



ISSN 1000-5013

CN 35-1079/N

CODEN HDZIEF

华侨大学学报

(自然科学版)

JOURNAL OF HUAQIAO UNIVERSITY

(NATURAL SCIENCE)

第 35 卷 第 6 期

Vol. 35 No. 6

2014

福建·泉州

ISSN 1000-5013



9 771000 501149



《 华 侨 大 学 学 报 (自 然 科 学 版) 》
第 六 届 编 辑 委 员 会

The Sixth Editorial Committee of
Journal of Huaqiao University (Natural Science)

主 编 (Editor in Chief)

乌东峰 (WU Dong-feng)

副主编 (Associate Editor in Chief)

陈国华 (CHEN Guo-hua) 黄仲一 (HUANG Zhong-yi)

编 委 (Members) (按姓氏笔划为序)

王加贤 (WANG Jia-xian) 王全义 (WANG Quan-yi)

方柏山 (FANG Bai-shan) 叶民强 (YE Min-qiang)

刘 焜 (LIU Gong) 江开勇 (JIANG Kai-yong)

张认成 (ZHANG Ren-cheng) 吴季怀 (WU Ji-huai)

吴逢铁 (WU Feng-tie) 陈锻生 (CHEN Duan-sheng)

周克民 (ZHOU Ke-min) 胡日东 (HU Ri-dong)

高轩能 (GAO Xuan-neng) 黄心中 (HUANG Xin-zhong)

童昕 (TONG Xin) 蔡灿辉 (CAI Can-hui)

欧阳明安 (OUYANG Ming-an)

编辑部主任 (Director)

黄仲一 (HUANG Zhong-yi)

目次

客车发动机舱内温度分析的火灾预警方法实验	高艳艳, 杜建华, 张认成, 丁环 (601)
具有对数-指数参数特征的螺旋曲面参数化精确造型	黄燕华, 顾立志, 冯凯 (605)
采用模腔压力曲线的注塑成型实验	谢北萍, 刘斌 (611)
再论 55SiMnMo 钢贝氏体形态	刘正义, 林鼎文 (616)
GA-Elman 网络的网络控制系统预测	严丽, 王启志 (620)
低复杂度 MISO 干扰信道协同波束成形算法	赵睿, 何世文 (625)
人工蜂群算法结合 PTS 技术的 PAPR 降低方法	黄娴, 谭鸽伟 (631)
拉盖尔-高斯光束光镊捕获性质	王娟, 任洪亮, 周业鹏 (636)
一种方向性纹理织物疵点的检测方法	刘伟斌, 郑力新, 周凯汀 (642)
采用像素配对的自适应对比增强灰度化法	宋凤菲, 陈锻生, 吴扬扬 (648)
应用计算机视觉的动态手势识别综述	张国亮, 王展妮, 王田 (653)

彩色视频图像卡通风格化研究与实现

..... 王巧玉, 陈锻生, 吴扬扬 (659)

采用阍下信道的两方口令认证密钥交换协议

..... 项顺伯, 赵晶英, 柯文德 (665)

高相对分子质量丙烯酸酯共聚物的合成及表征

..... 方江海, 辛梅华, 李明春, 姚文杰, 张艺 (669)

以 Keggin 型磷钼酸阴离子为模板的超分子化合物的合成与表征

..... 黄绍春, 刘利, 张昀 (675)

碳点的制备及其荧光共振能量转移

..... 张煌博, 曹学功, 孙向英 (680)

含 D-乙酰氨基葡萄糖和哌嗪的脲类化合物的合成及表征

..... 刘玮炜, 李曲祥, 程峰昌, 张强, 霍云峰 (685)

阿魏酸酯酶化发酵饲料制备及其对肉鸡养分利用率的影响

..... 王林林, 陈云华, 陈培钦, 李夏兰 (689)

重组人 VEGF165 蛋白在毕赤酵母中高效表达与多克隆抗体的制备

..... 王晓, 黄晓平, 周宇, 刁勇 (695)

密置焊接高强复合箍筋约束高强混凝土柱的试验

..... 徐鑫, 李升才 (701)

钢绞线张拉应力实用控制方法

..... 林加惠, 郭子雄, 黄群贤 (707)

内支撑基坑群开挖相互影响的三维数值分析

..... 郭力群, 程玉果, 陈亚军, 徐芳超 (711)

Sawada-Kotera-Ramani 方程的两类尖孤立波解

..... 李向正, 郭向阳 (717)

第 35 卷总目次

..... (I ~ X)

CONTENTS

Research on Fire Early Warning Method Based on Temperature Analysis in Engine
Compartment of Passenger Coach
..... GAO Yan-yan, DU Jian-hua, ZHANG Ren-cheng, DING Huan (601)

Parametrically Accurate Modeling of New Spiral Surface with Logarithmic-Index
Parameter Characteristics
..... HUANG Yan-hua, GU Li-zhi, FENG Kai (605)

Experimental Study on Injection Molding Process Using Cavity Pressure Curve
..... XIE Bei-ping, LIU Bin (611)

Further Discussion on the Bainite Morphology of 55SiMnMo Steel
..... LIU Zheng-yi, LIN Ding-wen (616)

Network Control System Prediction Based on GA-Elman Network
..... YAN Li, WANG Qi-zhi (620)

A Lower-Complexity Algorithm for MISO Interference Channel Coordinated Beamforming
Algorithm
..... ZHAO Rui, HE Shi-wen (625)

PAPR Reduction Method Based on Artificial Bee Colony Algorithm and PTS Technology
..... HUANG Xian, TAN Ge-wei (631)

Trapping Properties of the Laguerre-Gaussian Beams Optical Tweezers
..... WANG Juan, REN Hong-liang, ZHOU Ye-peng (636)

A Detection Method of Directional Texture Fabric Defects
..... LIU Wei-bin, ZHENG Li-xin, ZHOU Kai-ting (642)

A Color to Gray Conversion Based on Pixels Pairing and Adaptive Contrast Enhancement
..... SONG Feng-fei, CHEN Duan-sheng, WU Yang-yang (648)

Survey on Dynamic Hand Gesture Recognition with Computer Vision
..... ZHANG Guo-liang, WANG Zhan-ni, WANG Tian (653)

Research and Implementation of Cartoon-Like Stylization for Color Video Image
..... WANG Qiao-yu, CHEN Duan-sheng, WU Yang-yang (659)

Two-Party Password-Authenticated Key Exchange Protocol Based on the Subliminal Channel XIANG Shun-bo, ZHAO Jing-ying, KE Wen-de (665)
Synthesis and Characterization of High Molecular Weight Acrylate Copolymer FANG Jiang-hai, XIN Mei-hua, LI Ming-chun, YAO Wen-jie, ZHANG Yi (669)
An Interesting 2D-Infinite Water Layers $\{(H_2O)_{30}\}_n$ in a New Keggin POMs : $3H_3[PMO_{12}O_{40}] \cdot 6C_3N_6H_6 \cdot 31H_2O$ HUANG Shao-chun, LIU Li, ZHANG Yun (675)
Preparation and Fluorescence Resonance Energy Transfer of Carbon Dots ZHANG Huang-bo, CAO Xue-gong, SUN Xiang-ying (680)
Synthesis and Characterization of Urea Derivatives Containing <i>D</i> -Acetylglucosamine and Piperazine LIU Wei-wei, LI Qu-xiang, CHENG Feng-chang, ZHANG Qiang, HUO Yun-feng (685)
Preparation of Ferulic Acid Esterase Enzymatic Fermented Feed and Its Effect on the Nutrient Utilization of Broilers WANG Lin-lin, CHEN Yun-hua, CHEN Pei-qin, LI Xia-lan (689)
High Level Expression of Recombinant Human Vascular Endothelial Growth Factor 165 Protein in <i>Pichia pastoris</i> and Preparation of VEGF165 Polyclonal Antibody WANG Xiao, HUANG Xiao-ping, ZHOU Yu, DIAO Yong (695)
Experiment on the Stirrup Restrain Effect of High-Strength Concrete Columns with Welding Ring Stirrups under High Axial Load Ratio XU Xin, LI Sheng-cai (701)
Study on the Practical Control Method of the Strand Tensioning Stress LIN Jia-hui, GUO Zi-xiong, HUANG Qun-xian (707)
3D Numerical Analysis on the Interaction of Group Foundation Pits Supporting with Strut GUO Li-qun, CHENG Yu-guo, CHEN Ya-jun, XU Fang-chao (711)
Two Kinds of Peaked Solitary Waves Solutions of Sawaka-Kotera-Ramani Equation LI Xiang-zheng, GUO Xiang-yang (717)
Total Contents of Vol. 35 (I ~ X)

客车发动机舱内温度分析的火灾预警方法实验

高艳艳, 杜建华, 张认成, 丁环

(华侨大学 机电及自动化学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 为了解决目前客车发动机舱内火灾预警装置检测时间较长、误报较多的问题,在分析客车火灾成因的基础上,以客车发动机舱为研究对象,设计客车热表面故障模拟实验平台,模拟行车过程中的热表面故障,通过多个温度传感器采集热表面故障时舱内温度数据,基于温度故障特征开发了一种火灾识别预警试验系统.实验结果表明:基于舱内温度变化故障特征的判别方法,能够准确对客车火灾进行早期预警.

关键词: 客车火灾; 高温热表面; 温度速率; 火灾预警; 报警信号

中图分类号: X 928.7; TU 998.12

文献标志码: A

近年来,随着我国公路交通系统的不断发展和完善,公路客运量和客运周转量均大幅增长^[1].由于客车载客量大,并多数行驶在高速公路等消防困难的地段,所以一旦发生火灾往往会造成巨大的人员伤亡和巨额的财产损失.国内外对客车火灾及对策研究开始逐年增加^[2-5].经过多年来火灾调查研究发现,大多数的火灾事故都是由温度异常引起的^[6].由此可见,在引发客车火灾的过程中,温度起到很大的作用,而车内高温组件为火灾的发生提供了必要的条件^[7].当它与可燃物接触时,便可能起火燃烧^[8],发生火灾事故.然而,目前这类客车火灾的防范措施,仍局限在采用手提式灭火器和自动灭火装置进行扑救,而这些扑救火灾措施存在易受舱内位置因素和舱外环境因素影响等缺点,容易出现漏报和误报,延误灭火的最佳时机.因此,本文设计客车发动机舱内热表面故障实验,分析舱内发生高温热表面故障时舱内温度变化特性,找出故障特征,为客车火灾早期预警提供可靠依据.

1 火灾成因分析

客车的火灾故障大多是因为发动机舱内的高温金属热表面接触到意外跌落的杂物、泄露的油品或脱落老化的绝缘层等引起的.当这些可燃材料达到自身燃点后发生自燃,形成火灾.在客车正常行驶的过程中,发动机舱的混合气缸内燃烧后排出的废气温度较高,可使排气管外壁温度达到400~500℃,而走山路时排气管温度可达500~680℃^[9],足以引起任何油类着火^[10],形成金属高温热表面故障.这些高温热表面可以为可燃物燃烧提供初始的点燃能量,成为客车火灾的潜在的危险源.

2 故障模拟实验

2.1 实验方案

舱内高温热表面故障,是舱内杂物与热表面接触蓄热燃烧的过程.因此,实验采用辅助加热装置和金属铁板,模拟舱内金属热表面故障.采用温度传感器和数据采集系统,采集故障时舱内温度数据,分析故障特征.同时设计对比实验,采集客车正常运行时,在不同车况下的舱内温度特征,并根据温度故障特征设计检测电路,从而识别客车发动机舱内热表面故障.

收稿日期: 2014-02-17

通信作者: 张认成(1962-),男,教授,主要从事机电系统状态监测与安全保障技术、现代检测技术的研究. E-mail: zhangrc1218@126.com.

基金项目: 福建省科技计划重点项目(2013H0028)

2.2 实验平台

客车热表面故障模拟实验平台由客车发动机模拟舱、辅助加热装置、热表面加热铁板、温度传感器和数据采集系统组成. 为尽可能模拟行车过程中的热表面故障, 实验模拟舱由废旧客车发动机舱改造而成, 并保留发动机等主要部件. 辅助加热装置采用小功率电热炉, 并在其上方放置加热铁板, 调节电热炉与加热铁板之间的距离, 用于控制热表面加热铁板表面温度. 热表面故障实验是通过将浸有燃油的碎布置于加热铁板上蓄热燃烧模拟, 同时将辅助加热装置放置在舱内不同的位置, 模拟不同地点发生热表面故障时, 舱内温度变化的情况. 舱内温度探测采用模拟式 AD590 型温度传感器. 为了全面感知发动机舱内的温度变化, 在发动机舱顶部安装多个温度传感器. 参考舱内重点过热区域, 将温度传感器分别装在发动机外壳上方及左右 30 cm 处, 如图 1 所示.

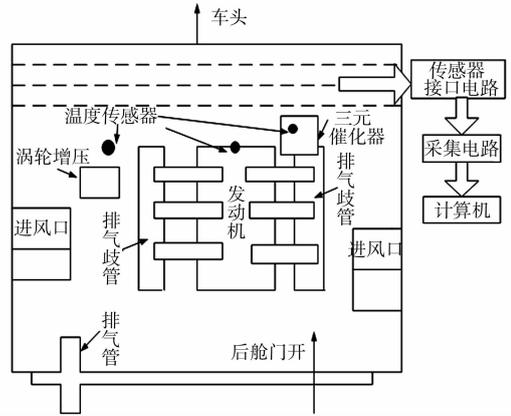


图 1 热表面故障模拟实验平台示意图
Fig. 1 Schematic diagram of hot surface fault simulation experiment platform

3 实验结果与分析

为说明模拟实验中温度变化与正常运行时不同, 设计客车正常行驶对比实验. 在客车正常行驶实验中, 温度传感器的位置参照模拟实验中传感器的位置布置, 记录客车匀速、加速、减速行驶条件下温度变化曲线. 可燃物实验舱内左侧和右侧故障点燃烧时, 温度的变化曲线如图 2 所示. 图 2 中: 温度记录时间起点是舱内可燃物开始燃烧的时刻. 以图 2(a) 为例, 在火焰燃烧的最初 1 min 内, 火焰变大, 火势范围迅速扩张, 之后舱内火焰维持在一定范围内燃烧, 持续 3 min 左右; 随着可燃物的减少, 舱内火势逐渐减少, 直到 8 min 左右, 舱内火焰熄灭, 舱内温度逐渐恢复到正常值. 客车在冬季和夏季正常行驶过程时, 舱内的温度曲线如图 3 所示.

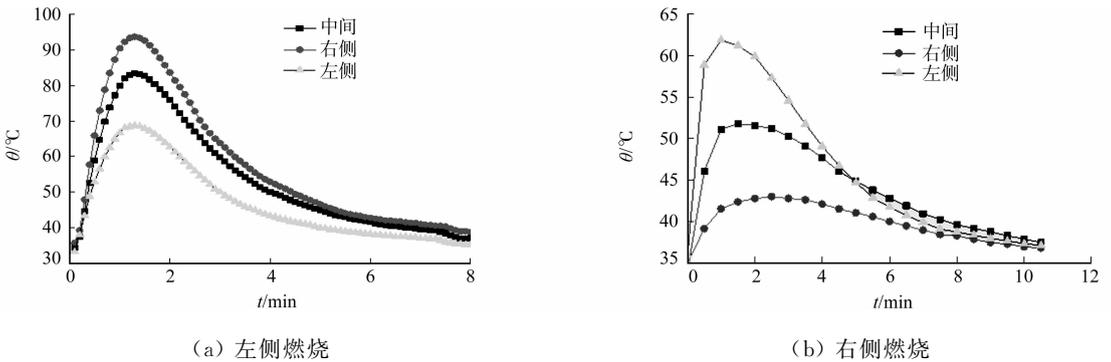


图 2 实验舱燃烧的舱内温度曲线图

Fig. 2 Temperature curve of the burning experiment lab

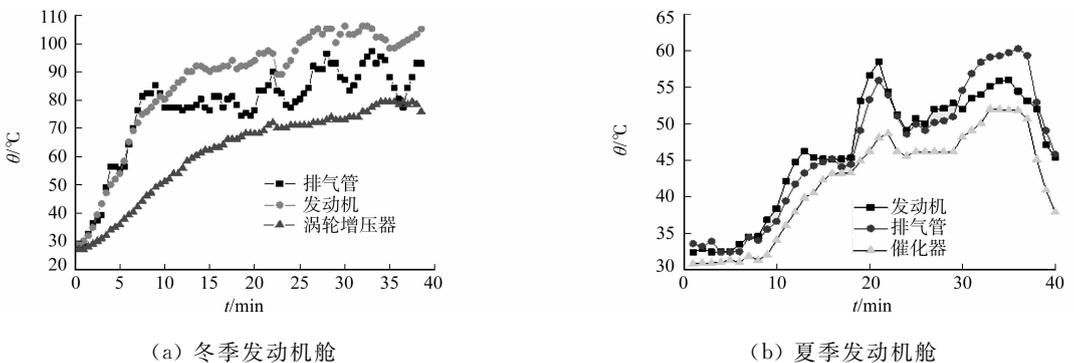


图 3 客车正常行驶的舱内温度曲线图

Fig. 3 Temperature curve of passenger coach on normal running

从图 2 可以看出: 当热表面故障发生时, 金属热表面引燃其周围的可燃物. 由于燃烧作用, 故障处局

部区域瞬间释放大热量到周围空间中,导致空间温度变化。同时,由于空间传递热能的损失,3个测温点测得的温度值各不相同,离故障点较远处温度上升的幅度较小,离故障点近处温度上升幅度较高。由图 3 可知:由于发动机舱内的半封闭性,舱内温度会随着客车运行状况的不同而呈现出上升或下降的变化。以图 3(a)为例,客车从 0 时刻启动,匀速行驶 15 min,舱内温度先是持续上升,在 10 min 时舱内温度达到动态平衡不再升高,15 min 时遇到红灯停车,舱内温度急速上升,之后加速启动。此时,由于舱内有空气流过,温度下降之后又达到一个新的动态平衡,然后减速行驶直至停车,舱内温度又呈现上升的趋势,达到一定程度后逐渐降温。从图 3(b)可以看出:夏季客车正常行驶时,舱内温度最大可达到 110 °C。

对比客车故障模拟实验和正常行驶实验可知:两者温度曲线的上升速率存在较大区别。这一现象也反映了燃烧会释放大热量的基本特点。图 4,5 分别为图 2,3 中各图对应的温度变化率(T)曲线图。

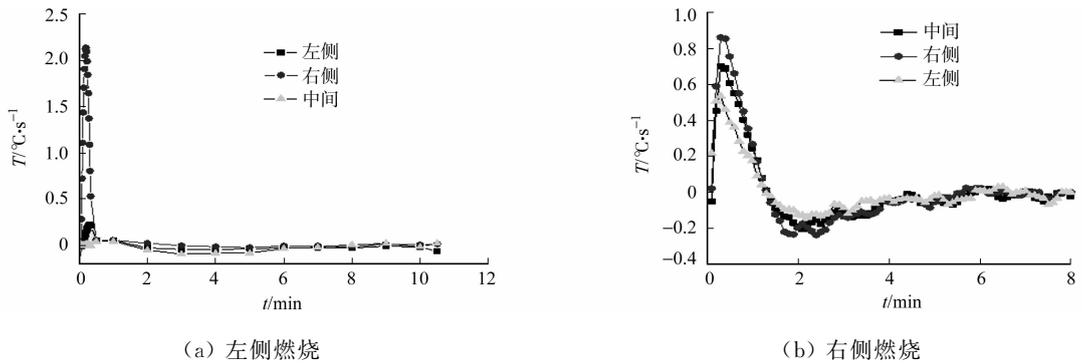


图 4 实验舱燃烧的舱内温度速率图

Fig. 4 Temperature rate curve of the burning experiment lab

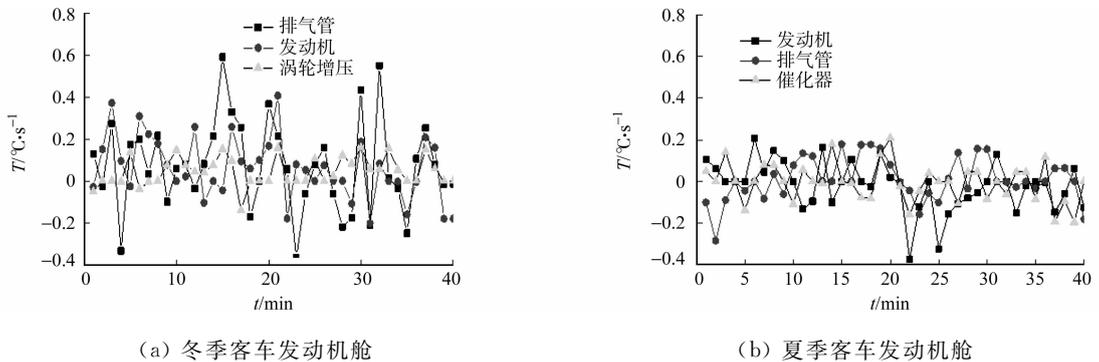


图 5 客车正常行驶的舱内温度速率图

Fig. 5 Temperature rate curve of passenger coach on normal running

对比图 4,5 可知:故障和正常情况下舱内温度速率变化较大,正常情况下,舱内高温设备热源产生的热量是缓慢释放和积累的。从图 5(a)可知:在客车行驶的 40 min 里,最初的启动加速时,舱内温度速率会有一个较大的变化直到 $0.4 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$,之后经过加速、减速、停车后,舱内温度速率会呈现上升趋势,最大值达到 $0.6 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ 。从图 5 可知:无论客车是加速还是减速,其舱内温度速率相对故障变化较小。结合舱内热表面故障中火势规模,从图 4 可知:在舱内热表面故障舱发生时,舱内会出现大量热量,温度会瞬间超过正常值的数倍,其变化量也会受到火势规模的影响,在火焰发展的初期,大量热量被释放,舱内温度变化速率上升到 $1 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ 以上,随着火势渐渐稳定,舱内温度变化速率下降。根据以上分析可知:客车正常行驶过程中,温度速率在 $0 \sim 0.5 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ 内变化,当出现热表面故障时,舱内温度速率变化较大,达到 $1 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ 以上。因此,可以通过在线实时监测舱内温度变化速率,及时检测舱内热表面故障。

4 客车发动机舱火灾检测系统

根据实验结果与分析,设计检测程序在线监测舱内的温度变化速率。当监测的温度传感器中任何一个温度速率变化超过正常值时,可判定舱内出现热表面故障。检测电路示意图,如图 6 所示。

检测电路主要由多个 AD590 型温度传感器、单片机、接口电路和继电器组成。温度传感器布置在舱

内故障高发区域,采集舱内温度值.温度传感器将采集到的温度值转换为对应的电流值,再通过接口电路传送到单片机,单片机 I/O 口根据采集到的温度值,求出单位时间温度速率,与正常值做比较.最终判断舱内是否有热表面故障发生,一旦判断有故障就启动自动灭火装置.同时,在液晶屏上显示提示信息,并向司乘人员发出声光报警信号,通知驾驶员立即停车检查.

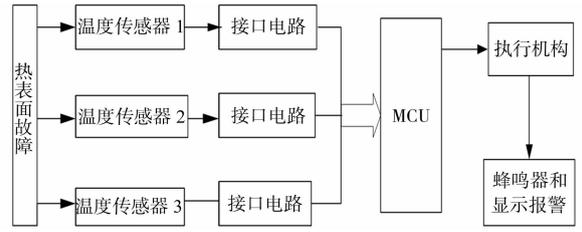


图6 检测电路示意图

Fig. 6 Detection circuit diagram

5 结束语

目前,客车火灾呈现快速发展的态势,然而客车在行驶过程中受到外界环境影响因素较大,安装在客车发动机舱内的自动灭火器有时会出现漏报或误报的情况.通过对客车发动机舱内温度及温度变化率参量的实时在线监测,实现火灾早期预警的目的,依此设计硬件检测电路.实验证明:基于该方法的检测电路可以在火灾生成的早期进行有效报警.同时,通过实验验证,该方法受传感器布置位置因素的影响较大,当温度传感器离故障点较远时,传感器速率变化较小,容易出现漏报的情况.因此,后续实验需要建立多个传感器之间的联系,弥补该方法对单一传感器的判断盲区,准确判断不同位置处热表面故障的发生,进而达到火灾早期预警的目的.

参考文献:

- [1] 周云斐,易亮,陈洁.大型客车火灾特性和事故原因浅析[J].科技资讯,2012(25):253-254.
- [2] 马秀山.火焰探测取得巨大进展[J].消防技术与产品信息,2009(4):70-71.
- [3] 丁环,杜建华,张认成.基于电流分析的汽车电气火灾预警方法[J].消防科学与技术,2013,32(3):337-340.
- [4] KEMPKA T, KAISER T, SOLBACH K. Microwaves in fire detection[J]. Fire Safety Journal, 2006, 41(4):327-333.
- [5] 陆强,廖光焯,黄鑫,等.细水雾扑灭B类火的全尺度实验[J].中国科学技术大学学报,2006,36(6):660-667.
- [6] 韩晶,贾怀宇.浅谈新一代温度传感火灾探测技术[J].消防技术与产品信息,2004(8):17-20.
- [7] 刘振刚.汽车火灾原因调查[M].天津:天津科学技术出版社,2008:119-120.
- [8] 杜建华,张认成,丁环,等.汽车火灾探测研究现状及发展趋势[J].消防科学与技术,2012,31(4):436-439.
- [9] 杨云.浅谈汽车火灾的常见原因及调查方法[J].科技信息,2009(33):1172-1173.
- [10] 耿惠民,王铁强.汽车火灾的研究[J].消防科学与技术,2004,23(6):596-599.

Research on Fire Early Warning Method Based on Temperature Analysis in Engine Compartment of Passenger Coach

GAO Yan-yan, DU Jian-hua, ZHANG Ren-cheng, DING Huan

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

Abstract: The current fire detecting device in engine compartment of passenger coach is criticized for its long detection time and more false alarms. In order to solve these problems, this paper analyzed the causes of passenger coach fire were analyzed in this paper. Then based on them, the hot surface fault simulation experiment platform was built and the hot surface fault in the driving processing was simulated. When the hot surface fault was occurred, the temperature dates in the compartment were collected by multiple temperature sensors. Based on temperature fault characteristics, a fire recognition and early warning test system was developed. Many experimental results showed that the discriminant method based on fault features of the temperature change in the compartment could effectively give a warning in the early stage of passenger coach fire.

Keywords: passenger coach fire; hot surface; temperature rate; fire warning; alarm signal

具有对数-指数参数特征的 螺旋曲面参数化精确造型

黄燕华, 顾立志, 冯凯

(华侨大学 机电及自动化学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 对参数中含有对数-指数的新型螺旋曲面进行质点的成形运动学分析和描述,依据质点成形运动组合系统化定义和分类新螺旋曲面,以揭示此型螺旋曲面几何特征、数学性质、工程应用可能及推测新型螺旋曲面.构建具有对应具有对数-指数参数特征的螺旋曲线数学模型,应用 Pro/E 二次开发工具 Pro/TOOLKIT,修正的螺旋曲面扫描算法和参数传递原理构建单一-全关联数据库.对整个模型任意点,任意特征数字信息的提取实现了该类螺旋曲面的精确参数化造型.该参数化模型中对应具有对数-指数参数特征的螺旋曲线生成直接来自数学模型,所构建的参数化模型理论上无任何误差.

关键词: 螺旋曲面; 顺位符号; 质点成形运动; 精确造型; 对数-指数

中图分类号: TH 122; TP 391.72

文献标志码: A

作为复杂曲面典型代表的螺旋曲面因其形面的复杂性,特征参数描述的特殊性和螺旋曲面体成型运动的丰富性,螺旋曲面及螺旋曲面体的精确设计难度颇大.柱坐标系下,等径等螺距螺旋曲面的数学描述成为螺旋曲面理论研究的基础;借助于圆锥曲面或微分几何,更为复杂的螺旋曲面-变径、变螺距、变导程、异型母线螺旋曲面被描述和表达出来^[1-2].数控技术的出现,使若干螺旋曲面的高精和高效加工在数控机床上得以实现^[3-5].螺旋曲面在机械系统中的应用日益深入,在旋转运动与直线运动,以及两者组合运动方面起着独特和不可或缺的作用.王可^[6]建立了空间和截面两种无瞬心包络铣削条件下的刀具与工件包络运动轨迹数学模型,其研究主要集中在螺杆及异形螺杆成形原理和加工工艺优化上;孙春华等^[7]建立了特种回转螺旋槽曲面的通用几何模型;周志雄等^[8-9]开发了基于 CAD 的螺旋槽建模系统,并实现对螺旋槽的设计和加工工艺的仿真优化;王增强等^[10]提出了一种高效率的回转曲面螺旋槽数控编程的数学模型建立方法,为螺旋槽的高效加工奠定了理论基础;杨显宏等^[11]应用 Pro/E 软件参数化功能模块给碗形直齿插刀作了三维参数化造型设计;Prabhu 等^[12]通过 Pro/E 建立机器人机械手参数化固体模型,简化了机器人机械手的 CAD/CAE/CAM 过程.尚有一类参数中含有对数-指数螺旋曲面,其定义、分类、系统研究、工程应用均很少报导.本文对这类具有对数-指数参数特征的螺旋曲面(以下简称新螺旋曲线)进行系统化定义和分类,实现精确的参数化造型.

1 新螺旋曲面分类

具有对数-指数参数特征的螺旋曲线可视为质点在空间的直线运动、圆周运动等运动组合.基于形成螺旋曲面的质点成形运动,可分为两个直线运动与一个圆周运动合成的螺旋曲线,两个圆周运动和一个直线运动合成的螺旋曲线,以及两个圆周运动合成的螺旋曲线.把在欧式空间内做螺旋运动的动点换成曲线,则曲线在欧式空间内做螺旋运动所形成的曲面即为螺旋曲面.

将由两个直线运动与一个圆周运动合成的新螺旋曲线对应的螺旋曲面简称为 RRC_{new},其基本

收稿日期: 2014-03-26

通信作者: 顾立志(1956-),男,教授,主要从事金属切削与先进制造技术的研究. E-mail: gulizhi888@163.com.

基金项目: 国家国际科技合作专项(S2013HR0021L);福建省科技计划重点项目(2012H0034);福建省泉州市科技计划项目(2012Z122).

成形运动特征:动点绕定直线做圆周运动,同时沿回转半径(或切线)方向作直线运动和沿定直线的直线运动. RRC_new 又分为两大类,分别是数学模型中 $\theta=0^\circ$ 时为 RRC_1new 和存在渐开线基圆半径 r_0 , 以及变幅渐开线变幅长 d 时称为 RRC_2new. RRC_1new 又分为三小类,即数学模型中参变量 m 为 s^{au} , $\log(au)$, $\ln(au)$ 时,分别表示为 RRC_1s^{au}, RRC_1log(au), RRC_1ln(au). 其中, u 为角度参变量; a 为常数. 类似地, RRC_2new 又分为三小类,即数学模型中参变量 $m = s^{au}$, $m = \log(au)$, $m = \ln(au)$ 时分别表示为 RRC_2s^{au}, RRC_2log(au), RRC_2ln(au). 其中, u 为角度参变量; a 为常数.

将两个圆周运动和一个直线运动合成的新螺旋曲线,其对应的螺旋曲面简称为 CCR_new. CCR_new 类新螺旋线成形运动,即动点绕动坐标系原点做角度参数为 u_2 的匀速圆周运动,同时动坐标系又绕定直线做角度参数为 u_1 的匀速圆周运动和沿定直线的直线运动,且有: $u_2/u_1 = r_1/r_2$, 此三个分运动的合成运动即为 CCR_new 类新螺旋线的成形运动.

CCR_new 又分为两大类 CCR_snew 和 CCR_pnew, 分别表示数学模型取第一顺位符号减号(subtraction sign)和第二顺位符号加号(plus sign)时的新螺旋曲面,根据参变量 u_1 的不同, CCR_snew 又可分为三类,即参变量 $u_1 = s^{au}$, $u_1 = \log(au)$, $u_1 = \ln(au)$ 时,分别表示为 CCR_ss^{au}, CCR_slog(au), CCR_sln(au). 其中, u 为角度参变量; a 为常数. 同理,根据参变量 u_1 的不同 CCR_pnew 也可分为三类,即参变量 $u_1 = s^{au}$, $u_1 = \log(au)$, $u_1 = \ln(au)$ 时分别表示为 CCR_ps^{au}, CCR_plog(au), CCR_pln(au). 其中, u 为角度参变量; a 为常数.

将两个圆周运动的运动合成的新螺旋曲线,其对应的螺旋曲面简称为 CC_new. CC_new 类新螺旋线成形运动:设动坐标系 $OX'Y'Z'$ 中一动点绕 Z' 轴以角度参数 u_2 做圆周运动,同时动坐标系整体绕固定坐标系 $OXYZ$ 的 X 轴做角度参数为 u_1 的圆周运动,则这两个圆周运动的合成运动即为 CC_new 类新螺旋线的成形运动,根据参变量 u_1 的不同 CC_new 也可分为三类,即参变量 $u_1 = s^{au}$, $u_1 = \log(au)$, $u_1 = \ln(au)$ 时分别表示为 CC_s^{au}, CC_log(au), CC_ln(au). 其中, u 为角度参变量; a 为常数.

2 新螺旋曲面参数化模型的构建

2.1 精确参数化造型的算法

新螺旋曲面参数化模型,其对应的螺旋曲线生成直接来自数学模型,所构建参数化模型理论上无任何误差,即为精确的参数化造型. 文中采用修正的螺旋曲面扫描算法实现螺旋曲面的参数化. 根据螺旋曲面成形运动特征可知,螺旋曲面是由系列质点作螺旋运动形成螺旋曲面,即可由空间质点作螺旋运动形成螺旋曲线;空间曲线(指螺旋曲面端截面)绕螺旋曲线作螺旋运动形成螺旋曲面;利用螺旋扫描方式,通过对螺旋曲面特征参数的设置,生成螺旋曲线,再由端截面绕螺旋曲线的扫描完成对螺旋曲面的精确参数化造型,算法如图 1 所示.

根据质点在空间运动形成线,运动的线可以形成面,质点的运动特性决定了空间面的属性特征. 在欧几里得空间,质点可描述为 $P(x, y, z, t)$, t 为时间参数, x, y, z 也是关于时间 t 的欧几里得空间坐标参量. 5 类具有对数-指数参数特征的螺旋曲面参数化模型,分别如图 2 所示. 构成新螺旋曲面参数化模型库的各参数化模型分述如下,其中仅讨论做螺旋运动的曲线为直线段和圆弧两种新螺旋曲面的情景.

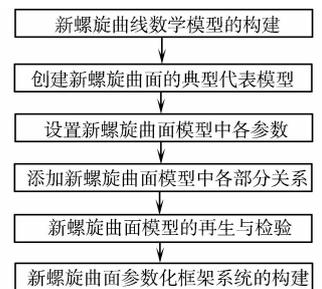
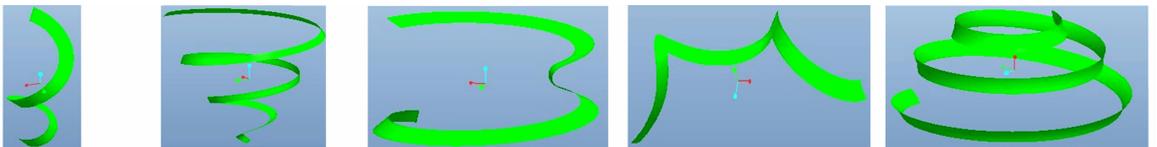


图 1 参数化造型的修正算法
Fig. 1 Correction algorithm of parametric modelling



(a) RRC_1new 类 (b) RRC_2new 类 (c) CCR_snew 类 (d) CCR_pnew 类 (e) CC_new 类

图 2 具有对数-指数参数特征的螺旋曲面参数化模型

Fig. 2 Parametric model of spiral surface with logarithmic-index parameter characteristics

2.2 RRC_1new 类参数化模型的构建

由 $\theta=0^\circ$ 时两个直线运动与一个圆周运动的运动合成的螺旋曲线的数学模型为

$$\mathbf{r}_1 = (bm \cos u, bm \sin u, (c + kp)u). \quad (1)$$

改变参变量 m 可得到新螺旋曲线数学模型,即 $m = s^{au}$, $m = \log(au)$, $m = \ln(au)$ 3 种情况. 则有

$$\begin{cases} \mathbf{r}_{1,1} = (bs^{au} \cos u, bs^{au} \sin u, (c + kp)u), \\ \mathbf{r}_{1,2} = (b \log(au) \cos u, b \log(au) \sin u, (c + kp)u), \\ \mathbf{r}_{1,3} = (b \ln(au) \cos u, b \ln(au) \sin u, (c + kp)u). \end{cases}$$

在对该类新螺旋曲面的参数化过程中,时间参数 t 是 Pro/E 中基准曲线参数方程里表示由 0-1 的变量. 将数学模型中的参变量都改写为关于 t 的函数,即 $u = n \times t$, n 为常数, u 是角度参变量; $p = q \times t$, q 为常数 (p 与螺距有关的参变量). 对参数 m 分 $m = s^{au}$, $m = \log(au)$, $m = \ln(au)$ 三类讨论. 根据参变量 m 的不同, RRC_1new 有 3 种新螺旋曲面分别为 RRC_1 s^{au} , RRC_1 $\log(au)$, RRC_1 $\ln(au)$.

在建立参数化模型时,通过增加一个参数 i 在关系编辑中区分每种新螺旋曲面,把这三类新螺旋曲面的参数化模型建立在同一个模型当中,通过设置初始参数值可得 RRC_1new 类新螺旋曲面参数化模型. 其初始参数值如下: $N = 650$, $q = 3$, $b = 12$, $c = 30$, $k = 10$, $a = 0.007$, $i = 1$, $x_1 = 2\ 000$, $y_1 = 2\ 800$, $s = 8$. 在该初始化参数下所得参数化模型,如图 2(a)所示.

2.3 RRC_2new 类参数化模型的构建

由存在渐开线基圆半径 r_0 和变幅渐开线变幅长 d 时,两个直线运动与一个圆周运动的运动合成螺旋曲线数学模型为

$$\mathbf{r}_2 = ((r_0 + d) \cos u_1 + r_0 u_1 \sin u_1, (r_0 + d) \sin u_1 - r_0 \cos u_1, (c + kp)u_1). \quad (2)$$

改变参变量 u_1 可得到新螺旋曲线数学模型,即 $u_1 = s^{au}$, $u_1 = \log(au)$, $u_1 = \ln(au)$ 3 种情况. 则有

$$\begin{cases} \mathbf{r}_{2,1} = ((r_0 + d) \cos s^{au} + r_0 s^{au} \sin s^{au}, (r_0 + d) \sin s^{au} - r_0 \cos s^{au}, (c + kp)s^{au}), \\ \mathbf{r}_{2,2} = ((r_0 + d) \cos \log(au) \cos + r_0 \log(au) \sin \log(au), (r_0 + d) \sin \log(au) - r_0 \cos \log(au), (c + kp) \log(au)), \\ \mathbf{r}_{2,3} = ((r_0 + d) \cos \ln(au) \cos + r_0 \ln(au) \sin \ln(au), (r_0 + d) \sin \ln(au) - r_0 \cos \ln(au), (c + kp) \ln(au)). \end{cases}$$

同理,将 RRC_2 s^{au} , RRC_2 $\log(au)$, RRC_2 $\ln(au)$ 3 类参数化模型建立在同一个模型中,通过设置初始参数值可得 RRC_2new 类新螺旋曲面参数化模型. 其初始参数值如下: $N = 400$, $r_0 = 60$, $d = 5$, $q = 10$, $c = 30$, $k = 6$, $a = 0.009\ 9$, $i = 1$, $x_1 = 4\ 400$, $y_1 = 4\ 600$, $s = 6$. 在该初始化参数下所得参数化模型,如图 2(b)所示.

2.4 CCR_snew 类参数化模型的构建

由两个圆周运动和一个直线运动合成的螺旋曲线取第一顺位符号时的数学模型为

$$\mathbf{r}_3 = (-(r_2 + d) \cos(\frac{r_1 + r_2}{r_2} u_1) + (r_1 + r_2) \cos u_1, -(r_2 + d) \sin(\frac{r_1 + r_2}{r_2} u_1) + (r_1 + r_2) \sin u_1, (c + kp)u_1). \quad (3)$$

改变参变量 u_1 可得到新螺旋曲线数学模型,即 $u_1 = s^{au}$, $u_1 = \log(au)$, $u_1 = \ln(au)$ 3 种情况. 则有

$$\begin{cases} \mathbf{r}_{3,1} = (-(r_2 + d) \cos(\frac{r_1 + r_2}{r_2} s^{au}) + (r_1 + r_2) \cos s^{au}, -(r_2 + d) \sin(\frac{r_1 + r_2}{r_2} s^{au}) + (r_1 + r_2) \sin s^{au}, (c + kp)s^{au}), \\ \mathbf{r}_{3,2} = (-(r_2 + d) \cos(\frac{r_1 + r_2}{r_2} \log(au)) + (r_1 + r_2) \cos \log(au), -(r_2 + d) \sin(\frac{r_1 + r_2}{r_2} \log(au)) + (r_1 + r_2) \sin \log(au), (c + kp) \log(au)), \\ \mathbf{r}_{3,3} = (-(r_2 + d) \cos(\frac{r_1 + r_2}{r_2} \ln(au)) + (r_1 + r_2) \cos \ln(au), -(r_2 + d) \sin(\frac{r_1 + r_2}{r_2} \ln(au)) + (r_1 + r_2) \sin \ln(au), (c + kp) \ln(au)). \end{cases}$$

同理,将 $CCR_{s^{au}}, CCR_{s\log(au)}, CCR_{s\ln(au)}$ 三类参数化模型建立在同一模型中,通过设置初始参数值可得 CCR_{snew} 类新螺旋曲面参数化模型. 其初始参数值如下: $N=75, r_1=4\ 500, r_2=2\ 500, d=5, q=1, c=6, k=6, a=0.007, i=1, x_1=900, y_1=900, s=6$. 在该初始化参数下所得参数化模型,如图 2(c)所示.

2.5 CCR_{pnew} 类参数化模型的构建

由两个圆周运动和一个直线运动合成的螺旋曲线在取第 2 顺位符号时数学模型为

$$\mathbf{r}_4 = \left(-(r_2 + d)\cos\left(\frac{r_1 - r_2}{r_2}u_1\right) + (r_1 - r_2)\cos u_1, -(r_2 + d)\sin\left(\frac{r_1 - r_2}{r_2}u_1\right) + (r_1 - r_2)\sin u_1, (c + kp)u_1 \right). \quad (4)$$

改变参变量 u_1 可得到新螺旋曲线数学模型,即 $u_1 = s^{au}, u_1 = \log(au), u_1 = \ln(au)$ 3 种情况. 则有

$$\left\{ \begin{array}{l} \mathbf{r}_{4,1} = \left(-(r_2 + d)\cos\left(\frac{r_1 - r_2}{r_2}s^{au}\right) + (r_1 - r_2)\cos s^{au}, -(r_2 + d)\sin\left(\frac{r_1 - r_2}{r_2}s^{au}\right) + (r_1 - r_2)\sin s^{au}, (c + kp)s^{au} \right), \\ \mathbf{r}_{4,2} = \left(-(r_2 + d)\cos\left(\frac{r_1 - r_2}{r_2}\log(au)\right) + (r_1 - r_2)\cos \log(au), -(r_2 + d)\sin\left(\frac{r_1 - r_2}{r_2}\log(au)\right) + (r_1 - r_2)\sin \log(au), (c + kp)\log(au) \right), \\ \mathbf{r}_{4,3} = \left(-(r_2 + d)\cos\left(\frac{r_1 - r_2}{r_2}\ln(au)\right) + (r_1 - r_2)\cos \ln(au), -(r_2 + d)\sin\left(\frac{r_1 - r_2}{r_2}\ln(au)\right) + (r_1 - r_2)\sin \ln(au), (c + kp)\ln(au) \right). \end{array} \right.$$

同理,将 $CCR_{ps^{au}}, CCR_{p\log(au)}, CCR_{p\ln(au)}$ 3 类参数化模型建立在同一模型中,通过设置初始参数值可得 CCR_{pnew} 类新螺旋曲面参数化模型. 其初始参数值如下: $N=60, r_1=7\ 000, r_2=1\ 000, d=20, q=1, c=30, k=5, a=0.065, i=1, x_1=600, y_1=400, s=3.5$. 在该初始化参数下所得参数化模型,如图 2(d)所示.

