试验.试验中,机器人

可以可靠吸附在玻璃、木材和混凝土壁面上,并能向上和向下攀爬.静止吸附在玻璃壁面上最大承载能力接近1.0 kg.

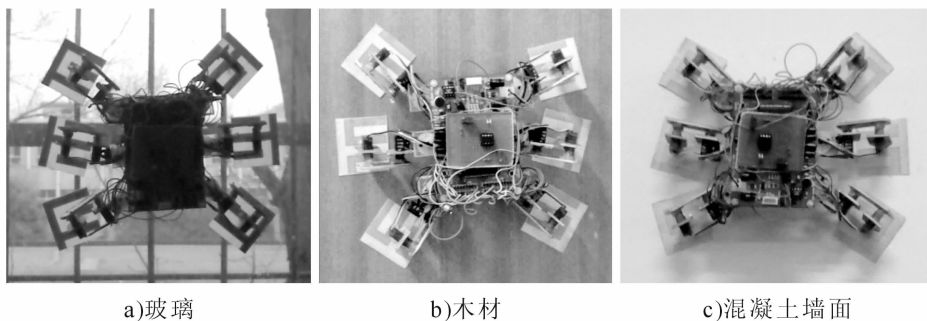


图6 多足攀爬机器人攀爬实验

### 3 结论

本文引入 ERG 对电控吸附阵列进行了改进,提升了阵列的吸附力.以此为基础设计制作了多足攀爬机器人.试验情况表明该机器人可以在玻璃、木材和混凝土壁面上稳定吸附,并能完成简单的运动.该机器人还有许多需要完善的地方:1)选择合适的步态,使得机器人能够稳定、快速攀爬,并且消耗较少能量;2)为机器人身上附加力、角度和位置等传感器,使得机器人及时反馈环境信息完成自我调整.

#### 参考文献:

- [1] Baeksuk C, Kyungmo J, Chang-Soo H, et al. A survey of climbing robots: locomotion and adhesion[J]. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, 2010, 11(4): 633.
- [2] Surachai P. Development of a wall climbing robot[J]. Journal of Computer Science, 2010, 10(6): 1185.
- [3] Wang W, Wang K, Zong G H, et al. Principle and experiment of vibrating suction method for wall-climbing robot[J]. Vacuum, 2010, 85(1): 107.
- [4] Yan W, Shuliang L, Dianguo X, et al. Development and application of wall-climbing robots[J]. IEEE International Conference on Robotics and Automation, 2009(2): 1207.
- [5] Wolfgang Fischer, Fabien Tache, Roland Siegwart. Magnetic wall climbing robot for thin surfaces with specific obstacles[J]. Springer Tracts in Advanced Robotics, 2008(42): 551.
- [6] Tosun O, Akin H L, Tokhi M O, et al. TRIPILLAR: Miniature magnetic caterpillar climbing robot with plane transition ability [C]//12th International Conference on Climbing and Walking Robots and the Support Technologies for Mobile Machines, Istanbul: CLAWAR, 2009: 343

- 350.

- [7] Kennedy B, Okon A, Aghazarian H, et al. Lemuriib: A robotic system for steep terrain access[J]. Climbing and Walking Robots, 2009(34): 1077.
- [8] Sattar J, Dudek G. A boosting approach to visual servo-control of an underwater robot[J]. Experimental Robotics, 2009(54): 417.
- [9] Yasong L, Ausama A, Dan S, et al. Abigaille II: toward the development of a spider-inspired climbing robot[J]. Robotica, 2012(30): 79.
- [10] 王周义,王金童,吉爱红,等.壁虎的运动行为与动力学研究:竖直面内运动方向的影响[J].科学通报, 2010(23): 2339.
- [11] Yamamoto A, Nakashima T, Higuchi T. Wall climbing mechanisms using electrostatic attraction generated by flexible electrodes[J]. International Journal of Advanced Robotic System, 2013, 10(36): 1.
- [12] Prahlad H, Pelrine R, Stanford S, et al. Electroadhesive robots—Wallclimbing robots enabled by a novel, robust, and electrically controllable adhesion technology [J]. IEEE International Conference on Robotics and Automation, 2008(978): 3028.
- [13] 黄之峰,王鹏飞,李满天,等.基于柔性静电吸附技术的爬壁机器人研究[J].机械设计与制造, 2011(6): 166.
- [14] Yasuhiro Kakinuma, Tojiro Aoyama, Hidenobu Anzai. Basic performance of ER gel on one-sided structured electrodes[J]. Proceedings of the 6th JFPS International Symposium on Fluid Power, 2005(6): 584.
- [15] Yasuhiro Kakinuma, Tojiro Aoyama, Hidenobu Anzai, et al. Application of ER gel with variable friction surface to the clamp system of aerostatic slider[J]. Precision Engineering, 2006(30): 280.

# 基于均值漂移的运动目标跟踪算法研究

耿盛涛<sup>1</sup>, 郑晓婉<sup>1</sup>, 王威<sup>2</sup>

(1. 郑州轻工业学院 电气信息工程学院, 河南 郑州 450002;

2. 郑州供电公司, 河南 郑州 450000)

**摘要:**为了实现在复杂环境下运动目标跟踪,提出了一种基于均值漂移的运动目标跟踪算法.该算法用帧间差法在复杂背景中获取目标模型,引入卡尔曼滤波器减少均值漂移算法迭代次数、解决遮挡问题,通过调节核函数带宽来改变跟踪窗口大小,以保证获取目标完整信息.实验结果表明,该算法不需要目标的先验知识即能实现复杂背景下对运动目标稳定、准确的跟踪,对目标遮挡有很好的鲁棒性.

**关键词:**均值漂移算法;卡尔曼滤波;目标跟踪;窗口自适应;目标遮挡

**中图分类号:**TP391 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.006

## Research of moving target tracking algorithm based on Mean-Shift

GENG Sheng-tao<sup>1</sup>, ZHENG Xiao-wan<sup>1</sup>, WANG Wei<sup>2</sup>

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

2. Zhengzhou Power Supply Company, Zhengzhou 450000, China)

**Abstract:** A moving object tracking algorithm based on the Mean-Shift algorithm was proposed for the accurately tracking of moving target under complex environments. This algorithm obtained the target model through the frame difference method; then through Kalman filter to reduce the iteration times of Mean-Shift algorithm and solve occlusion; lastly through adjusting the kernel function bandwidth to change the size of tracking window in order to access the complete information of moving target. Experiment results showed that the algorithm can track the moving target stably and accurately under complex environment and robustness to occlusion without the prior information.

**Key words:** Mean-Shift algorithm; Kalman filter; target tracking; adaptive window; object occlusion

## 0 引言

运动目标跟踪是计算机视觉系统一个重要的研究方向,可以了解某个固定或者移动物体的运行轨迹,在更远的范围上,还可以对所选物体进行其移动的预判. Mean-Shift 算法是 Fukanaga 等人提出的,它采用核概率描述目标特征,然后基于 Bhattacharyya 系数用 Mean-Shift 进行迭代搜索,最终收敛

的位置即为目标中心,因其具有迭代次数少、计算量小等特点而被广泛应用在实时目标跟踪<sup>[1]</sup>.

文献[2]用协方差矩阵解决跟踪过程中因目标形状改变而导致的跟踪失败现象,但对于有遮挡和背景变化较大的情况不能实现准确跟踪.文献[3]提出一种带宽自适应算法对目标尺度变化进行检测,能够实现目标稳定跟踪,但是不能对目标模型更新,并且不能解决遮挡问题.

针对以上问题,本文提出一种基于均值漂移的运动目标跟踪算法,该算法不需要目标的先验知识,用帧差法获取初始目标模板,在跟踪过程中用均值漂移算法获取目标准确位置,引入卡尔曼滤波器减少算法迭代次数,在目标遮挡和形变情况下对运动目标准确跟踪,并且通过调节核函数带宽来改变跟踪窗口大小,保证获取目标完整信息。

## 1 目标位置确定

### 1.1 帧差法获取目标模板

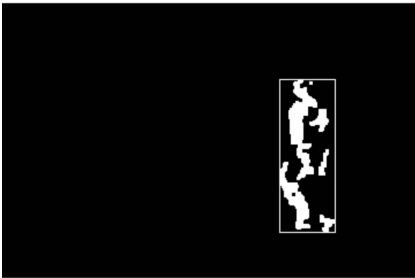
帧差法是一种直接比较相邻帧间对应像素点发生的相对变化,并以此为基础来提取图像中运动区域的方法,其有自适应能力强、对光照变化不太敏感的优点. 设  $I_{k-1}(x, y), I_k(x, y)$  为 2 帧连续图像,  $b_k(x, y)$  为差分后的二值图像,  $T_H$  为阈值, 则

$$b_k = \begin{cases} 1 & \text{if } |I_k(x, y) - I_{k-1}(x, y)| > T_H \\ 0 & \text{otherwise} \end{cases}$$

为防止环境微小变化带来的干扰,引入投影法来确定差分图像的目标边界. 投影法<sup>[4]</sup>算法简单、计算量小,它是将二值图像分别向  $x$  和  $y$  轴方向投影,并且设定阈值保留非零像素密度大的一段连续区域,这样就可以确定上下边界 ( $x_{\text{up}}, x_{\text{down}}$ ) 和左右边界 ( $y_{\text{left}}, y_{\text{right}}$ ), 得到运动目标的区域(如图 1 所示). 结果经过图像形态学处理,能准确获取运动目标区域,作为均值漂移的模板。



a) 两帧连续图片



b) 获取得到目标区域

图 1 帧差法获取目标区域

### 1.2 Mean-Shift 算法

**1.2.1 目标与候选目标的表示** 目标模板是通过一个选定区域来确定的,假设目标中心位于图像原

点,并用矩形区域标识目标,  $x_i$  为目标模板中像素坐标,  $y_i$  为候选目标中像素坐标;  $b(x_i)$  为位于  $x_i$  的像素在量化后的特征空间中所隶属的特征值;  $k(x)$  为核函数,即为像素的权值,中心的像素权值大,远离中心的像素权值小. 目标模板和候选区域的核函数直方图定义为

$$\hat{q}_u = C \sum_{i=1}^n k(\|x_i\|^2) \delta[b(x_i) - u] \quad (1)$$

$$\hat{p}_u(y) = C_h \sum_{i=1}^{n_h} k\left(\left\|\frac{y - y_i}{h}\right\|^2\right) \delta[b(y_i) - u] \quad (2)$$

其中,  $k(x)$  为核剖面函数,  $\delta$  为 Kronecker delta 函数,  $h$  为核函数的带宽向量,  $C$  是归一化常数.

$$C = \frac{1}{\sum_{i=1}^n k(\|x_i\|^2)} \quad (3)$$

$$C_h = \frac{1}{\sum_{i=1}^{n_h} k\left(\left\|\frac{y - y_i}{h}\right\|^2\right)} \quad (4)$$

**1.2.2 相似性度量** 相似性函数用来度量目标模型和候选目标模型的相似程度,表示为  $\hat{\rho}(y) = \rho[\hat{p}(y), \hat{q}]$ , 目标位置即为  $\hat{\rho}(y)$  局部极值的位置,一般采用 Bhattacharyya 系数作为相似性函数,定义为

$$\hat{\rho}(y) = \rho[\hat{p}(y), \hat{q}] = \sum_{u=1}^m \sqrt{\hat{p}_u(\hat{y}_0) \hat{q}_u} \quad (5)$$

对  $\hat{\rho}(y)$  展开泰勒级数,得到

$$\rho[\hat{p}(y), \hat{q}] \approx \frac{1}{2} \sum_{u=1}^m \sqrt{\hat{p}_u(\hat{y}_0) \hat{q}_u} + \frac{C_h}{2} \sum_{u=1}^m \omega_i k\left(\left\|\frac{y - x_i}{h}\right\|^2\right) \quad (6)$$

其中,权重系数

$$\omega_i = \sum_{u=1}^m \sqrt{\frac{\hat{q}_u}{\hat{p}_u(\hat{y}_0)}} \delta[b(x_i) - u]$$

要使⑥式最大化,也就是使⑥式第2项最大化,第2项的最大化过程即使中心移向新的位置.

$$\hat{y}_i = \frac{\sum_{i=1}^{n_h} x_i \omega_i g\left(\left\|\frac{\hat{y}_0 - x_i}{h}\right\|\right)}{\sum_{i=1}^{n_h} \omega_i g\left(\left\|\frac{\hat{y}_0 - x_i}{h}\right\|\right)} \quad (7)$$

其中  $g(x) = -k'(x)$ , 按照式⑦反复迭代更新位置.

### 1.3 目标模型更新

目标跟踪过程中,由于光照等因素的影响,可

能导致跟踪失败,所以自适应地更新目标模型非常必要. 本文采用的方法是: 在正常跟踪时, 检测 Bhattacharyya 系数小于一定的阈值, 当没有发生遮挡时进行目标模板更新, 方法为

$$\hat{q}_{u, \text{new}} = (1 - \alpha)\hat{q}_{u, \text{old}} + \alpha\hat{p}_u$$

其中  $\alpha$  是遗忘因子, 可以用来调节更新程度.

### 1.4 跟踪窗口自适应

当图像中目标尺寸发生变化时, Mean-Shift 跟踪算法需要将模板窗口大小更新. 传统的均值漂移算法中, 跟踪窗口的尺度是固定的, 缺少了跟踪窗口尺度的自适应调节, 但当运动目标速度较快或者图像中目标尺寸和候选目标尺寸相比发生较大变化时, 固定大小的跟踪窗口容易导致跟踪丢失<sup>[5]</sup>.

本文采取跟踪窗口自适应的方法, 尽量将目标锁定在跟踪窗口内. 算法的基本思想是: 令第  $k$  帧图像的核函数带宽为  $h_k$ , 通过式①—⑤计算核函数带宽分别为  $0.9 h_k, h_k$  和  $1.1 h_k$  的 Bhattacharyya 系数. 比较这 3 个系数, 其中最大的系数所对应的核函数带宽即为第  $k + 1$  帧最优带宽  $h_{k+1}$ . 这样, 带宽窗口的尺寸就会随着目标尺寸的变化而变化.

## 2 引入卡尔曼滤波的目标跟踪

### 2.1 卡尔曼滤波器

均值漂移算法一般能准确跟踪, 但当目标运动过快, 偏移量超过了核函数的带宽, 或者目标被遮挡时, 都容易跟踪失败. 本文采用卡尔曼滤波器与均值漂移算法相结合的方法进行目标跟踪<sup>[6-7]</sup>, 具体过程为: 用卡尔曼滤波器估计目标在每一帧的最优位置, 将其作为均值漂移迭代的起始点, 这样即可解决目标运动过快的问题, 在遮挡时把估计值作为目标当前位置, 即可解决短时遮挡时的问题.

卡尔曼滤波器是根据最小均方差准则建立起来的递推估计的算法, 它具有实现实时运动状态的估计和预测功能. 它的基本思想是: 采用信号与噪声的状态空间模型, 利用信号前一时刻估计值和当前的观测值更新对状态变量的估计, 求下一时刻的信号估计值. 它对实时状态估计是通过时间更新方程和检测更新方程来实现的. 预测时具有无偏、稳定和最优的特点, 可用来对被跟踪目标运动状态进行预测, 能够减小搜索区域的大小, 提高跟踪的实时性.

目标在图像平面运动的状态方程描述如下:

$$\begin{bmatrix} x_k \\ y_k \\ v_{x,k} \\ v_{y,k} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & T & 0 \\ 0 & 1 & 0 & T \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_{k-1} \\ y_{k-1} \\ v_{x,k-1} \\ v_{y,k-1} \end{bmatrix} + W_{k-1}$$

$$Z_k = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \end{bmatrix} X_k + V_k$$

观测向量  $z_k = [x_k \ y_k]^T$  表示运动目标中心在图像平面的观测值, 状态变量  $X_k [x_k \ y_k \ v_{x,k} \ v_{y,k}]^T$  分别表示目标在像平面上的位置和速度,  $T$  为采样周期,  $W_k$  为状态噪声,  $V_k$  为测量噪声, 此外可以假设  $W_k$  和  $V_k$  都是零均值且独立的噪声向量.

### 2.2 遮挡情况判断

均值漂移算法一般情况下能够快速准确地跟踪, 但是当目标发生遮挡时, 目标模型和候选模型的相似度会变小<sup>[8]</sup>. Bhattacharyya 系数表征的是当前候选目标区域信息与目标模板信息的相似度, 遮挡发生时, 当前核窗口区域的 Bhattacharyya 系数就会减小. 所以可以采用 Bhattacharyya 系数值的变化作为判断跟踪过程中目标是否被遮挡的准则, 步骤为: 给定阈值  $T_B$ , 计算第  $k$  帧均值漂移迭代得到目标位置处的 Bhattacharyya 系数  $\hat{\rho}(y)$ ; 比较  $\hat{\rho}(y)$  与给定阈值  $T_B$  的大小, 若  $\hat{\rho}(y) < T_B$  则认为发生遮挡, 目标直接定位在 Kalman 预测位置  $X_k$  处, 反之, 则认为正常跟踪, 继续执行 Mean-Shift 算法. 对于异常情况采用以  $\lambda R$  为半径的圆内目标搜索, 比例系数  $\lambda \in (1, 2)$ . 当遮挡发生时, 使核函数带宽保持不变, 固定跟踪窗口大小.

## 3 实验分析

为了验证算法的可行性和有效性, 本文采用 PETS 监控视频图像数据库实验数据进行测试, 测试视频的分辨率为 768 像素  $\times$  576 像素, 帧率 15 f/s, 在 Matlab 7.5 软件平台上实现.

当目标运动引起尺寸变化时, Mean-Shift 算法容易导致跟踪失败, (如图 2a) 所示). 随着目标不断变小, 跟踪窗口融入大量的不相关信息, 从而导致跟踪出现误差, 由于这种情况也会使 Bhattacharyya 系数减小, 如果没有自适应窗口更新, 也会被误判为遮挡. 本文采用了跟踪窗口的自适应更新 (如图 2b) 所示, 虽然目标远离摄像头, 目标在图像中逐渐变小, 但是此时跟踪窗口也跟着变小, 这样就不会



融入不相关信息,从而达到稳定跟踪的目的.

由图3可以看出,当跟踪过程中发生遮挡时,以卡尔曼滤波器的预测位置作为当前位置,直至目标出现后,再由 Mean-Shift 获取准确位置跟踪结果. 可看出目标发生遮挡时,若遮挡时间较长,也会造成

跟踪失败,需要重新搜索目标. 虽然卡尔曼滤波器在进行预测处理时会产生一定的耗时,但其计算量只占目标跟踪算法中很小一部分,并且减少了 Mean-Shift 算法的迭代次数,所以对跟踪的实时性并没有影响.



a) Mean-Shift算法跟踪效果



b) 本文算法跟踪效果

图2 尺寸变化跟踪效果对比

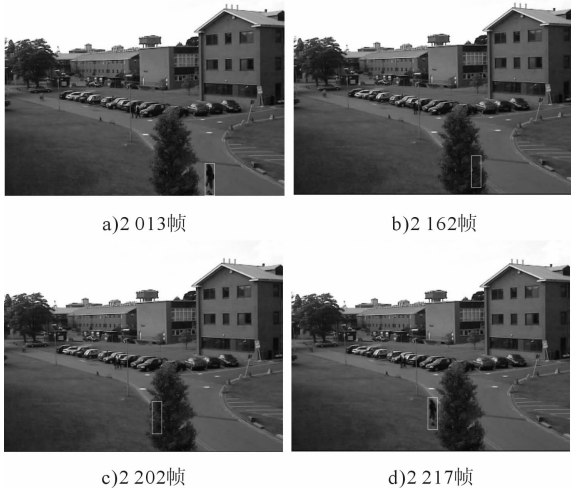


图3 跟踪结果

## 4 结语

本文研究了一种基于均值漂移的运动目标跟踪算法,引入了卡尔曼滤波器和自适应窗口更新的方法,来实现自适应调整窗口尺寸跟踪尺寸变化目标和短时遮挡目标,很好地解决了移动目标跟踪和遮挡问题. 实验证明该算法实时性好,能对运动目

标进行稳定跟踪,有很强的鲁棒性.

## 参考文献:

- [1] Comaniciu D, Ramesh V, Meer P. Real-time tracking of non-rigid objects using Mean shift [C]//Proc IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, Hilton Head Island, SC, 2000:142-149.
- [2] 曹玉华,吴小俊,段先华,等. 基于背景提取和扩展均值漂移算法的目标跟踪[J]. 计算机工程与应用, 2009,45(13):194.
- [3] 王明佳,武治国,韩广良,等. 自适应窗口选取的 Mean-Shift 目标跟踪[J]. 光子学报, 2012,41(1):67.
- [4] 郝志成,朱明,刘微. 复杂背景下目标的快速提取与跟踪[J]. 吉林大学学报:工学版, 2006,36(2):259.
- [5] 顾裕丰,刘国栋. 一种复杂场景下的运动目标跟踪算法[J]. 计算机技术及应用, 2012,38(1):122.
- [6] 刘继艳,潘建寿,吴亚鹏,等. 结合 Kalman 滤波器的 Mean-Shift 跟踪算法[J]. 计算机工程与应用, 2009, 45(12):184.
- [7] 王娟,刘教民,孟军英,等. 改进均值漂移算法在运动目标跟踪中的研究[J]. 系统仿真学报, 2012,24(9):1896.
- [8] 欧阳宁,游锦海,莫建文,等. 遮挡情况下多目标跟踪算法[J]. 计算机应用研究, 2010,27(5):1984.

# 基于模糊神经网络的风电场无功补偿容量研究

邱道尹, 田芳, 宋慧娟

(华北水利水电学院 电力学院, 河南 郑州 450011)

**摘要:**以某一风电场为研究对象,提出基于模糊神经网络的风电场无功补偿容量计算方法.以该风电场的有功功率为输入,通过潮流计算得到使风电场母线电压稳定所需的无功补偿容量.计算结果表明,该方法能够准确计算风电场所需无功补偿容量,简化了风电场无功补偿容量计算过程.

**关键词:**风力机组;无功补偿容量;模糊神经网络;风电场;潮流计算

**中图分类号:**TM614 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.007

## Research on reactive power compensation capacity based on fuzzy neural network for wind power station

QIU Dao-yin, TIAN Fang, SONG Hui-juan

(College of Electric Power, North China University of Water Resources and Electric Power, Zhengzhou 450011, China)

**Abstract:** With a wind power station as the research object, a computing method of reactive power compensation capacity was presented based on fuzzy neural network for wind power, which takes the active power of the wind power station as input, calculates the reactive power compensation capacity through power flow calculation to stabilize the bus voltage for wind power station. The calculation results showed that this method could accurately calculate the reactive power compensation capacity for wind power station, simplified calculation process of wind power reactive power compensation capacity.

**Key words:** wind turbine generator; reactive power compensation capacity; fuzzy neural network; wind power station; power flow calculation

## 0 引言

风力发电是当今绿色能源发展中技术最成熟、最具规模的发电方式之一,在减轻环境污染、调整能源结构方面有其重要贡献.但风能是一种不稳定的能源,具有很强的随机性,风电机组的有功出力随着风速不同而随机变化.当风电场接入电力系统后,会给电力系统稳定性带来影响.文献[1-4]研究了风电场并网后对电力系统安全稳定的影响;文献[5-6]讨论了含风电厂电力系统的潮流计算方

法,并给出了系统母线电压随风速变化的规律和无功补偿方案;文献[7]用遗传算法求解风电场无功补偿装置的容量,并给出了投切电容器的控制方法;文献[8]讨论了随机粒子群算法在风电场无功补偿中的应用.

本文拟通过分析含风电场的电力系统潮流计算方法,讨论风电机组有功功率、无功功率和母线电压的关系,针对风电场无功补偿容量计算过程计算量大、计算过程复杂、不能对风电场无功补偿容量进行实时计算等问题,提出一种基于模糊神经网络

络的风电场无功补偿容量计算方法,以某风电场的实际功率为输入,计算该风场所需的无功补偿容量,以简化风电场无功补偿容量计算过程。

## 1 风电场无功容量的确定

### 1.1 风电机组的简化模型

风电机的功率曲线一般由风机制造厂商随风机提供给用户,其计算公式为

$$P = \begin{cases} 0 & v \leq v_{\text{cut-in}}, v \geq v_{\text{cut-out}} \\ A + Bv + C^2v^2 & v_{\text{cut-in}} \leq v \leq v_r \\ P_r & v_r \leq v \leq v_{\text{cut-out}} \end{cases} \quad (1)$$

其中, $v_{\text{cut-in}}$ 和 $v_{\text{cut-out}}$ 分别表示风电机组的切入风速和切出风速; $v_r$ 是风电机组的额定风速; $P_r$ 是风电机组的额定有功出力; $A, B, C$ 是风机功率特性曲线参数,在近似计算中 $C = 0$ ,即认为风速和出力为线性关系<sup>[9-10]</sup>。

通过风电机组有功功率 $P$ 和风力发电机的机端电压 $U$ ,可以求出异步电动机的滑差率 $s$ 及功率因数角的正切值 $\tan\varphi$ <sup>[11]</sup>,即

$$s = \frac{U^2 r_2 - \sqrt{U^4 r_2^2 - 4P^2(x_1 + x_2)^2 r_2^2}}{2P(x_1 + x_2)^2} \quad (2)$$

$$\tan\varphi = \frac{s^2(x_1 + x_2)(x_m + x_1 + x_2) + r_2^2}{r_2 x_m s} \quad (3)$$

其中, $x_m$ 为励磁电抗, $r_2$ 为转子电阻, $x_1$ 为定子电抗, $x_2$ 为转子电抗。

消除滑差率 $s$ 后,得到

$$Q = \frac{2P^2(x_1 + x_2)^2}{r_2^2 x_m (-U^2 r_2 + \sqrt{U^4 r_2^2 - 4P^2(x_1 + x_2)^2 r_2^2})} \quad (3)$$

由此可见,风电机吸收的无功功率 $Q$ 可表示为与风电机有功功率 $P$ 和机端电压 $U$ 有关的函数。

### 1.2 含风电场的电力系统潮流计算

通过含风电场的电力系统潮流计算的迭代算法,综合考虑风电场母线电压、有功功率、无功功率之间的关系,在风电场母线电压不变的情况下,可计算出风电场的无功补偿容量。

在不考虑尾流效应的情况下,当风速给定时,整个风电场的功率为单台机组的功率之和,表示为

$$\begin{cases} P_f = \sum_{i=1}^n P_i(v_i) \\ Q_f = \sum_{i=1}^n Q_i(P_i, U_f) \end{cases}$$

其中, $P_f, Q_f$ 为风电场总的有功和无功功率; $n$ 为风

电场中风电机组的台数; $v_i$ 为第 $i$ 台风电机组处的风速; $U_f$ 为风电场母线电压; $P_i, Q_i$ 分别表示第 $i$ 台风电机组的有功功率和无功功率。

在用牛顿-拉夫逊潮流计算方法计算时,雅克比矩阵中风电场节点的无功增量对电压的偏导数修正增量表示<sup>[12]</sup>为

$$\frac{\partial Q}{\partial U} = -\frac{x_1 + x_2 + x_m}{r_2 x_m (x_1 + x_2)} \times \left( -2Ur_2 + \frac{2U^3 r_2^2}{\sqrt{U^4 r_2^2 - 4P^2 r_2^2 (x_1 + x_2)^2}} \right) - \frac{2P^2 (x_1 + x_2)^2}{r_2 x_m} \times \left( -2Ur_2 + 2U^3 r_2^2 \sqrt{U^4 r_2^2 - 4P^2 r_2^2 (x_1 + x_2)^2} \right) \times \left( -U^2 r_2 + \sqrt{U^4 r_2^2 - 4P^2 r_2^2 (x_1 + x_2)^2} \right)^{-2} \quad (4)$$

因此,含风电场电力系统潮流计算的具体步骤为:

- 1) 形成节点导纳矩阵,给定各节点的初始电压,给定风电场风速;
- 2) 根据式①③计算风电机组的有功功率和无功功率;
- 3) 由式④修正雅克比矩阵中的元素;
- 4) 用牛顿-拉夫逊方法求解修正方程,并修正各节点电压;
- 5) 检验是否收敛,若收敛,则计算结束,否则用新的电压作为初值,重新计算步骤②。

### 1.3 算例分析

某风电场装机容量为183 MW,有机组244台,244台箱变共分24组,风机为金风750 kW风机。风力发电机组经箱变升压 $T_2$ 至35 kV后,再通过24条35 kV电压线路汇集到一座2台容量为 $2 \times 100\,000$  kVA主变的230 kV升压变电站,采用PSASP软件进行仿真。

该风电场模型有450个节点,结构较复杂,故本文只对其中42个节点进行验证分析。将风电场参数输入计算软件,并根据上文所述的风电场接线方法画出风电场的单线图,得到风电场模型如图1所示。

该风电场6月份发出的有功功率如图2所示,每15 min采集信号一次,在不进行无功补偿的情况下,用图1所示模型可算出相应的母线电压标么值如图3所示。由图3可以看出,当风速比较小时,即风电场有功功率比较小时,母线电压基本保持稳定;但当风速比较大时,即风电场的有功功率比较大

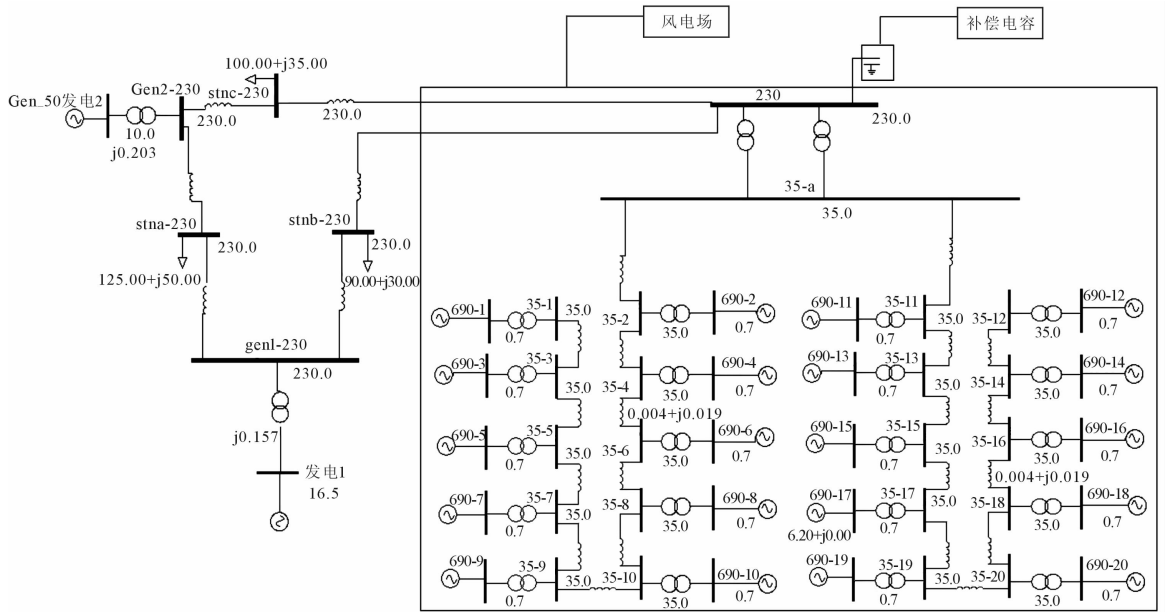


图 1 风电场无功补偿模型

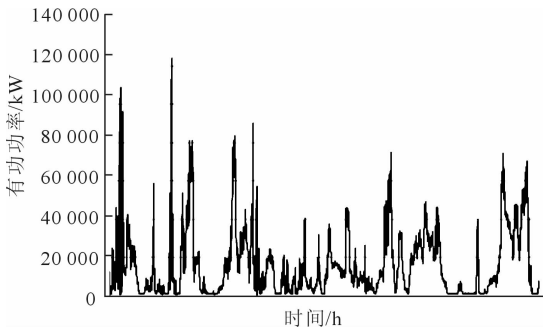


图 2 该风电场 6 月份的有功功率

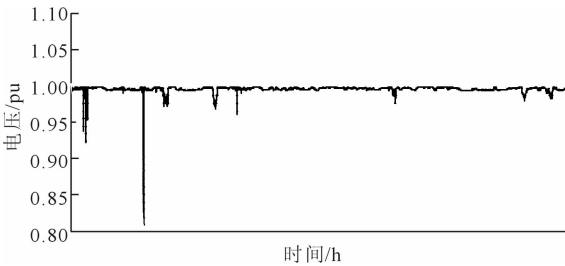


图 3 该风电场 6 月份的母线电压标么值

时,母线电压下降严重。

在考虑风电场无功补偿容量的情况下,补偿电容器的初始值为 0(即没有补偿无功),按照 1.2 中的方法,使用牛顿-拉夫逊潮流计算方法,得到风电场所需的无功补偿容量.图 4 为该风电场 6 月份的无功补偿容量图.图 5 为风电场进行无功容量补偿后的母线电压图.由图 5 可知,经过无功补偿后,风电场的母线电压在(0.99,1.01)区间浮动,电压比

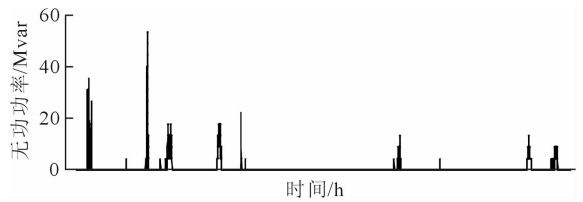


图 4 风电场 6 月份最佳无功补偿容量

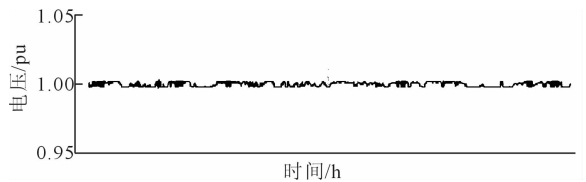


图 5 补偿无功后风电场的母线电压标么值

较稳定。

以上所述的牛顿-拉夫逊潮流计算方法能够准确地计算风电场所需的无功补偿容量,但计算量较大,计算过程复杂,不能对风电场无功补偿容量进行实时计算,无法满足风电场无功补偿装置实时投切控制的要求.基于此,本文提出基于模糊神经网络的风电场无功补偿容量的计算方法.

## 2 模糊神经网络

### 2.1 人工神经网络和模糊系统

人工神经网络 ANN (artificial neural networks)<sup>[13]</sup>,是一种应用类似于大脑神经突触联接的结构进行信息处理的数学模型,是人工智能研究的一

种方法,具有非线性、非局限性、非常定性、非凸性的特点. ANN 不依赖模型的函数,只需要根据函数的输入输出样本就能自主学习建立系统模型.

模糊系统将经典集中的绝对隶属关系模糊化,即元素的隶属度不再只能选择 0 或 1,而是选择 0 到 1 之间的任一数值. 隶属度函数则用来刻画处于中间过渡的事物对差异双方所具倾向性.

模糊神经网络 FNN (fuzzy neural network)<sup>[14-16]</sup> 将模糊系统和神经网络相结合,神经网络的输入、输出节点用来表示模糊系统的输入、输出信号,神经网络的隐含节点用来表示隶属函数和模糊规则.

**2.1.1 模糊神经网络的结构** 模糊神经网络一般分为如下 5 层.

1) 第 1 层为输入层,节点个数为输入变量个数,即输出 = 输入,即  $y_i^{(1)} = x_i$ .

2) 第 2 层为输入变量的隶属函数层,实现输入变量的模糊化;例如,取隶属度函数为高斯隶属函数,则

$$y_j^{(2)} = \exp[-(x_i - \mu_{ij})^2 / \sigma_{ij}^2]$$

其中,  $\mu_{ij}$  和  $\sigma_{ij}$  为函数均值与方差.

3) 第 3 层为“与”运算层,节点个数为模糊规则数,每一节点表示对前一层与它相关联的所有节点输出进行“与”运算,即

$$y_m^{(3)} = \max(y_j^{(2)})$$

4) 第 4 层为“或”运算层,代表模糊规则结论部分,每一节点表示对前一层与它相关联的所有节点输出进行“或”运算,并由权系数  $w_{km}$  相连,即

$$y_k^{(4)} = \max(y_m^{(3)} w_{km})$$

5) 第 5 层为去模糊化层,节点数为输出变量个数,即

$$y_l^{(5)} = \frac{\sum y_k^{(4)} \mu_{lk} \sigma_{lk}}{\sum y_k^{(4)} \sigma_{lk}}$$

**2.1.2 网络的训练(学习)** 网络训练的目的就是确定隶属函数和其参数  $\mu, \sigma, w$ . 网络训练分为 2 个阶段,第一阶段为自组织学习,第二阶段为监督学习.

1) 自组织学习. 划分输入和输出变量的模糊子空间,随即每个输入输出所对应的隶属函数的数目就已经确定. 随机给需要学习的参数一个初始值,就可以计算出每个输入输出数据的隶属度. 按如下原则生成模糊规则和计算规则的度: 在一组输入输出变量对中,选每个变量隶属度最大的区来获取一条模糊规则;每条规则的度由该规则中输入和输出变量的隶属度相乘而得;如有规则有同样的前提和结论,删除规

则度小的,保留规则度最大的,这样,既避免了规则的冲突,又减少了规则的数量.

2) 监督学习. 设误差函数为

$$E = \frac{1}{2}(y^d(t) - y(t))^2$$

则有

$$\frac{\partial E}{\partial w_{km}} = \frac{\partial E}{\partial y_k^{(4)}} \frac{\partial y_k^{(4)}}{\partial w_{km}} = \frac{\partial E}{\partial y_l^{(5)}} \frac{\partial y_l^{(5)}}{\partial y_k^{(4)}} \frac{\partial y_k^{(4)}}{\partial w_{km}}$$

$$w_{km}(t+1) = w_{km}(t) - \eta \left( \frac{\partial E}{\partial w_{km}} \right)$$

同理,可以求出

$$\mu_{ij}(t+1) = \mu_{ij}(t) + \eta(y^d(t) -$$

$$y_l^{(5)}(t)) \frac{\sigma_{lk} y_k^{(4)}(t)}{\sum \sigma_{lk} y_k^{(4)}(t)}$$

$$\sigma_{lk}(t+1) = \sigma_{lk}(t) + \eta(y^d(t) -$$

$$y_l^{(5)}(t)) \frac{\mu_{lk} \sum y_k^{(4)}(t) \sigma_{lk} - \sum y_k^{(4)}(t) \mu_{lk} \sigma_{lk}}{(\sum y_k^{(4)}(t) \sigma_{lk})^2}$$

**2.2 算例分析**

根据模糊神经网络原理,运用 Matlab 软件,构建模糊神经网络模型如图 6 所示. 以该风电厂 6 月份,7 月份的有功、无功数据作为网络的训练数据,对模糊神经网络进行训练,训练误差设置为 0.001,训练次数为 10 000 次,训练过程如图 7 所示. 以 8 月份的有功功率作为模型输入,计算对应的无功补偿容量.

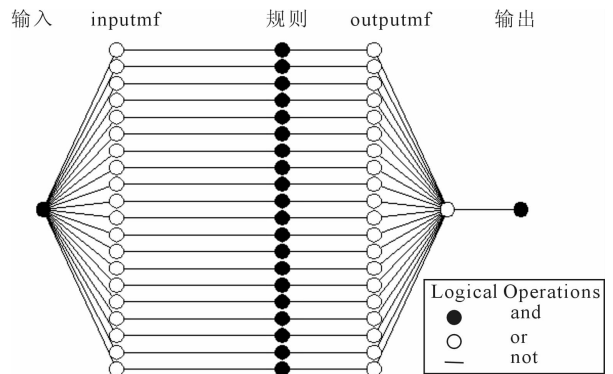


图 6 模糊神经网络模型

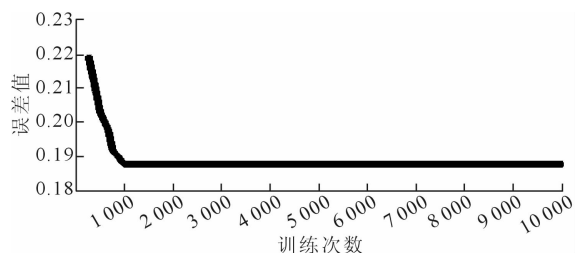


图 7 模糊神经网络训练过程

模糊神经网络检验结果如图8所示,\*表示模糊神经网络模型的无功补偿容量计算结果,+表示牛顿-拉夫逊潮流计算方法的计算结果.从图8可知,2种计算方法的精度基本相同,但模糊神经网络模型计算简单,计算速度快,可满足风电场无功补偿装置实时投切控制的要求.

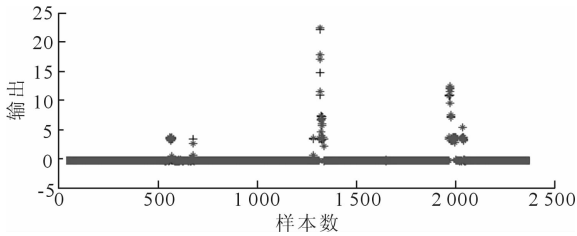


图8 模糊神经网络检验结果

### 3 结论

本文以某风电场为例,提出了基于模糊神经网络的风电场无功补偿容量计算方法,以该风电场的有功功率为输入,通过潮流计算得到使风电场母线电压稳定所需的无功补偿容量;通过对比分析模糊神经网络计算结果和牛顿-拉夫逊潮流计算方法的计算结果,可知模糊神经网络能够准确计算风电场所需无功补偿容量,简化风电场无功补偿容量计算过程,可满足风电场无功补偿装置实时投切控制的要求.

#### 参考文献:

- [1] 张红光. 大容量风电并网对电力系统安全稳定的影响研究[D]. 北京:华北电力大学,2008.
- [2] 马昕霞,宋明中,李永光,等. 风力发电并网技术及若干问题的研究[J]. 吉林电力,2006(8):1.
- [3] 高赐,戚何叶,胡荣. 考虑大规模风电接入的电力规划研究[J]. 电网与清洁能源,2011(10):53.
- [4] 方军,王大光,林因. 风电机组模型及风电场接入系统研究[J]. 国际电力,2004(5):23.
- [5] 张伟,卫志农,刘玉娟. 基于混沌优化的含风电场的最优潮流计算[J]. 中国电力,2011(10):25.
- [6] 王海超,周双喜,鲁宗相,等. 含风电场的电力系统潮流计算的联合迭代方法及应用[J]. 电网技术,2005,29(18):59.
- [7] 陈树勇,申洪,张洋,等. 基于遗传算法的风电场无功补偿及控制方法的研究[J]. 中国电机工程学报,2005,25(8):1.
- [8] 江岳文,陈冲,温步瀛. 随机模拟粒子群算法在风电场无功补偿中的应用[J]. 中国电机工程学报,2008,28(13):47.
- [9] 王海超,鲁宗相,周双喜. 风电场发电容量可信度研究[J]. 中国电机工程学报,2005,25(10):103.
- [10] 丁明,吴义纯. 风力发电系统运行和规划问题综述[J]. 电网技术,2003,27(3):36.
- [11] 吴义纯,丁明,张立军. 含风电场的电力系统潮流计算[J]. 中国电机工程学报,2005(4):36.
- [12] 陈珩. 电力系统稳态分析[M]. 北京:中国电力出版社,2007.
- [13] 侯媛彬,杜京义,汪梅. 神经网络[M]. 西安:西安电子科技大学出版社,2007.
- [14] Syedali M, Balasubramaniam P. Exponential stability of uncertain stochastic fuzzy BAM neural networks with time-varying delays[J]. Neurocomputing, 2009, 72(4):1347.
- [15] Castro J R, Castillo O, Melin P, et al. A hybrid learning algorithm for a class of interval type-2 fuzzy neural networks[J]. Information Sciences, 2009, 179(13):2175.
- [16] Park J H, Huh S H, Kim S H, et al. Direct adaptive controller for nonaffine nonlinear systems using self-structuring neural networks[J]. IEEE Transactions on Neural Networks, 2005, 16(2):414.

# 基于 PROFIBUS 的纺织工业网络架构规划

王永华, 常洁, 江豪

(郑州轻工业学院 电气信息工程学院, 河南 郑州 450002)

**摘要:**针对纺织工业是典型的流水线制造业,其控制量以开关量为主,生产机台多、分布面积广的特点,提出采用 PROFIBUS 现场总线技术实现纺织工业信息化网络架构,以满足其信息化系统智能程度高、通信联网功能强等要求.网络架构的规划方案为:纺织生产过程数据集成及处理系统以 PROFIBUS 为主干网络,向上通过工业以太网与企业信息网相连,向下集成各个现场级设备控制系统,PROFIBUS 组网过程中应注意使用中继器、网络终端电阻和独立供电.联网过程中多种通信协议的转换方法为:自身具有 PLC 控制器可以添加相应 DP 扩展模块的机台,挂接相应 DP 扩展模块;具有 RS232/RS485 通用串行接口的设备,可以使用网关类设备实现串口与 PROFIBUS 的通信;具有 RJ45 以太网口的设备,可直接通过工业交换机接入工业以太网,或者通过相应的以太网模块和现场总线相连;具有专门的独立控制系统的机台,采用 OPC 技术即可实现系统集成.

**关键词:**纺织生产信息化;纺织工业网络;PROFIBUS;工业以太网;总线协议转换

**中图分类号:**TP29 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.008

## The planning of network architecture for textile industry based on PROFIBUS

WANG Yong-hua, CHANG Jie, JIANG Hao

(College of Electric Information Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

**Abstract:**The textile industry is a typical manufacturing industry of assembly line, its control is given priority to with switch quantity, and its characteristics are more procreative machines and wide distribution area. The PROFIBUS field bus technology was presented in this textile industry informatization network architecture, in order to meet their requirements of high intelligent information systems and strong communications networking capabilities. The scheme of network architecture planning was as follows: the data acquisition of textile production process and the processing systems backbone network to PROFIBUS, to the top connected to the enterprise information via industrial Ethernet, and to the bottom integrated all the field level device control systems, the process of PROFIBUS networking should be noted that the use of repeaters, network termination resistors and independent power supply. In the process of networking a variety of communication protocols conversion method was as follows: the machines that own with PLC controller are able to be added corresponding DP extension module, corresponding DP extension modules are articulated to their controllers; for the equipments with RS232/RS485 universal serial interface, the gateway device can be used to realize the serial port and PROFIBUS communication; the devices with RJ45 Ethernet interface, can be directly through the industry switches connected to Ethernet, or through the corresponding Ethernet module connected to field bus; for machines with specialized independent control system, OPC technology was used to a-

收稿日期:2012-11-19

作者简介:王永华(1963—),男,河北省武安县人,郑州轻工业学院教授,主要研究方向为先进工业自动化技术集成与应用、信息化工业测控电器与系统的研究和应用等.

chieve system integration.

**Key words:** textile industry information; textile industrial network; PROFIBUS; industrial ethernet; bus protocol conversion

## 0 引言

纺织工业是促进国民经济相关产业协调发展的重要基础产业.我国加入WTO后,经济全球化的挑战使得纺织工业的产业升级迫在眉睫.国家“十二五”规划再次强调工业化和信息化“两化深度融合”,对纺织生产过程进行信息化建设,无疑是实现产业升级的重要举措.合理架构工业网络是完成信息化与工业化融合的物理基础.PROFIBUS技术是当前在国内外制造业自动化领域中广泛使用的成熟稳定的现场总线技术,在国内的烟草生产线上也已经推广使用,对于同样是轻工制造业的纺织工业,选用这种现场总线组建控制层网络是可行并且恰当的方案.本文拟在阐述纺织生产过程信息化集成系统网络架构的基础上,针对纺织机台的控制现状与联网需求,对纺织生产设备控制系统中多种通信协议的集成方法进行总结,并以3个典型的工程方案为例,说明具体组网的技术要点.

## 1 纺织工业信息化网络架构

### 1.1 现场总线类型的选择

现场总线的种类很多,具体现场总线类型的选择需要综合考虑应用场合、技术先进性、市场占有率(包括国际市场占有率和国内市场占有率)、技术支持情况等<sup>[1]</sup>.现场总线PROFIBUS主要应用于制造业自动化系统中单元级和现场级通信,用于连接PLC、PC和HMI设备,以及分布式现场设备(比如变频器).其响应速度快,特别适合于PLC与现场级分布式I/O设备之间的快速循环数据交换<sup>[2]</sup>.

纺织工业是典型的流水线制造业,控制量以开关量为主,生产机台多,分布面积广;其信息化集成系统智能化程度高、通信联网功能强,需要采集和统计底层设备的实时数据及状态参量,对整个企业的设备管理及优化程度有较高的要求.PROFIBUS DP具有良好的可靠性与实时性,恰好满足纺织工业信息化的要求,所以选择PROFIBUS现场总线技术作为纺织工业信息化组网的核心技术,可以充分满足实时性、可靠性和稳定性的要求.

### 1.2 整体网络架构的规划方案

基于现场总线技术的纺织生产过程数据集成及处理系统以PROFIBUS为主干网络,向上通过工业以太网与企业信息网相连,向下集成各个现场级设备控制系统.

底层采用基于现场总线技术的控制系统来完成对整个生产流水线中各设备的信息采集和集成.PROFIBUS使用DP电缆将一个主站与多个从站串行连接起来.一个PROFIBUS DP网络理论上最多携带126个设备<sup>[3]</sup>,包括主站在内,而实际工程中一般最多设计连接50—80个设备.然而稍具规模的纺织企业的机台数量以及相应的现场级设备控制系统的数量都会远远超过这个上限,所以需要组建多个PROFIBUS DP网络才能完成所有需要信息化设备的组网.多个DP网络的集成,通常采用S7—300 PLC作为主站,在每个主站上挂接以太网连接模块CP343—1,然后把所有的DP网络接入工业以太网中,支持一个完整的工业通信网络.

上层采用工业以太网技术实现对整个信息系统的信息传输,并使用优化的应用软件系统来完成终端数据的集成和处理,最终将生产运行信息汇入企业网.通常在使用电气工业网络的同时组建光纤网络,尤其是组建光纤冗余环网.光纤环网中具有冗余功能的工业交换机可以在环网的一个方向发生断路时,通过另一个方向的网路重组网络,网络重组时间 $<0.3\text{ s}$ <sup>[4]</sup>.

光纤环网由具有光纤接口的工业交换机及光纤组成.对拥有众多以太网接口设备的纺织工厂组网时,由于工业以太网的IP过多,还需要在光纤环网中配备具有路由管理功能的交换机.光纤可以分布在各个车间,这样既可保证网络数据的传输速率和正确率,又可以兼顾后续网络的扩容.光纤网络与电气网络的连接由既有电气插槽又有光纤插槽的工业交换机完成,也可以通过光电转换模块实现.电气工业以太网通过具有RJ45电气接口的工业交换机,由工业以太网电缆按照恰当的拓扑结构级联而成.总体架构如图1所示.