2.6 CC_{new} 类参数化模型的构建

由两个圆周运动的运动合成新螺旋曲线数学模型为

$$\mathbf{r}_5 = (c\sin u_2 \cos \theta, c(\cos u_2 \cos u_1 + \sin u_2 \sin \theta \sin u_1), c(\cos u_2 \sin u_1 - \sin u_2 \sin \theta \cos u_1)). \quad (5)$$

改变参变量 u_1 可得新螺旋曲线数学模型,即 $u_1 = s^{au}, u_1 = \log(au), u_1 = \ln(au)$ 3 种情况. 则有

$$\left\{ \begin{array}{l} \mathbf{r}_{5,1} = (c\sin u_2 \cos \theta, c(\cos u_2 \cos s^{au} + \sin u_2 \sin \theta \sin s^{au}), c(\cos u_2 \sin s^{au} - \sin u_2 \sin \theta \cos s^{au})), \\ \mathbf{r}_{5,2} = (c\sin u_2 \cos \theta, c(\cos u_2 \cos \log(au) + \sin u_2 \sin \theta \sin \log(au)), c(\cos u_2 \sin \log(au) - \sin u_2 \sin \theta \cos \log(au))), \\ \mathbf{r}_{5,3} = (c\sin u_2 \cos \theta, c(\cos u_2 \cos \ln(au) + \sin u_2 \sin \theta \sin \ln(au)), c(\cos u_2 \sin \ln(au) - \sin u_2 \sin \theta \cos \ln(au))). \end{array} \right.$$

同理,将 $CC_{s^{au}}, CC_{\log(au)}, CC_{\ln(au)}$ 三类参数化模型建立在同一个模型当中,通过设置初始参数值可得 CC_{new} 类新螺旋曲面参数化模型. 其初始参数值如下: $N=2\ 200, c=50, a=0.000\ 8, i=1, x_1=5, y_1=5, r=15, s=50, \theta=4$. 在该初始化参数下所得参数化模型,如图 2(e)所示.

3 新螺旋曲面的参数化系统构建

文中构建的新螺旋曲面参数化系统包括 $RRC_{1new}, RRC_{2new}, CCR_{snew}, CCR_{pnew}, CC_{new5}$ 类新螺旋曲面,每类新螺旋曲面又分为截面为直线段和截面为圆弧的新螺旋曲面参数化模型. 当然,对于该参数化系统的截面库也可以根据需要进行实时添加和更新. 选择任何一种新螺旋曲面都可以得到对应类型的参数输入对话框(图 3),输入目标参数就能得到再生的参数化模型.

文中只是应用了对话框实现用户交互,所以仅需要编写对话框资源文件. 主界面中含有多种新螺旋

曲面类型, 当用户选择其中的一种新螺旋曲面形式时, 弹出对应的新螺旋曲面参数输入对话框. 编写程序源文件, 通过在参数输入对话框中输入参数的改变实现 Pro/E 模型的改变, 所以本程序源代码的关键部分是参数的传递过程. 对各特征参数顺序设置地址, 即在计算机上分配一定的内存给特征参数, 而对各特征参数设置编辑框地址, 即在对话框上输入数值对应的内存, 将键盘输入的各参数数值赋给相应的编辑框, 将编辑框的地址与特征参数计算机分配地址相对应, 即完成特征参数由用户通过键盘传递给参数化模型. 主程序中对话框调用与模型中参数传递的算法流程图, 如图 3 所示.

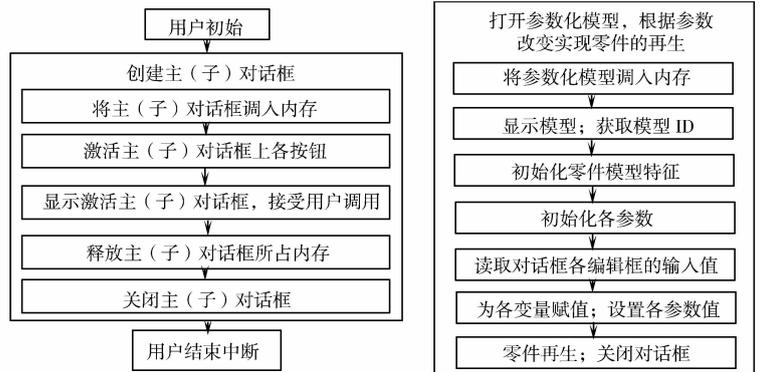


图 3 Pro/E 二次开发中对话框调用与模型中参数传递算法

Fig. 3 Pro/E dialog calls in the secondary development and parameters transfer algorithm in the model

4 造型实例

以 $RRC_{2s^{new}}$ 类螺旋曲面为例, 运用文中构建的参数化造型系统, 实现 $RRC_{2s^{new}}$ 类新螺旋曲面体几何造型. 取参数值: $r_0 = 0.015$ mm; $d = 2$ mm; $c = 0.05$ mm; $k = 0.05$; $n = 420$; $q = 0.4$; $s = 5$; $a = 0.01$; $RRC_{2s^{new}}$ 类螺旋曲面截面直径 $D_1 = 4.5$ cm; 圆锥的最大直径 $D_{max} = 24$ cm; 圆锥的最小直径为 $D_{min} = 6$ cm; 圆柱装夹部分直径 $D_2 = 21$ cm; 圆锥长度 $L_1 = 60$ cm; 圆柱装夹部分长度 $L_2 = 50$ cm. 螺旋曲面如图 4 所示.

取毛坯为尼龙 66 棒料, 在 VMC850E 立式加工中心分别进行粗加工、半精加工、精加工. 数控控制系统为 FANUC Series Oi-MD; 粗加工的切削用量为 1 mm, 所用刀具为 DHF R2.5_2T 球头立铣刀; 半精加工的切削用量为 0.5 mm, 精加工的切削用量为 0.3 mm, 所用刀具为 DHF R1.5_2T 球头立铣刀; 所用的切削冷却液为乳化切削液; 装夹方式采用三爪卡盘夹紧定位. 加工状态与结果, 如图 5 所示.

从加工出的实体模型(图 5 中右图)可以看出: 基于修正的螺旋曲面扫描算法及具有对数指数参数特征的螺旋曲面参数化造型系统是在实际加工中应用并加工出实用的实体, 这证明了参数化模型的实用性.

5 结论

根据质点的曲面成形运动组合, 对新螺旋曲面进行分类, 获得 RRC_{1new} , RRC_{2new} , CCR_{snew} , CCR_{pnew} , CC_{new5} 类新螺旋曲面.

在参数化造型中, 采用修正的螺旋曲面扫描算法. 参数化模型的结果展示此算法有效、便捷且保证精度. 系列螺旋曲面参数化模型形成三维参数化模型库, 该库具有访问、更新和扩展功能. 在 Pro/E 环境下, 就上述 5 类具有对数-指数参数特征的新螺旋曲面进行数学模型到参数化模型的直接映射, 实现了新螺旋曲面精确造型. 对于探索新螺旋曲面的特性具有重要意义, 为新螺旋曲面产品的全生命周期数字化设计提供了比较完备的理论与技术支持.

对 $CCR_{2s^{new}}$ 类螺旋曲面进行了实体造型, 并在 VMC850E 立式加工中心加工出其实际模型. 这证明了所研究的螺旋曲面参数化造型系统是实用的, 用该造型系统所构建的螺旋曲面体是具有可加工性的. 该造型系统适用于所有具有对数指数参数特征的新螺旋曲面体的造型.



图 4 基于 $RRC_{2s^{new}}$ 类的新螺旋曲面实体造型

Fig. 4 Solid modeling of new spiral surface based on $RRC_{2s^{new}}$ kind



图 5 $RRC_{2s^{new}}$ 类新螺旋曲面实体加工

Fig. 5 Entity processing of new spiral surface on $RRC_{2s^{new}}$ kind

参考文献:

- [1] 李凯,付志强,张若青.基于 Pro/E 的参数化建模方法及比较[J].机电信息,2010,12(258):194-195,202.
- [2] 石勇,刘文涛,于红英.汽轮机叶片 CAD/CAM 软件开发[J].机械设计,2011,28(3):32-35,51.
- [3] SHABANA A A,EL-GHANDOUR A I,ZAAZAA K E. Study of the effect of the spiral geometry on wheel/rail contact forces[J]. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part K: Journal of Multi-Body Dynamics, 2011,225(2):111-125.
- [4] 宋淑娥,施志辉.渐开线螺旋齿轮 Pro/E 参数化造型方法[J].大连交通大学学报,2010,31(1):34-36.
- [5] HOREA T. Parametric solid modeling[C]//Proceedings of the ASME International Design Engineering Technical Conferences and Computers and Information in Engineering Conference. Philadelphia: American Society of Mechanical Engineers,2006:555-562.
- [6] 王可.复杂异形螺旋曲面无瞬心包络铣削理论及应用技术研究[D].天津:天津大学,2003:9-14.
- [7] 孙春华,刘华明,任秉银.特种回转面刀具螺旋槽的通用几何模型[J].工具技术,2000,34(3):17-19.
- [8] 周志雄,言兰,曹昭展.微钻头 CAD 系统的开发及基于系统的建模[J].湖南大学学报:自然科学版,2006,33(2):36-39.
- [9] 周志雄,袁建军,林丞.微钻头计算机辅助设计及其仿真系统的研究[J].机械工程学报,2000,36(6):52-54.
- [10] 王增强,蔺小军,史耀耀,等.回转曲面螺旋槽数控加工技术研究[J].机械科学与技术,2007,26(4):428-430.
- [11] 杨显宏,崔州平.基于 Pro/E 的碗形直齿插刀的参数化设计[J].工具技术,2012,46(7):41-43.
- [12] PRABHU N,ANAND M,SUNDAR V. Integrated CAD/CAE/CAM system for Scorbot-ER Vu plus industrial robot manipulator[J]. Applied Mechanics and Materials,2013,389(18):747-753.

Parametrically Accurate Modeling of New Spiral Surface with Logarithmic-Index Parameter Characteristics

HUANG Yan-hua, GU Li-zhi, FENG Kai

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

Abstract: In this paper, the particle that moves to form the spiral surface with logarithmic-index parameter characteristics was analyzed and described kinematically. New spiral surface systematic was defined and classified based on combination movement of particles forming to reveal the geometry characteristics, the mathematical properties, the engineering application possibility and then speculate the new type of spiral surface. The mathematical model of new spiral curve with logarithmic-index parameter characteristics was built, then the secondary development tool Pro/TOOLKIT of Pro/E, fixed scanning algorithm of spiral surface and parameter passing principle were used to build a single full relational database. The extraction of any point on the entire model and any feature of digital information was attracted to achieve accurate parametric modeling of the spiral surface. The formation of the new spiral curve with logarithmic-index parameter characteristics correspond to the parametric model was directly from the mathematical model, and the parametric model constructed had no error in theory.

Keywords: spiral surface; syn-position symbol; particle forming motion; accurate modeling; logarithmic-index

(责任编辑:黄晓楠 英文审校:杨建红)

采用模腔压力曲线的注塑成型实验

谢北萍, 刘斌

(华侨大学 机电及自动化学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 通过模腔压力传感器测量模腔压力, 研究模具不同部位的模腔压力曲线, 测量注塑过程中的模腔压力和塑料制品残余应力, 研究模腔压力曲线与塑料制品残余应力的关系. 在此基础上, 探讨注射压力和保压压力对模腔压力曲线形状的影响规律. 实验结果表明: 模腔压力曲线和塑料制品残余应力、注塑工艺参数有很大的关系.

关键词: 注塑成型; 压力传感器; 模腔压力曲线; 注塑工艺参数

中图分类号: Q 320.662

文献标志码: A

模腔压力反映塑料在注塑过程中作用于模腔内壁的压力场分布^[1]. 注塑成型过程的模腔压力曲线反映塑料熔体在模腔内的变化情况. 模腔压力曲线的形态与注塑工艺参数具有密切的联系^[2]. 残余应力是导致注塑制品翘曲变形的主要原因, 它是由塑料产品结构的厚度不均和工艺参数导致塑料冷却不均匀引起的. 残余应力严重影响塑料制品的强度、精度及美观程度^[3]. 注塑过程中的模腔压力曲线能够精确地反映出成型后塑料制品的应力存留情况. 注塑完成后, 若模腔压力能够回归到零, 则说明塑料制品中没有残余应力; 若模腔压力不能回归到零, 则说明塑料制品中存在残余应力^[4-5]. 因此, 研究模腔压力曲线与残余应力的关系具有重要的工程意义. 李林楠^[6]和邱斌^[7]分别利用模腔压力曲线优化注塑工艺从而提高塑料制品的质量. 余少玲等^[8]研究了注塑工艺参数对模腔压力的影响规律. 吴廷等^[9]研究了不同控制方式的转压方式. 安静等^[10]研究了模腔压力与制品熔接痕强度的关系. 本文借助模腔压力传感器研究模腔压力曲线形态与塑料制品残余应力的关系.

1 模腔压力曲线

完整周期的模腔压力曲线能直观地反映出塑料熔体在模腔中的变化情况, 是众多注塑工艺参数的综合反映, 且与塑料制品的最终质量有密切联系. 典型的模腔压力曲线, 如图 1 所示.

由图 1 可知: 完整周期的模腔压力曲线可分为若干个重要阶段, 每个阶段的曲线形态都直观地反映出其对应时间段的注塑成型特点.

- 1) 特征点 1~2. 塑料熔体接触到传感器, 传感器开始测量到数据.
- 2) 特征点 2~3. 该阶段为填充阶段, 模腔压力不断增大.
- 3) 特征点 3~4. 该阶段为保压阶段, 模腔压力增速最大, 并得到最大值.

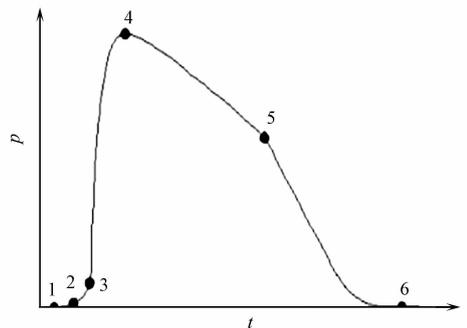


图 1 模腔压力曲线典型图

Fig. 1 Typical graph of cavity pressure curve

收稿日期: 2014-03-30

通信作者: 刘斌(1972-), 男, 教授, 主要从事数字化设计制造、模具 CAD/CAM 技术研究. E-mail: mold_bin@hqu.edu.cn.

基金项目: 福建省自然科学基金资助项目(2011J01314)

4) 特征点 4~5. 该阶段为凝固阶段, 点 5 为浇口凝固点.

5) 特征点 5~6. 浇口凝固后, 模腔内的熔体继续凝固, 模腔压力值急剧下降, 最终回归为 0.

在实际生产中, 可根据得到的模腔压力曲线对工艺参数进行调整, 从而提高塑料制品的成型质量.

2 实验方案

2.1 实验设备

通过模腔压力传感器测量得到注塑成型过程中的模腔压力曲线, 并将所得到的曲线进行保存. 所需的实验设备主要有: 注塑模(一模四腔的哈夫模); 注塑机(卧式注塑成型机); 6190CA 型模腔压力温度传感器, 2269 型 Como Injection 模腔压力温度数据采集系统(瑞士奇石乐公司).

2.2 传感器的安装

根据研究需要, 分别在模具流道处、边上模腔处和中间模腔处安装模腔压力传感器, 如图 2 所示. 图 2 中: 边上模腔处和中间模腔处的模腔压力传感器安装位置处于对称状态.

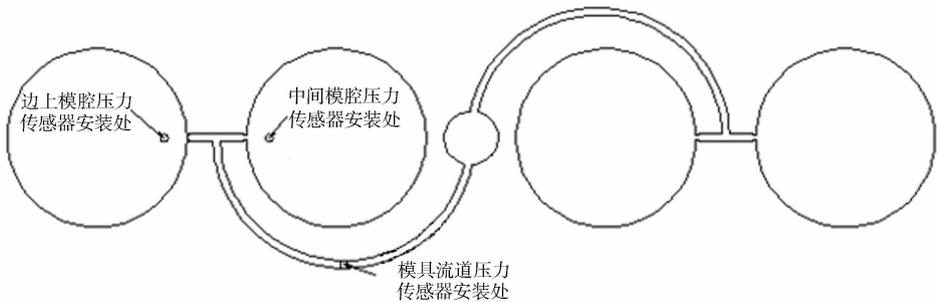


图 2 模腔压力传感器安装位置

Fig. 2 Installation location of cavity pressure sensor

2.3 实验材料

实验材料为丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物(ABS), 根据实际的试模情况确定基本工艺参数组合: 熔体温度为 210 °C; 注射压力为 9.5 MPa; 保压压力为 3.5 MPa; 注射时间为 2.0 s.

2.4 模腔压力曲线的获取

步骤 1 在正式实验开始之前, 先注射 50 模, 等注塑机工作稳定之后再正式进行实验.

步骤 2 将工艺参数调整为节 2.3 中的参数. 先注射 10 模, 等注塑机工作稳定后, 注射 1 模, 并保存相应的模腔压力曲线, 以作后续实验之用.

步骤 3 改变步骤 2 中的保压条件, 即保压时间改为 0, 保压压力改为 0. 先注射 10 模, 等注塑机工作稳定后, 注射 1 模, 并保存相应的模腔压力曲线, 以作后续实验之用.

3 模具不同部位的模腔压力曲线

由于分析软件算法的缺陷, 模流分析技术得到的分析结果精度相对较低, 只能作为实际生产的参考. 例如, 对对称模腔进行分析, 得到的结果总是一致的. 模腔压力曲线则能够直接、精确地反映出熔体在模腔内的实际情况.

对注塑成型实验步骤 2 得到的模腔压力曲线进行研究. 模腔压力曲线主要测量灯罩模具中的流道和 2 个对称模腔处的模腔压力, 由此得到中间模腔处、边上模腔处和模具流道的模腔压力(p)曲线, 如图 3 所示. 由图 3 可知: 不同部位的模腔压力曲线差异很大. 根据图 3 中模腔压力曲线的特点并借鉴其他文献的分析方法, 对不同部位的模腔压力曲线进行比较和分析.

1) 模具流道处. 由图 3 可知: 模具流道处的传感器最早测量到压力, 并迅速上升达到最大值; 随后, 模腔压力继续减小, 并逐渐回归到 0. 相对于另外两个模腔的压力曲线, 流道处的模腔压力曲线呈现出迅速上升和迅速下降的特点, 且模腔压力最大值最大. 这说明, 塑料熔体从喷嘴到流道的压力降比较小, 且填充完成后, 流道中的熔体迅速凝固.

2) 模腔处. 由图 3 可知: 虽然两个模腔完全对称, 但是两处对应的模腔压力曲线并不一致. 两处的模腔压力曲线起点一致, 说明塑料熔体经过分流道后, 同时到达传感器, 但是, 没有达到同样的最大值. 产生这种现象可能是由于两个模腔的表面磨损程度或者温度不同等原因引起的. 在冷却阶段, 模腔压力曲线并没有回归到 0, 说明得到的塑料制品中含有残余应力.

根据模具中不同部位的模腔压力曲线, 可直接看出塑料熔体各个部位的变化情况. 同时, 准确地展示出对称模腔处的模腔压力曲线的不同之处. 相对于模拟分析软件, 模腔压力曲线能够得到更加丰富的信息.

4 模腔压力曲线与制品残余应力的关系

4.1 不同工艺参数下的模腔压力曲线

将步骤 2, 3 得到的模腔压力曲线汇总, 如图 4 所示. 由图 4 可知: 在有保压的情况下, 冷却阶段模腔内仍存在较大的压力; 在无保压的情况下, 冷却阶段模腔内虽然仍存在一定的压力, 但相对于有保压情况, 已经大幅下降.

4.2 制品残余应力的测量

为了进一步研究产品残余应力与模腔压力曲线的关系, 利用冰醋酸对产品进行残余应力的分析测试. 将脱模后的塑料制品静置 3 h 后, 放入质量分数为 95% 的冰醋酸中浸泡 120 s, 用水冲洗干净, 自然风干后, 观察制件表面的发白程度.

4.3 实验结果分析

图 5(a) 为有进行保压工艺条件下得到的产品, 图 5(b) 为没有进行保压工艺条件下得到的产品. 由图 5 可知: 在有保压工艺条件下得到的制品的发白程度比没有保压工艺得到的制品要明显. 结合图 1 可知: 在注塑过程中, 模腔压力越小, 脱模后产品的残余应力越小. 在实际生产的试模中, 工程师可以利用监测得到的模腔压力曲线进行工艺参数的调整, 使得到的产品的残余应力最小化. 不仅能够提高注塑生产的效率, 也能够提高注塑产品的生产质量.

5 工艺参数对模腔压力曲线的影响

上述实验研究了注塑过程中模腔压力曲线和塑料制品的残余应力关系. 实验结果表明: 模腔压力曲线能有效反映出塑料制品中的残余应力. 在此基础上, 进一步研究注射压力、保压压力和保压时间对模腔压力曲线的影响. 以节 2.3 的工艺参数为基准, 依次改变, 得到不同工艺参数组合下模腔压力曲线. 其中: 注射压力变化范围为 8.5, 9.0, 9.5, 10.0 MPa; 保压压力变化范围为 3.0, 3.5, 4.0, 4.5 MPa. 具体有以下 2 个步骤.

步骤 1 先注射 50 模, 等注塑机工作稳定之后再行正式实验.

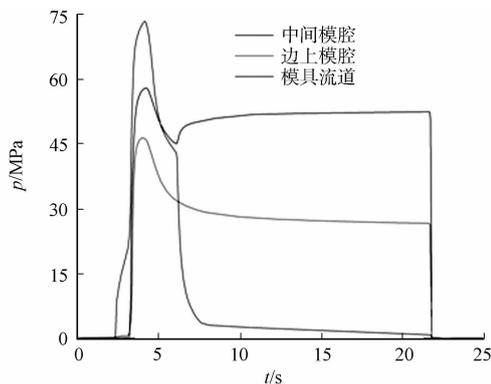


图 3 不同部位的模腔压力曲线
Fig. 3 Cavity pressure curves in different position of injection mold

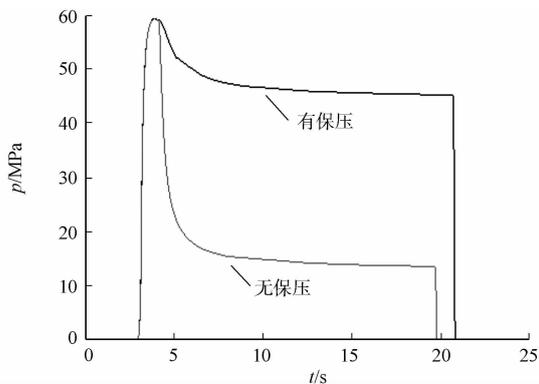
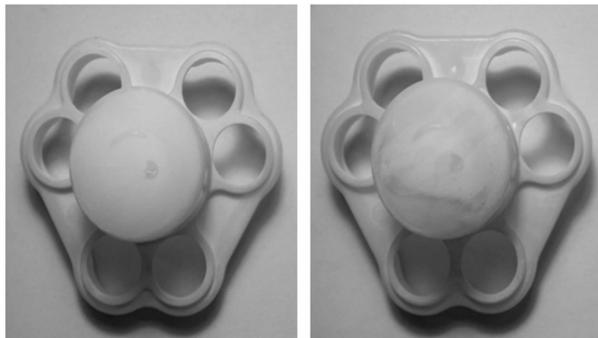


图 4 不同保压条件下的模腔压力
Fig. 4 Cavity pressure in different packing conditions



(a) 有保压 (b) 无保压

图 5 经冰醋酸浸泡后的塑料制品
Fig. 5 Plastic parts by acetic acid immersion

步骤2 根据实验需要调整工艺参数. 调整工艺参数后, 需先注射 10 模, 等注塑机工作稳定后, 注射 1 模, 并保存相应的模腔压力曲线. 对实验得到模腔压力曲线进行整理, 并做相应的分析.

5.1 注射压力对模腔压力曲线的影响

不同注射压力条件下的模腔压力曲线, 如图 6 所示. 由图 6 可知: 随着注射压力的增大, 模腔压力的最大值不断增大, 且模腔中残余压力值也不断增大. 在注塑过程中, 随着注射压力的不断增大, 塑料熔体的流动性提高. 在填充过程中, 压力损失减小. 因此, 模腔压力最大值不断升高. 进入保压时, 塑料熔体从浇口处开始凝固, 在模腔中依然会残留一定的压力. 在其他工艺条件不变的情况下, 残余应力会随着模腔压力最大值的增大而增大.

5.2 保压压力对模腔压力曲线的影响

不同保压压力条件下的模腔压力曲线, 如图 7(a) 所示. 由图 7(a) 可知: 不同保压压力条件下的模腔压力曲线变化并不大. 在注塑成型中, 进入保压阶段后, 浇口处的熔体开始凝固, 注塑机施加的压力为膜腔内部的熔体压力影响不大. 但此时若撤掉保压压力, 则会产生熔体倒流的现象.

5.3 注射时间对模腔压力曲线的影响规律

边上模腔处不同注射时间条件下的模腔压力曲线, 如图 7(b) 所示. 由图 7(b) 可知: 随着注射时间的不断延长, 模腔压力达到的最大值不断增大, 且保压阶段的模腔压力值也随注射时间的增大而增大.

同样地, 随着注射时间的不断延长, 塑料模具型腔中的聚合物链将会产生更大的变形, 从而导致模腔压力值变大. 在流道处由于塑料熔体很少, 随着塑料熔体的凝固收缩, 模腔压力值能够恢复到 0. 而在模具型腔中, 塑料熔体的量很大, 塑料熔体的凝固虽然能够使模腔压力减小, 但是, 塑料熔体无法回到 0. 因此, 在冷却阶段, 边上模具型腔处的模腔压力值不能回归到 0, 且模腔压力值随着注射时间的不断延长而增大. 在实际生产中, 为了防止残余应力的存在, 需要合理地控制注射时间.

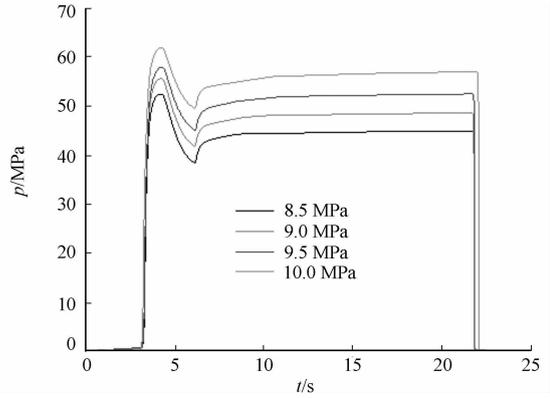
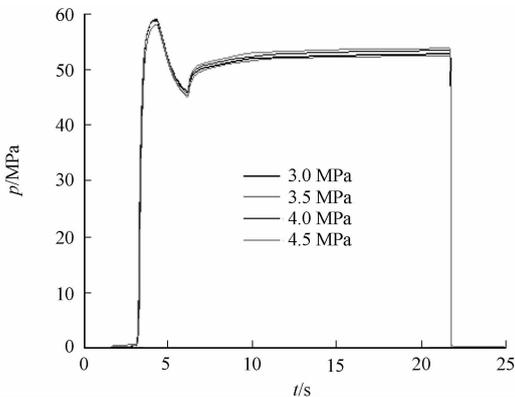
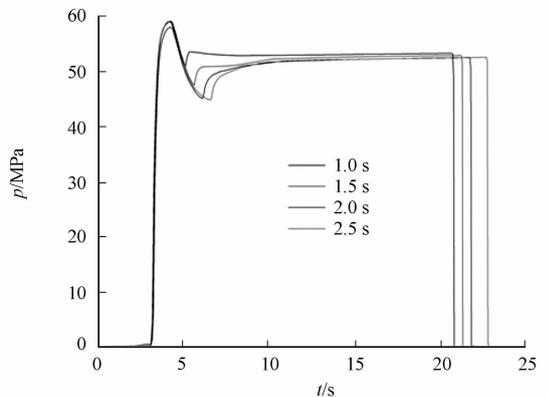


图 6 不同注射压力条件下的模腔压力曲线

Fig. 6 Cavity pressure curves in different injection pressure



(a) 不同保压压力



(b) 不同注射时间

图 7 不同条件下的模腔压力曲线

Fig. 7 Cavity pressure curves in different conditions

6 结论

通过模腔压力传感器, 研究模具不同部位的模腔压力曲线, 塑料制品质量与模腔压力曲线形状的关系和注塑工艺参数对模腔压力曲线的影响规律. 图 1 为理想的模腔压力曲线, 在注塑完成后, 模腔压力便回到 0. 实验得到的模腔压力, 由于所用材料、模具结构和实际生产条件等原因, 在注塑过程中有残余应力. 根据文中的实验, 得到以下 3 个结论.

1) 借助模腔压力传感器能够直观地了解到不同模具部位的模腔压力曲线特点, 且能精确地反映出

对称部位模腔压力曲线的不同,进而反映出塑料熔体在模腔中的变化情况的不同。

2) 当注塑工艺条件从有保压调整为无保压时,模腔压力传感器能精确地反映出模腔压力曲线在保压阶段的变化情况。根据测量结果可知:塑料制品的残余应力也相应地变小。

3) 在不同的注塑条件下,模腔压力曲线呈现出不同的变化趋势。根据得到的规律,对实际生产可起到指导性作用。

参考文献:

- [1] 陈金伟,徐百平. 模腔压力曲线在注塑工艺参数优化中的应用[J]. 工程塑料应用,2010,38(3):28-31.
- [2] 郑荣成,STAHL J,KOCH F. 模腔压力曲线必须正确[J]. 国外塑料,2007,25(7):67-70.
- [3] 朱光力,李继中. 透明塑料制品内应力检测仪设计与应用[J]. 机床与液压,2008,36(7):258-260.
- [4] KURT M,KAMBER O S,KAYNAK Y, et al. Experimental investigation of plastic injection molding: Assessment of the effects of cavity pressure and mold temperature on the quality of the final products[J]. Materials and Design, 2009,30(8):3217-3224.
- [5] KURT M,KAYNAK Y,KAMBER O S, et al. Influence of molding conditions on the shrinkage and roundness molded parts[J]. Advanced Manufacturing Technology,2010(46):571-578.
- [6] 李林楠. 基于型腔压力测量的塑料注射成形过程监测[D]. 武汉:华中科技大学,2012:24-30.
- [7] 邱斌. 注射成型中保压曲线对制品表面质量的影响[J]. 工程塑料应用,2007,35(1):37-39.
- [8] 余少玲,许海航. 模腔压力对注塑工艺参数的响应[J]. 番禺职业技术学院学报,2006,5(4):61-64.
- [9] 吴廷,安琪,谢鹏程,等. 采用型腔压力控制转压点[J]. 塑料,2010,39(5):79-81.
- [10] 安静. 工艺参数对 PS 塑料熔接痕的影响[J]. 上海工程技术大学学报,2012,26(1):40-44.

Experimental Study on Injection Molding Using Cavity Pressure Curve

XIE Bei-ping, LIU Bin

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

Abstract: Cavity pressure was measured by cavity pressure sensor to study cavity pressure in different position of injection mold. Cavity pressure and plastic part residual stress during the molding process were measured to study the relationship between them. On the basis, the effects of injection pressure and packing pressure on cavity pressure curve configuration were discussed. The experiment result shows that cavity pressure has a close connection with plastic part residual stress and injection parameters.

Keywords: injection molding; pressure sensor; cavity pressure curve; injection molding process parameter

(责任编辑:钱筠 英文审校:杨建红)

再论 55SiMnMo 钢贝氏体形态

刘正义¹, 林鼎文²

(1. 华南理工大学 机械与汽车工程学院, 广东 广州 510640;

2. 华侨大学 机电及自动化学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 讨论 55SiMnMo 钎钢在正火(连续空冷)和等温条件下所转变的贝氏体, 分析这两种贝氏体的形貌和形态差异. 研究表明: 55SiMnMo 钢加热(超过 AC₃ 点)奥氏体化后, 正火(连续空冷)获得的金相组织是 B₁ 型无碳化物上贝氏体(铁素体+富碳奥氏体); 在等温条件下: 等温的温度达到或超过 400 °C, 长时间等温的金相组织是 B₂ 型, B₁ 型混合贝氏体, B₂ 型的比例多过 B₁ 型(以 B₂ 型为主), 短时间的等温则是以 B₁ 型为主; 等温的温度低过 400 °C, 即使长时间等温, 其金相组织仍是 B₁ 型贝氏体.

关键词: 55SiMnMo 钢; 贝氏体; 正火; 等温

中图分类号: TG 151.1

文献标志码: A

20 世纪 50 年代, 柯俊经典地总结了贝氏体的 3 种经典形态特征^[1]: 1) 针状无碳化物上贝氏体, 由单相铁素体组成的贝氏体简称为 B₁ 型贝氏体; 2) 羽毛状有碳化物上贝氏体, 由铁素体和碳化物两个相组成, 不连续的碳化物分布在铁素体两侧, 简称为 B₂ 型贝氏体; 3) 针状有碳化物下贝氏体, 在针状铁素体上有 Fe₂C 呈一定角度分布, 简称 B₃ 型贝氏体, 硬度很高, 仅次于马氏体. 55SiMnMo 钢正火(连续空冷)的贝氏体属无碳化物上贝氏体, 它由铁素体和富碳奥氏体组成^[2], 呈条状或粒状, 其形貌是条状铁素体和条状奥氏体平行相间组成, 或者粒状铁素体和粒状奥氏体相邻组成^[3-6]. 这是另一种特殊的无碳化物上贝氏体, 不同于上述 3 种经典的贝氏体形态, 基于此, 黎炳雄等^[7]在 2011 年全国钎钢钎具会议上建议将这种特殊的无碳化物上贝氏体命名为 B₄ 型贝氏体. 长期以来, 关于 55SiMnMo 钢金属学问题研究, 主要涉及等温和正火(连续空冷)贝氏体, 但都没有注意两种贝氏体的形貌和形态有着本质上的差异. 本文分别讨论 55SiMnMo 钎钢在正火(连续空冷)和等温条件下所转变的贝氏体本质区别.

1 相变动力学曲线

钢的等温相转变动力学曲线, 简称 C 曲线(或叫 S 曲线), 连续相转变动力学曲线也简称 C 曲线, 或称叫 CCT 曲线. 在正火(连续空冷)和等温条件下, 55SiMnMo 钢相变动力学 C 曲线如图 1 所示^[8-9].

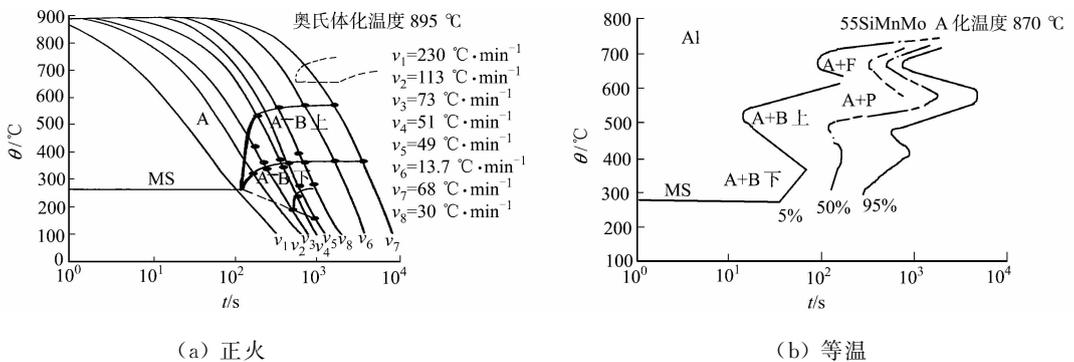


图 1 55SiMnMo 钢相变动力学曲线

Fig. 1 Phase transition kinetic curve of 55SiMnMo steel

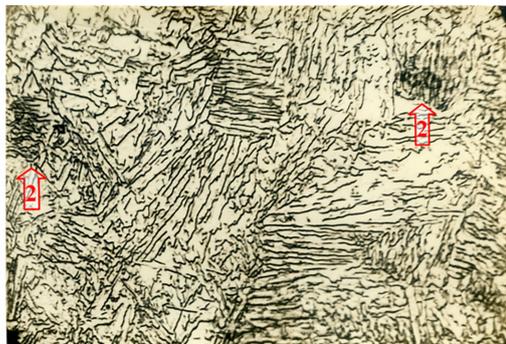
C 曲线和 CCT 曲线都反映了过冷奥氏体的 4 种相转变,即先共析转变、上贝氏体转变、下贝氏体转变和 马氏体转变的温度和时间范围(过程).两种转变曲线上的上贝氏体区都比较宽,表明过冷奥氏体在等温和连续冷却条件下都比较容易获得上贝氏体组织.然而,等温和正火(连续空冷)所转变的上贝氏体是两种不同类型的上贝氏体.

2 等温和正火(连续空冷)的金相组织

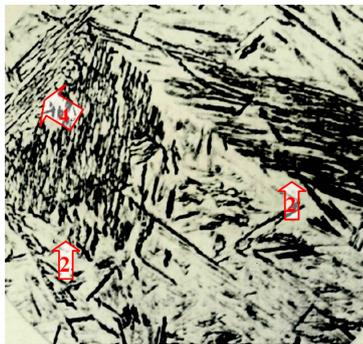
在测定 C 曲线时没有提供相应的金相照片,只知道在某温度,某时间有多少贝氏体转变,却不知道在某一时间(指长时间)所转变的贝氏体是 B_2 还是 B_1 型,而只知道连续冷却条件下的贝氏体是 B_1 型,也就无法知道等温和正火(连续空冷)条件下所转变的贝氏体本质区别.55SiMnMo 钢等温转变和正火(连续空冷)的上贝氏体形貌,如图 2 所示.图 2(a),(b)条件为 500 倍,3%硝酸浸蚀液;图 2(c)条件为 $900\text{ }^\circ\text{C} \times 30\text{ min}$, $40 \sim 60\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 速度空冷,宏观硬度 HRC 26,500 倍,4%硝酸浸蚀液.

从图 2(a)可知:在 C 曲线鼻点温度($500\text{ }^\circ\text{C}$)等温的金相组织,在此温度的过冷奥氏体最不稳定,孕育期很短(约 20 s).所以等温时间仅 5 min,就可得到较多的上贝氏体.图中箭头 2 所指为 B_2 型贝氏体,而其他大部分是 B_1 型贝氏体,即因等温的时间较短, B_1 型贝氏体还来不及向 B_2 型贝氏体转变.

从图 2(b)可知:在鼻点以上温度($560\text{ }^\circ\text{C}$)等温,过冷奥氏体比较稳定,孕育期约 80 s,当等温 15 min,也还只有一



(a) $500\text{ }^\circ\text{C}$ (C 曲线鼻点)等温 5 min



(b) $560\text{ }^\circ\text{C}$ 等温 15 min



(c) 正火(连续空冷)

图 2 55SiMnMo 钢的上贝氏体形貌

Fig. 2 Upper-bainite morphology of 55SiMnMo steel

部分转变成贝氏体.在已转变的贝氏体中,箭头 2 指有碳化物的上贝氏体(B_2 型),箭头 4 指无碳化物上贝氏体(B_1 型).在此温度等温 15 min,只有约 40%的过冷奥氏体转变成贝氏体,如果要获得更多的贝氏体,等温时间要更长. B_2 型贝氏体所占的比例也更多.图 2(b)所显示的 B_2 型贝氏体比图 2(a)多,究其原因是图 2(b)样品的等温时间长, B_1 型贝氏体有较充分时间向 B_2 型贝氏体转变.

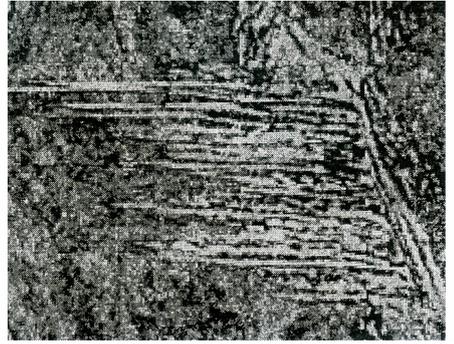
从图 2(c)可知:正火(连续空冷)态的上贝氏体形貌是大家所熟悉的无碳化物上贝氏体(B_1 型),它由铁素体和富碳奥氏体组成,奥氏体量占 25%~35%,属于条状和粒状的混合形貌.值得注意的是,图 2(c)所示的贝氏体形貌经 $400\text{ }^\circ\text{C}$ 回火,将变成图 3(b)所示的“回火贝氏体”(B_2 型)形貌,奥氏体量只有 3%~5%.

3 “回火贝氏体”就是 B_2 型有碳化物上贝氏体

1975 年,廖玉炎等^[10]提出 55SiMnMo 钢“回火贝氏体”的概念,后来的研究证实“回火贝氏体”就是 B_2 型有碳化物羽毛状上贝氏体,如图 3(a),(b),(c)所示.

从图 3(a)可知:有碳化物上贝氏体(B_2 型),不连续的碳化物沉淀在铁素体两侧($0.5\% \text{C} + 2\% \text{Mn}$

钢,475 °C等温 30 min,3%硝酸浸蚀液).从图 3(b)可知:图 2(c)所示的组织 B_1 经 400 °C,30 min,变成“回火贝氏体”(B_2 型).500 倍,3%硝酸浸蚀液.从图 3(c)可知:将图 3(b)的样品制成薄晶体,TEM 衍衬像,则铁素体两侧的碳化物形貌(箭头所指)是典型的 B_2 型贝氏体形貌.

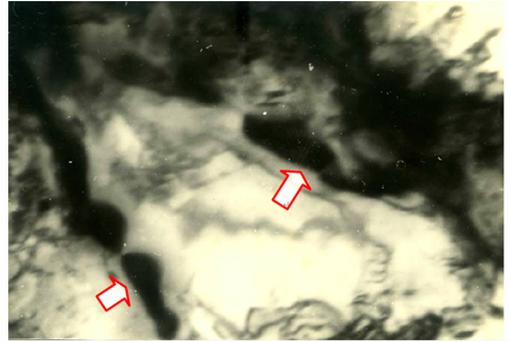


(a) 文献[1]对照样

55SiMnMo 钢有碳化物的 B_2 型上贝氏体既可在长时间等温条件下形成,又可在正火态 B_1 型无碳化物上贝氏体经 400 °C回火条件下转变而成,在经典的贝氏体相变机理里还没有讨论这样的问题,它是一个新的金属学问题.正火态的 B_1 型上贝氏体是由铁素体+富碳奥氏体组成(图 2(c)),这种贝氏



(b) 图 2(c)经 400 °C回火



(c) 图 3(b)样品制成薄晶体,TEM 衍衬像

图 3 B_2 型有碳化物上贝氏体

Fig. 3 B_2 type upper-bainite with carbide

体在常温及常温以下十分稳定,即使在一 198 °C温度下,富碳奥氏体也不转变.但是,将它重新加热“回火”处理,情况完全不同,富碳奥氏体很不稳定;随着回火温度的增加,铁素体和奥氏体的相界面向奥氏体推移,奥氏体的体积越来越小,碳浓度越来越富,直至“回火”温度到达约 400 °C时,富碳奥氏体析出碳化物.图 3(c)强有力证明了上述回火过程的结果.相对图 2(c),图 3(b)在形貌上有显著的变化,但因为光学显微镜分辨率低看不出其本质,只能通过透射电子显微镜(TEM)才能看清真面目.