### 1.3 PROFIBUS组网关键点

1) PROFIBUS网络中继器的使用.如果PROFI-



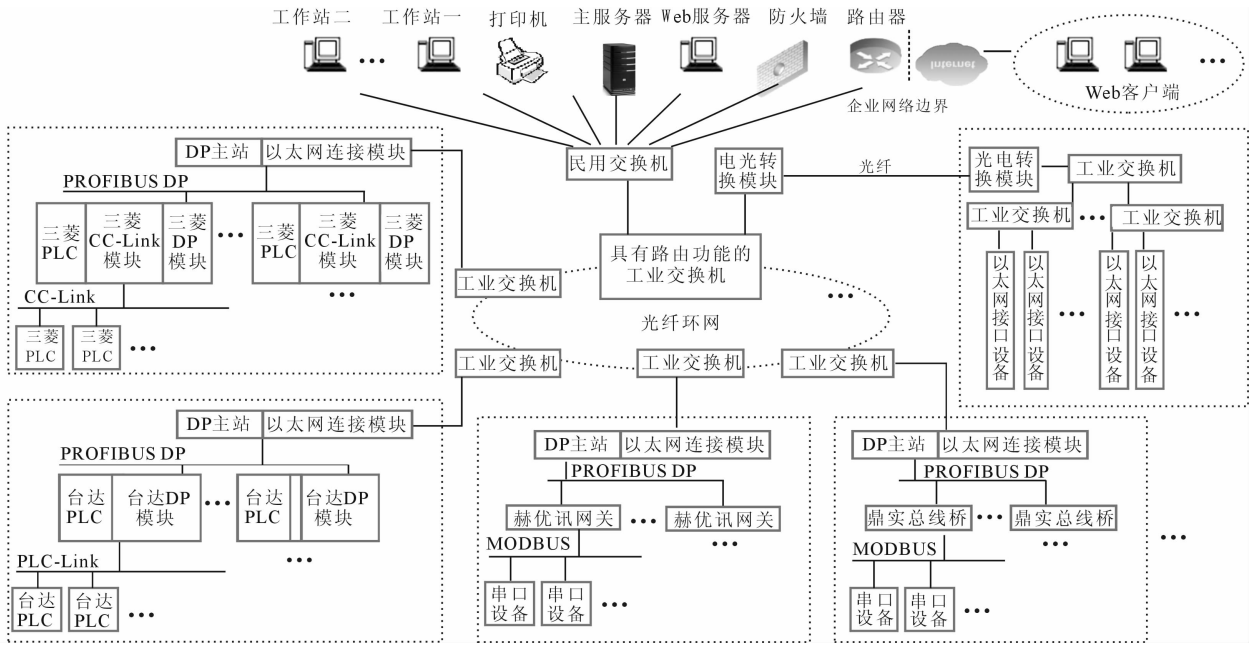


图1 纺织工业网络总体架构

BUS的网络过长,或者在一定范围内从站设备过多,就需要使用中继器将网络分成若干个网络段。在同一个网络段中,理论上从站设备数量上限是32个,实际工程中20多个从站就可以构成一个网络段。中继器的作用是增加网络的长度和改变网络拓扑结构,实现网络段之间的信号隔离和缓冲。

2) PROFIBUS网络终端电阻的使用。为了减少信号反射,需要在PROFIBUS网络的终端安装终端电阻网络。工程实际中,为了保证单台设备停机对整个网络不产生影响,DP网络中的终端电阻均采用活动终端电阻。

3) 中继器和活动终端的独立供电。为了在个别或部分机台断电时,不对网络中的中继器与终端电阻的供电造成影响,使之能够正常工作,网络中的中继器和终端电阻均需单独提供供电回路,采用开关电源单独供电。

## 2 多种通信协议的集成

现代化的纺织工业现场具有多道工序,每个工序包含来自国内外不同厂家的多套生产机台,除了个别仍在运行的传统继电器控制的机台外,多数机台配备了控制器,有些进口机组甚至具备专门的控制系统。稍具规模的纺织企业,其生产工艺复杂,工序繁多,各工序机台型号各异。相应地,这些机台的控制器支持的通信协议,或控制系统预留的

通信接口,也不尽相同。所以,实现多种通信协议的转换与通信接口的互联就成了工业网络构建过程中必须妥善解决的技术要点。

现行工业机台的控制方式与相应通信协议集成方式有以下几种:

1) 传统继电器控制方式。可以依据设备电气原理图与实际功能需求加装PLC,将其改造成方便联网的信息化设备,以便按照PLC组网的方式入网。

2) 机台自身具有PLC控制器。由于机台功能与制造厂家的差异,所配备的PLC品牌各异,常用的如西门子、欧姆龙、三菱、台达、施耐德等,这些品牌的PLC都支持现场总线,但是具体类型有差异,如DP,MODBUS,CC-Link,PLC Link等。一些PLC生产商同时提供具有某种协议接口的扩展模块,可以购置相应接口扩展模块实现网络互连<sup>[5]</sup>。除了将单台PLC直接通过协议转换模块接入PROFIBUS之外,还可以将同品牌具有相同接口的PLC按照共同支持的通信协议组成设备级控制系统,比如三菱支持CC-Link,台达支持PLC Link<sup>[6-7]</sup>,在该设备级控制系统的主站之后挂接相应的DP扩展模块再接入PROFIBUS,这样组网可以节省购置相应DP扩展模块的费用,同时还可以提高底层设备数据交换的质量和速率。对于没有相应DP扩展模块的PLC,可以依照下述串行接口设备的组网方式接入DP现场总线:

对于具有 RS232/RS485 通用串行接口的设备,可以使用网关、总线桥设备实现串口与 PROFIBUS 的通信<sup>[8-9]</sup>. 工程中使用过的网关有德国赫优讯(Hilscher)的 NT50, NT30 等,总线桥有北京鼎实的 PB—B—RS485, PB—B—RS232 等<sup>[10-11]</sup>.

对于具有 RJ45 以太网口的设备,可以直接通过工业交换机接入工业以太网<sup>[12]</sup>,或者通过相应的以太网模块和现场总线相连.

3)对于具有专门的独立控制系统的机台,因其具有工控机、触摸屏以及独立的控制系统软件,对于开放标准接口的系统,采用 OPC 技术即可实现系统集成<sup>[13]</sup>.

### 3 纺织生产集成系统组网实例

#### 3.1 国产纺织机台的组网集成实例

某原国有纺织厂细纱车间生产机台新旧混用,很多由继电器控制的机台几经修理与改造,配置了不同品牌、不同型号的 PLC,有些仍保持继电器控制方式. 对该车间进行信息化改造,自上而下主体网络架构为:工业以太网—PROFIBUS DP 现场总线—设备级数据采集系统.

各个数据采集系统的具体联网方法如下:

1)无控制器的 FA503 机型,3 台机器为 1 组,添加 1 个智能控制器 S7—200 PLC,每台控制器再配 1 个 PROFIBUS DP 通信模块 EM277<sup>[14]</sup>,构成一个数据采集系统,完成对这 3 台设备生产数据的采集与集成,如每台车的车速、产量、效率、停开机状态等信息.

2)FA506 机型配有 S7—200 PLC,每台控制器的通信口已用于连接触摸屏,因此为每台车配一个 EM277 DP 通信模块. 这样,每台车即为 1 个数据采集系统.

3)东台马佐里细纱机,35 台机车都配备国产合信 PLC,每 5 台或 6 台一组,每组另外配置 1 台 S7—200 PLC,构成数据采集系统,在 S7—200 PLC 后增加 EM277,与 PROFIBUS DP 网络相连. 每台机车的控制器和 S7—200 PLC 之间使用 MODBUS 通信协议实现数据交换.

本例中设备级数据采集系统的通信协议选用的是 MODBUS. 如果机台控制器以三菱品牌居多,则以 CC-Link 作为底层设备级数据采集系统的通信协议;类似的,台达控制器居多,就应该考虑采用 PLC

Link 方式组建底层网络. 这样可以使信息化组网的性价比大幅提升.

#### 3.2 具有通用串口的底层设备集成实例

某棉纺企业前纺生产流水线中,各工序机台的控制方式种类繁多,然而这些控制器或控制系统都具有通用串口. 采用 RS485/DP 的协议转换网关实现底层设备与 PROFIBUS DP 的连接.

实际工程中可选的协议转换模块有鼎实公司的 PB—B—RS485、赫优讯公司的 NT50 和 HMS 公司的 ANYBUS 等<sup>[15]</sup>. 协议转换网关最理想的情况是配置为“一拖一”方式,即对每个 RS485 接口都配备一个 485/DP 的网关,但为了节省成本,可采用“一拖六”的方式,即每 6 个 RS485 接口共用 1 个网关.

#### 3.3 进口纺织机台的联网集成实例

某大型纺织企业进行纺纱和织布 2 项生产,有清梳联、并粗、细纱、筒并捻、准备、织布、整理 7 个车间,生产规模为 20 万锭、800 台喷气织机. 生产机台 70% 是进口设备,都配置了先进的控制器或控制系统. 需要组网的底层设备大部分是具有以太网接口的进口设备,并且这些设备自成系统. 在硬件连接上,使用工业以太网电气双绞线电缆,通过工业交换机接入工业以太网. 网络拓扑结构可以采用星型、树型与串行相结合的方式,为了保证传输速率和正确率,设备级工业交换机的级联层数一般不要超过 4 级. 并且,采用光纤环网实现设备级工业以太网与集中控制室的互联. 在软件管理上,进口设备系统开放 OPC 接口,通过 OPC 技术实现工业集成系统与机台自带系统 OPC 服务器的数据交换. 整个生产过程集成系统的服务器作为 OPC 服务器的客户机,获取各个进口系统的相关数据. 各个工序进口机台的集成方案如图 2 所示.

由于进口机台数量众多,图 2 中仅画出了特吕茨勒梳棉机的集成方式,特吕茨勒梳棉机数据集成系统的名称是 T-Data. 实际上,其他工序的进口机台,如赐来福公司的络筒机,也以相同的方式接入光纤环网,其控制系统的名称是 POC,同样在监控中心配备了相应的 OPC 服务器接口.

该实例中数量最多的是喷气织机,其硬件组网具体方案如图 3 所示. 底层采用 2 层 SCALANCE X116 工业交换机,每部交换机具有 16 个电气口,按星型拓扑连接成工业以太网. 之后,利用光电转换模

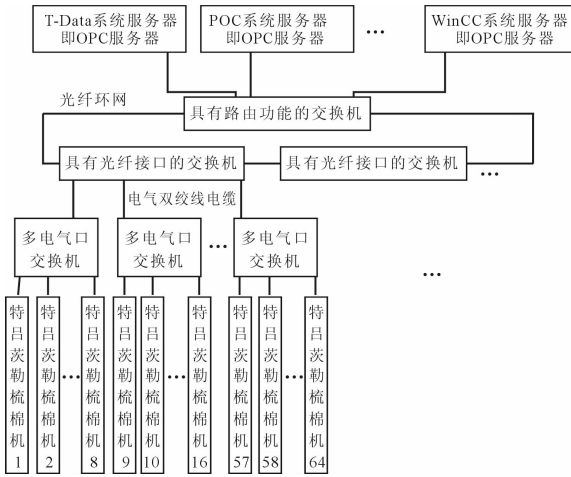


图2 进口系统 OPC 技术集成方案

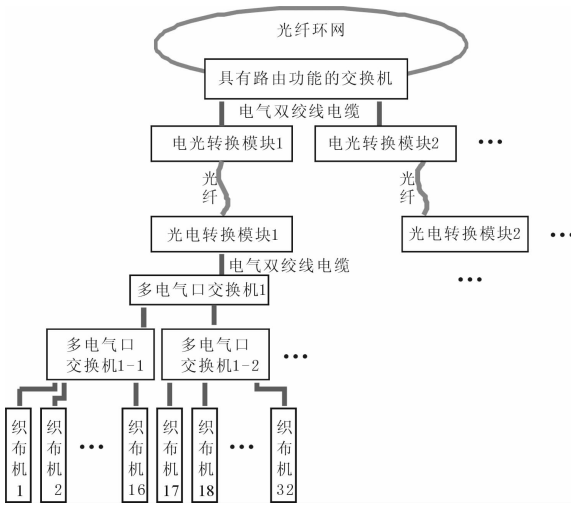


图3 进口织机网络连接架构

块将电信号转换成光信号,通过光纤连接至工业交换机 SCALANCE X414—3E. 该交换机具有路由分配功能,将网络分成多个网段;具有 2 + 12 个电气双绞线接口,支持扩展光纤接口模板. 由于织布车间跨度大,使用光纤可以保证信号的正确率和实时性,同时可以降低介质成本.

## 4 结语

基于 PROFIBUS 现场总线技术构架工业网络是纺织工业信息化集成的关键环节. 一个符合现场实

际需求的架构方案,最直接的效益是可以以最佳方案实现机台联网,为底层设备级控制系统和 DP 主站的硬件编程提供尽可能便利的支持,进而为上层软件系统的开发、人机界面的组态以及数据库数据处理与存储提供基础支持,最终提高纺织生产管理效率,降低用工成本,提高企业信息化水平.

## 参考文献:

- [1] 王永华, Verwer A [英]. 现场技术及应用教程 [M]. 2 版. 北京:机械工业出版社,2012:344 - 346.
- [2] 廖常初,祖正容. 西门子工业通信网络组态编程与故障诊断 [M]. 北京:机械工业出版社,2009:12 - 13.
- [3] 李方园. 西门子 S7 系列 PLC 电气控制精解 [M]. 北京:化学工业出版社,2010:8.
- [4] 赵欣. 西门子工业网络交换机应用指南 [M]. 北京:机械工业出版社,2008:73 - 76.
- [5] 王永华. 现代电气控制及 PLC 应用 [M]. 2 版. 北京:北京航空航天大学出版社,2008:287 - 288.
- [6] 陆贺卿. 台达 PLC 在环锭细纱机控制系统中的应用 [J]. 纺织机械,2010(2):70.
- [7] 周琴,王海群. 基于 CC-Link 网络的多电动机控制系统 [J]. 电机与控制应用,2010,37(7):24.
- [8] 王永华,曹雪华,徐群. 基于 PROFIBUS DP 的串口设备群的集成方案与实现 [J]. 制造业自动化,2008,30(7):44.
- [9] 欧阳丹娜,李颖宏. RS232 串口与 PROFIBUS DP 通信实现的研究 [J]. 仪器仪表学报,2005,26(Z2):82.
- [10] 何成,施亮. 现场总线技术在数据采集与监控系统中的应用 [J]. 科技创新导报,2008(32):32.
- [11] 王永华,邱世坚,江豪,等. 纺织设备能耗实时监测及处理系统的研制 [J]. 棉纺织技术,2012,40(10):9.
- [12] 王永华,何胜科,江豪,等. 纺织生产过程数据集成与处理系统的开发 [J]. 棉纺织技术,2010,38(11):22.
- [13] 丁磊,费敏锐,陈维刚. 现场总线协议转换机理及实现 [J]. 自动化仪表,2005,26(7):1.
- [14] 叶凌霄,麻红昭. WinCC 与 S7—200PLC 通信数据初始化的实现 [J]. 化工自动化及仪表,2007,34(5):45.
- [15] 潘可,余华武,陈磊. Anybus-Profibus 在 Linux 下的驱动设计 [J]. 电力自动化设备,2010,30(11):110.

# 基于关联维数的交流接触器故障噪声起因分析

黄莉, 杨建红, 黄宜坚

(华侨大学 机电及自动化学院, 福建 厦门 361021)

**摘要:**将关联维数法引入交流接触器的故障噪声分析,采用互信息法和Cao方法来确定相空间重构的2个重要参数——延迟时间和嵌入维数,利用G-P算法分别计算短路环断裂、磨损、异物入侵、复位弹簧过硬4种不同原因产生的交流接触器故障噪声的关联维数,并与交流接触器正常运行的关联维数进行比较,判断交流接触器故障噪声的起因.实验结果表明,不同故障造成的交流接触器噪声的关联维数是不同的,交流接触器故障噪声关联维数能作为运行噪声起因的一个判据.

**关键词:**关联维数;互信息法;Cao方法;交流接触器;故障噪声

**中图分类号:**TM572.2;TH165+.3 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.009

## Cause analysis of AC contactor fault noise based on correlation dimension

HUANG Li, YANG Jian-hong, HUANG Yi-jian

(College of Mechanical Engineering and Automation, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

**Abstract:** The correlation dimension method was introduced into the causes of the AC contactor fault noise analysis. The mutual information and Cao method decided two important parameters of the phase space reconstruction—delay time and embedded dimension. G-P algorithm separately calculated AC contactor correlation dimension with short circuit ring fracture, wear, foreign matter invasion, stronger reset spring and compared with under normal operation to judge the causes of different AC contactor fault noise. The experimental results showed that correlation dimensions are different in the different fault state. The correlation dimension of AC contactor fault noise can be used as criterion to analyses the causes of running noise.

**Key words:** correlation dimension; mutual information method; Cao method; AC contactor; fault noise

## 0 引言

作为一种电路的执行电器,交流接触器起着接通或断开电器的作用.交流接触器在工作异常时,往往会产生令人心烦的噪声.国家标准规定:接触器达到额定吸合电压的85%~110%时,在距离0.5 m处,测量其噪声应在40 dB(A)以下<sup>[1]</sup>,超过该噪声值即为异常故障噪声.吴晓梅等<sup>[2]</sup>开发了交

流接触器运行噪声在线测量系统,但是仍无法判断运行噪声异常的起因.

交流接触器的噪声主要来自以下几个方面<sup>[3]</sup>: 1)铁芯接触面上的短路环断裂或者掉下; 2)动、静铁芯极面磨损过度而导致不平整; 3)交流接触器吸合线圈的动、静铁芯极面有异物; 4)铁芯的复位弹簧过硬造成弹力过大.交流接触器故障噪声产生原因有多种,目前针对故障噪声起因判断还没有较好

收稿日期:2013-01-05

基金项目:福建省自然科学基金项目(010J01294);国家自然科学基金培育计划项目(JB-ZR1102)

作者简介:黄莉(1987—),女,福建省厦门市人,华侨大学硕士研究生,主要研究方向为测试计量技术与仪器、智能控制.

的方法,主要是根据熟练工人的经验进行故障诊断,在实际故障检测中必须通过逐一检测来进行排除,最后才能得出故障原因,耗费人力物力.混沌分析理论中分形维数是定量刻画混沌吸引子的一个重要参数,它被广泛应用于非线性系统行为的定量描述中.该方法不需要知道系统的具体数学模型,只需测得交流接触器运行状态下系统的振动信号,就可以判断出交流接触器是否出现了故障以及主要出现了哪种类型的故障.由于交流接触器出现故障时,其工作正常状态和异常状态振动信号以及不同起因造成的异常状态振动信号的分形维数有区别,因此,可以将分形理论引入交流接触器噪声起因的故障诊断.本文通过采集不同故障状态下的交流接触器振动信号,计算振动信号的关联维数,以关联维数为判据对噪声起因进行分析.

## 1 关联维数计算的基本原理

Grassberger-Procaccia<sup>[4]</sup>算法(简称G-P)是一种比较普遍的求取系统关联维数的方法,其中的关联维数指的是吸引子真正维数的估计值.相空间重构是关联维数分析方法的理论基础,其思想源于Takens的嵌入维理论,即系统中任意一个变量的演化都是由系统其他变量相互作用所决定的,任意一个变量的演化过程中都隐含着系统的演化信息.

设以采样间隔 $T_s$ 对连续信号 $v(t)$ 进行采样,获得时间序列 $\{v(k) | k=1,2,\dots,N\}$ , $v(k)$ 为 $v(kT_s)$ 的简写.相空间重构过程如下:

$$x(1)^T = \{v(1), v(1+\tau), \dots, v[1+(M-1)\tau]\}$$

$$x(2)^T = \{v(2), v(2+\tau), \dots, v[2+(M-1)\tau]\}$$

...

$$x(N_m)^T =$$

$$\{v(N_m), v(N_m+\tau), \dots, v[N_m+(M-1)\tau]\} \quad (1)$$

其中, $\tau$ 为时延参数; $M$ 为嵌入维数;坐标矢量个数 $N_m = N - (M-1)\tau$ .重构相空间过程相当于将时间序列 $\{v(k) | k=1,2,\dots,N\}$ 映射到 $M$ 维的欧氏空间 $R^M$ 中,并希望 $R^M$ 空间中的点能保持原有的未知吸引子的拓扑特性.时延参数 $\tau$ 和嵌入维数 $M$ 是利用延迟坐标重构相空间的2个重要参数.关联维数由下列关联函数导出:

$$C_d(r) = \frac{2}{N(N-1)} \sum_{i=1}^N \sum_{j=i+1}^N H(r - |X_i - X_j|) \quad (2)$$

$i, j = 1, 2, \dots, N$

其中, $H$ 为Heaviside单位函数,即当 $s > 1$ 时 $H(s) =$

$1, s < 0$ 时 $H(s) = 0$ ;  $r$ 为相空间超球半径; $C_d(r)$ 为时间序列的累积分布函数,表示相空间中吸引子上两点之间距离小于 $r$ 的概率.

关联积分 $C_d(r)$ 在 $r$ 足够小, $N$ 足够大时得到系统关联维数

$$D_m = \lim_{r \rightarrow 0} \frac{\ln C_d(r)}{\ln r} \quad (3)$$

实际计算时,通常让嵌入维 $d$ 不断增大,使得关联维 $D_m$ 不变,即双对数关系 $\ln C_d(r) : \ln r$ 曲线中线性部分的斜率接近于不变量.然后,通过最小二乘回归方法所求的曲线线性部分的斜率,即为系统关联维数 $D_m$ .

## 2 试验平台搭建

试验的硬件平台是由一台工控机、加速度传感器、减振台和测试台搭建起来的,其中交流接触器及其夹紧工装安放在减振台上,防止其他振动源对振动测试数据的影响.交流接触器试验样本选的是宏美电子有限公司生产的XMCO—321—EBBC型号的交流接触器.

试验的软件测试平台是基于LabView编写的测试程序,其中测试界面包括数据采集、数据保存、波形显示、噪声异常起因统计分析等.交流接触器噪声检测系统的硬件结构框图如图1所示.

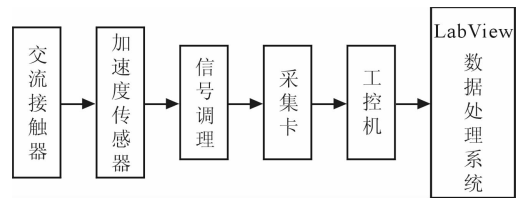


图1 试验系统测试硬件框图

## 3 交流接触器故障噪声关联维数计算

### 3.1 数据预处理

测试开始时,首先测试正常交流接触器的振动信号,然后分别测量交流接触器在4种故障下的振动信号,采样频率为50 kHz,采样时间为3 s.由于现场存在各种因素的干扰,因此在数据处理之前先要消除趋势项减少或消除采样数据的干扰.中数法是一个很好的滤波算法,通过三次均值的方法消除趋势项.由于篇幅有限,本文以上述第2种故障类型为例消除趋势项,数据处理结果如图2所示.

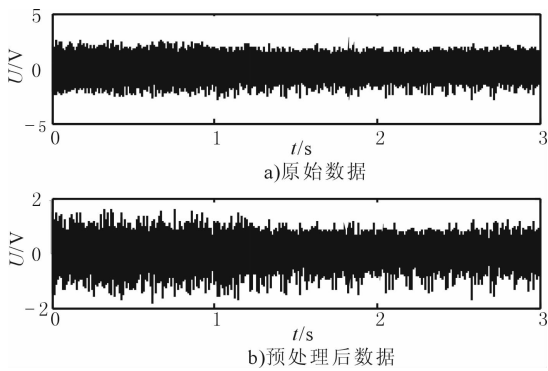


图 2 故障 2 的原始数据和预处理后数据

为了获取较为可靠的分维估计值,数据的长度必须大于某一最小值  $N_{\min}$ . 对数据长度的确定, H. Kantz 等<sup>[5]</sup> 给出了公式  $N_{\min} = 10^{(D_2+2)/2}$  来估计最小样本容量. 论文经过大量计算,该系统的关联维数为  $0.01 \leq D_2 \leq 5$ , 所以  $N \geq 10^{3.5} = 3\ 163$ , 因此本文数据长度选取  $N = 3\ 500$ .

### 3.2 互信息函数法确定时延参数

在相空间重构过程中,时延参数  $\tau$  的大小对计算关联维数影响较大,  $\tau$  过小将导致信息冗余,失去独立性;  $\tau$  太大将使延迟坐标之间毫不相关,不能反映真实的动力系统. 时延参数可根据自相关函数法、互信息和经验法则等<sup>[6]</sup> 确定. 自相关函数法只是描述变量间线性相关程度的一种方法,所以它并不合适于非线性动力系统. 而互信息法与自相关法相比虽然需要较大的计算量,但互信息法包含了时间序列的非线性特征,因此在非线性时间序列分析中计算结果明显优于自相关法. 根据互信息函数方法,把互信息第 1 次达到最小时滞时的值作为相空间重构的最佳时延参数.

这里以交流接触器正常工作状态为例,用互信息法求取  $\tau$ , 计算结果如图 3 所示. 从图 3 可以看出,当  $\tau = 5$  时,互信息第一次达到最小,因此最佳时延参数为  $\tau = 5$ .

### 3.3 Cao 方法确定最佳嵌入维数

一般情况下,嵌入维数可根据塔肯斯定理、Cao 方法确定. Cao 方法是判断伪邻近点 (FNN) 的改进方法<sup>[7]</sup>, 该方法计算时只需要时延参数  $\tau$ , 并且能够有效区分随机信号和确定性信号,使用较小的数据量就可以求得嵌入维数,即在  $d$  大于某一特定值时,两邻近点距离  $E_1$  不再变化,此时得到的嵌入维数  $M$  是最佳的. 本文以上述第 4 种故障类型为例计算嵌入维数,计算结果如图 4 所示. 从图 4 可以看出,当

$d = 9$  时,  $E_1$  已经基本收敛,当  $d > 9$  时,  $E_1$  不再变化,因此最佳嵌入维数  $M = 9$ .

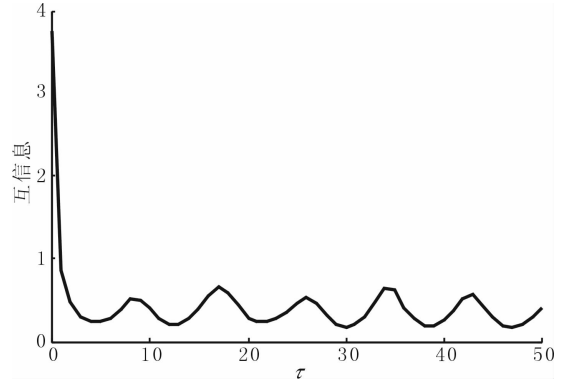


图 3 正常状态下互信息图

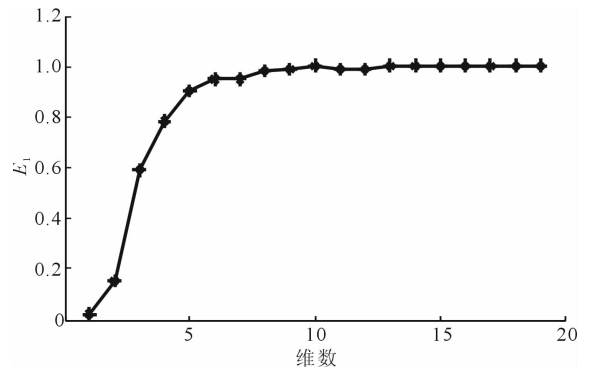


图 4 故障 4 状态下的最佳嵌入维数

### 3.4 关联维数计算

计算交流接触器振动信号关联维数的步骤如下: 1) 读取每组的振动信号数据; 2) 对交流接触器振动信号数据,按照式①进行相空间重构; 3) 根据不同的超球面半径  $r$ , 按式②计算对应的  $C(r)$ ; 4) 根据  $\ln C(r) : \ln r$ , 按式③计算  $D_m$ ; 5) 系统的关联维数为  $D_m$ .

分别对 5 组采样数据进行研究,采样数据分别为正常、短路环断裂 (故障 1)、磨损 (故障 2)、异物入侵 (故障 3)、复位弹簧过硬 (故障 4). 试验结果如图 5 所示.

用最小二乘法拟合曲线上收敛比较好的数据段,所求得的拟合直线的斜率即为关联维数. 计算结果如表 1 所示.

由图 5 和表 1 可知,根据互信息法和 Cao 法计算的时延参数和最佳嵌入维数重构相空间计算关联维数. 试验结果表明,不同起因的交流接触器振动噪声的关联维数是不相同的,4 种故障引起的交流接触器噪声的关联维数和正常的交流接触器振动

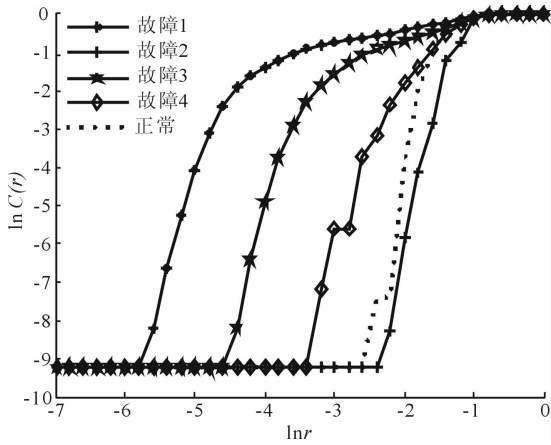


图5  $\ln C(r) : \ln r$  曲线图

表1 不同故障状态下的关联维数

工作状态	时延参数 $\tau$	最佳嵌入维数 $m$	关联维数
正常	5	17	0.371 1
故障1	5	10	1.270 8
故障2	12	18	0.097 8
故障3	4	14	3.489 4
故障4	21	9	2.277 1

信号的关联维数差别比较大,且不同故障引起的交流接触器噪声的关联维数也不相同,较易通过关联维数进行区别. 交流接触器正常工作时,其关联维数为  $0.35 \pm 0.05$ ; 当关联维数为  $1.25 \pm 0.05$  时,可能发生短路环断裂故障; 当关联维数为  $0.05 \pm 0.05$  时,可能发生磨损故障; 当关联维数为  $3.45 \pm 0.05$  时,可能发生异物入侵故障; 当关联维数为  $2.25 \pm 0.05$  时,可能发生复位弹簧过硬故障. 因此在实际交流接触器振动噪声故障起因分析中,根据关联维数来判定交流接触器故障噪声的起因,可以作为工业生产查找故障原因,改进技术工艺的一个依据,也为提高交流接触器故障噪声起因诊断的准确率提供一种有效的新方法.

## 4 结论

本文采用互信息法和 Cao 法来确定重构相空间

的2个重要参数,即时延参数  $\tau$  和嵌入维数  $M$ , 通过计算不同起因的交流接触器故障噪声的关联维数,对实际工作中交流接触器的噪声起因进行识别,及时查找造成运行噪声异常的原因,提高产品的合格率. 实验证明,不同故障状态下噪声信号的关联维数明显不同,可以将其作为判断交流接触器噪声故障起因的一个特征量,从而为交流接触器异常噪声的检测、诊断和分类提供一种新的准确可靠的定量方法.

采用关联维数作为故障信号的特征参数,来对故障噪声的起因做初步判断,克服了传统方法在故障起因判断上的困难. 然而,该方法只能大致确定交流接触器出现故障的主要原因,对于几类故障同时出现,如何利用混沌分形理论提取系统运行故障特征参数进行故障诊断,将是今后研究的主要方向.

## 参考文献:

- [1] JBT 7435—2006, CJX 系列交流接触器[S].
- [2] 吴晓梅,张认成,杨建红. 交流接触器振动噪声性能的在线检测[J]. 低压电器,2011(18):21.
- [3] 薛福连. 交流接触器运行噪声的消除方法[J]. 大众用电,2005(8):34.
- [4] Peter Grassberger, Itamar Procaccia. Characterization of strange attractors[J]. Phys Rev Lett,1983,50:346.
- [5] Kantz H, Schreiber T. Nonlinear Time Series Analysis[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1999.
- [6] 党建武,黄建国. 基于 G.P 算法的关联维计算中参数取值的研究[J]. 计算机应用研究,2004(1):48.
- [7] 张淑清,贾健,高敏,等. 混沌时间序列重构相空间参数选取研究[J]. 物理学报,2010,59(3):1576.
- [8] 高宇,黄宜坚. 采用关联维的溢流阀故障诊断[J]. 华侨大学学报:自然科学版,2012,33(3):241.
- [9] 王旭平,王汉功,陈小虎. 关联维数在齿轮泵故障诊断中的应用[J]. 机床与液压,2009,37(7):252.
- [10] 孟祥海,王金全,刘渊,等. 基于关联维数的柴油机声音信号特征分析[J]. 内燃机,2011(1):56.

# 硫醇链长对 Au 纳米粒子稳定性的影响

陈志军, 王雪兆, 尹甲兴, 祁连怀, 郝营, 汤凯, 汪华月

(郑州轻工业学院 材料与化学工程学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**使用氢醌还原氯金酸制得 Au 纳米粒子(粒径约 20 nm),并在 Au 表面修饰不同链长的烷基硫醇(乙硫醇、正丁硫醇、1-己硫醇、辛硫醇、十二烷基硫醇和正十八烷基硫醇),探讨不同链长的硫醇对 Au 纳米粒子稳定性的影响.通过透射电子显微镜、紫外-可见分光光度计、Zeta 电位仪对 Au 纳米粒子的结构与形貌及硫醇修饰的 Au 纳米粒子的稳定性进行表征,结果表明:硫醇加入量一定的情况下,硫醇链长越长 Au 纳米粒子的稳定性越好.

**关键词:**Au 纳米粒子;硫醇;稳定性

**中图分类号:**O622 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.010

## Influence of mercaptan chain length on the stability of gold nanoparticles

CHEN Zhi-jun, WANG Xue-zhao, YIN Jia-xing, QI Lian-huai,  
HAO Ying, TANG Kai, WANG Hua-yue

(College of Material and Chemical Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China)

**Abstract:** Spherical gold nanoparticles (GNPs) of approximately 20 nm were synthesized using the hydroquinone reduction  $\text{HAuCl}_4$  method and modified GNPs using the alkyl mercaptan with different chains (ethyl mercaptan, butyl mercaptan, 1-hexyl mercaptan, n-octyl mercaptan, dodecyl mercaptan and octadecyl mercaptan). The particles have been characterised by UV-vis spectrophotometer, high resolution transmission electron microscopy (TEM) and Zeta potential analyzer. The results showed that with the increase of alkyl length, the GNPs become stability under the same concentration conditions.

**Key words:** gold nanoparticles; mercaptan; stability

## 0 引言

Au 纳米粒子独特的光学性质、良好的化学稳定性和生物相容性,开辟了纳米电子学、纳米光子学、催化、生物标记等研究的新领域<sup>[1-5]</sup>,并已成为当前最具应用前景的纳米材料之一.制备形貌可控、粒径均一、稳定性优良的 Au 纳米粒子是该研究领域的主要内容<sup>[6-8]</sup>.Au 纳米粒子的稳定性易受环境温度、振动、光照、磁场和气氛等影响,环境变化易使

其发生团聚甚至聚沉,影响 Au 纳米粒子固有性能的充分发挥.因而,对纳米粒子进行表面修饰处理,提高稳定性,并赋予其新的功能成为 Au 纳米粒子研究领域的关键所在.

表面修饰是通过共价键、物理吸附等手段,将其他物质引入颗粒表面,改变原表面固有特性,消除粒子表面的带电效应,从而防止团聚,提高颗粒稳定性<sup>[9]</sup>.因巯基化合物所含的  $-\text{SH}$  与 Au 反应生成稳定的化学键<sup>[10]</sup>,使其有效地结合在 Au 纳米

收稿日期:2013-01-22

基金项目:河南省高校科技创新人才支持计划项目(2008HASTIT019);国家自然科学基金项目(20976168)

作者简介:陈志军(1963—),男,河南省信阳市人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为高分子及复合材料.



粒子表面,能够获得稳定性高、单分子层紧密包裹的有序体系,并实现不同分子的混合修饰和允许多功能团的存在,对于 Au 纳米粒子的研究既有理论价值又有应用价值,成为其最重要的修饰物质<sup>[11]</sup>. 自 1993 年 M. Giersig 等<sup>[12]</sup>最早报道采用烷基硫醇在 Au 纳米粒子表面成功实现自组装以来,该方向已成为 Au 纳米粒子研究最为活跃的领域之一.

本文拟通过氢醌还原氯金酸制得 Au 纳米粒子,并将不同链长的烷基硫醇接在 Au 纳米粒子表面,探讨硫醇加入量、硫醇链长对 Au 纳米粒子稳定性的影响.

## 1 实验

### 1.1 材料

氯金酸( $\text{HAuCl}_4$ )、氢醌、氢氧化钠、无水乙醇、乙硫醇、正丁硫醇、1-己硫醇、辛硫醇、十二烷基硫醇、正十八烷基硫醇,药品均为分析纯(AR),购自国药集团化学试剂有限公司. 实验中所需的玻璃器皿均通过王水( $\text{HCl}:\text{HNO}_3 = 3:1$ )浸泡清洗,水均为去离子水.

### 1.2 仪器与表征

使用透射电子显微镜 TEM(JEM-2100(UHR))型,日本 JEOL 公司产)观察纳米粒子的微观形貌与结构,加速电压 200 kV;使用紫外-可见分光光度计 UV-vis(T6 型,北京谱系通用仪器公司产)对 Au 纳米粒子的表面等离子特征吸收 SPR 进行测试,测试波长范围 200 ~ 800 nm,间隔 1 nm;Zeta 电位仪(ZetaPlus,美国布鲁克海文仪器公司产)用于硫醇修饰的 Au 纳米粒子稳定性测试.

### 1.3 Au 纳米粒子的制备

取 5.8 mL 0.345 5 mmol/L  $\text{HAuCl}_4$  水溶液于 25 mL 三颈瓶中,开启磁搅拌器至转子稳定搅拌,同时取 50  $\mu\text{L}$  5 g/L 对苯二酚溶液、50  $\mu\text{L}$  0.1 mol/L

$\text{NaOH}$  溶液,迅速加入  $\text{HAuCl}_4$  溶液中,溶液由浅黄色变为紫黑色后迅速转为酒红色,继续搅拌 30 min 后停止反应,得到酒红色 Au 纳米溶胶.

### 1.4 硫醇修饰 Au 纳米粒子

将乙硫醇、正丁硫醇、1-己硫醇、辛硫醇、十二烷基硫醇、正十八烷基硫醇分别溶于无水乙醇,制得 0.012 5 mol/L 的硫醇溶液. 硫醇修饰 Au 纳米粒子实验分 2 部分: 1) 硫醇加入量对 Au 纳米粒子稳定性的影响,装有 6 mL 新制的 Au 纳米溶胶、2 mL 无水乙醇的若干 50 mL 三颈瓶中分别加入  $X \mu\text{L}$  0.0125 mol/L ( $X = 10, 30, 50, 100, 150$ ) 辛硫醇; 2) 不同硫醇对 Au 纳米稳定性的影响,50 mL 三颈瓶若干,分别加入 6 mL 新制的 Au 纳米溶胶、2 mL 无水乙醇,开启磁力搅拌待转子稳定后分别加入 50  $\mu\text{L}$  0.012 5 mol/L 的  $X$  溶液 ( $X =$  乙硫醇、正丁硫醇、1-己硫醇、辛硫醇、十二烷基硫醇、正十八烷基硫醇),继续搅拌约 30 min 停止实验.

## 2 结果与讨论

### 2.1 Au 纳米粒子的 TEM 表征

氢醌还原  $\text{HAuCl}_4$  制备 Au 纳米粒子<sup>[13]</sup>,其基本原理为:碱性条件下氢醌被氧化成苯醌,且与苯醌组成一个可逆的 electrochemical oxidation-reduction system,体系中有  $\text{H}^+$  参与,导致 pH 成为整个反应的关键影响因素. 氢醌的标准电势是 -0.69 V,每单位 pH 对应的电势变化是 57 mV, A. Mechler 等<sup>[13]</sup>发现在  $\text{pH} > 7$  时,氢醌能还原  $\text{HAuCl}_4$ ,在溶液中形成 Au 的前驱体.

图 1 为氢醌还原法制得的 Au 纳米粒子的 TEM 照片. 其中, a), b) 是低分辨照片,从图中可以清楚地看到, Au 纳米粒子接近球形,粒径在 20 nm 左右并伴有明显的团聚现象; c) 是 Au 纳米粒子的高分辨照片,晶格间距为 0.23 nm,对应 Au 的(111)晶面.

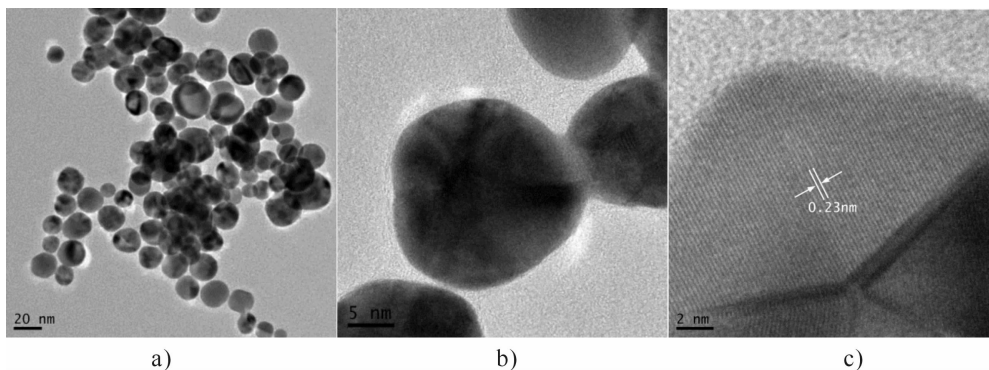


图 1 Au 纳米粒子的 TEM 照片

## 2.2 UV-vis 表征

Au 纳米粒子表面等离子体共振吸收谱峰的位置和峰强度与粒子的浓度、粒径大小和粒径分布有关。通常,半峰宽度较窄意味着粒子的粒径分布也相对较窄;最大吸收峰位置可粗略地表征粒子的粒径,波长越大,相应地粒径就越大;峰强度则与纳米粒子的浓度有关<sup>[14-15]</sup>。

图2是Au纳米粒子的紫外吸收曲线,a)为氢醌还原  $\text{HAuCl}_4$  制得的 Au 纳米 UV-vis 图,从中可以看出 Au 纳米的最大吸收波长在 524 nm。峰形对称半峰宽较窄且只有一个峰,说明 Au 纳米粒子是球形且粒径分布比较均匀。b)为加入 2 mL 无水乙醇后 Au 的紫外光谱图,吸收峰峰形没有明显变化,峰位置由 524 nm 红移到 527 nm,这可能是由于溶剂化效应引起的。

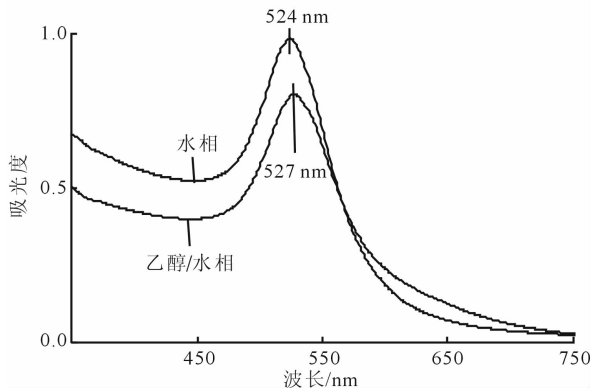


图2 Au 纳米粒子的 UV-vis 谱图

图3为不同链长烷基硫醇修饰的 Au 纳米粒子的 UV-vis 光谱图。由图观察得,Au 纳米粒子表面修饰的硫醇链长较短(乙硫醇、丁硫醇)时,Au 表面等离子共振特征峰发生红移,峰形宽而低,这可能是表面修饰短链硫醇后,破坏了 Au 纳米粒子原有的稳定结构,使其处于亚稳定状态而发生组装所导致;Au 纳米粒子表面修饰中等长度硫醇时,Au 表面等离子共振吸收峰位置发生明显红移,其峰形略微变宽;在 Au 纳米粒子表面修饰长链硫醇时,Au 表面等离子共振吸收峰位置发生细微红移,其峰形略微变宽,这可能是由于烷基链具有疏水作用,随着链长的增加,其疏水作用明显增加,接于 Au 纳米粒子表面,尽管打破了纳米粒子原有的稳定状态,但硫醇在其表面形成疏水层,使粒子逐渐稳定。

实验过程中发现,硫醇的加入量对 Au 纳米粒子稳定性的影响具有一定的规律性。以辛硫醇为例,改变硫醇加入量,测得一系列 UV-vis 谱图如图

4 所示。随着硫醇量的增加 ( $a = 10 \mu\text{L}$ ,  $b = 30 \mu\text{L}$ ,  $c = 50 \mu\text{L}$ ), Au 表面等离子共振吸收峰逐渐发生红移,同时峰形逐渐变宽;继续增加硫醇的量 ( $d = 100 \mu\text{L}$ ,  $e = 150 \mu\text{L}$ ), Au 表面等离子共振吸收峰反而发生蓝移现象,峰形逐渐变窄。这可能是由于,起初 Au 纳米粒子处于稳定状态,当加入硫醇后原有状态被破坏,随着硫醇的增加粒子处于亚稳定状态,吸收峰出现红移、峰形变宽;继续增加硫醇的量,粒子由亚稳态达到一个新的平衡态,伴随有特征峰蓝移、峰形变窄等现象出现。

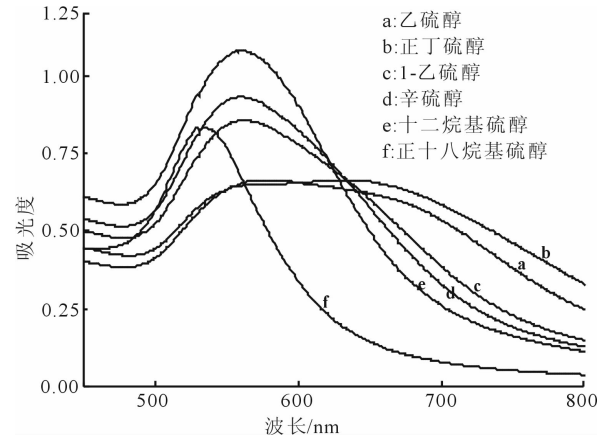


图3 不同链长的烷基硫醇 (100  $\mu\text{L}$ ) 修饰的 Au 纳米粒子的紫外吸收曲线

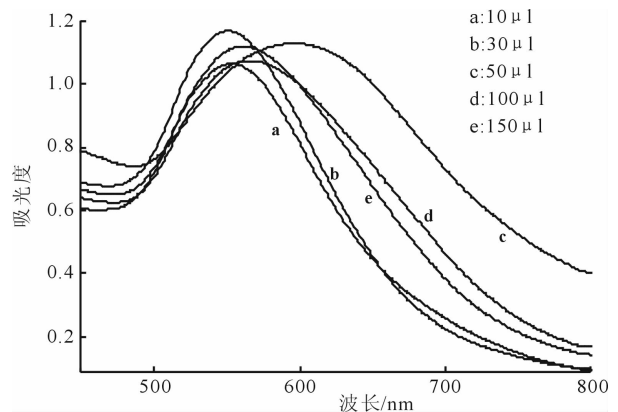


图4 不同体积加入量的辛硫醇修饰 Au 纳米的紫外吸收曲线

## 2.3 Zeta 电位

图5是100  $\mu\text{L}$  条件下不同烷基硫醇修饰 Au 纳米粒子的 Zeta 电位图。从图中观察发现,当硫醇链较短(乙硫醇、正丁硫醇)时 Zeta 电位绝对值较小,说明此时 Au 纳米粒子稳定性较差,随着硫醇碳链长度的增加(1-己硫醇、辛硫醇、十二烷基硫醇、正十八烷基硫醇),Zeta 电位绝对值逐渐增大,十八烷

基硫醇 Zeta 电位绝对值最大,说明随着碳链增长 Au 纳米粒子稳定性逐渐增大. 根据 DLVO 理论, Au 纳米粒子的稳定性取决于粒子之间的范德华引力和双电层的斥力<sup>[12]</sup>. 范德华引力驱使胶粒团聚, 双电层斥力使纳米粒子稳定存在.

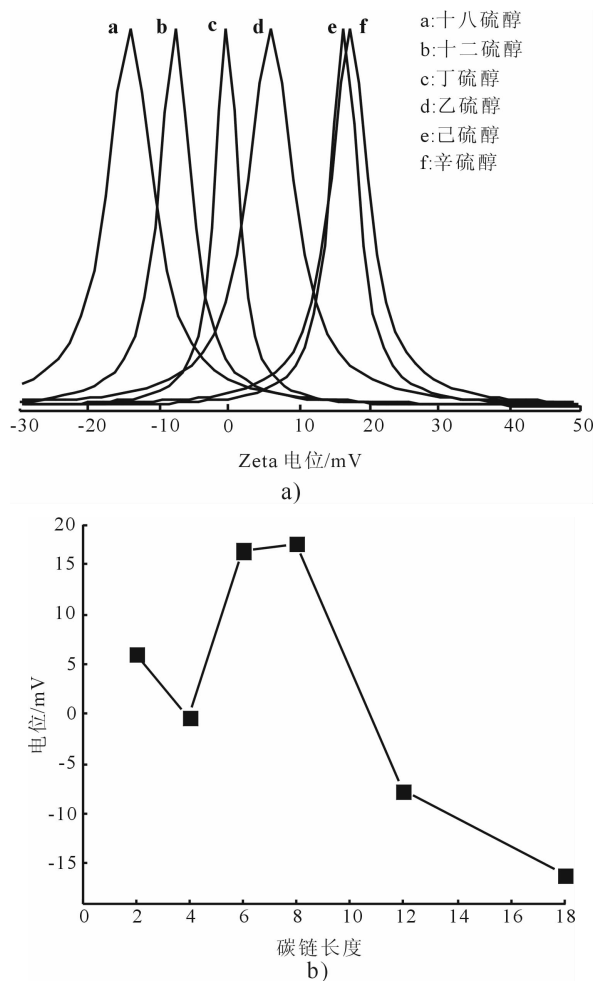


图5 100  $\mu$ L 不同烷基硫醇修饰 Au 纳米粒子的 Zeta 电位图

### 3 结论

本文以氢醌为还原剂, 还原  $\text{HAuCl}_4$  制备得到粒径在 20 nm 左右, 形貌近似球形的 Au 纳米粒子. 以硫醇为修饰剂, 探讨了硫醇链长对 Au 纳米粒子稳定性的影响, 通过透射电子显微镜 (TEM)、紫外-可见分光光度计 (UV-vis)、Zeta 电位仪对 Au 纳米粒子的结构与形貌及硫醇修饰的 Au 纳米粒子的稳定性进行表征, 结果表明硫醇链长越长, Au 纳米粒子的稳定越好.

#### 参考文献:

[1] 王海洋, 姚涛, 柳守杰. Ag (核)@ Au (壳) 纳米颗粒的

制备及高温原位 XAFS 研究 [J]. 核技术, 2012(5):3.