如上所述,正火态的 B_1 型贝氏体(铁素体+25%~35%的奥氏体)经 400 °C回火处理转变成 B_2 型贝氏体(铁素体+不连续的链式碳化物).在等温过程中,在时间上只要一过孕育期,过冷奥氏体立即向 B_1 型贝氏体转变,随着时间的增加,转变量也增加,达到完全转变需要相当长时间,而早期转变的贝氏体(B_1 型)会发生“回火”转变.必须强调的是,只有在 400 °C以上等温才会出现 B_1 向 B_2 型贝氏体转变,在 400 °C以下等温虽不会出现 B_2 型贝氏体,但 B_1 型贝氏体经长时间的等温,早期形成的 B_1 型贝氏体奥氏体量将减少,奥氏体碳浓度将增加(但不会出现碳化物).

4 B_2 与 B_1 型贝氏体的韧性比较

由于碳化物的强化作用, B_2 型贝氏体硬度(HRC)为 27~29;而 B_1 型贝氏体硬度(HRC)只有 25~26,这就是正火态的钎杆经 400 °C回火后,硬度增加 3~4 的原因.但韧性却是 B_1 型贝氏体高过 B_2 型贝氏体.原因很清楚, B_1 型贝氏体的奥氏体量占 25%~35%,而 B_2 型贝氏体的奥氏体量趋于零.奥氏体能有效地阻止裂纹扩展,减小裂纹扩展速率(da/dN).“回火贝氏体”和正火态贝氏体的裂纹扩展速率(da/dN)比较,如图 4 所示.从图 4 可知:在同等强度因子增量条件下,“回火贝氏体”的 da/dN 比正火态贝氏体的 da/dN 高三倍;在相同的条件下,正火裂纹扩展速度慢,回火快.

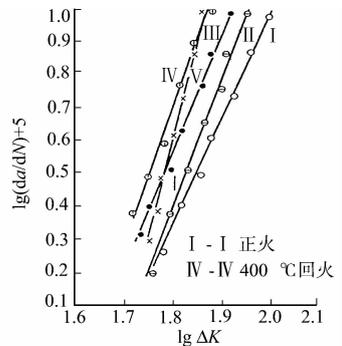


图 4 贝氏体的 da/dN 比较

Fig. 4 Contrast between da/dN values of the bainite

图 5 是奥氏体阻止裂纹扩展的证据,疲劳裂纹扩展方向如箭头所指,凡是奥氏体条不见裂纹.裂纹

在扩展过程中,裂纹尖端遇到奥氏体相,裂纹就要拐弯,绕道走。这就是过去讲的在局部如钎肩处有“回火贝氏体”的小钎杆,如果有几何缺陷时(钎肩内孔有尖角喇叭口),回火贝氏体韧性低,对缺口敏感是致使凿岩寿命很短的主要原因。

5 结束语

分别讨论 55SiMnMo 钎钢在正火(连续空冷)和等温条件下所转变的两种贝氏体。研究发现:前者是由铁素体和富碳奥氏体组成,无碳化物;后者是由铁素体和碳化物组成,有碳化物。

参考文献:

- [1] 柯俊. 奥氏体在中温的转变机构[C]//1954年金属研究工作报告会会刊:第五册.北京:科学出版社,1955:81-95.
- [2] 李元元. 贝氏体组织控制与细化:新型材料科学与技术金属材料卷[M].广州:华南理工大学出版社,2012:173-180.
- [3] 刘正义,黄振宗,林鼎文. 55SiMnMo 钢上贝氏体形态[J].金属学报,1981,17(2):148-155.
- [4] 刘正义. 55SiMnMo 钢的特殊上贝氏体形态[C]//中国金属学会材料学会相变及凝固学术会议论文集.苏州:[s. n.],2012:3-4.
- [5] 刘正义. 55SiMnMo 钢金属学问题[C]//肖纪美院士八十寿辰论文集.北京:科学出版社,2000:139-142.
- [6] 刘正义,林鼎文,黎炳雄. 55SiMnMo 钢正火态的金相组织需要统一认识[C]//第16届全国钎钢钎具年会论文集.成都:[s. n.],2011:246-251.
- [7] 黎炳雄,刘正义. 冲击凿岩钎具用钢的选择[C]//第16届全国钎钢钎具年会论文集.成都:[s. n.],2011:175-185.
- [8] 黎炳雄,赵长友,肖上工,等. 55SiMnMo 钎具用钢手册[M]. [s. l.]:中国钢协钎钢钎具协会,1999:10-13.
- [9] 董金业,徐曙光. 钎钢轧后控冷工艺的研究[C]//第4届钎钢技术经济交流会论文集.武穴:[s. n.],1986:5-8.
- [10] 廖玉炎,刘正义. 55SiMnMo 钢上贝氏体回火转变[J].金属学报,1989,25(5):A375-A378.



图5 奥氏体阻止裂纹扩展
Fig. 5 Crack propagation prevention by the austenite

Further Discussion on the Bainite Morphology of 55SiMnMo Steel

LIU Zheng-yi¹, LIN Ding-wen²

(1. College of Mechanical and Automotive Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China;
2. College of Mechanical Engineering and Automation, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

Abstract: This paper discusses bainite of 55SiMnMo rock-drill steel, transformed under normalization (continuous cooling) and isothermal condition by analyzing the topography and morphology disparity of the two types of bainite. The research results demonstrate that the metallographic structure, gotten by normalization (continuous cooling), is B₁ type no-carbide-bainite (ferrite and carbon-rich austenite) after heating (over AC₃ point) and austenitizing 55SiMnMo steel. Under isothermy condition, the metallographic structure, gotten by long-time isothermy, is B₂ type and B₁ type mixed bainite with the temperature of or over 400 °C. The proportion of B₂ type is higher than B₁ type (mainly B₂ type). And B₁ type is mainly gotten with the short isothermy time. While the isothermy is below 400 °C, the metallographic structure is still B₂ type bainite even though the isothermal time is long.

Keywords: 55SiMnMo steel; Bainite; normalization; isothermy

(责任编辑:黄仲一 英文审校:杨建红)

GA-Elman 网络的网络控制系统预测

严丽, 王启志

(华侨大学 机电及自动化学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 为了消除网络时延对网络控制系统的影响,采用 Elman 神经网络预测系统时延采样值,并用遗传算法优化神经网络权值阈值.实验仿真表明:经遗传算法优化后的 Elman 神经网络具有很好的预测精度及动态性能,能够消除时延的影响,并验证了该方法对时延采样值预测的有效性.

关键词: 网络控制系统; 时延采样值; Elman 神经网络; 遗传算法

中图分类号: TP 183; TP 273

文献标志码: A

网络化控制系统是一种以网络为传输介质来实现信息传输共享的反馈控制系统.信息传输过程中,产生时延是不可避免的,时延会影响系统的性能,轻则使系统稳定范围变小,重则使系统不稳定.因此,网络控制系统必须解决时延的问题^[1].Bao 等^[2]在系统中加入缓存,设定执行器和传感器采样同步,使得系统的时延变为固定时延.张捷等^[3-4]将 BP 神经网络预测与网络控制系统结合,使网络控制系统变为无时延控制系统.人工神经网络具有很强的非线性特性、归纳学习的能力,及大量的并行分布结构.本文采用遗传算法来优化神经网络^[5],并用优化后的神经网络进行预测^[6].

1 网络控制系统与时延采样值分析

网络控制系统是一种以数据通信网络为基础构成的闭环控制系统.为了实现对被控对象的远程控制,在系统的控制器与执行器、传感器之间采用网络连接,并按照特定的网络协议传输信息.网络控制系统结构,如图 1 所示.

在网络控制系统中,受网络的通信方式、网络负载的变化不规则以及共享带宽等因素的影响,当数据或控制信息在控制器与远地被控对象的传感器和执行器之间传输时,数据会出现多包传输、多路径传输、丢失、时序错乱、碰撞、重传的问题,网络会堵塞,甚至连接中断.因此,传感器采样值在节点中传输会产生时延.

时延主要分两类:一类是处理时延,如控制器、传感器、执行器处理数据所需要的时间;另一类是由系统共享通信网络时,数据信息传输发生冲突、阻塞所引起的诱导时延.整个网络诱导时延定义为从传感器测量数据封装完成到执行器执行控制信号所用的时间,主要包括控制器到执行器时延 $\tau(ca)$ 、传感器到控制器时延 $\tau(ca)$.与采样周期相比较处理时延很小可以忽略不计,但是网络诱导时延具有不确定性,它可能大于一个采样周期,不可忽略.具有网络诱导时延的采样值对控制系统有很大的影响,因此,消除时延的影响是不可忽视的.

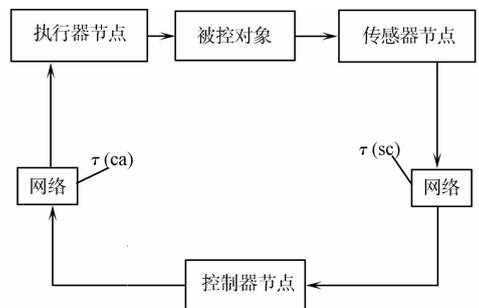


图 1 网络控制系统结构图

Fig. 1 Network control system structure diagram

收稿日期: 2014-04-01

通信作者: 王启志(1971-),男,副研究员,主要从事复杂过程控制和智能控制的研究. E-mail:wangqz@hqu.edu.cn.

基金项目: 福建省自然科学基金资助项目(A0640004); 华侨大学高层次人才科研启动项目(13BS305); 华侨大学横向科研资助项目(43201142)

2 Elman 神经网络

根据神经网络中的信息流向,神经网络分为前馈式与反馈式,Elman 神经网络是一种典型的动态局部反馈神经网络,它是在 BP 神经网络的基础上,引入固定的反馈环节,使系统具有时变特性,系统动态性能增强,预测性能也优于 BP 神经网络^[7-8]. 一般的 Elman 神经网络有 4 层:输入层、隐含层、承接层与输出层,其结构如图 2 所示.

引入承接(延时算子),可以将隐含层信号反馈送至隐含层. 这种自联方式使网络对历史数据具有敏感性,从而使系统具有时变特性,直接动态反映系统特性. 图 2 中:输入向量为 $u(k-1)$; 输出向量为 $y(k)$; 隐含层节点单元向量为 x ; 反馈状态向量为 $x_c, \omega_{j,i}^x, \omega_{j,1}^c, \omega_{0,j}^x$ 分别为输入层到隐含层、承接层到隐含层、隐含层到输出层的连接权值; $g(\cdot), f(\cdot)$ 是输出层单元以及隐含层单元的激发函数组成的非线性向量组合函数.

Elman 神经网络的非线性状态空间表达式为

$$y(k) = g(\omega_{0,j}^x x(k)), \tag{1}$$

$$x(k) = f(\omega_{j,i}^x u(k-1) + \omega_{j,1}^c x_c(k)), \tag{2}$$

$$x_c(k) = x(k-1). \tag{3}$$

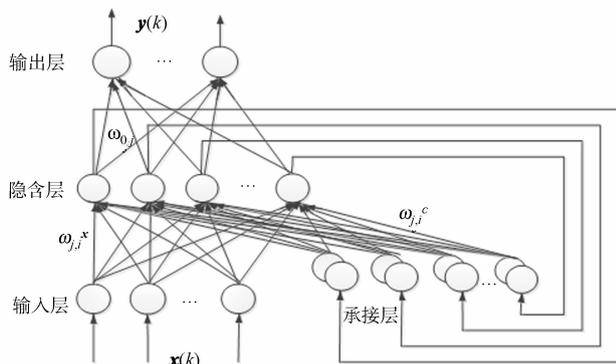


图 2 Elman 神经网络结构

Fig. 2 Structure of Elman neural network

3 GA-Elman 网络预测模型

遗传算法可抽象为生物体的进化过程,通过全程模拟,自然选择与遗传机制,形成一种“生成+检验”的最优解搜索算法^[9]. 遗传算法涉及 5 大要点:参数编码、初始群体、适应度函数、遗传操作、控制参数^[10]. Elman 神经网络采用误差逆向传播算法修正权值,虽然 BP 算法运用广泛,但其自身也存在缺点:收敛速度慢;训练时间长;可能会陷入局部最小值. 采用遗传算法优化 Elman 神经网络,主要分为 3 个部分:Elman 神经网络的网络结构确定、遗传算法神经网络权值阈值的优化、Elman 神经网络的预测.

遗传算法优化 Elman 神经网络总结有如下 9 个步骤.

步骤 1 网络结构由输入输出参数的个数决定,隐含层个数一般参照个人经验设置,可参考 $k = \sqrt{m+1}$, 其中 k 为隐含层个数; n 为输出层个数; m 为输入层个数; a 为 $[1, 10]$ 之间的任意整数.

步骤 2 待确定网络结构以后根据网络结构确定遗传算法个体长度,网络的所有权值阈值组成了一个个体,多个个体组成种群.

步骤 3 确定适应度函数,选取数据误差平方和的倒数作为适应度函数,即

$$f(x) = 1/\text{sse}(T' - T) = 1/\sum_{i=1}^n (t'_i - t_i)^2. \tag{4}$$

式(4)中: $T' = (t'_1, t'_2, \dots, t'_n)$ 是预测值; $T = (t_1, t_2, \dots, t_n)$ 是期望值; n 是数据样本数目.

步骤 4 采用轮盘赌法,即依据适应度值比例确定每个个体被选中的概率,其选择概率为

$$p_s(a_j) = f(a_j) / \sum_{i=1}^n f(a_i), \quad j = 1, 2. \tag{5}$$

式(5)中: $f(a_j)$ 为个体适应度值; n 为群体的规模.

步骤 5 选择 2 个父代个体, $s_1 = a_{1,1} a_{1,2} \dots a_{1,11} a_{1,12} \dots a_{1L}, s_2 = a_{2,1} a_{2,2} \dots a_{2,11} a_{2,12} \dots$. 随机选择一个杂交位,以杂交概率 $p_c (0 < p_c \leq 1)$ 进行交叉,从而产生一对新个体 $s'_1 = a_{1,1} a_{1,2} \dots a_{1,11} a_{2,12} \dots a_{2L}; s'_2 = a_{2,1} a_{2,2} \dots a_{2,11} a_{1,12} \dots$.

步骤 6 变异操作,通过变异概率 p_m 来反转某位基因的 0 二进制符. 一般在变异在后期会取得较好的效果,可以防止成熟前收敛,也可以提高局部搜索效率.

步骤 7 产生新一代种群.

步骤 8 重复步骤 3 到步骤 7,直到设定最大代数.

步骤 9 将遗传算法寻得的最优权值阈值赋予 Elman 神经网络,神经网络训练达到精度或训练次数则结束.

GA-Elman 网络流程图,如图 3 所示.

4 实验与分析

选用经过网络传输的位移传感器采样值,进行实验仿真分析,共 120 个数据,并对数据进行归一化处理.归一化前后的数据,分别如图 4,5 所示.

原始数据样本在 5 400 到 5 650 之间分布,差值较大,归一化后数据样本在 -1 到 1 之间,分布集中,有利于网络学习.

神经网络分 3 层:输入层、隐含层、输出层.输入层节点为前 3 个连续时刻的采样值,所以输入层节点数为 3,输出为第 4 时刻采样值的预测,输出层节点数为 1.这样就将数据划分为 117 组样本,前 90 组用于训练,后 27 组用于测试.

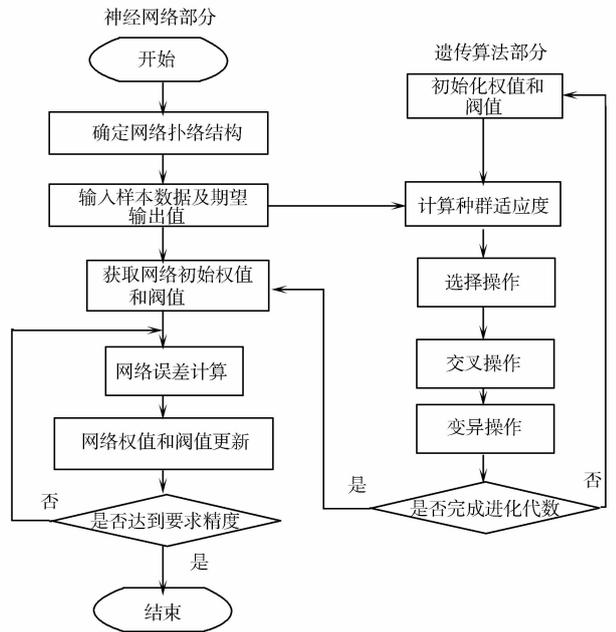


图 3 GA-Elman 网络流程图

Fig. 3 Flow chart of GA-Elman network

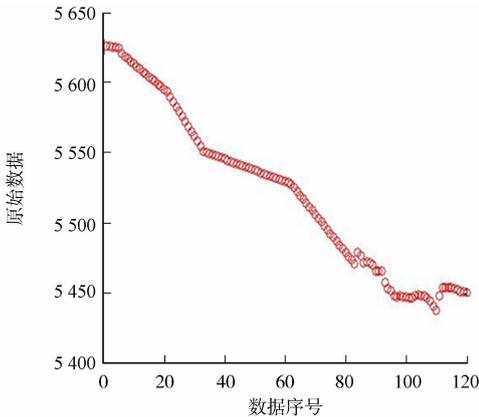


图 4 原始数据分布图

Fig. 4 Raw data distribution

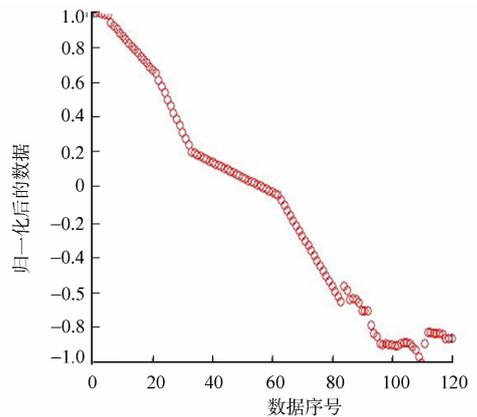


图 5 归一化后数据分布图

Fig. 5 Normalized data distribution

实验 1 采用 Elman 神经网络,输入、输出层节点为 3 和 1,隐含层传递函数为 logsig,输出层传递函数为 puerlin,训练 1 000 步.根据遗传算法优化 Elman 神经网络总结步骤 1 的经验公式 $k = \sqrt{m+n} + a$,可选择出隐含层节点数,其在 3~12 之间.为防止局限性太小,考虑隐含层节点数为 3 到 18 之间.在选取比较密集的数目 3,5,7,9,11,13,14,16,18 进行实验,比较不同隐含层节点数的均方误差 MSE、绝对误差 MAE、误差平方和 SSE.统计 10 次仿真结果的平均值,如表 1 所示.

表 1 不同隐含层节点的仿真结果均值统计

Tab. 1 Simulation results mean statistics of different hidden layer nodes

n	MSE	MAE	SSE	n	MSE	MAE	SSE	n	MSE	MAE	SSE
3	0.014 8	0.116 2	0.399 6	9	0.008 3	0.085 2	0.224 1	14	0.007 0	0.074 0	0.189 0
5	0.012 8	0.108 2	0.345 6	11	0.008 0	0.084 6	0.216 0	16	0.008 9	0.087 7	0.240 3
7	0.009 3	0.089 1	0.251 1	13	0.007 1	0.078 6	0.191 7	18	0.010 4	0.096 0	0.280 8

由表 1 可知:隐含层节点数在 11 到 14 之间时有比较小的 MSE,MAE,SSE,网络性能比较好.在进

行预测时,选择一个较为合适的隐含层节点数能够明显的提高预测精度,获得较好的预测效果.因此,选择隐含层节点数为 14 进行以下仿真实验.

实验 2 用遗传算法优化 Elman 神经网络.参数对遗传算法有着较大影响,经过多次尝试才能确定比较满意的初始值.设置遗传算法的初始种群为 100,交叉概率为 0.5,变异概率为 0.07,遗传代数为 200 代.为了比较,分别用 BP,Elman,GA-Elman 网络 3 种模型进行预测.图 6 为 3 种模型预测误差图.图 7 为 3 种模型的预测值与实际值图.

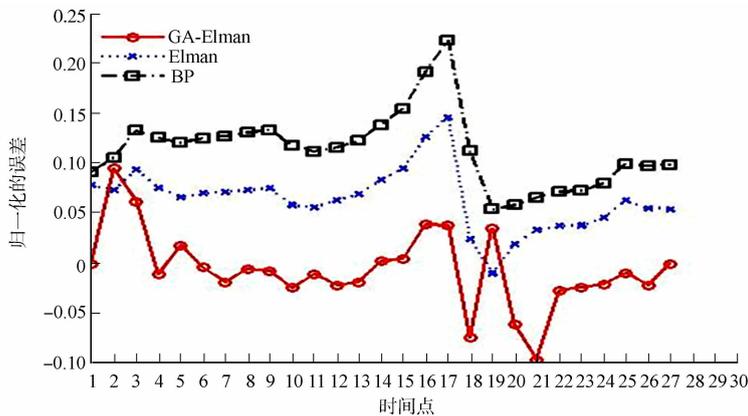


图 6 预测误差图

Fig. 6 Prediction error figure

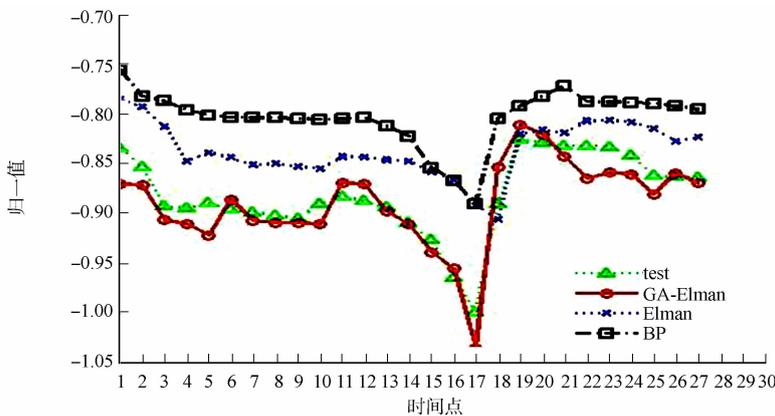


图 7 预测值与实际值图

Fig. 7 Figure of predicted value and actual value

分别对不同神经网络进行 10 次仿真结果,如表 2 所示.

表 2 不同神经网络的仿真结果均值统计

Tab. 2 Simulation results mean statistics of different neural networks

网络种类	平均 MSE	平均 MAE	平均 SSE	平均训练步长
BP 神经网络	0.021 4	0.139 1	0.577 8	280
Elman 神经网络	0.007 0	0.074 0	0.189 0	300
GA-Elman 网络	0.002 2	0.028 0	0.059 4	190

由图 6 和表 2 可知:3 种神经网络都可以很好的预测网络传输的采样值,但是相对而言 GA-Elman 网络的 MSE,SSE 最小,预测模型对网络采样值的拟合度最高,MAE 最小,预测效果最佳,平均训练步长小,网络训练所花时间少.总之,由以上实例分析得出,GA-Elman 网络有较好的网络性能,可对网络控制系统采样值进行较为精准的预测.

5 结束语

提出了用 Elman 神经网络预测网络控制系统采样值,消除时延对控制系统的影响,并用遗传算法

优化 Elman 神经网络. 利用神经网络传输的采样数据进行预测, 实验结果表明: 采用 GA-Elman 网络模型有很好的收敛性和稳定性, 提高了预测精度. 但是本次实验的数据是离线数据, 在线预测将是网络控制系统预测研究的侧重点.

参考文献:

- [1] 邱占芝, 张庆灵, 杨春雨. 网络控制系统分析与控制[M]. 北京: 科学出版社, 2009: 1-20.
- [2] BAO Yong, DAI Qiu-qiu, CUI Ying-liu, et al. Fault detection based on robust states observer on networked control systems[C]//International Conference on Control and Automation. Budapest: IEEE Press, 2005: 1237-1241.
- [3] YI Jian-qiang, WANG Qian, ZHAO Dong-bin, et al. BP neural network prediction-based variable-period sampling approach for networked control systems[J]. Applied Mathematics and Computation, 2007, 185(2007): 976-988.
- [4] 张捷, 薄煜明, 吕明. 基于神经网络预测的网络控制系统故障检测[J]. 南京理工大学学报: 自然科学版, 2010, 34(1): 19-23.
- [5] KINJAL J, MAHESH P. Optimizing weights of artificial neural networks using genetic algorithms[J]. International Journal of Advanced Research in Computer Science and Electronics Engineering, 2012, 1(10): 47-51.
- [6] 付宝英, 王启志. 改进型补偿模糊神经网络故障诊断系统[J]. 华侨大学学报: 自然科学版, 2012, 33(1): 1-5.
- [7] LIOUC Cheng-yuan, HUANG Jau-chi, YANG Wen-chie. Modeling word perception using the elman network[J]. Neurocomputing, 2008, 71(16/18): 3150-3157.
- [8] 王俊松. 基于 Elman 神经网络的网络流量建模及预测[J]. 计算机工程, 2009, 35(9): 190-191.
- [9] 何大阔, 王福利, 毛志忠. 遗传算法在离散变量优化问题中的应用研究[J]. 系统仿真学报, 2006, 15(5): 1154-1156.
- [10] 李敏强, 寇纪淞. 遗传算法的基本理论与应用[M]. 北京: 科学出版社, 2002: 52-130.

Network Control System Prediction Based on GA-Elman Network

YAN Li, WANG Qi-zhi

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

Abstract: In order to eliminate the effects of network delay on the network control system, this paper uses Elman neural network to predict the system delay sampling value and genetic algorithm to optimize the neural network weights threshold. The experimental simulation shows that Elman neural network optimized by genetic algorithm has good prediction accuracy and dynamic performance and can eliminate the influence of time delay. The method that can eliminate the effects of network delay.

Keywords: network control system; delay sampling value; Elman neural network; genetic algorithm

(责任编辑: 陈志贤 英文审校: 杨建红)

低复杂度 MISO 干扰信道协同波束成形算法

赵睿¹, 何世文²

(1. 华侨大学 信息科学与工程学院, 福建 厦门 361021;

2. 东南大学 信息科学与工程学院, 江苏 南京 210096)

摘要: 针对单发射节点功率约束条件下的多入单出(MISO)干扰信道, 研究确保用户公平性的最大-最小信干噪比(R_{SIN})优化问题. 利用分层方法将原始优化问题分解为两个优化步骤, 提出一种新颖的、低复杂性的单调协同波束成形算法, 并验证其有效性. 仿真结果表明: 文中算法大约需要 4 次即可达到稳定点, 且非常逼近穷举算法的性能.

关键词: 干扰信道; 单调协同优化; 几何规划; 最小化发射功率; 最大-最小信干噪比

中图分类号: TN 911.22

文献标志码: A

随着移动用户对数据业务服务质量和传输速率要求的不断提高以及频谱资源的日益稀缺, 迫切需要采用先进的通信技术有效地消除小区间和用户间干扰, 不断提升小区系统容量, 改善小区边缘用户性能^[1]. 干扰信道协同联合发送/接收技术利用不同位置的发射/接收天线来改善用户接收/发送信号质量, 同时也有效地消除空间干扰信号. 此外, 干扰信道协同波束成形也成为一种抑制同道干扰的强有力技术^[2]. 近年来, 这两种技术在无线通信领域得到广泛地研究与探讨^[3-9]. 本文利用分层方法把最大-最小信干噪比优化问题转化为两个子优化问题, 提出一种新颖的波束成形算法, 并证明其收敛性^[10-14].

1 系统模型

考虑具有 K 对用户的多入单出(MISO)干扰信道, 其中, 每个发射节点均有 M 根发射天线, 且接收节点只有单根天线, 中央控制器收集所有信道系数信息, 联合优化波束矢量和发射功率, 发射功率满足单发射节点的发射功率约束, 但不需共享用户数据信息. K 用户对 MISO 通信系统模型, 如图 1 所示. 假设终端用户 i 的接收信息为

$$\left. \begin{aligned} y_i &= \sqrt{p_i} \mathbf{h}_{i,i}^H \mathbf{w}_i x_i + \sum_{k=1, k \neq i}^K \sqrt{p_k} \mathbf{h}_{i,k}^H \mathbf{w}_k x_k + n_i, \\ i &= 1, \dots, K. \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

式(1)中: y_i 为终端用户 i 的接收信息; p_i 为发射用户 i 的发射功率; $\mathbf{h}_{a,b}^H$ 为发射用户 a 到终端用户 b 的准静态平衰落信道系数; n_i 是均值为 0, 方差为 σ_i^2 的复数加性高斯白噪声; \mathbf{w}_i 为基站 i 的单位范数波束矢量; 上标符号 H 为共轭转置运算. 因此, 接收节点 i 的 R_{SIN} 为

$$R_{\text{SIN}_i}(\mathbf{w}_i, p_i) = \frac{p_i \mathbf{w}_i^H \mathbf{h}_{i,i} \mathbf{h}_{i,i}^H \mathbf{w}_i}{\sum_{k=1, k \neq i}^K p_k \mathbf{w}_k^H \mathbf{h}_{i,k} \mathbf{h}_{i,k}^H \mathbf{w}_k + \sigma_i^2}. \quad (2)$$

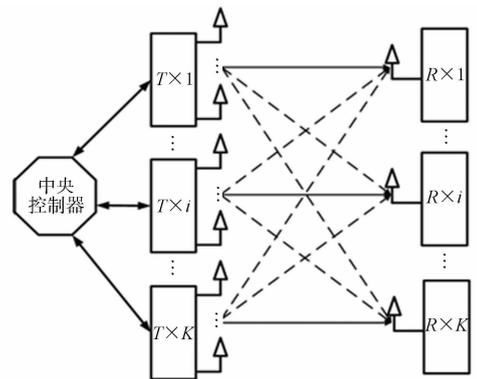


图 1 K 用户对 MISO 通信系统模型
Fig. 1 Model of MISO communication system with K user pairs

收稿日期: 2013-09-09

通信作者: 赵睿(1980-), 男, 副教授, 主要从事无线通信技术的研究. E-mail: rzhao@hqu.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(61201264, 61271383, 61302095, 61401165); 福建省泉州市科技计划项目(2013Z36)

为了合理设计协同波束矢量及发射功率,同时确保用户间的公平性,采用最大-最小 R_{SIN} 作为优化目标函数,其数学描述为

$$\left. \begin{aligned} Q: \max_{\{\mathbf{w}_i, p_i\}_{i=1}^K} \min_i R_{\text{SIN}_i}, \\ \text{s. t. } 0 \leq p_i \leq P_i, \quad \|\mathbf{w}_i\| = 1, \quad \forall i. \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

式(3)中: P_i 为发射节点 i 的发射功率约束. 针对上述优化问题,易得如下结论.

结论 1 当优化问题 Q 的最优解获得时,至少有 1 个发射节点是满功率发射.

证明 假设波束矢量 $\{\mathbf{w}_i^*\}_{i=1}^K$ 和功率 $\{p_i^*\}_{i=1}^K$ 为优化问题 Q 的最优解,且 $p_i^* < P_i, \forall i$. 令加权功率 $p'_i = \alpha p_i^*, \forall i$, 其中

$$\alpha = \min_i \frac{P_i}{p_i^*} > 1. \quad (4)$$

此时,易有如下关系,即

$$\begin{aligned} R_{\text{SIN}_i}' &= \frac{p'_i \mathbf{w}_i^{*H} \mathbf{h}_{i,i} \mathbf{h}_{i,i}^H \mathbf{w}_i^*}{\sum_{k=1, k \neq i}^K p'_k \mathbf{w}_k^{*H} \mathbf{h}_{i,k} \mathbf{h}_{i,k}^H \mathbf{w}_k^* + \sigma_i^2} = \frac{p'_i \mathbf{w}_i^{*H} \mathbf{h}_{i,i} \mathbf{h}_{i,i}^H \mathbf{w}_i^*}{\sum_{k=1, k \neq i}^K p'_k \mathbf{w}_k^{*H} \mathbf{h}_{i,k} \mathbf{h}_{i,k}^H \mathbf{w}_k^* + \frac{\sigma_i^2}{\alpha}} > \\ & \frac{p'_i \mathbf{w}_i^{*H} \mathbf{h}_{i,i} \mathbf{h}_{i,i}^H \mathbf{w}_i^*}{\sum_{k=1, k \neq i}^K p'_k \mathbf{w}_k^{*H} \mathbf{h}_{i,k} \mathbf{h}_{i,k}^H \mathbf{w}_k^* + \sigma_i^2}. \end{aligned} \quad (5)$$

这说明以波束矢量 $\{\mathbf{w}_i^*\}_{i=1}^K$ 和功率 $\{p'_i\}_{i=1}^K$ 作为优化问题 Q 的解所获得的最优值,要大于波束矢量 $\{\mathbf{w}_i^*\}_{i=1}^K$ 和功率 $\{p_i^*\}_{i=1}^K$ 作为优化问题 Q 的解所获得的最大值. 这与波束矢量 $\{\mathbf{w}_i^*\}_{i=1}^K$ 和功率 $\{p_i^*\}_{i=1}^K$ 为最优解矛盾. 因此,当优化问题 Q 的最优解获得时,至少有 1 个发射节点是满功率发射.

2 多点协同波束成形和功率分配算法

上述优化问题中优化变量之间相互耦合,使直接求解优化问题变得十分困难,且上述优化问题是个 NP 优化问题^[15]. 现有文献研究表明:利用上/下行链路间的对偶关系可把上述优化问题转换成与之对偶的虚拟上行链路优化问题,从而获得简便的求解方法;但为了确保最优解满足单基站功率约束,在对偶域中求解优化问题时,经常需要在求解过程中验证其解是否满足功率约束条件. 另外一种求解上述优化问题的常用方法是利用二分法在最差用户的可实现 R_{SIN} 区域内不断迭代求解优化问题,进而获得最差用户的最大可行 R_{SIN} 值,这里称之为穷举法^[10]. 与之不同之处,文中没有利用二分法和上/下行链路间的对偶关系,而是基于分层思想将复杂优化问题转换成简单的优化问题,进而设计了一种直接求解上述优化问题的新颖的、复杂度低的协同波束成形和功率分配算法.

为了释放优化问题 Q 中优化变量间的耦合关系,采用分层优化方法. 首先,优化求解波束矢量 $\{\mathbf{w}_k\}_{k=1}^K$; 然后,在给定波束矢量条件下优化求解发射功率 $\{p_k\}_{k=1}^K$. 引入松弛变量 τ , 优化问题 Q 等价于

$$\left. \begin{aligned} Q: \max_{\{\mathbf{w}_i, p_i\}_{i=1}^K} \tau, \\ \text{s. t. } R_{\text{SIN}_i} \geq \tau, \quad \forall i, \\ 0 \leq p_i \leq P_i, \quad \|\mathbf{w}_i\| = 1, \quad \forall i. \end{aligned} \right\} \quad (6)$$

2.1 优化波束矢量

给定最差用户的可行 R_{SIN} 值(τ_0 值)时,采用最小化发射功率优化问题的求解方法优化求解协同发射波束矢量,使其满足给定最差用户 R_{SIN} 要求,即

$$\left. \begin{aligned} Q: \max_{\{\tilde{\mathbf{w}}_i, p_i\}_{i=1}^K} \sum_{k=1, k \neq i}^K \|\tilde{\mathbf{w}}_i\|^2, \\ \text{s. t. } \frac{\tilde{\mathbf{w}}_i^H \mathbf{h}_{i,i} \mathbf{h}_{i,i}^H \tilde{\mathbf{w}}_i}{\sum_{k=1, k \neq i}^K p'_k \tilde{\mathbf{w}}_k^H \mathbf{h}_{i,k} \mathbf{h}_{i,k}^H \tilde{\mathbf{w}}_k + \sigma_i^2} \geq \tau_0, \quad \forall i, \\ \|\tilde{\mathbf{w}}_i\|^2 \leq P_i, \quad \forall i. \end{aligned} \right\} \quad (7)$$

优化问题 Q_1 可以化为

$$\left. \begin{aligned} Q_1: \max_{\{\tilde{\mathbf{w}}_i, p_i\}_{i=1, k \neq i}^K} & \sum_{k=1, k \neq i}^K \|\tilde{\mathbf{w}}_i\|^2, \\ \text{s. t.} & \tau_0 \sum_{k=1, k \neq i}^K |\mathbf{h}_{i,k}^H \tilde{\mathbf{w}}_k|^2 + \tau_0 \sigma_i^2 \leq |\mathbf{h}_{i,i}^H \tilde{\mathbf{w}}_i|^2, \quad \forall i, \\ & \|\tilde{\mathbf{w}}_i\|^2 \leq P_i, \quad \forall i. \end{aligned} \right\} \quad (8)$$

从文献[11]的研究结果可知:优化问题 Q_1 可利用二阶锥规划(SOCP)优化方法求解,且其最优解使 R_{SIN} 约束不等式的等号成立.在利用 SOCP 优化方法求解优化问题 Q_1 过程中,也可验证给定最差用户 R_{SIN} 的可行性.如果给定 τ_0 可行,则将优化问题 Q_1 的最优解 $\{\tilde{\mathbf{w}}_k\}_{k=1}^K$ 归一化获得波束矢量 $\{\mathbf{w}_k\}_{k=1}^K$,即 $\mathbf{w}_k = \frac{\tilde{\mathbf{w}}_k}{\|\tilde{\mathbf{w}}_k\|}$, $\tilde{p} = \|\tilde{\mathbf{w}}_k\|^2$, $\forall k$;如果给定 τ_0 不可行,则利用 SOCP 优化方法及其他优化方法求解优化问题 Q_1 ,将得不到满足要求条件的可行波束矢量 $\{\tilde{\mathbf{w}}_k\}_{k=1}^K$.

2.2 优化发射功率和松弛变量

不同于文献[10],文中没有利用二分法更新最差用户的可行 R_{SIN} 值,而是在给定发射波束矢量 $\{\mathbf{w}_k\}_{k=1}^K$ 条件下,利用几何规划(GP)优化方法同时更新发射功率 $\{p_k\}_{k=1}^K$ 和 τ 值.给定下行链路的发射波束矢量 $\{\mathbf{w}_k\}_{k=1}^K$,优化问题 Q 等价于

$$\left. \begin{aligned} Q_2: \max_{\{p_i, \tau\}_{i=1}^K} & \tau^{-1}, \\ \text{s. t.} & \sum_{k=1, k \neq i}^K \frac{\tau p_k \mathbf{w}_k^H \mathbf{h}_{i,k} \mathbf{h}_{i,k}^H \mathbf{w}_k}{p_i \mathbf{w}_k^H \mathbf{h}_{i,i} \mathbf{h}_{i,i}^H \mathbf{w}_i} + \frac{\tau \sigma_i^2}{p_i \mathbf{w}_k^H \mathbf{h}_{i,i} \mathbf{h}_{i,i}^H \mathbf{w}_i} \leq 1, \quad \forall i, \\ & 0 \leq p_i \leq P_i, \quad \forall i. \end{aligned} \right\} \quad (9)$$

上述优化问题的形式与 GP 优化方法的基本形式一致,故优化问题 Q_2 可用 GP 优化方法求解^[12].

2.3 协同波束成形算法

基于上述分析,将优化问题 Q 的求解方法(干扰信道协同波束成形和功率分配算法)归纳为以下 4 个步骤.

步骤 1 令 $n=0$, $\mathbf{w}_k^{(0)}=0$, $p_k^{(0)}=0$, $\forall k$;初始化可行最小用户 R_{SIN} ,即令 $\tau^{(n)}=\epsilon$.

步骤 2 令 $n=n+1$,针对给定 $\tau^{(n-1)}$,利用 SOCP 优化方法求解优化问题 Q_1 ,获得最优解波束矢量 $\{\tilde{\mathbf{w}}_k^*\}_{k=1}^K$;然后,将其转化成波束矢量 $\{\mathbf{w}_k^{(n)}\}_{k=1}^K$,即 $\mathbf{w}_k^{(n)} = \frac{\tilde{\mathbf{w}}_k^*}{\|\tilde{\mathbf{w}}_k^*\|}$, $\forall k$.

步骤 3 利用 GP 优化方法求解优化问题 Q_2 ,获得最优解 $\tau^{(n)}$ 和最优发射功率 $\{p_k^{(n)}\}_{k=1}^K$.

步骤 4 如果 $|\tau^{(n)} - \tau^{(n-1)}| \leq \xi$ 成立,则输出波束矢量 $\{\mathbf{w}_k^{(n)}\}_{k=1}^K$ 和发射功率 $\{p_k^{(n)}\}_{k=1}^K$;否则,转至步骤 2.其中: ϵ 是任意可行最小用户 R_{SIN} 值; ξ 是预先给定的精度阈值.

结论 2 文中算法收敛到稳定点,但不一定是全局最优解.

证明 从上述算法可知:算法每次迭代更新时,在步骤 2 中利用 SOCP 方法优化最小化发射功率优化问题,其最优解使 R_{SIN} 约束不等式的等号成立,即此步骤中保持最差用户 R_{SIN} 的值不变.在步骤 3 中利用 GP 方法优化求解变量 τ 和发射功率 $\{p_i\}_{i=1}^K$,其最优解使 τ 最大化.因此, τ 值的变化满足

$$\tau^{(0)} \leq \tau^{(1)} \leq \tau^{(2)} \leq \dots \leq \tau^{(n)} \leq \dots \quad (10)$$

由于实际无线通信系统中各发射节点的发射功率有限,因此,用户的 R_{SIN} 均为有限值,即序列 $\{\tau^{(n)}\}$ 是单调递增有界序列.因此,由单调有界序列原理可知上述算法可收敛到稳定点^[14].由于文中算法的步骤 2 并没有直接优化求解原始优化问题,而是将原始优化问题转换成最小化发射功率优化问题,因此,文中算法获得的最优解不一定是全局最优解.

虽然文中算法步骤 2 没有直接优化最大-最小 R_{SIN} 优化问题,而是将其转换成最小化发射功率优化问题求解,但由于这一步为步骤 3 的最大化最差用户的 R_{SIN} 提供了机会,使优化问题的目标函数值增加,所以其最优解保证了所有用户的 R_{SIN} 约束不等式的等号成立,且发射功率最小.

仿真结果表明:文中算法非常逼近穷举法所获得的最优解,且适用于接收机的设计固定已知情况下

的多输入多输出干扰系统.此时,系统可转化成多输入单输出干扰系统,故文中算法很容易扩展到多输入多输出干扰信道系统.

2.4 文中算法复杂度分析

文中算法和穷举法都需要利用 SOCP 方法优化求解功率最小化问题.在优化问题 Q_1 的目标函数中共有 $2MK$ 个实数优化变量;约束条件中有 K 个 R_{SIN} 约束,其中,每个 R_{SIN} 约束有 $2MK$ (每项有 $2M$) 个实数优化变量;约束条件中有 K 个功率约束,其中,每个功率约束有 $2M$ 个实数优化变量.

从文献[11]可知:SOCP 求解此最小化发射功率优化问题需要的迭代次数的上边界为 $O(\sqrt{2K})$.因此,利用 SOCP 优化求解优化问题 Q_1 的计算复杂度为 $O(8\sqrt{2K}K^3M^3(1+K))$.文中算法步骤 3 中利用 GP 优化方法求解优化问题 Q_2 的计算复杂度 C_{GP} 取决于不同的参数环境及求解方法.但相较于 SOCP 优化算法,GP 优化算法的复杂度低很多,进而可以减少所提算法的复杂度^[12-13].

3 计算仿真结果

仿真环境描述如下:假设发射节点间的距离为 1 km,采用 10 MHz 信道带宽,所有用户均处于发射节点的服务区域边缘,每个用户受小区域干扰的影响比较严重.考虑由 2 或 3 个发射节点组成 1 个协同簇的情况,小区用户随机分布在多点协同区域内(小区用户到其服务节点的距离至少为 400 m 的区域),基站天线数均为 4,用户天线数均为 1,任何基站到用户节点的信道模型为 3GPP 信道模型^[16],所有协同发射节点最大发射功率相同.特别地,大尺度衰落路径损失为 $(38\log_{10} d + 34.5)$ dB;阴影衰落的标准方差为 8 dB;小尺度衰落为均值 0,方差为 1 的瑞利衰落.信道系数产生形式为 $\mathbf{h} = \theta \mathbf{h}_w$,其中: θ 为大尺度衰落因子; \mathbf{h}_w 的元素为均值 0,方差为 1 的独立同分布复高斯随机变量.

采用 Matlab 仿真软件进行仿真^[17].仿真过程中前两种算法的算法迭代停止阈值为 10^{-5} ;信漏噪比算法、最大比发送算法和迫零波束成形算法中各基站的发射功率均为最大发射功率;文中算法后面的括号内的最大迭代次数表示算法迭代的最大次数.

文中算法收敛速度(v)与迭代次数(n)之间关系,如图 2 所示.由图 2 可以看出:文中算法一般只需要 3~4 次即可收敛到稳定点.在低发射功率时,几乎可以收敛到最优的最差用户速率;但发射功率比较高时,文中算法收敛到最差用户速率与最优最差用户速率之间有一定差异.

当算法迭代停止阈值为 10^{-4} 时,文中算法和穷举法所需要的迭代次数(n)与消耗时间(t)的比较,如图 3 所示.图 3 中: P 为发射功率.仿真计算机的配置为 CPU 4.8 GHz,内存 4 GB,Windows 7 的 32 位操作系统.

由图 3 可以看出:文中算法所需要的迭代次数和时间均少于穷举法,即说明文中算法的收敛速度比穷举法的收敛速度快,且所使用的 GP 优化算法计算复杂度非常低,这是因为优化变量相

相对少了很多.文中算法的迭代次数和所消耗的时间均少于穷举法所需迭代次数和所消耗的时间的二分之一,而最差用户速率性能的损失却很小.

各种协同算法的最差用户速率性能曲线,如图 4 所示.由图 4 可以看出:文中算法所获得的最差用户速率性能与最优最差用户速率性能之间的差异随着发射功率的增加而增加;最优最差用户速率与所提算法所获得的最差用户速率之间的差异低于 0.1;文中算法的最差用户速率与帕拉托算法的性能非常逼近.由图 4(b)可知:所提算法的最大迭代次数为 4 时,文中算法所获得的最差用户速率与按精度要求所获得的最差用户速率相同.

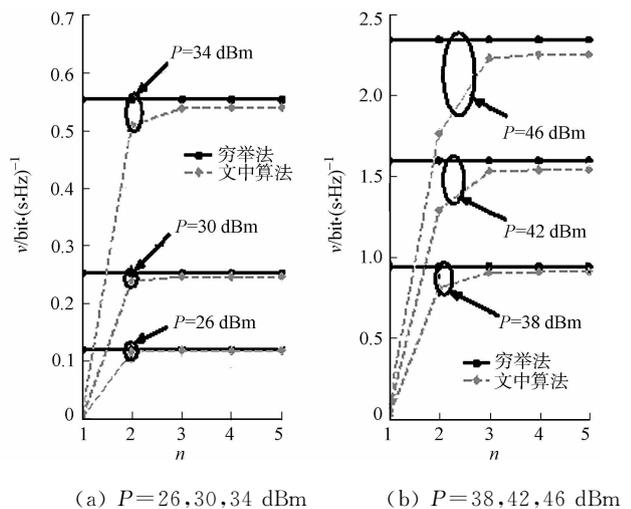


图 2 所提算法收敛速率曲线

Fig. 2 Convergence rate curve of the proposed algorithm

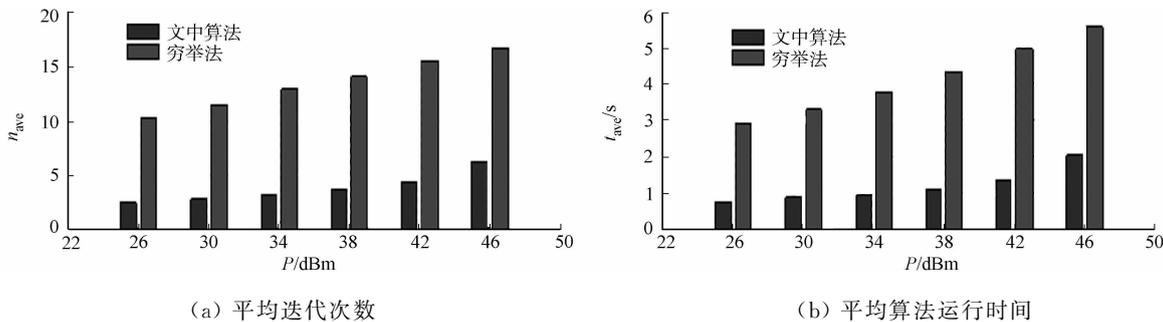


图 3 迭代次数与消耗时间比例

Fig. 3 Number of iterations and consumed time of algorithm

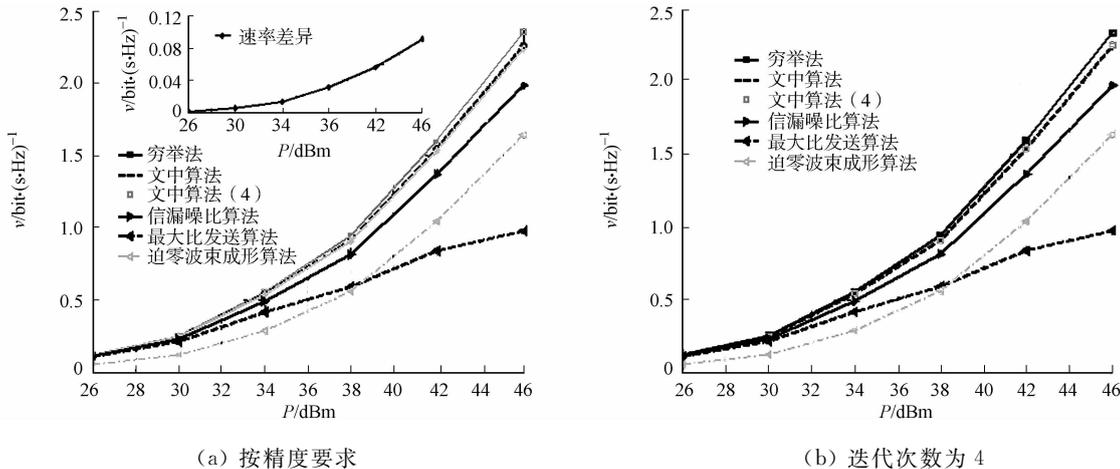


图 4 协同波束成形最差用户速率性能曲线

Fig. 4 Rate of worst user for coordinated beamforming algorithm

4 结束语

利用分层方法将最大-最小 R_{SIN} 优化问题转化为两个子优化问题: 首先, 在给定可行 R_{SIN} 条件下, 将最大-最小 R_{SIN} 优化问题转换成最小化发射功率优化问题, 并利用二阶锥规划方法求解其最优波束矢量; 然后, 在给定波束矢量条件下利用几何规划方法优化协同发射节点的发射功率和最小用户 R_{SIN} . 与现有文献相比, 文中算法的计算复杂度低、收敛速度快, 而且可获得的最差用户速率非常逼近穷举搜索法所实现的最差用户速率.

参考文献:

- [1] LEE D, SEO H, SAYANA K. Coordinated multipoint transmission and reception in LTE-advanced: Deployment scenarios and operational challenges[J]. IEEE Communications Magazine, 2012, 50(2): 148-155.
- [2] ZHANG Hong-yuan, DAI Hua-yu. Cochannel interference mitigation and cooperative processing in downlink multicell multiuser mimo networks[J]. EURASIP Journal on Wireless Communication and Networking, 2004, 2(1): 222-235.
- [3] LIU Ya-feng, DAI Yi-hong, LUO Zhi-quan. Coordinated beamforming for miso interference channel: Complexity analysis and efficient algorithms[J]. IEEE Transactions on Signal Processing, 2011, 59(3): 1142-1157.
- [4] CALVO E, MUNZ O, VIDAL J. Downlink coordinated radio resource management in cellular networks with partial CSI[J]. IEEE Transactions on Signal Processing, 2012, 60(3): 1420-1431.
- [5] GHAFAR R, KNOPP R. Interference suppression strategy for cell-edge users in the downlink[J]. IEEE Transactions on Wireless Communications, 2012, 11(1): 154-165.
- [6] SCHUBERT M, BOCHE H. Solution of the multiuser downlink beamforming problem with individual SINR constraints[J]. IEEE Transactions on Vehicular Technology, 2004, 53(1): 18-28.
- [7] DAHROUJ H, YU Wei. Coordinated beamforming for the multicell multi-antenna wireless system[J]. IEEE Trans-

actions on Wireless Communication, 2010, 9(5):1748-1759.

- [8] HUANG Yong-ming, ZHENG Gan, OTTERSTEN B. Distributed multicell beamforming design approaching pareto boundary with max-min fairness[J]. IEEE Transactions on Wireless Communication, 2012, 10(2):1345-1356.
- [9] SOHN I, LEE S, ADREWS J. Belief propagation for distributed downlink beamforming in cooperative MIMO cellular networks[J]. IEEE Transactions on Wireless Communications, 2011, 10(12):4140-4149.
- [10] TAJER A, PRASAD N, WANG Xiao-dong. Robust linear precoder design for multi-cell downlink transmission[J]. IEEE Transactions on Signal Processing, 2011, 59(1):235-251.
- [11] LOBO M, VANDENBERGHE L, LEBRET H. Applications of second-order cone programming[J]. Linear Algebra and Its Applications, 1998, 28(4):193-228.
- [12] BOYD S, KIM S, HASSIBI A. A tutorial on geometric programming[J]. Optimization and Engineering, 2007, 8(1):67-127.
- [13] BOGALE T, VANDENDORPE L. Weighted sum rate optimization for downlink multiuser MIMO coordinated base station systems: Centralized and distributed algorithms[J]. IEEE Transactions on Signal Processing, 2012, 60(4):1876-1889.
- [14] BIBBY J. Axiomatisations of the average and a further generalisation of monotonic sequences[J]. Glasgow Mathematical Journal, 1974, 15(1):63-65.
- [15] SIDIROPOULOS N, DAVIDSON T, LUO Z. Transmit beamforming for physical-layer multicasting[J]. IEEE Transactions on Signal Processing, 2006, 54(6):2239-2251.
- [16] Association of Radio Industries and Businesses. Spatial channel model for multiple input multiple output (MIMO) simulations[EB/OL]. [2013-09-09]. www.3gpp.org/DynaReport/25996.htm.
- [17] SADEK M, TARIGHAT A, SAYED A. A leakage-based precoding scheme for downlink multi-user MIMO channels[J]. IEEE Transactions on Wireless Communications, 2007, 6(5):1711-1721.

A Lower-Complexity Algorithm for MISO Interference Channel Coordinated Beamforming

ZHAO Rui, HE Shi-wen

(1. College of Information Science and Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, China

2. College of Information Science and Engineering, Southeast University, Nanjing 210096, China)

Abstract: To ensure the fairness of the users, the max-min R_{SIN} optimization problem was studied for multiple input single output (MISO) interference channel subject to per transmitter power constraint. The primal optimization problem was divided into two optimization steps by using the layered method. Finally, a novel and lower-complexity monotone coordinated beamforming algorithm was proposed. Numerical simulation shows the effectiveness of the proposed algorithm. Simulation results show that the proposed algorithm achieves a desirable convergence with only around 4 iterations and the performance of the proposed algorithm is very close to that of the exhaustive search algorithm.

Keywords: interference channel; monotonic coordinated optimization; geometric programming; minimization of transmit power; maximum-minimum R_{SIN}

(责任编辑: 钱筠 英文审校: 吴逢铁)

人工蜂群算法结合 PTS 技术的 PAPR 降低方法

黄娴, 谭鹤伟

(华侨大学 信息科学与工程学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 为解决正交小波包复用(OWPM)系统存在的高峰均功率比(PAPR)问题,提出一种基于人工蜂群的相位搜索方法.通过蜜蜂群体的信息交换实现快速收敛最优值,最终使得计算复杂度大幅度降低,同时有效地抑制信号峰均功率比.仿真结果表明:该方法能很好地协调 OWPM 系统的 PAPR 抑制性能和计算复杂度.

关键词: 峰均功率比;人工蜂群;正交小波包复用;传输序列

中图分类号: TN 911.7

文献标志码: A

近年来,将小波(包)理论与正交频分复用(OFDM)原理相结合产生的一种新型多载波调制系统——正交小波包复用(OWPM)系统^[1],已成为通信领域的一个研究热点.由于 OWPM 系统同样存在某个时刻多个子信道信号以同相叠加产生的高峰均功率比问题,所以有必要寻找一种有效的方法加以抑制.国内外学者已提出了多种解决方案,这些方法大致分为 2 种:一种是从小波理论和小波包树分解的角度入手^[2-4];一种是将 OFDM 系统中抑制峰均功率比(peak to average power ratio, PAPR)的 3 种典型算法应用到 OWPM 系统中^[5],即预畸变技术^[6-7]、编码类技术^[8]和概率类技术^[9].本文基于 PTS 技术较高的计算复杂度问题,提出一种基于人工蜂群的 PTS 技术,即将一种人工蜂群的智能优化算法应用于 PTS 的相位因子搜索中.

1 OWPM 系统模型

基于 PTS 技术的 OWPM 系统的结构框图,如图 1 所示.首先,输入的高速比特流信号经串并变换分解为若干个独立的低速子比特流;然后,分别用若干个不同的子载波进行星座映射;接着,采取 PTS 算法处理以降低 PAPR 后将信号经无线信道发送至接收端;最后,接收端经过一系列的逆过程恢复出 OWPM 的原始信号,得到输出信号.

1.1 峰均功率比定义

在 OWPM 系统中,发送端数据通过串并变换、星座映射和 PTS 技术处理后,得到输出信号^[10]为

$$x(t) = \sum_{(l,m) \in \Gamma} \sum_n S_{l,m}(n) \phi_{l,m}(t - nT_l). \quad (1)$$

式(1)中: l 为第 l 层分解; m 为每层的第 m 条分支; $\phi_{l,m}$ 第 l 层第 m 分支的基函数,即尺度空间 V_l 的尺度函数; $S_{l,m}(n)$ 是输入数字信号; Γ 则表示小波包函数序列 (l,m) 的集合.

由于信号出现峰值的概率比较小,所以一般采用峰均功率比,也就是信号的功率峰值与功率平均值之比来统计 OWPM 系统的信号分布情况.那么,可定义 OWPM 系统的 PAPR^[11-12]为

$$\text{PAPR} = 10 \lg \frac{\max |x(t)|^2}{E[|x(t)|^2]}. \quad (2)$$

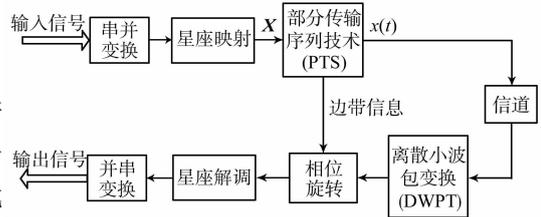


图 1 基于 PTS 技术的 OWPM 系统的结构框图
Fig. 1 Structure diagram of OWPM system based on PTS technology

式(2)中: $E[|x(t)|^2]$ 为 OWPM 信号的平均功率. 通常用互补累积分布函数(CCDF)来衡量 OWPM 系统内的 PAPR 分布, 其定义为

$$\text{CCDF}(\text{PAPR}_0) = P\{\text{PAPR} > \text{PAPR}_0\}. \quad (3)$$

式(3)中: PAPR_0 为峰均功率比的门限值; $P\{\}$ 代表信号的概率分布.

1.2 PTS 技术降低 PAPR

部分传输序列(PTS)技术的原理, 如图 2 所示. 首先, 长度为 N 的源数据向量 \mathbf{X} , 通过串并变换和数据分割, 得到 V 个互不重叠的子向量. 为保证每个子向量的长度均为 N , 则需要在每个子向量的剩余子载波位置上填零, 最终得到长度都为 N 的 V 个子向量 $\mathbf{X}_l = \{X_l^0, X_l^1, \dots, X_l^{N-1}\}$. 因此, $\mathbf{X} = \sum_{l=1}^V \mathbf{X}_l$, V 为数据分组数. 然后, 分别对各个子向量进行逆离散小波包变换(IDWPT), 得到 V 个时域信号, 即

$$\mathbf{x}_l = \text{IDWT}\{\mathbf{X}_l\}, l = 1, 2, \dots, V.$$

最后, 将这 V 个时域信号与加权系数 \mathbf{b}_l 进行加权和优化处理, 得到需要传送的信号, 即

$$\mathbf{x} = \sum_{l=1}^V \mathbf{b}_l \cdot \mathbf{x}_l. \quad (4)$$

式(4)中: $\{\mathbf{b}_l = (b_l^0, b_l^1, \dots, b_l^{N-1}), l = 1, 2, \dots, V\}$ 也称作子向量的相位因子. 它们统计独立, 并且满足 $b_l^i = \exp(j\phi_l^i)$, $\phi_l^i \in [0, 2\pi]$. 由于 \mathbf{b}_l 可随机选择, 所以可通过选择一组最优的加权系数使得 PAPR 值最小进行传送, 即需满足^[13]

$$\{\mathbf{b}_1, \mathbf{b}_2, \dots, \mathbf{b}_V\} = \arg \min_{(\mathbf{b}_1, \mathbf{b}_2, \dots, \mathbf{b}_V)} \left(\max_{1 \leq n \leq N} \left| \sum_{l=1}^V \mathbf{b}_l \cdot \mathbf{x}_l \right|^2 \right). \quad (5)$$

式(5)中: $\arg \min(\cdot)$ 为函数取最小值时所用的判决条件.

2 基于人工蜂群的 PTS 算法

人工蜂群(ABC)算法最早是由 Karaboga^[14]提出的, 用于求解数值优化问题, 是一种以自然界中蜂群的自组织模型和群体智能为基础的仿生算法^[15-16]. 作为一种优化工具, ABC 算法提供了一种基于种群基的搜索方法, 其特点是不需要了解问题的详细信息, 只需对问题进行优劣的比较, 通过各人工蜂个体的局部寻优行为, 最终在群体中使全局最优值突显出来, 具有快速收敛最优值的效果. 针对传统 PTS 算法存在因寻找最优相位因子序列所产生的高计算复杂度问题, 考虑将人工蜂群算法应用于 PTS 的相位因子搜索中, 以此大大地降低 PTS 技术的计算复杂度, 同时有效地抑制信号高峰均功率比的产生.

对于 ABC 算法模型来说, 其主要包含 4 种核心元素: 食物源、雇佣蜂、旁观蜂和侦察蜂. 其中: 雇佣蜂与食物源一一对应, 记录与其对应的食物源的相关信息, 并将信息与其他蜜蜂按概率分享; 而作为非雇佣蜂的旁观蜂和侦察蜂, 主要任务是寻找和开采食物源.

人工蜂群算法寻找最优相位因子序列的具体步骤如下所述.

步骤 1 随机产生 V 个食物源位置(也等于雇佣蜂数量), 并计算每一个雇佣蜂所在食物源的花蜜数量. 由于在 PTS 技术降低峰均功率比的问题中, 食物源位置等同于 PTS 技术中的相位向量 $\{\mathbf{b}_l = (b_l^0, b_l^1, \dots, b_l^{N-1}), l = 1, 2, \dots, V\}$, 所以, 食物源的花蜜数量代表了每个相位向量 \mathbf{b}_l 对应的 PAPR 值的适应度, 该适应度的计算公式为

$$\text{fitness}(\mathbf{b}_l) = 1/\text{PAPR}_l. \quad (6)$$

式(6)中: PAPR_l 为相位向量 \mathbf{b}_l 对应的 PAPR 值, 其值越小越好.

对于每个雇佣蜂来说, 为寻找到最多花蜜量的食物源位置, 还需在目前食物源位置的邻域内搜索以得到一个新的食物源位置 $b'_{l,k}$, 即

$$b'_{l,k} = b_{l,k} + \Delta(b_{l,k} - b_{l,k}). \quad (7)$$

式(7)中: $k \in \{1, 2, \dots, V\}$; $n \in \{1, 2, \dots, V\}$; Δ 是一个在 $[-1, 1]$ 的随机数.

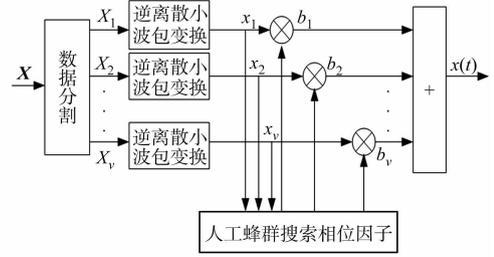


图 2 部分传输序列技术的发送端原理框图
Fig. 2 Transmitter's functional block diagram of PTS technology

由于等式是针对连续信号所做的处理,而 PTS 算法中的相位向量只能取离散值,因此还需对式(7)作适当的修正,那么针对相位因子取值于 $W=\{-1,1\}$ 的情况,可得到修正后的相位因子为

$$b'_{l,k} = \begin{cases} 1, & \text{if } 1 \leq |b'_{l,k}| \leq 3, \\ -1, & \text{else.} \end{cases} \quad (8)$$

步骤 2 利用式(6)计算每一个雇佣蜂进行邻域搜索后得到的新食物源的花蜜数量. 如果新食物源的花蜜数量比原先的少,则保持原食物源位置;否则记住新食物源位置,忘记旧食物源位置. 等到所有雇佣蜂均完成搜索后,雇佣蜂返回蜂巢,并通过舞蹈方式与旁观蜂进行信息交流,分享所带回的食物源信息和位置信息. 旁观蜂则根据雇佣蜂所提供的食物源信息,以一定的概率来选择食物源位置. 若该食物源的花蜜数量越多,那么旁观蜂选择该食物源的概率就越大. 选择概率公式为

$$\text{pro } b_l = \exp(\text{fitness}(b_l)) / \sum_{l=1}^V \exp(\text{fitness}(b_l)). \quad (9)$$

步骤 3 旁观蜂转变为雇佣蜂,也要完成在食物源附近区域的搜索并保存较优者. 如果某一个食物源对应的花蜜量在“Limit”次迭代后都未曾改变,则意味着相应的食物源被这只蜜蜂抛弃,而这个食物源的雇佣蜂转变成一只侦察蜂,同时侦察蜂随机搜索新的食物源位置. 这里,“Limit”代表着食物源停留的最大限制次数,它将控制着侦察蜂的选取和解的质量. 重复以上步骤,直至达到初始设定的最大循环数 MCN 为止,输出最终的食物源位置.

文中算法的基本流程实现步骤:1) 置系统最大循环数为 MCN,雇佣蜂停留在同一蜜源的最大次数为 Limit,初始化停留次数 $\text{stay}(l)=0$,计数器 $\text{iter}=1$;2) 随机产生 V 个食物源位置,利用式(6)计算其适应度;3) 利用式(7)对每个食物源进行邻域搜索,产生新食物源位置,用式(8)对其修正,并用式(6)计算相应的食物源花蜜数量;4) 比较当前食物源花蜜量与邻域食物源花蜜量,保存花蜜量较高的食物源位置,若邻域食物源花蜜量优于当前蜜源,则令 $\text{stay}(l)=0$,否则 $\text{stay}(l)=\text{stay}(l)+1$;5) 旁观蜂利用式(9)选择食物源,并转化为雇佣蜂采蜜,同时在食物源附近搜索,记录较优食物源位置,同时更新 $\text{stay}(l)$ 值;6) 若 $\text{stay}(l) > \text{Limit}$,则第 l 个雇佣蜂放弃当前食物源而转变为侦察蜂,并随机搜索一个新的食物源,否则,直接跳转到下一步;7) 确定本次循环的最优食物源位置,同时更新 $\text{iter}=\text{iter}+1$;8) 若 $\text{iter}=\text{MCN}$,则终止循环,算法结束,否则跳转到步骤 3) 进行下一轮的循环. 至此,通过人工蜂群算法中蜜蜂群体的相互协作与信息交流,可以快速且可靠的搜索到 PTS 技术中较优的相位因子序列,最终使得 PTS 技术的计算复杂度大大的降低,减轻 OWPM 系统的运算负担.

3 实验仿真与分析

为了评估文中算法对于降低 OWPM 系统的计算复杂度和峰均功率比性能,将基于遍历搜索法的 PTS 技术(Traverse-PTS)、基于 Cimini^[17]搜索法的 PTS 技术(Cimini-PTS)与文中算法(ABC-PTS)进行了仿真结果的比较. 仿真环境设定为:10 000 个 OWPM 符号被随机产生,选取 db4 小波作为小波包基,使用带有 8 个子载波数的 4QAM 调制,相位因子 $W=2$,随机分割且分割数 $V=10$. 其中,针对 ABC-PTS 算法,还需设定 3 个控制参数:食物源数目 S ,系统最大循环数 MCN 以及雇佣蜂停留在同一蜜源的最大次数 Limit 值.

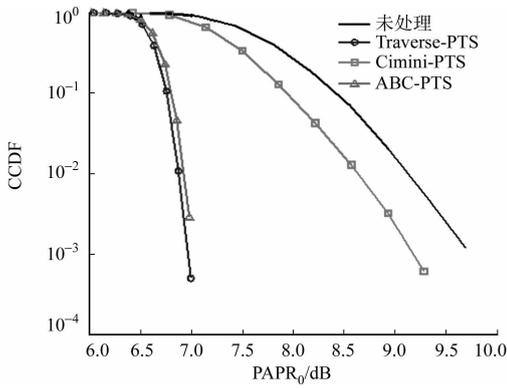
3.1 峰均功率比抑制性能

针对 ABC-PTS 算法,令 $S=30$, $\text{MCN}=30$, $\text{Limit}=5$,其峰均功率比抑制性能比较结果,如图 3(a) 所示. 由图 3(a)可知:文中提出的 ABC-PTS 算法的 PAPR 抑制性能与 Traverse-PTS 的几乎相当;而 Cimini-PTS 算法降低 PAPR 的效果最差.

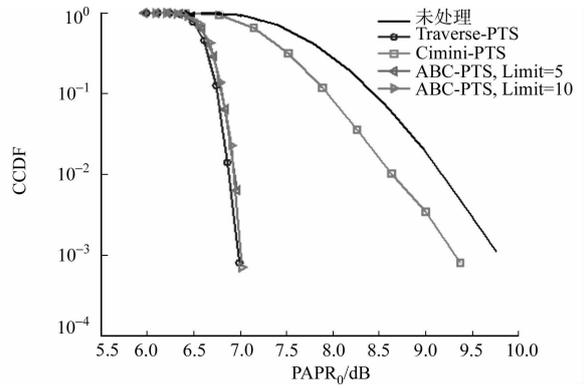
图 3(b)比较了带有不同 Limit 值、相同的食物源数 $S=30$ 和相同的系统最大循环数 $\text{MCN}=30$ 的 ABC-PTS 算法的 PAPR 抑制性能. 由图 3(b)可知:当 $\text{CCDF}=10^{-3}$ 时,Limit=5 的 ABC-PTS 的 PAPR 值为 7.1 dB;带有 Limit=10 的 ABC-PTS 的 PAPR 约为 7.1 dB. 由此可以得出:对于不同的 Limit 值 PAPR 抑制性能差几乎可以忽略不计,增加或减小 Limit 值并不会影响 ABC-PTS 的 PAPR 抑制性能.

3.2 计算复杂度

以程序总迭代数作为计算复杂度的衡量标准,比较了 Traverse-PTS, Cimini-PTS 以及 ABC-PTS



(a) ABC-PTS 算法



(b) 不同 Limit 的 ABC-PTS 算法

图3 ABC-PTS算法与其他算法的峰均功率比抑制性能比较

Fig. 3 PAPR reduction performance comparison of ABC-PTS algorithm and other algorithms

的计算复杂度. 其中,对 ABC-PTS 算法,令 $S=30$, $MCN=30$, $Limit=5$. 当 $CCDF=10^{-3}$ 时,3 种方法的计算复杂度和 PAPR 抑制性能比较结果,如表 1 所示. 从表 1 中可以得出: Traverse-PTS 算法的 PAPR 抑制性能最优,但其计算复杂度随着相位因子 W 和分割数 V 的增大而呈指数性升高; Cimini-PTS 算法的计算复杂度最小,但 PAPR 抑制性能却最差;而文中所提算法 ABC-PTS 能在前两种算法之间寻求一种平衡点.

3.3 误码率比较

为证明文中算法(ABC-PTS)的有效性与正确性,实验信道中加入了高斯白噪声,并对信道进行 1 000 次仿真统计. 文中算法与其他算法的误码率(η)性能比较,如图 4 所示. 图 4 中: R_{SN} 为信噪比. 由图 4 可知: 无论采取何种相位搜索法处理系统,都几乎与未处理的系统 BER 性能曲线相重合,由此证明了其有效性与正确性. 由于所研究的 Traverse-PTS, Cimini-PTS 以及 ABC-PTS 算法本质上均属于 PTS 算法,而 PTS 算法是一种无失真技术,在保障边带信息正确传输的条件下,可以获得非常准确的解调信号,从而不影响系统的 BER 性能.

4 结束语

将蜜蜂觅食原理应用于 PTS 的相位搜索中,提出一种基于人工蜂群算法的 PTS 技术,简称 ABC-PTS 技术. 仿真结果表明: ABC-PTS 技术相比 Traverse-PTS 和 Cimini-PTS,能够使得系统在 PAPR 抑制性能和计算复杂度两者之间得到折中选择. 同时,由于蜂群的觅食行为是一种典型的群体智能行为,所以系统越庞大,其效果将会越明显.

参考文献:

- [1] 杨阔. 正交小波包复用系统信道估计方法的研究[D]. 天津:天津大学,2010:1-104.
- [2] LI Jiao-jun, LI Heng, SU Li-yun. Fast adaptive optimal basis search algorithm for PAPR reduction[C]//IEEE International Conference on Computer Science and Automation Engineering (CSAE). Shanghai: IEEE Press, 2011: 666-671.
- [3] LE N T, MURUGANATHAN S D, SESAY A B. An efficient PAPR reduction method for wavelet packet modulation schemes[C]//IEEE 69th Vehicular Technology Conference. Barcelona: IEEE Press, 2009: 1-5.

表1 3种方法的计算复杂度和 PAPR 抑制性能比较

Tab. 1 Comparison on three methods of computing complexity and PAPR suppression performance

PAPR 抑制算法	计算复杂度	R_{PAP}/dB
Traverse-PTS	$W^V=210$	7.00
Cimini-PTS	$V=10$	9.48
ABC-PTS	$S \times MCN=30 \times 30$	7.10

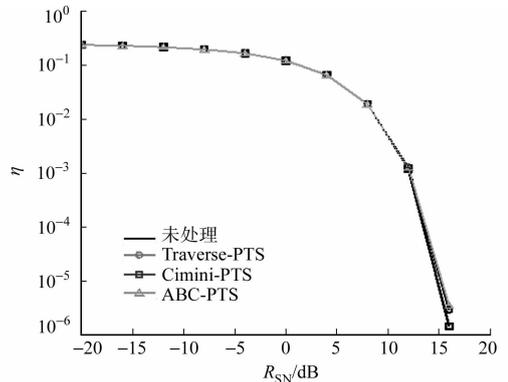


图4 文中算法与其他算法的误码率性能比较

Fig. 4 BER performance comparison of new algorithm and other algorithms

- [4] ZAKARIA J, SALLEH M F M. Wavelet-based OFDM analysis: BER performance and PAPR profile for various wavelets[C]//IEEE Symposium on Industrial Electronics and Applications (ISIEA). Bandung:IEEE Press, 2012: 29-33.
- [5] 杨悦. WOFDM 系统中的 PAPR 抑制算法研究[D]. 长春:吉林大学, 2012:1-53.
- [6] ABDULLAH H N, SAHIB F, VALENZUELA A. Hybrid PAPR reduction technique for complex wavelet packet modulation system[C]//IFIP Wireless Days (WD). Dublin:IEEE Press, 2012:1-3.
- [7] WANG Yong, GE Jian-hua, WANG Li-hua, et al. Nonlinear companding transform for reduction of peak-to-average power ratio in OFDM systems[J]. IEEE Transactions on Broadcasting, 2013, 59(2):369-375.
- [8] PREMA G, AMRUTHA E. A new MIMO-OFDM transmit preprocessing using pilot symbol assisted rateless codes to mitigate fading and wavelet based OFDM for PAPR reduction[C]//International Conference on Signal Processing, Communication, Computing and Networking Technologies (ICSCCN). Thuckafay:IEEE Press, 2011:679-684.
- [9] TORUN B, LAKSHMANAN M K, NIKOOKAR H. Peak-to-average power ratio reduction of wavelet packet modulation by adaptive phase selection[C]//21st International Symposium on Personal Indoor and Mobile Radio Communications (PIMRC). Istanbul:IEEE Press, 2010:105-110.
- [10] LIXIA M, MURRONI M. Peak-to-average power ratio reduction in multi-carrier system using genetic algorithms [J]. IET Signal Processing, 2011, 5(3):356-363.
- [11] JIANG Tao, LI Cai, NI Chun-xing. Effect of PAPR reduction on spectrum and energy efficiencies in OFDM systems with class-A HPA over AWGN channel[J]. IEEE Transactions on broadcasting, 2013, 59(3):513-519.
- [12] WANG Yong, WANG Li-hua, GE Jian-hua, et al. Nonlinear companding transform technique for reducing PAPR of OFDM signals[J]. IEEE Transactions on Consumer Electronics, 2012, 58(3):752-757.
- [13] YE Chen, LI Zi-jun, JIANG Tao, et al. PAPR Reduction of OQAM-OFDM signals using segmental PTS scheme with low complexity[J]. IEEE Transactions on Broadcasting, 2014, 60(1):141-147.
- [14] KARABOGA D. An idea based on honey bee swarm for numerical optimization[R]. Kayseri, Turkey:Erciyes University, 2005:1-12.
- [15] KARABOGA D, BASTURK B. A powerful and efficient algorithm for numerical function optimization: Artificial bee colony (ABC) algorithm[J]. Journal of Global Optimization, 2007, 39(3):459-471.
- [16] KARABOGA D, AKAY B. A comparative study of artificial bee colony algorithm[J]. Applied Mathematics and Computation, 2009, 214(1):108-132.
- [17] CIMINI L J, SOLLENBERGER N R. Peak-to-average power ratio reduction of an OFDM signal using partial transmit sequences[J]. IEEE Communication Letters, 2000, 4(3):86-88.

PAPR Reduction Method Based on Artificial Bee Colony Algorithm and PTS Technology

HUANG Xian, TAN Ge-wei

(College of Information Science and Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

Abstract: In order to resolve the problem of high peak to average power ratio (PAPR) in orthogonal wavelet packet multiplexing (OWPM) system, a phase search method based on artificial bee colony is proposed in this paper, which is through the information exchange of honey bee colony to achieve fast convergence of the optimal value. The new method can ultimately make a significant reduction in computational complexity, while effectively suppressing signal PAPR. Simulation results show that this method can well coordinate PAPR suppression performance and computational complexity of the OWPM system.

Keywords: peak to average power ratio; artificial bee colony; orthogonal wavelet packet multiplexing; transmit sequence

拉盖尔-高斯光束光镊捕获性质

王娟,任洪亮,周业鹏

(华侨大学 信息科学与工程学院,福建 厦门 361021)

摘要: 利用 T 矩阵法研究光镊中微粒大小与入射光束波长相近时,光镊捕获效率与入射光束的阶数、微粒的折射率和尺寸大小的关系.对拉盖尔-高斯光束光镊和高斯光束光镊的轴向和横向捕获效率进行比较.计算结果表明:不同阶数的拉盖尔-高斯光束对微粒捕获效率的影响不同,阶数不超过 4 的拉盖尔-高斯光束的捕获效率高;微粒半径增加时,拉盖尔-高斯光束的轴向捕获效率逐渐增大,且捕获域也增加,高斯光束的最大捕获效率基本保持不变但捕获域逐渐增大;微粒折射率增加时,拉盖尔-高斯光束和高斯光束的轴向和横向捕获效率均先增加后递减,捕获效率出现了一个峰值,微粒折射率约在 1.39~1.69 是稳定捕获的最佳数值.

关键词: 光镊;电磁散射; T 矩阵;拉盖尔-高斯光束;捕获力;捕获效率; Q 因子

中图分类号: TN 249

文献标志码: A

光镊^[1]诞生于 1986 年,由于其能够无损伤、无接触地操纵和捕获微粒,因而特别适用于操控活细胞和细胞器.光镊中光子与介质微粒进行动量交换产生散射力和梯度力,散射力方向沿着光的传播方向,使粒子沿着光束传播方向运动,梯度力正比于光强梯度,指向光场强度的最大处,使粒子向光束焦点运动.当梯度力大于散射力时,微粒就被捕获在光强梯度最大附近.微粒尺度大小不同时,需要采用不同的模型计算微粒的受力情况.粒子半径远大于入射光波波长时,采用几何光学模型,粒子半径远小于入射光波波长时,采用瑞利散射理论.半径与入射光波长相近的微粒由于较易被显微镜观测,常常被选为光镊实验的探针或手柄^[2],但在该尺度范围很难得到捕获力精确的数值解.近年来,光镊捕获力的一个研究方向就是将光镊与微粒的相互作用问题视为电磁散射问题^[3-10].拉盖尔-高斯光束是一种空心光束,其空心光镊阱域较小,更适合捕获小尺寸的微粒,对微粒的定位更精确^[11].徐升华^[12]用几何光学方法,研究了高斯光束、空心高斯光束(将高斯光束中心堵住变成环形光)和拉盖尔-高斯光束对粒子横向捕获力.崔国强等^[13]在几何光学范围内对空心光镊和实心光镊有效捕获力进行比较.任洪亮等^[14]用几何光学的方法对拉盖尔-高斯光束和高斯光束捕获力进行了比较.Padgett 等^[15]用实验证明高阶拉盖尔-高斯光束的轴向捕获效率高于低阶的,而横向的捕获效率基本相同.Nieminen 等^[16]运用电磁场理论,对拉盖尔-高斯光束、高斯光束、径向和轴向偏振光束的捕获力进行了比较.本文基于电磁场理论,研究拉盖尔-高斯光束的不同阶数、微粒尺寸大小和微粒折射率大小等参数对光镊轴向和横向捕获效率的影响.

1 理论计算

1.1 拉盖尔-高斯光束

$LG_{p,l}$ 光束是一种发散的高斯光束,是亥姆霍兹方程在缓变振幅近似下的一个特解,具体表达式为

$$LG_{p,l}(r, \varphi, z) = (A_{p,l} w_0 / w) (\sqrt{2} r / w)^l L_p^l(2r^2 / w^2) \exp(-r^2 / w^2) \times \exp(-i(k(z + r^2 / 2R) - (2p + l + 1) \tan^{-1}(z / z_0))) \cdot \exp(i l \varphi), \quad (1)$$

收稿日期: 2013-12-23

通信作者: 任洪亮(1980-),男,副教授,主要从事光镊建设和应用、光电检测和应用的研. E-mail: renhongliang@hqu.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(61178015);福建省自然科学基金资助项目(2012J05120);中央高校基本科研业务费专项基金资助项目(JB-ZR1146)

式(1)中: (r, φ, z) 为场点的柱坐标; k 为波数; $A_{p,l}$ 为振幅常数; ω_0 为 $z=0$ 处的光斑半径; ω 为拉盖尔-高斯光束的光斑半径; R 为拉盖尔-高斯光束的等相面曲率半径; $L_p^l(2\frac{r^2}{\omega^2})$ 为缔合拉盖儿多项式; z_0 为瑞利长度或共焦参数, 表示为

$$z_0 = \frac{k\omega_0^2}{2} = \frac{\pi\omega_0^2}{\lambda}. \quad (2)$$

p 与亮光环的个数有关, 文中研究 $p=0$, 仅有 1 个亮光环的情况; l 为拉盖尔多项式的阶数, 与光环的半径成正比关系, $LG_{p,l}$ 光束具有轨道角动量, 可以旋转被捕获的微粒^[17]. 随着 $LG_{p,l}$ 光束阶数 l 的增加, 角动量也会增大^[12]. 利用高阶 $LG_{p,l}$ 光束可获得较大的角动量, 但是阶数 l 的增加可能会导致捕获效率的下降, 因此, 阶数的选取很重要.