- [2] Schumacher T, Kratzer K, Molnar D, et al. Nanoantenna-enhanced ultrafast nonlinear spectroscopy of a single gold nanoparticle [J]. Nat Commun, 2011(2):333.
- [3] Chen X, Zhao D, An Y, et al. Catalytic properties of gold nanoparticles immobilized on the surfaces of nanocarriers [J]. J Nanopart Res, 2010, 12(5):1877.
- [4] Chirea M, Freitas A, Vasile B S, et al. Gold nanowire networks: synthesis, characterization, and catalytic activity [J]. Langmuir, 2011, 27(7):3906.
- [5] Peng G, Tisch U, Adams O, et al. Diagnosing lung cancer in exhaled breath using gold nanoparticles [J]. Nat Nanotechnol, 2009(10):669.
- [6] Lv Y, Alejandro F M, Fréchet J M, et al. Preparation of porous polymer monoliths featuring enhanced surface coverage with gold nanoparticles [J]. J Chromatogr A, 2012, 1261:121.
- [7] Xia F, Zuo X, Yang R, et al. Colorimetric detection of DNA, small molecules, proteins, and ions using unmodified gold nanoparticles and conjugated polyelectrolytes [J]. Proc Natl Acad Sci USA, 2010, 107(24):10837.
- [8] Huang X, Jain P K, El-Sayed I H, et al. Plasmonic photothermal therapy (PPTT) using gold nanoparticles [J]. Lasers Med Sci, 2008, 23(3):217.
- [9] Huang X, Huang H, Wu N, et al. Investigation of structure and chemical states of self-assembled Au nanoscale particles by angle-resolved X-ray photoelectron spectroscopy [J]. Surf Sci, 2000, 459(1):183.
- [10] Gao J, Huang X, Liu H, et al. Colloidal stability of gold nanoparticles modified with thiol compounds: bioconjugation and application in cancer cell imaging [J]. Langmuir, 2012, 28(9):4464.
- [11] 尹洪宗, 刘辉, 李园园, 等. Au 纳米粒子表面自组装烷基十一烷醇单分子层体系的制备及其光散射特性研究 [J]. 化学学报, 2005, 63(8):734.
- [12] Giersig M, Mulvaney P. Preparation of ordered colloid monolayers by electrophoretic deposition [J]. Langmuir, 1993, 9(12):3408.
- [13] Mechler A, Torriero A A, Nafady A, et al. The formation of gold nanoparticles using hydroquinone as a reducing agent through a localized pH change upon addition of NaOH to a solution of  $\text{HAuCl}_4$  [J]. Colloids Surf A Physicochem Eng Asp, 2010, 370(1):35.
- [14] Puech K, Blau W. Ultrafast relaxation dynamics of the optical nonlinearity in nanometric gold particles [J]. J Nanopart Res, 2001, 3(1):13.
- [15] 曹艳蕊. 贵金属纳米颗粒的制备及其自组装的研究 [D]. 天津: 天津大学, 2006.

# 氧化亚铜/石墨烯纳米复合材料的 制备及性能研究

张治红<sup>1</sup>, 时宇<sup>1</sup>, 刘顺利<sup>1</sup>, 闫福丰<sup>2</sup>, 冯孝中<sup>2</sup>

(1. 河南省表面重点实验室, 河南 郑州 450001;

2. 郑州轻工业学院 材料与化工学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**采用水热法制备氧化亚铜/石墨烯( $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$ )复合材料,以其作为电极片负极组装模拟电池,采用X-射线衍射仪(XRD)及电子扫描电子显微镜(SEM)和透射电子显微镜(TEM)对 $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$ 复合材料进行了结构和形貌表征.结果表明:制备的 $\text{Cu}_2\text{O}$ 为立方晶型,而 $\text{Cu}_2\text{O}$ 与石墨烯复合后仍然保持了原来的晶体结构. $\text{Cu}_2\text{O}$ 晶体随着制备条件的变化,晶体形貌发生变化,从球状逐渐变化为立方体状,尺寸逐渐变大; $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$ 复合材料中 $\text{Cu}_2\text{O}$ 呈球状生长在石墨烯表面,分布比较均匀.充放电性能测试表明 $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$ 复合材料的充放电性能优于 $\text{Cu}_2\text{O}$ .

**关键词:**石墨烯;氧化亚铜;纳米复合材料;充放电性能

**中图分类号:**TM912 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.011

## Study on the synthesis and properties of cuprous oxide/graphene nanocomposite material

ZHANG Zhi-hong<sup>1</sup>, SHI Yu<sup>1</sup>, LIU Shun-li<sup>1</sup>, YAN Fu-feng<sup>2</sup>, FENG Xiao-zhong<sup>2</sup>

(1. He'nan Provincial Key Lab. of Surface & Interface, Zhengzhou 450001, China;

2. College of Material and Chemical Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China)

**Abstract:** Cuprous oxide/Graphene ( $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$ ) nano composites was prepared by the hydrothermal method and assembled simulation cell with the  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$  Nanocomposite material as negative electrode. The structure and morphology of  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$  were tested by the X-ray diffraction and scanning electronic microscope, respectively. Moreover, the charge and discharge performance were studied by the charge and discharge tester. After  $\text{Cu}_2\text{O}$  was composite with graphene, it original cubic structure was kept. The morphology of the  $\text{Cu}_2\text{O}$ , however, was changed from globosity to cubcity with the variation of preparation conditions. The globular  $\text{Cu}_2\text{O}$  grows well-proportioned on the surface of graphene in the composites of  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$ . The results demonstrated that the graphene could enhance the charge and discharge performance of  $\text{Cu}_2\text{O}$  nanomaterial.

**Key words:** graphene;  $\text{Cu}_2\text{O}$ ; nano composites material; charge and discharge performance

## 0 引言

2004年, K. S. Novoselov等<sup>[1]</sup>以石墨为原料,通过微机械力剥离法得到一系列叫作二维原子石墨烯的制备与性质晶体的新材料——石墨烯. 石墨烯是由碳原子按正六边形紧密排列成蜂窝状晶格的单层二维平面结构,在石墨烯平面内,每个碳原子以 $sp^2$ 杂化,在强 $\sigma$ 键及 $\pi$ 键作用下与邻近的碳原子相连,这种强C—C相互作用使得石墨烯具有优异的力学性能<sup>[2]</sup>,实验证明,石墨烯的强度是钢铁的100倍以上<sup>[3]</sup>,硬度超过了天然钻石. 由于平面内存在着 $\pi$ 轨道,电子在晶体中可以自由移动,使其具有十分优异的电子传输性能. 石墨烯的电子运动速度可达 $15\,000\text{ cm}/(\text{V}\cdot\text{s})$ <sup>[4]</sup>,相当于光速的 $1/300$ ,大大超过了在一般导体中的运动速度. 除此,石墨烯以其独特的结构,使其还具有特殊的光学性质、高理论比表面积( $2\,600\text{ m}^2/\text{g}$ )<sup>[5]</sup>及突出的导热性能( $3\,000\text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ )等一系列的优异性能. 与碳纳米管相比,石墨烯的主要性能指标均与之相当甚至更好,并且石墨烯制备成本较低、来源丰富,易于大量生产<sup>[6-8]</sup>. 石墨烯的出现无疑为纳米复合材料技术带来了新的变革.

纳米 $\text{Cu}_2\text{O}$ 是一种铜缺位p型半导体,直接禁带为 $1.8\sim 2.2\text{ eV}$ 的半导体材料,具有独特的光学和磁学性质<sup>[9-11]</sup>.  $\text{Cu}_2\text{O}$ 在光能转化、催化、探测器等方面得到广泛应用. 纳米复合材料不仅具有普通复合材料的基本性能,而且还具备纳米材料的表面效应、量子尺寸效应,从而产生许多其他特异性能. 本文拟采用水热法制备石墨烯与 $\text{Cu}_2\text{O}$ 纳米粒子的复合,以改善其电化学性能.

## 1 实验

### 1.1 原料

$\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ( $\geq 99\%$ ),天津市科密欧化学试剂有限公司产;  $\text{NaOH}$  ( $\geq 96\%$ ),无水葡萄糖(分析纯),硝酸钠( $\geq 99.0\%$ ),十二烷基硫酸钠(分析纯),无水乙醇( $99.7\%$ ),天津市风船化学试剂有限公司产;盐酸( $36\%\sim 38\%$ ),洛阳市化学试剂厂产;硫酸( $95\%\sim 98\%$ ),开封市芳晶化学试剂有限公司产;抗坏血酸钠(分析纯),石墨粉( $\geq 99.8\%$ ,阿拉丁试剂),高锰酸钾( $\geq 99.5\%$ ),天津兴华化工一厂产.

### 1.2 纳米 $\text{Cu}_2\text{O}$ 的制备

纳米 $\text{Cu}_2\text{O}$ 的制备如图1所示. 分别称取 $0.002\,5\text{ g CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和 $0.095\,2\text{ g}$ 十二烷基硫酸钠(SDS)加入到 $50\text{ mL}$ 的小烧杯中,加 $10\text{ mL}$ 去离子水混合,向混合液中加入 $0.009\,9\text{ g}$ 抗坏血酸钠(SA),磁力搅拌 $30\text{ s}$ ,之后再向其中加入 $0.02\text{ g NaOH}$ ,搅拌 $30\text{ s}$ ,室温下静置 $2\text{ h}$ ,标记为溶液A;用 $9\text{ mL}$ 去离子水配制相同浓度的 $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和SDS的混合溶液,用移液管从溶液A中移取 $1\text{ mL}$ 到混合溶液中,加入 $0.009\,9\text{ g SA}$ 和 $0.02\text{ g NaOH}$ ,磁力搅拌,室温静置 $2\text{ h}$ ,标记为溶液B;以此类推,得到溶液C、D、E和F.

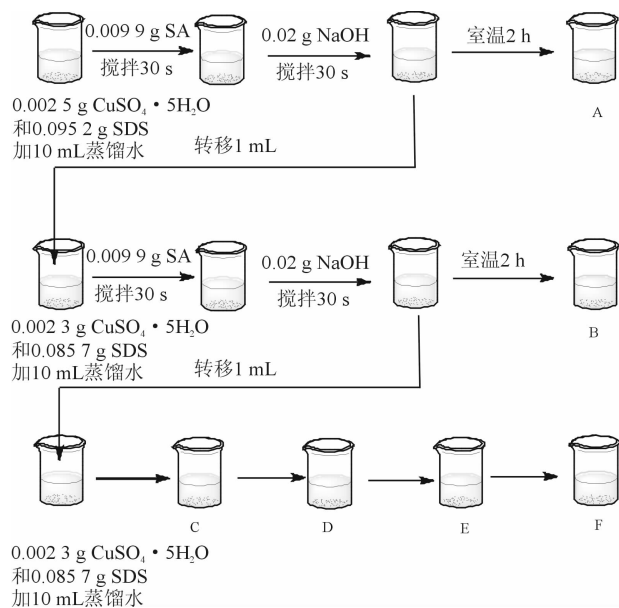


图1 纳米 $\text{Cu}_2\text{O}$ 的制备

### 1.3 氧化石墨烯和石墨烯的制备

本实验主要采用氧化还原的方法制备石墨烯. 首先,称取石墨 $2\text{ g}$ ,硝酸钠 $1.6\text{ g}$ ,量取 $100\text{ mL}$ 浓硫酸加入 $250\text{ mL}$ 三颈瓶中,冰浴搅拌,称取 $9\text{ g}$ 高锰酸钾,缓慢加入上述混合液中,反应 $120\text{ h}$ ;然后,将反应产物转移到 $1\,000\text{ mL}$ 烧杯中,用 $5\%$ 的盐酸( $\text{HCl}$ )洗涤,静止分层,洗 $3\sim 5$ 次;最后,离心,水洗,直到没有硫酸根离子( $\text{SO}_4^{2-}$ ),用氨水调节 $\text{pH}$ 到中性或偏碱性,将产物分成 $2$ 份,分别放在 $1\,000\text{ mL}$ 的烧杯中,加水至 $900\text{ mL}$ ,超声 $5\text{ h}$ ,得氧化石墨烯. 还原氧化石墨烯,加入 $15\text{ mL}$ 水合肼,常温下还原,抽滤,干燥,制备出石墨烯.

### 1.4 $\text{Cu}_2\text{O}$ 与石墨烯复合物的制备

首先,称取 $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$   $0.075\text{ g}$ , SDS  $3.85\text{ g}$ ,氧化石墨烯 $0.03\text{ g}$ ,倒入烧杯中,加超纯水 $300\text{ mL}$ ,

超声 1 h;然后,放在磁力搅拌器上,选大号转子,剧烈磁搅.量取抗坏血酸钠(0.2 mol/L) 10 mL,加入烧杯中;最后,量取 NaOH(1 mol/L) 15 mL,加入烧杯中,继续搅拌 2 h,发现烧杯内呈现橙黄色液体,停止搅拌,取出转子,静置分层.用超纯水洗 3—5 次,60 °C 真空干燥得  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$  复合材料.

### 1.5 模拟电池组装和性能测试

本实验将  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$  复合材料所制的电极片做负极,用金属锂片做对电极及参比电极,美国产聚丙烯微孔膜(Cellgard2400)为隔膜,1 mol/L  $\text{LiPF}_6/\text{碳酸乙烯酯}(\text{EC}) + \text{二甲基碳酸酯}(\text{DMC})$ (EC 与 DMC 的体积比为 1:1) 的溶液为电解液,在充满氩气的手套箱里组装成 CR2016 型密封扣式电池.电池的充放电循环测试是在 CT2001A 型 LAND 电池测试系统上进行,电池的充电方式采用恒流充电、放电方式采用恒流放电.

### 1.6 材料的结构和形貌表征

采用 D8 Advance 型 X 射线衍射仪(XRD,德国 Bruker 产)对纳米  $\text{Cu}_2\text{O}$  及  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$  进行结构测试,采用 JSM6490 扫描电子显微镜(SEM,日本 JEOL 产)和透射电子显微镜(TEM,日本 JEOL 产)对纳米  $\text{Cu}_2\text{O}$  及  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{G}$  进行形貌表征.

## 2 结果与讨论

### 2.1 $\text{Cu}_2\text{O}$ 结构和形貌表征

液相法制备的  $\text{Cu}_2\text{O}$  的 XRD 见图 2.从图中可以看出,5 个主要的峰分别对应着 (110), (111), (200), (220) 和 (311) 5 个晶面,比照  $\text{Cu}_2\text{O}$  标准谱图(JCPDS no. 05—0667),可以得出制得的产品为立方晶型的  $\text{Cu}_2\text{O}$ ,晶格常数为  $4.261 \times 10^{-10}$  m.图 3 为各种控制条件下  $\text{Cu}_2\text{O}$  的 SEM 图.

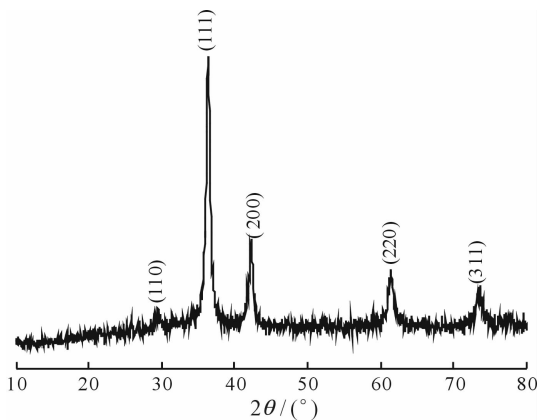


图 2 液相法制备的  $\text{Cu}_2\text{O}$  纳米粒子的 XRD 图

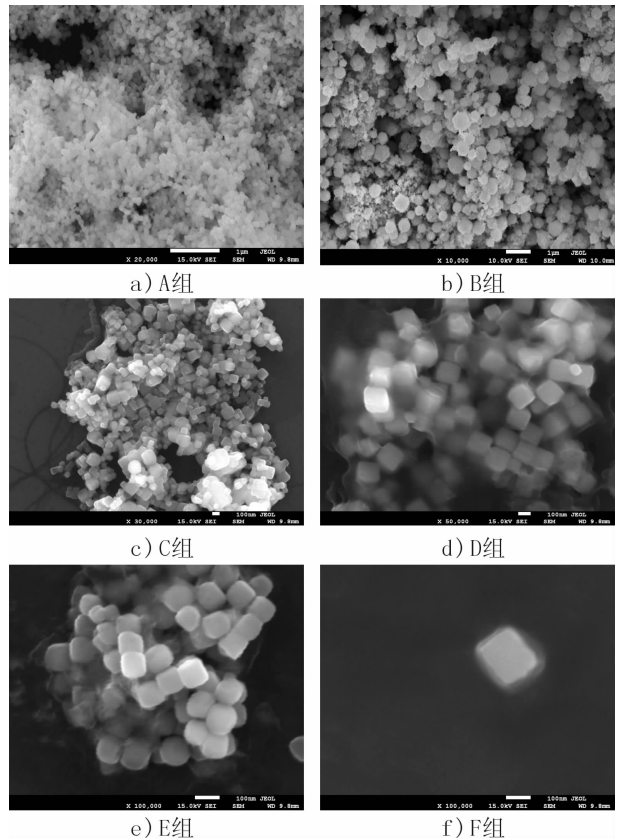


图 3 各种控制条件下  $\text{Cu}_2\text{O}$  溶液的 SEM 图

制备  $\text{Cu}_2\text{O}$  的过程中,由于控制条件的变化,制得的  $\text{Cu}_2\text{O}$  的形貌也逐渐发生变化.从图 3 可以看出,合成的 6 组  $\text{Cu}_2\text{O}$  随着从 A 组到 F 组制备条件的变化由球状晶体逐渐转变为立方体晶体,且立方体形状均匀,结构规整,立方体尺寸逐渐变大.

### 2.2 石墨烯结构和形貌表征

拉曼光谱是识别碳原子  $\text{sp}^2$  和  $\text{sp}^3$  杂化(在石墨、金刚石型碳、金刚石、多芳烃化合物、富勒烯或碳纳米管中)的强大探测工具.由于碳的同素异形体在拉曼光谱下电子能带的变化有各自独特的特征,通常 D, G 和 2D 峰的位置在  $1\,350\text{ cm}^{-1}$ ,  $1\,580\text{ cm}^{-1}$  和  $2\,700\text{ cm}^{-1}$ .从这些特征峰可以确定石墨烯的层数、应变效应、掺杂量、温度效应和缺陷. G 带在  $1\,580\text{ cm}^{-1}$  附近因为  $\text{sp}^2$  轨道碳原子的面内振动,然而 2D 带几乎是 D 带振动频率的 2 倍,这主要是起源于二阶拉曼散射过程. D 带的出现主要是由于石墨烯存在原子排列紊乱或边缘效应、褶皱和电荷漩涡.图 4 是石墨烯的拉曼光谱图.由图 4 可知,拉曼峰在  $1\,348\text{ cm}^{-1}$  (D 峰),  $1\,583\text{ cm}^{-1}$  (G 峰),  $2\,671\text{ cm}^{-1}$  (2D 峰),  $2\,914\text{ cm}^{-1}$  (D + G 峰) 都有明显的吸收,可以确定合成了石墨烯,但由于拉

曼光谱图中有 D 峰,所合成的石墨烯存在一些缺陷.

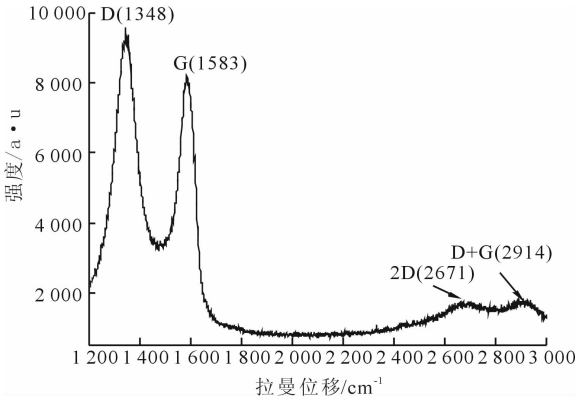
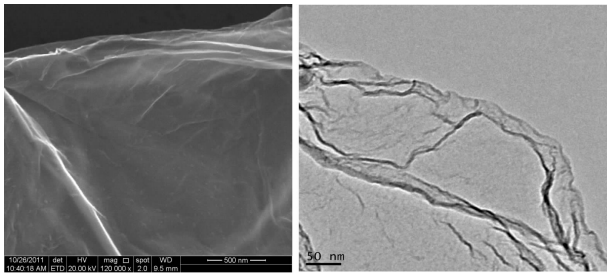


图4 石墨烯的拉曼光谱图

为进一步确定石墨烯的结构及形貌,测试了石墨烯的扫描电子显微镜图 SEM. 图 5a) 为石墨烯的 SEM 图. 由图可知,石墨烯卷曲如同弄皱的纸张一样,表面光滑,呈二维碳纳米结构,石墨烯在边缘处有褶皱,存在一定的缺陷,不是理想状态中的平整形貌. 同时,利用 TEM 分析所制备石墨烯样品的形貌,图 5b) 是石墨烯的 TEM 图. 由图可知,整体上石墨烯形貌是卷曲的片状,出现褶皱起伏的片层结构,这与石墨烯的 SEM 图以及拉曼光谱图的分析吻合.



a)SEM图 b)TEM图

图5 石墨烯的 SEM 和 TEM 图

### 2.3 Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料的结构和性能表征

图 6 为 Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料样品的 XRD 图谱,图中显示,在 2θ 值为 29. 6°, 36. 44°, 42. 32°, 61. 4°, 73. 52°, 77. 4° 峰处分别对应结晶 Cu<sub>2</sub>O/G 的 110, 111, 200, 220, 311 和 222 各个晶面. 与图 2 对比可知复合后的 Cu<sub>2</sub>O 的晶型基本没有发生变化.

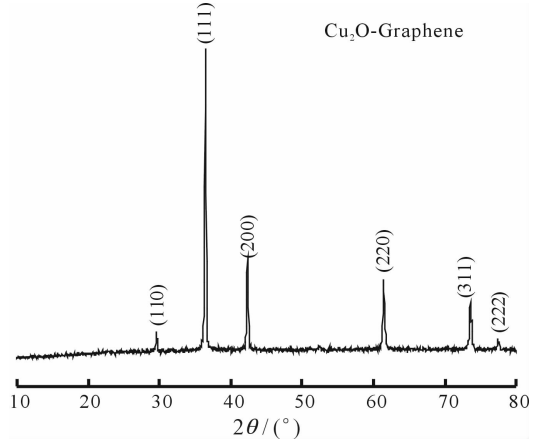


图6 Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料样品的 XRD 图

图 7 为 Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料的 SEM 图谱. 由图可以看出,Cu<sub>2</sub>O 在石墨烯表面分布较均匀,Cu<sub>2</sub>O 呈现为圆球状,直径约为 200 nm,与制备的纳米 Cu<sub>2</sub>O 单体 A 形貌相似.

### 2.4 电化学性能测试

图 8 为 Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料的放电比容量与库仑效率曲线. 由图可以看出,随着循环次数的增多,放电比容量逐渐减小,但是库仑效率却逐渐保持稳定,保持在 95% 以上,说明随着充放电循环的进行,容量损失率逐渐降低,没有出现大的波动,但是,从放电比容量与循环次数的关系曲线上可以看出,放电比容量首先迅速下降,说明 Cu<sub>2</sub>O/G 体系材料开始容量衰减较高,后来趋于平稳.

图 9 为 Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料的充放电曲线,首次放电比容量是 803. 9 mAh/g,二次放电比容量降至

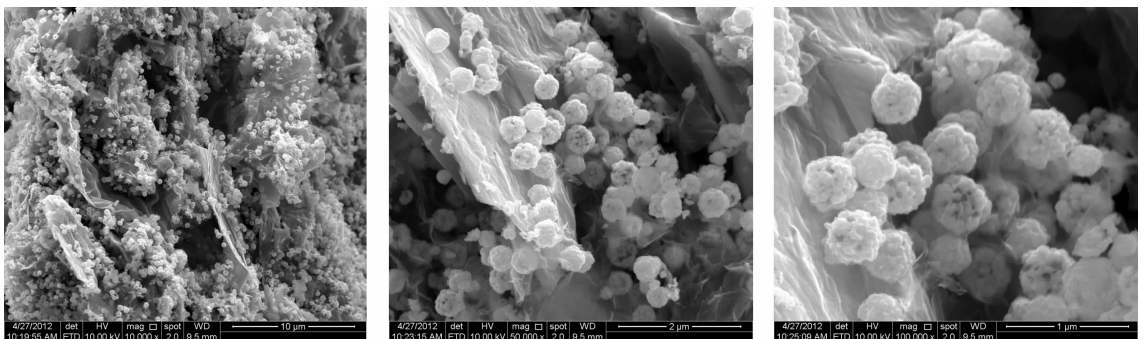


图7 Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料的 SEM 图

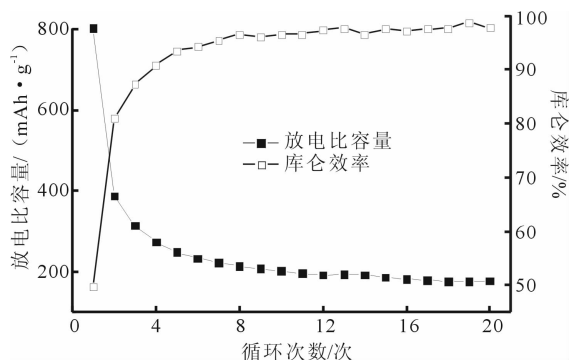


图 8 Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料放电比容量与库仑效率曲线

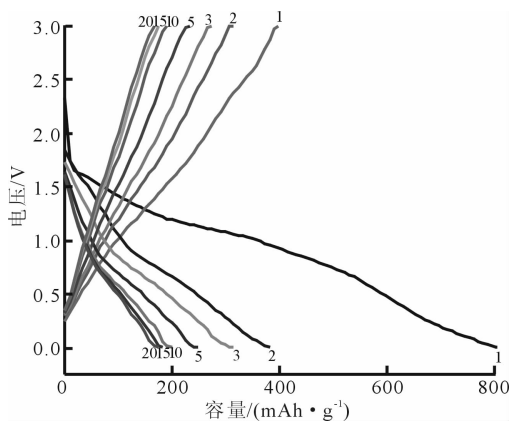


图 9 Cu<sub>2</sub>O/G 充放电曲线图

388.3 mAh/g, 二次放电比容量与初次放电比容量之比约为 48.3%; 10 次循环后容量为 214.2 mAh/g, 10 次循环后容量为初次放电容量的 26.6%; 20 次循环后容量为 177.6 mAh/g, 20 次循环后容量为初次放电容量的 22.1%。

### 3 结论

通过水热法合成 Cu<sub>2</sub>O 和 Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料, 由 X-射线衍射 (XRD) 图谱分析表明: 制备的 Cu<sub>2</sub>O 是立方晶型的, 而 Cu<sub>2</sub>O 与石墨烯复合后仍然保持了原来的晶体结构. 扫描电子显微镜和透射电子扫描显微镜图显示: Cu<sub>2</sub>O 晶体随着制备条件的变化, 晶体形貌发生变化, 从球状逐渐变化为立方体状, 尺

寸逐渐变大; Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料中 Cu<sub>2</sub>O 呈球状生长在石墨烯表面, 分布比较均匀. 对 Cu<sub>2</sub>O/G 复合材料进行充放电性能测试显示: 经过 20 次充放电, 电池的放电比容量呈下降趋势, 并逐渐趋于平衡, 第 20 次放电比容量是初次放电比容量的 22.1%; 电池的库仑效率从第 8 次充放电开始稳定在 95% 以上.

### 参考文献:

- [1] Novoselov K S, Geim A K, Morozov S V, et al. Electric field effect in atomically thin carbon films [J]. Science, 2004, 306:666.
- [2] Stankovich S, Dikin D A, Domment G H B, et al. Graphene-based composite materials [J]. Nature, 2006, 442:282.
- [3] Lee C, Wei X D, Kysar J W, et al. Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene [J]. Science, 2008, 321:385.
- [4] Zhang Y B, Tan Y W, Stromer H L, et al. Experimental observation of the quantum Hall effect and Berrys' phase in graphene [J]. Nature, 2005, 438:201.
- [5] Chae H K, Siberio-Perez D Y, Kim J, et al. A route to high surface area, porosity and inclusion of large molecules in crystals [J]. Nature, 2004, 427:523.
- [6] Fu Q, Bao X H. Progress in graphene chemistry [J]. Chinese Sci Bull, 2009, 54:2657.
- [7] Kuilla T, Bhadra S. Recent advances in graphene based polymer composites [J]. Progress in Polymer Science, 2010, 35:1350.
- [8] Ruiz-Hiltzky E, Darder M, Fernandes F M, et al. Supported graphene from natural resources: easy preparation and applications [J]. Adv Mater, 2011, 23:5250.
- [9] Alivisatos A P, Johnson K P, Peng X, et al. Organization of nanocrystal molecules' using DNA [J]. Science, 1996, 271:933.
- [10] Poizat P, Laruelle S, Gurgeon S, et al. Nano-sized transition-metal oxides as negative-electrode materials for Lithium-ion batteries [J]. Nature, 2000, 407:496.
- [11] Li X D, Gao H S, Murphy C J, et al. Nanoindentation of Cu<sub>2</sub>O Nanocubes [J]. Nano Letters, 2004(4):1903.



# 基于高分辨质谱-相依成分分析的 怀菊花泡饮过程分析

董春红<sup>1,2</sup>, 李振兴<sup>1</sup>, 赵绍伟<sup>1</sup>, 刘应凡<sup>1</sup>, 孙雨安<sup>1</sup>, 王国庆<sup>1</sup>

(1. 郑州轻工业学院 材料与化学工程学院, 河南 郑州 450001;  
2. 焦作大学 怀药研究中心, 河南 焦作 454003)

**摘要:**采用高分辨质谱法(HRMS)对菊花泡饮过程分析,以准确分子量直接定性菊花泡饮过程中27种典型成分,结合其典型成分质谱响应强度,得到菊花泡饮过程的高分辨质谱指纹图.进一步以相依成分分析(DCA)解析,得到能够体现菊花泡饮过程典型化学成分特征的3组相依组分(DC),并以DC相对浓度变化表征菊花泡饮过程.研究表明,3组DC与挥发油、氨基酸、黄酮类为主要特征的菊花中典型成分相对应,不同类型的化合物质谱相应值具有较大的差异,菊花泡饮时前2次相依组分相对含量变化较大;冲泡5次后菊花中溶于水的活性成分的种类明显减少、相对含量也明显降低而不再具有饮用价值.HRMS-DCA为菊花泡饮过程高分辨质谱指纹图谱解析利用提供了新途径.

**关键词:**高分辨质谱;相依成分分析;怀菊花;泡饮过程分析

**中图分类号:** O657; Q944.5      **文献标志码:** A      **DOI:** 10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.012

## Analysis of brewing process of Huai chrysanthemum based on high resolution mass spectrometry and dependent component analysis

DONG Chun-hong<sup>1,2</sup>, LI Zhen-xing<sup>1</sup>, ZHAO Shao-wei<sup>1</sup>, LIU Ying-fan<sup>1</sup>, SUN Yu-an<sup>1</sup>, WANG Guo-qing<sup>1</sup>

(1. College of Material and Chemical Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;  
2. Research Center of Huaiqing Chinese Medicine, Jiaozuo University, Jiaozuo 454003, China)

**Abstract:** Using high resolution mass spectrometry (HRMS) to analyze the brewing process of Huai chrysanthemum, 27 typical components in drinking process were directly qualified with accurate molecular weight, and the high resolution mass spectrometric (MS) fingerprints of chrysanthemum tea process were obtained combined with the mass spectrometric response strength of the components. The fingerprints were processed by dependent component analysis (DCA), and 3 groups of dependent components (DCs) that can used to characterize the characteristics of the typical components in the drink chrysanthemum bubble and the brewing process. Research results showed that the 3 groups of DCs are corresponding to volatile oil, amino acids, and flavonoids as the main components of the Huai chrysanthemum, there are great differences among the response MS values of of different components. The relative concentration of DCs obviously de-

收稿日期:2013-02-22

基金项目:国家自然科学基金项目(21075113,21171150);河南省科技攻关项目(102102310071)

作者简介:董春红(1974—),女,河南省洛阳市人,郑州轻工业学院兼职研究生导师,焦作大学副教授,博士,主要研究方向为天然产物化学.

通信作者:王国庆(1965—),男,河南省汤阴县人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为化学信息学.

creased during the first 2 times of the brewing process; while after 5 times brewing, the variation of DCs are negligible and there is no drinking value. HRMS-DCA provides a new way to resolve HRMS fingerprints of chrysanthemum brewing process.

**Key words:** high resolution mass spectrometry; dependent component analysis (DCA); Huai chrysanthemum; analysis of brewing process

## 0 引言

菊花(茶)是人们喜欢四季饮用的天然产物,其中怀菊花味道甘苦、性凉<sup>[1-2]</sup>,主要有效成分有黄酮类、氨基酸类和挥发油类化合物.关于菊花中的功效成分的报道较多<sup>[3-5]</sup>,但是对泡饮过程中菊花的水中溶解成分及其含量变化的研究,以及根据菊花泡饮过程中溶于水的有效成分的含量相对变化确定最佳冲泡次数的研究尚未见报道.笔者前期研究利用以独立成分分析(ICA)为代表的盲源分离方法<sup>[6-10]</sup>与仪器分析方法相结合,进行基于天然产物谱学特征的炮制过程分析<sup>[8-9]</sup>,取得了具有积极意义的效果.然而,当源信号间相似或相关性较高、源信号呈宽带分布时,ICA解析混合光谱信号的效能将受到影响.相依成分分析(DCA)则是一种借助于一定的先验信息和源信号之间的相依性从混合信号中提取纯组分信息的信号处理和数据分析方法,可用于盲源信号分离和特征信号提取,与传统的ICA方法具有一定的互补性<sup>[11-13]</sup>.

本文拟利用高分辨质谱法(HRMS)定性和半定量确认怀菊花的泡饮过程典型有效成分,得到菊花泡饮过程高分辨质谱指纹图,进一步利用相依成分分析(DCA)解析得到相依组分(DC),并根据其相对变化趋势表征菊花泡饮过程,为天然产物指纹图谱解析利用提供新途径.

## 1 相依成分分析

假定  $m$  维(本工作中表征质谱的质荷比  $m/z$  的点数)  $n$  个测定得到的混合质谱(MS)信号  $\mathbf{X} = [x_1, x_2, \dots, x_n]$ ,其中包括  $d$  个相依的源信号  $\mathbf{S} = [s_1, s_2, \dots, s_d]^T$ (混合体系中纯组分质谱),混合体系的通用质谱吸收模型可以描述为

$$\mathbf{X} = \mathbf{A}\mathbf{S}^T$$

其中,  $\mathbf{A}$  是描述从  $\mathbf{S}$  到  $\mathbf{X}$  的混合矩阵.

传统 ICA 模型的一种扩展是当源信号不是独立的,而是不独立或者通过其方差具有相依性.为

了对这种相依性建模,假定  $d$  个源信号  $\mathbf{S}$  由 2 个随机信号  $v$  和  $y$  的乘积得到

$$\mathbf{S}^T = vy$$

其中,  $v$  是给出一般活性水平的非负方差信号,其可以是统计上相依的;  $y$  表示均值为 0 的亚高斯随机过程信号,并且  $v$  独立于  $y$ ,因此  $v$  可以表示不同源信号  $\mathbf{S}$  之间的相依性;  $y$  随着时间变化是独立的并且其组成相互之间统计上独立,并且具有足够的方差相依性.这样,通用的混合光谱吸收模型可以表示为

$$\mathbf{X} = \mathbf{A}\mathbf{S}^T = \mathbf{A}vy$$

假定原始数据由白化矩阵  $\mathbf{V}$  预白化并表示为  $\mathbf{Z} = \mathbf{V}\mathbf{X}$ ,  $\mathbf{W} = \mathbf{V}\mathbf{A}$  是正交约束的,则 DCA 的目的就是寻找一个转置阵  $\mathbf{W}$ ,使得可以从混合光谱矩阵  $\mathbf{X}$  提取得到源信号

$$\hat{\mathbf{S}}^T = \mathbf{W}^{-1}\mathbf{Z} = \mathbf{W}^{-1}\mathbf{V}\mathbf{X} = \mathbf{W}^{-1}\mathbf{W}\mathbf{A}^{-1}\mathbf{A}\mathbf{S}^T = \mathbf{S}^T$$

其中,  $\hat{\mathbf{S}}$  是  $\mathbf{S}$  的估计值.这样, DCA 的任务变为在  $v$  的相依性与  $y$  的独立性约束下的优化问题.常用的几种方法可以达此目的,如多维 DCA<sup>[11]</sup>,高通滤波 DCA<sup>[12]</sup>和方差 DCA<sup>[13]</sup>.本研究采用基于准随机梯度算法的方差 DCA 方法<sup>[13]</sup>.

## 2 实验

### 2.1 材料与仪器参数设定

实验材料:怀菊花,2011年11月采摘于河南省焦作市武陟县菊花种植田,采摘样品在室内阴干 30 d后用塑料袋密封贮存备用.

超高效液相色谱 - Orbitrap Exactive 高分辨质谱仪,美国 ThermoFisher 公司产;参数设置:进样量 0.5  $\mu\text{L}$ ,流速 0.2 mL/min,电压 3.4 kV,扫描范围 50 ~ 1 000  $m/z$ ,辅助气氮气流速 30 L/min,电子传输管温度 275  $^{\circ}\text{C}$ .

### 2.2 菊花泡饮过程高分辨质谱的测定

准确称取鲜菊花 3 g 左右,用 300 mL 的开水冲泡,间隔 10 min 取样 150 mL,再补充 150 mL 开水,共冲泡 8 次.采得样品过滤后,直接利用超高效液相色谱(UPLC)进校并在 Orbitrap Exactive 高分辨质谱(HRMS)仪上测定得到菊花泡饮过程 HRMS 指

纹图.

### 2.3 混合模拟质谱信号合成

模拟生成3组纯组分质谱信号 $S^T$ ,产生一个随机浓度矩阵 $A$ ,将 $A$ 与 $S^T$ 相乘得一组混合质谱信号.

## 3 结果与讨论

### 3.1 DCA 用于模拟混合质谱信号中纯组分信息的提取

由3组模拟纯组分质谱产生的混合质谱及由DCA提取得到的纯组分信息如图1所示.

图1中3个源信号间具有一定程度的重叠,源信号1与源信号2、源信号3及源信号2与源信号3之间的相关系数分别为 $-0.0954$ , $0.1777$ , $0.2424$ .从图1可以看出,DCA所提取的源信号信息与实际采用的模拟纯组分质谱信号的轮廓非常相似,计算得到的源信号 $S$ 与提取得到的DC相关系数分别为 $1.0000$ , $0.9957$ , $0.9853$ .结果表明,在源信号之间具有一定的相关性或质谱信号部分重叠时,DCA能够将源信号信息从混合质谱信号中有效地提取出来,其提取的信息可以用于对混合组分的定性和定量分析.

### 3.2 菊花泡饮过程 HRMS 指纹图谱的测定

现代药理研究表明,菊花中挥发油、黄酮类化合物及氨基酸类为主要活性成分,其中一般游离苷元难溶或不溶于水.因此,基于对菊花成分已有的研究成果及UPLC-HRMS实验测定得到的高分辨质谱数据,以相关的准确分子量对泡饮过程中溶于水的化学成分进行选择性地定性确认,得到怀菊花中27种化学成分如表1所示.以分子量为横坐标,

以各成分相对质谱强度作为纵坐标表示半定量信息,得到怀菊花泡饮过程HRMS指纹图如图2所示.

从表1可以看出,定性确认的27种化合物主要是氨基酸、挥发油、黄酮类化合物,与文献[14]报道一致.从图2可以看出,不同成分的质谱响应值相差较大,说明不同成分含量有较大差异;HRMS指纹图能够体现菊花溶于水的成分组成轮廓,各成分的质谱响应值总体上呈先降低后趋稳的规律;某些成分经过一定次数泡饮后未能检测到,说明菊花在泡饮过程中其药用或其他价值有较大的变化,研究结果与人们传统习惯中菊花等茶品冲泡一定次数后饮之无味或味淡而弃之相符合.

进一步结合表1观测图2可以看出,第1次冲泡得到的成分包括了菊花的3类药效成分,氨基酸及其他类成分比较多;第2次、第3次冲泡得到的成分数与第1次大体相当,相对含量有所降低;第4次至第8次冲泡所得到的成分数依次是18,15,9,6,5,随着泡饮次数增加能够定性确认得到的化合物成分数下降趋势明显,其中,第4次、第5次得到的成分主要还是氨基酸、挥发油类、黄酮类成分,挥发油类成分有2-羟基-安息香酸甲酯、2,3,3-三甲基-2-(3-甲基丁基-1,3-二乙基)-6-亚甲基环己酮,黄酮类有金合欢素、大波斯菊苷,氨基酸种类有少量减少;从第6次开始,作为菊花主要药效成分的黄酮类化合物未检出,其他成分也明显减少;第8次主要药效成分只剩下氨基酸与少量的其他成分.

### 3.3 基于 DCA 的菊花泡饮过程分析

对怀菊花泡饮过程分析得到的质谱指纹信息进

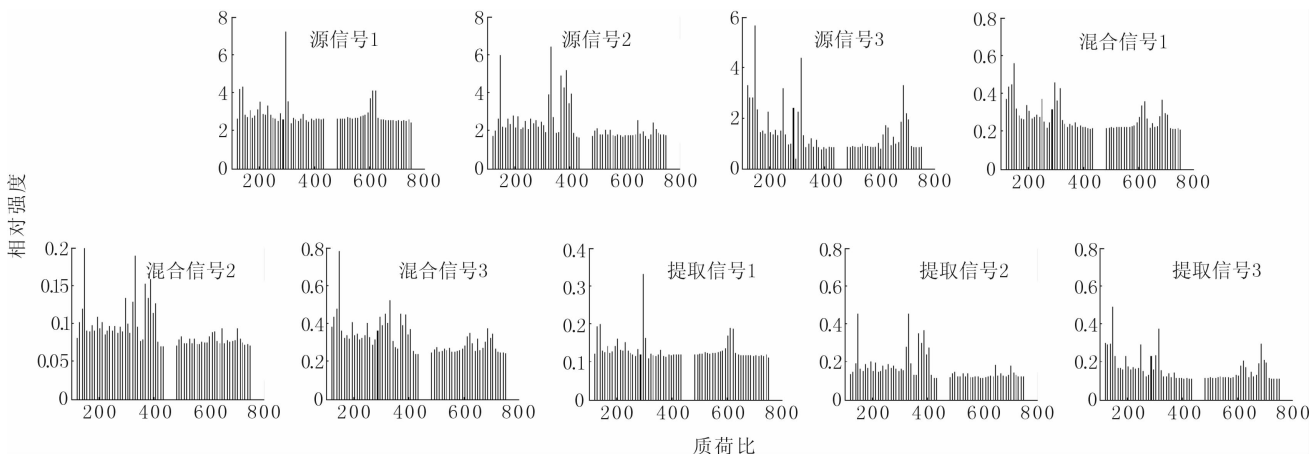
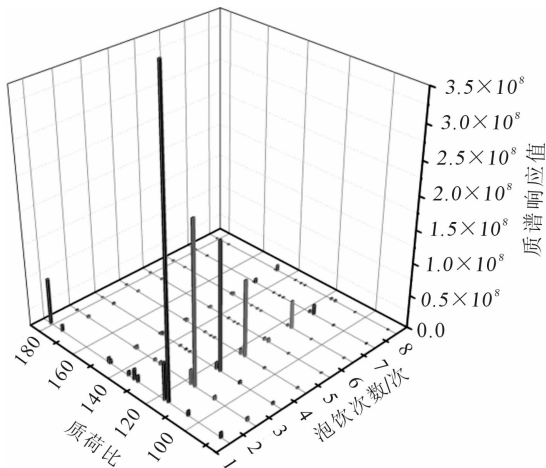


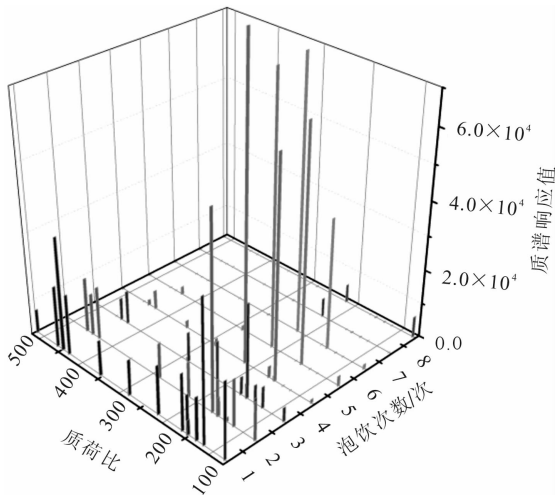
图1 相依成分分析用于模拟混合质谱信号中源信号提取

表 1 定性确认的怀菊花泡饮过程中 27 种特征成分

化合物名称	准确分子量	化合物名称	准确分子量
甘氨酸	75.032	1,3,3-三甲基-4-甲醛基-1-环己烯	152.120
丙氨酸	89.048	龙脑	154.136
丝氨酸	105.043	苯丙氨酸	165.079
脯氨酸	115.063	精氨酸	174.112
缬氨酸	117.079	酪氨酸	181.074
苏氨酸	119.058	2,3,3-三甲基-2-(3-甲基丁基-1,3-二乙基)-6-亚甲基环己酮	218.167
亮氨酸	131.095	金合欢素	284.068
天门冬氨酸	133.037	木犀草素	286.048
1-甲基-4-(1-甲基乙基)苯	134.110	绿原酸	354.095
腺嘌呤	135.054	大波斯菊苷	432.106
$\alpha$ -蒎烯	136.125	木犀草素-7-O- $\beta$ -D-葡萄糖苷	448.101
赖氨酸	146.106	香叶木素-7-O- $\beta$ -D-葡萄糖苷	462.116
谷氨酸	147.053	鸡纳酸-3,5-咖啡酯	516.127
2-羟基-安息香酸甲酯	152.504		



a) 质谱响应值较高的成分



b) 质谱响应值较低的成分

行主成分分析 (PCA) 得到其主成分数 3, 因此将混合质谱数据中相依成分数也设定为 3. 以 DCA 处理怀菊花泡饮过程得到的混合质谱信号, 提取得到 3 个相依组分如图 3 所示. 可以看出, DC1 中具有典型氨基酸成分, DC2 中具有典型黄酮类化合物特征, DC3 中挥发油特征较为明显. 这说明 DCA 具有从混合质谱指纹图中提取特定相依组分信息的能力, 研究中提取得到的相依组分信息, 体现了菊花中某些成分共同存在的特征. 直接以质谱响应值进行半定量分析, 利用多元线性回归分析各相依组分在泡饮过程中的相对浓度, 变化趋势如图 4 所示.

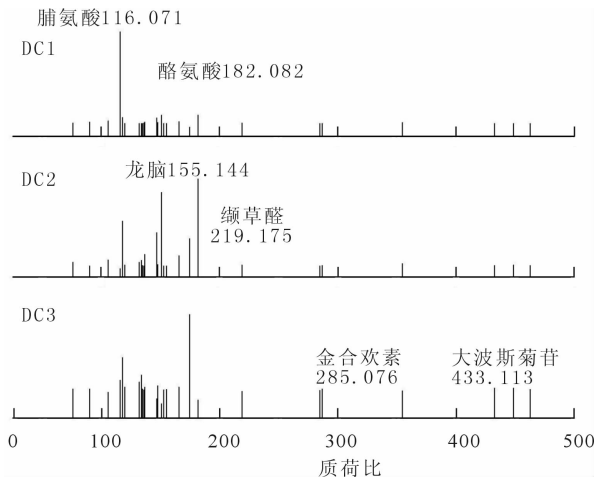


图 3 DCA 提取得到的 3 个相依组分

从图 4 可以看出, 3 个相依组分前 2 次泡饮时相对含量变化较大, 而以后则渐趋平缓, 研究结果能

图 2 菊花泡饮过程测定得到的高分辨质谱指纹图

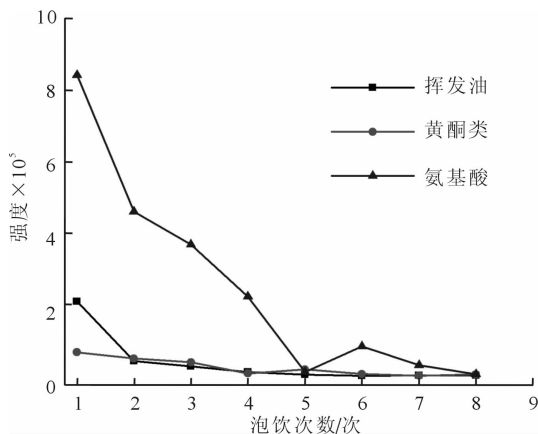


图4 菊花泡饮过程中相依组分相对浓度变化

够有效说明菊花在泡饮的前2次颜色和气味比较明显,以后则慢慢变淡的实验现象。第1次泡饮结果氨基酸类的相对强度值依次大于挥发油和黄酮类化合物,这说明菊花溶于水的氨基酸具有比较高的质谱响应值。DC1所代表氨基酸前5次泡饮中变化幅度较大,DC3代表的挥发油次之,而DC2代表的黄酮类化合物则变化较小,这些现象与菊花中有机组分在水中的溶解度有较大差异具有一定的相关性。结合3个相依组分响应强度的变化趋势与口感饮用效果,在本实验条件下冲泡5次最佳。

## 4 结论

采用高分辨质谱法(HRMS)对菊花泡饮过程分析,以准确分子量直接定性菊花泡饮过程中27种典型成分,结合其典型成分质谱响应强度,得到菊花泡饮过程的高分辨质谱指纹图。进一步以相依成分分析(DCA)解析,得到能够体现菊花泡饮过程典型化学成分特征的3组相依组分(DC),并以DC相对浓度变化表征菊花泡饮过程。研究结果表明,3组DC与挥发油、氨基酸、黄酮类为主要特征的菊花中典型成分相对应,不同类型的化合物质谱相应值具有较大的差异,菊花泡饮时前2次相依组分相对含量变化较大;冲泡5次后菊花中溶于水的活性成分的种类明显减少、相对含量也明显降低而不再具有饮用价值。

基于特定混合体系中先验的化学成分信息,直接利用Orbitrap Exactive高分辨质谱仪采集得到准确分子量信息直接定性确认相关的化学成分,可以避免繁琐的色谱等分离分析条件,进一步利用各成分的质谱响应值作为定量信息能够得到混合体系的高分辨质谱指纹图。DCA具有从高分辨质谱指纹图谱中解析得到其中包含的相依组分信息的能力,

HRMS-DCA为菊花泡饮过程分析或其他天然产物炮制加工过程分析提供了新途径。

## 参考文献:

- [1] 谢媛媛,袁丹,田慧芳,等.怀菊花化学成分的研究[J].中国药物化学杂志,2009,19(4):270.
- [2] 张清华,张玲.菊花化学成分及药理作用的进展[J].食品与药品,2007,9(2):60.
- [3] Alvarez Castellanos P P, Bishop C D, Pascual Villalobos M J. Antifungal activity of the essential oil of flowerheads of garland chrysanthemum (*Chrysanthemum coronarium*) against agricultural pathogens[J]. Phytochemistry, 2001, 57(7):99.
- [4] 李君山,蔡少青.雪莲花类药材的化学药理研究进展[J].中国药学杂志,1998,33(8):449.
- [5] 曹伟国,刘志勤,邵云.黄酮类化合物的研究进展[J].西北植物学报,2003,23(12):2241.
- [6] Wang Guoqing, Ding Qingzhu, Hou Zhenyu. Independent component analysis and its applications in signal processing for analytical chemistry[J]. TrAC-Trends in Analytical Chemistry, 2008, 27:368.
- [7] 王国庆,彭杨,刘绍文,等.基于自适应核独立成分分析的活性二氧化锰助剂光谱信息的提取[J].光谱学与光谱分析,2011,31(5):13403.
- [8] Wang Guoqing, Dong Chunhong, Shang Yukuan, et al. Characterization of radix rehmanniae processing procedure using FT-IR spectroscopy through nonnegative independent component analysis[J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2009, 394(3):827.
- [9] Wang Guoqing, Hou Zhenyu, Peng Yang, et al. Adaptive kernel independent component analysis and UV spectrometry applied to characterize the procedure for processing prepared rhubarb roots[J]. Analyst, 2011, 136:4552.
- [10] 王国庆,丁青竹,孙雨安,等.基于独立成分分析的乙酰螺旋霉素片成分分布及共存性研究[J].郑州轻工业学院学报:自然科学版,2008,23(2):7.
- [11] Li Rui, Li Hongwei, Wang Fasong. Dependent component analysis: Concepts and algorithms[J]. Journal of Computers, 2010, 5(4):589.
- [12] Kopriva I, Peršin A, Puizina-Ivic N, et al. Robust demarcation of basal cell carcinoma by dependent component analysis-based segmentation of multi-spectral fluorescence images[J]. Journal of Photochemistry and Photobiology B, 2010, 100(1-2):10.
- [13] Hyvärinen A, Shimizu S A. Quasi-stochastic gradient algorithm for variance-dependent component analysis[J]. Lecture Notes in Computer Sciences, 2006, 41(32):211.
- [14] 孙昱,马晓斌,刘建勋.野菊花心血管活性部位化学成分的研究[J].中国中药杂志,2012,37(1):73.