1.2 T 矩阵法基本原理

光镊中, 在所计算的位置及方向上, 将入射光束 $\mathbf{E}_{\text{inc}}(r)$ 分解为球面矢量波, 即

$$\mathbf{E}_{\text{inc}}(r) = \sum_{n,m} [\alpha_{n,m} \mathbf{M}_{n,m}^{(1)}(kr, \theta, \varphi) + \beta_{n,m} \mathbf{N}_{n,m}^{(1)}(kr, \theta, \varphi)]. \quad (3)$$

将散射场 $\mathbf{E}_{\text{scat}}(r)$ 同样分解为球面矢量波, 即

$$\mathbf{E}_{\text{scat}}(r) = \sum_{n,m} [p_{n,m} \mathbf{M}_{n,m}^{(3)}(kr, \theta, \varphi) + q_{n,m} \mathbf{N}_{n,m}^{(3)}(kr, \theta, \varphi)]. \quad (4)$$

式(3), (4)中: $\alpha_{n,m}, \beta_{n,m}$ 为入射场的展开系数; $p_{n,m}, q_{n,m}$ 为散射场的展开系数; 矢量球谐函数 $\mathbf{M}_{n,m}(r, \theta, \varphi), \mathbf{N}_{n,m}(r, \theta, \varphi)$ 可以表示为

$$\mathbf{M}_{n,m}(r, \theta, \varphi) = \frac{z_n(kr)}{\sin \theta} \frac{\partial Y_{n,m} \hat{\theta}}{\partial \theta} - z_n(kr) \frac{\partial Y_{n,m} \hat{\varphi}}{\partial \theta}, \quad (5)$$

$$\mathbf{N}_{n,m}(r, \theta, \varphi) = \frac{z_n(kr)}{kr} n(n+1) Y_{n,m} \hat{r} + \frac{1}{kr} \frac{d(kr z_n)}{d(kr)} \frac{\partial Y_{n,m} \hat{\theta}}{\partial \theta} + \frac{1}{kr \sin \theta} \frac{d(kr z_n)}{d(kr)} \frac{\partial Y_{n,m} \hat{\varphi}}{\partial \theta}. \quad (6)$$

当矢量球谐函数中上标为(1)和(3)时, $z_n(kr)$ 分别用贝塞尔函数 $j_n(kr)$ 和汉克尔函数 $h_n(kr)$ 表示. $Y_{n,m}$ 为归一化标量球谐函数, 表示为

$$Y_{n,m} = Y_{n,m}(\theta, \varphi) = \sqrt{\frac{(2n+1)(n-m)!}{4\pi(n+m)!}} \times P_n^m(\cos \theta) \exp(im\varphi), \quad (7)$$

式(7)中: $P_n^m(\cos \theta)$ 为勒让德函数, 其表达式为

$$P_n^m(\cos \theta) = \frac{(-1)^m}{2^n n!} (\sin \theta)^m \times \frac{d^{m+n}}{(d \cos \theta)^{m+n}} (\cos^2 \theta - 1)^n. \quad (8)$$

麦克斯韦方程具有线性性质, 因此, 入射场和散射场的展开系数之间存在一定的线性关系, 现将 $\alpha_{n,m}, \beta_{n,m}$ 简写为 $\boldsymbol{\alpha}, \boldsymbol{\beta}$, $p_{n,m}, q_{n,m}$ 简写为 \mathbf{p}, \mathbf{q} , 其线性关系可用 \mathbf{T} 矩阵表示为

$$\begin{bmatrix} \mathbf{p} \\ \mathbf{q} \end{bmatrix} = \mathbf{T} \begin{bmatrix} \boldsymbol{\alpha} \\ \boldsymbol{\beta} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T^{11} & T^{12} \\ T^{21} & T^{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \boldsymbol{\alpha} \\ \boldsymbol{\beta} \end{bmatrix}, \quad (9)$$

即

$$p_{n,m} = \sum_{n',m'} (T_{n,m,n',m'}^{11} \alpha_{n',m'} + T_{n,m,n',m'}^{12} \beta_{n',m'}), \quad (10)$$

$$q_{n,m} = \sum_{n',m'} (T_{n,m,n',m'}^{21} \alpha_{n',m'} + T_{n,m,n',m'}^{22} \beta_{n',m'}), \quad (11)$$

式(10)~(11)中: $T^{11}, T^{12}, T^{21}, T^{22}$ 分别为 \mathbf{T} 矩阵的元素^[18].

1.3 捕获力的计算

光镊中, 辐射捕获力是由 Maxwell 应力张量计算动量传递而获得的 1 个矢量^[19], 用一系列散射场展开系数 $p_{n,m}, q_{n,m}$ 和入射场展开系数 $\alpha_{n,m}, \beta_{n,m}$ 展开, 有

$$F_z = -\frac{\epsilon}{2k^2} \sum_{n=1}^{\infty} \sum_{m=-n}^n \text{Im} \left(\frac{1}{n+1} \sqrt{\frac{n(n+2)(n-m+1)(n+m+1)}{(2n+1)(2n+3)}} \times \right. \\ \left. (2p_{n+1,m}^* p_{n,m} + 2q_{n+1,m}^* q_{n,m} + p_{n+1,m}^* \alpha_{n,m} + \alpha_{n+1,m}^* p_{n,m} + q_{n+1,m}^* \beta_{n,m} + \beta_{n+1,m}^* q_{n,m} + \right. \\ \left. \frac{m}{n(n+1)} i(2q_{n,m} p_{n,m}^* + p_{n,m} \beta_{n,m}^* + \alpha_{n,m} q_{n,m}^*)), \right. \quad (12)$$

式(12)中: k 为波数; ϵ 为粒子周围介质的介电常数.

捕获效率是电磁场动量转移到粒子上的有效部分,与入射光功率无关,由于力是矢量,所以捕获效率有3个分量^[19].其中:轴向捕获效率为

$$Q_z = -\frac{2}{p} \sum_{n=1}^{\infty} \sum_{m=-n}^n \frac{m}{n(n+1)} \operatorname{Re}(\alpha_{n,m}^* \beta_{n,m} + p_{n,m}^* q_{n,m}) - \frac{1}{n+1} \sqrt{\frac{n(n+2)(n-m+1)(n+m+1)}{(2n+1)(2n+3)}} \times \operatorname{Re}(\alpha_{n,m} \alpha_{n+1,m}^* + \beta_{n,m} + \beta_{n+1,m}^* - p_{n,m} p_{n+1,m}^* - q_{n,m} q_{n+1,m}^*), \quad (13)$$

式(13)中: p 为入射光功率.

2 数值模拟与分析

光波在高数值孔径聚焦时,其矢量特性很大程度上影响着焦点区域光强分布^[20].一般情况下,高数值孔径的聚焦物理过程可用 Wolf 积分描述,但该理论比较成熟且复杂,文中不做详细讨论.现将 $LG_{0,l}$ 入射光束视为最简单的线偏振^[21]处理,入射光束焦点设为坐标原点,其束腰与入瞳孔径的大小为

$$w_0 = \frac{\sqrt{k^2 \tan^2 \theta}}{2\pi \tan(\alpha \cdot \frac{180}{\pi})}. \quad (14)$$

式(14)中: k 为波数; θ 为各束光线会聚角; $\alpha = \operatorname{asin}(\frac{NA}{n_m}) \cdot \frac{\pi}{180}$ 为最大半孔径角,数值孔径 $NA=1.25$, n_m 为折射率为1.33的水溶液;入射光束的波长为1 064 nm.计算过程中,变量分别是拉盖尔多项式的阶数、微粒半径 r_p 和微粒折射率 n_p .其他参量均保持不变.文中主要研究反向捕获效率即光镊 Q 因子^[22]取到负值时的捕获效率,因为此时光镊中的微粒受到的合力为沿负光轴方向的拉力,该拉力决定了微粒能否被稳定捕获.反向捕获效率曲线与 x 轴围成的区域为捕获域.

拉盖尔多项式阶数 l 取 0, 2, 4, 5, 6 阶时,光镊对折射率为 1.59, 半径为 $2.0 \mu\text{m}$ 的球形微粒的轴向和横向捕获效率曲线,如图 1 所示.由图 1(a)可知:低阶数的 $LG_{0,l}$ 光束轴向捕获效率曲线大致相同,随着阶数增加,轴向捕获效率(Q_z)最大值点逐渐靠近光束焦点,其最大值和捕获域均随着阶数的增加先增大后减小.当阶数为 2 阶时,轴向捕获效率达到最大,捕获域相应的达到最大;当阶数为 6 阶时,捕获效率和捕获域都比较小.由图 1(b)可知:光镊横向捕获效率曲线的最大值随着阶数增加逐渐减小.特别地,当阶数为 0 阶时, $LG_{0,0}$ 光束即为最常用的基模高斯光束,其横向捕获效率(Q_x)最大.权衡光镊轴向和横向捕获效率,阶数不超过 4 阶的 $LG_{0,l}$ 光束是捕获光源的理想选择.

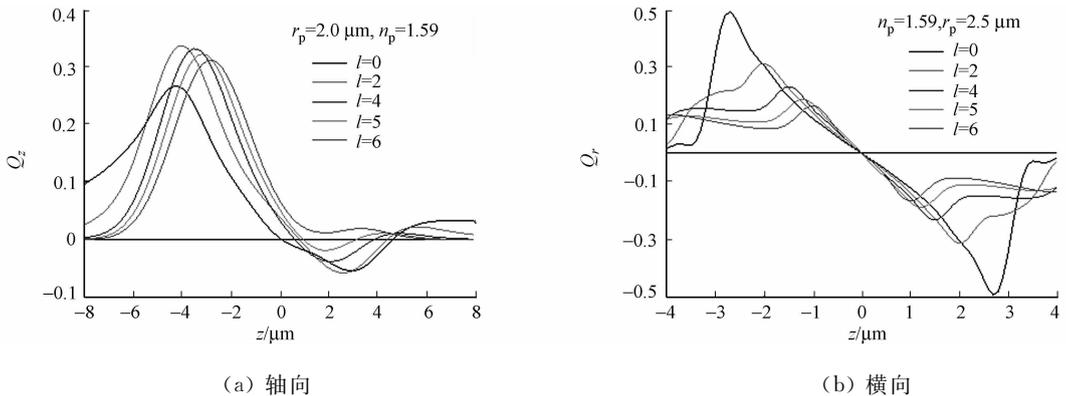


图 1 不同阶数的 $LG_{0,l}$ 光束的捕获效率曲线

Fig. 1 Trapping efficiency curve of $LG_{0,l}$ beam with different orders

研究微粒半径不同对捕获效率的影响,取微粒折射率为 1.59, 半径分别为 0.8, 1.2, 2.0, 2.8, 3.6 μm .用高斯光束和 $LG_{0,3}$ 光束作为入射光束,模拟的轴向和横向捕获效率曲线,如图 2 所示.由图 2(a), (b)可以看出:高斯光束和 $LG_{0,3}$ 光束的轴向最大捕获效率最大值均逐渐远离光束焦点,高斯光束轴向捕获效率的最大值基本保持不变(约 0.08),但随着微粒半径的增加,其捕获域逐渐增大,而 $LG_{0,3}$ 光束轴向捕获效率的最大值和捕获域均随着微粒半径的增加而增大.当微粒半径为 3.6 μm 时, $LG_{0,3}$ 光束的轴向捕获效率约为 0.11, 高斯光束约为 0.08. 当 r_p 为 0.8 μm 时, $LG_{0,3}$ 光束的轴向捕获效率约为 0.02,

高斯光束约为 0.08, 即微粒半径小于入射波长时, 高斯光束的轴向捕获效率高于 $LG_{0,3}$ 光束.

高斯光束和 $LG_{0,3}$ 光束横向捕获效率图, 如图 2(c), (d) 所示. 由 2(c), (d) 可以看出: 横向捕获效率均随着微粒半径的增加而增大, 当微粒半径小于入射光波长时, $LG_{0,3}$ 光束的横向捕获效率较小.

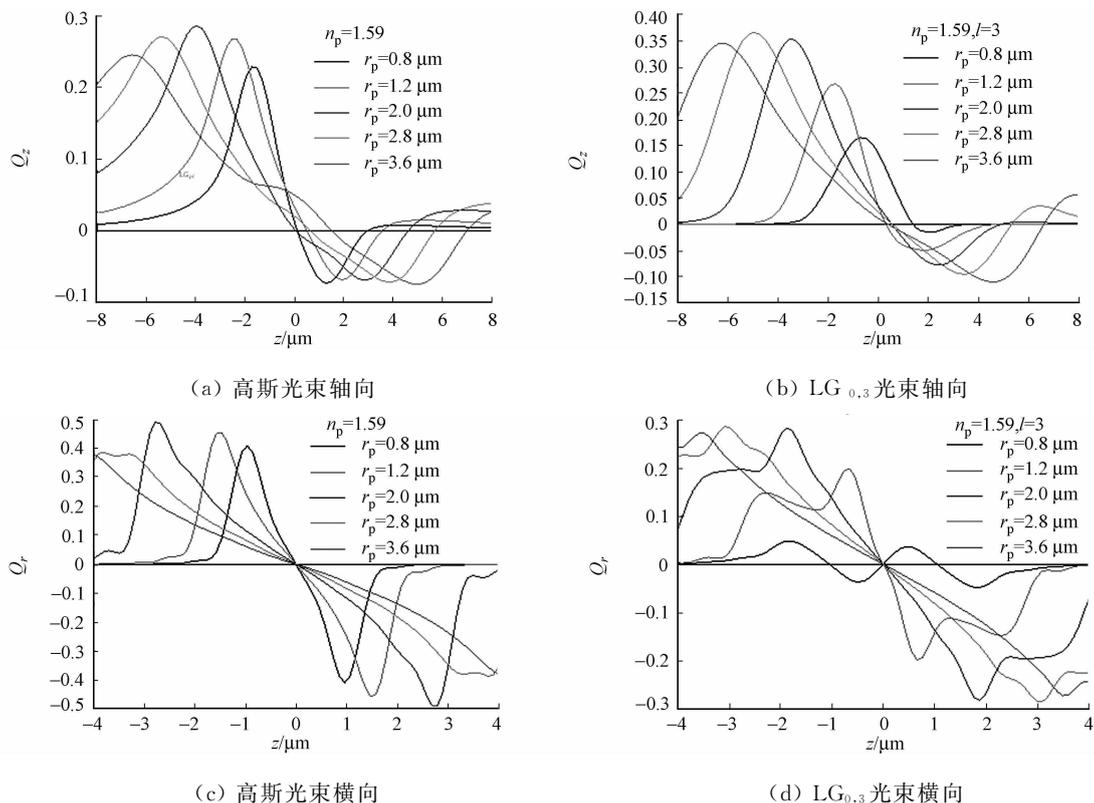
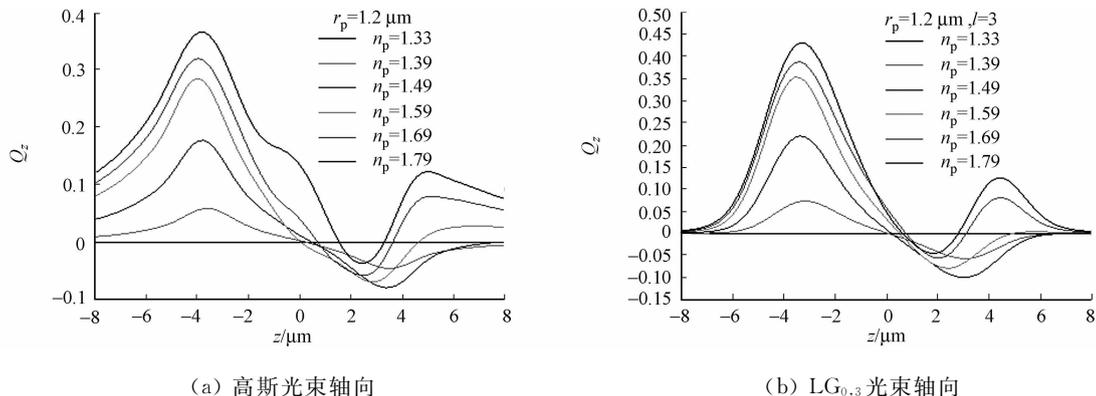


图 2 捕获不同半径微粒的捕获效率曲线

Fig. 2 Trapping efficiency curve of particles with different radii

微粒半径为 $2.0 \mu\text{m}$, 微粒折射率分别取 1.33, 1.39, 1.49, 1.59, 1.69 和 1.79, 高斯光束和 $LG_{0,3}$ 光束为捕获光源的捕获效率曲线, 如图 3 所示. 当微粒折射率与周围介质折射率相同时, 微粒不能被任何光束捕获, 所以该捕获曲线是一条与 x 轴重合的直线. 由图 3(a), (b) 可以看出: 高斯光束和 $LG_{0,3}$ 光束轴向捕获效率曲线均随微粒折射率的增加而增大. 当微粒折射率达到 1.49 时, 轴向捕获效率曲线出现一个最大峰值. 图 3(a) 中高斯光束的最大峰值约为 0.08, 而图 3(b) 中 $LG_{0,3}$ 光束的最大峰值约为 0.1, 说明微粒折射率为 1.49 时, $LG_{0,3}$ 光束的轴向捕获效率高. 之后, 轴向捕获效率随微粒折射率的增加而减小, 高斯光束的轴向捕获效率曲线的稳定平衡点逐渐远离光束焦点, 而 $LG_{0,3}$ 光束的变化较小, 说明 $LG_{0,3}$ 光束捕获微粒时适用性好. 由图 3(c), (d) 可以看出: 高斯光束和 $LG_{0,3}$ 光束横向捕获效率曲线也随着微粒折射率的增加先增大后减小; 当折射率约为 1.59 时, 横向捕获效率出现峰值. 总体而言, 微粒折射率在 1.39~1.69 是光束稳定捕获的最佳数值.



(a) 高斯光束轴向

(b) $LG_{0,3}$ 光束轴向

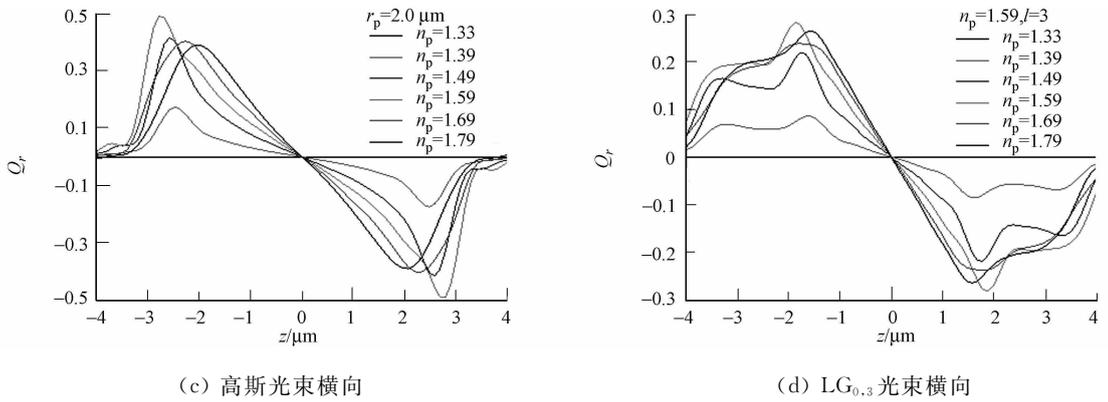


图3 捕获不同折射率微粒的捕获效率曲线

Fig. 3 Trapping efficiency curve of particles with different refractive indices

3 结束语

计算结果表明:拉盖尔多项式的阶数、微粒半径与微粒折射率等不同因素对光束捕获效率的影响并不相同.当拉盖尔多项式的阶数为2时, $LG_{0,l}$ 光束轴向捕获效率达到最大;当阶数不超过4阶时,轴向捕获效率都较高.因此,阶数不超过4的 $LG_{0,l}$ 光束可作为理想光源的选择.微粒半径对 $LG_{0,l}$ 光束的影响比较大,其捕获效率和捕获域随着微粒半径的增加而增大,而高斯光束的捕获效率最大值基本保持不变,只是捕获域随微粒半径的增加逐渐变大.相比之下, $LG_{0,l}$ 光束是捕获微粒的理想选择.微粒折射率对 $LG_{0,l}$ 光束和高斯光束的影响基本相同,均随着微粒折射率的增加先增大后减小,但 $LG_{0,l}$ 光束的轴向捕获效率比较高,折射率约在1.39~1.69,微粒就容易被稳定捕获.文中的研究结果有助于光镊光源和微粒选取.

参考文献:

- [1] ASHKIN A, DZIEDZIC J M, BJORKHOLM J E, et al. Observation of a single-beam gradient force optical trap for dielectric particles[J]. *Optics Letters*, 1986, 11(5): 288-290.
- [2] CAO Yong-yin, ALEXANDER B S, CHEN Li-xue, et al. Equilibrium orientations and positions of nonspherical particles in optical traps[J]. *Optics Express*, 2012, 20(12): 12987-12996.
- [3] WATERMAN P C. Matrix formulation of electromagnetic scattering[J]. *Proceedings of the IEEE*, 1965, 53(8): 805-812.
- [4] NIEMINEN T A, RUBINSZTEIN-DUNLOP H, HECKENBERG N R. Calculation and optical measurement of laser trapping forces on non-spherical particles[J]. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 2001, 70(4/5/6): 627-637.
- [5] WATERMAN P C. Symmetry, unitarity and geometry in electromagnetic scattering[J]. *Physical Review D*, 1971, 3(4): 825-839.
- [6] PETERSON B, STROM S. T matrix for electromagnetic scattering from an arbitrary number of scatters and representation of $E(3)$ [J]. *Physical Review D*, 1973, 8(3): 3661-3677.
- [7] MICHAEL I, MISHCHENKO, LARRY D T, et al. T -matrix computations of light scattering nonspherical particles: A review[J]. *Quant Spectrosc Radial*, 1996, 55(5): 515-535.
- [8] MICHAEL I, MISHCHENKO, GORDEN V, et al. T -matrix theory of electromagnetic scattering by particles and its applications: A comprehensive reference database[J]. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 2004, 88(1/2/3): 357-406.
- [9] VIDEEN G. Light scattering from a sphere near a plane interface[M]. Berlin: Springer-Verlag, 1999: 1-20.
- [10] TIMO A N, VINCENT L Y L, ALEXANDER B, et al. Optical tweezers computational toolbox[J]. *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics*, 2007, 9(8): 196-203.
- [11] 尹良红, 李银妹, 楼立人, 等. 空心新型光阱的实验研究[J]. *中国激光*, 2003, 30(3): 211-216.
- [12] 徐升华. 光镊技术研究微粒碰撞聚集过程和分散体系的稳定性[D]. 合肥: 中国科学技术大学, 2005: 109-117.

- [13] 崔国强,李银妹,翁明琪,等. 环形光对光阱有效捕获力的提高[J]. 中国激光,2001,28(1):89-94.
- [14] 周业鹏,任洪亮,王娟,等. 拉盖尔-高斯光束与高斯光束捕获力比较[J]. 光子学报,2013,34(6):62.
- [15] ONEIL, ANNA T, PADGETT M J. Axial and lateral trapping efficiency of Laguerre-Gaussian modes in inverted optical tweezers[J]. Optics Communications,2001,193(1/2/3/4/5/6):45-50.
- [16] NIEMINEN T A, HECKENBERG N R, RUBINSZTEIN-DUNLOP H. Forces in optical tweezers with radially and azimuthally polarized trapping beams[J]. Optics Letters,2008,33(2):122-124.
- [17] 高红芳,任煜轩,刘伟伟,等. 酵母细胞在涡旋光阱中的旋转动力学研究[J]. 中国激光,2011,38(4):0404002(1-6).
- [18] GOUESBET G. T -matrix formulation and generalized Lorenz-Mie theories in spherical coordinates[J]. Optics Communications,2010,283(4):517-521.
- [19] YAN Shao-hui, YAO Bao-li. Radiation forces of highly focused radially polarized beam on spherical particles[J]. Physical Review A,2007,76(5):053836(1-6).
- [20] 翁晓羽,郭汉明,董祥美,等. 拉盖尔高斯径向偏振光高数值孔径聚焦特性[J]. 光子学报,2011,40(5):798-802.
- [21] 周国泉. 线偏振拉盖尔-高斯光束的远场发散特性[J]. 物理学报,2012,61(2):024208(1-9).
- [22] 周业鹏,任洪亮. 球差对光镊中粒子轴向力的影响[J]. 华侨大学学报:自然科学版,2013,34(6):623-626.

Trapping Properties of the Laguerre-Gaussian Beams Optical Tweezers

WANG Juan, REN Hong-liang, ZHOU Ye-peng

(College of Information Science and Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

Abstract: The relationship between optical tweezers trapping efficiency and the orders of the Laguerre-Gaussian beams (LG beams), the refractive index and the size of the particles were studied by using T -matrix method. The axial and radial trapping efficiency of optical tweezers of the LG beams and that of the TEM₀₀-mode Gaussian beams were compared. The results show that the trapping efficiency was influenced by the orders of the LG beams. The axial trapping efficiency of the LG beams with orders less than 4 are higher than that of the LG beams with orders more than 4. The axial trapping efficiency and the trapping regions of the LG beams increased with increasing of the particles radii, meanwhile, the axial trapping efficiency of the Gaussian beams almost keeps constant, but the trapping regions increased gradually. The axial and radial efficiency of optical tweezers of the LG beams and the TEM₀₀-mode Gaussian beams increased first and then decreased, with increasing of the refractive indices of the particles, and the trapping efficiency has a peak. The particles with refractive indices between 1.39 and 1.69 were stably trapped.

Keywords: optical tweezers; electromagnetic scattering; T -matrix; Laguerre-Gaussian beam; trapping force; trapping efficiency; Q factor

(责任编辑:钱筠 英文审校:吴逢铁)

一种方向性纹理织物疵点的检测方法

刘伟斌¹, 郑力新², 周凯汀¹

(1. 华侨大学 信息工程与科学学院, 福建 厦门 361021;

2. 华侨大学 工学院, 福建 泉州 362021)

摘要: 首先,利用 Hough 获取织物的纹理主方向及其正交方向,由 Gabor 滤波器沿着这两个方向分别进行滤波,取模值图像为输出;然后,应用最大熵对两个输出模值图像进行二值化分割,融合这两个分割后的图像并进行形态学处理和去除孤立点;最后,得到疵点图像检测结果.实验选取 5 种织物疵点进行验证,结果表明:该方法针对不同纹理方向的织物都有良好的检测效果,且滤波器数量少,无需事先学习.

关键词: 织物疵点; Hough 变换; Gabor 滤波器; 最大熵

中图分类号: TP 391

文献标志码: A

织物疵点检测的方法有很多,其中与人视觉功能相似的小波和 Gabor 滤波器是近年来提出的两个重要的方法,两者都有多尺度、多分辨率的特性^[1],适用于针对不同特征的疵点检测. Gabor 滤波器作为一种方向性滤波器,在时域和频域都有着很好的局部性,适合于具有方向的纹理检测^[2-5]. 由于布匹纹理有斜纹理和水平垂直纹理两大类,因此,在纹理方向不同的情况下,用一个方向的 Gabor 滤波器将导致检测结果不佳,而用多个方向的 Gabor 滤波器进行滤波则会降低算法的实时性.最好的解决方法是让滤波器一开始就获得纹理方向, Hough 变换便可以解决这个问题. Hough 变换在织物纹理分析中,可针对已有的织物疵点图像,用于纹理的校正^[6]和测量织物纹理的能量主方向^[7]. 本文提出一种针对方向性纹理的织物疵点检测方法.

1 确定织物纹理主方向

Hough 变换是一种线性变换,其基本思想为点与线对应关系,是图像空间里的直线对应参数空间里的点^[7]. 在织物图像中,可以将织物纹理看作是一条条相互平行的直线,而直线的解析式为

$$y = ax + b. \quad (1)$$

采用参数空间表示形式 (ρ, θ) 来表示,其中: ρ 为原点到直线的距离; θ 为原点到直线的垂线与横轴的夹角. 则式(1)可以表示为

$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta, \quad \theta \in [0, \pi]. \quad (2)$$

纺织布匹是经纬纱线按照一定的纹路编织而成,存在着纹理的主方向等特征. 由于编织的周期性,这些纹理也具有周期性.

通过 Hough 变换可以确定出纹理的主方向,具体步骤如下:

1) 对织物图像(图 1(a))进行灰度化,提取灰度图之后进行骨架处理得到图 1(b);

2) 对骨架化处理的图像进行边界求导得到图 1(c),并进行 Hough 变换如图 1(d);

3) 通过设定阈值,保留参数空间中的某一角度上叠加程度高的点,这些点对应的角度便是织物纹理的向量角.

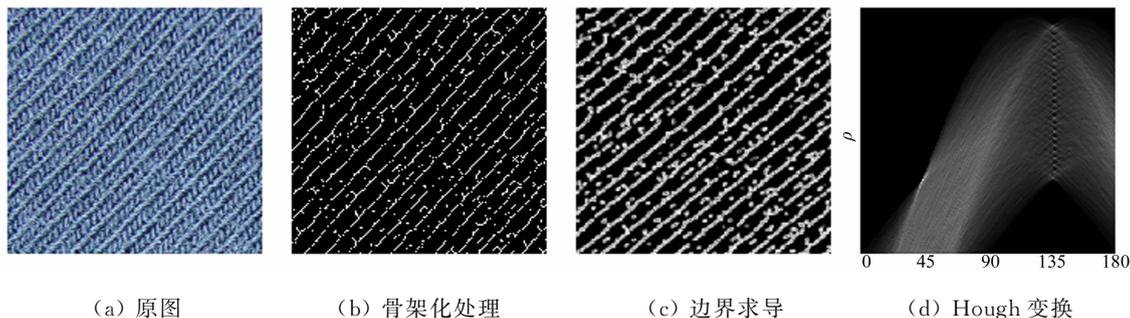


图 1 织物 Hough 变换

Fig.1 Fabric Hough transform

由图 1(d)可以得出:斜纹理在向量角 $\theta=135^\circ$ 处,有强烈的重叠. 由于 Hough 变换时横坐标范围为 $(0^\circ, 180^\circ)$, 而纹理主方向 ϕ 与向量角 θ 关系为

$$\left. \begin{aligned} \phi &= \theta + 90^\circ, & \theta < 90^\circ; \\ \phi &= \theta - 90^\circ, & \theta \geq 90^\circ. \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

因此,可以得出该织物纹理的方向角为 $\phi=45^\circ$.

2 织物纹理的 Gabor 变换及最大熵分割

2.1 织物 Gabor 变换

Gabor 变换也称 Gabor 滤波器,由 Dennis Gabor 于 1946 年提出. 1980 年, Daugman 扩展该滤波器至二维,且将其首次用于图像表征. 2D Gabor 滤波器的表达式为^[8]

$$g(x, y) = \exp\left\{-\left[\frac{(x-x_0)^2}{\alpha^2} + \frac{(y-y_0)^2}{\beta^2}\right]\right\} \times \exp\{2\pi j[u_0(x-x_0) + v_0(y-y_0)]\}. \quad (4)$$

式(4)中: (x_0, y_0) 为 Gabor 滤波器的中心位置; (α, β) 为 Gabor 滤波器中高斯函数的尺度因子; (u_0, v_0) 可确定滤波器的频率及方向. 式(4)可转化^[9]为

$$g(x, y) = \exp\left\{-\left[\frac{(x-x_0)^2}{\alpha^2} + \frac{(y-y_0)^2}{\beta^2}\right]\right\} \times \exp\{2\pi j[\omega(x-x_0)\cos\phi + \omega(y-y_0)\sin\phi]\}. \quad (5)$$

式(5)中: ω, ϕ 分别表示 Gabor 滤波器的频率和方向, $\omega = \sqrt{u_0^2 + v_0^2}$, $\phi = \arctan(v_0/u_0)$, ϕ 代表纹理主方向及主方向的正交方向. 频率 ω 可以根据布匹的纹理疏密程度来确定其大小范围, 当选择的频率与纹理的频率接近时, 响应也就越大. 文献[10]研究了基于 Gabor 滤波器的疵点检测, 证明了实 Gabor 滤波器(RGF)比虚 Gabor 滤波器(IGF)输出效果要好. 文中方法通过图 2 所示的测试, 得出采用模值图像(MGF)比选择实部和虚部效果更佳, 更适合于织物疵点的检测.

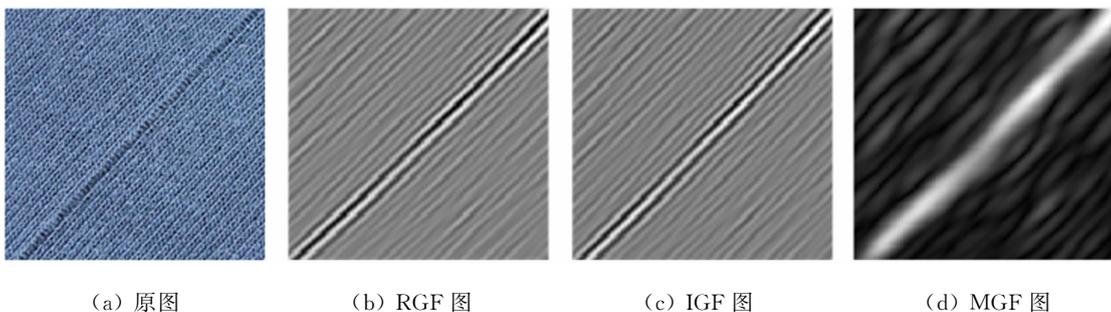


图 2 Gabor 模值图像测试

Fig.2 Test of image by modulus Gabor filter

获取某织物的疵点图像 $\beta(x, y)$ (图 3(a)), 并对图像进行直方图均衡化处理(图 3(b)), 从而增加图像像素的动态范围, 以减少打光不均匀所造成的影响; 再对图像进行高斯滤波, 获得平滑的图像. 利用

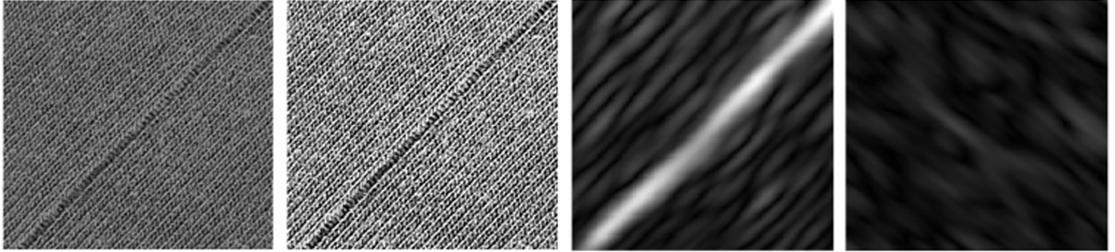
Gabor 滤波器 $g_f(x, y)$ 与 $\beta(x, y)$ 进行卷积, 得

$$\beta_f(x, y) = \beta(x, y) \times \left\{ \exp\left\{-\left[\frac{(x-x_0)^2}{\alpha^2} + \frac{(y-y_0)^2}{\beta^2}\right]\right\} \times \exp\{2\pi j[\omega(x-x_0)\cos\phi + \omega(y-y_0)\sin\phi]\} \right\}. \quad (6)$$

式(6)中: $f=1$ 和 $f=2$ 时, 分别表示 ϕ 取布匹中的纹理主方向及其正交方向. 其中, 卷积计算转换为频域乘积进行, 对卷积后的结果取其模作为输出图像, 即

$$B_f(x, y) = |\beta_f(x, y)|. \quad (7)$$

得到的图像如图 3(c), (d) 所示.



(a) 灰度图

(b) 平衡化

(c) f_1 方向(d) f_2 方向

图 3 织物 Gabor 滤波

Fig. 3 Fabric image filtered by Gabor filter

2.2 最大熵分割

熵由 Rudolf Clausius 提出, 并应用在热力学中. 而在图像中, 熵表示图像中信息量大小.

一幅 $M \times N$ 图像, 熵的定义^[11]为

$$H_f = - \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^N P_{i,j} \ln P_{i,j}, \quad (8)$$

$$P_{i,j} = f(i, j) / \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^N f(i, j). \quad (9)$$

式(8), (9)中: H_f 是 $M \times N$ 大小窗口的图像的熵, 也称为局部熵; $P_{i,j}$ 是点 (i, j) 处灰度分布概率; $f(i, j)$ 是点 (i, j) 处灰度值.

式(8)中涉及两次二维求和, 程序中便会有 4 层循环, 需要消耗的内存很大. 因此, 对式(8)进行优化, 利用泰勒级数, 舍去高次项, 提高其运算效率^[12], 优化后得

$$H_f = - \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^N P_{i,j} (P_{i,j} - 1) = 1 - \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^N P_{i,j} P_{i,j}. \quad (10)$$

熵反映了图像灰度的离散程度^[13], 在局部熵大的地方, 图像灰度相对较均匀; 局部熵小的地方, 图像灰度离散性较大. 相对于背景来说, Gabor 滤波后的疵点(目标)灰度值大且比较均匀, 相对变化较小, 表现在连续的一块白色区域, 其熵值会大; 而背景中出现明暗变化非常频繁即灰度变化离散性大, 所以其熵值会比较小.

文中算法利用最大熵, 即 H_f 最大时, 对应的灰度值 $f(i, j)$ 作为阈值进行分割图像, 可以确保分割出目标. 文献[14-15]应用熵进行织物疵点检测, 但都是基于局部熵的分析, 当中的阈值选择涉及人工选择阈值的因素. 针对局部熵和最大熵分割进行实验, 效果如图 4(a), (b) 所示. 由图 4(a), (b) 可以看出: 局部熵分割存在较多的噪声, 虽然可以分割出疵点, 但存在的噪声干扰更大, 而最大熵分割噪声更小.

对通过 Gabor 滤波后, 含疵点的图像 $B_f(x, y)$ 采用最大熵进行分割, 获得二值图像 $T_f(x, y)$. 对沿着纹理的两个主方向所处理后的分割图片, 采用异或操作进行融合, 得到图像如图 4(b) 所示, 融合后的图像表示为

$$R(x, y) = T_1(x, y) \oplus T_2(x, y). \quad (11)$$

由于分割融合后的图像可能存在不连续等现象, 因此需要经过形态学处理中的腐蚀和膨胀操作, 得到图像 $P(x, y)$ 如图 4(c) 所示. 孤立点的去除操作采用判断周长和面积小于某一值舍去原则, 可以得到比较理想的疵点分割图 $Q(x, y)$, 如图 4(d) 所示.

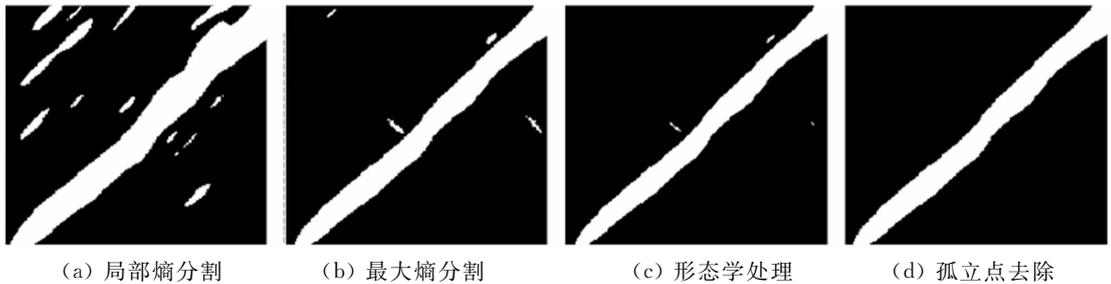


图 4 图像测试

Fig. 4 Test of image samples

3 实验结果及分析

本系统软件平台基于 OPENCV2.1 + Visual Studio 2010, 硬件环境为 Intel 2.6 GHz CPU, 2 G 内存的计算机. 分别对缺经、断纬、破洞、勾丝、油污等 5 类常见的疵点进行测试, 所选图像大小均为 512×512 , 测试结果如图 5~9 所示.

表 1 为算法各个模块的时间消耗(t). 由表 1 可知: Hough 模块耗时为 135 ms, 但获取纹理主方向只要执行一次, 因此不影响算法的实时性. 杨晓波^[16]采用中心频率自适应 Gabor 滤波器进行织物疵点实验, 同样选择大小为 512×512 的图像, 硬件环境为 Intel 1.8 GHz CPU, 1 G 内存的计算机, 同时应用多个方向上的 Gabor 滤波器进行滤波. 但是其采用 8 个方向 Gabor 滤波, 对单个疵点的检测所消耗时间为 8×293 ms, 可见滤波器的数量越多耗时也就随之倍增. 因此, 文中方法可以在保证较大限度响应疵点的同时, 采用更少的滤波器数量进行滤波, 在效率具有较大的优越性.

表 1 算法时效性

Tab. 1 Part-time inspection algorithms

算法模块	Hough 变换	Gabor 滤波	最大熵分割	形态学处理	孤立点去除	图像融合
t/ms	135	293	10	8	9	5

图 6~9 中: (a) 为均衡化后的图像; (b), (c) 分别为沿 $f=1$ 和 $f=2$ 方向上, Gabor 滤波后的模值图像; (d), (e) 分别为 (b), (c) 最大熵分割后的图像; (f) 为 (d), (e) 融合的图像; (g) 为进行形态学操作和孤立点去除后的图像, 也是最终的疵点分割图像.

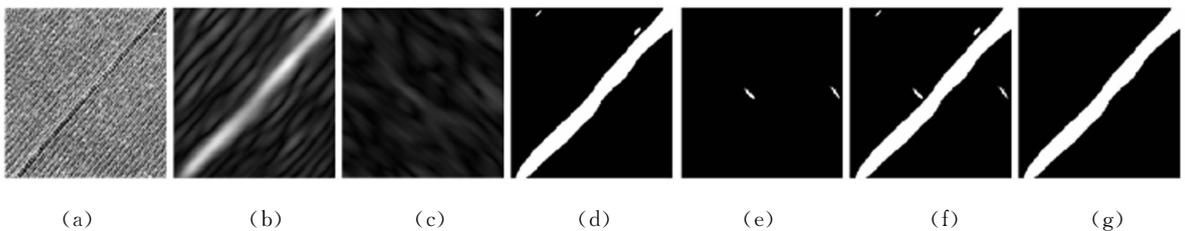


图 5 斜纹缺经疵点检测

Fig. 5 Diagonal grain broken ends defect detection

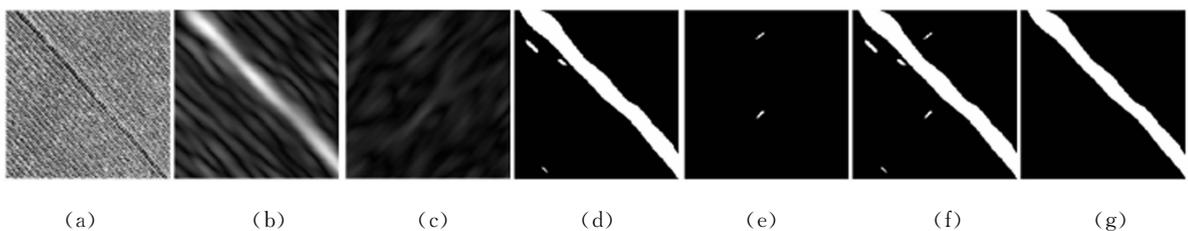


图 6 斜纹断纬疵点检测

Fig. 6 Diagonal grain broken picks defect detection

从实验所采用的这几类疵点可以看出: 算法针对纹理性疵点如缺经、断纬, 具有良好的效果; 但针对破洞和油污这两类非纹理性的疵点, 检测效果则比较一般. 原因在于破洞疵点的内部有着稀疏的纹理变化对 Gabor 滤波器的滤波产生了干扰, 而油污在方向上掩盖了原有的纹理. 由于油污基本可以看作是

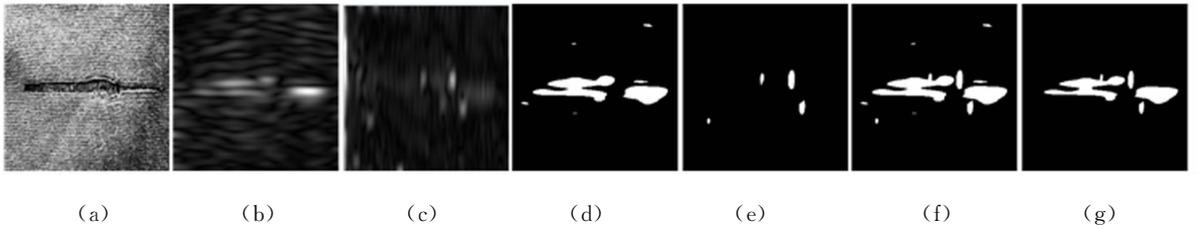


图7 水平纹破洞疵点检测

Fig. 7 Horizontal texture hole defect detection

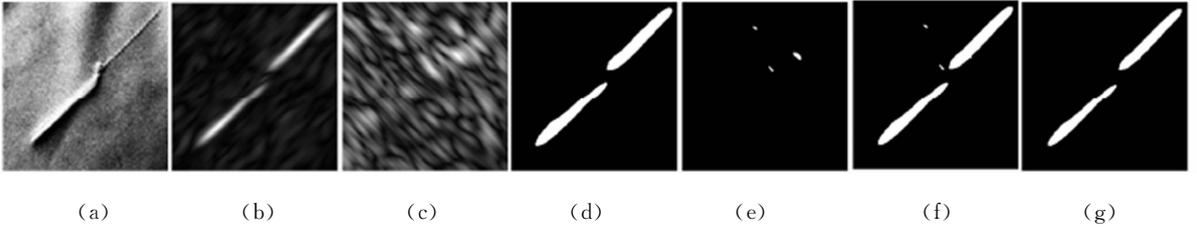


图8 斜纹勾丝疵点检测

Fig. 8 Diagonal grain nep defect detection

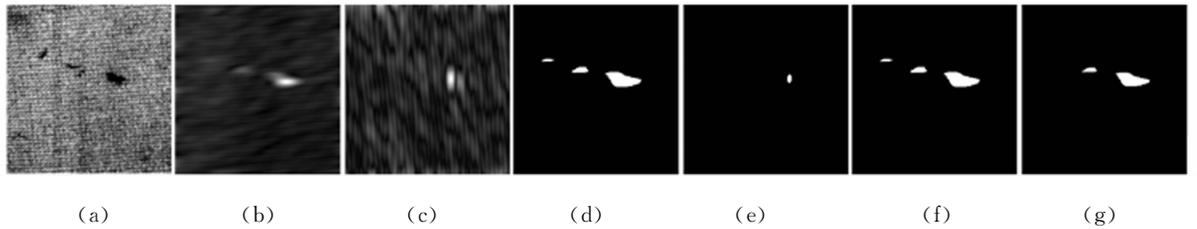


图9 水平纹理油污疵点检测

Fig. 9 Horizontal texture oil strain defect detection

一块近似椭圆形的斑块,在方向上没有方向性,因此,检测出来的油污疵点大小也有着一定的畸变.在不要求精确的疵点大小尺寸测量的条件下,本算法仍然是能够使用且可以检测出油污和破洞疵点.而对于文中的勾丝疵点,由于疵点的中间部分有一段 90° 的扭曲,与纹理不在一个方向上.因此,在勾丝检测结果中出现了一段缺口,并没有联系在一起,而与纹理方向一致的部分被检测出来且效果良好.