# 农田土壤中病原真菌 DNA 提取方法的研究

王楠<sup>1,2</sup>, 王伟<sup>2</sup>

(1. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450001;  
2. 华东理工大学 生物反应器工程国家重点实验室, 上海 200237)

**摘要:**通过比较不同的研磨、洗涤、裂解和沉淀方法,成功获得一种适于土壤真菌 DNA 提取的方法。结果表明,采用石英砂研磨、TENP 和 PBS 联合洗涤、SDS 高盐裂解、异丙醇沉淀等一系列步骤,所获取的土壤微生物 DNA 质量最佳。该试验方法可以直接从土壤中提取微生物基因组,尤其适用于土壤病原真菌的提取,所得 DNA 完全可以直接用于酶切和 PCR 扩增。该方法高效、价廉、操作简单,对改进土壤病原菌生态的研究方法具有重要价值。

**关键词:**农田土壤;病原真菌;DNA 提取;PCR 扩增

**中图分类号:**S154.3 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.013

## Study on an extraction method of pathogenic fungal DNA from farmland soil

WANG Nan<sup>1,2</sup>, WANG Wei<sup>2</sup>

(1. College of Food and Bioengineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;  
2. State Key Laboratory of Bioreactor Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China)

**Abstract:** By comparing grinding method, washing method, cleavage and precipitation method, a method was gotten suitable for farmland fungi DNA extraction. The results showed that the quality of soil microorganism DNA is of the best which is obtained by grinding with quartz sand, washing with TENP and PBS, lysing with SDS in high-salt buffer and precipitating with isopropanol and so on. The pathogenic fungal DNA can be directly extracted from soil by using the method, which is particularly suitable for the soil pathogenic fungal extraction. The DNA obtained can be directly used for restriction enzyme digestion and PCR amplification. The method is efficient, inexpensive, easy to operate, which is of important value for the soil pathogens ecological research.

**Key words:** farmland soil; pathogenic fungi; DNA extraction; PCR amplification

## 0 引言

土壤生态系统极其复杂,土壤中微生物种类丰富多样,其中可在试验室培养的微生物仅占其中的1%,而那些不可培养的微生物对田间作物的影响十

分巨大<sup>[1]</sup>. 采用分子生物学技术,通过研究土壤微生物 DNA 的差异和特征来检测土壤病害,已成为现代农业发展的一个重要推动力,而快速、高效地获得土壤微生物 DNA,成为研究的一个重要瓶颈<sup>[2-3]</sup>.

收稿日期:2013-03-05

基金项目:国家863计划项目(2012AA101401);国家公益性行业(农业)专项(201003029)

作者简介:王楠(1983—),女,江苏省徐州市人,郑州轻工业学院助教,主要研究方向为植物病害生物防治。

通信作者:王伟(1963—),男,黑龙江省双城市人,华东理工大学教授,博士,主要研究方向为植物病害生物防治及微生物农药创制。

国内外对土壤微生物总 DNA 提取的工作已开展了 20 多年<sup>[4-6]</sup>。目前提取土壤微生物 DNA 的方法分为 2 类:一类是直接法,即不去除土壤及其所包含的其他杂质,直接在裂解缓冲液中裂解土壤微生物细胞,再提取和纯化裂解液中的 DNA;另一类是间接法,即通过良好地分离缓冲液将微生物菌体与土壤颗粒分开,再通过差速离心法去除土壤等杂质,最后将回收到的细胞裂解,进行 DNA 提取<sup>[7]</sup>。2 种方法都要通过细胞裂解、抽提核酸和纯化核酸 3 个步骤。土壤总微生物 DNA 提取液中主要的污染物是腐植酸,可以螯合  $Mg^{2+}$ , 引物, dNTP, Taq 酶或是与 DNA 或蛋白质发生共价结合,从而抑制酶的活性<sup>[8]</sup>。很多研究使用树脂柱、氯化铯梯度离心、色谱法、电泳回收等方法,既费时费力又丢失了很多核酸信息<sup>[9-10]</sup>。

目前,针对土壤微生物总 DNA 和细菌 DNA 的提取有很多报道,而对于土壤真菌 DNA 的提取则极为少见<sup>[11-12]</sup>。本文旨在研究针对土壤植物病原真菌 DNA 的快速、简捷、高效的提取方法,并用真菌通用引物和特异性真菌引物进行 PCR 反应,以检测提取方法的优劣。

## 1 实验

### 1.1 材料

土样:于 2010 年 9 月采土壤自上海南汇区(经度 121.76 纬度 31.05)英雄村蔬菜大棚,该大棚多年连续种植甜瓜,枯萎病、蔓枯病等病害发生较严重。先去除土壤表面杂物,采集距甜瓜根 2 cm,深 5~10 cm 的土壤,除去根系、石块等杂物,过 2 mm 筛。立即分析或置于 4 °C 冰箱保藏。

试剂:所用试剂均为 AR 级,上海生工生物工程公司生产。

### 1.2 土壤样品预处理

**1.2.1 石英砂研磨** 称取 500 mg 土壤样品,等重石英砂(20~40 目,下同),置研钵中研磨至粉末状,转移至离心管中,添加 500 mg 石英砂振荡。同时对不添加石英砂而直接进行研磨的处理方法比较效果。

**1.2.2 液氮研磨** 称取 500 mg 土壤样品,放入预冷研钵中,加入液氮快速研磨至粉末状,转移至离心管中,添加石英砂振荡。

### 1.3 土壤微生物的洗涤

**1.3.1 磷酸洗涤法** 向经过 1.2 预处理的离心管中加 3 mL 磷酸洗涤液(0.12 mol/L  $Na_3PO_4$ ,

0.5 mol/L EDTA, pH = 8.0), 旋涡振荡 5 min, 12 000 r · min<sup>-1</sup> 室温离心 5 min, 弃上清。重复 2 次。

**1.3.2 TENP 洗涤法** 向经过 1.2 预处理的离心管中加 3 mL TENP 洗涤缓冲液(50 mmol/L Tris, 20 mmol/L EDTA, 100 mmol/L NaCl, 0.01 g/mL PVPP, pH = 8.5), 同 1.3.1 方法洗涤 3 次。

**1.3.3 TENP 及 PBS 联合洗涤法** 向经过 1.2 预处理的离心管中加 3 mL TENP 洗涤缓冲液, 洗涤 2 次。加 3 mL PBS 缓冲液(137 mmol/L NaCl, 2.7 mmol/L KCl, 4.3 mmol/L  $Na_2HPO_4$ , 1.4 mmol/L  $KH_2PO_4$ , pH = 7.4), 洗涤 1 次。

### 1.4 土壤微生物 DNA 的裂解

**1.4.1 SDS 高盐裂解法** 向经过 1.3 洗涤处理的离心管中加入 3 mL SDS 高盐提取缓冲液(100 mmol/L Tris-HCl, 100 mmol/L EDTA, 100 mmol/L  $Na_3PO_4$ , 1.5 mol/L NaCl, 5% PVP, 1% CTAB, pH = 8.0), 500 μL 溶菌酶(20 mg · mL<sup>-1</sup>), 15 μL 蛋白酶 K(20 mg · mL<sup>-1</sup>), 振荡 10 min, 37 °C 水浴 0.5 h, 间隔 5 min 上下颠倒数次。再加入 125 μL 20% SDS 和 0.15 g PVPP(固体), 65 °C 水浴 2 h, 其间每隔 5 min 颠倒离心管数次。8 000 r · min<sup>-1</sup> 离心 10 min, 将上清液转入新的 5 mL 离心管中。

**1.4.2 CTAB 裂解法** 向经过 1.3 洗涤处理的离心管中加入 3 mL CTAB 提取缓冲液(100 mmol/L Tris-HCl, 20 mmol/L EDTA, 1.4 mol/L NaCl, 5% PVP, 3% CTAB, pH = 8.0), 同 1.4.1 方法进行裂解。

**1.4.3 Reddy 提取液法<sup>[13]</sup>** 向经过 1.3 洗涤处理的离心管中加入 3 mL Reddy 提取缓冲液(150 mmol/L Tris-HCl, 3 mmol/L EDTA, 1.1 mol/L NaCl, 1.5% CTAB, pH = 8.0), 同 1.4.1 方法进行裂解。

**1.4.4 脱脂牛奶法** 向经过 1.3 洗涤处理的离心管中再加入 1 mL 0.4% 脱脂牛奶溶液, 剧烈振荡 15 min, 12 000 r · min<sup>-1</sup> 室温离心 10 min, 取上清, 加入 2 mL SDS 高盐提取缓冲液。同 1.4.1 方法裂解。

### 1.5 土壤微生物 DNA 的抽提

在粗 DNA 溶液中加入等体积苯酚/氯仿/异戊醇(25:24:1) 颠倒混匀, 12 000 r · min<sup>-1</sup> 室温离心 10 min, 收集上清, 加入等体积氯仿/异戊醇(24:1), 颠倒混匀, 12 000 r · min<sup>-1</sup> 室温离心 10 min, 收集上清。

### 1.6 土壤微生物 DNA 的沉淀

**1.6.1 PEG 沉淀法** 抽提后加入 0.5 倍体积 25% (V:V) PEG 8 000, 4 °C 过夜, 12 000 r · min<sup>-1</sup> 离心

10 min, 70% 乙醇洗涤, 离心晾干, 溶于 100  $\mu\text{L}$  pH = 8.0 TE 缓冲液, 备用。

**1.6.2 异丙醇沉淀** 抽提后加入 0.1 倍体积  $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  NaAC (pH = 5.2), 0.6 倍体积异丙醇 4  $^{\circ}\text{C}$  沉淀 1 h, 12 000  $\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$  离心 10 min, 70% 乙醇洗涤, 离心晾干, 溶于 100  $\mu\text{L}$  TE, 备用。

### 1.7 DNA 质量的检测与定量

DNA 质量的检测与定量采用紫外分光光度计与琼脂糖凝胶电泳双重分析, 紫外分光光度法以  $\lambda\text{DNA}$  为标准品, 以  $A_{260}$  对 DNA 进行定量, 同时测  $A_{230}$  和  $A_{280}$ , 以测定其纯度. 电泳图谱经 GIS 凝胶成像分析系统与标准 DNA 分子量参照物比较定量而得。

### 1.8 DNA 稀释度的考察

将提取得到的 DNA 溶液稀释至不同浓度:  $5 \times 10^{-1}$  倍,  $1 \times 10^{-2}$  倍,  $5 \times 10^{-2}$  倍,  $1 \times 10^{-3}$  倍,  $2 \times 10^{-3}$  倍,  $5 \times 10^{-3}$  倍,  $1 \times 10^{-4}$  倍, 进行 PCR 扩增, 以找到最佳的稀释浓度。

### 1.9 PCR 扩增

**1.9.1 真菌通用引物 ITS 扩增** 提取所得 DNA 用真菌核糖体基因转录间隔区 (ITS) 通用引物 ITS<sub>1</sub> (5'-TCCGTAGGTGAACCTGCGG-3') 和 ITS<sub>4</sub> (5'-TCCTCCGCTTAGATA TGC-3'). PCR 反应体系: 2.5  $\mu\text{L}$  10  $\times$  PCR 反应缓冲液, 2  $\mu\text{L}$  2.5 mM  $\text{Mg}^{2+}$ , 20  $\mu\text{M}$  引物各 0.25  $\mu\text{L}$ , 2.5 mM dNTP 各 1  $\mu\text{L}$ , 2  $\mu\text{L}$  BSA, 1.25 U Taq 酶, 模板若干. 反应程序为: 94  $^{\circ}\text{C}$  预变性 5 min, 94  $^{\circ}\text{C}$  变性 45 s, 55  $^{\circ}\text{C}$  退火 30 s, 72  $^{\circ}\text{C}$  延伸 1 min, 共 32 个循环, 72  $^{\circ}\text{C}$  延伸 7 min. 反应结束后, 取 5  $\mu\text{L}$  样品进行琼脂糖凝胶电泳, Bio-rad 凝胶成像系统照相。

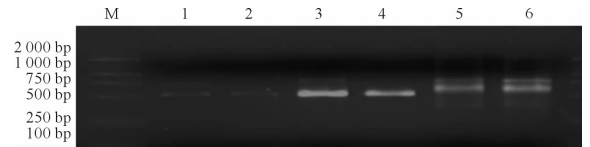
**1.9.2 特异引物扩增** 采用瓜类枯萎病 (*Fusarium oxysporum* f. sp. *Niveum*)、瓜类蔓枯病 (*Didymella bryoniae*, 有性 *Mycosphaerella meloni*) 2 种主要瓜类病原菌的特异引物进行检测, 瓜枯萎病引物 Fn-1 (5'-TACCACTTGTTCCTCGGC-3')/Fn-2 (5'-TTGAGGAA CGCGAATTAAC-3'), 瓜蔓枯病引物 Mn-1 (5'-GGATCATTACCTAGAGTTG-3')/Mn-2 (5'-ACG TCG TCG TTG TGA GTG-3')<sup>[14]</sup>.

## 2 结果与讨论

从田间作物病害的病原菌数量看, 病原真菌数量较多. 为考察本实验所采用方法提取 DNA 对后续试验的影响, 用真菌通用引物 ITS 扩增的方法来判断是否存在足以抑制 Taq 酶活性的抑制剂。

### 2.1 研磨方法的比较

图 1 中所有处理 ITS<sub>1</sub>/ITS<sub>4</sub> 扩增后在 500 bp 附近有明显条带出现, 符合真菌 ITS 片段大小. 不添加石英砂研磨法所得模板也能实现扩增, 但条带非常弱, 可能是提取的 DNA 杂质较多, 影响了后期 PCR 反应, 而加石英砂研磨和液氮研磨的处理均实现了扩增, 且条带很明显. 可见研磨充分实现了土壤颗粒的分散, 使其充分与裂解液接触, 进而裂解微生物. 加石英砂研磨和液氮研磨可以达到相同效果, 而从实验室条件和实验操作来看, 显然石英砂研磨既经济又安全。

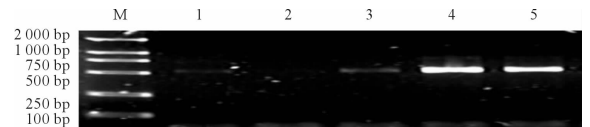


M: DNA Marker DL2000; 泳道 1—2: 不添加石英砂研磨法的 PCR 结果; 泳道 3—4: 石英砂研磨法的 PCR 结果; 泳道 5—6: 液氮研磨法的 PCR 结果。

图 1 不同研磨方法所得土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图

### 2.2 洗涤方法的比较

因农田土壤有机质含量高, 若提取过程中不能有效去除腐植酸等杂质的干扰, 则不能进行下一步的操作, 如 PCR 扩增、杂交等. 在裂解前对土壤进行预洗, 可以去除一些可溶性抑制剂和细胞外 DNA, 因而对洗涤方法进行比较很有必要. 图 2 为不同洗涤研磨方法所得土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图, 图 3 为不同洗涤方法所得土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图。



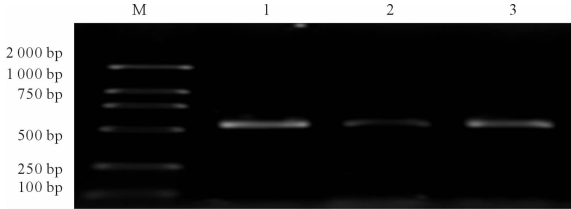
M: DNA Marker DL2000; 泳道 1: 研磨且不洗涤法的 PCR 结果; 泳道 2: 不研磨且不洗涤法的 PCR 结果; 泳道 3: 不研磨且 TENP 和 PBS 联合洗涤法的 PCR 结果; 泳道 4—5: 研磨且 TENP 和 PBS 联合洗涤法的 PCR 结果。

图 2 不同洗涤研磨方法所得土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图

图 2 中, 所有不洗涤的处理所得 PCR 扩增条带都非常淡, 而 TENP 和 PBS 联合洗涤后的处理条带清晰可见, 洗涤离心后上清呈淡黄色或黄褐色, 此为附着土壤表面的腐植酸, 这样便大大减少了影响后续操作的障碍. 一般土壤的洗涤采用磷酸缓冲液



或偏磷酸缓冲液洗涤,可以去除土壤中的杂质离子,胞外 DNA 和部分有机质. 而 TENP 和 PBS 洗涤方法一般用于洗涤淤泥,由于淤泥中的有机质更为丰富,微生物生态复杂, TENP 和 PBS 联合洗涤可以在洗涤杂质的同时进行一定程度的裂解,更大程度地将土壤有机质去除. 鉴于农田土壤中有机物含量丰富,腐植酸也较多,故这里借鉴过来进行农田土壤的洗涤处理. 由图 3 也可以看出,这种方法对于农田土壤微生物 DNA 的提取很有效.

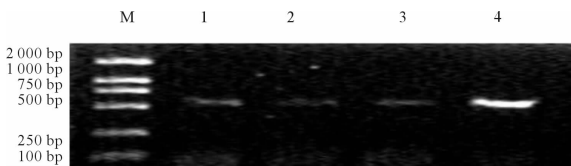


M: DNA Marker DL2000;泳道 1: TENP 和 PBS 联合洗涤法的 PCR 结果;泳道 2:磷酸缓冲液洗涤法的 PCR 结果;泳道 3: TENP 洗涤法的 PCR 结果.

图 3 不同洗涤方法所得土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图

### 2.3 裂解方法的比较

本文所选用的几种裂解方法均为文献广泛报道的 DNA 提取方法. CTAB 由于对多糖去除效果显著,广泛应用于植物 DNA 的提取. 脱脂牛奶洗涤能够使土壤中大部分细胞悬浮于试剂中,但对于菌丝体较大的真菌效果不明显. 图 4 为不同裂解方法所得土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图,从图 4 可以看出,用脱脂牛奶法所扩增条带非常淡. SDS 高盐和热处理使微生物细胞变性裂解, SDS 有助于蛋白质与 DNA 的分离,同时 PVPP 的添加有助于腐植酸的去除,利于核酸纯化. 图 4 中 SDS 高盐法处理的扩增条带最亮,明显优于其他 3 种方法.



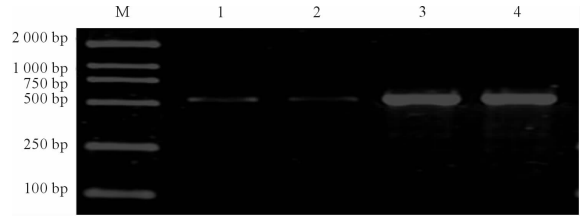
M: DNA Marker DL2000;泳道 1: Reddy 提取液裂解法的 PCR 结果;泳道 2: CTAB 裂解法的 PCR 结果;泳道 3: 脱脂牛奶裂解法的 PCR 结果;泳道 4: SDS 高盐裂解法的 PCR 结果.

图 4 不同裂解方法所得土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图

### 2.4 沉淀方法的影响

图 5 为不同沉淀方法所得土壤 DNA 模板的 PCR

产物电泳图. PEG 沉淀所需时间较长,且易导致腐植酸沉淀,影响后续 PCR 反应,由图 5 可见,其扩增条带很淡,异丙醇沉淀较适中,扩增条带清晰可见.



M: DNA Marker DL2000;泳道 1—2: PEG 沉淀法的 PCR 结果;泳道 3—4: 异丙醇沉淀法的 PCR 结果.

图 5 不同沉淀方法所得土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图

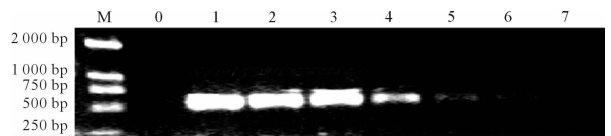
### 2.5 DNA 模板不同稀释度的扩增

紫外分光光度法测定 DNA 溶液的  $A_{230}$ ,  $A_{260}$  及  $A_{280}$ . 以  $A_{260}/A_{280}$  代表 DNA 的纯度与质量,以  $A_{260}/A_{230}$  代表 DNA 中污染腐植酸的程 度. 检测结果见表 1,不同稀释度的土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图见图 6.

表 1 土壤微生物 DNA 分光度检测结果

波长	$A_{230}$	$A_{260}$	$A_{280}$	$A_{260}/A_{230}$	$A_{260}/A_{280}$	产量/ $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$
吸光度	0.091	0.102	0.084	1.122	1.214	68

DNA 初产量为  $68 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ ,图 6 中 DNA 稀释度依次为  $5 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $5 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $2 \times 10^{-3}$ ,  $5 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ . DNA 稀释度达到  $2 \times 10^{-3}$  时仍可以检测到,但扩增条带很淡. 本实验所得 DNA 产量较高,为减少后续分子实验中的干扰因素,尽量提高模板的稀释度,降低腐植酸等杂质对 PCR 反应的影响,故后续的实验均采用  $1 \times 10^{-3}$  的稀释度. 本实验优化的提取方法获得的 DNA 量比较大,所含微生物遗传信息多,有利于对植物病原菌的监测,每克干土所获取的 DNA 量远大于张瑞福<sup>[15]</sup>和 J. Zhou 等<sup>[16]</sup>的研究报道.



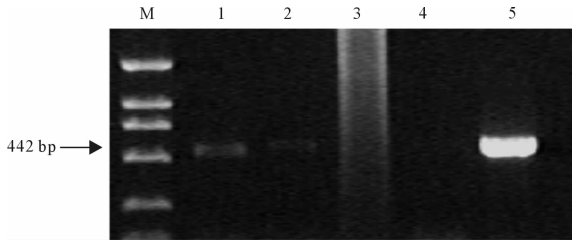
M: DNA Marker DL2000;泳道 0: 空白对照;泳道 1—7 依次为不同稀释度 DNA 样品的 PCR 扩增结果.

图 6 不同稀释度的土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图

### 2.6 特异引物检测植株根围土壤样品

图 7 为特异引物扩增优化前后所得土壤 DNA

模板的 PCR 产物电泳图. 对于瓜蔓枯病, 按照引物 Mn - 1/ Mn - 2, 能够扩增出 442 bp 的特异引物条带. 选取蔓枯病发病植株根围土壤, 分别用优化前和优化后的提取方法进行提取, 获得土壤微生物 DNA, 用 Mn - 1/ Mn - 2 进行 PCR 扩增. 从图 7 可以看出, 优化前的虽然部分样品有条带出现, 但都或淡或弥散, 而优化后的结果非常清晰, 扩增结果也符合瓜蔓枯病特异条带大小.

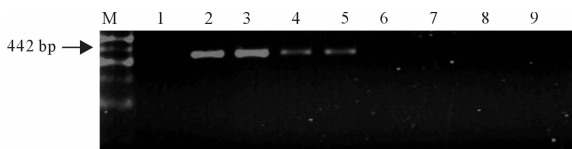


M: DL600 bp 的 Marker, 泳道 1—4: 优化前; 泳道 5: 本试验优化后.

图 7 特异引物扩增优化前后所得土壤 DNA 模板的 PCR 产物电泳图

用引物 Mn - 1/ Mn - 2, 扩增大棚甜瓜根围土壤样品中提取的基因组, 若扩增出该特异条带即表示该样品土壤中含有瓜蔓枯病病原菌. 同样, 对于瓜枯萎病按照引物 Fn - 1/ Fn - 2, 能够扩增出 327 bp 的特异引物条带, 因此如果土壤中提取的基因组也扩增出该特异条带, 即表示该样品土壤中含有瓜枯萎病病原菌.

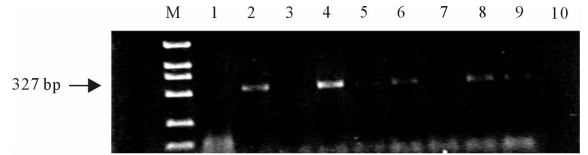
图 8 为蔓枯病特异引物扩增甜瓜根围土壤微生物 DNA 的 PCR 产物电泳图. 从图 8 可以看出, 瓜蔓枯病在 442 bp 有清晰条带出现, 也证明了 PCR 扩增过程成功. 对于从甜瓜植株根部取土壤样品, 用本试验方法提取获得土壤微生物 DNA, 用 Mn - 1/ Mn - 2 扩增, 泳道 4, 5 有较清晰的条带出现, 说明该 2 个样品检测到瓜蔓枯病病原菌, 有可能致使作物发病. 而其余泳道即没有检测到该瓜蔓枯病原菌.



M: DL600 bp Marker, 泳道 1: 阴性对照, 泳道 2—3: 西瓜蔓枯萎病菌 PCR 扩增阳性对照; 泳道 4—9: 不同甜瓜根围土壤样品 DNA 的 PCR 扩增结果.

图 8 蔓枯病特异引物扩增甜瓜根围土壤微生物 DNA 的 PCR 产物电泳图

图 9 为枯萎病特异引物扩增甜瓜根围土壤微生物 DNA 的 PCR 产物电泳图. 从图 9 可以看出, 瓜枯萎病在 327 bp 有清晰条带出现, 也证明了 PCR 扩增过程成功. 对于土壤微生物 DNA 的扩增, 泳道 4 - 6, 8 - 9 有不同亮度的条带出现, 说明该编号样品检测到瓜蔓枯病病原菌, 有可能致使作物发病, 而其余泳道则没有检测到该瓜蔓枯病原菌.



M: DL600 bp Marker, 泳道 1: 阴性对照, 泳道 2: 西瓜枯萎病菌 PCR 扩增阳性对照, 泳道 3—10: 不同甜瓜根围土壤样品 DNA 的 PCR 扩增结果.

图 9 枯萎病特异引物扩增甜瓜根围土壤微生物 DNA 的 PCR 产物电泳图

### 3 结论

本实验在对传统土壤微生物 DNA 提取方法优化的基础上重点比较了几种裂解和洗涤方法, 单个样品操作一般可在 5 h 内完成, 可以不经进一步的纯化步骤即可直接进行后续分子实验, 尤其利于土壤中丝状真菌 DNA 的提取. 优化后的提取方法为: 称取 500 mg 土壤样品, 等重石英砂研磨后添加石英砂振荡, 加 3 mL TENP 洗涤 2 次. 加 3 mL PBS 洗涤 1 次. 加入 3 mL SDS 高盐提取液, 500  $\mu$ L 溶菌酶, 500  $\mu$ L 纤维素酶溶液, 15  $\mu$ L 蛋白酶 K, 振荡 10 min, 37  $^{\circ}$ C 水浴 0.5 h. 加入 125  $\mu$ L 20% SDS 和 0.15 g PVPP, 65  $^{\circ}$ C 水浴 2 h. 离心后上清液加入等体积酚/氯仿/异戊醇抽提 1 次, 等体积氯仿/异戊醇, 抽提 1 次. 上清加入 0.1 倍体积 NaAC, 0.6 倍体积异丙醇沉淀, 乙醇洗涤, 离心晾干, 溶于 100  $\mu$ L TE 缓冲液.

本研究最终建立了优化的微生物 DNA 提取方法, 为开发土壤微生物资源提供了有力工具和借鉴.

#### 参考文献:

[1] Vigdis T, Lise O. Microbial diversity and function in soil: from genes to ecosystems [J]. Ecology and Industrial Microbiology, 2002 (5) :240.

# 烤后烟叶基因组 DNA 提取条件优化

马林<sup>1</sup>, 王广超<sup>1</sup>, 罗昭标<sup>2</sup>, 寇晓腾<sup>1</sup>, 张文龙<sup>1</sup>

(1. 郑州轻工业学院 烟草科学与工程学院, 河南 郑州 450001;

2. 抚州市烟草公司资溪县分公司 烟叶管理部, 江西 抚州 335300)

**摘要:**为解决烤后烟叶基因组 DNA 提取稳定性差的问题,以烤后烟叶为材料,对 CTAB 法提取基因组 DNA 进一步改良优化:对 CTAB 沉淀缓冲液使用量、裂解时间、Tris 平衡酚的处理次数和 RNase 处理时间 4 个影响因素进行单因素优化. 实验结果表明:CTAB 沉淀缓冲液使用 DNA 溶液体积的 1.5 倍、裂解时间 40 min、Tris 平衡酚抽提 1 次和 RNase (10 mg/mL, 1  $\mu$ L) 处理 10 min,能得到主带清晰的烤后烟叶基因组 DNA. 该方法提取得到的烤后烟叶基因组 DNA  $OD_{260}/OD_{280}$  为 1.7 ~ 1.9,  $OD_{260}/OD_{230} > 2.0$ , 35 ng 左右基因组 DNA 即能得到清晰的 RAPD 和 SCAR 图谱,适用于以 PCR 为基础的分子生物学实验.

**关键词:**烤后烟叶;基因组 DNA;DNA 提取;PCR

**中图分类号:**S572 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.014

## The optimization of conditions for the extraction of genomic DNA in flue-cured tobacco

MA Lin<sup>1</sup>, WANG Guang-chao<sup>1</sup>, LUO Zhao-biao<sup>2</sup>, KOU Xiao-teng<sup>1</sup>, ZHANG Wen-long<sup>1</sup>

(1. College of Tobacco Science and Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;

2. Tobacco Management Department, Zixi Branch Fuzhou Tobacco Company, Fuzhou 335300, China)

**Abstract:** The experimental method which improves the CTAB for extracting the genomic DNA in flue-cured tobacco was presented in order to stabilize the extraction of the genomic DNA. Each of the four influencing factors in the CATB, namely, the usage amount of precipitate buffer solution, pyrolysis time, number of processing the Tris phenol and the processing time for RNase were optimized respectively. The results showed that after using CATB precipitate buffer solution with the volume 1.5 times larger than that of the DNA solution with pyrolysis time for 40 min, one-time extraction of the Tris phenol and 10 min processing the Rnase (10 mg/mL, 1  $\mu$ L), a clear main band of the genomic DNA in the flue-cured tobacco could be obtained. The extracted genomic DNA  $OD_{260}/OD_{280}$  was between 1.7 and 1.9.  $OD_{260}/OD_{230}$  was greater than 2.0. In this case, with 35 ng genomic DNA, clear RAPD and SCAR maps could be obtained. The extracted genomic DNA can be applied to the molecular biological experiments.

**Key words:** flue-cured tobacco; genomic DNA; extraction of DNA; PCR

## 0 引言

植物基因组 DNA 提取方法较多,如高盐低 pH 值法、改良 SDS 法、改良 CTAB 法和苯酚法等<sup>[1]</sup>,目前常用改良 CTAB 法,但是不同植物基因组 DNA 的提取步骤不尽相同<sup>[2]</sup>.烟草属于含多酚、多糖、色素和蛋白质等较高的植物,基因组 DNA 提取过程中容易受这些物质的干扰,影响基因组 DNA 的质量和产量<sup>[3]</sup>.因此烟草基因组 DNA 提取常采用的是增加了聚乙烯吡咯烷酮(PVP)和 $\beta$ -巯基乙醇的改良 CTAB 法<sup>[3-6]</sup>.郭兆奎等<sup>[5]</sup>对烤后烟叶基因组 DNA 提取方法进行了对比,确定了改良 CTAB 法作为烤后烟叶基因组 DNA 提取的基本方法.

烤后烟叶基因组 DNA 在经过烘烤高温(68℃左右)之后严重降解,烟叶中高分子化合物转化为低分子化合物,加大了基因组 DNA 分离纯化难度.F. Gadani 等<sup>[7]</sup>建立的改良 CTAB 法提取烤后烟叶基因组 DNA.但检测结果波动较大,特别是对于保存时间较长的烤后烟叶,上述方法很难提取得到主带单一的基因组 DNA.因此,本文拟通过对改良 CTAB 法中 CTAB 沉淀缓冲液使用量、裂解时间、Tris 平衡酚的处理次数和 RNase 处理时间等主要影响因素进行单因素优化,并通过 PCR 检测基因组 DNA 的可用性,建立稳定的适合 PCR 分析的烤后烟叶基因组 DNA 提取技术,以期对烟草转基因检测和病原检测等工作中烤后烟叶基因组 DNA 提取提供新的实用方法.

## 1 实验

### 1.1 材料

烤后烟叶红花大金元, K326, NC102, NC297, 云烟 85, 云烟 87 和云烟 97, 均为 2009 年产, 由红云红河烟草(集团)有限责任公司提供.

Tris、EDTA、EDTA2Na、NaCl、CTAB、PVP、 $\beta$ -巯基乙醇、三氯甲烷、异戊醇、无水乙醇、溴化乙锭、琼脂糖等试剂为分析纯, 天津大茂化学试剂厂产; Tris 平衡酚和 RNase, 上海生工生物工程技术有限公司产; Taq 酶和 250 bp DNA ladder marker, 宝生物工程(大连)有限公司产; dNTP, 美国 Promega 公司产.

RAPD 引物 L34: CCACAGCAGT; SCAR 引物 S-1: CCACAGCAGTAACAGCAGGA/S-2: CCACAGCAGTCTGATATTGGATG, 扩增产物大小为 313 bp,

均由上海生工生物工程技术有限公司合成.

0.75 × CTAB 提取缓冲液: pH = 8.0, 含 7.5 g/L CTAB, 1.4 mol/L NaCl, 0.1 mol/L Tris, 0.02 mmol/L EDTA2Na, 2% PVP 和 2%  $\beta$ -巯基乙醇; CTAB 沉淀缓冲液: pH = 8.0, 含 5 g/L CTAB, 0.01 mol/L EDTA, 0.5 mol/L Tris, 0.04 mol/L NaCl.

### 1.2 仪器

PCR 仪, Vetiti 型, Applied Biosystems 公司产; 离心机, MicroCL17 型, Thermo Electron Corporation 公司产; 紫外分光光度计, T6 新世纪, 北京普析通用有限责任公司产; 凝胶成像分析系统, Mini Bis Pro 型, 以色列 DNR 凝胶成像系统有限公司产.

### 1.3 实验方法

**1.3.1 烤后烟叶基因组 DNA 提取方法** CTAB 法步骤: 1) 向盛有样品(0.15 g)的 1.5 mL 离心管中, 加 700  $\mu$ L 0.75 × CTAB 提取缓冲液, 混匀, 65℃ 温浴 10 min 以上; 2) 加入 700  $\mu$ L 三氯甲烷/异戊醇(24:1), 混匀, 12 000 r/min 离心 5 min; 3) 取上清, 加 1/10 体积 10% CTAB 提取缓冲液, 再加入等体积三氯甲烷/异戊醇(24:1), 混匀, 12 000 r/min 离心 5 min; 4) 取上清, 加 1.0 倍体积的 CTAB 沉淀缓冲液, 混匀, 12 000 r/min 离心 15 min; 5) 弃上清, 加 100  $\mu$ L 高盐 TE, 65℃ 温浴 10 min; 6) 加入 2.0 倍体积冷的无水乙醇, -20℃ 下静置 30 min; 7) 12 000 r/min 离心 15 min, 沉淀溶于 50  $\mu$ L 超纯水中, 4℃ 保存备用.

改进并优化方法: 选用烤后烟叶 K326(2009)为材料, 增加 RNase 处理和 Tris 平衡酚处理步骤. 针对 CTAB 沉淀缓冲液使用量、样品裂解(65℃ 温浴)时间、Tris 平衡酚处理次数和 RNase 处理时间 4 个因素进行单因素优化.

1) 在上述方法的基础上, 对 CTAB 沉淀缓冲液使用量设 3 个梯度, 分别是 DNA 溶液体积的 1.0 倍, 1.5 倍, 2.0 倍, 其他条件不变.

2) 在上述方法的基础上, 对样品 65℃ 温浴时间设 20 min, 30 min, 40 min, 50 min 4 个梯度, 采用优化后的 CTAB 沉淀缓冲液使用量, 其他条件不变.

3) 在上述方法步骤后增加等体积 Tris 平衡酚抽提步骤, 分别抽提 0 次, 1 次, 2 次, 3 次. 采用优化后的 CTAB 沉淀缓冲液使用量和样品裂解时间, 并在 Tris 平衡酚抽提后再用等体积三氯甲烷/异戊醇(24:1)抽提 1 次除去痕量酚, 其他条件不变.

4) 在等体积 Tris 平衡酚抽提后增加 RNase 水

解步骤,加入 1  $\mu\text{L}$  RNase(10 mg/mL),在 37  $^{\circ}\text{C}$  分别处理 0 min,10 min,20 min,30 min,40 min,采用优化后的 CTAB 沉淀缓冲液使用量、样品裂解时间和等体积 Tris 平衡酚抽提次数,其他条件不变。

**1.3.2 基因组 DNA 紫外与电泳分析** 基因组 DNA 纯度和浓度检测:样品稀释 50 倍后在紫外分光光度计上测定  $\text{OD}_{230}$ ,  $\text{OD}_{260}$ ,  $\text{OD}_{280}$ , 计算  $\text{OD}_{260}/\text{OD}_{280}$ ,  $\text{OD}_{260}/\text{OD}_{230}$  和 DNA 浓度。

琼脂糖凝胶检测:点样量 7  $\mu\text{L}$ ,1% 琼脂糖凝胶,在 1  $\times$  TAE 缓冲液中,90 V 条件下电泳 30 min,EB 染色后在凝胶成像仪上成像,并分析基因组 DNA 完整性。

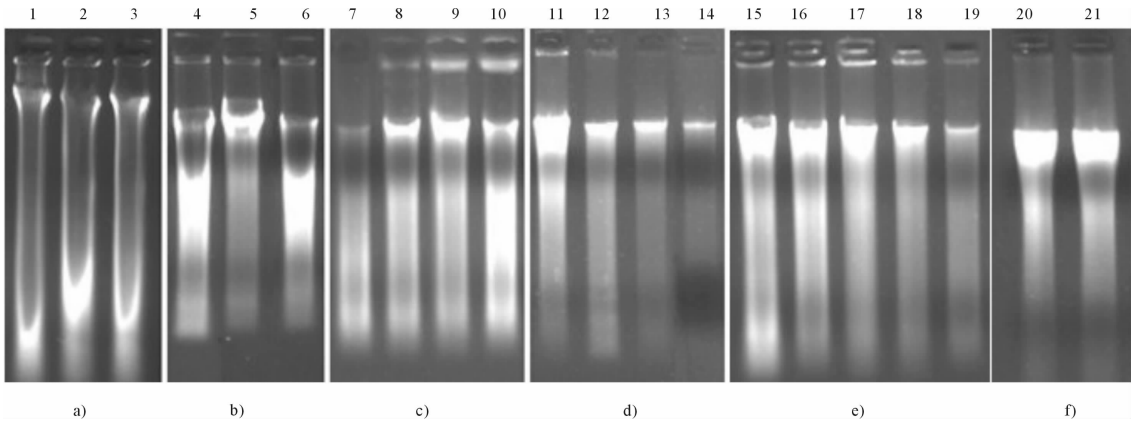
**1.3.3 基因组 DNA PCR 分析** RAPD-PCR 分析采用文献[8]中所述方法。SCAR-PCR 分析采用 20  $\mu\text{L}$  反应体系,包括 50 ng/ $\mu\text{L}$  DNA 模板 0.7  $\mu\text{L}$ ,

10  $\times$  PCR Buffer 2  $\mu\text{L}$ , 25 mmol/L  $\text{MgCl}_2$  1.6  $\mu\text{L}$ , 10 mmol/L dNTP 1  $\mu\text{L}$ , 10  $\mu\text{mol/L}$  上下游各 0.5  $\mu\text{L}$ , 5 U/ $\mu\text{L}$  Taq 0.5  $\mu\text{L}$ , ddH<sub>2</sub>O 13.2  $\mu\text{L}$ 。反应程序为:94  $^{\circ}\text{C}$  预变性 6 min;94  $^{\circ}\text{C}$  变性 50 s,58  $^{\circ}\text{C}$  退火 20 s,72  $^{\circ}\text{C}$  延伸 30 s,反应 35 个循环;然后于 72  $^{\circ}\text{C}$  下延伸 6 min,4  $^{\circ}\text{C}$  保温。扩增产物用 1  $\times$  TAE,2.0% 的琼脂糖凝胶,在 100 V 稳定电压下电泳 40 min,凝胶成像系统,拍照分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 烤后烟叶基因组 DNA 提取条件优化结果分析

图 1 为烤后烟叶基因组 DNA 电泳检测图。表 1 为不同提取方法对烤后烟叶基因组 DNA 纯度和产量的影响。



a) 为优化前提取烤后烟叶基因组 DNA 效果,1—3 为 3 次重复实验;b) 为 CTAB 沉淀缓冲液使用量优化结果,4—6 为 CTAB 沉淀缓冲液使用量分别为 DNA 溶液量的 1.0 倍,1.5 倍,2.0 倍;c) 为样品裂解时间优化结果,7—10 为裂解时间,分别为 20 min,30 min,40 min,50 min;d) 为酚处理次数优化结果,11—14 为酚处理次数分别为 0 次,1 次,2 次,3 次;e) 为 RNase 处理时间优化结果,15—19 为 RNase 处理时间分别为 0 min,10 min,20 min,30 min,40 min;f) 为优化后提取烤后烟叶基因组 DNA 效果,20—21 为 2 次重复实验。

图 1 烤后烟叶基因组 DNA 电泳检测

表 1 不同提取方法对烤后烟叶基因组 DNA 纯度和产量的影响

提取方法	$\text{OD}_{280}$	$\text{OD}_{260}$	$\text{OD}_{230}$	$\text{OD}_{260}/\text{OD}_{230}$	$\text{OD}_{260}/\text{OD}_{280}/(\text{ng} \cdot \mu\text{L}^{-1})$	DNA 浓度
优化前	0.150	0.287	0.156	1.840	1.916	718.333
优化后	0.081	0.153	0.073	2.096	1.897	382.500

由图 1a) 可看出,优化前 CTAB 法提取得到的烤后烟叶基因组 DNA 主带不清晰,拖尾严重,点样孔不干净,并且存在弥散现象。分析其纯度(见表 1), $\text{OD}_{260}/\text{OD}_{280} > 1.9$ ,  $\text{OD}_{260}/\text{OD}_{230} < 2.0$ ,说明含有大量的 RNA、多糖、蛋白质和盐类等物质。因此,为了得到主带清晰的烤后烟叶基因组 DNA,还需要对改良 CTAB 法进行优化,以除去 RNA 和蛋白质、多

糖等杂质。

由图 1b) 可看出,当 CTAB 沉淀缓冲液使用量为 DNA 溶液体积的 1.5 倍时,基因组 DNA 主带清晰,但仍存在拖尾和弥散现象,点样孔仍有残留,还需进行进一步纯化。而当 CTAB 沉淀缓冲液使用量为 DNA 溶液体积的 1.0 倍和 2.0 倍时,基因组 DNA 完整性较差,与优化前 CTAB 法效果一致。因此,对于烤后烟叶基因组 DNA 的提取,CTAB 沉淀缓冲液使用量以 DNA 溶液体积的 1.5 倍为宜。

由图 1c) 可看出,当裂解时间在 20 ~ 40 min 内增加时,提取得到的基因组 DNA 主带亮度增加;当裂解时间为 50 min 时,小片段 DNA 浓度增加,主带含量减少。且随着裂解时间增加,点样孔残留物增

加,说明随着裂解时间的增加,细胞裂解程度加大,但是进入 DNA 溶液中的杂质含量也随之增加.因此,裂解时间以 40 min 为宜.

由图 1d)可知,在使用等体积 Tris 平衡酚抽提 1 次后蛋白质去除效果明显,点样孔基本无残留,但拖尾现象仍然严重.而随着等体积 Tris 平衡酚抽提次数的增加,拖尾现象有所减轻,但是基因组 DNA 主带亮度也明显减弱.这说明随着处理步骤的增加,DNA 损失量也在增加,拖尾物质为 RNA 和 DNA 碎片.因此,等体积 Tris 平衡酚抽提次数以 1 次为宜.

由图 1e)可知,用 RNase 在 37 °C 处理 10 min 之后,RNA 降解完全,拖尾现象得到有效解决;而随着处理时间的增加,基因组 DNA 主带亮度也明显减弱.因此,RNase 在 37 °C 处理以 10 min 为宜.

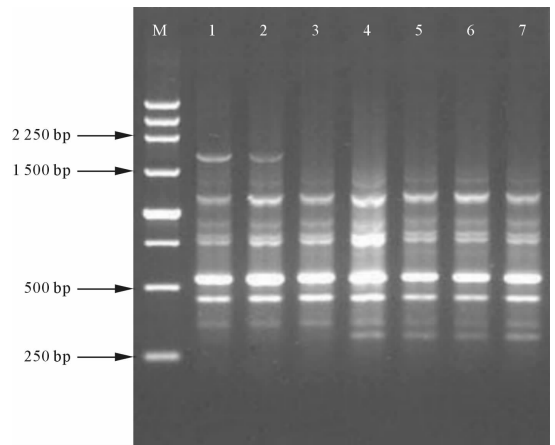
由图 1f)和表 1 可知,优化后的 CTAB 法提取烤后烟叶基因组 DNA 主带清晰, $OD_{260}/OD_{280}$  为 1.7 ~ 1.9, $OD_{260}/OD_{230} > 2.0$ ,说明纯度较好,且浓度达到 382.500 ng/ $\mu$ L.

## 2.2 烤后烟叶基因组 DNA,PCR 结果分析

为考察优化后用 CTAB 法提取的烤后烟叶基因组 DNA 的可用性,采用 RAPD 引物 L34 和 SCAR 引物 S-1/S-2 进行 PCR 扩增.图 2 为烤后烟叶基因组 DNA RAPD-PCR 扩增结果.由图 2 可知,RAPD 引物 L34 在 7 个烤后烟叶品种基因组 DNA 中扩增条带大小在 250 ~ 2 000 bp 之间,并且有 2 条特异性条带,1 800 bp 左右条带只在红花大金元和 K326 中有扩增,300 bp 左右条带在红花大金元、K326 和 NC102 中没有扩增. SCAR 引物 S-1/S-2 是根据 RAPD 引物扩增的 300 bp 左右条带序列而设计的.图 3 为烤后烟叶基因组 DNA SCAR-PCR 扩增结果.由图 3 可知,SCAR 引物 S-1/S-2 在烤后烟叶 NC297,云烟 85,云烟 87 和云烟 97 基因组 DNA 中扩增出清晰的 313 bp 条带.因此,优化后 CTAB 法得到的烤后烟叶基因组 DNA 可直接用于 PCR 扩增,DNA 用量仅为 35 ng 左右,在合适的反应体系中,可满足 RAPD 和 SCAR 标记对模板 DNA 的要求.

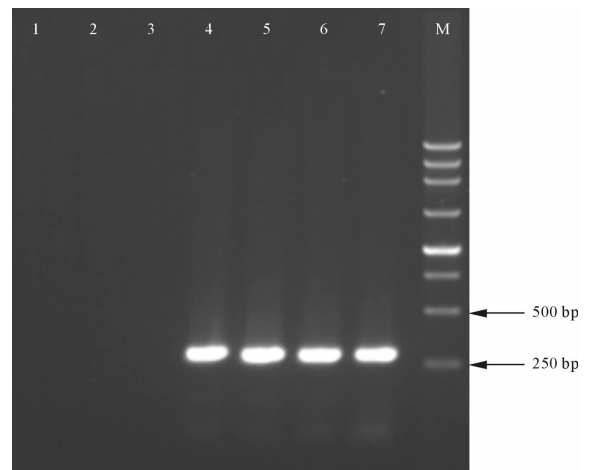
## 2.3 基因组 DNA 的浓度及纯度影响因子分析

基因组 DNA 的浓度(DNA 产量)在很大程度上取决于烟叶细胞的破碎程度.本研究发现,样品在 65 °C 水浴裂解细胞时,裂解时间太长会导致部分 DNA 降解.在 DNA 提取过程中,蛋白质的去除十分关键.由于苯酚能破坏蛋白质的二级结构,使蛋白质



1. 红花大金元;2. K326;3. NC102;4. NC297;5. 云烟 85;6. 云烟 87;7. 云烟 97;M, M, 250 bp DNA ladder marker

图 2 烤后烟叶基因组 DNA RAPD-PCR 扩增结果



1. 红花大金元;2. K326;3. NC102;4. NC297;5. 云烟 85;6. 云烟 87;7. 云烟 97;M, M, 250 bp DNA ladder marker

图 3 烤后烟叶基因组 DNA SCAR-PCR 扩增结果

变性并从溶液中沉淀出来<sup>[9]</sup>,但是苯酚会对后续实验产生影响,因此本方法中增加了三氯甲烷/异戊醇(24:1)抽提步骤,利用三氯甲烷萃取 DNA 中的痕量酚.有文献报道在使用 RNase 消化 RNA 之后,用异丙醇等沉淀 DNA 会破坏 RNase 的活性<sup>[10]</sup>,而本研究通过电泳观察发现,1  $\mu$ L RNase(10 mg/mL)的存在对 TE 中的 DNA 基本无影响,这与黄萱等<sup>[11]</sup>的报道一致. GB/T 24310—2009<sup>[12]</sup>改良 CTAB 法中建议 CTAB 沉淀缓冲液使用量为 DNA 溶液体积的 1.0 倍,而 F. Gadani 等<sup>[7]</sup>建议 CTAB 沉淀缓冲液使用量为 DNA 溶液体积的 1.0 倍或者 1.5 倍,本研究通过单因素实验发现 1.0 倍或者 2.0 倍都容易沉淀出小片段 DNA,而 1.5 倍最适宜,提取 DNA 的主带最清晰.

### 3 结论

通过对改良 CTAB 法的 CTAB 沉淀缓冲液使用量、裂解时间、Tris 平衡酚的处理次数和 RNase 处理时间 4 个主要影响因素进行单因素优化. 实验结果表明: CTAB 沉淀缓冲液使用 DNA 溶液体积的 1.5 倍、裂解时间 40 min、Tris 平衡酚的抽提 1 次和 RNase(10 mg/mL, 1  $\mu$ L) 处理 10 min, 能得到主带清晰、纯度良好并适合用于 PCR 分析的烤后烟叶基因组 DNA.

### 参考文献:

- [1] 张英, 柏干荣, 黄明辉, 等. 植物基因组 DNA 提取方法的评析与验证[J]. 药品评价, 2004, 1(4): 292.
- [2] 魏志刚, 王艳敏, 杨传平. 松科植物基因组总 DNA 提取方法的比较[J]. 生物技术通讯, 2007, 18(2): 263.
- [3] 邓力超, 邱道寿, 屠乃美, 等. PVP 对烟草基因组 DNA 提取的影响[J]. 广东农业科学, 2009(5): 37.
- [4] 梁景霞, 祁建民, 吴为人, 等. 烟草 DNA 的提取与 SRAP 反应体系的建立[J]. 中国烟草学报, 2005, 11(4): 33.

- [5] 郭兆奎, 万秀清, 魏继承, 等. 适于 PCR 分析的烤后烟叶 DNA 提取方法的研究[J]. 中国烟草科学, 1999(4): 5.
- [6] Sarala K, Rao R V S. Genetic diversity in Indian FCV and burley tobacco cultivars [J]. J of Genetics, 2008, 87(2): 159.
- [7] Gadani F, Ward M, Guo Z K, et al. Report of the COREST task force genetically modified tobacco: detection methods [J]. Coresta Bulletin, 1999(4): 77.
- [8] 马林, 毛华, 李元实, 等. 烤后烟叶 RAPD 反应体系优化研究[J]. 郑州轻工业学院学报: 自然科学版, 2010, 25(1): 1.
- [9] 王齐红, 黄骥, 张红生. 一种快速微量提取植物叶片 DNA 的方法[J]. 生物技术通讯, 2004, 15(5): 479.
- [10] 王关林, 方宏筠. 植物基因工程[M]. 北京: 科学出版社, 2002: 742-744.
- [11] 黄莹, 高丽美, 张永彦, 等. 一种优化的植物总 DNA 提取方法[J]. 西北作物学报, 2004, 24(6): 1103.
- [12] GB/T 24310—2009, 烟草及烟草制品转基因检测方法[S].