4 结束语

引入 Hough 变换求解织物纹理的主方向角和正交方向角,将所得两个角度参数作为 Gabor 滤波器组的方向进行滤波,此时 Gabor 滤波器组便是一个尺度两个方向;在经过两个方向滤波之后产生了两个子图像,分别对这两个子图像进行最大熵分割,最大熵分割有利于避开局部的信息变化,在全局图像范围内能够准确的找到图像中信息变化量大的目标,适合用于寻找纹理产生的畸变即疵点;最后,利用图像融合的方法融合两个方向的子图像从而得到完整的疵点图像.通过将滤波器方向进行最大限度的限定从而减少滤波器组的数量,相对于通常情况下的多尺度多方向的 Gabor 滤波器组来说,该方法所耗时更少,在效率上有一定的提高.实验结果表明:文中算法能够准确的得出纹理的方向,并令 Gabor 滤波取得良好的滤波效果,对纹理进行有效的抑制,凸显出疵点的信息,能够较为准确的分割出疵点,证明了该算法具有良好的检测效果.

参考文献:

- [1] NGAN H Y T, PANG G K H, YUNG N H C. Automated fabric defect detection: A review[J]. Image and Vision Computing, 2011, 29(7): 442-458.
- [2] MAK K L, PENG P, YIU K F C. Fabric defect detection using multi-level tuned-matched Gabor filters[J]. Journal of Industrial and Management Optimization, 2012, 8(2): 325-341.
- [3] RAHEJA J L, KUMAR S, CHAUDHARY A. Fabric defect detection based on GLCM and Gabor filter: A compari-

- son[J]. *Optik-International Journal for Light and Electron Optics*, 2013, 124(23): 6469-6474.
- [4] SIVABALAN K N, GNANADURAI D. Efficient defect detection algorithm for gray level digital images using Gabor wavelet filter and Gaussian filter[J]. *Int J Eng Sci Technol*, 2011, 3(4): 3195-3202.
- [5] BISSI L, BARUFFA G, PLACIDI P, et al. Automated defect detection in uniform and structured fabrics using Gabor filters and PCA[J]. *Journal of Visual Communication and Image Representation*, 2013, 24(7): 838-845.
- [6] HU Luo-yan, LI Ke-jing. Image texture recognition based on median filtering and hough transform[C]// *International Conference on Industrial and Information Systems*. Haikou: IEEE Press, 2009: 267-270.
- [7] 官声启. 方向性纹理织物疵点检测方向研究[J]. *计算机科学与工程*, 2011, 33(3): 73-76.
- [8] DAUGMAN J G. High confidence visual recognition of persons by a test of statistical independence[J]. *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, 1993, 15(11): 1148-1161.
- [9] 邬向前, 张大鹏, 王宽全. 掌纹识别技术[M]. 北京: 科学出版社, 2006: 94-103.
- [10] KUMAR A, PANG G K H. Defect detection in textured materials using gabor filters[J]. *IEEE Transaction Industry Applications*, 2002, 38(2): 425-440.
- [11] 王东云, 牛正光. 改进的基于局部熵的织物疵点检测方法[C]// *第二十七届中国控制会议论文集*. 北京: 北京航空航天大学出版社, 2008: 208-211.
- [12] WANG Dong-yun, NIU Zheng-guang. Improved method of fabric defects inspection based on local entropy[C]// *27th Chinese Control Conference*. Beijing: Beijing University of Aeronautics and Astronautics Press, 2008: 208-211.
- [13] LI Peng-feng, ZHANG Huan-huan, JING Jun-feng, et al. Fabric defect detection based on local entropy[J]. *Advanced Materials Research*, 2012, 562-564: 1998-2001.
- [14] 陈岩. 基于阈值分割的织物疵点检测技术研究及实现[D]. 北京: 北京工业大学, 2012: 29-31.
- [15] 卿湘运, 段红, 魏俊敏. 基于局部熵的织物疵点检测与识别的研究[J]. *纺织学报*, 2004, 25(5): 56-57.
- [16] 杨晓波. 基于 Gabor 滤波器的织物疵点检测[J]. *纺织学报*, 2010, 31(4): 55-58.

A Detection Method of Directional Texture Fabric Defects

LIU Wei-bin¹, ZHENG Li-xin², ZHOU Kai-ting¹

(1. College of Information Science and Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, China;

2. College of Engineering, Huaqiao University, Quanzhou 362021, China)

Abstract: Firstly, using the Hough transform to obtain the main direction and the orthogonal direction of texture, then taking these direction of texture as the direction of Gabor filter, the model image was taken as an output characteristics; and then using maximum entropy to segment these amplitude images, fusing the sub-images and morphology processing, removing the outlier detection; finally, the fabric defect image was achieved. The experiment select five types of fabric defects, the experimental results shows that the method has good detection effect for different texture of fabric, few filters were needed and without prior learning.

Keywords: fabric defects; Hough transform; Gabor filter; maximum entropy

(责任编辑: 黄晓楠 英文审校: 吴逢铁)

采用像素配对的自适应对比增强灰度化法

宋凤菲, 陈锻生, 吴扬扬

(华侨大学 计算机科学与技术学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 对比了像素间高斯随机配对、伪随机数距离配对及不同固定距离配对对灰度化效果的影响,对 Grundland 脱色法进行改进,同时自适应地得到更适合给定彩色图像的对比度增强系数增强灰度图像. 实验表明:不同的像素配对方法适合不同主题特色的彩色图像,在改进的脱色法中采用自适应对比度增强系数,可使更多的图像种类获得更加突出的灰度化效果.

关键词: 彩色对比; 像素配对; 对比增强; 彩色图像灰度化

中图分类号: TP 393

文献标志码: A

在彩色图像灰度化中,彩色图像通过不同的颜色对比形成轮廓反映客观存在的物体,而灰度图像因为灰度种类的局限性,有可能得到的图像将两种不同的相邻颜色映射为同一种灰度,失去彩色图像中原有的对比信息. 故学者们在考虑如何尽可能多地保原彩色图像的信息的同时,也希望得到能再现原彩色图像对比的看起来逼真的灰度图像. Grundland 脱色法^[1]利用高斯配对随机采样整张图像中彩色像素间的差异,因此得到的灰度图像层次比较丰富,但该方法更适用于相对比较窄的彩色色域图像. Smith 感性法^[2]在保留对比方面则通过采样像素与其邻域的彩色对比来局部地进行增强,这种方法有可能模糊彩色图像的对比. 同样从像素配对方面着手的还有 Kim, Gooch, Rasche 方法和第一次将流形学习应用于彩色图像灰度化的 ISOMAP 方法^[3-6]. Gooch 和 Rasche 方法因时间代价大限制了其应用发展. 故基于实用性考虑全局和局部对比的彩色图像灰度化方法^[7],结合这两种方法的采样配对思想,用二维泊松方程快速求解控制处理时间. 而实时对比保留脱色法^[8]更是将时间复杂度控制在 $o(1)$,直逼 MATLAB 中的 rgb2gray 的处理时间,但此方法只保留感性上重要的彩色. 本文对比了不同的像素配对方法对灰度化效果的影响,修改了 Grundland 脱色法中的像素配对方法,同时自适应地得到更适合每张彩色图像的对比度增强系数,从而改善了脱色法的灰度化效果.

1 改进的脱色法

1.1 Grundland 脱色法

Grundland 脱色法是 Çadik 选择性实验中整体表现最好的. 首先,将彩色图像从 RGB 颜色空间转换到 YPQ 颜色空间. 然后,将每个图像像素 X_i 与另一个从偏移向量中随机选择的像素 X'_i 进行配对,该偏移向量的水平和垂直位移都是由均值为 0,方差为 $(2/\pi)\sigma^2$ 的单变量高斯分布得到. 其中, σ 为像素间有关图像特征的典型尺寸,默认取 25(图 1(a), (e)). 接着计算配对像素间的 RGB 差值和 YPQ 差值,确定包括对比损失率、颜色对比和亮度值顺序信息的主要信息的颜色对比轴 $(\Delta p, \Delta q)$. 之后将颜色 (P_i, Q_i) 投射到主要颜色对比轴上,通过分位数去除图像极端值后与亮度通道 Y_i 结合,其中,通过对比度增强系数 λ 确定增强对比的多少. 最后通过饱和度校正以上结果的动态范围.

收稿日期: 2013-10-30

通信作者: 陈锻生(1959-),男,教授,主要从事计算机视觉、模式识别、多媒体技术的研究. E-mail: dschen@hqu.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(61370006);福建省科技计划重大项目(2011H6016);福建省科技计划重点项目(2011H0028)

1.2 高斯随机配对方法的改进

分别取固定位移配对(包括 1, 行列的最大公因数, Grundland 脱色法中值, 行列中的小值和行列和的一半), 高斯随机配对和伪随机数距离配对(即通过固定种子的伪随机数函数随机地产生 1 到行和 1 到列距离的不重复距离, 根据这些随机距离与另一个像素配对)对彩色图像进行处理。

为了更好地对比这几种配对方法的配对范围, 控制像素点之间的间距使其不混淆每个像素点的配对, 取图像中间行和列中的任意 20 个像素点进行示例, 如图 1 所示。图 1 中: 灰色点为配对方法为黑色像素点选出的配对像素点。

从图 1 可以看出: 固定距离范围稳定, 高斯随机配对方法在固定范围内随机, 伪随机数距离配对分布的范围比较大, 可以获得比高斯随机配对范围更广的彩色对比信息。但是由于随机产生的距离都是正数, 导致图像配对的像素集中在需配对像素的下方或右方(图 1(b), (f))。因此, 为了保持配对的大范围随机性, 使选择配对的像素有可能出现在需配对像素的四周, 文中用高斯随机分布的符号对产生的伪随机数距离规范, 以获得彩色图像全局的对比信息(图 1(c), (g))。

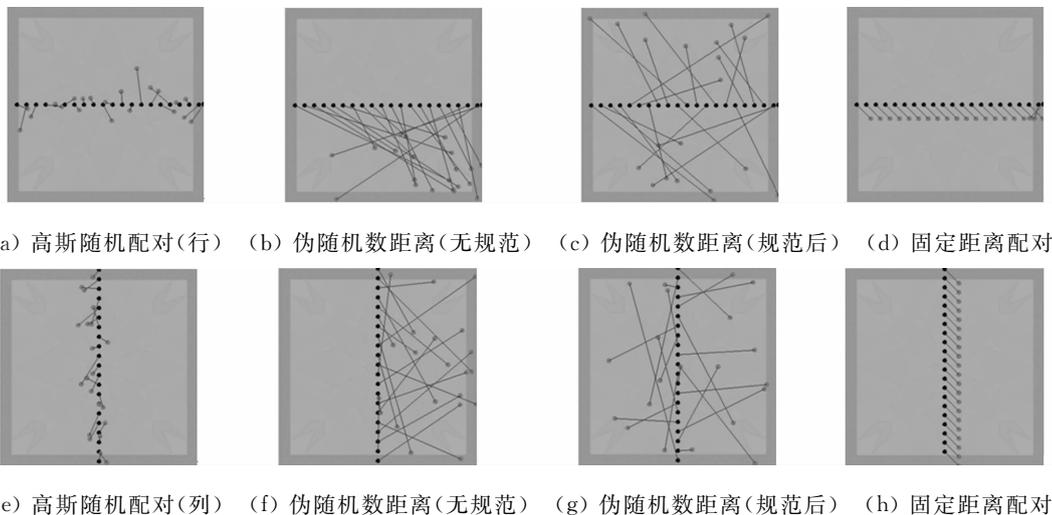


图 1 不同配对方法配对像素点示例

Fig. 1 Examples of pairing pixels of different pairing method

1.3 对比度增强系数 λ 的自适应确定

通过高斯随机配对采样到对比后, Grundland 脱色法将成分投射到对比轴上得到彩色对比信息, 经过动态范围等校正后, 将其引入到成分得到灰度图像, 即

$$\mathbf{G} = \mathbf{Y} + \lambda \mathbf{C}. \quad (1)$$

式(1)中: λ 取默认值 0.3 或 0.5。对于大部分图像, Grundland 脱色法的 λ 取默认值时, 可以得到对比效果比较好的灰度图像。但对于大部分图像, 只取 \mathbf{Y} 成分时已经能获得对比与准确性比较好的结果, 这时引入过多的对比信息可能导致图像的失真, 而当成分不足以体现对比时, 0.3 或 0.5 的增强度有时又稍显不足。因此, 固定的没有考虑图像本身特点的对比度增强系数限制了其灰度化的应用范围。

在处理多种类型的彩色图像时, 对于包含颜色数比较多的彩色图像, 因为需要更多的灰度值去体现对比, 对比度增强系数越大, 引入的成分对比信息就越多, 这有可能将 \mathbf{Y} 成分中较亮的值映射为白色或不利于区分灰度值比较接近的两种不同颜色, 而包含颜色数较少的彩色, 所需要用于表达的灰度值较少, 大的对比度增强系数能更强烈地反映原彩色图像的对比。

因此, 对于颜色数 T 多于总像素数 Z 一半的彩色图像, 将其对比度增强系数 λ 控制在 \mathbf{Y} 成分的平均值附近。对于颜色数 T 少于总像素数 Z 一半的彩色图像, 则采用根据 \mathbf{Y} 成分的最大值和最小值所计算获得的能更强烈地突出了不同颜色之间的对比值, 即

$$\lambda = \begin{cases} \text{mean}(\mathbf{Y}), & T/Z \geq 0.55, \\ \frac{e^{y_{\max}} - e^{y_{\min}}}{e^{y_{\max}} + e^{y_{\min}}}, & T/Z < 0.55. \end{cases} \quad (2)$$

2 实验与结果分析

采用 Çadik 实验^[9]中颜色数范围 782~113 800 种,涵盖不同主题、色调、内容的 25 张图像作为实验数据,采用 Matlab 及其图像处理工具箱作为编程工具. 为确保比较环境一致,在 Grundland 脱色法基础上,默认对比度增强参数衡量 3 种方法对 25 张彩色图像灰度化效果的影响.

实验表明:对于大部分图像,灰度化的效果只体现在整张图像亮度的微小变化,但是对于某些图像,配对距离的差异使得其效果截然不同(图 2). 因为 Grundland 脱色法是将采样到的 P (黄-蓝) Q (红-绿)成分对比信息经过处理后用对比度增强系数加权,然后加入到 Y 成分(图 2(b),(g),(l),(q)). 由图 2 可知:对于在小范围内有 PQ 对立成分出现时,固定距离小的配对采样能取得较好的结果(图 2(a),(f),(k),(p)). 而固定距离大的配对采样更适合对立成分分布较大的彩色图像(图 2(k)).

由于时间代价等关系,不可能针对每一幅彩色图像给出特定的配对距离,因此伪随机数距离配对和高斯随机配对的随机采样性更适合实际应用. 而伪随机数距离配对由于分布的范围更均匀,采用高斯分布的符号扩散其配对方向后,比高斯随机配对更能采样全局对比信息.

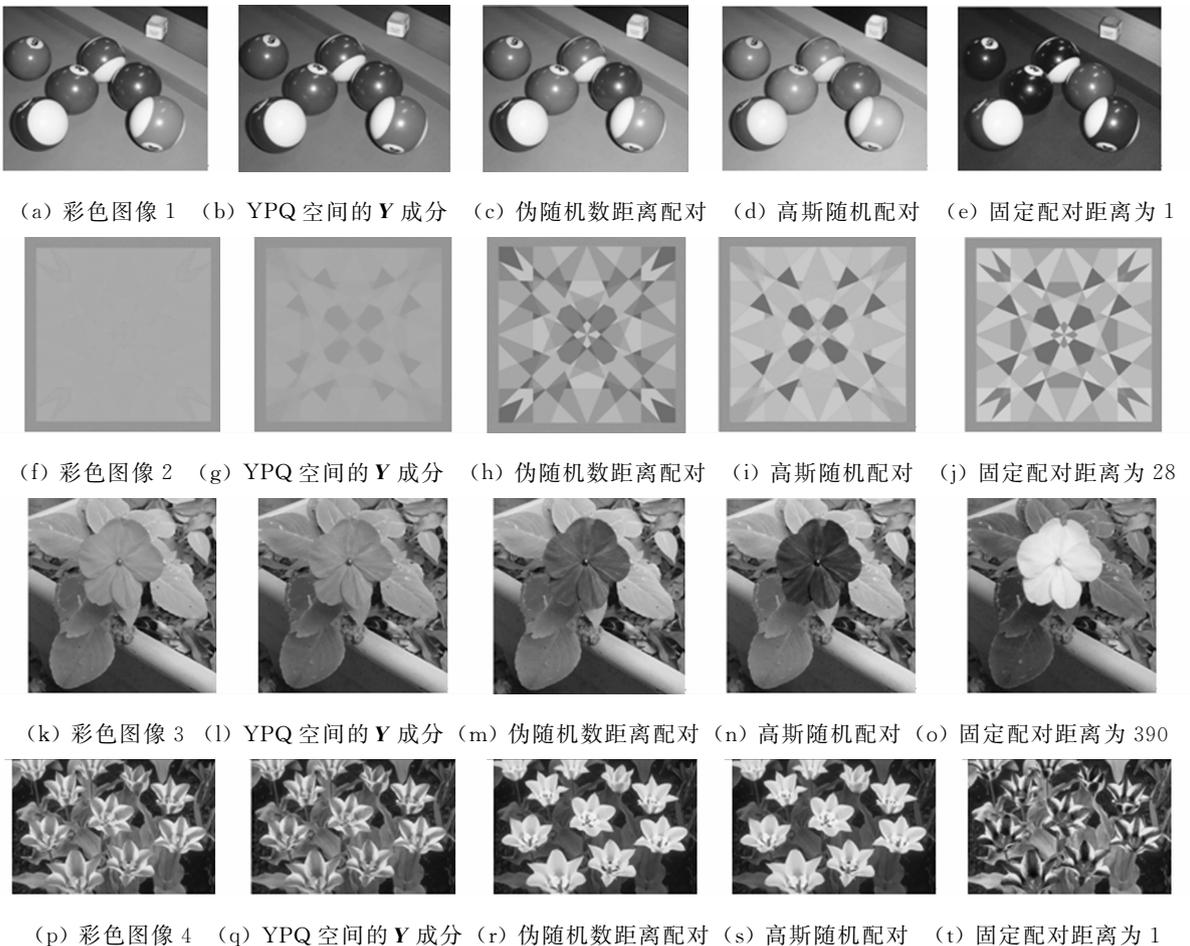


图 2 不同配对方法灰度化效果对比图

Fig. 2 Color to gray effect comparison between different pairing method

对于部分图像,固定的对比度增强系数并不能得到理想的效果. 而文中提出的对不同图像自适应地获得不同的对比度增强系数能获得较好的实验结果(图 3). 例如,图 3(u)中 $T/Z=0.796$,图 3(v)中的 Y 成分很好地反映了原彩色图像的对比. 但引入 $\lambda=0.5$ 时的 PQ 成分对比信息后,图 3(w)反而弱化了这种对比,而当采用自适应得到的 $\lambda=0.1637$ 时,效果明显更符合原彩色图像对比(图 3(x)). 类似的还有图 3(a)中 $T/Z=0.659$,自适应参数更好地体现了红、橙和青绿三种颜色的对比(图 3(b)). 对于图 3(f)中 $T/Z=0.029$,图 3(k)中 $T/Z=0.533$ 和图 3(p)中 $T/Z=0.013$,由于图 3(g),(l),(q)所示的 Y 成分不能很好地反映原彩色图像的对比,更大的自适应参数能获得更明显地对比(图 3(i),(n),(s)).

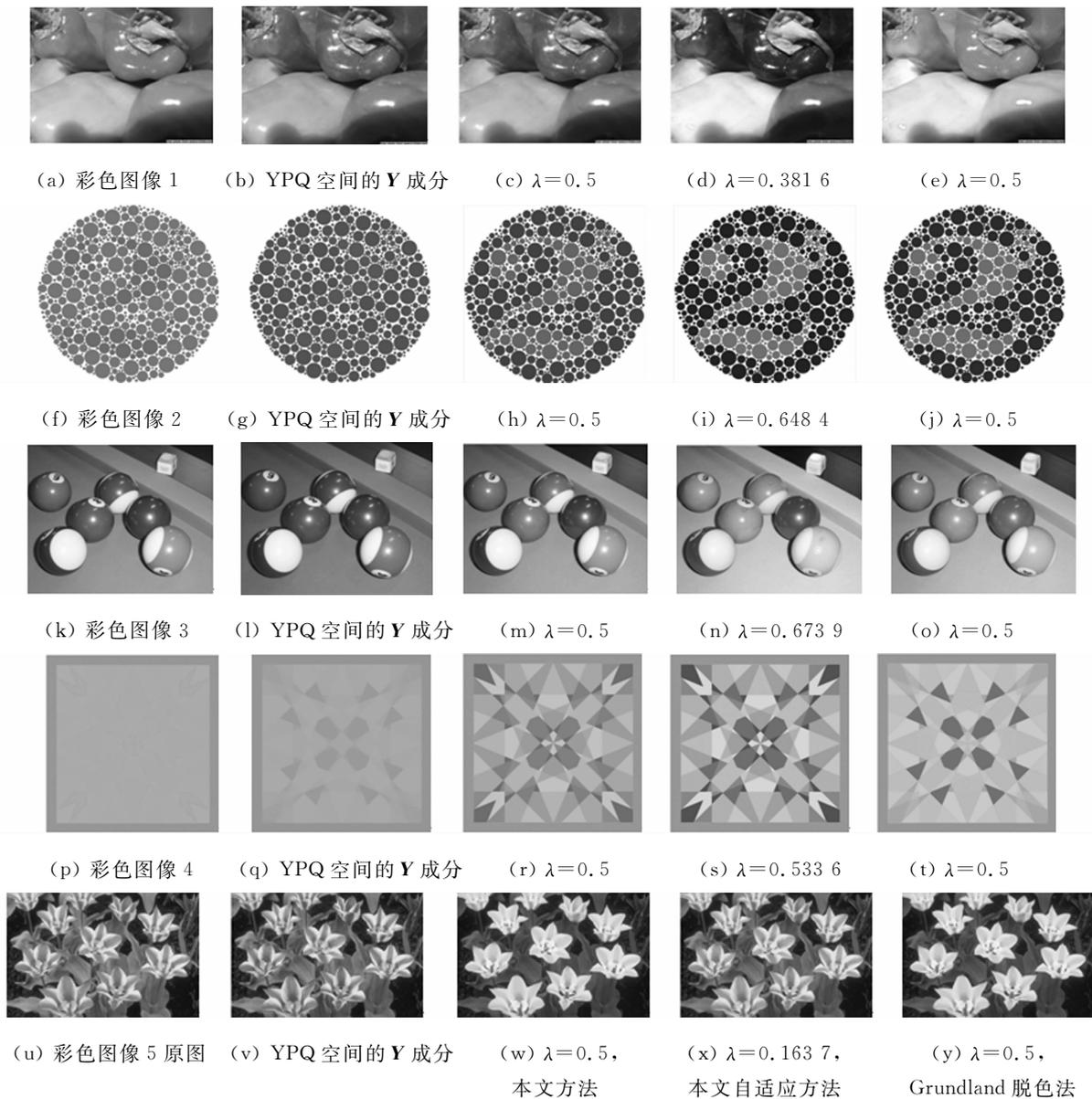


图 3 文中方法与 Grundland 脱色法灰度化效果对比图

Fig. 3 Comparison between Grundland's method and our method

实验表明:在 Grundland 脱色法的基础上,通过对伪随机数距离采样方法用高斯分布的符号进行规范,并自适应地求取对比度增强函数的改进的灰度化方法能稳定地采样到全局的对比信息,所处理的彩色图像范围更广,效果更突出(图 3(d),(i),(n),(s),(x)).考虑对比的灰度化方法中,需要迭代收敛的 Gooch 保留显著性优化算法,局部增强对比的 Smith 感性法,第一次将流行学习应用于彩色图像灰度化的 ISOMAP 法,对于 $100 \text{ px} \times 100 \text{ px} \sim 200 \text{ px} \times 200 \text{ px}$ (下述时间处理范围均指这区间)的图像处理时间分别为 $12.70 \sim 204.0, 1.1 \sim 2.7, 5 \sim 30 \text{ s}$,Grundland 脱色法基于实时的设计,仅需要 $0.003 \sim 0.010 \text{ s}$,在 Grundland 脱色法的基础上考虑自适应得到对比度增强系数的想法,所需时间仅为 $0.005 \sim 0.014 \text{ s}$,满足实时要求.

3 结束语

在当前灰度化效果较好的 Grundland 脱色法基础上,从像素之间的配对方面,利用伪随机数距离配对方法采样全局的彩色图像对比信息,使算法不再是仅适用于色域范围窄的彩色图像.对于对比强度的引入多少,则通过比固定对比度增强系数更灵活的自适应对比度增强系数,有效地改善了算法对比增强不够或者对比增强过大的问题,得到更鲜明地反映原彩色图像对比的灰度图像,而基本达到实时的处理

速度,使得本文方法还能应用于一些算法的预处理过程.

参考文献:

- [1] GRYBDKABD M, DODGSON N A. Decolorize: Fast, contrast enhancing, color to grayscale conversion[J]. *Pattern Recognition*, 2007, 40(11): 2891-2896.
- [2] SMITH K, LANDES P E, THOLLOT J, et al. Apparent greyscale: A simple and fast conversion to perceptually accurate images and video[J]. *Computer Graphics Forum*, 2008, 27(2): 193-200.
- [3] STRICKLAND R N, KIM C S, MCDONNELL W F. Digital color image enhancement based on the saturation component[J]. *Optical Engineering*, 1986, 26(7): 609-616.
- [4] GOOCH A A, OLSEN S C, TUMBLIN J, et al. Color2gray: Saliency-preserving color removal[J]. *ACM Transactions on Graphics*, 2005, 24(3): 634-639.
- [5] RASCHE K, GEIST R, WESTALL J. Detail preserving reproduction of color images for monochromats and dichromats[J]. *Computer Graphics and Applications*, 2005, 25(3): 22-30.
- [6] CUI Ming, HU Jiu-xiang, RAZDAN A, et al. Color-to-gray conversion using ISOMAP[J]. *The Visual Computer*, 2010, 26(11): 1349-1360.
- [7] KUK J G, AHN J H, CHO N I. A color to grayscale conversion considering local and global contrast[C]// *Computer Vision-ACCV 2010*. Queerstown: Springer Berlin Heidelberg, 2011: 513-524.
- [8] LU Ce-wu, LI Xu, JIA Jia-jia. Real-time contrast preserving decolorization[C]// *SIGGRAPH Asia 2012 Technical Briefs ACM*. Singapore: [s. n.], 2012: 34.
- [9] ČADÍK M. Perceptual evaluation of color-to-grayscale image conversions[J]. *Computer Graphics Forum*, 2008, 27(7): 1745-1754.

A Color to Gray Conversion Based on Pixels Pairing and Adaptive Contrast Enhancement

SONG Feng-fei, CHEN Duan-sheng, WU Yang-yang

(College of Computer Science and Technology, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

Abstract: Comparing the pixels pairing effect on the gray between Gaussian random pairing, pseudo random pairing and different fixed distance pairing, then modifies the decolorization method of Grundland in the stage of pixels pairing. Meanwhile it adaptively generates the contrast enhancement coefficient that is suitable for the color image. Experiments show that different pairing method is suitable for different kinds of color image, the modified decolorize method can handle more diversified kinds of image, what's more, the proposed new approach to generate adaptive contrast enhancement coefficient results in a more prominent decolorized image.

Keywords: color contrast; pixels pairing; contrast enhancement; color-to-gray

(责任编辑: 钱筠 英文审校: 吴逢铁)

应用计算机视觉的动态手势识别综述

张国亮, 王展妮, 王田

(华侨大学 计算机科学与技术学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 从手势识别系统框架模型、手势分割、手势建模与分析 and 手势识别等几个方向,系统地综述当前计算机视觉动态手势识别技术的研究现状,分析其存在的不足,提出了进一步研究的问题.结果表明:基于简易可穿戴设备的手势识别、基于深度视觉传感器的手势识别和多方法交叉融合的手势识别将是未来该领域的发展趋势.

关键词: 人机交互; 手势识别; 计算机视觉; 手势模型; 隐马尔可夫模型

中图分类号: TP 391.4

文献标志码: A

近年来,随着计算机视觉和机器学习等相关学科的发展,人机交互技术(human computer interaction, HCI)正逐渐从以“计算机为中心”向“以人为中心”转移.相对于传统的二维图形用户界面,以人体自身直接作为交流平台的自然用户界面为操作者提供了更为直观、舒适的交互体验,并进行了大量的相关研究,如人脸识别、手势识别、凝视跟踪,以及体势识别等.在这些自然输入信息中,手势具有直观性、自然性和丰富性的特点,与之密切相关的手势识别成为近年来自然交互领域研究的热点问题.目前,手势识别主要可分为基于传感器信息的接触式和基于视觉的非接触式两类.接触式方法利用数据手套等设备,直接获得手势在空间的三维位姿信息,具有测量直接精确、可实时识别手势种类多的优点,但操作者必须穿戴数据手套,一定程度上削弱了人机交互的自然性和灵活性.当更换操作者后,必须重新进行繁琐的标定过程.与之相比,基于视觉的徒手手势识别能够使操作者以更加自然的方式进行人机交互.由于人手存在柔性形变及视觉信息不稳定性,其研究仍然面临许多挑战性课题,如手势差异性影响、复杂背景手势分割、遮挡及高维数据降维等.针对这些技术问题,Eról 等^[1]对 2007 年以前的研究工作进行了分析和总结;关然等^[2]从手势分割和手势识别两个方面重点分析了最新的研究进展.但是,上述研究主要集中在手势的鲁棒性分割与识别方面,并不能全面体现该领域相关技术的最新进展.为此,本文系统分析了国内外该领域研究工作的最新进展,对当前亟需解决的问题做了详细的分析,展望了视觉动态手势识别未来的发展方向.

1 动态手势识别系统框架模型

基于计算机视觉的手势识别系统模型,如图 1 所示.首先,输入图像经手势分割分离,定位出动态手势.然后,根据应用需求选择手势模型进行手势分析,并依据模型提取手势特征参数.最后,根据模型参数对手势进行分类,生成指定应用的手势描述.

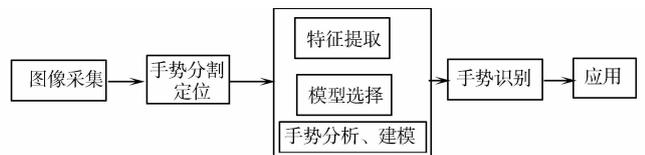


图 1 基于计算机视觉的手势识别系统模型
Fig. 1 Model of hand gesture recognition system based on compute

收稿日期: 2013-12-16

通信作者: 张国亮(1978-),男,讲师,主要从事机器人视觉伺服、机器人视觉应用、机器人遥操作的研究. E-mail: zhangguoliang@hqu.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(61202468);福建省自然科学基金资助项目(2013J050901, 2014J01240);中央高校基本科研业务费专项资金资助项目,华侨大学高层次人才科研启动项目(11BS107)

2 手势分割

手势分割是手势识别基础和前提,其分割的结果将对后续的认识带来直接的影响.目前,选择策略主要有基于肤色的分割、基于运动分割,以及多模式的分割.

2.1 基于肤色模型的手势分割

肤色分割是最常用的手势分割方法.依据选择色彩空间的不同,研究者提出了多种不同的肤色模型. Van 等^[3]研究了基于 RGB 空间的肤色建模方法;冯志全等^[4]提出基于肤色亮度的手势分割方法;刘军等^[5]在色调,亮度,色饱和度空间(hue intensity saturation, HIS)中,通过非参数化的颜色直方图取得肤色范围.基于颜色空间的分割技术的缺陷是在不同的光照条件下,肤色变化较大,当光源亮度或位置角度发生变化时,误检出伪肤色的概率显著增加.

2.2 基于运动信息的手势分割

手势动作往往和背景存在差异,一些学者利用运动信息达到了手势分割的目的.这一领域主要有差影和光流两种研究方法.差影法对消除背景图像具有明显的效果,但缺陷是只适用于运动对象的分割.与之相比,光流计算方法不需要预先获取图像背景,在复杂环境下能够清晰地表示手势的运动. Hackenberg 等^[6]运用光流法,实现手势的实时追踪;刘蓉等^[7]采用佩戴在手腕的单个加速度传感器获取手势加速度信号,提出一种实时手势加速度动作分割和识别方案.基于运动的分割方法一般需要在一些假设前提下才能发挥作用,例如,差影法需要前景图像和背景图像有明显的颜色差别;而光流法要求背景为静止状态和尽量保持光照恒定,且图像里的主运动分量必须是手势运动.

2.3 基于多模式信息的手势分割

为克服复杂环境下单一手势分割方法的局限,一些学者提出基于多线索融合的分割方法.如 Weng 等^[8]融合颜色、运动和形状定位,提高了手势分割的准确度;赵云等^[9]提出结合肤色模型和动态跟踪窗口的手势分割算法;方奎等^[10]提出基于样本集均匀化的肤色模型,并建立了基于统计分析的手势分割方案.为降低复杂环境下手势分割的难度和计算复杂度,很多研究通过在手指或手掌上作特殊标识,或者强制要求使用单色的墙壁、特殊颜色的服装来简化背景.从分割准确度的角度来看,这些方法确实提升了系统分割的性能,但诸多人为的限制不仅影响了的人机交互的自然性,而且应用范围也受到了一定的限制.

3 手势建模与分析

3.1 手势模型

手势模型是根据手势分割得到的视觉图形,利用参数化建模方法形成的抽象模型.从目前的文献来看,大致可归结为两类:基于表观的二维手势模型、基于骨架的三维手势模型.

3.1.1 基于表观的二维手势模型 基于表观的手势模型利用手势在图像序列里的表观特征为手势建模.常见的建模策略有灰度图或历史图、可变形模板、图像特征属性,以及运动参数模型.灰度图和历史图通常采用直方图等统计方式作为手势模型,通过累积图像序列里的时空信息来建立手势模型^[3].可变形模板是从轮廓影像中抽取一些特征点,构成具有一定的形变,能够描述诸如平移、旋转等全局运动的点集^[2].图像特征属性指从图像序列中抽取的具有辨识性、独立的属性参数,如轮廓、边界、角点、图像矩、区域直方图等^[4].与前几种静态表观不同,运动参数表观模型更多考虑了模型的时空关系,可选择的运动参数包括平移、旋转、形变以及方位等.这类表观模型利用光流等手段分割图像中的运动区域,建立手势的时空表观模型^[7].

3.1.2 基于骨架的三维手势模型 考虑到动态手势中存在着大量的关节约束和运动依赖关系,需要处理的模型信息非常巨大.因此,从降低计算负担考虑,常常采用几何模型替代或部分恢复的方法对模型简化处理.前者是利用简单的 3D 几何结构对骨架模型进一步简化,加快计算机实时处理和渲染的速度. Malima 等^[10]以手区域的重心为圆心构造切割圆,实现手指的计数,并完成手势的分类识别.完全恢复手势模型需要对手势的形状和运动具有先验知识,一般很难用于实时操作.因此,实际应用中,经常采取部分恢复手势模型的策略,如只恢复指尖或手掌的信息,就可完成定位和导航等相对复杂的任务.

基于表观的手势模型计算复杂度低,仅利用少数的局部特征就可以建立手势模型.因此,应用较为广泛,但表观特征通常只适用交流性手势,其通用性受到一定限制.基于骨架的模型适合于所有手势,但是从高维空间中实时恢复手势非常困难.针对大容量高维度的手势特征库,往往需要设计高效的特征检索算法,如四叉树^[11]、R 树^[12]和 KDB 树^[13]等.但这些搜索算法随着特征维数的不断升高,系统有可能陷入所谓的“维数灾难”.因此,在以往的研究中,很多系统加入了附加约束条件来简化计算,如操作者手工标记初始位置或手势参数符合特定的概率分布.

3.2 手势特征的分类与提取

手势模型确定后,手势分析下一步的任务是需要选定的模型下完成特征提取和匹配,从而为后续的识别提供分类基础信息.按照提取特征级别的不同,一般可以分为低层几何特征、高层全局特征和 3D 特征.低层几何特征并不考虑图像的内容,只包含了手势的局部信息,如角点、轮廓、重心等.因此,很难适应手势的缩放与平移等变换.针对这一问题,一些学者采用 Hu 矩、Zernike 矩、傅里叶描述子等全局特征进行手势识别.李丹娇等^[14]提出融合 CSS 形状描述子与傅里叶描述子的手势特征提取方法,陈启军等^[15]利用傅里叶描述子提取手势特征,并结合 Camshift 算法和 Kalman 滤波预测识别手势的运动.与前两种特征相比,3D 模型特征不会有遮挡等问题,但直接获取关节、骨架等模型特征非常困难.目前,不管哪一类特征,其提取结果非常依赖于前期分割的质量.因此,如何将手势分割和特征提取一定程度上融合,或直接忽略分割的影响,将是今后发展的研究方向.

3.3 手势建模面临的主要问题

实时处理海量的高维数据是基于视觉的动态手势建模方法面临的重要课题.从现有的文献来看,不论采取哪类建模方法,都必须面对降维和遮挡的两个共性问题.

3.3.1 人手模型降维问题 为了在最低维度的子空间内包含更多的手势特征,研究人员提出了很多有价值的人手模型降维思路,如梯度降维、机器学习和主成分分析(PCA)等.肖飞等^[16]基于 ANRBF 网络,提出了梯度下降(GD)版的强化学习算法,改进了连续状态空间下的强化学习算法初始性能差及收敛速度慢的问题.机器学习是降低高维特征空间搜索问题的另一有效途径.胡耀民等^[17]提出面向特征数据范围的泛化学习向量量化算法(GLVQ-Range),在一般凸条件下,提高了大规模数据处理的收敛速度.PCA 在模式识别领域有着广泛的应用,非常适合通过在线学习的方式降低手势状态向量的维数.姚明海等^[18]通过计算样本投影系数向量的 PCA,提出基于自适应子空间的在线手势识别方法.

3.3.2 遮挡问题 自然状态下的人手是多关节、柔性灵巧的物体.当关节物体弯曲时,会产生自遮挡现象.遮挡问题不仅加大了手势分割的难度,对后期的识别也会造成直接的影响.目前,针对双手交错遮挡造成的手势分割问题,学者们进行了大量的研究.Zabulis 等^[19]采用双手方向和位置限定的假设条件,解决跟踪中双手区分问题;张生军等^[20]通过对手部特征进行主成分分析,研究了左右手区分判别方法.但是,以上这些文献都无法处理手部丢失及跟踪错误的情况.对于一般的目标丢失问题,粒子滤波等统计概率方法是一种有效的手段.但是这类方法需要大量的训练样本,对于手势这样具有高维特征的关节式物体,很难得到满意的实时处理结果.从实际应用角度来看,利用多目视觉来克服手势遮挡带来的识别问题是值得关注的研究方向.林灼斌等^[21]采用多目视觉结合特殊标记的方式,解决了手部关键节点互相遮挡的问题.这一方法不仅有利于处理遮挡问题,同时对空间向量降维也有一定作用,但目前在多目间特征融合和最佳视点的选择等方面还有待进一步研究.

4 手势识别

不同的手势模型决定了手势识别方法的多样性.研究方法主要包含以下 4 种.

4.1 隐马尔可夫模型方法

隐马尔可夫模型(hidden markov model, HMM)早期主要用于语音识别领域,近年来在手势识别方向发展非常迅速,涌现了许多具有代表性的研究方法.江超等^[22]结合粒子滤波和 HMM 实现了手势运动轨迹的动态识别;严焰等^[23]利用 HMM 对手势指令建模,并采用 K-Means 算法矢量量化手势特征序列,以提高手势识别性能;常亚男^[24]采样 HMM 二次训练误识样本方法对非典型手势进行识别,识别率达到 98.06%,但其缺陷是初始化过程过于复杂,且由于跟踪和识别分开进行,导致运算量非常大.目

前,HMM虽然在语音识别领域取得了巨大的成功,但是在手势识别中的表现却并不令人十分满意,这主要是由于传统的HMM方法需要为每种手势分别建立HMM模型,计算量巨大,影响了系统的实时性能.因此,如何在模型复杂性和系统实时性之间寻求平衡,以适应手势识别的实际应用,将是研究者值得深入探讨的问题.

4.2 神经网络

神经网络具有高度的并行性、自适应性及一定的学习能力等特点,一些学者将这一方法应用于手势识别领域.Murthy等^[25]使用BP网络,实现了数十种手势的分类识别.但传统的BP网络存在一些固有的缺点,如容易限于局部极小、收敛速度慢、不能有效利用以往的学习经验等.针对这些问题,许多改进算法不断被提出来.Li等^[26]提出自适应确定隐含层神经元数目的算法,将Chebyshev前馈神经网络推广到动态手势学习和识别;Tusor等^[27]将模糊理论和人工神经网络结合,建立了模糊神经网络的拓扑结构,用模糊特征值去描述和区分不同的手的姿势.

神经网络模型种类繁多,针对不同的应用需求,可衍生出不同的形式,但其识别准确建立在大容量的训练样本基础之上.虽然一些改进的网络训练迭代规则可以提高训练速度,但仍不能完全避免冗长的学习训练过程,因此,该方法不太适应需要对用户手势进行在线学习的情况.