(上接第 58 页)

- [2] Bertrand H, Poly F, Van V T, et al. High molecular weight DNA recovery from soils prerequisite for biotechnological metagenomic library construction[J]. Journal of Microbiological Methods, 2005(62): 1.
- [3] Thakuria D, Schmidt O, Siurtaim M M. Importance of DNA quality in comparative soil microbial community structure analyses [J]. Soil Biology & Biochemistry, 2008(40): 1390.
- [4] 吴敏娜, 张惠文, 李新宇, 等. 提取北方土壤真菌 DNA 的一种方法[J]. 生态学杂志, 2007, 26(4): 611.
- [5] Kirk J L, Beaudette L A, Hart M, et al. Methods of studying soil microbial diversity [J]. Journal of Microbiological Methods, 2004(58): 169.
- [6] Sessitsch, Hackl E, Wenzl P, et al. Diagnostic microbial microarrays in soil ecology [J]. New Phytologist, 2006(171): 719.
- [7] Cao C, Yang M, Xu X J, et al. Technologies of extraction and purification of microbial total DNA from a meadow soil [C]//Remote Sensing Environment and Transportation Engineering (RSETE), Nanjing: IEEE, 2011: 7215-7218.
- [8] Smalla K, Cresswell N, Mendonca Hagler L C, et al. Rapid DNA extraction protocol from soil for polymerase chain reaction mediated amplification[J]. J Appl Microbiol, 1993, 74(1): 78.
- [9] Miller D N, Bryant J E, Madsen E L, et al. Evaluation and

optimization of DNA extraction and purification procedures for soil and sediment samples [J]. Appl Environ Microbiol, 1999, 65(47): 15.

- [10] Volossiorik T, Jane Robb E, Nazar Ross N. Direct DNA extraction for PCR-mediated assays of soil organisms [J]. Appl Environ Microbiol, 1995, 61(11): 3972.
- [11] Agnelli A, Ascher J, Corti G, et al. Distribution of microbial communities in a forest soil profile investigated by microbial biomass soil respiration and DGGE of total and extracellular DNA [J]. Soil Biology & Biochemistry, 2004, 36: 859.
- [12] Hawksworth D L, Rossman A Y. Where are all the undescribed fungi? [J]. Phytopathology, 1997(87): 888.
- [13] Lamontagne M G, Michel Jr F C. Evaluation of extraction and purification methods for obtaining PCR-amplifiable DNA from compost for microbial community analysis [J]. Journal of Microbiological Methods, 2002, 49: 255.
- [14] Zhang Z, Zhang J, Wang Y, et al. Molecular detection of *Fusarium oxysporum* f. sp. *niveum* and *Mycosphaerella melonis* in infected plant tissues and soil [J]. FEMS Microbiology Letters, 2005, 249: 39.
- [15] 张瑞福, 曹慧, 崔中利, 等. 土壤微生物总 DNA 的提取和纯化[J]. 微生物学报, 2003, 43(2): 276.
- [16] Zhou J, Bruns M A, Tiedie J M. DNA recovery from soils of diverse composition [J]. Appl Environ Microbiol, 1996, 62(4): 326.

# 3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮的合成及在线热裂解研究

李石头, 李山, 王莹莹, 贾春晓, 毛多斌

(郑州轻工业学院烟草科学与工程学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**对3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮的合成及在线热裂解进行了研究.以异亚丙基丙酮、乙酰乙酸乙酯为原料,经Michael加成和Robinson环合得到2,6,6-三甲基-4-氧代-2-环己烯-1-羧酸乙酯;再经乙二醇缩酮化、水解、 $\text{NaBH}_4$ 还原得到2,6,6-三甲基-4-羟基-1-环己烯-1-羧酸乙酯;最后经与烯丙基锂反应得到目标产物3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮.对目标产物结构进行了GC-MS,IR,LC-ESI-MS, $^1\text{H}$  NMR, $^{13}\text{C}$  NMR表征.在线热裂解GC-MS,分析结果表明,3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮在300℃基本不裂解,在600℃,750℃,900℃能裂解出 $\beta$ -大马酮、异佛尔酮等重要烟草香味物质.

**关键词:**3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮;合成;热裂解

中图分类号:TQ655;TS264.3 文献标志码:A DOI:10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.015

## Synthesis of 3-hydroxy- $\beta$ -damascone and its pyrolysis analysis

LI Shi-tou, LI Shan, WANG Ying-ying, JIA Chun-xiao, MAO Duo-bin

(College of Tobacco Science and Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China)

**Abstract:** The synthetic technology of 3-hydroxy- $\beta$ -damascone and its pyrolysis analysis were performed. Firstly ethyl 2,6,6-trimethyl-4-oxo-2-cyclohexene-1-carboxylate was obtained by reactions of Michael addition and Robinson cyclization with mesityl oxide and ethyl acetoacetate as starting materials, then it was ketalized with ethylene glycol, and was hydrolyzed and reduced by sodium borohydride to afford ethyl 2,6,6-trimethyl-4-hydroxy-1-cyclohexene-1-carboxylate, finally the obtained compound was coupled with allyl-lithium to give the title compound 3-hydroxy- $\beta$ -damascone. The structure of 3-hydroxy- $\beta$ -damascone was characterized by GC-MS, IR, LC-ESI-MS,  $^1\text{H}$  NMR, and  $^{13}\text{C}$  NMR. The pyrolysis results of 3-hydroxy- $\beta$ -damascone showed that it could hardly be pyrolyzed at 300℃, but could be pyrolyzed at 600℃, 750℃, 900℃ to produce  $\beta$ -damascenone, isophorone, etc, which are important flavoring compositions in tobacco.

**Key words:** 3-hydroxy- $\beta$ -damascone; synthesis; pyrolysis

## 0 引言

(2,6,6-三甲基-4-羟基-1-环己烯-1-基)

-2-丁烯-1-酮,是一种重要的天然致香成分,存

3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮的化学名称为1- 在于烟草<sup>[1-3]</sup>、葡萄酒<sup>[4]</sup>等天然体系中.目前,国内

收稿日期:2013-02-24

作者简介:李石头(1986—),男,河南省平顶山市人,郑州轻工业学院硕士研究生,主要研究方向为烟草化学与香精香料.

通信作者:毛多斌(1962—),男,河南省南阳市人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为烟草化学与香精香料.



外研究主要集中在对其在天然产物中的提取、分离和分析方面<sup>[5]</sup>,而对其合成仅见 T. Yasuko 等<sup>[6]</sup>的报道,对其热裂解研究尚未见有文献报道. 研究 3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮合成及裂解对于烟草香味物质的开发具有重要价值<sup>[7-8]</sup>. 本文拟以价廉的异亚丙基丙酮和乙酰乙酸乙酯为起始原料<sup>[9]</sup>,在文献<sup>[6]</sup>报道基础上,采用改进的技术路线和工艺,用五步法合成得到目标产物,并对产物进行在线热裂解分析.

## 1 实验

### 1.1 试剂及仪器

药品与试剂:异亚丙基丙酮,乙酰乙酸乙酯(CP),国药集团化学试剂有限公司产;乙二醇(CP),天津科密欧试剂有限公司产;烯丙基苯基醚(AR),百灵威科技有限公司产;金属锂(CP),成都西亚试剂有限公司产;其余试剂均为国产化学纯.

仪器:Thermo Fisher Scientific LTQ XL 液相色谱-质谱联用仪,美国 Thermo 公司产;DPX-400 (400 Hz)核磁共振波谱仪,德国 Bruker 公司产;红外光谱仪(FT-IR),T5700 美国 Nicole 公司产;Agilent GC6890-MS5973N 型气相色谱-质谱联用仪,美国 Agilent 公司产;CDS 5000 热裂解仪,美国 CDS 公司产;配备热裂解专用石英管等.

### 1.2 合成操作方法

**1.2.1 2,6,6-三甲基-4-氧代-2-环己烯-1-羧酸乙酯的合成** 在 250 mL 的三口烧瓶中加入异亚丙基丙酮 19.6 g 和乙酰乙酸乙酯 26.0 g,催化剂氯化锌 4.1 g,苯和正庚烷各 80 mL,加热至 110 °C 在搅拌条件下回流反应 48 h,反应过程中产生的水从分水器中分离,反应混合物冷却,依次用 5% 的 NaHCO<sub>3</sub> 溶液 50 mL、饱和食盐水(100 mL × 3)、水(100 mL × 2)洗涤,分离有机层并用无水 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 干燥、过滤,旋蒸除去有机溶剂,得到浅黄棕色的油状液体,减压蒸馏收集 76 ~ 77 °C (26.6 Pa) 的馏分,得产物 23.5 g,产率为 56%. 经 GC-MS, IR 表征,产物结构为 2,6,6-三甲基-4-氧代-2-环己烯-1-羧酸乙酯.

**1.2.2 2,6,6-三甲基-4-氧代-1-环己烯-1-羧酸乙酯缩酮的合成** 在 250 mL 三口烧瓶中加入 2,6,6-三甲基-4-氧代-2-环己烯-1-羧酸乙酯 10.0 g,乙二醇 29.7 g,对甲苯磺酸 0.35 g,苯 150 mL 在搅拌条件下加热回流 24 h,反应过程中产

生的水从分水器中分离,反应混合物冷却,依次用 5% 的 NaHCO<sub>3</sub> 溶液(50 mL × 2)、饱和食盐水(80 mL × 3)、水(80 mL × 2)洗涤,无水 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 干燥、过滤,旋蒸除去有机溶剂得到黄棕色的油状液体,硅胶柱分离纯化(正己烷:乙醚为 7:4). 得到 9.7 g,产率 80%. 经 GC-MS, IR 表征,产物结构为 2,6,6-三甲基-4,4-乙二氧基-1-环己烯-1-羧酸乙酯.

**1.2.3 2,6,6-三甲基-4-羟基-1-环己烯-1-羧酸乙酯的合成** 把分离纯化的 2,6,6-三甲基-4,4-乙二氧基-1-环己烯-1-羧酸乙酯 8.0 g 加入到 150 mL 烧瓶中,然后加入 70% 的 HClO<sub>4</sub>: THF: H<sub>2</sub>O 为 2:3:1 的混合液 72 mL. 在 5 °C 的条件下水解 4 min,往混合物中加入 5% 的 NaHCO<sub>3</sub> 溶液洗涤至中性,用乙醚萃取有机相,无水 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 干燥,旋蒸除掉有机溶剂得到产物 2,6,6-三甲基-4-氧代-1-环己烯-1-羧酸乙酯. 不经纯化直接加入到 250 mL 的圆底烧瓶中,加入甲醇 80 mL,在 0 °C 的条件下加入 3 摩尔当量的 NaBH<sub>4</sub> 还原, TLC 监控,搅拌反应 4 h. 加入 15 mL 水淬灭,混合物旋蒸除去有机溶剂,乙醚萃取,无水 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 干燥、过滤,旋蒸除去有机溶剂,硅胶柱纯化(正己烷:乙醚为 2:1)得到 4.8 g 产物,产率为 72%. 经 GC-MS, IR 表征,产物结构为 2,6,6-三甲基-4-羟基-1-环己烯-1-羧酸乙酯.

**1.2.4 3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮的合成** 在氮气保护下往 250 mL 的三口烧瓶中加入新蒸并用金属 Na 干燥的 THF 50 mL,加新切的金属锂 4.2 g,磁力搅拌,把 6.7 g 烯丙基苯基醚溶解在 25 mL 乙醚中,逐滴加入锂的悬浮液中,在 -20 °C 下搅拌反应,待溶液变为砖红色时撤去冷酒精浴继续反应 30 min 得到烯丙基锂<sup>[10]</sup>, 2.5 g 产物 2,6,6-三甲基-4-羟基-1-环己烯-1-羧酸乙酯溶解在 10 mL 重蒸的 THF 中,在氮气保护下加入到烯丙基锂的烧瓶中,在 -15 °C 下搅拌反应 5 h,反应结束后加入 50 mL 水振荡,混合物用乙醚(50 mL × 3)萃取,合并有机层用饱和食盐水洗涤至中性,无水 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 干燥、过滤、旋蒸除去有机溶剂,硅胶柱分离纯化(正己烷:乙醚为 1:2),得到淡黄色油状液体 0.74 g,产率 30%. 经 LC-ESI-MS, IR 和 NMR 表征,产物结构为 1-(2,6,6-三甲基-4-羟基-1-环己烯-1-基)-2-丁烯-1-酮,即 3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮.

### 1.3 仪器操作方法

气相色谱条件: HP-5MS 毛细管色谱柱 (30 m × 250 μm × 0.25 μm); 采用程序升温: 初温 80 °C 延时 2 min, 以 5 °C/min 升至 280 °C 保持 10 min; 进样口温度为 250 °C; 载气为高纯氮, 流速 1 mL/min; 进样量 1.0 μL, 分流比 10:1.

质谱条件: 电离方式为电子轰击, EI 源电子能量 70 eV, 离子源温度 230 °C, 四极杆温度为 150 °C, 电子倍增器电压 1.788 kV; 质量扫描范围 30 ~ 550 mu.

在线热裂解: 用液体进样针 (10 μL) 吸取 0.5 μL 3-羟基-β-二氢大马酮样品, 注入中空石英管中, 两端塞入石英棉, 置于热裂解仪的裂解头加热丝中, 裂解的初始温度为 40 °C, 以 20 °C/ms 的升温速率升到 300 °C, 600 °C, 750 °C, 900 °C, 持续 10 s. 在氦气氛围中, 裂解产物导入 GC-MS 分析.

## 2 结果与讨论

### 2.1 合成路线与工艺改进

经系统文献检索, 本文目标产物的合成仅见 Yasuko Tsujino 等<sup>[6]</sup>的报道, 其工艺路线是以 2,6,6-三甲基-4-氧代-2-环己烯-1-羧酸乙酯为原料, 通过缩酮化、水解使其环上双键异构, 然后还原, 最后用烯丙基锂进攻酯键得到目标产物.

该方法存在 2 个问题, 其一, 合成所使用的原料为国内非市售原料. 其二, 合成过程采用 LiAlH<sub>4</sub> 做还原剂, 还原选择性弱, 容易把侧链上的酯羰基还原, 生成副产物较多, 目标产物产率低. 对此本文做了 2 方面改进: 1) 采用更为廉价易得的异亚丙基丙酮和乙酰乙酸乙酯为起始原料; 2) 采用选择还原性强的 NaBH<sub>4</sub> 做还原剂<sup>[11]</sup> 替代 LiAlH<sub>4</sub>. 其结果: 在同样的反应条件下, 合成 2,6,6-三甲基-4-羟基-

1-环己烯-1-羧酸乙酯的产率由原来的 60% 提高到 72%. 改进后技术路线如图 1 所示.

### 2.2 产物结构表征

**2.2.1 2,6,6-三甲基-4-氧代-2-环己烯-1-羧酸乙酯的表征** IR 数据 ( $v/cm^{-1}$ ): 2 965  $cm^{-1}$ , 2 874  $cm^{-1}$ , 1 731  $cm^{-1}$ , 1 669  $cm^{-1}$ , 1 638  $cm^{-1}$ , 1 444  $cm^{-1}$ , 1 372  $cm^{-1}$ , 1 152  $cm^{-1}$ . 其中 2 965  $cm^{-1}$ , 2 874  $cm^{-1}$  为饱和烃基 C—H 的伸缩振动; 1 444  $cm^{-1}$  为与氧相连的—CH<sub>3</sub> 的 C—H 的弯曲振动; 1 731  $cm^{-1}$  为 C=O 的特征吸收峰, 说明该产物的侧链上酯羰基的存在; 1 669  $cm^{-1}$  为 C=C 的伸缩振动峰; 1 638  $cm^{-1}$  为六元环上共轭的酮羰基吸收峰, 这与文献报道吻合<sup>[7]</sup>. 在此基础上 GC-MS 分析显示为单一物质, 质谱数据 ( $m/z$ ): 210, 195, 182, 165, 149, 139, 137, 123, 67. 其中 210 为分子离子峰. 综合分析确定所得产物为 2,6,6-三甲基-4-氧代-2-环己烯-1-羧酸乙酯.

**2.2.2 2,6,6-三甲基-4-氧代-1-环己烯-1-羧酸乙酯的表征** GC-MS 分析显示为单一物质, 质谱数据 ( $m/z$ ): 210, 195, 182, 168, 165, 154, 149, 139, 137, 126, 123, 109, 98. 其中 210 为分子离子峰, 与文献报道一致<sup>[6]</sup>, 确定其为产物 2,6,6-三甲基-4-氧代-1-环己烯-1-羧酸乙酯.

**2.2.3 2,6,6-三甲基-4-羟基-1-环己烯-1-羧酸乙酯的表征** IR 数据 ( $v/cm^{-1}$ ): 3 451  $cm^{-1}$ , 2 964  $cm^{-1}$ , 2 873  $cm^{-1}$ , 1 730  $cm^{-1}$ , 1 668  $cm^{-1}$ , 1 444  $cm^{-1}$ , 1 372  $cm^{-1}$ , 1 319  $cm^{-1}$ , 1 249  $cm^{-1}$ , 1 152  $cm^{-1}$ , 1 038  $cm^{-1}$ , 其中 3 451  $cm^{-1}$  为—OH 伸缩振动峰; 1 444  $cm^{-1}$ , 1 372  $cm^{-1}$  为与氧相连的—CH<sub>2</sub> 的 C—H 的弯曲振动, 再结合 1 249  $cm^{-1}$  的 C—O—C 反对称伸缩振动及 1 152  $cm^{-1}$  的 C—O—C 对称伸

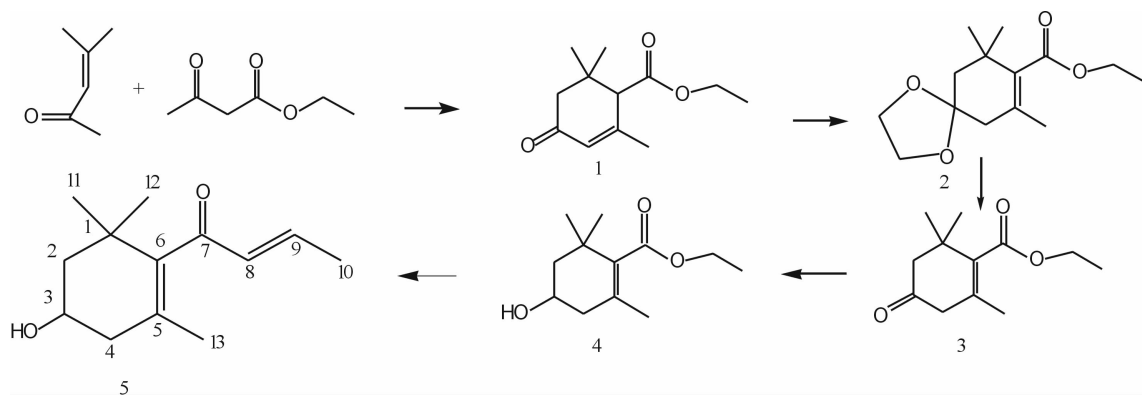


图 1 3-羟基-β-二氢大马酮的合成路线

缩振动,认为分子中有酯基(COOR)存在,即侧链酯基的C=O并没有被还原,从而说明环上C=O被还原.在此基础上GC-MS分析显示为单一物质,质谱数据( $m/z$ ):212,197,179,167,151,139,121,107,95.其中212是分子离子峰.与产物2,6,6-三甲基-4-氧代-2-环己烯-1-羧酸乙酯比较,结合分析确定其为产物2,6,6-三甲基-4-羟基-1-环己烯-1-羧酸乙酯.

**2.2.4 3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮的表征** IR数据( $\nu/\text{cm}^{-1}$ ):3 367  $\text{cm}^{-1}$ ,2 923  $\text{cm}^{-1}$ ,2 873  $\text{cm}^{-1}$ ,1 710  $\text{cm}^{-1}$ ,1 649  $\text{cm}^{-1}$ ,1 623  $\text{cm}^{-1}$ ,1 443  $\text{cm}^{-1}$ ,695  $\text{cm}^{-1}$ .其中3 367  $\text{cm}^{-1}$ 为—OH伸缩振动峰,2 923  $\text{cm}^{-1}$ ,2 873  $\text{cm}^{-1}$ 为饱和烃基C—H的伸缩振动,1 710  $\text{cm}^{-1}$ 为的C=O吸收峰,1 649  $\text{cm}^{-1}$ ,1 623  $\text{cm}^{-1}$ 为C=C吸收峰.LC-ESI-MS数据LC-ESI(+)-MS( $m/z$ ):209.08[(M+H)<sup>+</sup>],231.08[(M+Na)<sup>+</sup>],247.08[(M+K)<sup>+</sup>],与3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮的分子量一致.核磁数据<sup>1</sup>H NMR(CDCl<sub>3</sub>) $\delta$ :0.960-1.253(m,6H,11-CH<sub>3</sub>,12-CH<sub>3</sub>)(11-CH<sub>3</sub>表示与编号为11号的C原子连接的H原子,C原子序号在图1中标示,下同),1.433-1.546(m,3H,13-CH<sub>3</sub>),1.731-1.770(m,2H,2-CH<sub>2</sub>-),1.923-1.945(m,3H,10-CH<sub>3</sub>),1.996-2.062(m,2H,4-CH<sub>2</sub>-),2.332-2.389(m,1H,-OH),4.079,4.091(d,1H,3-CH),6.135-6.178(m,1H,8-CH),6.690-6.781(m,1H,9-CH),H原子个数为20个,与3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮的H原子个数吻合;<sup>13</sup>C NMR(CDCl<sub>3</sub>) $\delta$ :18.4239为13-C(13-C表示编号为13号的C原子,C原子序号在图1中标示,下同),21.009为10-C,29.014和29.6519为11-C和12-C,36.297为1-C,40.807为4-C,47.751为2-C,64.764为3-C,128.079为8-C,134.369为6-C,139.819为5-C,146.383为9-C,201.756为7-C.碳谱的13个化学位移表明分子中13个化学环境不同的C原子,与3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮的C原子个数吻合.在此基础上GC-MS分析显示为单一物质,质谱数据( $m/z$ ):208,193,175,149,121,69,41.其中208为该产物的分子离子峰.综合LC-ESI-MS,IR和NMR分析,确定产物为3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮.

### 2.3 在线热裂解

卷烟热解蒸馏区的温度大约在300~900℃之

间,卷烟烟气热裂解的产物大部分在该温度段内产生.因此模拟卷烟燃吸环境,对3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮进行300℃,600℃,750℃,900℃这4个温度的在线热裂解,图2是3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮在300℃的热裂解总离子流色谱图.

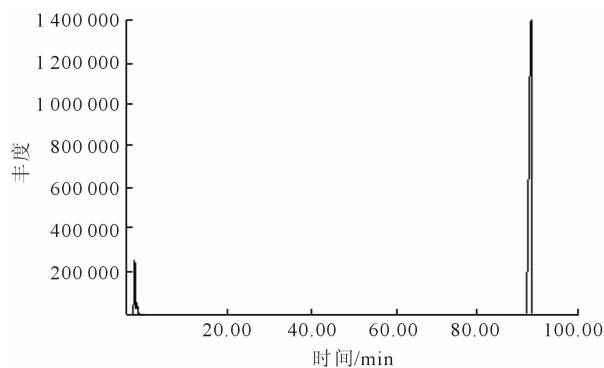


图2 3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮在300℃下裂解产物的TIC图

采用NIST02数据库对裂解产物进行检索,峰面积归一化法计算各裂解产物的相对含量,得到3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮在不同温度下的裂解产物,其结果见表1.

结合图2和表1可知,3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮在300℃下基本不裂解,只在1.86min有少量丙烯,故不在表1中列出.在600℃,750℃,900℃分别检出18,27,40种化合物,裂解率分别为19.7%,44.8%,52.7%;随着裂解温度的升高,裂解产物逐渐增多.3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮在热裂解过程中可以释放 $\beta$ -大马酮,这是3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮在高温裂解中六元环上脱掉—OH失去一分子H<sub>2</sub>O得到.生成的异佛尔酮和环柠檬醛是由3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮失去侧链上的碳链得到.裂解得到的异丙基苯甲醛、1,2-环氧- $\beta$ -二氢大马酮、4-氧代- $\beta$ -异大马酮是由3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮在高温条件下断键、重排、异构产生,这些化合物具有特定的香味,影响卷烟的烟气风格和品质.

## 3 结论

以异亚丙基丙酮、乙酰乙酸乙酯为原料采用五步法合成了目标产物3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮,改进了合成技术路线和工艺,并对目标产物进行结构表征.应用在线热裂解-气相色谱/质谱技术对目标产物在300℃,600℃,750℃,900℃的热裂解产物进行分析.结果表明,其裂解产物随着温度的升

表1 不同温度下3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮  
的裂解产物

保留时间/min	裂解产物	匹配度/%	不同温度下裂解产物的含量/%		
			600℃	750℃	900℃
1.86	丙烯	90	0.97	2.92	0.47
3.65	2,4-己二烯	93	—	—	0.52
3.97	环己烷	82	—	—	0.08
7.05	3-戊烯-2-酮	72	—	—	0.06
8.32	甲苯	94	0.26	0.36	0.95
9.96	2-乙基丙烯醛	64	—	—	0.09
10.92	4-甲基-3-戊烯-2-酮	91	—	—	0.06
13.52	5-叔丁基-1,3-环戊二烯	91	0.41	0.47	0.88
17.23	对甲苯	97	1.07	1.56	1.11
20.65	1,2,5,5-四甲基-1,3-环戊二烯	91	0.15	0.11	0.06
28.73	1-乙基-3-甲苯	94	—	—	0.06
39.43	2-乙基己醇	64	—	—	0.06
39.94	$\beta$ -异佛尔酮	94	0.24	0.65	0.75
40.97	3,5,5-三甲基-2-环戊烯-1-酮	52	—	—	0.27
43.77	环扁桃酯	82	—	0.41	0.34
46.50	3-甲基苯酚	95	0.33	0.42	0.32
47.71	3,5-二甲基-2-环己烯-1-酮	91	—	—	0.26
49.80	$\alpha$ -异佛尔酮	86	0.59	0.51	0.96
51.95	3-甲基烯基-1-甲基-环己烷	52	—	0.11	0.15
55.78	3,5-二甲基苯酚	96	—	0.22	0.15
62.68	4-异丙基-2-环己烯-1-酮	50	—	0.19	0.14
63.55	茉莉酮	73	—	0.09	0.12
68.17	E- $\beta$ -大马酮	90	0.41	1.56	2.13
68.60	Z- $\beta$ -大马酮	88	—	—	0.37
71.09	2,3-二氢-3,4,7-三甲基-1H-茚酮	83	—	—	0.08
72.27	巴豆酸乙酰基苯酯	50	—	0.94	0.47
72.55	对二甲苯基巴豆酮	70	0.15	—	0.26
73.18	异丙基苯甲醛	75	0.16	0.20	0.20
73.70	异环柠檬醛	86	0.41	0.57	0.85
75.51	2-甲氧基呋喃	76	—	0.15	0.14
77.50	3,4-二氢-8-甲基萘	62	—	0.1	0.22
79.67	2,6-二叔丁基对甲酚	97	0.57	0.85	0.54
81.12	1,2,5,5-四甲基-1,3-环戊二烯	70	—	0.43	0.61
81.31	3,4,7-三甲基-2,3-二氢茚酮	96	—	0.25	0.32
81.60	2,4,5-三甲基-1-异戊基苯	58	0.67	—	0.78
83.21	1,2-环氧- $\beta$ -二氢大马酮	58	0.51	0.52	0.82
83.75	4-氧代- $\beta$ -异大马醇	82	0.34	2.03	1.68
86.61	3-羟基- $\beta$ -二氢大马酮	52	80.3	55.2	47.3
87.73	7-甲基-1-萘酚	93	—	0.13	0.11
88.27	4-甲氧基-3-甲基苯酚	50	0.21	0.25	0.26
89.36	2,6,6-三甲基-1-环己烯基乙醛	74	0.30	0.32	0.45

高而增多,裂解产物主要是环柠檬醛、异佛尔酮、 $\beta$ -大马酮类等六元环类香味物质,可以明显增强烟草香气,改善和提高卷烟的吸味品质.研究结果可为卷烟加香提供理论基础,具有重要的应用价值.

#### 参考文献:

- [1] Anthony J N Bolt, Stephen W Purkis, John S Sadd. A damascene derivative from nicotiana tabacum[J]. Phytochemistry, 1983, 22(2):613.
- [2] Kaneko H, Arada M. 4-Hydroxy- $\beta$ -damascene and 4-Hydroxy-dihydro- $\beta$ -damascene from cigar tobacco[J]. Agric Biol Chem, 1972, 36(1):168.
- [3] Lloyd R A, Miller C W, Roberts D L, et al. Flue-cured tobacco flavor I Essence and essential oil components[J]. Tobacco Sci, 1976, 20(10):40.
- [4] Mani Naiker.  $\beta$ -damascenone-yielding precursor(s) from Cabernet Sauvignon grapes [J]. The South Pacific Journal of Natural Science, 2001, 19(1):11.
- [5] Sanja Radeka, Igor Lukic, Dordano Peršuric. Influence of different maceration treatments on the aroma profile of rosé and red wines from croatian aromatic cv. muškata ruža porecki[J]. Food Technol Biotechnol, 2012, 50(4):442.
- [6] Yasuko T, Makoto S, Hajime M, et al. A new convenient synthesis of 3-hydroxy-beta-damascene [J]. Agric Biol Chem, 1981, 45(7):1731.
- [7] 杨君, 高宏建, 张献忠, 等. 烟草香味物质及其精油应用研究进展[J]. 香精香料化妆品, 2012, 28(3):45.
- [8] 黄致喜, 黄惠成. 萜类香料化学[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1999:178-224.
- [9] Surmatis J D, Walser A, Gibas J, et al. A study on the condensation of mesityl oxide with acetoacetic ester [J]. Organic Chemistry, 1970, 35(4):1053.
- [10] Tohn J E, Alan M J. A convenient preparation of allyllithium[J]. Organic Chemistry, 1963, 28(8):2145.
- [11] Mariappan P, Muniappan T. Methods of enhancement of reactivity and selectivity of sodium borohydride for applications in organic synthesis[J]. Journal of Organometallic Chemistry, 2000, 65:137.

# 烟叶热裂解产物的分析研究

王保会<sup>1</sup>, 吴键<sup>2</sup>, 郭春生<sup>3</sup>, 纪朋<sup>4</sup>, 朱智志<sup>1</sup>, 张峻松<sup>3</sup>

- (1. 河南中烟工业有限责任公司 技术中心, 河南 郑州 450000;
2. 浙江中烟工业有限责任公司 技术中心, 浙江 杭州 310008;
3. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450001;
4. 河南中烟工业有限责任公司 郑州卷烟厂, 河南 郑州 450000)

**摘要:**为研究烟叶热裂解行为对卷烟烟气成分的影响,采用在线热裂解-气相色谱/质谱联用技术(Py-GC/MS)分析烟叶在氦气氛围中不同温度(300 °C, 600 °C和900 °C)下的热裂解产物.将热解产物直接引入气相色谱-质谱仪,用质谱法对裂解产物进行了定性分析,并用面积归一法定量分析.结果表明:300 °C, 600 °C和900 °C下的热裂解产物中分别鉴定出45种、110种和124种裂解产物;裂解温度对烟叶产生的裂解产物种类和相对含量都有较大影响,裂解出的致香成分包括酮类、醇类、醛类、酯和内酯类、酸类和氮杂环类等,其相对含量在裂解温度为600 °C时达到最大.

**关键词:**烟叶;热裂解;Py-GC/MS;烟气成分

**中图分类号:**TS41<sup>+</sup>1    **文献标志码:**A    **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.016

## Study on pyrolysis products analysis of tobacco leaf

WANG Bao-hui<sup>1</sup>, WU Jian<sup>2</sup>, GUO Chun-sheng<sup>3</sup>, JI Peng<sup>4</sup>, ZHU Zhi-zhi<sup>1</sup>, ZHANG Jun-song<sup>3</sup>

- (1. Technology Center, China Tobacco He'nan Industrial Co., Ltd., Zhengzhou 450000, China;
2. Technology Center, China Tobacco Zhejiang Industrial Co., Ltd., Hangzhou 310008, China;
3. School of Food and Bioengineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;
4. Zhengzhou Cigarette Factory, China Tobacco He'nan Industrial Co., Ltd., Zhengzhou 450000, China)

**Abstract:** In order to study the effect of pyrolysis behavior of tobacco leaf on the component of cigarette smoke, the pyrolysates of tobacco leaf were investigated at three temperature levels of 300 °C, 600 °C and 900 °C at He atmosphere, respectively, the pyrolysates were directly introduced into Py-GC/MS, qualitative analysis was studied by mass spectrometry, and quantitative analysis was studied by area normalization. The results showed that there are 45, 110 and 124 kinds of pyrolysates were identified at temperature different temperatures of 300 °C, 600 °C and 900 °C, the pyrolysis temperature has a significant influence on the type and content, the aroma constituents include ketones, alcohols, aldehydes, esters and lactones, acids, and N-heterocyclic carbenes. The relative content of total flavor components is the largest at 600 °C.

**Key words:** tobacco leaf; pyrolysis; Py-GC/MS; smoke composition

收稿日期:2013-02-17

作者简介:王保会(1972—),男,河南省许昌县人,河南中烟工业有限责任公司工程师,郑州轻工业学院硕士研究生,主要研究方向为烟草工艺技术及应用.

## 0 引言

热裂解分析技术的开发与应用始于1970年代,随着仪器不断更新,逐步实现了热裂解气相色谱-质谱(Py-GC/MS)联用技术.该项技术是一种有效预测燃烧产物的技术,并逐渐应用到烟草研究中<sup>[1]</sup>.

卷烟烟气的组成十分复杂,有数千种,主要是香味成分和少量有害物质,其中有1/3直接来自于烟草本身,其余是烟草通过燃烧、裂解、聚合等复杂反应产生的.烟气成分与烟草产品之间的关系十分复杂,往往很难辨别<sup>[2]</sup>.由于热裂解技术的发展,热裂解仪作为模拟卷烟燃吸的一种装置,为研究卷烟的燃烧过程和机理提供了一种有效的手段,热裂解试验也使研究烟气成分与烟草产品之间的关系成为可能.目前国内外主要通过2种方式建立烟叶成分与烟气成分的关联:R. Jenkins等<sup>[3-4]</sup>研究的一种技术是用同位素标记烟叶中的成分然后分析烟气中具有放射性同位素标记的产物,B. P. John等<sup>[5-8]</sup>研究的另一种技术就是分别孤立的裂解烟草中的成分并分析其裂解产物.本文拟采用热裂解-气相色谱/质谱联用模拟卷烟燃烧过程,对烟叶在不同温度下的热裂解产物进行分析,以便于对烟气成分的预测.

## 1 实验

### 1.1 材料与仪器

烟叶(2009年玉溪NC297);AL204电子天平,上海梅特勒-托利多仪器有限公司产;Agilent GC6890—MS5973N型气相色谱-质谱联用仪,美国Agilent公司产;CDS 5000热裂解仪,美国CDS公司产,配备热裂解专用石英管.

### 1.2 方法

**1.2.1 裂解方法** 将烟叶研磨成烟末过100目筛,称取2.0 mg烟末,置于热裂解仪的石英管中,两端塞入石英棉,再置于热裂解仪的裂解头加热丝中.裂解升温程序为:在氦气氛围中,初始温度为40℃,以20℃/ms升到300℃,600℃,900℃,持续10 s.之后裂解产物导入GC-MS分析.

**1.2.2 仪器条件** 气相色谱条件:DB—5MS弹性石英毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm);进样口温度:260℃;进样量:1 μL;载气:氦气;升温程序:50℃保持2 min,然后以5℃/min升到280℃,保持10 min;分流比:50:1.

质谱条件:离子源温度:230℃;EI源电子能量:70 eV;质量扫描范围:30~550 amu;传输线温度:280℃;

利用NIST11标准谱库检索定性、峰面积归一法进行定量.

## 2 结果与讨论

用质谱法对裂解产物进行了定性分析,并用面积归一法测定了裂解产物的百分含量,结果见表1.

表1 不同温度下烟叶的热裂解产物

序号	保留时间/min	化合物名称	质量百分比/%		
			300℃	600℃	900℃
1	2.04	异戊二烯	0.69	3.48	3.42
2	2.14	环戊二烯	—	0.55	0.58
3	2.28	2-环戊烯-1,4-二酮	—	3.64	2.71
4	2.35	2-甲基呋喃	—	2.57	2.16
5	2.47	乙酸	6.49	5.96	4.86
6	2.71	羧基丙酮	0.81	2.83	2.96
7	2.93	2-乙基丁醇	—	0.36	0.44
8	2.97	2,3-戊二酮	0.20	0.43	0.40
9	3.07	2-乙基呋喃	—	—	0.25
10	3.12	2,5-二甲基呋喃	0.11	1.88	1.58
11	3.33	苯酚	—	0.31	—
12	3.34	3-甲基吡嗪	—	—	0.30
13	3.40	正丙醚	—	0.56	0.62
14	3.57	1-甲基吡咯	—	0.53	0.79
15	3.64	吡啶	0.04	1.41	1.38
16	3.71	4-庚醇	0.35	—	—
17	3.91	1,2-二甲基环戊-1,3-二烯	—	—	0.21
18	4.00	甲苯	—	2.13	2.20
19	4.12	4-环戊烯-1,3-二醇	—	0.25	0.35
20	4.32	3,4-二氢吡喃	—	—	0.23
21	4.44	丙酮酸甲酯	—	1.50	1.42
22	4.63	1,2-二乙基基环丁烷	—	—	0.70
23	4.71	辛醛	—	—	0.32
24	4.94	3-糠醛	—	0.34	0.38
25	5.08	α-甲基吡啶	—	0.14	0.23
26	5.20	1-甲基-2-亚甲基环己烷	—	—	0.30
27	5.25	S-(3-羟丙基)硫代乙酸酯	—	0.28	—
28	5.31	炔丙胺	0.14	—	—
29	5.41	糠醛	1.58	3.30	2.81
30	5.67	3-甲基吡咯	—	0.49	—
31	5.69	二环[6.1.0]壬-4-烯	—	—	0.52
32	6.05	糠醇	1.12	1.59	1.57
33	6.34	β-甲基吡啶	—	0.39	0.42
34	6.51	间二甲苯	—	1.27	—

(续表1)

35	6.52	对二甲苯	—	—	1.50
36	6.91	2-甲基-1-丁烯-3-炔	—	—	0.19
37	7.00	4-环戊烯-1,3-二酮	0.10	0.68	0.65
38	7.23	苯乙烯	—	0.31	0.90
39	7.30	邻二甲苯	—	0.16	—
40	7.84	甲基环戊烯酮	—	0.71	0.80
41	8.00	2-乙酰基呋喃	0.04	0.21	0.26
42	8.17	$\gamma$ -丁内酯	—	0.25	0.32
43	8.32	2(5H)-呋喃酮	—	0.43	0.46
44	8.58	2-乙基丁烯醛	—	0.31	0.39
45	8.78	环己酮	—	0.88	—
46	8.88	2-羟基环戊-2-烯-1-酮	—	0.60	1.60
47	9.17	甲基环庚烯	—	0.08	0.16
48	9.33	5-甲基呋喃-2(5H)-酮	—	0.08	0.25
49	9.56	衣康酸酐	—	0.39	—
50	9.60	1,4-戊二烯	—	—	0.46
51	9.94	5-甲基-2-呋喃甲醇	0.07	—	—
52	10.00	( $\pm$ )-柠檬烯	—	0.14	0.52
53	10.18	1,2,4-三(亚甲基)-环己烷	—	0.16	—
54	10.26	3-乙基甲苯	—	0.04	0.60
55	10.29	5-甲基糠醛	0.26	1.22	—
56	10.51	3-甲基-2-环戊烯-1-酮	—	—	1.49
57	10.58	3-乙烯基吡啶	—	—	0.51
58	11.03	2,4-二羟基-2,5-二甲基-3(2H)-呋喃-3-酮	0.73	0.73	1.02
59	11.56	苯酚	—	1.78	1.53
60	11.77	乙酸苯酯	—	0.26	—
61	11.89	2,3,6-三甲基-1,5-庚二烯	—	0.28	—
62	11.91	7,7-二甲基-双环[2,2,1]庚烷-2-酮	—	—	0.57
63	12.12	4-甲基环己酮	—	—	0.23
64	12.20	甲酸苯酯	—	—	0.33
65	12.30	(6Z)-2,6-二甲基辛-2,6-二烯	—	0.52	0.59
66	13.11	1,9-癸二炔	—	0.28	0.46
67	13.30	4-异丙基-1-甲基环己烯	—	0.71	0.70
68	13.50	4-异丙基甲苯	—	0.18	0.21
69	13.77	(R)-(+)-柠檬烯	—	2.27	2.10
70	13.99	甲基环戊烯醇酮	—	0.61	0.52
71	14.06	3-甲基-1,2-环戊二酮	—	0.19	0.35
72	14.40	2,3-二甲基-2-环戊烯-1-酮	—	0.37	—
73	14.47	2,3-二甲基马来酸酐	—	0.19	—
74	14.49	茛	—	—	0.68
75	14.52	苯乙醛	0.21	—	—
76	14.64	2-乙基噻唑	—	0.46	0.37
77	14.95	3,7-二甲基辛-1,3,7-三烯	—	0.24	0.35
78	15.61	2-甲酚	—	0.25	0.33
79	15.88	苯乙酮	—	0.18	0.23
80	16.52	3-乙基环戊-2-烯-1-酮	—	0.17	0.23

(续表1)

81	16.83	3-糠酸甲酯	0.45	—	—
82	16.92	对甲苯酚	—	0.21	—
83	17.10	2-呋喃基羟甲基酮	0.14	0.47	0.56
84	17.31	1-甲基咪唑-2,4,5-三酮	—	0.93	0.65
85	17.43	愈创木酚	—	0.43	0.29
86	17.55	对甲苯酚	—	0.67	0.44
87	17.57	2,5-二甲基-4-羟基-3(2H)-呋喃酮	—	—	0.13
88	17.68	间甲酚	—	—	0.53
89	18.21	氧化二环亚丁烯	—	0.25	0.23
90	18.67	2,6-二甲基-1,3,5,7-辛四烯	—	0.15	0.13
91	18.92	麦芽酚	—	0.32	0.25
92	19.40	乙基环戊烯醇酮	—	0.13	0.16
93	20.04	5-乙基-2-糠醛	—	—	0.11
94	20.18	4-乙基庚烷	—	0.18	0.25
95	20.52	苯乙腈	—	—	0.17
96	20.85	1-甲基-1H-茛	—	—	0.19
97	21.23	丁二烯-2,3-二烯-2-基苯	—	—	0.18
98	22.05	3,5-二羟基-6-甲基-2,3-二氢-4H-吡喃-4-酮	10.74	3.12	2.50
99	22.91	N-环戊基-甲胺	0.12	—	—
100	22.96	萘	—	—	0.15
101	23.32	1,2,3,4-四甲基苯	—	—	0.08
102	23.58	十二烷	—	0.31	—
103	23.63	3-乙基苯酚	—	—	0.39
104	23.98	4-甲基愈创木酚	—	0.14	0.19
105	24.12	2,3-二甲酚	—	—	0.16
106	24.52	3,5-二羟基-2-甲基-4H-吡喃-4-酮	0.12	—	—
107	26.13	1,3,4,6-二脱水- $\alpha$ -D-吡喃葡萄糖	—	0.39	0.30
108	26.25	2-甲基辛烷	—	0.12	—
109	26.63	3-甲基-2-糠酸	—	0.43	0.42
110	27.07	苜基甲醚	—	—	0.14
111	27.34	苯甲酸	—	—	0.29
112	27.59	2-苯基-4-戊烯-2-醇	—	0.23	—
113	27.59	2,3-二氢苯并[b]呋喃	—	0.73	0.74
114	27.86	5-羟甲基糠醛	4.18	—	—
115	27.99	1,3-二甲基-1H-茛	—	—	0.30
116	28.60	邻苯二酮	—	1.50	3.54
117	28.71	5-羟甲基糠醛	—	1.02	1.08
118	29.36	1-茛酮	—	—	0.26
119	30.06	$\alpha$ -甲基萘	—	—	0.16
120	30.90	吡啶	—	0.12	0.13
121	31.06	5H-苯并[a]庚烯	—	0.14	0.10
122	32.21	4-乙基愈创木酚	0.22	0.25	0.14
123	32.53	对苯二酚	—	0.15	0.42

(续表 1)

124	34.01	烟碱	56.42	23.75	19.08
125	35.27	茄酮	0.14	—	—
126	36.43	3-甲基吡啶	—	0.07	0.14
127	37.51	4-乙基间苯二酚	—	0.30	0.37
128	37.67	环丙基苯	—	—	0.12
129	40.59	金合欢醇	—	0.17	—
130	41.29	橙花椒醇	—	0.24	—
131	42.08	二烯烟碱	0.10	—	—
132	43.43	十二烷	—	0.16	—
133	44.53	3-甲基烟桂酸	—	—	0.12
134	44.92	异尼古丁	—	0.15	0.11
135	47.26	3,4-二甲氧基苯乙酮	—	0.16	0.13
136	47.84	2-烯丙基-p-甲酚	—	0.25	—
137	47.86	1,2-二乙基-3-二甲基-1,4-苯	—	—	0.18
138	49.67	3-甲氧基-2,4,5-三甲基-苯酚	—	—	0.11
139	49.81	3-羟基-β-二氢大马酮	0.07	—	—
140	50.37	巨豆三烯酮 A	—	0.17	0.11
141	51.44	巨豆三烯酮 B	0.13	0.14	0.11
142	53.40	1-(2,4,5-三乙基)-乙酮	—	0.16	0.12
143	56.32	法尼醇	—	—	0.24
144	62.92	新植二烯	5.64	1.79	1.56
145	64.28	邻苯二甲酸二丁酯	0.18	—	—
146	66.88	反式角鲨烯	—	0.23	—
147	67.81	石竹烯-(II)	0.14	0.15	0.15
148	68.44	棕榈酸	0.81	1.63	1.35
149	72.59	5-甲基-3-(1-甲基乙炔基)-环己烯	0.19	—	—
150	73.04	9-(1-甲基亚乙基-二环[6.1.0]壬烷	0.23	—	—
151	73.18	亚麻酸	0.50	2.26	1.66
152	73.63	3-乙烯基环辛烯	—	—	0.14
153	73.69	硬脂酸	0.09	0.16	0.20
154	78.04	二十烷	0.82	0.58	0.51
155	84.25	金合欢基丙酮	0.71	0.16	0.09
156	85.10	香叶基香叶醇	—	0.05	—
157	85.20	反式角鲨烯	—	0.09	—
158	85.92	二十二烷	0.19	0.14	0.13
159	88.06	二十四烷	0.50	0.17	0.13
160	88.56	二十七烷	0.70	0.27	0.23
161	89.15	维生素 E	0.62	0.55	0.38
162	90.03	二十八烷	0.48	—	—
163	91.17	豆甾醇	0.23	0.15	0.10
164	91.76	正三十一烷	0.48	—	—

注:“—”表示未检出。

从总体上看,烤烟烟叶在 3 个温度下的热裂解产物主要有酮类、醛类、酸类、酚类、呋喃类、氮杂环类、烟碱类、苯系化合物和烯炔类等化合物。不同的热裂解温度对烟叶产生的裂解产物种类和相对含量构成有很大影响:在 300 °C 裂解温度下裂解的成分很少,少部分低沸点的化合物首先挥发出来,检测到 45 种挥发性成分,占总峰面积的 98.28 %;在

600 °C 裂解温度下,随着温度的升高,烟叶中的化合物受热发生聚合、缩合和裂解等复杂反应,新产生了大量的香味成分,产物变得复杂,检测到 110 种裂解产物,占总峰面积的 99.00 %;在 900 °C 裂解温度下,裂解产物的种类继续增加,一些大分子化合物高温下发生断裂,同时在较高的温度下,碳氢化合物形成了较多的相对稳定的苯系化合物以及更稳定的稠环芳烃类化合物,共检测到 124 种挥发性成分,占总峰面积的 99.30 %。

致香成分的组成、含量、比例及相互作用决定着烟叶香气的质、量及类型状况<sup>[9-10]</sup>。因此,为了进一步分析裂解产物中不同类型的香味物质,根据官能团不同,将热裂解检出致香化合物分为 7 大类,分别是酮类、醇类、醛类、酯和内酯类、酸类、酚类、呋喃类和氮杂环类,300 °C、600 °C 和 900 °C 裂解温度下产生这些香味物质总的百分含量分别为 34.05%、64.89% 和 61.88%,600 °C 下总的裂解香味物质百分含量最高。图 1 为不同裂解温度下香味裂解产物的相对含量。

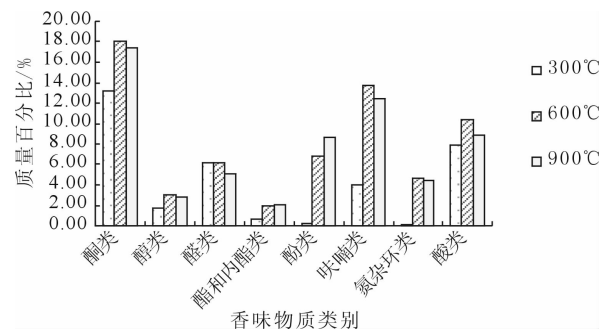


图 1 不同裂解温度下香味裂解产物相对含量

烟叶中的羰基化合物(酮类和醛类)被认为是影响烟草香味的重要成分,由图 1 可以看出,在 600 °C 裂解产生酮类的百分含量最高,为 17.99%,主要包括 2-环戊烯-1,4-二酮(3.64%)、3,5-二羟基-6-甲基-2,3-二氢-4H-吡喃-4-酮(3.12%)、羟基丙酮(2.83%)等。在 300 °C 和 600 °C 裂解产生的醛类物质的百分含量较高,分别为 6.23% 和 6.18%,主要为糠醛、5-羟甲基糠醛、5-甲基糠醛,可增加烟气的甜香和烘烤香气。烟叶中的醇类化合物都是烟草挥发油和树脂的组成成分,对烟草香气和吸味有一定作用,在 600 °C 裂解产生醇类的百分含量最高,达到 3.04%,主要包含糠醇(1.59%)、金合欢醇(0.17%)、橙花椒醇(0.24%)。糠醇具有谷香、油香,能增加烟气浓度,金合欢醇具有特有的青香韵的铃兰花香气,并有青



香和木香香韵,橙花椒醇具有木香和花香香气.酯和内酯类化合物对烟草的香气和吸味有重要影响,与烤烟香气协调,在900℃裂解产生酯和内酯类化合物的百分含量最高,为2.06%,包括丙酮酸甲酯(1.42%)、 $\gamma$ -丁内酯(0.32%)、甲酸苯酯(0.33%)等.酚类物质对烟草的颜色、烟气香吃味和生理强度都起着重要作用,当然一些酚类会有一定危害,在900℃裂解产生酚类化合物的百分含量最高,为8.69%,包含邻苯二酚(3.54%)、苯酚(1.53%)、愈创木酚(0.29%)和麦芽酚(0.25%)等,它们具有甜的、药味的酚样香气.呋喃类化合物可以提供给卷烟香气的甜烤香、焦糖香气,如糠醛具有甜香、烤香、坚果、焦糖香气,5-甲基糠醛具有甜的、焦糖香的气味.在600℃裂解产生呋喃类的百分含量最高,达到13.72%,主要包含糠醛(3.30%)、2-甲基呋喃(2.57%)和2,5-二甲基呋喃(1.88%)等.氮杂环类物质具有烟草烘烤特有的香味,增强烟草的丰满度,此类物质在300℃时几乎没有,到600℃时含量达到最大,为4.64%,主要为吡啶(1.41%)、四甲基吡嗪(1.03%)和1-甲基吡咯(0.53%)等.

### 3 结论

采用Py-GC/MS技术分析了烟叶在氮气氛围中不同温度(300℃,600℃和900℃)下的热裂解产物.分析结果表明,裂解温度对烟叶产生的裂解产物种类和相对含量都有很大影响,300℃,600℃和900℃下的热裂解产物中分别鉴定出45种、110种和124种裂解产物,其中致香成分包括呋喃酮类、醇类、醛类、酯和内酯类、酸类、酚类、呋喃类和氮杂环类等,总香味成分相对含量在裂解温度为600℃时达到最大.该技术对分析和预测烟气成分有一定

的指导意义.

### 参考文献:

- [1] Schmeltz I, Schlotzhauer W. Benzo[a]pyrene, phenols and other products from the pyrolysis of the cigarette additive menthol[J]. Nature, 1968, 219:370.
- [2] Richard R B, Louise J B. The pyrolysis of tobacco ingredients[J]. J Anal Appl Pyrolysis, 2004, 71:223.
- [3] Jenkins R, Newman R, Chavis M. Cigarette smoke formation mechanism [J]. Beitr Tabakforsch Int, 1970, 5:299.
- [4] Stotesbury S J, Willoughby L J. Pyrolysis of cigarette ingredients labeled with stable isotopes [J]. Beitr Tabakforsch Int, 2000, 19(2):55.
- [5] John B P, Yezdi B P, John D N. Carbohydrate pyrolysis mechanisms from isotopic labeling: Part 2. The pyrolysis of D-glucose; general disconnective analysis and the formation of C<sub>1</sub> and C<sub>2</sub> carbonyl compounds by electrocyclic fragmentation mechanisms [J]. J Anal Appl Pyrolysis, 2008, 82(1):10.
- [6] Sharma R K, Wooten J B, Baliga V L, et al. Characterization of char from the pyrolysis of tobacco [J]. J Agric Food Chem, 2002, 50(4):771.
- [7] 杨叶昆, 陈章玉, 罗丽莉. 非挥发性有机酸热裂解行为 [J]. 烟草科学研究, 2000(2):48.
- [8] 董宁宁. 碳水化合物的热裂解气相色谱-质谱研究 [J]. 质谱学报, 2004, 25(1):24.
- [9] Sveverson R F, Snook M E, Chortyk O T, et al. A chromatographic analysis for polynuclear aromatic hydrocarbons in small quantities of cigarette smoke condensate [J]. Beitr Tabakforsch, 1976(8):82.
- [10] Schlotzhauer W S, Chortyk O T. Recent advances in studies on the pyrosynthesis of cigarette smoke constituents [J]. J Anal Appl Pyrol, 1987(12):193.

# 基于 ZigBee 的智能停车场系统的设计与实现

甘勇, 徐珂, 贾春利, 郭倩倩

(郑州轻工业学院 计算机与通信工程学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**针对目前停车场系统由成本高而造成的普及率低等问题,设计了智能停车场系统.系统采用 ZigBee 无线通信技术和传感器网络技术,提供了低廉、高效的监测管理功能.该系统实现了对停车位监测和车位引导等功能,为城市停车问题给出了智能的解决方案,为市民提供了良好的停车环境.

**关键词:**ZigBee;传感器网络;智能停车场;CAN 总线

**中图分类号:**TP393 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.017

## Design and implementation of intelligent parking system based on ZigBee

GAN Yong, XU Ke, JIA Chun-li, GUO Qian-qian

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

**Abstract:** In view of the problem of the low penetration in present parking system caused by the high cost, the intelligent parking system was designed. System uses ZigBee wireless communication technology and sensor network technology, provides a low-cost and efficient monitoring management function. The system can realize the function of parking space monitoring and parking guidance, and the intelligent solution for urban parking problems is put forward, it can be provided a good environment of parking for citizens.

**Key words:** ZigBee; sensor network; intelligent parking; CAN bus

## 0 引言

随着社会的发展,人民的生活水平不断提高,汽车使用量显著增加,公用停车场已经无法满足目前停车的需求,使得原本拥挤的城市中汽车与停车位的矛盾更加突出.如何充分利用目前城市中有限的停车资源来最大化地满足市民停车需求,是当前亟需解决的问题.

现有的停车技术主要有以下几种:人工观察车位空闲状态;图像识别车位空闲状态;红外线测定车位空闲状态等.其中人工识别被较小的停车场广

泛采用,其缺点显而易见;视频图像识别技术能够通过图像处理技术来完成车位的识别,具有一定的优越性,但是由于地下车库光照不足,识别效果不很理想,并且需要构建网络;红外线识别技术虽然能够自动识别车位,但需要构建工业网络传输数据,工程量比较大<sup>[1]</sup>.

现有的停车技术有的是基于线方式组建的,成本比较高,难以普及.有的是基于人工识别的,车牌误识别率比较高<sup>[2]</sup>. ZigBee 技术具有可靠、时延性、网络容量大、安全、高保密性、数据传输速率低、功耗低、成本低、优良的网络拓扑能力、工作频段灵活、健

收稿日期:2012-11-21

基金项目:河南省科技攻关计划项目(102102310030)

作者简介:甘勇(1965—),男,湖南省株洲市人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为分布式计算机系统、计算机网络.

壮性、ZCL 功能等特点,这些适合停车场管理技术的应用. 本文拟提出智能停车场系统,利用成熟的 ZigBee 无线通信技术和传感器网络技术,设计一个智能解决方案,将车位检测和车位指引功能结合起来,以期给市民提供更为方便和舒适的停车环境.

## 1 基于 ZigBee 的智能停车系统工作原理

### 1.1 ZigBee 技术

ZigBee 技术是基于 IEEE802.15.4 无线标准开发的一种近距离的双向无线通信技术,是新兴的短距离、低速率无线网络技术,介于蓝牙技术与无线标记技术之间,主要应用于短距离范围内、低传输数据速率下的各种电子设备之间的无线通信. ZigBee 协议由应用层、网络层、数据链路层、物理层 4 层构成<sup>[3]</sup>. 结构如图 1 所示.

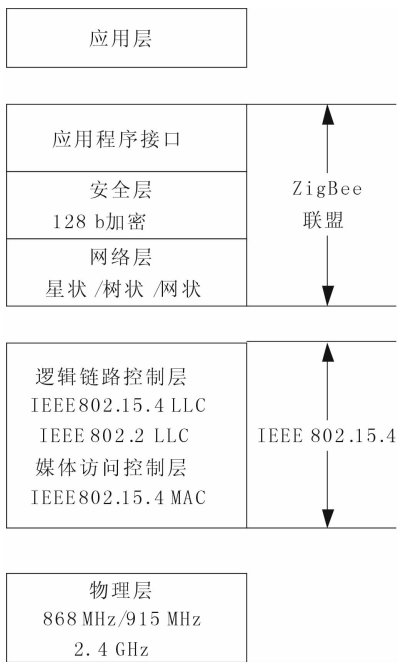


图 1 ZigBee 协议栈

### 1.2 智能停车场系统工作原理

智能停车场系统的核心技术是 ZigBee 技术、CAN 总线技术、超声波检测技术等. 智能停车场系统通过对每个车位安装超声波车位探测器,实时监测每个车位的停车状态. 其停车状态有“占”和“空”2 种. 初始化探测器节点时,便将监测结果信息传输给主协调器节点,每次状态发生变化时将采集的信息发送给主节点. 主协调器节点通过 CAN 总线将车位监测信息传送给服务器,然后服务器将接收

的数据进行处理后发送给停车场上的每个 LED 显示屏,指示空位停车信息,引导车辆驶入空车位. 系统的设计如图 2 所示.

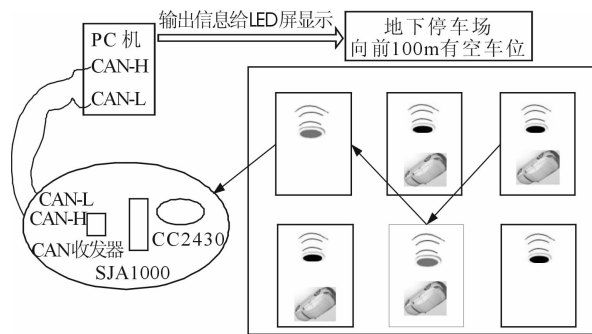


图 2 系统设计图

基于 ZigBee 智能停车场系统的基本特点和功能主要有以下几点<sup>[4]</sup>.

1) 可以实现自动组网:在停车场的关键区域加设路由节点,实现 ZigBee 对整个停车场的无线覆盖.

2) 进行车位引导和统计:系统通过终端传感器检测停车场车位的实时状态,并将数据传输到服务器. 当车辆驶入停车位时,LED 显示屏显示出空余车位,车主可以通过指示箭头找到停车位. 同时上位机通过对数据库中停车位实时状态信息进行处理,可以统计出停车位空余数.

3) 实现智能照明:找位车辆在进入停车场、驶入停车位的路途中,可以根据车辆行驶路径控制相关节点指示灯亮起,当车辆通过后,系统按设定的时间自动关闭.

## 2 ZigBee 智能停车场系统硬件设计

### 2.1 ZigBee 模块硬件结构

该系统中 ZigBee 模块的设计主要是用美国德州仪器(Texas Instrument)公司的 CC2530 处理芯片,性能稳定且功耗极低<sup>[5]</sup>. 它的外围电路主要包括晶振时钟电路、射频输入/输出匹配电路等. 本文利用 ZigBee 芯片 CC2530 设计了 2 类节点<sup>[3]</sup>. 超声波传感器是系统中以 CC2530 为核心的信息采集节点,并通过 ZigBee 模块传输到上位机.

### 2.2 车位检测器节点设计

车位监测器节点通过对车位状态的判断,将监测到的“空”或“占”信息通过 ZigBee 路由节点传送给服务器. 本设计的超声波车位监测器主要由超声波发射模块、超声波接收模块、处理器模块、温度传

传感器模块、无线通信模块和能量供应模块等组成,具体框图如图 3 所示.

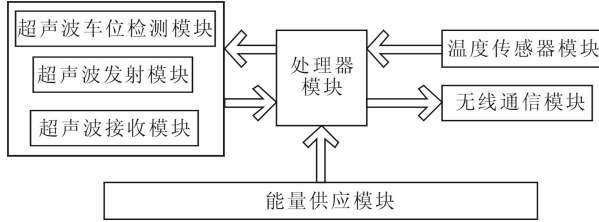


图 3 超声波检测节点框图

超声波车位检测模块主要通过超声波测量距离来判断车位是否被占用,本模块主要是通过温度传感器模块来实现高精度测量.温度传感器模块主要采集实时温度,通过公式①对速度进行近似计算,避免了由于温度变化而造成的对超声波速度的影响,提高了系统测距精度.

$$V = V_0 + 0.607T \quad \text{①}$$

式中,  $V_0$  为 0 °C 时的声速;  $T$  为实时温度/°C.

### 3 ZigBee 智能停车场系统软件设计

本系统设计的软件主要分为 2 种,即:协调器软件;路由节点和终端节点软件.

协调器软件的主要功能是创建新的网络,然后设置 PANID 和短地址,并分配给子节点.路由节点和终端节点软件的主要功能是:寻找与本身匹配的 PANID 值,并将此 PANID 值添加到自己的协调器网络中;然后接收协调器软件分配过来的短地址,组成新的网络;需要传输数据时,每个节点通过多跳的方式将所需数据传输到目的节点.

系统需要初始化硬件平台和每个功能模块后才可以启动代码.初始准备工作主要包括初始化系统时钟、监测芯片工作电压、初始化堆栈、初始化各个硬件模块、初始化 ZigBee 协议栈中各层协议等多个部分,初始化操作流程如图 4 所示.

### 4 基于 ZigBee 智能停车场系统功能的实现

#### 4.1 系统功能的描述

基于 ZigBee 智能停车场系统的工作框图如图 5 所示.本系统主要实现的功能为:当车辆进入车库入口时,摄像机拍摄车辆的车牌号,然后通过车牌识别功能模块识别出车牌信息;系统将车牌信息与数据库中的信息进行对比,以判断是否存在该记录,

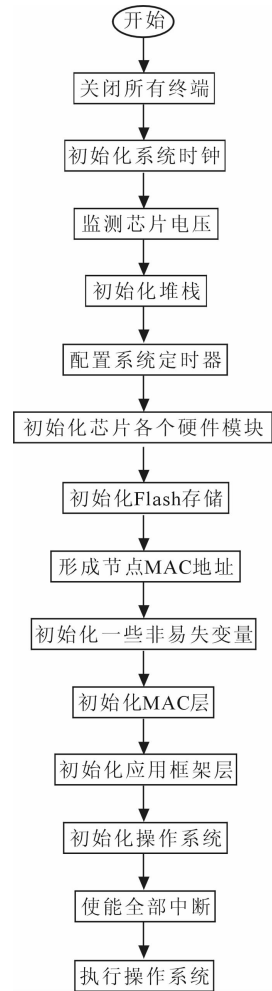


图 4 初始化流程图

若存在,则打开道闸,系统通过获取的车牌信息自动发送命令,将该车所在停车位的车位锁自动降落.当车辆离开车位时,出口摄像机抓拍车牌号,并将车牌信息与系统数据库中的信息进行对比,同时检测该车位是否为空,并将结果传送给系统,当确认

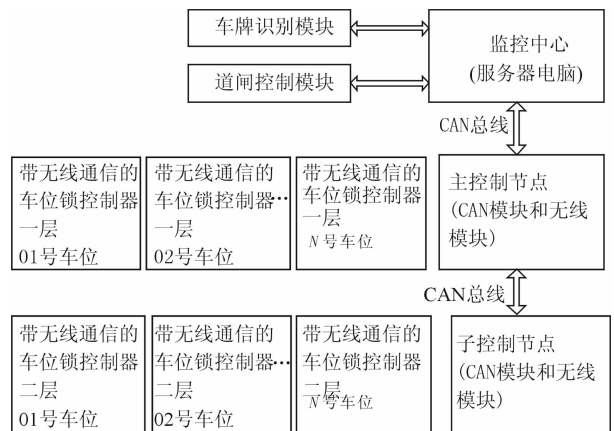


图 5 系统工作框图

车位无车时,升起车位锁.

## 4.2 上位机的实现

本系统的上位机监测软件主要是采用 C# 开发语言实现的. 上位机通过串口发出控制命令及 RS232—CAN 转换卡,将数据发送到 CAN 总线上; ZigBee—CAN 接口卡收到命令后,通过 ZigBee 网络的无线收发功能将控制命令发送到各个 ZigBee 节点上. 带有超声波传感器的 ZigBee 终端节点将检测的距离数据通过 ZigBee 网络传输给 ZigBee 协调器; ZigBee 协调器通过 RS232 串口将监测的车位信息实时输送给上位机显示在图形界面上,其中图形界面中以红色表示该车位已经被占用,用绿色表示该车位为空.

在监测器进行调试过程中,当设置带有超声波传感器的 ZigBee 终端节点  $< 5\text{ cm}$  时,检测器判定车位信息为‘占’,然后通过 ZigBee 协议及上位机接口将车位信息实时传递给服务器,图形界面上实时显示该车位的颜色为红色,表明车位已经被占用;若  $> 5\text{ cm}$  时,判定为无车,图形界面上显示该车为的颜色为绿色,表明车位未被占用. 上位机实时监测界面如图 6 所示.

## 5 结论

本文设计了基于 ZigBee 技术的智能停车场系统. 分析了 ZigBee 协议栈的各层功能,并对智能停车场系统的原理及 ZigBee 传感器和协调器、CAN 总线通信节点的具体设计进行了详细说明. 将 ZigBee 技术应用到停车场的管理中,

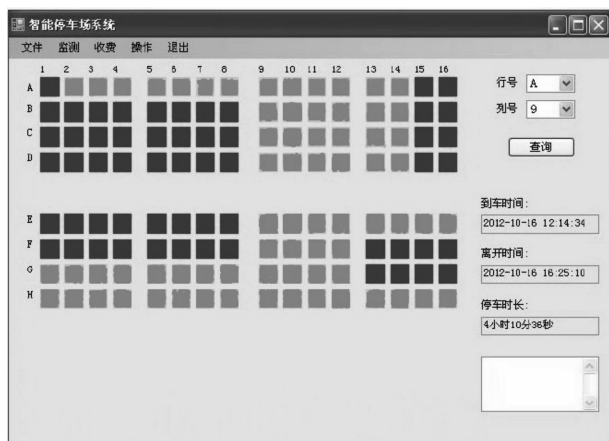


图 6 上位机实时监测界面

解决了其他技术设计的停车场系统遇到的成本高、普及率低的问题,加强了停车场的智能化管理,为市民提供了方便有效的服务.

## 参考文献:

- [1] 张建军,杜莉. 基于 ZigBee 网络的地下停车场管理研究[J]. 北京工业职业技术学院学报,2009(4):25.
- [2] 陈榕. 停车场管理系统的设计与实现[J]. 科技创新导报,2009(23):181.
- [3] 汤宇. 基于 ZigBee 的智能停车场系统研究[D]. 沈阳:东北师范大学,2011.
- [4] 李文仲,段朝玉. ZigBee 无线网络技术入门与实践[M]. 北京:北京航空航天大学出版社,2007.
- [5] 甘勇,贾春利,邹东尧. 基于 ZigBee 的绿色智能照明灯设计与实现[J]. 郑州轻工业学院学报:自然科学版,2011(6):92.

# 基于中文关键词提取的预案智能匹配方案

金保华, 林青, 吴怀广

(郑州轻工业学院 计算机与通信工程学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**针对当下在公共社会领域中突发事件应急预案结构复杂、难以为决策者进行信息筛选和整合的热点问题,提出了一种基于中文关键词提取的预案智能匹配方案.在运用框架理论解决预案结构存储的基础上,对存储的预案文本进行预处理分词;选用词语的词频、词性以及存在于预案框架中的位置作为提取出来的中文关键词特征值;利用均方误差最小的线性估计法训练关键词权重的调节因子,能够有效提高关键词提取的准确率.实验结果表明,在预案智能匹配方案中运用此种中文关键词提取算法比传统的FIFA算法效果更佳.

**关键词:**应急预案;中文关键词提取;智能匹配;矢量空间模型

**中图分类号:**TP391 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.018

## Intelligent match scheme of emergency plan based on Chinese keywords extraction

JIN Bao-hua, LIN Qing, WU Huai-guang

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

**Abstract:** The complication of emergency plan in public social field make plans hard to manage. And it also make decision maker hard to decide and integrate information. An intelligent match scheme of emergency plan based on Chinese keywords extraction was introduced. Based on the solving structure storage of emergency plan using framework structure theory, the participle of storage emergency plan was processed, the frequency, part of speech, position of framework were selected as keywords' characteristic values, least error of mean square method was used for training keywords weight regulatory factors to realize intelligent match of emergency plans more exact and efficient. The experimental results showed that the presented method is more promising in intelligent match method of emergency plan than tradition FIFA method.

**Key words:** emergency plan; Chinese keywords extraction; intelligent match; vector space model

## 0 引言

应急预案是突发事件中组织救援抢险的重要手段,同时也是反映政府部门快速反应能力的一把

标尺.目前,国内的应急预案管理系统主要以对预案进行查询、添加和修改等日常操作为主,忽略了预案资源的重用性.对预案资源的高层次利用包括运用匹配、推理等手段对预案实行智能化管理.由

收稿日期:2012-12-04

基金项目:郑州轻工业学院博士基金项目(2011BSJJ015)

作者简介:金保华(1966—),男,河南省郑州市人,郑州轻工业学院副教授,博士,主要研究方向为人工智能、计算机辅助决策系统.

于对应急预案的重要性认识不足,加之资源的信息量巨大,使得进行匹配时耗费的时间和空间也比较大。

本文将引入框架理论<sup>[1]</sup>,分析中文关键词的特征值与关键词权重调节因子的训练方法,以建立矢量空间模型,更高效更准确地实现预案间的智能匹配。

## 1 预案智能匹配的设计

### 1.1 框架理论在预案智能匹配中的应用

预案智能匹配模块是智能管理系统的核心成分。在预案智能匹配模块中,引入框架理论解决预案的智能化存储问题,以更好地应对预案临机决策问题。同时,这种存储方式也实现了传统文本预案的电子化,数据与程序相互独立,实现了网络共享和数据同步,可对相关的信息进行动态调整,具有动态双向查询功能,减少了大量人力。

框架理论是1975年由Minsky首次提出的。框架理论的核心是以框架这种形式来表示知识。框架的顶层是固定的,下层通过对若干槽(slot)与若干侧面(facet)的取值范围、求值方法的说明形成框架系统,完成资源知识结构的表达<sup>[2]</sup>。

框架定制不仅具有很好的扩展性能,而且可以通过利用槽与侧面中的信息去调用相应的模型,为智能预案的实现预留出接口。

经过一系列的研究,笔者发现在预案框架中、在预案构成的内容上,“总则”、“组织机构及职责”、“应急响应”是预案中必不可少的元素,即这个预案的核心成分。因此,这3个槽可以作为预案框架中的基本槽。而“总则”槽中的基本元素“适用范围”,“组织机构及职责”槽中的基本元素有“应急指挥体系以及职责”侧面,因此,这2个侧面可以作为响应槽中的基本侧面。基于基本预案评估所得出的匹配不仅仅是最原始的匹配值,也是整个综合预案中核心成分中最重要基础的匹配,因此,这些从继承父类所得到的对象属性对于一个预案的智能匹配模式有着非常重要的意义。

### 1.2 基于中文文本关键词提取的预案智能匹配总体设计

随着国家应急救援平台的发展,预案信息量日趋庞大<sup>[3]</sup>,同时对预案信息实时更新、分类管理提出了更高的要求。因此,在预案的智能匹配模式上,

动态地存储大量的文本数据是不现实的。为了进一步降低网络运行环境上和系统上的内耗,同时保证应急救援防范工作中预案信息的准确体现,本文提出了基于候选词权重的中文文本关键词提取方法。该方法从页面读取框架信息进行相应的中文文本关键词提取,使用均方误差最小的线性估计法训练调节因子自学习,存储并处理相应字段信息进行匹配。

在预案智能管理系统中,智能匹配模块提供预案定制、预案初始化、参数调整、智能匹配业务进行匹配工作。预案的智能匹配流程可用图1来表示。

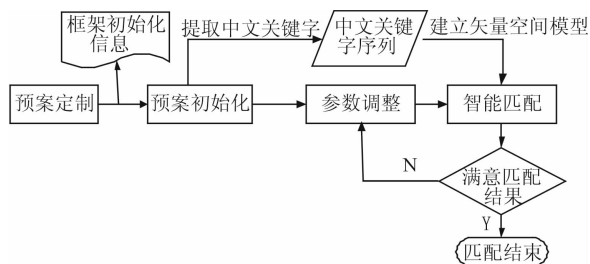


图1 预案的智能匹配流程图

预案定制,指的是预案模板的定制。除了“总则”、“应急组织体系”、“应急响应”这3个必要的槽之外,用户依照预案要素为该预案加入槽的信息。以《河南省盐业市场突发事件应急预案》为例,用户需要添“后期处理”槽和“保障措施”槽,同样地,为“总则”槽加入“编制目的”“应急工作原则”与“编制依据”这3个侧面,为“应急组织体系”槽内加入“应急组织机构”侧面。至此,整个预案的定制就完成了。

预案初始化,指的是将相应的文本信息通过文本导入的方式,通过生成的定制模板为预案进行初始化操作,通过表单的提交转入后台中文文本关键词提取并存入Oracle数据库中。

参数调整是为后期的智能匹配提供服务的。依照预案的28个要素的相应信息,用户将可侧重地调整预案框架中的槽与侧面的参数,从而为用户提供专业定制级的匹配服务。值得注意的是,在响应槽中的基本槽、基本侧面时使用的是模糊匹配,以增加匹配的实用性。

通过参数调整操作,依照预案的28个要素的相应信息,有侧重地勾选需要匹配到的槽或侧面,预案智能匹配问题,实则是预案与预案需匹配的框架信息中需匹配的文本与文本的相似度问题。记预案

$x$  与预案  $y$  的相似度为  $\text{sim}(plan_x, plan_y)$ , 因为 1 个预案需匹配的部分也是由槽与侧面组成的, 因此, 运用矢量空间模型来计算  $plan_x$  与  $plan_y$  之间的相似度. 将槽(此时槽中只有槽值)与侧面中的文本信息使用上述关键词提取得到的词组, 分别记为  $(ws_1, ws_2, \dots, ws_m)$  与  $(wf_1, wf_2, \dots, wf_m)$ . 则

$$\text{sim}(plan_x, plan_y) =$$

$$\begin{cases} \sum_{i=1}^n \text{sim}(slot_{xs1}, slot_{ys1}) & \text{若需匹配不存在侧面的槽} \\ \sum_{i=1}^n \text{sim}(slot_{xs2}, slot_{ys2}) & \text{若需匹配存在侧面的槽} \end{cases}$$

$$\text{sim}(slot_{xs2}, slot_{ys2}) = \sum_{i=1}^n \text{sim}(facet_{xi}, facet_{yi})$$

利用矢量空间模型<sup>[4]</sup>, 可知

$$\text{sim}(slot_{xs1}, slot_{ys1}) = \cos(slot_{xs1}, slot_{ys1}) =$$

$$\frac{slot_{xs1} \times slot_{ys1}}{\|slot_{xs1}\| \times \|slot_{ys1}\|} = - \frac{\sum_{i=1}^n (w_{xsi} \times w_{ysi})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n w_{xsi}^2} \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n w_{ysi}^2}}$$

同理可知

$$\text{sim}(facet_{xi}, facet_{yi}) = \cos(facet_{xi}, facet_{yi}) =$$

$$\frac{facet_{xi} \times facet_{yi}}{\|facet_{xi}\| \times \|facet_{yi}\|} = - \frac{\sum_{i=1}^n (w_{xfi} \times w_{yfi})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n w_{xfi}^2} \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n w_{yfi}^2}}$$

预案匹配模块最终以相似度按正序列出匹配结果. 通过上述方法, 用户可以灵活地按自身决策方案的需要最大程度地得到需要匹配的预案, 从而形成合理的决策方案, 实现预案价值的最大化.

## 2 中文文本关键词提取算法

### 2.1 关键词的预处理

该系统在分词上采用的是 imdict-chinese-analyzer 开源分词工具. 运用分词技术处理框架信息文本, 即在分词的基础上, 进行相应的处理<sup>[5]</sup>. 除此之外, 如何自动识别词的边界, 从而将汉字序列分为正确的词串的中文分词问题, 将是实现中文信息处理的基础问题<sup>[6]</sup>.

在分词的基础上, 进行相应的处理, 指的是框架信息文本中的预处理, 包括去除停用词以及进行词性过滤. 所谓停用词, 是指那些不能反映主题的功能词, 它们不但不能反映文献的主题, 而且还会对主题词的抽取造成干扰, 有必要将其滤除<sup>[7]</sup>. 停用词一般包括标点符号、虚词, 基于预案的特殊性,

还包含一些对需要匹配的主题反映程度不够强烈的词语. 像文本中的标点和虚词是很好理解的, 因为这些词语词频较高, 但对反映的主题没有任何帮助, 反而带来很高的干扰性, 影响分词的效果. 根据反复测试预案文本的过程得到的动词停用表, 是出于进一步提高提取文本特征的准确性的考虑.

### 2.2 关键词提取算法的特征项

在预案初始化操作中用户导入的文本信息经过分词与词性过滤后得到词集, 所面临的问题就是选择关键词的问题. 选择以下 3 个因子作为关键词的特征项.

1) 词频: 它是有效反映该词是否能反映主题的标准之一. 运用以下公式, 作为词语  $i$  的词频因子  $\text{freq}_i$ .

$$\text{freq}_i = f_i(f_i + 1) \quad \textcircled{1}$$

其中,  $f_i$  表示是词语  $i$  在用户导入到定制好的预案框架中的文本信息中的词频. ①式是非线性函数, 即词频因子随着词频的增加逐渐上升, 当词频足够大时, 函数向 1 收敛.

2) 词性: 预案作为一个具有行政意义的方案<sup>[8-9]</sup>, 其公文性较强, 笔者认为, 名词在预案中较能反映主题. 运用以下公式, 计算词语  $i$  经过分词与词性过滤后得到的词性因子  $\text{type}_i$ .

$$\text{type}_i = (w_i + 1)(w_i - 1)$$

其中,  $w_i$  的取值为

$$w_i = \begin{cases} 3.0 & \text{名词} \\ 2.0 & \text{动词} \\ 1.0 & \text{其他词语} \end{cases}$$

3) 词语在定制的模板的位置. 根据预案间的相似度的计算可知, 词语在基本槽与基本侧面上的位置具有重要的意义. 运用以下公式计算词语  $i$  的位置因子  $\text{pos}_i$ .

$$\text{pos}_i = \begin{cases} 0.8 & \text{当词语 } i \text{ 出现在基本槽的基本侧面中} \\ 0.6 & \text{当词语 } i \text{ 出现在基本槽却不在基本侧面中} \\ 0.4 & \text{当词语 } i \text{ 不出现在基本槽中} \end{cases}$$

其中,  $\text{pos}_i$  为词语  $i$  在预案导入到定制好的预案框架中文本信息的位置因子.

### 2.3 关键词权重计算

所有的关键词权重计算都是基于上文所述的词频因子、词性因子与位置因子这 3 个因子, 词语  $i$  计算公式如下:

$$\text{weight}_i = \alpha \times \text{freq}_i + \beta \times \text{type}_i + \gamma \times \text{pos}_i$$

其中,  $\text{weight}_i$  为预案框架文本框中候选词  $i$  的权重;



$freq_i$  为词频因子;  $type_i$  为词性因子;  $pos_i$  为位置因子;  $\alpha, \beta, \gamma$  为 3 个因子的调节因子。

关键词的权重是指关键词能够反映预案主题的程度。为了能够更有效地计算出关键词的权重,可以通过均方误差最小的线性估计法训练调节因子。具体方法如下。

1) 设定该预案框架信息中文本的训练词语排序  $v_i$ 。

2) 将第 1 个训练文本依照初始调节因子的值计算出词语的权重并排序  $v_1$ , 并将其中词语  $i$  得到的  $freq_i, type_i, pos_i$  分别记为  $(A_i, B_i, C_i)$ , 因此从词语 1 到词语  $n$  所得到的词语序列为

$$A = \begin{bmatrix} A_1 & B_1 & C_1 \\ A_2 & B_2 & C_2 \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ A_n & B_n & C_n \end{bmatrix}$$

3) 根据  $v_1$  反解出关于  $(\alpha \beta \gamma)^T$  的解集  $F$ , 记为  $\eta = (\alpha_i \beta_i \gamma_i)^T$ 。

4) 根据  $\eta$  计算出

$$\xi(\eta) = \begin{cases} A_1 \times \alpha + B_1 \times \beta + C_1 \times \gamma \\ A_2 \times \alpha + B_2 \times \beta + C_2 \times \gamma \\ \vdots \\ A_n \times \alpha + B_n \times \beta + C_n \times \gamma \end{cases}$$

5) 将调节因子矩阵  $(\alpha \beta \gamma)^T$  记为  $b$ 。

6) 关于  $\xi$  的  $\eta$  估计  $\hat{\xi}(\eta) = A\eta + b$ , 为使得  $E\{\|\xi - \hat{\xi}\|^2\} = E\{\|\xi - (A\eta + b)\|^2\}$  达到最小值, 这时  $\hat{\xi} = A\eta + b$  称作为最佳线性估值。其中  $\xi$  是  $n \times 1$  的矢量,  $\eta$  是  $m \times 1$  的矢量,  $A$  是  $n \times m$  的矩阵,  $b$  是  $n \times 1$  的矢量。此时上述关于  $\xi$  的  $\eta$  最小均方误差估计  $\hat{\xi}(\eta) = E\{\xi/\eta\}$  问题转化为需要找到一个关于  $\eta$  的线性函数作为最佳估计。

7) 利用正交性原理, 即如果用复随机变量  $\eta_1, \eta_2, \dots, \eta_m$  的线性组合  $\hat{\xi} = a_1 \times \eta_1 + a_2 \times \eta_2 + \dots + a_m \times \eta_m$  来估计复随机变量  $\xi$ , 其估计误差  $e = \xi - \hat{\xi}$ 。若  $e$  和  $\eta_1, \eta_2, \dots, \eta_m$  正交, 则此估计是最小均方误差线性估计。利用  $E\{e \cdot \overline{\eta_j}\} = E\{[\xi - (a_1 \eta_1 + a_2 \eta_2 + \dots + a_m \eta_m)] \cdot \overline{\eta_j}\} = 0$  的满足正交性的线性估计来计算得到  $b = E\xi - A_j \times E\eta$ 。并利用  $b$  训练得到矢量  $\eta' = (\alpha'_i \beta'_i \gamma'_i)^T$ 。

8) 重复 3) 到 7), 得到第  $k$  次计算得到的  $\eta^k = (\alpha^k_i \beta^k_i \gamma^k_i)^T$ 。

9) 对  $s$  个文本重复 2) 到 8) 的过程, 将得到的

$\eta^{k'}, \eta^{k''}, \dots, \eta^{k_s}$  则可以得到

$$\eta_s = (1/s)(\eta^{k'} + \eta^{k''} + \dots + \eta^{k_s}) \quad (2)$$

$\eta_s$  为经过训练文本调整之后得到的关于  $\alpha, \beta, \gamma$  的向量。

10) 将  $\eta_s$  根据 ② 式进行计算, 即可得到词语  $n$  的权重, 并默认取框架信息输入文本中权重值最大的前 5 个形成数组存入数据库字段中。

## 3 实验结果与分析

### 3.1 实验语料

本实验所使用的语料为应急平台信息技术河南省工程实验室的预案语料库, 其中的预案文档严格按照预案的分类方法, 即按预案类型主要分为自然灾害、事故灾难、公共卫生和社会安全 4 个类作为语料<sup>[10-11]</sup>。从各个类中选择一定数量的文档, 并从文档中节选适当的章节作为定义的预案, 定制部分的文本作为训练集, 而将上文所提及的调查系统网络与信息安全应急预案作为测试集。

对于这些训练集与测试集, 其关键词都是人工赋予的, 其中训练集的关键词数目的选取依据为每个文本的长度。

### 3.2 评价方法

对于预案匹配中关键词提取算法的评估方法依靠对调查系统网络与信息安全应急预案测试集中算法提取的关键词与标准关键词作语法上的匹配后, 所得到的中文文本提取关键词的平均查准率  $P$  与召回率  $R$  这 2 个因素来核查算法的效果<sup>[12]</sup>。而此处所提及的标准关键词是由 5 位计算机应用专业的研究生组成的人工标注小组经过反复的互阅所得。其中, 查准率  $P$  与召回率  $R$  的计算方法分别如下:

$$P = \frac{n_c}{n_a} \quad R = \frac{n_c}{n_r}$$

其中,  $n_c$  为自动提取正确的关键词数目,  $n_a$  为自动提取的关键词数目,  $n_r$  为人工赋予的完全的关键词数目。

### 3.3 分析与讨论

图 2—图 4 为对 10 篇, 20 篇, 30 篇, 40 篇, 50 篇文本进行训练后, 分别对测试集的预案提取 5 个关键词、10 个关键词和 15 个关键词的情况。从这 3 幅图可以得到一个共同的结论: 在对大小不同的训练文本提取相同数目的关键词的情况下, 随着训练文本数量的增加, 查准率与召回率均有较大提高; 但

当训练文本增加到一定数目后,查准率与召回率增加情况相对较为平稳.由此可以推断出,经过均方误差最小的线性估计法训练调节因子后,调节因子趋于收敛.

同时,比较图2—图4可以得知,提取的关键词越多,查准率与召回率越高.而当提取的关键词达到一个阈值后,查准率与召回率趋于收敛,由此可知,在训练了此30篇文本平均长度的情况下对调查系统网络与信息安全应急预案提取关键词,适宜采用提取10个左右的关键词来达到提高效率与提取质量的比值.

图5与图6给出了当训练文本为30的时候,从测试集依次提取出5个,10个,15个,20个,25个关键词,此时该算法与FIFA算法<sup>[13]</sup>中的查准率与召回率之间的比较情况.

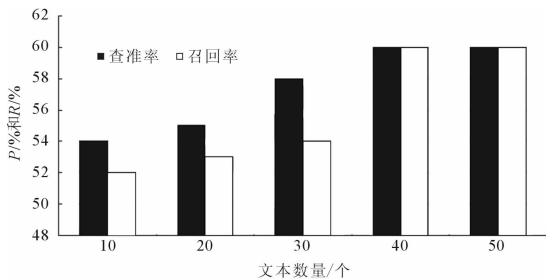


图2 不同训练集大小下的评估因素取值 (提取5个关键词)

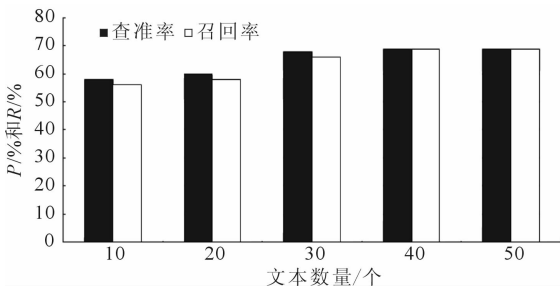


图3 不同训练集大小下的评估因素取值 (提取10个关键词)

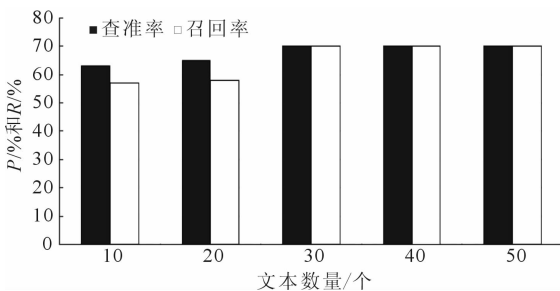


图4 不同训练集大小下的评估因素取值 (提取15个关键词)

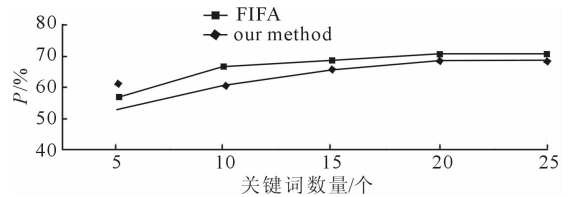


图5 与传统方法相比较的查准率

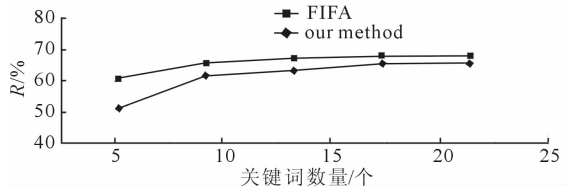


图6 与传统方法相比较的召回率

由图5与图6可知,相对于FIFA算法,采用均方误差最小的线性估计法来训练提取算法公式,能够有效提高所提取关键词的性能,使得本算法所得到的关键词的查准率在平均高出2%到6%,召回率平均高出4%到6%.

### 4 结论

本文综合分析了预案智能管理中预案的特性,为了能够加强预案资源中各类基础信息的整合,为决策者提供智能匹配方案.本文引入了框架理论,采用词频、词性以及词语在预案框架中的位置作为关键词的权重的特征值;利用均方误差最小的线性估计法训练关键词权重的调节因子,并对分词后关键词进行权重计算;利用矢量空间模型实现预案文本间最大相似度的匹配,完成智能预案匹配的设计;设置参数调整模块用于异类的预案间的匹配,具有良好的扩展性与实用性.

基于中文关键词提取的预案匹配打破了传统的单一的预案匹配模式,可有侧重地选择相应的预案框架进行匹配,用户自主性较大,也为在实战中利用智能预案系统收集反馈信息提供了方便.

### 参考文献:

- [1] Stuart Russel. 人工智能——一种现代的方法[M]. 北京:人民邮电出版社,2010.
- [2] 蔡艳婧,程显毅,潘燕.面向自然语言处理的人工智能框架[J].微电子学与计算机,2011,28(10):173.
- [3] 井悦.应急预案和应急资源数据库管理系统研究与实现[J].煤炭经济研究,2010,30(7):92.

# 一种基于 OPTICS 聚类的流量分类算法

张建伟<sup>1</sup>, 王玲艳<sup>2</sup>, 姚云磊<sup>2</sup>

(1. 郑州轻工业学院 软件学院, 河南 郑州 450001;

2. 郑州轻工业学院 计算机与通信工程学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**提出了一种适合在线实时分类并避免过多人为因素干扰的流量分类方法. 该方案早期采用 DPI 技术识别信息流的业务类型, 作为后期聚类算法的指导和基准; 借鉴 OPTICS 聚类算法思想, 用数据点的个数来衡量稠密度, 完成信息流的聚类, 可有针对性地为用户提供服务.

**关键词:**网络流量; 流量识别; 聚类算法; OPTICS

**中图分类号:**TP393      **文献标志码:**A      **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.019

## An improved traffic clustering algorithm based on OPTICS

ZHANG Jian-wei<sup>1</sup>, WANG Ling-yan<sup>2</sup>, YAO Yun-lei<sup>2</sup>

(1. College of Software, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;

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

**Abstract:** A kind of flow classification method for suitable to online real-time classification and avoid too much interference with human factors was put forward, the scheme applies DPI technology to identify the information flow business type in early stage, it works as guidance and reference for late clustering algorithm, based on the thought of OPTICS clustering algorithm, the information flow of clustering was completed using the number of data points to measure consistency, the services can be provided for targeted user.

**Key words:** network flow; traffic identification; clustering algorithm; OPTICS

## 0 引言

随着互联网网络用户逐渐增加, 网络业务应用更加多样化. 为提高网络服务质量和效率, 目前的研究热点是如何构造用户所关心的以业务内容为出发点的新型网络架构. 不同的业务需要的服务质量不同, 而网络流量是记录和反映网络及其用户活动的重要载体. 研究流量的分类, 使网络对各个业务内容提供不同的服务, 以便网络或某些自治系统可以统一进行快速的业务部署, 提高网络的承载能

力, 改善网络的服务质量. 因此如何对网络流量进行分类是一个值得研究的课题.

传统的流量分类方法是根据源端口、目的端口、源地址以及目的地址这些基本的特征来进行的, 随着网络应用的多样化以及用户应用情况的复杂化, 这些基本的信息特征已经不能达到网络流量分类的目的. 近年来, 很多学者开始研究如何使用机器学习算法来进行流量分类. 文献[1]采用遗传算法训练神经网络算法权值和阈值的方法进行流量分类的研究. 文献[2]采用贝叶斯分类的算法研

**收稿日期:**2012-11-26

**基金项目:** 国家 973 重点研究计划 (2007CB307102, 2007CB307100); 河南省基础与前沿技术研究计划项目 (082300410280)

**作者简介:** 张建伟 (1971—), 男, 河南省方城县人, 郑州轻工业学院教授, 主要研究方向为宽带信息网络.

究网络流量的分类. 文献[3]提出一种基于密度的经典的 DBSCAN 聚类方法, 进行网络流量分类的研究. 这些方法人为干扰因素较大. 为降低人为因素的干扰, 本文拟借鉴 OPTICS 聚类算法思想对数据流量进行区分归类, 并对结果进行验证, 有针对性地为用户提供服务.

## 1 OPTICS 算法

本文采取将数据包特征与数据流特征相结合的信息流特征提取方案. 由于各种业务的特征不同<sup>[4-6]</sup>, 在分析数据包载荷特征的业务检测时, 发现不同协议的载荷特征在每条数据流的前几个数据包就开始呈现出来. 利用上述特性, 在数据包特征抽样方案中, 抽取数据流的前  $n$  个数据包, 运用深度数据包检测技术 DPI 进行数据包的检测识别. 根据文献[7-9]知, 当  $n=5$  时, 该检测方法可以达到较高的识别精确度. 同时提取数据信息较为显著的流量特征, 产生该数据流的综合特征向量, 其中加密数据包通过 DPI 技术无法获得特征信息, 信息流的信息特征提取过程如图 1 所示. 根据获得的特征向量, 采用改进的 OPTICS 算法进行聚类, 对未识别的数据流量通过聚类将它们归入相应的业务类别.

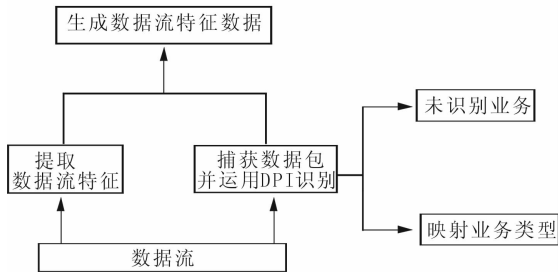


图 1 数据流信息特征提取图

OPTICS 是一种基于密度的聚类方法. 该方法是在 DBSCAN 方法的基础上提出来的<sup>[10]</sup>, 其中有 2 个比较重要的参数, 即点的邻域  $\xi$  和点个数的阈值  $MinPts$ .

点的邻域: 空间中任意一点  $x$  的  $\xi$  邻域指以  $x$  为圆心, 以  $\xi$  为半径的区域,  $N_\xi(x) = \{x' \in X | d(x, x') \leq \xi\}$  这里  $X$  是数据集,  $d(x, x')$  是  $x$  与  $x'$  之间的距离.

若点的邻域中至少包含  $MinPts$  个点, 即  $|N_\xi(p)| \geq MinPts$ , 称  $x$  为核心点, 在类的边界上的点称为边界点, 这里  $MinPts$  是事先设定的阈值.

## 2 改进的 OPTICS 算法

### 2.1 改进算法思想

OPTICS 算法并不根据参数值直接产生聚类结果, 而是产生数据对象的一个顺序, 在每一类中, 数据依照核心距离和可达距离进行排列, 根据数据点的稠密度自动交互完成聚类, 可用于自动和交互的聚类分析. 该算法随机选择一个对象, 作为起始点, 向着数据最稠密的方向发展, 直到将所有数据对象组织成一个有序序列. 利用 OPTICS 算法存储每个对象的核心距离和适当的可达距离, 可以抽取聚类, 并且这些数据集对可达区域的参数  $\xi$  和  $MinPts$  不敏感. 本文在该策略的基础上, 针对流量特征的特点对算法进行调整, 形成适用于流量分类的 OPTICS 聚类算法. 以首次达到的数据流的抽取特征为基础, 计算依次到达的数据流的特征向量与第 1 个特征向量的可达距离, 根据距离确定每个数据点的位置; 同时记录距离基础点每间隔距离数据点落在该距离的数据点个数, 然后将数据点密度较大部分归为一类, 将边缘数据点根据差异度归类.

定义数据流基于 IP 报文首部的协议、流的时长、流的字节数、流的包数、前向或者后向分组包长度、包到达时间间隔 (最大、最小、平均值、标准差) 等 37 个网络流量属性特征. 根据文献[4, 7], 选取特征较突出的几个属性作为特征属性. 将数据流持续的时间、数据包到达时间间隔、数据包长度 3 个突出的属性作为业务划分的标准. 运用 DPI 技术逐包检测后, 将相应的数据流与对应的应用层协议关联起来. 数据流记为  $S = \{s_1, s_2, s_3, \dots\}$ , 应用层协议流量类型为  $Y = (y_1, y_2, y_3, \dots)$ , 相应的映射记为  $\{S_i, Y_j\}$ . 识别出来的这些信息数据流可以作为检验后面聚类质量优劣的基准; 未识别的信息流将其记为 Unkown.

### 2.2 算法步骤

信息流特征提取之后产生对应信息流特征向量, 每一个向量可以看作是空间里的一个数据点. 改进后的 OPTICS 算法流程如图 2 所示, 本文将零向量假定位为某一数据流的特征向量, 并将此作为核心点, 参数  $\xi$  假定为无穷大,  $MinPts$  在这里不再指定.

1) 将零向量作为基准点, 也就是核心点.

2) 计算新捕获的数据流的流特征向量与基准向量  $p$  之间的可达距离,用公式①计算,并根据可达距离确定新到达流量特征向量数据点  $q$  的位置,数据点按距离基准点距离升序排列. 用数组  $R[A_{11}, A_{12}, A_{13}, \dots]$  记录相应特征向量的距离

$$dis = \sqrt{(x_i - x_0)^2 + (y_i - y_0)^2 + (z_i - z_0)^2} \quad \text{①}$$

其中,  $i = 1, 2, 3, \dots$ ;  $x_0, y_0, z_0$  是基准向量的坐标,即  $S_0 = (x_0, y_0, z_0), S_i = (x_i, y_i, z_i), S_i$  为捕获数据流的特征向量.

3) 同时用数组  $CUN[N_{11}, N_{12}, \dots], N_{11}$  代表距离基准点最近距离为特征向量的个数,  $N_{12}$  表示距离基准点次近距离的特征向量的个数.

4) 参考前期 DPI 确定的聚类个数,分析  $CUN[N_{11}, N_{12}, \dots]$ , 确定临界点.

5) 分别计算并对比临界点与相邻两类的相似度,把边缘点归入相似度较大的一类,完成聚类.

选取每个聚类中的核心数据点,该核心点在最小  $\xi$  时可以把该类的数据点全部覆盖.

计算边缘点与邻近 2 个数据类核心点的相似度,并比较相似度的大小,归入相似度较大的一类. 计算公式如下:

$$sim = \frac{1}{(s_i - av_j)2} \quad \text{②}$$

其中,  $s_i = \sum_{m=1}^3 w_m^2$ , 表示第  $s_i$  组中第  $i$  条数据各属性的平方和;

$av_j = (\sum_{i=1}^n s_i) / n$  表示该组各  $s_i$  的平均值.

### 3 实验结果

为了验证算法的有效性,在不同的时间和地点利用 Netmate 工具采集了运营宽带网络中的流量数据,收集了包含完整数据包的数据集,该工具能计算网络流量的属性特征值. 把具有相同源 IP 地址、源端口号、目的 IP 地址、目的端口号和协议的分组包组成 1 个流. 然后采用 DPI 技术对收集到的数据进行应用识别,不失一般性,实验随机采取 3 个时段数据源的数据,其基本信息如表 1 所示.

表 1 数据源基本信息

数据源	采集时段	大小/K	总流数/个	总包数/个
trace1	16:45 ~ 16:59	1 048 577	58 408	2 406 609
trace2	17:23 ~ 17:34	1 048 577	47 031	2 484 737
trace3	21:00 ~ 21:14	517 499	25 537	1 221 242

对所采集的 3 组流量数据进行识别分类,3 组数据主流业务具体识别结果分别为 73.59%, 62.53% 和 82%. 无负载的流占总流数的百分比分别为 17.6%, 24.90%, 8.95%; 不能识别出的业务类型占数据流总流数的百分比分别为 9.25%, 12.57% 和 8.53%. 某些业务类型不能识别的原因是该业务对数据包进行了加密. 3 组数据业务分类结果表 2 所示.