4.3 基于时间规整的方法

基于时间规整的方法可分为基于压缩时间轴的识别和基于动态时间规整的识别(DTW).前者是通过选择某一时间无关的参数,将动态手势的连续轨迹转化为静态离散的点,然后利用静态手势识别算法对动态手势分类识别.黄国范等^[28]将动态手势转换为一系列肤色轨迹点的静态矢量图,实现手势分类识别.DTW方法利用非线性规整函数消除时间上的非线性波动,从而在不同时间轴上消除时空表示模式之间的差别.陈文^[29]提出适合基于加速度传感器的智能终端的E-DTW手势识别算法,通过斜率限定曲线路径,减轻模板匹配的计算量,降低手势识别的开销.

两种方法本质上是时间上衡量手势间的相似程度,实现分类识别.比较而言,DTW方法更加简单有效,在测试模式和参考模式之间允许充分的弹性,并可采用最优动态规划匹配算法提高识别率,但缺陷是实时性较差.

4.4 多信息融合的分类方法

为克服单一视觉信号的不足,多传感器信息检测和融合技术逐渐被引入到手势识别中,成为手势识别领域研究的一个热点.目前主要有加速度计融合、数据手套融合、肌电融合3种方式,刘煜^[30]利用的是三轴微加速度计与三轴微陀螺仪的手持设备.对于一些特定手势动作,有学者利用加速度传感器捕捉人的体感动作,取得了不错的识别率.梁秀波等^[31]利用智能手机和Wii mote作为加速度数据采集设备,将手势的识别用于人机交互系统,但加速度传感器在低速和与旋转相关的动作识别方面存在缺陷;为此,王万良等^[32]将地磁传感器和加速度传感器数据融合,由隐马尔科夫模型进行手势分类和识别.

多信息融合的方法能有效补充单一视觉信息识别的缺陷,但目前多数的研究只是简单的采样融合.由于不同类别的信息具有的时空变换不同,如何深层次有效地协调融合将是研究者今后重点需要考虑的问题.

5 发展趋势

近年来手势识别的研究取得了令人瞩目的进步,目前已能够对数十种静态或动态的手势进行检测识别,其准确率和识别率都有显著的提高,但其研究仍然面临许多挑战性课题,如不同文化间手势识别的差异和手势之间的过渡模型的识别等.从目前的研究发展来看,在以下方向仍有进一步拓展的空间.

5.1 基于简易可穿戴的设备

出于算法计算负担和图像采集硬件上的考虑,当前的视觉手势识别在手势形状和手势速度都加入了限制.这些约束条件虽然有利于识别,但削弱了使用者利用手势交互的自然流畅感.近年来,随着高性能、微型传感设备的迅速发展,可穿戴计算技术正逐步向以人为中心、无形化的方向发展,成为最有希望突破视觉手势识别瓶颈的关键技术.这一研究方法是指在不影响自然交互的基础上,提供简易的可穿戴手势接口,对传统的视觉手势识别提供辅助信息.例如,在手腕上是否带一块手表并不影响手势交互

的性能,但却对手势的识别带来极大的好处,使得复杂的建模过程和大量的计算处理更为迅速,同时也可克服视线遮挡等带来的问题。

5.2 基于深度视觉的传感器

早期的视觉手势识别方法只能利用图像的二维信息,虽然可以取得手势的形状、颜色和运动等特征,但却无法直接获取手势的骨架等三维特征。近年来,微软、华硕等公司相继推出廉价的深度视觉传感器设备,如 Kinect 和 Tong 利用深度视觉结合普通 2D 视觉的研究方法正逐渐引起学者的广泛关注。曹维清等^[33]利用深度图像信息及手势表现特征,解决了在光照及肤色区域重合时的手势区域分割问题,实时的手势识别不受手势旋转和缩放的影响。深度信息的引入为复杂背景下的手势分割以及三维模型的恢复带来了极大的便利,拓展了传统视觉手势识别的应用范围。

5.3 多种方法的交叉融合

方法间的融合和互补也正成为当前研究的主要方向,这种做法是试图以充分性来提高识别的精确性。倪训博等^[34]研究了融合模糊理论、DTW 算法和 Viterbi 算法的识别方法,提高了手语识别系统的识别率和速度。交叉融合的研究方案综合利用了各种方法的优势,增强了系统的普适性和鲁棒性,但如何提高算法的融合效率以适应实时的应用,是值得研究者进一步研究的课题。

5.4 结合多学科已有的研究成果

到目前为止,手势识别的研究仍主要集中在技术层面的实现问题,综合利用其他学科已有的研究成果相对不足。如手势交互时必须要考虑人的心理特征,可利用心理学的基础研究建立具有自然、高效的交互体验的手势模型。冯志全等^[35]从认知心理的角度对人手的行为进行分析,建立了操作者手势的 4 阶段行为预测模型,并研究了基于行为模型的手势跟踪和交互算法。从现有的研究状况和手势识别未来的发展需求来看,综合利用多学科已有的研究成果,是值得研究者深入考虑的内容。

6 结束语

基于视觉的动态手势问题的研究,是生物识别和人工智能中的一个重要研究领域,从手势分割、手势特征提取、手势模型建立、手势识别等多个方面,对基于视觉的动态手势技术研究现状及其未来发展进行系统的总结与评价,其研究成果将对当前人机交互模式的研究与发展具有一定的参考价值。

参考文献:

- [1] EROL A, BEBIS G, NICOLESCU M, et al. Vision-based hand pose estimation: A review[J]. Computer Vision and Image Understanding, 2007, 108(1/2): 52-73.
- [2] 关然, 徐向民, 罗雅愉, 等. 基于计算机视觉的手势检测识别技术[J]. 计算机应用与软件, 2013, 30(1): 155-160.
- [3] VAN-DEN-BERGH M, VAN-GOOL L. Combining RGB and TOF cameras for real-time 3D hand gesture interaction [C]//IEEE Workshop on Application of Computer Vision. New Jersey: IEEE Press, 2011: 66-72.
- [4] 冯志全, 杨波, 郑艳伟. 基于特征点分布分析的手势特征检测方法[J]. 计算机集成制造系统, 2011, 17(11): 2333-2340.
- [5] 刘军, 田国会, 李荣宽, 等. 智能空间下基于手势识别的人机交互[J]. 北京联合大学学报: 自然科学版, 2010, 24(2): 14-18.
- [6] HACKENBERG G, MCCALL R, BROLL W. Lightweight palm and finger tracking for real-time 3D gesture control [C]//Proceeding on Virtual Reality Conference. Singapore: IEEE Press, 2011: 19-26.
- [7] 刘蓉, 刘明. 实时手势加速度动作分割与识别研究[J]. 小型微型计算机系, 2012, 33(7): 1620-1624.
- [8] WENG Chuan-bo, LI Yang, ZHANG Ming-min, et al. Robust hand posture recognition integrating multi-cue hand tracking[M]. Germany: Springer-Verlag, 2010: 497-508.
- [9] 赵云, 夏小玲. 使用肤色模型和动态跟踪窗口的手势跟踪算法[J]. 计算机工程与应用, 2010, 46(34): 199-203.
- [10] 方奎, 欧阳宁, 莫建文. 基于椭圆模型的手势识别与仿真[J]. 计算机仿真, 2011, 28(3): 267-280.
- [11] 孙建平. 基于四叉树理论的地图整饰要素研究[D]. 北京: 中国地质大学, 2012: 5.
- [12] KAO B, LEE S D, LEE F K F, et al. Clustering uncertain data using voronoi diagrams and r-tree index[J]. IEEE Transactions on Knowledge and Data Engineering, 2010, 22(9): 1219-1233.

- [13] ZHANG Xiao-bo, CHENG Liang-lun, ZHU Quan-min. Improvement of filtering algorithms for RFID middleware using KDB-tree query index[J]. Journal of Software, 2011, 6(12): 2521-2527.
- [14] 李丹娇, 彭进业, 冯晓毅, 等. 结合 CSS 与傅里叶描述子的手势特征提取[J]. 计算机工程, 2012, 36(6): 178-181.
- [15] 陈启军, 朱振娇, 顾爽. 基于傅立叶描述字和 HMM 的手势识别[J]. 控制工程, 2012, 19(4): 634-638.
- [16] 肖飞, 刘全, 傅启明, 等. 基于自适应势函数塑造奖赏机制的梯度下降 Sarsa(λ)算法[J]. 通信学报, 2013, 34(1): 77-88.
- [17] 胡耀民, 刘伟铭. 面向特征数据范围的泛化 LVQ 算法[J]. 模式识别与人工智能, 2013, 26(8): 761-768.
- [18] 姚明海, 瞿心昱. 基于自适应子空间在线 PCA 的手势识别[J]. 模式识别与人工智能, 2011, 24(2): 300-305.
- [19] ROUSSOS A, THEODORAKIS V P, MARGOS P. Hand tracking and affine shape-appearance handshape subunits in continuous sign language recognition[C]//11th European Conference on Computer Vision (ECCV). Greece: Kiriakos Kutulakos, 2010: 1-14.
- [20] 张生军, 何小海, 李刚, 等. 基于视频的手势识别中左右手判别研究[J]. 四川大学学报: 工程科学版, 2011, 43(1): 155-160.
- [21] 林钧斌, 庄骏, 孙斌, 等. 基于多判据的多目视觉手势立体姿态检测系统研究[J]. 光学仪器, 2011, 3(33): 12-15.
- [22] 江超, 艾娇燕. 基于 OpenCV 的摄像头动态手势轨迹识别及其应用[J]. 计算机应用, 2012, 32(增刊 1): 128-133.
- [23] 严焰, 刘蓉, 黄璐, 等. 基于 HMM 的手势识别研究[J]. 华中师范大学学报: 自然科学版, 2012, 46(5): 555-559.
- [24] 常亚男. 基于 HMM 的动态手势识别[D]. 广州: 华南理工大学, 2012: 5.
- [25] MURTHY G R S, JADON R S. Hand gesture recognition using neural networks[C]// Proceeding on Advance Computing Conference (IACC). Patiala: IEEE Press, 2010: 134-138.
- [26] LI Mu, HE Yi-gang. Nonlinear system identification using adaptive chebyshev neural networks[J]. Intelligent Computing and Intelligent Systems, 2010: 243-247.
- [27] TUSOR B, VARKONYI K A R. Circular fuzzy neural network based hand gesture and posture modeling[C]// Proceeding on Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC). Texas: IEEE Press, 2010: 815-820.
- [28] 黄国范, 程小平. 基于历史的动态手势识别[J]. 西南大学学报: 自然科学版, 2009, 31(1): 106-110.
- [29] 陈文. 基于加速度传感器的智能终端手势识别关键技术研究[D]. 长沙: 国防科学技术大学, 2011: 11.
- [30] 刘煜. 基于惯性传感器的手机手势识别研究[D]. 西安: 西安电子科技大学, 2012: 4.
- [31] 梁秀波, 张顺, 李启雷. 运动传感驱动的 3D 直观手势交互[J]. 计算机辅助设计与图形图像学报, 2010, 22(3): 521-526.
- [32] 王万良, 杨经纬, 蒋一波. 基于运动传感器的手势识别[J]. 传感技术学报, 2011, 24(12): 1723-1726.
- [33] 曹维清, 李瑞峰, 赵立军. 基于深度图像技术的手势识别方法[J]. 计算机工程, 2012, 38(8): 16-19.
- [34] 倪训博, 赵德斌, 姜峰. Viterbi 和 DTW 算法的关系分析: 在非特定人手语识别中的应用[J]. 计算机研究与发展, 2010, 47(2): 305-317.
- [35] 冯志全, 杨波, 李毅, 等. 基于交互行为分析的手势跟踪方法[J]. 计算机集成制造系统, 2012, 18(1): 31-40.

Survey on Dynamic Hand Gesture Recognition with Computer Vision

ZHANG Guo-liang, WANG Zhan-ni, WANG Tian

(College of Computer Science and Technology, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

Abstract: According to classification of system model, hand segmentation, hand modeling and hand recognition, the paper surveyed these technologies with computer vision in last several years in detail. Existing problems are analyzed and issues of future researches are presented. In terms of analysis results, simple wearable device, depth vision sensor and integration of multi method will be developing trends in hand recognition in the future.

Keywords: human computer interaction; hand gesture recognition; computer vision; hand gesture modeling; hidden markov model

彩色视频图像卡通风格化研究与实现

王巧玉, 陈锻生, 吴扬扬

(华侨大学 计算机科学与技术学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 提出一种彩色视频图像卡通风格化的新方法, 将均值漂移滤波与高斯图像金字塔结合起来使用, 在对彩色视频图像进行颜色聚类和噪声消除的同时, 提高了处理的速度. 运用 DoG 算子对滤波后的图像进行边缘检测; 再对滤波后的图像进行色彩量化; 最后将量化后的图像与边缘图像进行融合. 融合时根据边缘处梯度的大小设置边缘颜色的深度, 使得最终得到的卡通化图像不仅在高对比度区域得到加强而且减少了噪声, 边缘更加自然. 实验结果表明: 本算法与传统的双边滤波和 DoG 算子相比, 获得了更好的卡通风格化效果和更快的运行速度, 并且可以直接将输入的视频文件转换为卡通化的视频文件输出.

关键词: 图像卡通化; 均值漂移滤波; 高斯金字塔; 色彩量化

中图分类号: TP 391

文献标志码: A

传统的卡通制作需要花费动画师大量的时间和精力, 为了提高动画的制作效率, 1963 年, 贝尔实验室的 Knowlton^[1] 开发了一个名为 BEFLIX 的二维动画制作系统. 2000 年, 于金辉等^[2] 使用计算机模拟出了卡通烟雾效果, 采用简单的正弦波模拟出了卡通流水效果. 2001 年, 于金辉等^[3] 又引入了一个用于立体动画的卡通水模型. 2002 年, de Carlo 等^[4] 提出了采用图像区域分割及着色技术来对二维图像进行卡通风格化渲染. Wang 等^[5] 和 Collomosse 等^[6] 将 Mean-shift 图像分割用到了视频抽象化中. 国内也有人对此种基于图像分割的抽象化方法进行了一些研究^[7-9], 但是这种方法通常在区域分割时存在分割不准确, 分割线不平滑, 算法花费时间长等缺点. 2006 年, Winnemöller 等^[10] 提出了一个全自动的基于视频和图像的卡通风格化渲染框架, 但耗时也比较长. 后来的一些卡通化处理方法也大都基于该框架进行改进的^[11-13]. 双边滤波是保边去噪的滤波器, 它在去除图像的噪声的同时能够很好的保留其边缘. 常见的保边去噪滤波器^[14] 还有均值漂移滤波^[15]、桑原滤波^[16] 以及广义的桑原滤波^[17] 等. 本文将均值漂移滤波与高斯金字塔结合起来使用, 大大缩短了处理时间.

1 相关技术与流程设计

1.1 均值漂移滤波

均值漂移(Mean-shift)是一种无参统计滤波算法, 主要是找个种子点, 然后开始在该种子点邻域内寻找其目标点的密度中心, 那么种子点到密度中心点的向量方向就是密度上升方向. 更新密度中心点为种子点, 迭代, 直到收敛或者达到最大迭代次数. Mean-shift 算法为

$$Mh(x) = mh(x) - x = \frac{\sum_{i=1}^n x_i g\left(\frac{x-x_i}{h}\right) w(x_i)}{\sum_{i=1}^n g\left(\frac{x-x_i}{h}\right) w(x_i)} - x. \quad (1)$$

式(1)中: $Mh(x)$ 为 Mean-shift 向量; $w(x_i) \geq 0$ 为赋给采样点 x_i 的权重; s 为被平滑的像素值; $g(x)$ 为

收稿日期: 2014-02-08

通信作者: 陈锻生(1959-), 男, 教授, 主要从事计算机视觉与多媒体技术的研究. E-mail: dschen@hqu.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(61370006); 福建省科技计划重大项目(2011H6016); 福建省科技计划重点项目(2011H0028)

核函数.

若允许误差为 a , 则 Mean-shift 算法循环的执行下面的 3 个步骤, 直到达到结束条件.

步骤 1 计算 $mh(x)$.

步骤 2 将 $mh(x)$ 的值赋给 x .

步骤 3 若 $|mh(x) - x| < a$, 则结束循环, 否则执行步骤 1.

由式(1)可以看出: $mh(x) = x + Mh(x)$. 故上面的步骤就是沿着概率密度上升的方向不断移动, 在满足一定的条件的情况下, Mean-shift 算法一定会收敛到该点附近的峰值.

一幅图像可以表示成一个二维网格点上的 P 维向量, $p=1$, 表示一幅灰度图; $p=3$ 表示一幅彩色图. 用一个 $P+2$ 维的向量 $x(x^s, x^r)$ 来表示一幅图像, 其中 x^s 表示网格点的坐标, x^r 表示该网格点上的 P 维向量特征. Comanicu 等^[15] 提出均值漂移算法用于图像平滑时来估计 x 的分布的核函数 $g(x)$, 其具体形式为

$$g(x) = \frac{c}{h_s h_r} k\left(\left\|\frac{x^s}{h_s}\right\|^2\right) k\left(\left\|\frac{x^r}{h_r}\right\|^2\right). \tag{2}$$

式(2)中: h_s 和 h_r 控制着平滑的解析度, 它们的值越大, 平滑后的图像保留的细节就越少, c 是一个归一化常数.

分别用 x_i 和 $z_i (i=1, 2, \dots, n)$ 表示原始的图像和平滑后的图像, 则对图像采用 Mean-shift 算法进行平滑的具体有如下 3 个步骤.

步骤 1 初始化 $j=1$, 并使 $y_{i,1} = x_i$.

步骤 2 用 Mean-shift 算法计算 $y_{i,j+1}$, 直到收敛, 将收敛后的值记为 $y_{i,c}$.

步骤 3 滤波后的像素 $z_i = (x^s, y_{i,c}^r)$.

1.2 高斯金字塔

图像金字塔是以多分辨率表示图像的一种结构, 它是一个图像集合, 集合中所有的图像都来源于同一个原始图像, 它们都是通过对原始图像进行连续下采样获得的. 高斯金字塔^[18] 最低一层(第 0 层)图像是原始图像, 随后每上升一层, 图像缩小为原来的 $1/4$.

假设 $G_i(x, y)$ 表示第 i 层高斯金字塔图像, $G_0(x, y)$ 表示最底层的图像, 则构造第 i 层高斯金字塔的过程为: 首先将第 $i-1$ 层图像与低通滤波函数 $w(m, n)$ 进行卷积, 然后, 对卷积后的结果图像进行隔行隔列下采样, 具体公式为

$$G_i(x, y) = \sum_{m=-2}^2 \sum_{n=-2}^2 w(m, n) G_{i-1}(2x+m, 2y+n), \quad 0 < i \leq J, \quad 0 \leq x \leq r, \quad 0 \leq y \leq c. \tag{3}$$

式(3)中: J 是高斯金字塔的层数; r 和 c 分别为第 i 层金字塔图像的行数和列数; $w(m, n)$ 是一个 $m \times n$ 的低通模板, $m \times n$ 通常取 5×5 .

1.3 DoG 边缘

常见的边缘检测算子有 Sobel 算子, Laplace 算子, Canny 算子等^[19], 文中采用的是高斯差分算子. 基于高斯差分算子(DoG)边缘检测^[20] 的主要思想是用两个不同参数的高斯函数的差对图像做卷积.

首先分别用核宽度为 δ_1 和 δ_2 的两个高斯核函数 $G_{\delta_1}(x, y)$ 和 $G_{\delta_2}(x, y)$ 来对图像 $l(x, y)$ 做卷积, 得到两幅平滑后的图像, 即

$$g_i(x, y) = G_{\delta_i}(x, y) * l(x, y), \quad i = 1, 2, \tag{4}$$

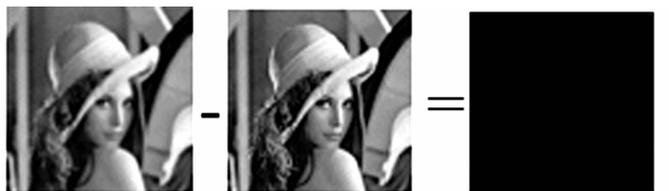
$$G_{\delta_i}(x, y) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\delta_i} \exp\left[-\frac{x^2 + y^2}{2\delta_i^2}\right]. \tag{5}$$

检测到的边缘图像为

$$g(x, y) = g_2(x, y) - g_1(x, y) = G_{\delta_2}(x, y) * l(x, y) - G_{\delta_1}(x, y) * l(x, y) = \text{DoG} * l(x, y). \tag{6}$$

参数 δ_1 和 δ_2 决定了边缘检测的空间尺度, 它们的取值越大, 则检测到的边缘曲线就会越粗糙, 然而噪声点会越少. 实验取 $\delta_1 = 1.2, \delta_2 = 1.92$. DoG 边缘检测流程, 如图 1 所示. 由图 1 可知: 得到的边缘图像很不明显. 为了得到一个更加明显、平滑的边缘, 增强自适应性, 将得到的边缘图像 $g(x, y)$ 乘以 n , 得到一幅边缘增强的图像, 如图 2 所示. 图 2 中: p 为边缘图像中像素的最大值; $n = 255/p$. 边缘图像的

取值范围被扩展到了 $[0, 255]$,再对该图像进行一次中值滤波去除一些噪声,使边缘变得更加的平滑。



(a) $g_1(x, y)$ (b) $g_2(x, y)$ (c) DoG 边缘检测结果

图 1 DoG 边缘检测流程图

Fig. 1 Flow chart of edge detection by DoG



图 2 自适应增强后的 DoG 边缘图像

Fig. 2 Edge image of DoG after adaptive enhancement

1.4 色彩量化

色彩量化^[10]可以减少图像中不同颜色的数量,为了使生成的图像具有类似卡通画的效果,对图像进行色彩量化,即

$$Q(x, q, \phi_q) = q_{\text{nearest}} + \frac{\Delta q}{2} \tanh(\phi_q \cdot (l(x) - q_{\text{nearest}})). \quad (7)$$

式(7)中: Q 是量化后的图像; Δq 是相邻色阶之间的宽度; q_{nearest} 是最接近 $l(x)$ 的那个色阶; ϕ_q 为锐化参数,是一个色阶到另一个色阶传递的控制锐化参数。

如将图像的 L 通道的亮度分为5个范围,则 $\Delta q = 20$, q_{nearest} 的取值为0, 20, 40, 60, 80, 100. 如果 ϕ_q 为一个固定的值,则可能会在图像的大平滑区域造成许多明显的变化. 为了降低色阶在传递过程中的变化程度,将 ϕ_q 定义为图像亮度的梯度函数。

Winnemöller等^[10]定义了一个梯度范围 $[\Lambda_\delta, \Omega_\delta]$ 和一个锐化范围 $[\Lambda_\phi, \Omega_\phi]$. 首先计算像素的亮度梯度,然后将梯度规范化到梯度范围 $[\Lambda_\delta, \Omega_\delta]$,再通过线性变换得到一个在锐化范围 $[\Lambda_\phi, \Omega_\phi]$ 内的锐化参数,具体的变换公式为

$$\phi_q = \text{grad} \frac{\Omega_\phi - \Lambda_\phi}{\Omega_\delta - \Lambda_\delta} + \Lambda_\phi. \quad (8)$$

式(8)中: grad 为规范化到梯度范围 $[\Lambda_\delta, \Omega_\delta]$ 的梯度值,取 $q \in [8, 10]$,梯度范围为 $[\Lambda_\delta = 0, \Omega_\delta = 2]$,锐化范围为 $[\Lambda_\phi = 0.3, \Omega_\phi = 1.4]$.

1.5 基于图像梯度的边缘融合

以往的卡通化渲染方法中,最后得到的卡通化图像通常采用的是黑色边缘,这样在有些地方会显得边缘不够连续,且噪声比较明显. 针对这些问题,提出了一种新的边缘融合方法,即根据边缘处梯度的大小来设置其边缘颜色的深浅。

具体实现方法为:在得到增强的 DoG 边缘灰度图像之后,用色彩量化后的图像减去边缘图像,即可得到最终的卡通效果图. 由于梯度大的边缘处经过增强后其灰度值比较大,相减之后最终图像上相应位置的灰度值比较小,故其颜色为黑色或接近黑色;而其他梯度比较小的边缘的灰度值相对比较小,相减之后边缘的颜色与原始图像相近,但比原始图像的颜色更深. 在增强对比度的同时,也使得图像更加自然. 在边缘图像中的非边缘部分,由于其灰度值为0,所以相减后还是色彩量化后的图像的像素值。

1.6 流程设计

卡通化渲染流程,如图3所示. 首先对原始的彩色图像建立高斯图像金字塔,接着对塔顶的图像进行均值漂移滤波,并对结果图像进行上采样. 具体方法为:首先将结果图像的行和列都扩大2倍,将结果图像中位置为 (x, y) 的像素映射到扩大后的图像的 $(2x+1, 2y+1)$ 位置,其他位置插入0;然后对得到的图像用指定的滤波器进行高斯卷积,其中滤波器乘以4作为插值;对下一层图像中偶数行或偶数列位置上与上采样得到的图像相应像素颜色值相差超过一定值的像素进行均值漂移滤波,重复该过程,直到对塔底图像完成均值漂移滤波,然后对均值漂移滤波的结果图进行 DoG 边缘检测以及色彩量化,最后用色彩量化后的图像减去边缘图像来进行边缘融合。

对视频的卡通风格化渲染过程,如图4所示. 由图4可知:首先将输入的视频逐帧分解成视频图像;

然后对每一帧视频图像采用上述流程进行卡通化处理;最后将处理好的每一帧卡通化的图像写入到新的视频文件中,其中新视频文件的帧数和帧速率与原始视频文件相同.本实验是在VS2010平台上利用OpenCV动态函数库实现的,视频的输入有两种形式:一种是通过摄像头直接的实时获取视频;另一种是输入AVI格式的视频文件.

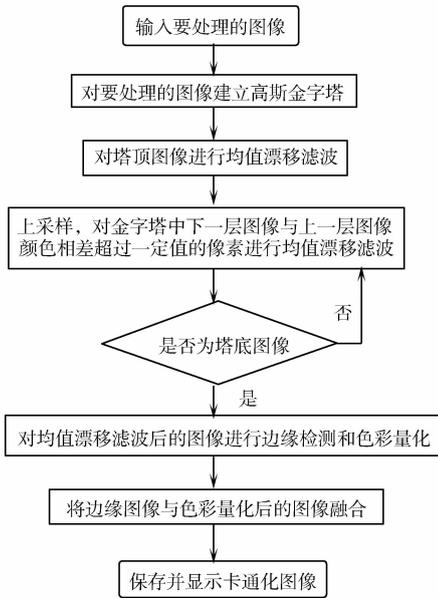


图3 卡通化流程图

Fig. 3 Flow chart of the cartoon-like stylization

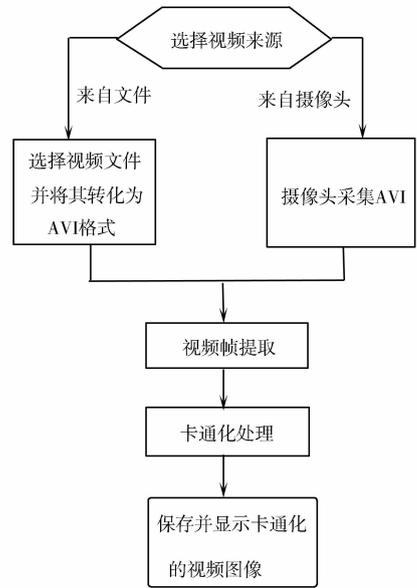


图4 视频卡通化处理预定义过程

Fig. 4 Predefined process of the cartoon-like stylization for video

2 实验及结果分析

结合不同层数高斯金字塔的最终卡通化效果,如图5所示.由图5可知:随着金字塔层数的增加,越来越多的细节被平滑掉.



(a) 2层金字塔

(b) 3层金字塔

(c) 4层金字塔

(d) 5层金字塔

图5 结合不同层数高斯金字塔的卡通化效果

Fig. 5 Cartoon-like stylization effects combined with different layers of gaussian pyramid

从图5(a)可知:采用2层高斯金字塔会有一些噪声无法去除掉(如右边的墙壁).由图5(b)可知:采用3层高斯金字塔,右边墙壁上的大部分噪声被平滑掉了,但是其他地方如人物背部衣服的纹理也有部分被消除了.由图5(c)可知:采用4层高斯金字塔,图像中人物背部衣服以及地板的纹理几乎全部被消除了.由图5(d)可知:采用5层高斯金字塔,相比图5(c)椅子下半部分已经被平滑的看不清了.

结合不同层数(n)的高斯金字塔进行均值漂移滤波所花的时间,如图6所示.图6中:横坐标表示高斯金字塔的层数,1层表示原始图像即没有用金字塔;5条线代表5幅不同大小的图像;最上面的那条线所代表的图像尺寸最大为 $1024\text{ px}\times 768\text{ px}$.由图6可知:对于不同大小的图像随着金字塔层数的增加其处理所花费的时间都会减小,但基本上从第3层开始,再增加其层数处理时间也不会减少.综合考虑卡通化的效果和处理速度,本实验选择高斯金字塔的层数为3.

Winnemöller方法^[10]和文中的方法在图像卡通化的效果上的比较,如图7所示.由图7(b)和图7(c)可知:采用文中提出的基于高斯差分算子进行的边缘检测,由于对边缘进行了中值滤波,所以得到的

边缘更加完整、平滑, 显著性效果更强.

彩色视频图像卡通风格化渲染算法执行时间的比较, 如图 8 所示. 图 8 中: 横坐标为 4 种视频图像的大小; 纵坐标为连续 15 帧视频图像卡通风格化渲染所消耗的时间的平均值. 由图 8 可知: Winnemöller 等提出的双边滤波虽然在图像尺寸大于 $640 \text{ px} \times 480 \text{ px}$ 时比均值漂移滤波快, 但是和文中提出的引入图像金字塔的均值漂移滤波相比速度要慢. 文中提出的卡通化渲染算法的处理速度相比另外两种方法都要快很多, 对于一个 $1\,920 \text{ px} \times 1\,080 \text{ px}$ 的高清视频图像, 文中提出的结合高斯金字塔的均值漂移滤波平均可以在 0.8 s 之内完成; 对于一个 $640 \text{ px} \times 480 \text{ px}$ 的视频的每一帧图像, 其平均处理时间不超过 0.2 s .



(a) 原图 (b) Winnemöller 方法 (c) 文中方法

图 7 图像卡通化效果比较

Fig. 7 Cartoon-like stylization results comparison

3 结论

卡通化渲染技术将图像金字塔和均值漂移滤波结合起来, 与 Winnemöller 等所用的双边滤波和 DoG 算子相比, 获得了更好的卡通风格化效果和更快的运行速度. 文中对 DoG 算子检测到的图像进行了中值滤波和灰度范围扩展, 可以检测到更加完整的、平滑的边缘线条; 将图像金字塔运用到均值漂移滤波中, 大大提高了算法运行的速度.

在最后边缘与图像融合的时候, 本算法没有采用传统的单一黑色线条, 而是根据边缘处梯度的大小来设置其颜色的深浅, 不仅增强了对比度, 而且使图像的卡通化效果有另一种的选择. 此外, 文中的方案可以直接应用到对视频图像的处理, 可以直接将一部视频渲染成卡通风格的视频后输出, 后期可望采用 GPU 加速技术对文中提出的方法进一步优化.

文中方法的缺点是相同物体在处理后的不同帧之间的可能存在一些差异, 后期将考虑采用直方图匹配等方法来缩小不同帧中同一物体之间的差异.

参考文献:

- [1] KNOWLTON K C. A computer technique for producing animated movies[C]//Proceedings of the 1964 Spring Joint Computer Conference. Washington D C: ACM, 1964: 67-87.
- [2] 于金辉, 徐晓刚, 彭群生. 计算机生成卡通烟雾动画[J]. 计算机学报, 2000, 23(9): 987-990.
- [3] 于金辉, 徐晓刚, 彭群生. 用随机正弦波拟合卡通流水[J]. 计算机研究与发展, 2001, 38(5): 519-523.
- [4] de CARLO D, SANTELLA A. Stylization and abstraction of photographs[J]. ACM Transactions on Graphics, 2002, 21(3): 769-776.

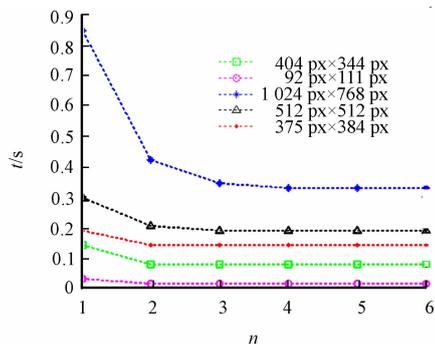


图 6 进行均值漂移滤波所花的时间

Fig. 6 Time consumption of Mean-shift filter

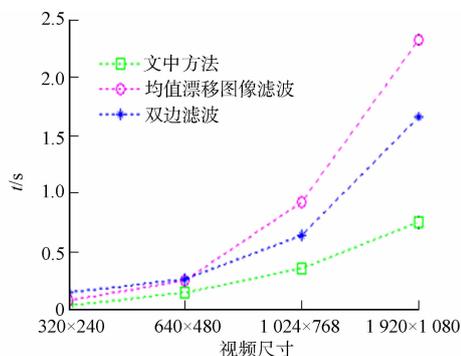


图 8 卡通风格化渲染算法执行时间比较

Fig. 8 Cartoon-like stylization time consumption comparison

- [5] WANG Jue, XU Ying-qing, SHUM H Y, et al. Video tooning[J]. *ACM Transactions on Graphics*, 2004, 23(3): 574-583.
- [6] COLLOMOSSE J P, ROWNTREE D, HALL P M. Stroke surfaces: Temporally coherent artistic animations from video[J]. *IEEE Transactions on Visualization and Computer Graphics*, 2005, 11(5): 540-549.
- [7] 周冲. 二维彩色图像的卡通风格实现[D]. 大连: 大连理工大学, 2005: 28-53.
- [8] 高宝玉. 二维彩色图像卡通风格化方法研究[D]. 青岛: 青岛大学, 2010: 7-47.
- [9] 郭纳. 图像的卡通风格渲染技术[D]. 青岛: 青岛大学, 2009: 16-38.
- [10] WINNEMÖLLE H, OLSEN S C, GOOEH B. Real-time video abstraction[J]. *ACM Transactions on Graphics*, 2006, 25(3): 1221-1226.
- [11] TOMASI C, MANDUCHI R. Bilateral filtering for gray and color images[C]// *Proceedings of the 1998 IEEE International Conference on Computer Vision*. Bombay: IEEE Press, 1998: 839-846.
- [12] SHAHCHERAGHI Z, SEE J. On the effects of pre-and post-processing in video cartoonization with bilateral filters [C]// *2013 IEEE International Conference on Signal and Image Processing Applications (ICSIPA)*. Melaka: IEEE Press, 2013: 37-42.
- [13] LU Li-wen, PU Yuan-yuan, ZHANG Heng, et al. A non-photorealistic rendering algorithm for cartoons[C]// *2013 6th International Congress on Image and Signal Processing (CISP)*. Hangzhou: IEEE Press, 2013: 680-685.
- [14] ROSIN P, COLLOMOSSE J. Image and video-based artistic stylization[M]. London: Springer-Verlag, 2013: 77-91.
- [15] COMANICIU D, MEER P. Mean shift: A robust approach toward feature space analysis[J]. *IEEE Transaction on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, 2002, 24(5): 603-619.
- [16] KUWAHARA M, HACHIMURA K, EIHO S, et al. Processing of RI-angiocardigraphic images[M]. New York: Springer US, 1976: 187-203.
- [17] PAPARI G, PETKOV N, CAMPISI P. Artistic edge and corner enhancing smoothing[J]. *IEEE Transactions on Image Processing*, 2007, 16(10): 2449-2462.
- [18] BURT P J, ADELSON E H. The Laplacian pyramid as a compact image code[J]. *IEEE Transactions on Communications*, 1983, 31(4): 532-540.
- [19] 李娅娅, 李志浩, 郑海旭, 等. 图像边缘检测算法的比较与实现[J]. *计算机工程与设计*, 2010, 31(9): 1971-1975.
- [20] WINNEMÖLLER H, KYPRIANIDIS J E, OLSEN S C. XDoG: An extended difference-of-gaussians compendium including advanced image stylization[J]. *Computers and Graphics*, 2012, 36(6): 740-753.

Research and Implementation of Cartoon-Like Stylization for Color Video Image

WANG Qiao-yu, CHEN Duan-sheng, WU Yang-yang

(College of Computer Science and Technology, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

Abstract: A new approach for cartoon-like stylization of color video image is proposed. The Mean-shift filter and gaussian pyramid are combined in this approach to cluster the color and eliminate the noise of the color video image and improve the speed of processing at the same time. Then, the DoG is used to detect edges of the image which has been filtered by Mean-shift filter. After that, the soft quantization is applied to the image which has been filtered by Mean-shift filter. Finally, the edge curves and the quantitative image are fused to generate a personalized cartoon image. In this step, the color of edges in the cartoon image is based on the edge gradient. This makes the cartoon image not only be enhanced in the regions of high contrast, but also have less noise and seems more natural. In comparison with the approach for cartoon-like stylization of image based on the bilateral filter and DoG, the experimental results show that our approach can produce a better cartoon effect in shorter time, and can directly convert an input video to a cartoonish video as an output file.

Keywords: cartoon-like image; Mean-shift filter; gaussian pyramid; color quantization

采用阙下信道的两方口令认证密钥交换协议

项顺伯¹, 赵晶英², 柯文德¹

(1. 广东石油化工学院 计算机与电子信息学院, 广东 茂名 525000;

2. 广东石油化工学院 机电工程学院, 广东 茂名 525000)

摘要: 提出一种基于阙下信道的两方口令认证密钥交换协议. 协议中, 服务器存储用户口令的验证值抵御服务器泄漏伪装攻击, 用户的口令明文采用阙下信道生成签名信息传送给服务器, 服务器计算出用户的口令明文恢复出阙下信息, 再计算口令验证值以实现对用户身份的认证, 从而建立起会话密钥. 对所提协议的安全性和效率进行分析, 结果表明: 所提出的协议安全可行且有效.

关键词: 阙下信道; 口令认证密钥交换协议; 口令验证值; 会话密钥

中图分类号: TP 309

文献标志码: A

两方口令认证密钥交换协议是服务器以用户的口令或口令验证值为认证信息去证实用户的身份, 从而在两者间建立一个安全的会话密钥. 两方口令认证密钥交换协议存在诸多针对口令的攻击, 如服务器泄漏伪装攻击、字典攻击等. 因此, 设计一个安全的口令认证密钥交换协议是研究的难题. 以口令验证值为内容的口令认证密钥交换协议是近年来的研究热点. 阙下信道的概念是由 Simmons 首次提出的^[1], 它是指在基于公钥密码机制的数字签名、认证等密码体制中建立起的一种隐秘信道, 除发送者和指定的接收者外, 任何人都不知道传输的密码数据内容中是否存在阙下信息^[2]. 自从阙下信道提出后, 学者对其进行了相关的研究. 杨建萍等^[3]基于阙下信道问题提出一种口令认证方案. Lee 等^[4]提出一种两方口令认证密钥交换协议 PAKA-X, 该协议基于口令验证值问题, 能抵御服务器泄漏伪装攻击. Kwon^[5]提出一种一轮的基于验证值的口令认证密钥交换协议, 并在理想哈希模型下证明了协议的安全性, 该协议适用于传输层安全(TLS)的协议. 栗栗等^[6]提出一种改进的签密方案, 利用该方案设计了一个门限阙下信道方案. 谭示崇等^[7]提出一种改进的 PAKA-X 协议, 但改进的协议实现过程复杂, 计算量大. 李文敏等^[8]提出一种基于验证值的三方口令认证密钥交换协议. Pointcheval 等^[9]综述了口令认证密钥交换协议的通用构造方法. Fujioka 等^[10]提出口令认证密钥交换协议的 GC 协议的通用结构, 在 CK+模型下证明其安全性. HUANG 等^[11]提出了应用于 ad hoc 网络的带有匿名门限阙下信道的多签名方案. 张应辉等^[12]研究了 EDL 签名中的阙下信道封闭协议问题. 张兴爱等^[13]研究了广播多重签名方案中阙下信道的封闭协议问题. 本文基于阙下信道问题, 以用户的口令明文作为阙下信息, 提出一种基于阙下信道的两方口令认证密钥交换协议.

1 基于阙下信道的两方口令认证密钥交换协议

基于阙下信道的两方口令认证密钥交换协议, 简称 PAKE. 协议中, 用户 U 和服务器 S 组成一个系统, 其交互流程图, 如图 1 所示. 协议由以下 3 个方面组成^[3,5,9-10].

1.1 系统建立

系统选择大素数 p, q , 满足 $q|p-1$, g 是 Z_q^* 的生成元, 其阶为 q ; 系统选择 1 个无碰撞的单向哈希函数 $H: (0, 1)^* \rightarrow (0, 1)^1$, 公开参数 p, q, g, H, l . 用户 U 选择 $x_U \in_R Z_p^*$ 作为其私钥, 计算公钥 $y_U =$

收稿日期: 2014-04-01

通信作者: 项顺伯(1979-), 男, 讲师, 主要从事计算机网络与密码协议的研究. E-mail: qingcheng33@163.com.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(61272382); 广东省自然科学基金资助项目(S2012010009963); 广东省茂名市科技计划项目(20130350)

$g^x \bmod p$, 用户 U 的身份标识符为 ID_U , U 公开参数 y_U 和 ID_U .

身份标识符为 ID_S 的服务器 S 选择私钥 $x_S \in_{\mathcal{R}} Z_p^*$, 其公钥 $y_S = g^{x_S} \bmod p$, S 公开参数 y_S 和 ID_S . pw 为用户 U 的口令明文, U 计算口令 pw 的验证值 $v = g^{H(ID_U \| ID_S \| pw)}$, 并通过秘密信道把 v 传给服务器 S 保存.

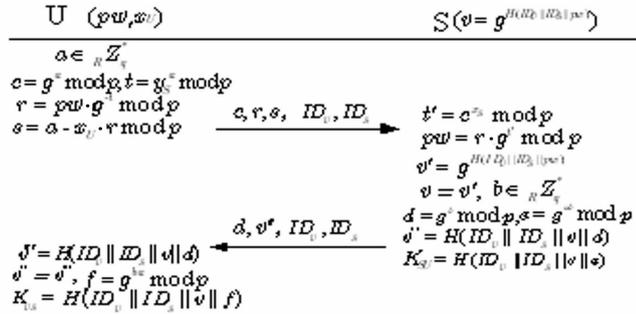


图1 PAKE的交互流程图

Fig. 1 Interactive flow chart of PAKE

1.2 含有阈下信息签名的产生

用户 U 选择 $a \in_{\mathcal{R}} Z_q^*$, 计算 $c = g^a \bmod p$ 和 $t = y_S^a \bmod p$, 计算 $r = pw \cdot g^{-t} \bmod p$, $s = a - x_U \cdot r \bmod p$, 则含有阈下信息的签名为 (c, r, s) , 用户 U 向服务器 S 发送信息 (c, r, s, ID_U, ID_S) .

服务器 S 收到用户 U 的签名消息后进行阈下信息的恢复, 服务器通过其私钥 x_S 计算 $t' = c^{x_S} \bmod p$, 再计算用户的口令明文 $rpw = r \cdot g^{t'} \bmod p$ 即可恢复出阈下信息.

1.3 会话密钥的建立

服务器 S 通过恢复出的 pw 计算 $v' = g^{H(ID_U \| ID_S \| pw)}$, 比较 v 和 v' , 若 $v \neq v'$, 终止协议的执行; 否则实现对用户身份的验证. 在证实用户的身份后, 服务器 S 选择 $b \in_{\mathcal{R}} Z_q^*$, 计算 $d = g^b \bmod p$, $e = g^{ab} \bmod p$, $v'' = H(ID_U \| ID_S \| v \| d)$, S 向用户 U 发送消息 (d, v'', ID_U, ID_S) , 并计算与用户 U 的会话密钥 $K_{SU} = H(ID_U \| ID_S \| v \| e)$.