表 2 信息流经 DPI 技术识别分类结果 %

Application 具体协议	trace1 流/包	trace2 流/包	trace3 流/包
Web	1.95 (10.21)	3.07 (10.98)	1.07 (7.55)
QQ	0.83 (1.37)	0.95 (2.35)	0.47 (6.08)
PPLive	35.10 (22.02)	31.67 (15.64)	33.36 (29.29)
DNS	0.36 (0.32)	0.57 (0.57)	0.25 (0.35)
Bit Torrent	35.17 (28.31)	25.93 (14.00)	47.43 (18.56)
Non-pay load	17.16 (8.43)	24.90 (9.40)	8.95 (6.56)
Unknow	9.25 (24.17)	12.57 (39.22)	8.35 (28.8)

由实验结果可知,由 DPI 初次检测识别后,大部分流量信息能够确定其应用类型,但是对于加密数据流量信息 DPI 无法识别;采用聚类算法之后可以看到数据流信息全部归类, DPI 技术不能识别的加密流,在运用 OPTICS 算法对信息流进行聚类后,就可以辨别出加密的数据流的业务类型,将其归入相应的业务类别,最终完成了信息流的识别分类. 经 OPTICS 聚类算法处理后分类结果和改进的 OPTICS 聚类算法处理后结果分别如表 3, 表 4 所示. 从识别

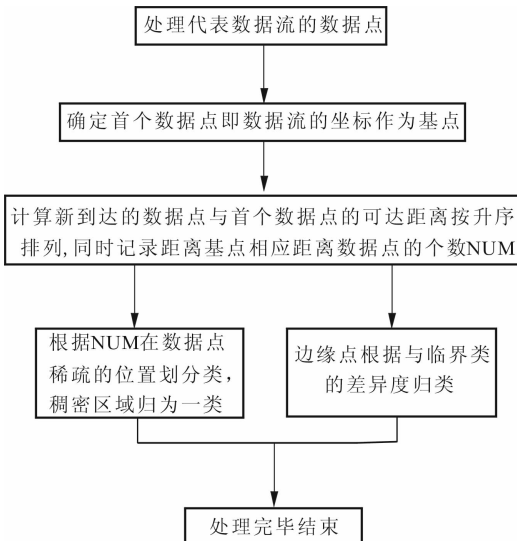


图 2 改进的 OPTICS 算法流程

结果可以看出改进后的 OPTICS 算法识别精度有了一定的提高.

表3 OPTICS 算法聚类后分类结果 %

Application 具体协议	trace1 流/包	trace2 流/包	trace3 流/包
Web	3.05(13.31)	4.90(15.38)	1.89(10.24)
QQ	1.81(6.01)	3.78(11.45)	3.57(16.59)
PPLive	38.53(29.07)	36.32(23.64)	35.16(35.19)
DNS	1.26(1.02)	1.57(6.57)	0.65(1.95)
Bit Torrent	38.31(37.50)	29.02(22.54)	48.97(27.42)
Non-pay load	17.04(8.22)	24.41(9.01)	8.51(5.70)

表4 改进的 OPTICS 算法聚类后分类结果 %

Application 具体协议	trace1 流/包	trace2 流/包	trace3 流/包
Web	3.05(13.31)	4.92(16.08)	2.03(10.45)
QQ	1.91(6.21)	3.76(10.75)	3.42(16.38)
PPLive	38.43(28.87)	36.32(23.64)	35.16(35.19)
DNS	1.26(1.02)	1.57(6.57)	0.65(1.95)
Bit Torrent	38.42(37.71)	29.07(22.68)	49.03(27.56)
Non-pay load	16.93(8.02)	24.36(8.87)	8.45(5.56)

### 4 结论

本文采用的方案在早期用 DPI 技术对数据流进行检测识别,辨识出数据流的业务类型,作为后期聚类个数的指导元素.针对未识别的数据流,通过 OPTICS 算法进行聚类,可以确定加密的无法识别数据流的业务类型.在该方案中后期,聚类算法不受人为因素和初始聚类中心和数据顺序的干扰.同时

该方案前期识别出的业务类别可以作为后期聚类算法准确度的基准,检验该聚类方法的有效性和准确性.

### 参考文献:

[1] Erman J, Arlitt M, Mahanti A. Traffic classification using clustering algorithms [C]//SIGCOMM '06 MineNet Workshop, Pisa: ACM, 2006:11.

[2] 邱密, 阳爱民, 刘永定, 等. 使用贝叶斯学习算法分类网络流量[J]. 计算机工程与应用, 2010, 46(25):78.

[3] 张剑, 钱宗钰, 寿国础. 在线聚类的网络流量识别[J]. 北京邮电大学学报, 2011, 34(1):103.

[4] 钮晓娜, 郭云飞, 张进. 基于数据包抽样的互联网业务流精确分类[J]. 计算机应用研究, 2009, 26(10):3863.

[5] Huang N F, Jai G Y, Chao H C. Early identifying application traffic with application characteristics [C]//Proc of ICC, Beijing: IEEE Conference Publications, 2008:5788.

[6] Moore A W, Papagiannakik. Toward the accurate identification of network applications [C]//Proc of PAM 2005 (LNCS3431), Boston: [s. n. ], 2005:41.

[7] 焦小焦, 钟诚, 杨柳, 等. 基于流量特征和载荷特征的 P2P 流量识别 [J]. 计算机工程与科学, 2010, 32(8):24.

[8] 马永立, 钱宗钰, 寿国础, 等. 机器学习的 Internet 流量分类[J]. 计算机应用, 2010, 30(1):80.

[9] 李卫, 边江, 王盈. 动态网络流量分类研究[J]. 电子科技大学学报, 2007, 36(6):1508.

[10] 马超群, 兰秋军, 陈伟民. 数据挖掘[M]. 北京: 科学出版社, 2007.

(上接第 82 页)

[4] 李学俊. 基于分词算法 &VSM 的文本主观题自动评分算法研究 [J]. 电脑知识与技术: 学术交流, 2011(9):6122.

[5] 金翔宇, 孙正兴, 张福炎. 一种基于词汇链的关键词抽取方法[J]. 中文信息学报, 2001, 15(6):25.

[6] 徐亚娟. 基于公安业务信息的文本挖掘技术研究与实践[D]. 杭州: 浙江大学, 2008.

[7] 郑家恒, 卢娇丽. 关键词抽取方法的研究[J]. 计算机工程, 2005, 31(18):194.

[8] 郝彬. 应急预案行政法律问题研究[D]. 北京: 中国政法大学, 2010.

[9] 栾盈菊. 对政府应急预案编制与实施的思考——以 2008 年南方低温雨雪冰冻灾害为例[J]. 江南社会学院学报, 2008, 10(2):27.

[10] 刘功智, 刘铁民. 重大事故应急预案编制指南[J]. 劳动保护, 2004, 52(4):11.

[11] 金碧芳. 交通紧急事件处理预案仿真评估系统的设计与实现[J]. 计算机应用与软件, 2010, 27(3):157.

[12] 李晓黎, 刘继敏, 史忠植. 概念推理网及其在文本分类中的应用[J]. 计算机研究与发展, 2000, 37(9):1032.

[13] 朱靖波, 姚天顺. 基于 FIFA 算法的文本分类[J]. 中文信息学报, 2002, 16(3):20.

# JXTA 网络路由机制研究

黄道颖<sup>1</sup>, 史利华<sup>1</sup>, 张安琳<sup>1</sup>, 陈慧<sup>1</sup>, 张安琴<sup>2</sup>

(1. 郑州轻工业学院 计算机与通信工程学院, 河南 郑州 450001;

2. 中国建设银行江苏分行 信息技术部, 江苏 南京 210002)

**摘要:**JXTA 的技术手册中对 JXTA 的路由协议进行了描述,但并未对其中关键的防火墙、NAT 穿越实现问题进行详细介绍,这导致在利用 JXTA 技术开发、部署 P2P 网络应用时,在穿越防火墙和 NAT 时面临困难.针对 P2P 路由面临的问题,探讨了使用 Relay 技术实现 JXTA 网络防火墙、NAT 穿越以及路由表的组织维护等问题,同时给出了使用 JXTA ERP 协议搜索有效路由的例子.

**关键词:**P2P 网络;JXTA;Relay 中继节点;路由机制

**中图分类号:**TP311 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.020

## Research on JXTA network routing mechanism

HUANG Dao-ying<sup>1</sup>, SHI Li-hua<sup>1</sup>, ZHANG An-lin<sup>1</sup>, CHEN Hui<sup>1</sup>, ZHANG An-qin<sup>2</sup>

(1. College of Computer and Communication Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;

2. Information Technology Department, China Construction Bank of Jiangsu Branch, Nanjing 210002, China)

**Abstract:**The Manual describes the routing protocol of JXTA, but doesn't introduce the key implement about passing through Fire Wall and NAT, which has trouble passing through them in JXTA P2P development and distribution. Aiming at this problems faced by P2P routing, how to use JXTA Relay technology across the network barriers, routing table maintenance and other issues were analyzed and studied, and the example of search for effective routing using JXTA ERP protocol was given.

**Key words:**P2P network;JXTA;Relay peer;routing mechanism

## 0 引言

P2P 路由和传统 IP 网路路由技术都是用来解决相应网络中,如何确定源与目的节点间消息传输路径问题.但由于其在网络体系结构中所处位置的不同,导致两者路由技术存在差别:1)两者工作的层次不同,P2P 网络路由面临网络层和传输层对应用层通信的各种障碍<sup>[1]</sup>(如防火墙,NAT等);2)传

统网络 IP 路由是相对稳定的,而 P2P 网络中路径维持时间则很短,路由变化较快,这就要求 P2P 路由能自适应频繁变化的网络环境;3)IP 路由由专用的、特殊的路由器设备来存放路由表,实现路由查找和消息转发,而 P2P 路由是分散路由,每个 P2P 节点拥有路由模块来维护各自的路由表,查找各自的路由.因此 P2P 路由所要解决的关键技术有:1)如何解决网络的防火墙、NAT、协议不兼容等问

收稿日期:2013-01-08

基金项目:国家科技支撑计划基金项目(2006BAK01A38);河南省杰出青年科学基金项目(0612000600);郑州市科技计划项目(112PPTGY249-7)

作者简介:黄道颖(1967—),男,河南省信阳市人,郑州轻工业学院教授,博士,硕士生导师,主要研究方向为计算机网络体系结构、分布式计算系统.

题, 即其路由技术如何冲破防火墙、NAT 等的限制问题; 2) 如何寻找可用路由, 并且维护节点的路由表. 由于节点的频繁加入和退出, 这样就需要采用特定的路由算法来查找新的可用路由, 且需要很好的路由更新机制; 3) 如何在路由表中选择最佳路由, 即使用某种技术让逻辑路径和实际路径结合起来, 从而达到最优路由<sup>[2]</sup>.

JXTA 技术制定一组协议专门解决构建 P2P 网络所遇见的问题, 由于 JXTA 的技术手册中并未对 JXTA 的路由协议中关键的防火墙、NAT 穿透实现问题进行详细介绍, 这就导致利用 JXTA 技术开发、部署 P2P 网络应用时, 在穿越防火墙、NAT 时面临困难, 因此本文针对上述问题进行研究. 并给出了一个可行的解决方案.

### 1 JXTA 中的 Relay 技术

对等网络中防火墙和 NAT 是节点间的通信阻碍. 防火墙通常配置为过滤到除 HTTP 外所有的东西, NAT 指内部网络的计算机在进行对外访问时通过地址转换将内部 IP 转化成对外 IP, 使外部节点无法查询内部主机及资源<sup>[1]</sup>. 采用中继节点 Relay 来解决网络出现的上述问题. Relay 的功能是暂存防火墙外节点发送来的消息, 等待防火墙内的目的节点来读取, 从而为它们建立连接. Relay 节点的工作原理可以用图 1 来说明.

图 1 中 Peer1 和 Peer2 在防火墙或 NAT 的外面, Peer3 处于两者内部. JXTA 技术为解决通信问题, 在节点配置时将 Peer2 设置成为中继节点.

由 Peer3 主动发起与 Peer1 通信不受防火墙和 NAT 的影响, 两者可以直接连接, 不需要 Peer2 的参与, 即可完成整个通信过程. 但 Peer1 主动与 Peer3 进行连接时, 由于防火墙或 NAT 的存在, 两者无法

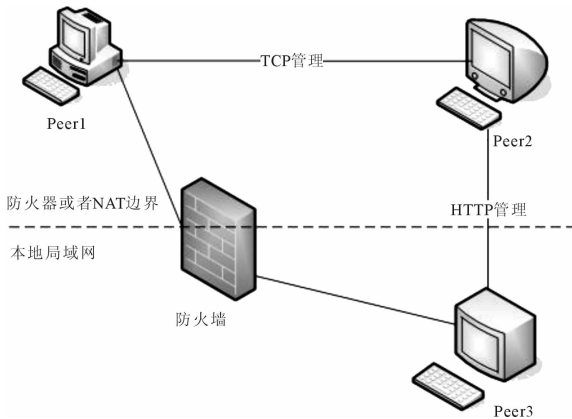


图 1 中继节点的桥接作用

直接建立通信连接. 解决问题的方法是 Peer3 通过发现协议查找中继节点 Peer2 并将它加入自己的中继列表, 定时向它发送命令来获取信息. 2 个节点进行通信时, Peer1 先将请求连接信息发给 Peer2, Peer2 进行存储, Peer3 定时发送 GET 命令来获取信息, 这样 Peer1 的请求就传给了 Peer3, Peer3 根据信息与 Peer1 直接建立管道连接并通信.

穿越协议不兼容障碍跟上述过程差不多, 由 Peer2 完成 Peer1 与 Peer3 之间协议的转换. 比如 Peer2 桥接了一个 TCP 管道和一个 HTTP 管道. 总体而言 JXTA 网络中, 中继节点成为不同物理网络或者使用不同协议的节点间通信的桥梁.

### 2 Relay 的选取和实现机制

JXTA 网络中 Relay 的生成跟集合点有着类似的方法. 不在防火墙/NAT 等障碍后的节点可以在平台配置时选择成为 Relay, 这些节点必须允许接收其他节点发起的连接并发送消息. 与集合点不同的是, 所有节点加入 JXTA 网络, 必须要选择集合点连接或者自己成为集合点. 但 Relay 不是每个节点都必需的, 只有在防火墙/NAT 等障碍后的节点才需要借助 Relay 节点进行通信.

JXTA2. 6 中 Relay 部分的配置代码如下所示<sup>[2]</sup>:

```

NetworkManager MyManager = newNetworkManager
(NetworkManager. ConfigMode. Relay, Name, Configura-
tionFile. toURI() );//
NetworkConfigurator MyCf = MyManager. getConfigurator
(); //
MyCf. setUseMulticast( false ); MyCf. setTcpPort( TcpPort.
Relay );
MyCf. setHttpPort( HttpPort. Relay ); MyCf. setTcpHttpEn-
abled( true );
MyCf. setTcpHttpIncoming( true ); MyCf. setTcpHttpOutgo-
ing( true );

```

节点在设置成中继节点后会在对等组内发布广告, 以便组内成员发现并加入自己的中继列表, 进行连接和信息中继.

Relay 的实现机制为: Relay 功能由 Relay 节点本身和节点共同协作完成. Relay 用消息队列存放需中继的消息, 然后等待各目的节点发送请求来获取自己的信息. 因为节点有可能随时退出网络, 所以 Relay 维护一个租期控制器 Lease Manager 实现消息队列租期的 Lease 机制. 租期有时间限制, 表明



Relay 需要维护这个队列的时间,也表明节点在这段时间的状态信息.每个活动节点都必须定期更新在 Relay 中的 Lease,以防消息队列过期而被取消. Relay 也会不断检查每个节点的 Lease,若相应 Lease 过期且没有收到新的更新,则认为该节点已离开,不再处理向其发送的信息并删除其消息队列.

Relay 具体实现机制可用图 2 来说明.

防火墙和 NAT 经常被设置成只允许内部 Peer 主动发起连接请求.在图 2 中,Peer1 和 Peer2 节点位于防火墙的内部,中继节点 Relay 位于防火墙外部,且在 JXTA 网络形成之初,就被配置为中继节点,并由网络运营商(或 JXTA 网络应用开发者)保持常在线运行,其 IP 地址作为周知 seed 节点内嵌在 JXTA 网络应用中.中继节点 Relay 为 Peer1 和 Peer2 维护其消息队列,当目的节点认为它们的信息到达时,Relay 接收并存储直到它们发起 GET 命令来获取或相应的 Lease 到期.节点在退出网络前,需定期更新消息队列的 Lease,否则会因租期截止而影响对 Relay 的使用.

### 3 JXTA 路由表组织和实现机制

基于 JXTA 技术制定的协议中端点路由协议,专门解决路由查找、路由更新及最优路由选择问题.由于工作层次、网络状态、实现设备不同,JXTA 路由与传统路由有很大的区别.

JXTA 路由是一种分散路由,每个路由节点都有自己缓存的路由表,这与传统网络路由器设备集中管理和操作不同.JXTA 网络中各节点缓存的有效路

由表由几个子路由表组成. 1)直连路由(directRoute)可以直接建立通信而不需要由 Relay 进行中继的节点构成的路由表,一般由刚刚通信过的节点组成,是各路由表中效率最高的路由表. 2)多跳路由(routedRoute)指消息需要经过多个中继节点的转发才能到达目的节点.路由的来源有 3 个:通过 ERP(endpoint route protocol)协议查找;用发现服务从路由管理控制器(routeCM)得到;从转发消息头部获得路由信息. 3)路由控制管理(routeCM)JXTA 中主要路由表存放对象,用于添加维护路由信息通告,有新路由的出现便会添加,可使用发现服务来访问节点的路由缓存.

通过比较,三种路由效率由高到低,这也决定三种路由查询顺序不同.当 Peer 中路由模块收到请求时,先确认本节点是否为目的节点:若不是的话,则按照子路由表项中 directRoute → routedRoute → routeCM 的顺序进行搜索,在任意一处查到所需的路由,则停止查找并返回路由响应;若仍没有找到所需路由,则需要使用 ERP 技术,产生和发送路由请求来获取新的路由信息<sup>[3]</sup>.

### 4 JXTA ERP 协议及实现机制

ERP 位于 JXTA 协议簇的最底层,与节点解析协议 PRP 一起,为节点提供了在 JXTA 网络中进行连接、路由、发送和接收消息所需的最小限度的功能.它定义了一组路由服务处理的请求/查询消息来实现路由查找功能.路由请求报文(RQM)用于了解消息到达目的 Peer 途径的中间序列,还可以提取

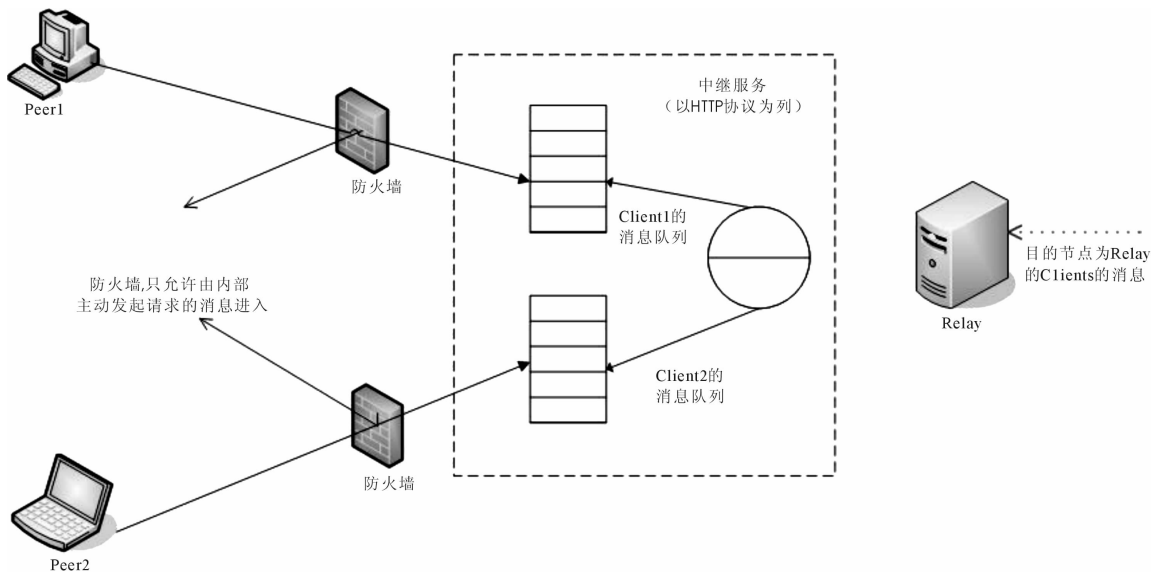


图 2 Relay 的实现机制

端点路由信息来得知另外 Peer 的存在. 向已知的节点和集合点发送路由请求信息, 消息每经过一个节点, 节点的端点服务会在消息上留下该节点的信息, 如名称、ID 等, 这样可用于循环检测, 防止重发, 节约网络资源, 还可以记录新的路由. 路由响应报文 (RRM) 用来响应 RQM 信息, 其中包含了到目的节点的路由信息. 两者报文有助于 JXTA 中有效路由的查找.

JXTA 利用 ERP 技术查找可用路由过程如图 3 所示.

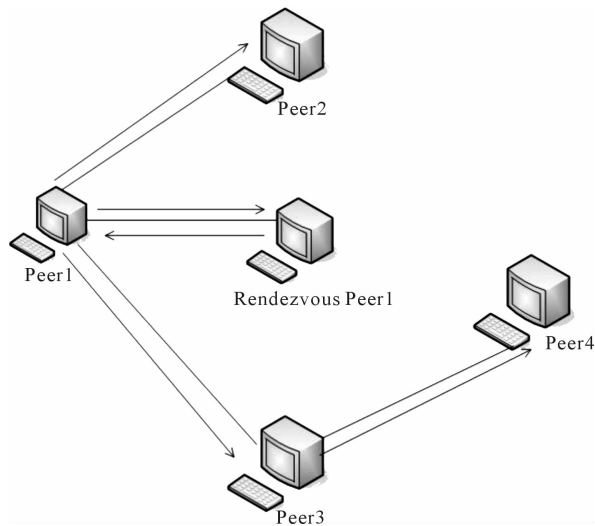


图 3 路由查找过程

1) Peer1 想与 Peer4 进行通信, 前提是知道 Peer4 的详细信息, 于是 Peer1 向所有已知的普通节点及集合点发送路由请求报文 RQM, 以便确认到 Peer4 的路由. 2) Rdv1 可以查自己的集合点列表视图 RPV 表, 若查到 Peer4 的路由, 则会向 Peer1 发送路由响应报文 RRM, 里面包含到目的节点的路径. 若没有, 则向它所知道的其他的集合点发送, 重复此过程, 直到搜索到可用路由或者超过响应时间丢弃不作响应. 3) Peer2 查看自己的缓存路由信息, 若

有则回复响应报文, 没有则按照 1) 操作进行. 4) Peer1 收到 RRM 后, 将路由信息添加到要发给 Peer4 的消息中, 然后发到返回路由第 1 个 Peer 地址, 图中为 Peer3. 5) Peer3 收到信息, 确认路由由中下一个 Peer, 增补到消息中, 然后进行转发. 6) Peer4 收到信息确认自己为目的节点, 使用相应服务从端点路由信息中读取原始信息, 然后两者建立管道进行通信.

JXTA 路由通过此过程将路由表组织完成. 通过有效的拓扑匹配算法 (时延统计向量算法) 与 JXTA 平台相结合, 将逻辑网络与物理网络实现对应, 保证路由表各路由的效率<sup>[4]</sup>. 路由控制管理将定时更新路由表, 添加新的路由路径, 删减已失效的路由, 从而确定路由表项的有效性. 综上所述, JXTA 路由技术可以解决 P2P 路由遇到的系列问题.

## 5 结语

JXTA 制订一组协议可以解决构建 P2P 网络中所出现的问题, 大大推进 P2P 技术的研究. 本文利用 JXTA 中继节点 Relay 来完成网络中通信障碍 (防火墙、NAT、协议不兼容等) 的穿越; 利用 ERP 协议找到可用路由; 划分 3 个子路由表, 并确立各自的更新机制从而进行维护; 由于子路由效率的不同, 根据查询顺序可以在路由表中选择最佳路由.

## 参考文献:

- [1] RFC3235, Network Address Translator (NAT) Friendly Application Design Guidelines[S].
- [2] JXTA Java Standard Edition V2.5, Programmer Guide[S].
- [3] 张琳. JXTA 路由机制的研究与监测[J]. 北京: 邮电大学学报, 2004(3): 15.
- [4] 许斌. JXTA-Java P2P 网络编程技术[M]. 北京: 清华大学出版社, 2003.

# 基于修正不变矩的车标识别研究与实现

杨国锋<sup>1</sup>, 王欢<sup>2</sup>, 黄敏<sup>1</sup>, 王艳明<sup>1</sup>, 马亚琼<sup>1</sup>

(1. 郑州轻工业学院 计算机与通信工程学院, 河南 郑州 450001;

2. 北京交通大学 计算机与信息技术学院, 北京 100044)

**摘要:**建立了基于修正不变矩的车标识别方法. 该方法通过模板匹配定位车标大致区域, 利用边缘检测对车标进行精确定位, 计算待识车标的修正不变矩特征值, 利用不变矩的最小距离进行车标识别. 该法不受待识别车标图像大小以及变形等因素的影响, 可以自适应地进行车标定位和车标识别. 实验结果表明, 与 Hu 不变矩相比较, 修正 Hu 不变矩可以提高图像目标的识别率, 有利于车标的识别.

**关键词:**不变矩; 特征提取; 车标识别; 最小距离

**中图分类号:** TP391      **文献标志码:** A      **DOI:** 10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.021

## Research and implementation of vehicle-logo recognition based on modified invariant moments

YANG Guo-feng<sup>1</sup>, WANG Huan<sup>2</sup>, HUANG Min<sup>1</sup>, WANG Yan-ming<sup>1</sup>, MA Ya-qiong<sup>1</sup>

(1. College of Computer and Communication Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;

2. College of Computer and Information Technology, Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, China)

**Abstract:** The vehicle-logo recognition method was built based on modified invariant moments. Template matching was applied to the rough location of vehicle-log, then, edge detection was used to locate vehicle-logo precisely, the modified invariant moments eigenvalue was calculated for the recognition vehicle-logo, at last the vehicle-logo recognition was achieved by invariant moment minimum distance. The approach can adapt to complete object location and recognition, it can be unacted on the image size and deformation. The experimental results showed that compared with Hu invariant moments, the method based on modified invariant moments has higher accuracy of recognition, which is conducive to the vehicle-logo recognition.

**Key words:** invariant moments; feature extraction; vehicle-logo recognition; minimum distance

## 0 引言

车辆识别是通过检测捕获的车头图像对车标进行识别, 进而对车辆类型进行分类的过程, 是研究智能交通系统的关键所在. 在车标识别过程中, 由于位置、光照等因素的影响, 实测图像与参考标准图像之间可能产生几何失真, 甚至发生错误<sup>[1]</sup>.

常用的车标识别的算法有: 基于能量增强和形态学滤波的车标定位方法, 该法简单直观、易于实现, 但车标目标较小, 周围的噪声干扰容易造成车标的定位准确率降低; 基于边缘直方图的快速汽车标志识别方法, 该方法因车标未经归一化处理, 造成自适应性较差, 随着车标数量增加, 识别准确率下降较快<sup>[2]</sup>. 本文拟基于模板匹配和边缘检测的车

收稿日期: 2013-01-07

作者简介: 杨国锋(1987—), 男, 河南省洛阳市人, 郑州轻工业学院硕士研究生, 主要研究方向为图像处理、信号检测.

通信作者: 黄敏(1972—), 男, 河南省南阳市人, 郑州轻工业学院副教授, 主要研究方向为信息处理、图像处理.

标定位,建立基于修正不变矩的车标识别方法,提高目标定位的准确度.

### 1 Hu 矩

$f(x, y)$  是数字图像,它的  $(p + q)$  阶矩定义为

$$m_{pq} = \sum_{x=1}^M \sum_{y=1}^N x^p y^q f(x, y)$$

它的  $(p + q)$  阶中心矩定义为

$$\lambda_{pq} = \sum_{x=1}^M \sum_{y=1}^N (x - \bar{x})^p (y - \bar{y})^q f(x, y)$$

归一化中心矩的表达式为

$$\eta_{pq} = \frac{\lambda_{pq}}{\lambda_{00}^{(p+q+2)/2}}$$

1962 年, Hu 将代数不变量理论应用于上述尺度规范化矩,构造如下 7 个著名的 Hu 矩不变量<sup>[3]</sup>

$$\varphi_1 = \eta_{20} + \eta_{02}$$

$$\varphi_2 = (\eta_{20} - \eta_{02})^2 + 4\eta_{11}^2$$

$$\varphi_3 = (\eta_{30} - 3\eta_{12})^2 + (3\eta_{21} - \eta_{03})^2$$

$$\varphi_4 = (\eta_{30} + \eta_{12})^2 + (\eta_{21} + \eta_{03})^2$$

$$\varphi_5 = (\eta_{30} - 3\eta_{12})(\eta_{30} + \eta_{12}) [(\eta_{30} + \eta_{12})^2 - 3(\eta_{21} + \eta_{03})^2] + (3\eta_{21} - \eta_{03})(\eta_{21} - \eta_{03}) \cdot [3(\eta_{30} + \eta_{12})^2 - (\eta_{21} + \eta_{03})^2]$$

$$\varphi_6 = (\eta_{20} - \eta_{02}) [(\eta_{30} + \eta_{12})^2 - 3(\eta_{21} + \eta_{03})^2] + 4\eta_{11}(3\eta_{30} + \eta_{12})(\eta_{21} + \eta_{03})$$

$$\varphi_7 = (\eta_{21} - \eta_{03})(\eta_{30} + \eta_{12}) [(\eta_{30} + \eta_{12})^2 - 3(\eta_{21} + \eta_{03})^2] - (\eta_{30} - 3\eta_{12})(\eta_{21} + \eta_{03}) \cdot [3(\eta_{30} + \eta_{12})^2 - (\eta_{21} + \eta_{03})^2]$$

### 2 修正 Hu 不变矩

在常用的计算图像的 Hu 矩的方法中,为了使图像中的目标大小符合给定要求,先对图像进行比例和平移变换,使目标的中心与图像中心重合.由于数字图像比例变换会造成重采样与重量化的误差,使得比例变换后,计算出的 Hu 矩不能准确地反映原目标的特征,造成原目标一些信息的丢失.因此,文献[4]对 Hu 矩进行了改进,由 R. Palaniappan 等<sup>[4]</sup>提出了修正 Hu 不变矩.包含修正系数  $x_s$  和  $y_s$  的新的中心矩定义为

$$\lambda_{pq} = \sum_x \sum_y (x - \bar{x} + x_s)^p (y - \bar{y} + y_s)^q f(x, y) dx dy$$

其中,  $f$  是一个非负连续图像函数;  $\bar{x}$  和  $\bar{y}$  分别是在  $x$  和  $y$  方向上的图像的重心坐标;修正系数  $x_s, y_s$  由下面的表达式获得:

$$x_s = \sqrt{\frac{m_{20}}{m_{00}}} \quad y_s = \sqrt{\frac{m_{02}}{m_{00}}}$$

在实际应用中,为了方便整体的比较和降低分类的复杂性,采用取对数的方法对不变矩数据进行压缩处理<sup>[5]</sup>,即

$$\varphi_k = |\lg \varphi_k^*| \quad k = 1, 2, \dots, 10$$

### 3 基于修正 Hu 不变矩和欧氏距离的车标识别

基于上述修正 Hu 不变矩算法和欧氏距离度量方法,该系统主要包括图像采集、车标图像预处理、车标定位、特征提取和特征匹配 5 个部分.系统框图如图 1 所示.

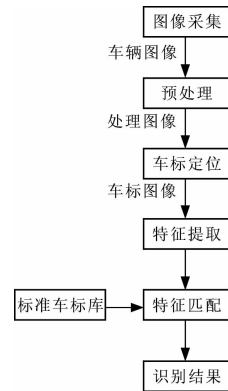


图 1 汽车车标识别算法流程

#### 3.1 汽车车标图像预处理

识别的第一步是对真彩色图像进行预处理,本实验选取 6 幅不同的彩色汽车车标图像为模板,如图 2 所示.首先将真彩色的汽车车标图像样本的大小归一化为 135 像素 × 135 像素,再将其标准图像转换为 256 级的灰度图像,并以 BMP 文件格式存储;然后用中值滤波去除噪声并保留图像细节;最后进行二值化处理.从左至右依次标记车标图像为 1, 2, 3, 4, 5, 6, 待测图像提取车标标记为 0. 为了提高车标识别的精度,对实际捕获的图像还要进行对比度的增强等工作<sup>[6]</sup>.



图 2 标准汽车车标图像(标号 1—6)

#### 3.2 汽车车标图像的定位

车标不仅形状复杂,而且作为背景的散热片的纹理也有许多种,一般有水平、垂直和网状 3 种纹理.其中车标两侧左右对称的背景纹理是一样的.根据车标及其背景的特点,车标的左右边界的获取方法如下:在粗定位区域中,从左侧截取 1/20 宽度

的条形区域作为模板,然后从左向右进行模板匹配,当匹配度 < 阈值  $T$  时,该位置为车标的左边界<sup>[7]</sup>,模板匹配的匹配度定义如下:

$$corr_{FF_1} = \frac{\sum_i \sum_j (F_{ij} - \bar{F})(F_{1ij} - \bar{F}_1)}{\sqrt{[\sum_i \sum_j (F_{ij} - \bar{F})][\sum_i \sum_j (F_{1ij} - \bar{F}_1)]}}$$

式中,  $F$  为模板图像;  $F_1$  为与模板进行匹配的图像;  $F_{ij}$  为  $F$  中  $(i, j)$  处的灰度值;  $F_{1ij}$  为  $F_1$  中  $(i, j)$  处的灰度值;  $\bar{F}, \bar{F}_1$  为  $F, F_1$  的灰度均值. 若  $corr_{FF_1} > T$ , 那么图像与模板的纹理一致; 若  $corr_{FF_1} < T$ , 那么图像与模板的纹理不一致<sup>[8]</sup>.

阈值  $T$  的选取方法如下:

$$T = (\max(corr) + \min(corr) + \text{mean}(corr))/3$$

式中,  $corr$  为模板匹配中得到的一维匹配度数组. 图3为车标左右边界精确定位.

然后,对图3进行SOBEL边缘检测,再通过水平轮廓投影获得上下边界的精定位,投影规则为<sup>[9]</sup>

$$P_i = |X_{i1} - X_{i2}|$$

式中,  $P_i$  为第  $i$  行的投影值;  $X_{i1}, X_{i2}$  为第  $i$  行中最左侧和最右侧的边缘点的横坐标. 在区域中投影值连续不为0且宽度最大的区域就是待识别车标区域,图4为车标上下边界精定位.



图3 左右精定位



图4 上下精定位

### 3.3 基于修正 Hu 不变矩的特征匹配

设有  $\omega_1, \omega_2, \dots, \omega_c$  共  $c$  个类别的模式识别问题, 每个类别中有标注的样本为  $N_i$  个,  $X$  与样本  $x_i^k$  之间的距离为  $\|X - x_i^k\|$ , 它表示  $X$  对这个类别的归属程度. 决策规则为: 若  $d_i(x) = \text{mind}_i(x), i = 1, 2, \dots, c$ , 则  $X$  认定为类  $\omega_c$ . 如果使用欧氏距离作为归属相

似度的度量,  $X$  与  $\omega_c$  分别由提取到的车标图像和标准车标库中的车标图像的7个修正 Hu 不变矩来表示<sup>[10]</sup>. 车标图像的不变矩距离定义为

$$d(x, y) = \|X - Y\| = \|Y - X\| = \sqrt{\sum_{i=1}^N (X_i - Y_i)^2} = \sqrt{\sum_{i=1}^N (\varphi_i^2 - \varphi_i^y)^2}$$

其中,  $N$  为特征空间的维数. 如果样本  $X$  和  $Y$  属于相同的类型区域, 那么欧氏距离  $d(x, y)$  的数值较小, 如果它们属于不同的类型区域, 那么欧氏距离  $d(x, y)$  的数值较大.

## 4 实验结果及分析

为了验证修正 Hu 不变矩的特性, 本文设计了2组实验, 在 Windows XP 环境下, 利用 Matlab 进行编程在计算机上运行. 第1组实验用于验证修正 Hu 不变矩在识别图像的欧氏距离方面比 Hu 矩具有的优势; 第2组实验用于验证修正 Hu 不变矩的平移、比例、旋转不变性和识别性能优于 Hu 不变矩.

实验1选取了6个标准的车标图像如图2所示, 分别用修正的 Hu 不变矩和 Hu 不变矩计算标号从1到6的标准车标图像与待测图像(标号0)(如图5所示)的特征向量之间的欧氏距离, 然后比较上述2种方法的实验结果. 实验1的结果如表1所示. 表1表明用修正 Hu 不变矩方法得到的欧氏距离比 Hu 矩得到的欧氏距离大, 这说明修正 Hu 不变矩在识别相似图像中有较高的准确度, 修正系数的加入使得标准图像与待测图像之间的欧氏距离的稳定性增强, 使不变矩具有更接近真实性的识别效果. 并且结果显示图像0和图像5之间的欧氏距离为最小, 与实际情况相符. 实验1验证了修正 Hu 不变矩在图像识别中具有更好的识别精度.



图5 待识别车标(标号0)

表1 车标图像之间的欧氏距离

图像编号	$\varphi'_1$	$\varphi'_2$	$\varphi'_3$	$\varphi'_4$	$\varphi'_5$	$\varphi'_6$	修正不变矩	Hu 不变矩
1	3.427 444	6.888 879	9.957 275	9.925 731	19.867 241	13.370 945	3.565 28	3.432 28
2	3.330 153	6.687 957	9.631 241	9.606 260	19.225 014	12.950 902	2.609 24	2.546 24
3	3.325 396	6.681 649	9.673 786	9.645 404	19.305 005	12.986 863	2.626 87	2.563 87
4	3.395 734	6.823 920	9.872 991	9.842 484	19.700 227	13.255 169	3.296 90	3.176 90
5	3.287 239	6.600 991	9.511 457	9.487 181	18.986 503	12.788 308	2.216 90	2.163 90
6	3.375 430	6.783 519	9.810 721	9.780 781	19.576 539	13.173 244	3.074 55	2.874 55
0	3.028 006	6.076 824	8.862 405	8.842 742	17.695 318	11.881 465		

实验2 为了验证上述修正 Hu 不变矩, 针对 45 幅二值图像分别使用修正 Hu 不变矩和 Hu 不变矩进行识别, 实验结果如表 2 所示. 由表 2 可以看出, 在测试样本数目相同的情况下, Hu 不变矩的识别率为 88.89%, 修正不变矩的识别率达 93.33%. 因此, 修正不变矩相对 Hu 矩来说识别率提高了, 鲁棒性更好.

表 2 算法对比测试结果

算法	样本数	识别数	识别率
修正不变矩	45	42	93.33%
Hu 不变矩	45	40	88.89%

## 5 结论

本文通过模板匹配定位车标大致区域, 利用边缘检测对车标进行精确定位, 计算待识车标的修正不变矩特征值, 利用不变矩的最小距离进行车标识别. 通过仿真实验发现, 该算法比原始的 7 个 Hu 不变矩都有较大的提高. 修正后的不变矩具有更高的识别能力, 对旋转和缩放的图像拥有比较高的识别率, 进一步证明了不变矩不受识别目标大小、位置、方位的影响, 能够用来描述图像的整体性质. 同时, 所提出的修正不变矩能够提高图像目标的识别率. 不足的是, 时间效率较低. 因此, 下一步需要研究能够提高运算速率的相关算法, 使图像识别更具有实时性.

(上接第 17 页)

## 4 结论

本文利用 ABAQUS 软件, 对方支管 - H 型主管 T 型节点轴压性能进行了模拟计算和数值分析, 得到如下结论:

1) 通过对方支管 - H 型主管 T 型轴压节点的有限元分析, 可知支管根部破坏最为严重, 变形最明显, 方支管四条棱处出现应力集中现象. 与 H 型钢腹板垂直的方支管管壁上应力较大.

2) 相对于主管, 支管壁厚很小, 为薄壁构件, 承受轴向压力时极易发生屈曲失稳, 工程中应避免或采取加强措施.

3) 模拟的荷载 - 位移曲线与试验曲线的初始刚度存在差距, 误差 10.5%, 可能是因为模拟时未引入相应的失稳模态作为初始缺陷, 这是今后有限元模拟中应该注意的问题.

### 参考文献:

[1] 曹国峰, 姚念亮. T 形焊接方管内加劲节点轴向力下的

### 参考文献:

[1] Hu M K. Visual patten recognition by moment invariants [J]. IEEE Trans on Information Theory, 1962(8):179.

[2] 张伟, 何金国. Hu 不变矩的构造与推广[J]. 计算机应用, 2010, 30(9):2449.

[3] Flusser J, Su K T. Pattern recognition by affine moment invariants[J]. Pattern Recognition, 1993, 26(1):167.

[4] Palaniappan R, Raveendran P, Sigoru Omata. Improved Moments Invariant for Invariant Image Representation Invariants for Pattern Recognition and Classification[M]. Singapore: World Scientific Publishing Co, 2000: 167 - 185.

[5] 张德丰. Matlab 数字图像处理[M]. 北京: 机械工业出版社, 2009:293 - 294.

[6] 王玫, 王国宏, 房培玉, 等. 基于 PCA 与不变矩的车标定位与识别[J]. 武汉大学学报: 信息科学版, 2007, 33(1):36.

[7] 肖飞, 王运琼, 刘丽梅, 等. 基于局部对称性特征的快速车标定位[J]. 计算机科学, 2010, 37(2):298.

[8] 刘进, 张天序. 图像不变矩的推广[J]. 计算机学报, 2004, 27(5):668.

[9] 金敏, 徐守时, 汪行. 不变矩在模式识别中的应用研究[J]. 计算机工程与应用, 2004, 40(25):65.

[10] 徐学强, 汪渤, 于家城. 一种新型不变矩在图像识别中的应用[J]. 光学技术, 2007, 33(4):580.

承载力[J]. 同济大学学报: 自然科学版, 2007, 35(10):1331.

[2] 吴文奇, 吴耀华, 卢晋福. 考虑截面圆角效应的 T 型方管相贯节点静力承载力研究[J]. 钢结构, 2005, 20(78):21.

[3] Cao J J, Packer J A, Yong G J. Yield line analysis of RHS connections with axial loads[J]. Journal of Constructional Steel Research, 1998, 48:1.

[4] Zhao X L. Deformation limit and ultimate strength of welded T-joints in cold-formed RHS sections[J]. Journal of Constructional Steel Research, 2000, 53:149.

[5] 陈以一, 张梁, 王拓. 无加劲冷成型方钢管 - H 形钢梁翼缘板焊接节点受拉性能试验研究[J]. 建筑结构学报, 2011, 32(5):24.

[6] 张梁, 陈以一, 王拓. 无加劲冷成型方钢管 - H 形钢梁翼缘板焊接节点管壁变形初始刚度分析[J]. 建筑结构学报, 2011, 32(5):32.

[7] DD ENV 1993 - 1 - 1. CEN: Eurocode 3: Design of steel structures, Part 1 - 8 design of joints[S].

[8] GB 50017-2003, 钢结构设计规范及条文说明[S].

# 基于 Web 的招录警察培训效果 评价系统的设计与实现

陈春凯<sup>1</sup>, 王璐<sup>2</sup>

(1. 铁道警察学院 公安管理系, 河南 郑州 450053;

2. 铁道警察学院 公安技术系, 河南 郑州 450053)

**摘要:**设计实现了一个基于 Web 的招录警察培训效果评价系统. 该系统采用当前流行的 B/S 三层结构和 MySQL 数据库技术, 通过多个评价级别指标的建立, 能够实现对招警培训效果的合理信息化评价, 为公安机关对所培训警务人才综合能力的衡量提供了依据.

**关键词:**招警培训; 效果评价; 指标体系; 模糊计算; B/S 结构

**中图分类号:**TP393      **文献标志码:**A      **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.022

## Design and implementation of the training effect evaluation system of recruiting police base on Web

CHEN Chun-kai<sup>1</sup>, WANG Lu<sup>2</sup>

(1. Department of Police Management, Railway Police College, Zhengzhou 450053, China;

2. Department of Police Technology, Railway Police College, Zhengzhou 450053, China)

**Abstract:** A new training effect evaluation system of recruiting police based on Web was designed and implemented. The system uses B/S three-layer architecture and MySQL database technology which are all popular at present. Through the establishment of multiple-level indicators, it could achieve reasonable information evaluation for training effect. It provides measurement method for comprehensive ability of police trained by public security organs.

**Key words:** recruiting police training; effect evaluation; indicator system; fuzzy calculation; B/S structure

## 0 引言

学生在校的学习质量, 是适应社会需求的重要指标<sup>[1]</sup>. 目前学校对学生的考核, 主要是在校的考试成绩, 但对于接受职业技能型培训的(如招录的警察岗位职业培训)学生, 这种考核考试成绩的方法不客观, 其质量应该从校内考核和对社会的效能

上体现出来. 在构建职业院校学生学习质量的评价指标体系时, 应根据企业绩效评估的理论和方法进行多维的评估指标的遴选, 尤其是对公安院校学生, 用人单位更注重其岗位效能, 故对其进行岗位的培训以及培训效果的评价是一个重要的环节.

当前对警察的培训有多种形式的培训班<sup>[2]</sup>, 公安院校招录警察培训的培训对象不但有公安院校

的学生,还有退伍军人、非公安院校的毕业生,这种生源及以往学历教育的不同,使得公安院校警察培训增加了新的培训形式. 培训形式的多样性决定了对培训效果进行统一评价的必要性.

当前针对公安机关的培训效果评价系统的开发尚未见文献报道,但已有一些企业开发设计了培训效果评价系统,这些系统大多是针对企业内部员工的培训效果评价而开发的,与招录警察方面的效果评价关联度较小. 而且这些企业用的培训效果评价系统,很多没有涉及到 3 个级别的指标体系,对招录警察培训效果的评价缺乏操作性与实用性.

本文将针对公安机关的实际需求,设计基于 Web 的招录警察培训效果评价系统,通过 3 个级别指标体系的构建实现对警察培训成效的评价与总结,以为培训警务人才的综合素质能力的衡量提供依据.

## 1 基于 Web 的招录警察培训效果评价系统设计

### 1.1 主题思想

该系统旨在构建职业院校学生学习质量的指标体系,从一级指标、二级指标、三级指标的分层次指标体系考虑评估指标的遴选,以此为基础设计能够量化的细节指标和与指标对应的权重. 三级指标体系包括宏观指标、基本指标、微观指标,指标体系要能够科学、客观地评价学员的学习质量. 在实现上,要根据用户权限的不同设计不同的用户角色,用户在登录界面通过不同的身份登录进入不同的操作管理界面. 考虑到评分录入以及评分的评判与汇总时所涉及的数据信息量较大,在设计所涉及的各个数据库表时尽量使其完善而简洁,要求在维护管理上由专人负责.

### 1.2 系统架构

招录警察培训效果评价系统在整体架构上采用的是三层 B/S 模式,如图 1 所示. 客户机发送的请求页面到达应用服务器之后,应用服务器提取出请求页面的内容向数据库服务器请求相关的数据,数据库服务器在收到该请求的同时,从其数据库中查询并取出应用服务器所请求的数据(假设数据库中存储了所请求的数据),进而将之发送给应用服务器,应用服务器再将数据库服务器发来的数据进行整合,展示为 Web 页面的形式后将送给客户机即显示在客户机浏览器上<sup>[3]</sup>. 该系统就是以这

种交互原理进行方便高效的各种交互行为的. 同时,从以上过程可以看出,三层 B/S 模式结构的主要特点是<sup>[4]</sup>,客户端能够实现对系统的零维护,整个系统也能够方便地升级和维护. 另外,应用服务器和数据库服务器集中了应用程序、各种数据信息等,用户在客户机上不用再安装别的软件而只需通过客户机的操作系统和浏览器就能方便地与该 Web 系统进行交互.

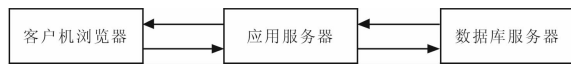


图 1 三层 B/S 模式原理图

在具体实现上,客户机端的用户通过 HTTP 或 DCOM 远程调用应用服务器端的相关组件,从而间接地对数据库服务器中的数据信息进行操作. 其具体过程如下:

- 1) 在客户机端,用户通过浏览器向应用服务器发送 Web 请求;
- 2) 应用服务器收到 Web 请求后,使用通信线程与后台数据库服务器建立连接,并向数据库服务器发送查询请求;
- 3) 数据库服务器对收到的查询请求进行处理,并向应用服务器返回相应的数据信息;
- 4) 应用服务器收到数据库服务器返回的数据信息后,断开与数据库服务器间的连接,并对数据信息进行整合,以 Web 页面的形式返回给客户机浏览器.

从以上过程中可以看出,客户机与数据库服务器并没有建立直接连接,而是通过应用服务器进行间接通信的. 交互过程中所传输的信息量明显减少,应用服务器和数据库服务器对所收到的请求信息的响应时间也缩短,从而使得系统的性能得到显著的提高.

### 1.3 功能模块

招录警察培训效果评价系统基于 Web 平台,从多个视角评价培训警察的学习质量,研究综合评价指标体系的构建和实现方法,改善教育培训机构的管理、教育模式,提高教学质量,达到输出高质量警察人才的目的,是一个多模块的综合评价系统. 该系统主要完成评价指标体系的创建与维护、评分信息的录入与维护、评分信息的评判与汇总、用户信息的创建与维护以及系统的维护等功能,其功能模块如图 2 所示.



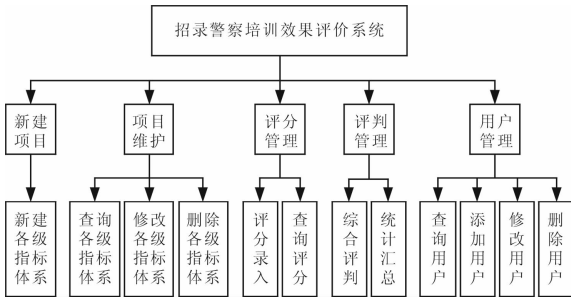


图2 系统功能模块图

从图2可以看出,招录警察培训效果评价系统主要由新建项目、项目维护、评分管理、评判管理和用户管理5个部分组成.各模块之间通过功能的相互配合,能方便地管理招警培训效果评价的各个环节.

1)新建项目:项目管理员结合项目需求新建项目名称,在此基础上,为该新建项目添加其所属的一级指标、二级指标和三级指标等各级指标的具体内容;在构建各具体指标的同时,为每一个指标进行权重分配,并且每个级别所有指标的权重和要求为100%.

2)项目维护:针对系统中已有的项目,项目管理员在此模块中可以对项目进行相关维护,其中包括对已有项目的查询和项目名称的修改,以及对一级指标、二级指标和三级指标等各级指标进行查询、修改和删除操作.由于项目在创建后所包含的各级别指标的规模有可能会很大,因而在系统的开发中,并无设计项目的删除操作.

3)评分管理:项目用户可以通过评分录入为某项目下的培训学员进行评分,评分录入都是在三级指标上操作的,即为某个项目每一个三级指标所对应的内容逐一评分.项目用户还可通过查询评分对自己在某项目下所评过分数的所有学员进行评分查询,也可以查询评判之后的综合分数,从而方便了解整体的评分动态.

4)评判管理:项目管理员通过综合评判为某一项目下针对某一学员的所有三级指标的评分进行综合的汇总评判,从而评判出该学员在该项目下的综合分数.通过统计汇总,可以得到所有项目下所有学员的综合分数并存储到后台数据库,以方便项目管理员和项目用户进行随时查询.

5)用户管理:系统管理员通过合法身份进入系统后,可以对项目管理员、项目用户等各种权限用户的信息进行查询、添加、修改和删除操作.同时,用户可以根据自己的具体需要向系统管理员提交

修改权限的请求,系统管理员针对用户的请求对用户进行权限的修改,从而实现用户角色的转变.

## 2 关键技术

### 2.1 数据库设计

系统涉及到一级指标、二级指标、三级指标等各级指标的内容及其权重,以及针对每个项目和每个学生所评的分数,项目管理员和项目用户等各类用户在指标体系的创建和评分录入与查询,对这些数据的操作都会频繁地访问后台数据库.另外,由于实时性要求,用户通过 Web 浏览器从后台数据库获取数据信息的响应时间也要足够短.因此,选用 MySQL 作为服务器端的数据库管理系统. MySQL 对共享 SQL 和多线程服务器体系结构的支持,为大量多媒体数据的同时通信提供了条件.在具体实现上,系统整体 ER 图设计如图3所示.

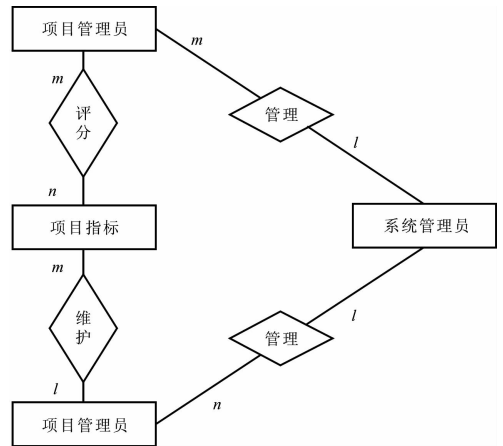


图3 系统 ER 图

### 2.2 算法设计

在评估中,有些具体的指标可能是不宜量化的(即模糊的),因而本系统在设计时,采用模糊综合评价法<sup>[5]</sup>对警察培训评估指标进行评估.

设某评价对象的  $n$  个指标集合  $U = \{u_1, u_2, \dots, u_n\}$ , 指标可能的  $m$  个评估等级的集合  $V = \{v_1, v_2, \dots, v_m\}$ , 对每一指标  $u_i$  都有一个模糊评价  $\tilde{R}_i = \{r_{i1}, r_{i2}, \dots, r_{im}\} \in F(V)$ .

对于  $n$  个指标有  $n$  个模糊评价  $\tilde{R}_1, \tilde{R}_2, \tilde{R}_3, \dots, \tilde{R}_n$  构成模糊矩阵:

$$\tilde{R} = \begin{bmatrix} \tilde{R}_1 \\ \tilde{R}_2 \\ \vdots \\ \tilde{R}_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} r_{11} & r_{12} & \cdots & r_{1m} \\ r_{21} & r_{22} & \cdots & r_{2m} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ r_{n1} & r_{n2} & \cdots & r_{nm} \end{bmatrix} = (r_{ij})_{n \times m}$$

其中,  $i = 1 \sim n, j = 1 \sim m; r_{ij}$  为指标  $u_i$  具有评价  $v_j$

的隶属度. 设指标集  $U$  上的权重模糊向量:  $\tilde{A} = \{a_1, a_2, \dots, a_n\}$ ,  $a_i$  为指标  $u_i$  的权重, 且满足  $\sum_{i=1}^n a_i = 1$ ,  $a_i \geq 0$ , 通过  $R$  变换得出评价集  $V$  上的模糊集, 即单指标的综合评判结果:  $\tilde{B} = \tilde{A} \circ \tilde{R} = \{b_1, b_2, \dots, b_m\}$ . 另外, 对不能量化评估指标, 采用 {优, 良, 中, 较差, 差} 作为评价集  $V$ .

为了考虑每个指标对评估的贡献, 亦可选择加权平均的方法, 将评估结果再做归一化处理, 得出模糊评估结果. 如果考虑指标之间的相互影响, 可通过灰色关连分析的方法确定指标之间的关联序.

### 2.3 安全设计

该系统涉及到 3 个级别指标体系的内容以及诸多评判分数, 因而要着重对其数据的保密性和可靠性进行有效的安全保障, 这种安全性主要从以下 3 个方面来实现.

1) 数据库的安全保障. 在本系统的设计中, 采用 MySQL 数据库系统本身的安全机制进行安全性控制. 通过为不同的用户建立不同的用户标识进程和服务进程, 每个用户只享受其对应的用户标识进程和服务进程提供的服务, 在具体实现上是通过访问矩阵来控制不同的用户(用户进程)、访问操作不同的数据对象(服务进程)的. 同时, 通过视图指定了用户使用数据的范围, 保证了未被授权访问数据的安全性, 从而提高了数据库乃至整个系统的性能.

2) Web 服务器的安全保障. 主要从 Web 应用程序的安全、Web 服务器所在网络的安全、Web 服务器所在操作系统的安全以及 Web 发布系统自身的安全 4 个方面进行考虑. 在 Web 服务器端部署入侵检测系统和主机防火墙, 用以检测和防护外界非法数据的入侵, 在校园网的出口处部署网络防火墙, 采用 VPN 技术实现 Web 服务器与外网用户间的数据通信, 而为进一步加强 Web Server 层和操作系统的的功能, 对 Web 服务器要进行及时的升级、补丁安装以及关闭多余服务进程等措施, 同时, Web 系统本身在开发设计时具备了较好的容错性能.

3) 权限式安全管理. 权限设计采用基于角色控制的方式, 用户要访问系统的资源, 首先要为其授予一个角色, 而该角色具有访问系统资源的能力. 本系统采用分级授权安全管理机制, 根据权限的不同将用户划分为系统管理员、项目管理员、项目用户 3 类. 并以此为基础, 建立用户权限数据库, 使得相应权限的用户只能访问或有权修改系统中对应的数据资源. 另外, 使用 MD5 算法<sup>[6]</sup>对用户登录系统时所输入的用户名和密码进行加密, 以确保网络

传输过程的安全. 登录时使用验证码, 以防止特定程序的批量登录. 多个用户也不能使用同一账号同时登录系统. 用户、角色、权限(功能)和资源之间的关系如图 4 所示.



图 4 用户、角色、权限、资源关系图

### 2.4 性能优化

系统是基于三层 B/S 架构设计实现的, 根据 B/S 三层模式的特点, 该系统具有很好的可扩展性和可维护性<sup>[7]</sup>. 其性能优化主要分为前端优化和后台优化.

1) 前端优化. 大多数情况下, 用户访问网页的等待时间都是发生在浏览器前端的, 尤其是需要等待页面和页面中各种元素(图片、视频、Flash、CSS、JavaScript)的下载. 因而前端的优化对系统整体性能的提升起着至关重要的作用.

本系统在前端优化上主要采用了减少 HTTP 连接次数和减少外部脚本的使用等诸多方法. 页面所产生的 HTTP 连接次数是影响系统性能的关键因素, 在针对这一点的系统设计时, 页面的设计做到尽量简洁, 且最大程度地减少图片的使用, 通过删除一些冗余的页面特效来减少 JavaScript 的使用; 另外, 尽量减少外部脚本的使用, 从而降低一次 DNS 解析过程中时间的消耗以及削弱外部脚本文件的响应速度过慢对系统的影响.

2) 后台优化. 前端优化可以避免造成服务器和带宽资源的浪费, 能够有效地优化系统的性能, 但随着将来系统访问量的不断增加, 仅靠前端优化是不够的, 后台软件处理并行请求的能力、程序运行的效率、硬件性能以及系统的可扩展性等, 将成为影响系统性能和稳定的关键因素.

在后台优化上, 应用服务器采用多线程技术<sup>[8]</sup>, 即通过多线程服务器和连接管理器与数据库服务器进行交互之前的预先连接, 来保证数据信息及时准确地收集和传输. 在具体实现上, 多线程技术采用的是抢先式多任务处理机制. 为每个线程分配不同的优先级别, 优先级高的线程最先执行. 在所有进程的并行执行过程中, 空闲进程并不占用网络资源. 由于线程在进程中是并行执行的, 系统在不同线程间切换的时间也很短, 因此看上去多个线程是同时进行的. 这样很大程度上提高了系统的并行性, 从而使得用户对数据信息的查询处理及响应时间进一步缩短, 加强了系统数据的共享能力, 提

高了系统的整体性能。

另一方面,考虑到系统数据库信息的复杂性以及对这些数据的频繁访问,提高数据访问速度也是系统整体性能提升的重要因素<sup>[9]</sup>。在评分管理模块中对所录入的分数采用缓存存储机制,可以有效地减少对数据库频繁访问的次数,从而减少数据库服务器的通信量和负载,对系统性能的进一步优化起到了重要的作用。

### 3 系统的运行效果

该系统在运行部署后,能够有效地发挥其在培训效果评价方面的能力,将培训效果评价的方式由以往的纯人工操作升级为由计算机参与的操作,从而极大地节省了公安机关招录培训机构的工作量,提高了工作效率。

该系统已部署运行于多级公安机关(见图5),以其较好的性能和效果得到了各用户单位的一致

好评。

## 4 结论

当前对警察的培训有多种形式,而培训形式的多样性决定了对培训效果进行评价的必要性。本招录培训效果评价系统基于这种效果评价的迫切性,采用了当前流行的B/S三层结构和MySQL数据库技术,通过3个级别指标体系的遴选实现了对警察培训成效的评价与总结,为各级公安机关对所培训警务人才综合能力的衡量提供了依据,从而有效地促进了警察培训管理的信息化进程。该系统已部署运行于多级公安机关,通过实践证明了其较好的性能和效果。在此基础上,项目组将进一步开发系统的警员考核功能,以满足警察招录考核与评价的一体化分析和应用,并且继续在更多的公安部门进行推广,从而更为充分地体现本系统的技术价值和社会价值。



图5 招录警察培训效果评价系统截图

### 参考文献:

- [1] 许华春. 加强高职学生校内技能考核的若干思考[J]. 高等教育研究, 2011, 32(3): 65.
- [2] 陈彦彦. 论警察教育培训中的思想政治工作[J]. 前沿, 2009(12): 142.
- [3] 龙银香. B/S模式的个性化交互式网络教学平台的结构与设计[J]. 计算机与现代化, 2005(6): 23.
- [4] 亓常松, 潘洪军, 孙吉贵. 基于Web Services的MIS结构研究与应用[J]. 吉林大学学报: 信息科学版, 2006, 24(3): 316.
- [5] 方可, 何博夫, 杨明, 等. 模糊综合评价法在仿真可信度评估网中的应用[J]. 哈尔滨工业大学学报, 2011, 43(5): 30.
- [6] 陈少晖, 翟晓宁, 阎娜, 等. MD5算法破译过程解析[J]. 计算机工程与应用, 2010, 46(19): 109.
- [7] 赵建伟, 阳宪惠, 朱双华, 等.  $\gamma$ 遥测数据远程通信系统的设计与实现[J]. 计算机工程与设计, 2007, 28(16): 3849.
- [8] 陈佐, 杨秋伟, 万新, 等. 一种多线程负载均衡分析方法研究[J]. 计算机应用研究, 2011, 28(5): 1752.
- [9] 申新鹏, 李战怀, 曾雷杰. P2P数据缓存机制研究[J]. 计算机工程与设计, 2011, 32(8): 2636.

# 基于身份的数字签名在数字图书馆中的应用

杨清兰

(郑州轻工业学院 图书馆, 河南 郑州 450002)

**摘要:**在图书文档传递中采用基于身份的加密和数字签名,实现了对图书电子文档进行合法性和完整性校验,给出了基于公钥证书的数字签名技术,使其在数字图书馆成功应用.在图书电子文档传递过程中,采用基于身份的数字签名可以省去对公钥证书的管理和维护的代价,无需传递文档发送者的数字证书,电子文档接收者也无需验证公钥证书的合法性,从而节约了带宽,减少了计算量,大大方便了数字图书馆的用户.

**关键词:**数字图书馆;安全;基于身份的数字签名;公钥证书

**中图分类号:**TP309 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.023

## The application of ID-based signature scheme in digital library

YANG Qing-lan

(The Library of Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

**Abstract:** the validity and integrality of the document were verified using ID-based digital signature and encryption during the transmission of E-books and the digital documents, and the application of ID-based signature scheme in digital library was proposed. The results showed that the cost of the management and maintain of certificates for public key users can be omitted during the transmission of E-books and the digital documents. During sending a digital document, it does not to transmit the sender's public key certificate, and the receiver of the digital document does not to verify the validity of the public key certificate, so it saves the width and reduces many computation, which provides more convenience for the users of digital library.

**Key words:** digital library; security; ID-based digital signature; public key certificate

## 0 引言

图书馆的数字化是图书馆建设的一个重要内容,特别是随着计算机技术和现代通信网络的发展,虚拟数字化图书馆系统发展受到了广泛的关注.数字签名技术是现代密码学研究的一个重要内容.数字签名是在数据单元后面附加上一些校验数

据,这些数据需要利用加密技术对数据单元进行加密变换才能产生.数字签名具备以下主要特点<sup>[1]</sup>:不可伪造性;保证消息的完整性;不可否认性.数据的接收者能够根据数字签名验证数据单元的来源、数据的完整性,并能防止恶意用户伪造校验数据.任何人都可以通过用户的公钥验证数字签名的合法性,并验证电子文档的完整性,实现对数据源的

收稿日期:2013-01-07

基金项目:国家自然科学基金项目(61272525)

作者简介:杨清兰(1973—),女,河南省邓州市人,郑州轻工业学院助理馆员,主要研究方向为数字化图书馆和信息资源共享.

认证. 由于数字签名有以上特点, 其在电子商务、电子政务、网络通信、信息安全中有着广泛的应用. 数字签名可分为2类: 基于公钥证书的数字签名<sup>[2-3]</sup>和基于身份的数字签名<sup>[4]</sup>. 与基于公钥证书的数字签名方案相比, 基于身份的数字签名方案有明显的优势, 即不需要公钥证书, 从而大大简化了公钥管理的过程; 另外, 用户在对电子文档进行数字签名验证时, 无需传递和验证公钥证书, 从而节约了带宽, 减少了计算量. 目前, 数字签名技术主要是通过公钥密码技术实现的. 许多学者对图书馆数字化的理论和实践进行了有益的探索. 例如, 张建中<sup>[5]</sup>以中南工业大学图书馆电子阅览室为例, 给出了图书馆多功能电子阅览室网络系统的设计与实现; 董晓霞等<sup>[6]</sup>利用面向对象和远程控制技术对网络和数据库操作进行了封装, 给出了一种新的电子阅览室管理系统; 安琳等<sup>[7]</sup>利用 RSA 加密算法对数字图书进行加密, 实现了数字图书内容的安全性和流通范围的有效控制; 董理文<sup>[8]</sup>给出了基于公钥证书的数字签名技术在数字图书馆中的应用, 以实现图书电子文档传递的完整性、认证性.

文献[8]的方案需要使用公钥证书, 这就需要有一个证书生成机构为所有的用户生成公钥证书, 系统需要对公钥证书目录进行管理和维护, 这会增加系统的代价. 另外, 在向用户发送图书电子文档时, 需要同时将发送者的公钥数字证书发给读者, 这不可避免地会增加带宽的需要, 而且读者在打开图书电子文档前, 需要先通过发送者的公钥证书验证公钥的合法性, 这也无疑增加了计算量.

为保证图书文档传递的保密性, 控制图书的流通范围, 还可以引入基于身份的加密算法, 对传递的电子文档利用用户的公钥(即用户的身份 ID)进行加密, 使得只有合法的用户(即身份为 ID 的用户)才能利用自己的私钥解密电子文档阅读相关的内容. 比如, 可采用 D. Boneh 等<sup>[9]</sup>提出的基于身份的加密技术, 或者采用文献[10-11]中所讨论的基于身份的加密技术对电子文档进行加密. 鉴于此, 本文将基于身份的数字签名引入数字图书馆, 以期方便数字图书馆的用户.

## 1 使用基于身份的数字签名实现图书电子文档的安全传递

基于身份的数字签名应用在数字图书馆中, 用于图书电子文档的安全传递, 保证电子文档传递的

完整性、认证性、不可篡改性. 用图书馆的名字 library 代表图书馆的公钥, 用 key\_library 代表图书馆的私钥, 由于是在基于身份的环境下构建, 因此无需设立额外的证书管理机构 CA. 数字图书馆的用户 user 在使用图书馆的资源之前, 需先获得自己的私钥, 而用户的个人身份信息(如姓名、E-mail、电话等)可以用作自己的公钥.

假定 user 代表一个用户的身份信息, 即在这里用 user 来代表用户的公钥, 为获得自己的私钥, 用户需向 KGC 注册申请自己的私钥, KGC 通过一个安全的信道将用户的私钥 key\_user 发送给用户.

合法的用户 user 可以向数字图书馆 library 申请图书电子文档 document. library 作为图书电子文档的发送端, 执行以下步骤:

- 1) 为限制 document 的流通范围, library 利用 user 公钥和基于身份的加密技术对 document 进行加密得到密文 ciphertext.

- 2) 对 ciphertext 进行压缩得到消息摘要, 用 message 代表消息摘要.

- 3) library 利用自己的私钥 key\_library 对 message 进行基于身份的数字签名, 得到签名 signature.

- 4) library 将 signature 和 ciphertext 发送给申请图书资源的用户.

在接收端, 合法的用户通过以下步骤获得 document, 并对其进行校验:

- 1) 用户在接收到 signature 和 ciphertext 后, 需要先利用数字图书馆的公钥 library 验证数字签名 signature 的合法性: 如果不合法, 则拒绝接收; 若合法, 说明 ciphertext 没有受到篡改, 并保持了图书电子文档的完整性, 则用户执行以下步骤.

- 2) 用户利用自己的私钥 key\_user 解密 ciphertext 而得到原始的图书电子资源 document.

- 3) 用户阅读电子文档, 并向 library 传送接受确认签名书.

在上述的方案中需要用到基于身份的加密和数字签名, 而这些技术可以采用文献[9-11]中提出的基于身份的签名和加密方案.

以上的注册申请私钥过程、发送端和接收端的工作步骤见图 1.

## 2 效率和安全分析

- 1) 本文采用了基于身份的数字签名技术来对文档进行完整性校验和合法性检验. 由于不需要公

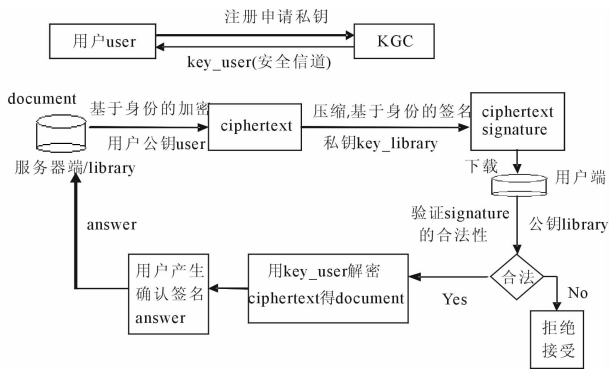


图1 基于身份的数字签名实现图书电子文档的安全传递结构图

钥证书, 用户传送电子文档无需传递验证公钥证书, 接收端也无需验证公钥证书, 从而节约了带宽和计算量, 方便了用户. 另外, 基于身份的环境省去了对公钥证书目录的管理和维护, 从而节约了成本和代价.

2) 在图书电子文档传递过程中, 传递的是 document 的密文 ciphertext. 只有合法的用户 user 才能利用自己的私钥 key\_user 解密 ciphertext 得到 document. 即使 ciphertext 在网络传递过程中被非法用户截获, 由于不知道 key\_user 而无法解密 ciphertext 得到可阅读电子文档. 因此, 这就控制了 document 的流通范围.

3) 在 library 给 user 发送电子文档时, 将自己的签名 signature 发送给用户. 这样, 如果 ciphertext 在网络传递中被他人篡改、删除, 都会导致 signature 无法通过用户的验证. 这种措施保证了文档在网络传递过程中的完整性, 并能保证 document 认证及其正确来源.

### 3 结语

本文利用基于身份的数字签名和加密技术, 在图书电子文档传递中采用基于身份的加密和数字签名, 保证了图书电子文档在传递中能够进行合法

性和完整性校验, 实现了基于身份的数字签名技术在数字图书馆的应用. 结果表明, 与基于公钥证书的数字签名在数字图书馆中的应用相比, 在图书电子文档传递中采用基于身份的数字签名和加密技术, 不仅能够保证图书文档具有完整性和可校验性, 而且可以有效控制图书电子文档的流通范围, 具有更高的安全性, 而且节约了带宽, 减少了计算量, 省去了对公钥证书目录的管理和维护, 从而大大方便了数字图书馆的用户.

### 参考文献:

- [1] 辛向军. 几种具有附加性质的数字签名体制的研究 [D]. 西安: 西安电子科技大学, 2007.
- [2] Schnorr C P. Efficient signature generation by smart cards [J]. Journal of Cryptology, 1991, 4(3): 161.
- [3] Xin X J, Tong Y Z, Li J L. Pairing-based signature scheme with strong security and tight reduction [J]. Journal of Computational Information Systems, 2011, 7(5): 1508.
- [4] Sato C, Okamoto T, Okamoto E. Strongly unforgeable ID-based signatures without random oracles [C]//ISPEC 2009, Berlin: Springer-Verlag, 2009: 35-46.
- [5] 张建中. 图书馆多功能电子阅览室网络系统的设计与实现 [J]. 图书情报工作, 1999(3): 37.
- [6] 董晓霞, 马自卫. 数字时代电子阅览室管理系统的设计和实现 [J]. 现代图书情报技术, 2004(2): 29.
- [7] 安琳, 武学师, 刘玉珍. 基于改进式 RSA 加密算法的高校网络数字化图书阅览系统的研究 [J]. 高校图书馆工作, 2010(3): 50.
- [8] 董理文. 数字签名技术在数字图书馆中的应用 [J]. 图书馆论坛, 2004, 24(5): 111.
- [9] Boneh D, Boyen X. Efficient selective identity-based encryption without random oracles [J]. J Cryptol, 2011, 24: 659.
- [10] 杨波. 现代密码学 [M]. 北京: 清华大学出版社, 2007.
- [11] Stinson D R. 密码学原理与实践 [M]. 北京: 电子工业出版社, 2003.

# 一类离散复杂网络混沌系统的 输出耦合滑模同步控制

毛北行, 孟晓玲, 张理涛

(郑州航空工业管理学院 数理系, 河南 郑州 450015)

**摘要:**研究了一类离散的复杂网络的输出耦合滑模混沌同步控制问题,基于 Lyapunov 稳定性理论,得到了选取适当的控制律离散复杂网络是混沌同步的这一结论,数值仿真算例说明了该方法的有效性.

**关键词:**混沌系统;离散复杂网络;输出耦合滑模混沌同步控制

**中图分类号:** O545 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.024

## Output-coupling sliding mode synchronization control of a class of discrete complex networks chaos system

MAO Bei-xing, MENG Xiao-ling, ZHANG Li-tao

(Department of Mathematics and Physics, Zhengzhou Institute of Aeronautical Industry Management, Zhengzhou 450015, China)

**Abstract:** Output-coupling sliding mode chaos synchronization control of a class of discrete complex networks was studied. The effectiveness of the method was analyzed based on Lyapunov stability theory. The conclusion was arrived that complex networks systems is chaos synchronization choosing appropriate control laws. The example proved the effective of this approach.

**Key words:** chaos system; discrete complex networks; output-coupling sliding mode chaos synchronization control

## 0 引言

现实世界中的许多系统都可以用复杂网络来描述,随着网络理论和计算机技术的飞速发展,复杂网络成为近年来网络界新的研究方向并受到越来越多的关注.经典的复杂网络模型有规则网络模型、ER 随机图网络模型、WS 小世界网络模型、BA 无尺度网络模型等.自然界和人类社会存在大量的

复杂网络,复杂网络的混沌同步是网络动力学研究的热点问题.此外,复杂网络的同步控制在信息通信、物理学、生命科学等许多领域有着广泛的应用潜力,为此,学者们针对不同的网络控制系统设计了许多行之有效的同步方法,实现了复杂动力学网络的混沌同步<sup>[1-7]</sup>.文献[8]研究了激光时空混沌模型的加权网络投影同步问题,文献[9]研究了一类输出耦合时延复杂动态网络故障诊断问题,文献

收稿日期:2012-12-23

基金项目:国家自然科学基金项目(51072184);国家自然科学基金数学天元基金项目(11226337);河南省基础与前沿技术研究计划项目(122300410390);郑州航空工业管理学院青年基金项目(2012113004)

作者简介:毛北行(1976—),男,河南省洛阳市人,郑州航空工业管理学院副教授,硕士,主要研究方向为切换系统与混沌同步.

[10]基于滑模控制方法实现了规则网络的混沌同步.但上述复杂网络系统都是连续系统,文献[11]研究了离散时间系统的变结构控制问题,而关于离散的复杂网络系统同步控制方面的研究结果还不多见.本文拟利用 Lyapunov 稳定性理论研究一类离散复杂网络系统的输出耦合滑模控制混沌同步问题,以期说明选取适当的控制律后,多个混沌系统构成的离散复杂动力学网络是混沌同步的,并用数值仿真算例说明该方法的有效性.

### 1 主要结果

考虑如下系统:

$$\begin{aligned} \Delta x_i(k) &= f(x_i(k)) + \sum_{j=1}^N c_{ij}(k) L y_j(k) \\ y_i(k) &= H x_i(k) \end{aligned} \quad (1)$$

其中,  $i = 1, \dots, n; (x_1, x_2, \dots, x_n) \in R^n$  为系统的状态变量;  $\Delta$  表示差分;  $L = (l_1, l_2, \dots, l_n)$  是网络内部耦合增益矩阵; 节点输出耦合向量  $H = (h_1, h_2, \dots, h_n)$ ,  $(c_{ij})_{n \times N}$  用来表征网络耦合强度和拓扑结构.

本文在模型 (1) 的基础上考虑节点动力学含有未知参数的情况,对节点个数为  $N$  的复杂网络动态模型设计如下形式的响应网络:

$$\begin{aligned} \Delta \hat{x}_i(k) &= f(\hat{x}_i(k)) + \\ &\sum_{j=1}^N \hat{c}_{ij}(k) L \hat{y}_j(k) + u_i(k) \\ \hat{y}_i(k) &= H \hat{x}_i(k) \end{aligned} \quad (2)$$

$$\Delta \tilde{c}_{ij}(k) = - [\tilde{c}_{ij}(k+1) + \tilde{c}_{ij}(k)] \|L \hat{y}_j(k)\| \quad (3)$$

其中,  $\hat{x}_i$  表示第  $i$  个节点的状态变量;  $\hat{y}_j$  表示第  $j$  个节点的输出变量;  $u_i$  表示控制输入;  $\tilde{c}_{ij}$  是网络 (2) 中拓扑结构  $c_{ij}$  的估计值,可以通过监控  $\hat{c}_{ij}$  来判断复杂动态网络节点  $i$  与节点  $j$  之间的链接是否发生故障.

定义网络各节点混沌系统的状态变量之间的误差为

$$e_i(k) = \hat{x}_i(k) - x_i(k)$$

拓扑误差为

$$\tilde{c}_{ij}(k) = \hat{c}_{ij}(k) - c_{ij}(k) \quad (4)$$

选取滑模面为

$$s_i(k) = C^T e_i(k)$$

采用离散趋近律为

$$\begin{aligned} \Delta s_i(k) &= s_i(k+1) - s_i(k) = \\ &- T \varepsilon \text{sgns}_i(k) - T \delta s_i(k) \end{aligned} \quad (5)$$

即

$$s_i(k+1) = - (T \delta - 1) s_i(k) -$$

$$\varepsilon T \text{sgns}_i(k) \quad T \delta < 1 \quad (6)$$

其中  $T, \varepsilon > 0, \delta > 0$  分别表示采样周期、到达速度、趋近速度指数,这些常数都是待选的.

$$\begin{aligned} \Delta s_i(k) &= C^T [e_i(k+1) - e_i(k)] = \\ C^T [(\hat{x}_i(k+1) - \hat{x}_i(k)) - (x_i(k+1) - x_i(k))] &= \\ C^T [\Delta \hat{x}_i(k) - \Delta x_i(k)] &= C^T \{f(\hat{x}_i(k)) - f(x_i(k)) + \\ &[\sum_{j=1}^N \hat{c}_{ij}(k) \hat{y}_j(k) - \sum_{j=1}^N c_{ij}(k) y_j(k)] + u_i(k)\} \end{aligned}$$

**定理 1** 若  $\varepsilon < \delta, T \delta < 1$  则选取滑模面 (4), 和离散趋近律 (5), 在选取控制律 (7) 下, 驱动系统 (1) 与响应系统 (2) 是滑模混沌同步的.

选取的控制律为

$$\begin{aligned} u_i(k) &= -C(C^T C)^{-1} [f(\hat{x}_i(k)) - f(x_i(k)) + \\ &(\sum_{i=1}^n \tilde{c}_{ij}(k) L y_j(k) + \sum_{i=1}^n c_{ij}(k) L H e_j(k)) + \\ &T \varepsilon \text{sgns}_i(k) + T \delta s_i(k)] \end{aligned} \quad (7)$$

**证明** 构造 Lyapunov 函数

$$V(k) = V_1(k) + V_2(k) =$$

$$\sum_{i=1}^n s_i^T(k) s_i(k) + \sum_{i=1}^n \tilde{c}_{ij}(k)^T \tilde{c}_{ij}(k)$$

$$V_1(k) = \sum_{i=1}^n s_i^T(k) s_i(k)$$

$$V_2(k) = \sum_{i=1}^n \tilde{c}_{ij}(k)^T \tilde{c}_{ij}(k)$$

$$\Delta V(k) = \Delta V_1(k) + \Delta V_2(k)$$

$$\Delta V_1(k) = \sum_{i=1}^n [s_i^T(k+1) s_i(k+1) - s_i^T(k) s_i(k)] =$$

$$\sum_{i=1}^n \{s_i^T(k+1) [s_i(k+1) - s_i(k)] +$$

$$[s_i(k+1) - s_i(k)]^T s_i(k)\} =$$

$$\sum_{i=1}^n [s_i^T(k+1) (\Delta s_i(k)) + (\Delta s_i(k))^T s_i(k)]$$

由

$$\Delta s_i(k) = C^T \{f(\hat{x}_i(k)) - f(x_i(k)) +$$

$$[\sum_{j=1}^N \hat{c}_{ij}(k) \hat{y}_j(k) - \sum_{j=1}^N c_{ij}(k) y_j(k)] + u_i(k)\} =$$

$$C^T \{f(\hat{x}_i(k)) - f(x_i(k)) + [\sum_{j=1}^N \tilde{c}_{ij}(k) \hat{y}_j(k) -$$

$$\sum_{j=1}^N c_{ij}(k) (\hat{y}_j(k) - y_j(k))] + u_i(k)\} =$$

$$C^T \{f(\hat{x}_i(k)) - f(x_i(k)) +$$

$$[\sum_{j=1}^N \tilde{c}_{ij}(k) \hat{y}_j(k) - \sum_{j=1}^N c_{ij}(k) L H e_j(k)] + u_i(k)\}$$

选取控制律

$$u_i(k) = -C(C^T C)^{-1} [f(\hat{x}_i(k)) - f(x_i(k)) +$$



$$\left( \sum_{i=1}^n \tilde{c}_{ij}(k) \mathbf{L} y_j(k) + \sum_{i=1}^n c_{ij}(k) \mathbf{L} \mathbf{H} e_j(k) \right) + T \mathcal{E} \text{sgn} s_i(k) + T \delta s_i(k) ]$$

由⑥很容易得到

$$\begin{aligned} \Delta V_1(k) = & - [ (T\delta - 1) \text{sgn} s_i(k) - \mathcal{E} T s_i(k) ]^T \cdot \\ & [ -T \mathcal{E} \text{sgn} s_i(k) - T \delta s_i(k) ] - \\ & [ T \mathcal{E} \text{sgn} s_i(k) + T \delta s_i(k) ]^T s_i(k) = \\ & (\mathcal{E} T - 1) T \delta \| s_i(k) \|^2 + \end{aligned}$$

$[ T^2 (\mathcal{E}^2 - \delta^2) - T \mathcal{E} - T \delta ] \| s_i(k) \|^2 + T \mathcal{E} (T \delta - 1)$   
由定理1可知,  $\mathcal{E} < \delta$  以及由  $T \delta < 1$ , 从而有  $\Delta V_1(k) < 0$ , 而

$$\begin{aligned} \Delta V_2(k) = & \sum_{i=1}^n [ \tilde{c}_{ij}(k+1)^T \tilde{c}_{ij}(k+1) - \\ & \tilde{c}_{ij}(k)^T \tilde{c}_{ij}(k) ] = \\ & \sum_{i=1}^n \{ \tilde{c}_{ij}(k+1)^T [ \tilde{c}_{ij}(k+1) - \tilde{c}_{ij}(k) ] + \\ & [ \tilde{c}_{ij}(k+1) - \tilde{c}_{ij}(k) ]^T \tilde{c}_{ij}(k) \} = \\ & \sum_{i=1}^n [ \tilde{c}_{ij}^T(k+1) (\Delta \tilde{c}_{ij}(k)) + (\Delta \tilde{c}_{ij}(k))^T \tilde{c}_{ij}(k) ] \end{aligned}$$

由③很容易得到

$$\begin{aligned} \Delta V_2(k) = & - \sum_{i=1}^n [ \tilde{c}_{ij}(k+1) + \tilde{c}_{ij}(k) ]^T \cdot \\ & [ \tilde{c}_{ij}(k+1) + \tilde{c}_{ij}(k) ] \| \mathbf{L} \hat{y}_j(k) \| < 0 \end{aligned}$$

从而  $\Delta V(k) < 0$ , 所以系统是混沌同步的。

## 2 仿真算例

$$f(x_i(k)) =$$

$$\begin{bmatrix} -a & a & 0 \\ c & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -b \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1(k) \\ x_2(k) \\ x_3(k) \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 \\ -x_1(k)x_3(k) \\ x_1(k)x_2(k) \end{bmatrix}$$

$$a = 16, b = 45, c = 4$$

$$\mathbf{H} = [1, 0, 0] \quad \mathbf{L} = [1, 1, 1]^T \quad \eta = 1$$

$$\text{滑模面参数 } C^T = [-0.8, 1, 0.2]$$

$$(c_{ij})_{3 \times 3} = \begin{bmatrix} -6 & 4 & 2 \\ 4 & -8 & 3 \\ 2 & 3 & -5 \end{bmatrix}$$

$$x_1(0) = [0.2, 0, 0]^T \quad x_2(0) = [0.5, 0, 0]^T$$

$$x_3(0) = [0.3, 0, 0]^T \quad x_i(0) = [0, 0, 0]^T$$

驱动响应系统误差如图1所示。  $e_i^1 = \hat{x}_i - x_i (i = 1, 2, 3)$

## 3 结论

本文利用 Lyapunov 稳定性理论研究了一类离

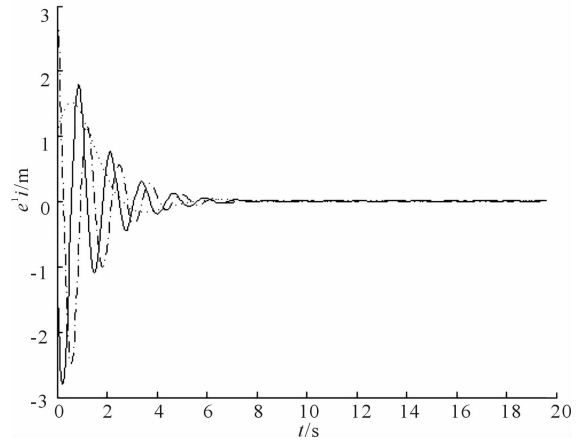


图1 驱动响应系统误差  $e_i^1 = \hat{x}_i - x_i (i = 1, 2, 3)$

散复杂网络的输出耦合滑模混沌同步控制问题, 将滑模控制方法推广到多个混沌系统构成的复杂动力学网络的同步研究, 数值仿真算例表明, 只要选取适当的控制律, 复杂网络驱动系统与响应系统是混沌同步的。

### 参考文献:

- [1] 柳爽, 吕翎, 李钢. 一类不确定复杂网络的滑模追踪同步[J]. 物理学报, 2012, 61(16): 5071.
- [2] 吕翎, 李钢, 张檬, 等. 全局耦合网络的参数辨识与时空混沌同步[J]. 物理学报, 2011, 60(9): 5051.
- [3] 李德奎, 李玉龙, 张建刚, 等. 混合时滞驱动响应动力学网络的函数投影同步[J]. 河南科技大学学报: 自然科学版, 2011, 32(6): 64.
- [4] 吕翎, 李钢, 孟乐, 等. 单项链式网络的激光混沌同步[J]. 中国激光, 2010, 37(10): 2533.
- [5] Niu Y, Ho D W C. Robust observer design for Ito stochastic time-delay systems via sliding mode control[J]. Systems Control Letters, 2006, 55(10): 781.
- [6] 付宏睿, 俞建宁, 张建刚. 复杂网络的混沌同步及一种新的保密通信系统[J]. 河北师范大学学报, 2011, 35(5): 473.
- [7] 吕翎, 孟乐, 郭丽, 等. 激光时空混沌模型的加权网络投影同步[J]. 物理学报, 2011, 60(3): 5061.
- [8] 赵若岩, 蒋国平. 一类输出耦合时延复杂动态网络故障诊断研究[J]. 物理学报, 2011, 60(11): 2061.
- [9] 王建安. 时变时滞耦合两个不同复杂网络的自适应广义同步[J]. 物理学报, 2012, 61(2): 5091.
- [10] 吕翎, 李雨珊, 韦琳玲, 等. 基于滑模控制法实现规则网络的混沌同步[J]. 物理学报, 2012, 61(12): 5041.
- [11] 高为炳. 离散时间系统的变结构控制[J]. 自动化学报, 1995, 21(2): 154.

# 一类可以对角化的矩阵

秦建国, 谢栋梁, 王静娜

(郑州轻工业学院 数学与信息科学系, 河南 郑州 450002)

**摘要:**利用共轭转置矩阵和 Hermite 矩阵等概念,发现并证明了一类可以对角化的矩阵,给出了其对角形的具体表示和一些其他结论.

**关键词:**Hermite 矩阵;共轭矩阵;矩阵对角化

**中图分类号:**O151.21 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.02.025

## A set of diagonalization matrix

QIN Jian-guo, XIE Dong-liang, WANG Jing-na

(Department of Mathematics and Information Science, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

**Abstract:** Using the concepts of conjugate, transposed and Hermite matrix, a set of matrix which can be diagonalized is found and their diagonal forms and other conclusion are obtained.

**Key words:** Hermite matrix; conjugate matrix; the diagonalization of a matrix

### 0 引言

矩阵理论与方法已成为现代科技领域必不可少的工具,数值分析、微分方程、概率统计、力学、网络等学科与矩阵理论有着密切的联系.共轭转置矩阵,特别是 Hermite 矩阵的正定、半正定,在解析函数插值问题的研究中,成为判定一些插值问题是否有解、是否有无穷多解的一个关键<sup>[1]</sup>,目前已有重要研究成果<sup>[2-3]</sup>.本文拟利用共轭转置矩阵,特别是 Hermite 矩阵和正规矩阵等概念和理论,给出一类特殊的正规矩阵,即一类可以对角化的矩阵,并给出了其对角形的具体表示和一些其他结论.

### 1 主要结论

**定义** 设  $A = (a_{ij}) \in C^{n \times n}$ , 记  $A^* = \overline{A^T}$ , 若  $A^* = A$

则称  $A$  是一个 Hermite 矩阵.

在矩阵论中, Hermite 矩阵  $A$  具有许多好的性质,例如,它的特征值都是实数,属于它的不同特征值的特征向量彼此正交,它可以对角化等.研究发现,适合条件  $A^* = A^2$  的矩阵也有许多好的性质,有助于进一步的研究.

本文约定:用  $\sigma(A) = \{\lambda_1, \lambda_2, \dots, \lambda_s\}$  表示方阵  $A$  的所有两两不同的特征值形成的集合,即  $A$  的谱,  $\rho(A) = \max\{|\lambda_1|, |\lambda_2|, \dots, |\lambda_s|\}$  表示矩阵  $A$  的谱半径.

**定理 1** 若  $A = (a_{ij}) \in C^{n \times n}$ ,  $A^* = A^2$ , 则  $A$  可以对角化.

**证明** 因为当  $A^* = A^2$  时,

$$A^* A = A^2 A = A^3 = A A^2 = A A^* \quad \text{①}$$

这表明  $A$  是一个正规矩阵.从而  $A$  酉相似于一个对角矩阵<sup>[4]</sup>.

**定理 2** 设  $A = (a_{ij}) \in C^{n \times n}$ , 若  $A^* = A^2$ , 则

$$\sigma(A) \subset \left\{0, 1, \frac{-1}{2} \pm \frac{\sqrt{3}}{2}i\right\}.$$

**证明** 设  $\lambda = a + bi, a, b \in R$  是矩阵  $A$  的一个特征值,  $x \neq 0$  是矩阵  $A$  的属于特征值  $\lambda$  的一个特征向量, 于是有

$$Ax = \lambda x$$

再利用酉线性空间中向量的内积的知识, 有

$$\langle A^2 x, x \rangle = \langle \lambda^2 x, x \rangle = \lambda^2 \langle x, x \rangle$$

$$\langle A^* x, x \rangle = x^* (A^* x) = x^* A^* x = (Ax)^* x = (\lambda x)^* x = \bar{\lambda} x^* x = \bar{\lambda} \langle x, x \rangle \quad (2)$$

因为  $A^* = A^2$ , 故由 (1)(2) 两式可得  $\lambda^2 \langle x, x \rangle = \bar{\lambda} \langle x, x \rangle$ , 但  $\langle x, x \rangle \neq 0$ , 从而

$$\lambda^2 = \bar{\lambda} \quad (3)$$

式 (3) 表示

$$(a + bi)^2 = a - bi$$

即

$$a = a^2 - b^2 \quad 2ab = -b \quad (4)$$

这时有

a) 若  $b = 0, \lambda \in R$ , 由 (4) 式可得  $a = a^2, a = 0, 1 \in \sigma(A)$ ;

b) 若  $b \neq 0, \lambda_{1,2} = -\frac{1}{2} \pm \frac{\sqrt{3}}{2}i \in \sigma(A)$ ;

c) 一般地, 有

$$\sigma(A) \subset \left\{0, 1, \frac{-1}{2} \pm \frac{\sqrt{3}}{2}i\right\} \quad (5)$$

**定理 3** 适合条件  $A^* = A^2$  的矩阵的谱半径  $\rho(A) = 1$ .

**证明** 由式 (5) 立得.

**定理 4** 设  $A^* = A^2 \in C^{n \times n}, \sigma(A) = \{0, 1\}$ , 则

(I)  $A$  是幂等矩阵;

(II)  $A$  是 Hermite 矩阵.

**证明** (I) 若  $A^* = A^2, \sigma(A) = \{0, 1\}$ , 由定理 4 可知,  $A$  可以对角化.  $A$  的最小多项式有如下形式:

$$m(\lambda) = \lambda(\lambda - 1)$$

于是有

$$A(A - E) = 0 \quad A^2 = A$$

即  $A$  是幂等矩阵. 此时, 下述 d) — g) 均成立<sup>[5]</sup>:

d)  $A$  相似于  $\begin{bmatrix} I_r & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix}$ ;

e)  $r(A) + r(A - E) = n$ ;

f) 存在  $r \times n$  行满秩矩阵  $B$  和  $n \times r$  列满秩矩阵

$C$  使得

$$A = CB \quad BC = E$$

g)  $\text{tr}(A) = r(A)$ .

此外, 利用矩阵函数理论, 还可以得到关于矩阵函数的一些有趣的结论.

h)  $e^A = I + (e - 1)A$

事实上, 因为  $A$  可以对角化, 便存在  $n$  阶可逆矩阵  $P$ , 使  $A = P \text{diag}[1, 1, \dots, 1, 0, 0, \dots, 0] P^{-1}$ . 按照 Jordan 标准形理论以及矩阵函数理论, 有

$$e^A = P \text{diag}[e, e, \dots, e, 1, 1, \dots, 1] P^{-1} = P \text{diag}[1, 1, \dots, 1] P^{-1} + (e - 1) P \text{diag}[1, 1, \dots, 1, 0, 0, \dots, 0] P^{-1} = I + (e - 1)A$$

i)  $\sin A = A \sin 1$ .

事实上, 依据和上述 h) 一样的理论, 有  $\sin A = P \text{diag}[\sin 1, \sin 1, \dots, \sin 1, 0, 0, \dots, 0] P^{-1} = A \sin 1$

类似地, 可得  $\cos A, \text{Ln}(A + E)$  等的表达式.

(II) 因为  $A^* = A^2$ , 由 (I) 可知  $A^2 = A$ , 推得  $A^* = A$

此即  $A$  是 Hermite 矩阵, 而且是半正定的. 此时,  $A$  有以下性质<sup>[4]</sup>:

j)  $A + \varepsilon I > 0, \forall \varepsilon > 0$ ;

k)  $A$  的所有主子阵的特征值均为非负数;

l)  $A$  的所有主子式均为非负数;

m) 对  $k = 1, \dots, n$ ,  $A$  的所有  $k$  阶主子式之和为非负数;

n) 存在  $C \in C^{n \times n}$  (或  $R^{n \times n}$ ) 使得  $A = CC^*$ .

**定理 5** 设  $A^* = A^2 \in C^{n \times n}, \lambda, \mu \in \sigma(A)$  不相等, 则  $A$  的属于特征值  $\lambda, \mu$  的特征向量是正交的.

**证明** 设  $\lambda, \mu$  是矩阵  $A$  的 2 个不同的特征值,  $x_1, x_2$  是对应的特征向量, 则有  $Ax_1 = \lambda x_2, Ax_2 = \mu x_2$ , 于是

$$\lambda^2 \langle x_1, x_2 \rangle = \langle \lambda^2 x_1, x_2 \rangle = \langle A^2 x_1, x_2 \rangle = \langle A^* x_1, Ax_2 \rangle = \langle x_1, A x_2 \rangle = \langle x_1, \mu x_2 \rangle = \bar{\mu} \langle x_1, x_2 \rangle$$

即  $(\lambda^2 - \bar{\mu}) \langle x_1, x_2 \rangle = 0$ .

但这种  $A$  至多有 4 个两两不同的特征值, 它们分别是  $0, 1, \frac{-1}{2} + \frac{\sqrt{3}}{2}i, \frac{-1}{2} - \frac{\sqrt{3}}{2}i$ , 经计算易知, 必然  $\lambda^2 \neq \bar{\mu}$ , 故  $\langle x_1, x_2 \rangle = 0$ , 也即

$$x_1 \perp x_2$$

**定理 6** 在定理 2 中, 有

o) 若  $\sigma(\mathbf{A}) = \{0, 1\}$ , 则存在  $n$  阶可逆矩阵  $\mathbf{P}$ , 使得

$$\mathbf{P}^{-1}\mathbf{A}\mathbf{P} = \text{diag}[0, 0, \dots, 0, 1, 1, \dots, 1]$$

p) 若  $\sigma(\mathbf{A}) = \left\{ \frac{-1}{2} + \frac{\sqrt{3}}{2}i, \frac{-1}{2} - \frac{\sqrt{3}}{2}i \right\}$ , 则存在可逆矩阵  $\mathbf{Q}$ , 使

$$\mathbf{Q}^{-1}\mathbf{A}\mathbf{Q} = \text{diag} \left[ \frac{1}{2}(-1 + \sqrt{3}i), \dots, \frac{1}{2}(-1 + \sqrt{3}i), \frac{-1}{2}(1 + \sqrt{3}i), \dots, \frac{-1}{2}(1 + \sqrt{3}i) \right]$$

q) 若  $\sigma(\mathbf{A}) = \left\{ 0, 1, \frac{-1}{2} \pm \frac{\sqrt{3}}{2}i \right\}$ , 则存在  $n$  阶可逆矩阵  $\mathbf{Q}$ , 使得

$$\mathbf{Q}^{-1}\mathbf{A}\mathbf{Q} = \text{diag} \left[ \lambda_1, \dots, \lambda_r, \frac{1}{2}(-1 + \sqrt{3}i), \dots, \frac{1}{2}(-1 + \sqrt{3}i), \frac{-1}{2}(1 + \sqrt{3}i), \dots, \frac{-1}{2}(1 + \sqrt{3}i) \right]$$

其中,  $\lambda_i$  非 0 即 1,  $i = 1, 2, \dots, r$ .

在定理 6 中, o) 和 p) 中的  $\mathbf{Q}$  可以通过矩阵的初等列变换获得. 下面仅就 p) 的情况说明如下<sup>[6]</sup>.

对矩阵  $\begin{bmatrix} \left( \frac{-1}{2} - \frac{\sqrt{3}}{2}i \right) \mathbf{E} - \mathbf{A} \\ \mathbf{E} \end{bmatrix}$  作初等列变换, 得

$$\begin{bmatrix} \left( \frac{-1}{2} - \frac{\sqrt{3}}{2}i \right) \mathbf{E} - \mathbf{A} \\ \mathbf{E} \end{bmatrix} \rightarrow \begin{bmatrix} \mathbf{B} & \mathbf{O} \\ \mathbf{M} & \mathbf{C} \end{bmatrix}$$

其中,  $r(\mathbf{B}) = \mathbf{B}$  的列数 =  $r\left(\left(\frac{-1}{2} - \frac{\sqrt{3}}{2}i\right)\mathbf{E} - \mathbf{A}\right)$ .

$\mathbf{C}$  的列向量组线性无关, 而且  $\mathbf{C}$  的每一个列向量都是  $\mathbf{A}$  的属于特征值  $\frac{-1}{2} - \frac{\sqrt{3}}{2}i$  的特征向量,  $\mathbf{B}$  的列向量组线性无关, 而且  $\mathbf{B}$  的每一个列向量都是  $\mathbf{A}$  的属

于特征值  $\frac{-1}{2} + \frac{\sqrt{3}}{2}i$  的特征向量.

令  $\mathbf{Q} = [\mathbf{C}, \mathbf{B}]$ , 则  $\mathbf{Q}$  可逆, 且有

$$\mathbf{Q}^{-1}\mathbf{A}\mathbf{Q} = \text{diag} \left[ \frac{-1}{2}(1 + \sqrt{3}i), \dots, \frac{-1}{2}(1 + \sqrt{3}i), \frac{1}{2}(-1 + \sqrt{3}i), \dots, \frac{1}{2}(-1 + \sqrt{3}i) \right]$$

## 2 结语

本文给出了一类可以对角化的矩阵, 以及该类矩阵的谱的最大集合. 由于其可以对角化, 进一步获得了一些矩阵函数的简洁表达式, 还证明了它与 Hermite 矩阵的一些类似的性质, 从而得出属于不同特征值  $\lambda, \mu$  的特征向量是彼此正交的结论. 这些都是般矩阵所不具备的.

### 参考文献:

- [1] 秦建国, 陈公宁, 何红亚. Cauchy 矩阵及其相关的插值问题[J]. 数学的实践与认识, 2006, 36(9): 235.
- [2] Hu Y J, Chen G N. On rank variation of block matrices generated by Nevanlinna matrix functions [J]. Math Nachr, 2009, 282(4): 611.
- [3] Lasarow A. On rank invariance of generalized Schwarz-Pick-Potapov block matrices of matrix-valued Caratheodory functions[J]. Linear Algebra Appl, 2006, 413(1): 36.
- [4] 陈公宁. 矩阵理论与应用[M]. 北京: 科学出版社, 2007: 30 - 37.
- [5] 王卿文. 高等代数学综论[M]. 香港: 香港天马图书有限公司, 2000: 123.
- [6] 刘学鹏. 特殊矩阵的特殊对角化方法研究[J]. 大学数学, 2005(5): 115.