用户 U 收到消息后, 首先计算 $v'' = H(ID_U \| ID_S \| v \| d)$, 如果 $v'' \neq v''$, 终止协议的执行; 否则, 计算 $f = g^{x_U} \bmod p$, 并将计算出的 $K_{SU} = H(ID_U \| ID_S \| v \| f)$ 作为其与服务器的会话密钥. 明显, $e = g^{ba} \bmod p = f$, 所以, 用户和服务器计算出的会话密钥是一致的.

2 协议安全性分析

2.1 含有阈下信息签名的安全性分析

2.1.1 含有阈下信息签名的不可伪造性 因为只有合法用户才拥有自己的口令明文, 攻击者没有用户的口令明文, 无法伪造有效的签名. 假设攻击者随机选择一个口令 pw' , 与用户的口令 pw 相比, $pw' \neq pw$, 攻击者选择 $a \in_{\mathcal{R}} Z_q^*$, 计算 $c' = g^a \bmod p$, $t = y_S^a \bmod p$, $r' = pw' \cdot g^{-t} \bmod p$, 接着计算 $s' = a - x_U \cdot r' \bmod p$, 则含有阈下信息的伪造签名为 (c', r', s') .

服务器 S 收到含有阈下信息的签名消息后计算 $t' = c'^{x_S}$, 然后计算出阈下信息, 用户的口令 $rpw' = r' \cdot g^{t'} \bmod p$, 接着服务器 S 计算 $v' = H(ID_U \| ID_S \| rpw')$. 通过比较发现 $v \neq v'$, 证实用户的身份失败, 从而终止协议的执行. 因此, 攻击者无法针对合法用户伪造出有效的签名.

2.1.2 含有阈下信息签名的公开可验证性 PAKE 中, 任何人都可以通过获得的公开信息去计算 $c = g^a \cdot y_U \bmod p$, 以实现签名有效性的验证. 因为 $g^a \cdot y_U \bmod p = g^{a-x_U} \cdot g^{x_U} \bmod p = g^a \bmod p = c$, 所以协议中阈下信息的签名具有公开可验证性.

2.2 前向安全性

PAKE 中, 前向安全性是指在某次会话过程中, 即使攻击者知道了用户的口令明文 pw , 也无法计算该次会话之前的会话密钥. 因为每次会话中, 服务器和用户分别选择的随机数 a 和 b 都不完全相同, 又因为离散对数困难问题, 攻击者无法从 $c = g^a \bmod p$ 和 $d = g^b \bmod p$ 中分别计算出 a 和 b , 于是攻击者

无法计算出 $e = g^{ab} \bmod p$ 和 $f = g^{ba} \bmod p$, 从而攻击者无法计算出最终的会话密钥 K_{US} . 所以, 文中的 PAKE 是前向安全的.

2.3 抵御字典攻击

字典攻击是指攻击者针对用户的口令发起的攻击, 通过猜测和分析去获得用户的口令明文, 字典攻击可分为在线字典攻击和离线字典攻击两种. 在线字典攻击是指攻击者随机选择一个口令, 通过截获的公开信息伪装成合法用户与服务器会话, 通过多次试探, 从而猜测出用户的口令. 离线字典攻击是指攻击者通过分析截获的公开会话信息, 从中分析计算出用户的口令明文.

2.3.1 抵御在线字典攻击 假设攻击者随机 1 个口令 $pw' \neq pw$, 通过截获用户的公开信息 (c, r, s, ID_U, ID_S) , 伪造出另一组含有阙下信息的签名 (c, r', s', ID_U, ID_S) . 其中: $r' = pw' \cdot g^{-1} \bmod p$; $s' = k - x_U \cdot r' \bmod p$. 服务器收到该签名信息后, 通过计算恢复出阙下信息, 即用户口令明文 pw' . 接着, 服务器计算用户口令验证值 $v' = H(ID_U \parallel ID_S \parallel pw')$, 通过比较发现 $v' \neq v$, 服务器认为用户身份信息不安全, 从而终止协议的执行, 攻击者的在线字典攻击无法成功. 事实上, 如果攻击者尝试该类攻击, 就陷入了签名的伪造性. 前文已经分析过, 文中 PAKE 签名是不可伪造的, 所以, 文中的 PAKE 是能抵御在线字典攻击的^[8].

2.3.2 抵御离线字典攻击 文中的 PAKE 中, 攻击者无法实施离线字典攻击, 因为用户和服务器会话过程中, 仅 $r = pw \cdot g^{-1} \bmod p$ 和 $v = H(ID_U \parallel ID_S \parallel pw \parallel d)$ 含有用户的口令明文. 由于 r 是阙下信息, 攻击者无计可施, 又因哈希函数的特性, 攻击者无法选择 pw' , 使得 $v' = H(ID_U \parallel ID_S \parallel pw' \parallel d) = H(ID_U \parallel ID_S \parallel pw \parallel d)$. 因此, PAKE 能抵御离线字典攻击.

2.4 抵御服务器泄漏伪装攻击

抵御服务器泄漏伪装攻击是指服务器遭受攻击或恶意泄漏后, 用户的口令验证值泄漏给攻击者, 攻击者伪装成合法用户去登录服务器. PAKE 协议中, 假设服务器存储的用户口令验证值 $v = H(ID_U \parallel ID_S \parallel pw)$ 泄漏给攻击者, 由于哈希函数的特性, 攻击者无法获得正确的口令明文, 如果攻击者伪装成合法用户去登录服务器, 必然随机选择一个口令 $pw' \neq pw$, 然后伪造一个含有阙下信息的签名 (c', r', s') . 前文已经分析过, PAKE 中的签名不可伪造, 于是攻击者的伪装是不成功的. 因此, 文中的 PAKE 能抵御服务器泄漏伪装攻击.

3 协议运行效率分析

所提出的 PAKE 中, 协议的主要计算体现在指数运算、点乘运算和哈希运算等上. 用户签名的产生需要 3 次指数运算, 2 次点乘运算, 服务器恢复阙下信息需要 2 次指数运算和 1 次点乘运算, 省去了签名验证的大量运算. 建立会话密钥时, 服务器只需 2 次指数运算和 3 次哈希函数的运算, 用户仅需 1 次点乘运算和 2 次哈希运算.

文献[5]的协议用了 9 次指数运算, 3 次哈希运算, 3 次点乘运算, 3 次除运算, 与文中的 PAKE 相比, 计算量稍大一些. 文献[7]改进的协议中, 指数运算有 9 次, 哈希运算有 10 次, 尽管没有使用点乘运算, 但用了 4 次异或运算. 与文献[7]的协议相比, 文中协议计算量小, 因而效率更高.

4 结束语

设计一个基于阙下信道问题的两方口令认证的密钥交换协议. 协议利用服务器存储用户口令的验证值, 用户发送含有口令阙下信息的签名给服务器, 服务器验证签名并通过恢复出的阙下信息实现对用户身份的认证. 通过分析可知: 文中的协议避免了一些针对口令认证密钥交换协议的攻击, 如服务器泄漏伪装攻击、字典攻击等; 同时, 与其他协议比较, 文中的协议所需计算量小, 效率更好. 文中的协议可以用于现有的用户端/服务器(U/S)的环境中, 从而实现服务器对用户的身份认证及认证后的交互过程.

参考文献:

[1] SIMMONS G J. The prisoner's problem and the subliminal channel[C]// Proceedings IEEE Workshop Communica-

- tions Security CRYPTO. New York:[s. n.],1983:51-67.
- [2] SIMMONS G J. The history of subliminal channels[J]. IEEE Journal on Selected Areas in Communication,1998,16(4):452-462.
- [3] 杨建萍,周贤伟,杨军. 基于阈下信道技术的身份认证机制研究[J]. 微电子学与计算机,2004,21(12):195-197.
- [4] LEE S W, KIM W H, KIM H S, et al. Efficient password-based authenticated key agreement protocol[C]//International Conference on Computer Science and Applications. Perugia:Springer-Verlag,2004:617-626.
- [5] KWON J O, SAKURAI K, LEE D H. One-round protocol for two-party verifier-based password-authenticated key exchange[C]//Communications and Multimedia Security. Heraklion:[s. n.],2006:87-96.
- [6] 粟粟,崔国华,李俊,等. 基于签密的分布式安全门限阈下信道方案[J]. 小型微型计算机系统,2007,28(12):2153-2157.
- [7] 谭示崇,张宁,王育民. 新的口令认证密钥协商协议[J]. 电子科技大学学报,2008,37(1):17-19.
- [8] 李文敏,温巧燕,张华. 基于验证元的三方口令认证密钥交换协议[J]. 通信学报,2008,29(10):150-152.
- [9] POINTCHEVAL D. Password-based authenticated key exchange[C]//Proceedings of 15th IACR International Conference on Practice and Theory of Public-Key Cryptography. Darmstadt:Springer-Verlag,2012:390-397.
- [10] FUJIOKA A, SUZUKI K, XAGAWA K, et al. Strongly secure authenticated key exchange from factoring, codes, and lattices[C]//Proceedings of 15th IACR International Conference on Practice and Theory of Public-Key Cryptography. Darmstadt:Springer-Verlag,2012:467-484.
- [11] HUANG Zhen-jie, CHEN Dan, WANG Yu-min. Multi-signature with anonymous threshold subliminal channel for ad-hoc environments[C]//19th International Conference on Advanced Information Networking and Applications. Tamshui:IEEE Press,2005:67-71.
- [12] 张应辉,马华,王保仓. EDL 签名中可证明安全的阈下信道封闭协议[J]. 计算机科学,2010,37(9):72-74.
- [13] 张兴爱,张应辉,史来婧. 广播多重签名方案中阈下信道的封闭协议[J]. 计算机工程,2011,37(22):102-104.

Two-Party Password-Authenticated Key Exchange Protocol Based on the Subliminal Channel

XIANG Shun-bo¹, ZHAO Jing-ying², KE Wen-de¹

(1. College of Computer and Electronic Information, Guangdong University of Petrochemical Technology, Maoming 525000, China;

2. College of Mechanical and Electrical Engineering, Guangdong University of Petrochemical Technology, Maoming 525000, China)

Abstract: A two-party password-authenticated key exchange protocol based on the subliminal channel was proposed. In the proposed protocol, the server stores the user's password verifier to withstand the server's compromise and guise attacks, the user's password cleartext is made to a signature message with the subliminal channel to transmit to the server, the server computes the user's password cleartext to renew the subliminal message, then the server calculates the password verifier to authenticate the user's identity, so a session key is made between the server and the user. The security and the efficiency of the proposed protocol were analyzed, it shows in the analysis that the proposed protocol is secure and effective.

Keywords: subliminal channel; password-authenticated key exchange protocol; password verifier; session key

(责任编辑:钱筠 英文审校:吴逢铁)

高相对分子质量丙烯酸酯共聚物的制备及表征

方江海, 辛梅华, 李明春, 姚文杰, 张艺

(华侨大学 材料科学与工程学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 以丙烯酸丁酯、丙烯酸乙酯和丙烯腈为主要单体, 甲基丙烯酸羟乙酯和甲基丙烯酸羟丙酯为功能单体, 采用悬浮聚合法制备高相对分子质量和高转化率的丙烯酸酯共聚物. 考察引发剂种类和用量、聚合反应温度、分散剂类型和质量浓度、介质 pH 值等因素对聚合反应转化率和聚合物重均分子质量的影响, 并用凝胶渗透色谱(GPC)、傅里叶变换红外光谱(FT-IR)和热重分析仪(TGA)对产物进行表征. 结果表明: 选择质量分数为 0.66% 的偶氮二异丁腈作为引发剂, 质量分数为 1.5% 的自制无机-有机高分子(PVA 混合物)作为分散剂, pH 值为 7.5, 65 °C 下聚合反应 6 h, 制得的共聚物重均分子质量可达 6.86×10^6 , 涂层抗渗水水柱高度超过 2 000 mm, 热分解温度为 320 °C, 单体转化率为 98.11%, 聚合反应稳定, 产品性状好.

关键词: 丙烯酸酯共聚物; 悬浮聚合; 高相对分子质量; 转化率; 抗渗水性

中图分类号: TQ 325.7

文献标志码: A

丙烯酸树脂具有成膜性好、室温稳定性和加工性能优异等特性, 可应用于许多工业领域. 因此, 有关丙烯酸树脂的改性及应用日益受到关注^[1-5]. 化学改性是获得理想性能聚合物的重要方法, 但相对分子质量对聚合物的物理化学性能的影响也不容忽视^[6-8]. 现有的抗渗水性织物涂层主要有: 有机氟类、有机硅类、N-羟甲基化合物类等. 其中, 含氟丙烯酸酯树脂是目前抗渗水性涂层中应用最为广泛的一种. 但这类含氟丙烯酸酯不仅价格昂贵、舒适性较差, 且属于全氟烷基长链聚丙烯酸酯类, 在生物体内或环境中产生分解代谢产物全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA), 对遗传、神经、内分泌和发育等都存在消极的影响. 因此, 研发一款成本适中、环境友好型丙烯酸树脂抗渗水性涂层尤为重要. 本文以丙烯酸丁酯、丙烯酸乙酯和丙烯腈为共聚单体, 少量甲基丙烯酸羟乙酯和甲基丙烯酸羟丙酯为功能单体, 采用悬浮聚合法制备高相对分子质量丙烯酸酯共聚物, 并考察反应条件对聚合反应转化率和聚合物重均分子质量的影响.

1 实验部分

1.1 主要试剂与仪器

丙烯酸丁酯(BA)、丙烯酸乙酯(EA)、丙烯腈(AN)、甲基丙烯酸羟乙酯(HEMA)、甲基丙烯酸羟丙酯(HPMA), 工业级; 分散剂(PVA 混合物), 自制; $Mg(OH)_2$ 、偶氮二异丁腈(AIBN)、过氧化苯甲酰(BPO)、N,N-二甲基苯胺(DMA)及 $NaHCO_3$ 均为 AR, 阿拉丁试剂.

NEXUSU 470 型傅里叶变换红外光谱仪(美国 Nicolet 公司); Universal V2.4F TA 型热分析仪(美国 TA 仪器有限公司); Waters 1515 型凝胶渗透色谱仪(美国 Waters 公司); Waters 2414 型折光率检测器(美国 Waters 公司); ISO-811 型织物抗渗水性测试仪(上海罗众科技研究所).

1.2 丙烯酸酯共聚物的制备

丙烯酸酯共聚物的制备参考文献[9]并进行改进. 在装有搅拌器、冷凝管、恒压滴液漏斗和氮气保护的 250 mL 四口烧瓶中, 按照表 1 配方, 加入 3/4 的分散剂, $NaHCO_3$, 引发剂总量的 34% 和蒸馏水, 水

收稿日期: 2014-03-06

通信作者: 李明春(1962-), 男, 教授, 主要从事功能高分子材料的研究. E-mail: mcli@hqu.edu.cn.

基金项目: 福建省自然科学基金资助项目(2011J01312, 2012J01396)

浴加热至 62 ℃, 搅拌混合 30 min (200 r · min⁻¹). 加入丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯总量的 60%, 剩余 40% 的丙烯酸丁酯与丙烯腈、甲基丙烯酸羟乙酯和甲基丙烯酸羟丙酯混合均匀于滴液漏斗中, 匀速滴加反应 (2 s 滴加 1 滴). 提高搅拌速度 (450 r · min⁻¹) 反应 1 h 后, 再次加入引发剂总量的 26% 反应 1 h. 升温至一定温度, 滴加剩余的 1/4 分散剂^[10], 加入引发剂总量的 27% 反应 1 h 后, 继续加入剩余 13% 的引发剂反应 3 h. 反应结束后, 加入少量质量分数为 95% 的乙醇, 搅拌至室温, 过滤, 蒸馏水洗涤, 真空干燥得丙烯酸酯共聚物.

1.3 单体转化率测定

制得的丙烯酸酯共聚物真空干燥至恒质量后, 计算最终转化率 (S), 即 $S = (m_1/m_2) \times 100\%$. 式中: m_1 为共聚物的质量; m_2 为共聚单体的总质量.

1.4 丙烯酸酯共聚物的重均分子质量测定

以四氢呋喃 (THF) 作为溶剂, 配制 1 mg · mL⁻¹ 的丙烯酸酯共聚物溶液, 搅拌过夜, 0.45 μm 膜过滤后进行凝胶渗透色谱 (GPC) 分析. 色谱柱为 Styragel@HR 2-4 THF 7.8 mm × 300 mm Column; 流动相为 THF (1 mL · min⁻¹). 聚苯乙烯 (WATO11594, 美国 Waters 公司) 为标样测定聚合物的重均分子质量.

1.5 丙烯酸酯共聚物的抗渗水性能分析

将质量分数为 15% 的丙烯酸树脂溶液均匀涂布于尼龙织物, 制备尼龙织物涂层. 测试仪器采用 ISO-811 型织物抗渗水性测试仪. 在织物一面连续增加水压, 至织物另一面出现水渍时, 测定水柱高度. 测试时以织物承受的进水压来表示织物所遇到的阻力. 在标准大气压条件下, 试样一面承受一个持续上升的水压, 直至三处漏水为止, 记录此时的水压, 可从试样的上面或下面施加压力.

2 结果与讨论

2.1 丙烯酸酯共聚物的聚合工艺优化

2.1.1 引发剂种类对反应的影响 按照节 1.2 的操作方法, 固定引发剂质量分数为 0.66% (对单体), 分散剂质量浓度为 1.5% (对水), 在 pH 值为 7.5, 65 ℃ 条件下聚合反应 6 h (450 r · min⁻¹), 考察引发剂种类对丙烯酸酯共聚物重均分子质量 (\bar{M}_w) 和转化率 (S) 的影响, 结果如表 2 所示.

表 2 引发剂种类对共聚物重均分子质量及转化率的影响

Tab. 2 Effects of initiator types on the molecular weight of the copolymer and conversion rate

引发剂	\bar{M}_w	S/%
偶氮二异丁腈 (AIBN)	6.86×10^6	98.11
过氧化苯甲酰 (BPO)	7.42×10^6	83.22
过氧化苯甲酰-N,N-二甲基苯胺 (BPO-DMA)	1.68×10^5	71.15

由表 2 可知: 3 种引发体系合成的丙烯酸酯共聚物重均分子质量大小为 $\bar{M}_{w,BPO} > \bar{M}_{w,AIBN} > \bar{M}_{w,BPO-DMA}$. 这是因为在相同温度条件下, BPO 的半衰期比 AIBN 长, 即 AIBN 的活化能较低, 引发产生的活性中心较多. 在总单体质量浓度不变的情况下, AIBN 引发产生的每个活性中心获得的单体数量比 BPO 少, BPO 引发产生的活性自由基能进行充分的链增长. 因此, 一般来说, BPO 引发体系产物的重均分子质量大于 AIBN 体系^[11]. BPO-DMA 属于氧化还原引发剂, 该引发体系活化能非常低, 引发聚合速率高, 产生的活性中心多, 因而重均分子质量减小.

由表 2 还可以看出: 3 种引发体系合成共聚物的转化率大小为 $S_{AIBN} > S_{BPO} > S_{BPO-DMA}$. 此外, 实验发现: AIBN 引发体系得到的产物透明度好, 基本没有结块, 颗粒均匀, 而 BPO 引发体系和 BPO-DMA 引发体系所得产物皆有一定程度的结块, 颜色偏黄. 综合考虑聚合物重均分子质量、转化率及产品质量, 选择偶氮二异丁腈作为引发剂.

2.1.2 引发剂用量对反应的影响 选择 AIBN 作为引发剂, 按照节 2.1.1 方法进行聚合反应, 考察引

表 1 丙烯酸酯共聚物的制备配方

Tab. 1 Synthetic recipe of acrylate copolymer

原料	$\omega/\%$
丙烯酸丁酯 (BA)	16.90
丙烯酸乙酯 (EA)	10.10
丙烯腈 (AN)	2.90
甲基丙烯酸羟乙酯 (HEMA)	0.32
甲基丙烯酸羟丙酯 (HPMA)	0.11
引发剂	0.22~1.76
悬浮分散剂	0.50~4.50
NaHCO ₃	0.40
蒸馏水	65.80

发剂用量 ($w(\text{AIBN})$) 对丙烯酸酯共聚物重均分子质量 (\bar{M}_w) 和转化率 (S) 的影响, 结果如图 1 所示。

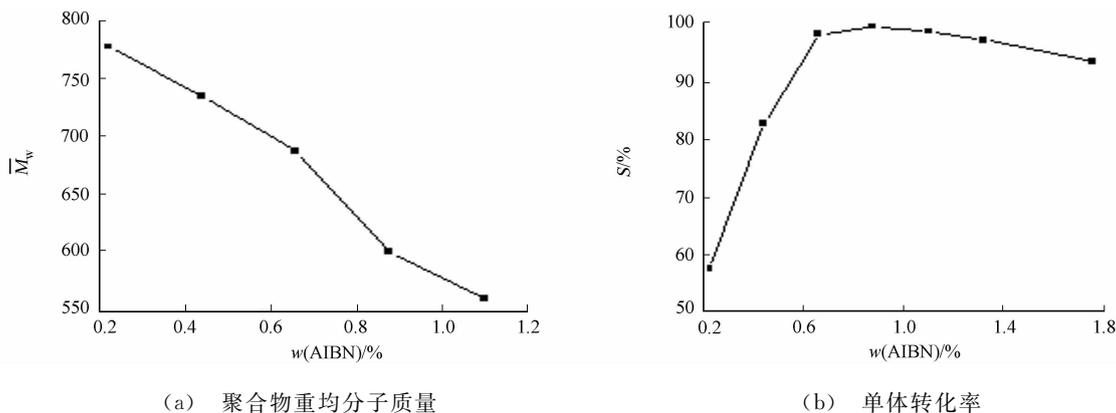


图 1 AIBN 用量对反应的影响

Fig. 1 Effects of amount of AIBN on polymerization

由图 1(a)可知:随着引发剂 AIBN 用量增大,聚合物重均分子质量下降.这是因为引发剂用量增加使活性自由基数量增加,在总单体质量浓度不变的情况下,每个活性自由基分配到的单体数量减少,动力学链长变短,聚合物的重均分子质量下降.由图 1(b)可知:随着引发剂用量增大,单体转化率呈现先提高后下降的规律.引发剂在质量分数为 0.88% 时的转化率达到最高,但此时的重均分子质量相对较低.综合考虑重均分子质量与转化率,选择引发剂质量分数为 0.66%.

2.1.3 分散剂类型对反应的影响 选择聚合反应温度为 65 °C,按照节 2.1.1 方法进行聚合反应,考察分散剂类型对丙烯酸酯共聚物重均分子质量和转化率的影响,其结果如下:氢氧化镁分散悬浮分散体系所制备产物重均分子质量为 6.67×10^6 ,转化率为 68.69%;而 PVA 混合物悬浮分散体系所得产物重均分子质量为 6.86×10^6 ,转化率为 98.11%.

由此可知:分散剂类型对重均分子质量影响不大,但无机-有机复合悬浮分散体系(PVA 混合物)较 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 悬浮分散体系转化率高,且 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 分散体系制得的共聚物产品全部结块无颗粒,这是因为分散剂的作用机理不同.不溶于水的无机粉末分散剂如碳酸镁、碳酸钙和氢氧化镁等的作用机理是细粉吸附在液滴表面,起机械隔离作用,在生产中因其分散效果不好,基本不单独使用;而高分子分散剂如聚乙烯醇、羟丙基纤维素等的作用机理是吸附在液滴表面形成一层保护膜,起保护胶体的作用,同时还使表面张力降低有利于液滴分散.因此,选择无机-有机高分子分散体系.

2.1.4 分散剂用量对反应的影响 选择自制的无机-有机分散剂,按照节 2.1.1 方法进行聚合反应,考察分散剂用量 (δ) 对丙烯酸酯共聚物重均分子质量和转化率的影响,结果如图 2 所示.

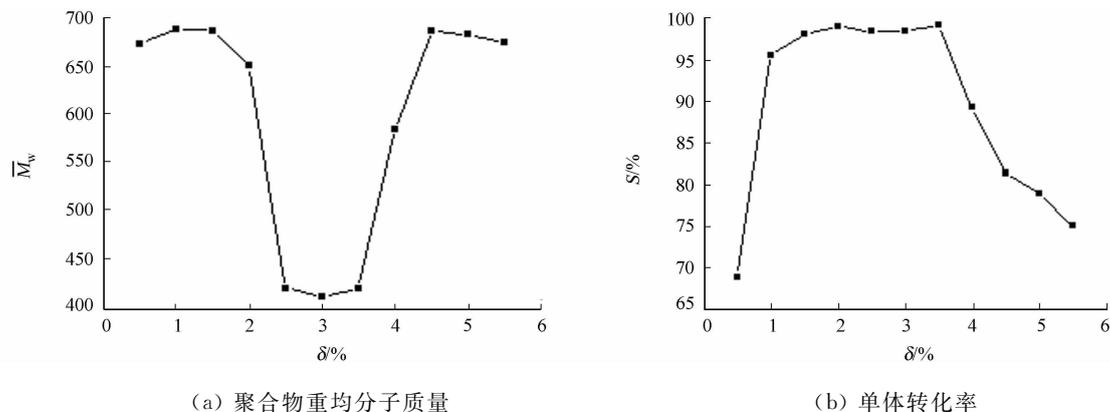


图 2 分散剂用量对反应的影响

Fig. 2 Effects of amount of dispersing agent on reaction

由图 2(a)可知:当分散剂质量分数低于 1.5% 或高于 4.5% 时,共聚物重均分子质量较大,可能是分散剂质量浓度过低或过高使分散性变差^[12]所致.由图 2(b)可知:单体的转化率随分散剂用量的增加,在一定范围内出现一段高转化率的平台,当分散剂质量分数超过 3.5% 后转化率急剧下降.综合考虑重

均分子质量和转化率两个因素,选择分散剂质量分数为1.5%。

2.1.5 介质 pH 值对反应的影响 选择质量分数为1.5%的自制无机-有机分散剂,按照节2.1.1方法,考察反应体系中不加碳酸氢钠(pH 值为5.5)及加0.4%碳酸氢钠(pH 值为7.5)对丙烯酸酯共聚物重均分子质量和转化率的影响,实验结果如下:pH 值为5.5的分散体系所制备产物的重均分子质量为 5.47×10^6 ,转化率为89.20%;而 pH 值为7.5的分散体系所得产物重均分子质量为 6.86×10^6 ,转化率为98.11%。

由此可知:弱碱性条件下反应产物的重均分子质量和转化率比弱酸性条件下反应高很多,实验是以工业应用为主要研究目的,共聚单体都没有纯化处理,因此,在单体中都会有一定的阻聚剂苯酚残留。苯酚属于分子型阻聚剂,弱碱条件下苯酚呈离子形态,失去了链转移阻聚作用,使重均分子质量和转化率都提高。故选择弱碱性体系(pH 值为7.5)进行实验。

2.1.6 聚合温度对反应的影响 选择质量分数为0.66%偶氮二异丁腈作为引发剂,按照节2.1.1方法进行聚合反应,考察聚合温度对丙烯酸酯共聚物重均分子质量和转化率的影响,其结果如下:聚合温度为65℃的分散体系所制备产物重均分子质量为 6.86×10^6 ,转化率为98.11%;聚合温度为75℃的分散体系所得产物重均分子质量为 2.18×10^6 ,转化率为83.40%;聚合温度为85℃的分散体系所得产物重均分子质量为 1.75×10^6 ,转化率为70.49%。

由此可知:随着聚合反应温度的升高聚合物重均分子质量下降,符合高分子聚合反应的一般规律。实验结果还表明:随着反应温度的升高,单体的转化率下降^[13],这与文献结果一致。由于共聚单体丙烯腈(AN)的沸点是77.3℃,温度太高单体会挥发导致转化率下降。另外,在55,60℃条件下反应6h,完全没有固体颗粒产物出现,反应24h后转化率只70%左右。说明在低温度下聚合反应速率太慢,不适用于实际工业生产。故实验选择65℃进行聚合反应。

2.2 丙烯酸酯共聚物的重均分子质量测定

按照节1.4的操作进行GPC分析,测定优化条件下制得的丙烯酸酯共聚物的重均分子质量分布,如图3所示。产物的数均分子质量 \bar{M}_n 为 6.47×10^5 ,重均分子质量 \bar{M}_w 为 6.86×10^6 ,尖峰分子质量 \bar{M}_p 为 1.28×10^6 。由图3可知:所获得的丙烯酸酯共聚物的重均分子质量远远超过张力等^[14]所合成的丙烯酸酯共聚物,其数均分子质量 \bar{M}_n 为 1.02×10^4 ,重均分子质量 \bar{M}_w 为 2.84×10^4 。

2.3 丙烯酸酯共聚物的抗渗水性测试

按照节1.5的操作进行抗渗水性能分析,测定优化条件下制得的丙烯酸酯共聚物的抗渗水性(耐水压 p_{ave}),如表3所示。由表3可知:当丙烯酸酯共聚物组成单体相同时,重均分子质量越大的丙烯酸酯共聚物涂层的抗渗水性能越好。美国军用标准中防水产品的耐水压最低要求为13.68 kPa,日本自卫队雨衣的耐水压在13.73 kPa以上^[15]。由此可见,优化条件下制得的丙烯酸酯共聚物作织物涂层远远满足这样的标准。

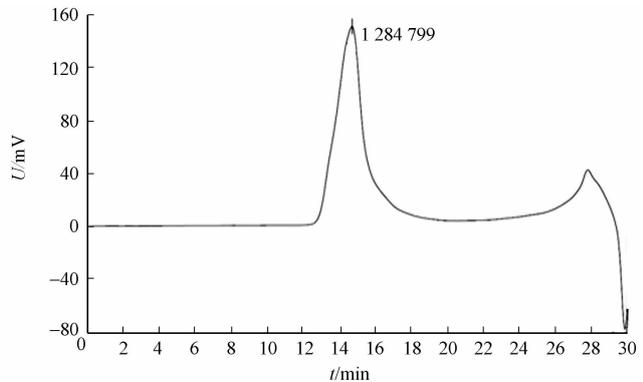


图3 丙烯酸酯共聚物的凝胶渗透色谱

Fig. 3 GPC of acrylate copolymer

表3 不同聚合物织物涂层的抗渗水性能

Tab. 3 Anti-static water-pressure of different polymeric fabric coating

项目	高相对分子质量丙烯酸树脂织物涂层	市场现用丙烯酸树脂织物涂层	BA 均聚物织物涂层
\bar{M}_w	6.86×10^6	1.75×10^6	5.92×10^6
p_{ave}/kPa	>19.62	12.81	4.96

2.4 丙烯酸酯共聚物的 FT-IR 分析

以 THF 为溶剂配制聚合物溶液,在 KBr 片上迅速成膜,其傅里叶变换红外光谱,如图4所示。a 是以丙烯酸丁酯(BA)为单体合成的均聚物的 FT-IR 图,2957,2874 cm^{-1} 为甲基、亚甲基的对称和不对称伸缩振动吸收峰;1737 cm^{-1} 为酯的羰基吸收峰;1461,1384 cm^{-1} 为丙烯酸丁酯的 $-\text{CH}_2-$ 弯曲振

动和末端 $=CH_2$ 的面内弯曲振动吸收峰;1 252,1 173 cm^{-1} 为丙烯酸丁酯的C—O—C吸收峰;947,840 cm^{-1} 为丙烯酸丁酯的特征吸收峰.1 630~1 680 cm^{-1} 范围内没有出现C=C的振动吸收峰,说明C=C都已聚合反应,由FT-IR谱图可知产物为BA均聚物^[3,16]. b是以丙烯酸丁酯(BA)、丙烯酸乙酯(EA)和丙烯腈(AN)为共聚单体,甲基丙烯酸羟乙酯(HEMA)和甲基丙烯酸羟丙酯(HPMA)为功能单体合成的共聚物的FT-IR图,与a相比,b在3 400~3 600 cm^{-1} 的吸收峰明显变宽,这是由于HEMA和HPMA的羟基重叠所致^[17],且在2 240 cm^{-1} 处出现新峰,这是AN单体的氰基峰^[18]. 丙烯酸酯共聚物的FT-IR分析表明:硬单体AN、功能单体HEMA和HPMA及软单体BA和EA有效参与了共聚反应.

2.5 丙烯酸酯共聚物的TG分析

丙烯酸酯共聚物和丙烯酸丁酯(BA)均聚物的热重分析结果,如图5所示.由图5可知:丙烯酸丁酯均聚物和共聚物分别在250,320 $^{\circ}C$ 开始失重.丙烯腈和功能单体(甲基丙烯酸羟乙酯和甲基丙烯酸羟丙酯)的加入,能大大提高丙烯酸酯共聚物的耐热性.这是因为共聚物的支链存在极性基团—CN,且功能单体中羟基的存在使分子链间形成氢键,热稳定性增加.

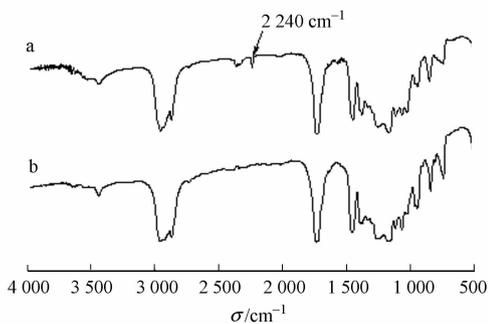


图4 聚合物的傅里叶变换红外光谱

Fig. 4 FT-IR spectrum of acrylate copolymer

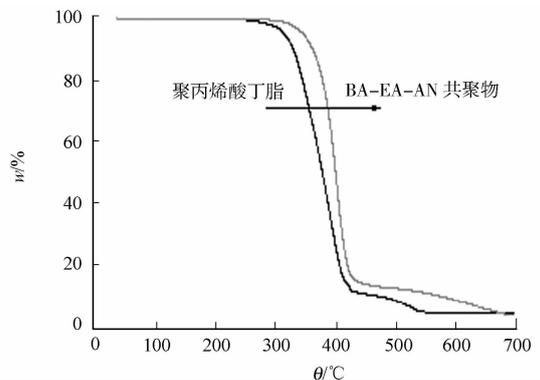


图5 聚合物的热重分析曲线

Fig. 5 TGA of acrylate copolymer

3 结束语

采用悬浮聚合法制备了以丙烯酸丁酯、丙烯酸乙酯和丙烯腈为共聚单体,甲基丙烯酸羟乙酯和甲基丙烯酸羟丙酯为功能单体的丙烯酸酯共聚物.优化制备条件,制得的共聚物重均分子质量达 6.86×10^6 ,转化率为98.11%,织物涂层的水柱高度超过2 000 mm,抗渗水性能优异,热分解温度高达320 $^{\circ}C$,耐热性能优良,产品外观性状好.本研究有望改善市场现有丙烯酸树脂织物涂层的性能和经济成本.

参考文献:

- [1] 杜沛辉,肖新颜,张会平,等.自交联含氟丙烯酸酯共聚物乳液的制备[J].化工进展,2007,26(10):1456-1461.
- [2] RAQUEL R, MCDONALD P J, KEDDIE J L, et al. Correlation of silicone incorporation into hybrid acrylic coatings with the resulting hydrophobic and thermal properties[J]. Macromolecules, 2008, 41(20): 8537-8546.
- [3] 何晓娜,彭志勤,方小兵.纳米SiO₂粉体/聚丙烯酸酯复合涂层乳液的研究[J].化工进展,2010,29(增刊1):246-250.
- [4] MOU Jing, LI Xiao-rui, WANG Hai-hua, et al. Preparation, characterization, and water resistance of cationic acetylated starch-g-poly(styrene-butyl acrylate) surfactant-free emulsion[J]. Starch/Starke, 2012(64): 826-834.
- [5] JIANG Xue, TIAN Xiu-zhi, GU Jian, et al. Cotton fabric coated with nano TiO₂-acrylate copolymer for photocatalytic self-cleaning by in-situ suspension polymerization[J]. Applied Surface Science, 2011, 257(20): 8451-8456.
- [6] 郭强,朱贵春,张树清.高分子量聚甲基丙烯酸甲酯合成研究[J].化学工程,1995,23(2):28-30.
- [7] 麻冬.系类分子量丙烯酸树脂复鞣剂的合成及应用研究[D].西安:陕西科技大学,2012:8-13.
- [8] 江红艳,秦延林,杜艳刚,等.不同分子量萘磺酸甲醛缩合物对水泥砂浆性能的影响[J].高分子材料科学与工程,2012,28(2):87-91.
- [9] 张玉龙,邢德林.丙烯酸酯胶黏剂[M].北京:化学工业出版社,2010:1-535.

- [10] VILLANOVA J C O, AYRES E, CARVALHO S M, et al. Pharmaceutical acrylic beads obtained by suspension polymerization containing cellulose nanowhiskers as excipient for drug delivery[J]. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2011, 42(4): 406-415.
- [11] 陈莉, 陆尔力, 王闻宇, 等. 温敏型聚偏氟乙烯膜材料的合成及表征[J]. *功能材料*, 2007, 38(12): 1990-1992.
- [12] 卢寿慈. 工业悬浮液: 性能, 调制及加工[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003: 1-598.
- [13] 石红翠, 贾金兰, 郭晓勇, 等. 聚氨酯-丙烯酸酯共聚物动力学的研究[J]. *聚氨酯工业*, 2012, 27(5): 23-26.
- [14] 张力, 廖尖, 陈文森. 改性淀粉用丙烯酸酯共聚物的合成与研究[J]. *高分子材料科学与工程*, 2000, 16(3): 82-84.
- [15] 陈益人, 陈小燕. 防水透湿织物耐静水压测试方法比较[J]. *上海纺织科技*, 2005, 33(8): 4-7.
- [16] YANG Wei, CHEN Yi-chi, HAN Dong-xiao, et al. Synthesis and characterization of the fluorinated acrylic latex: Effect of fluorine-containing surfactant on properties of the latex film[J]. *Journal of Fluorine Chemistry*, 2013 (149): 8-12.
- [17] 甄颖朋, 李坚, 孙治丹. 端羟基聚丙烯酸丁酯的合成与表征[J]. *高分子材料科学与工程*, 2010, 26(6): 75-78.
- [18] NARAGHI M, ARSHAD S N, CHASIOTIS I. Molecular orientation and mechanical property size effects in electrospun polyacrylonitrile nanofibers[J]. *Polymer*, 2011, 52(7): 1612-1618.

Synthesis and Characterization of High Molecular Weight Acrylate Copolymer

FANG Jiang-hai, XIN Mei-hua, LI Ming-chun,
YAO Wen-jie, ZHANG Yi

(College of Material Science and Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

Abstract: The acrylate copolymers of high molecular weight and high conversion rate was synthesized with butyl acrylate, ethyl acrylate and acrylonitrile as main monomers, hydroxyethyl methacrylate and hydroxypropyl methacrylate as functional monomers by suspension polymerization. The effects of the type and concentration of initiators, polymerization temperature, the kind and concentration of dispersing agents, and pH value on the final molecular weight of the copolymer and conversion rate of monomers were investigated. The final products were characterized by GPC, FT-IR and TGA. The results showed that the weight-average molecular weight of copolymer could reach to 6.86×10^6 , the final conversion rate was 98.11%, the thermal decomposition temperature was above 320 °C and water column height was above 2 000 mm at following conditions, the amounts of initiator AIBN and homemade inorganic-organic macromolecular dispersing agent (PVA mixture) were 0.66% and 1.5% respectively, and the temperature and time of the suspension polymerization were 65 °C and 6 h under pH=7.5 of reaction media.

Keywords: acrylate copolymers; suspension polymerization; high molecular weight; conversion rate; anti-static water-pressure

(责任编辑: 钱筠 英文审校: 熊兴泉)

以 Keggin 型磷钼酸阴离子为模板的 超分子化合物的合成与表征

黄绍春, 刘利, 张昀

(华侨大学 材料物理化学研究所, 福建 厦门 361021)

摘要: 采用溶液法合成一个捕获二维无限水层的多酸杂化合物 $3\text{H}_3[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}] \cdot 6\text{C}_3\text{N}_6\text{H}_6 \cdot 31\text{H}_2\text{O}$. X 射线单晶衍射表明:标题化合物属于三方晶系,空间群为 $P-3$;其晶胞参数 $a=1.754\ 0(9)\ \text{nm}$, $b=1.754\ 0(9)\ \text{nm}$, $c=1.330\ 5(3)\ \text{nm}$, $\alpha=90^\circ$, $\beta=90^\circ$, $\gamma=120^\circ$, $V=3.545\ 3(4)\ \text{nm}^3$. 该化合物中的 Keggin 型多酸阴离子作为模板诱导了水簇形成,搭构成一个二维水层 $\{(\text{H}_2\text{O})_{30}\}_n$, 三氨基三嗪填充孔洞后增强了水簇的稳定性. 热失重分析和循环伏安测试结果表明:标题化合物具有较好的热稳定性和优良的氧化还原性能.

关键词: 超分子化合物; 水簇; 多酸阴离子; 三氨基三嗪; Keggin 结构

中图分类号: O 641.4

文献标志码: A

水簇是一类水分子通过氢键集合在一起的水分子聚集体,研究水簇结构与周围环境的关系有助于人们研究许多生物、化学和物理过程中^[1-2]的水-水相互作用性质. 人们已经发现越来越多的主体基质材料(包括有机化合物、金属配合物及配位聚合物)捕获到小分子水簇 $(\text{H}_2\text{O})_n$, 一维(1D)到三维(3D)的水分子聚集体,目前的研究主要集中在利用配体分子或较小的离子(H^+ , Cl^- , OH^- , NO_3^- 等)诱导水簇的形成^[3-10]. 多酸阴离子作为一类优良的质子,电子受体分子,具有较大的体积. 以多酸阴离子作为主体构筑材料时,通常可以形成较大的孔隙并容纳某些客体分子. 然而,利用多酸主体作为模板诱导和设计纳米尺寸的水簇仍然是一个很大的挑战^[11-12]. 本文采用类球形的 Keggin 结构 $[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}]^{3-}$ 作为模板^[13-14],加入有机分子三氨基三嗪,获得一种含有 $\{(\text{H}_2\text{O})_{30}\}_n$ 二维水层的超分子化合物.

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

EA 3000 型元素分析仪(意大利 Euro Vector 公司); KM-4 CCD 型衍射仪(英国 Oxford Diffraction 公司); Nexus 470 型傅里叶变换红外光谱仪(美国 NICOLET 公司, KBr 压片); FL-FS920 TCSPC 型荧光光谱仪(英国 Edinburgh 公司). 所用试剂均为市售分析纯,使用前未进一步提纯.

1.2 实验步骤

称取 182.7 g(0.1 mmol)磷钼酸,17.3 g(0.1 mmol)氯化铜,25.8 g(0.2 mmol)三氨基三嗪(MA)放入 10 mL 烧杯中,加入 2 mL 甲醇和 5 mL 水溶解,超声 10 min 后,于 80 °C 水浴中加热 20 min,得到黄绿色溶液,7 d 后析出黄色块状晶体(按 Mo 计算的产率为 31%).

标题化合物的化学式为 $3\text{H}_3[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}] \cdot 6\text{C}_3\text{N}_6\text{H}_6 \cdot 31\text{H}_2\text{O}$, 相对分子质量为 6 800.2, 其 IR 谱峰(KBr 压片, cm^{-1}): 3 340 (m), 3 150 (m), 1 680 (s), 1 620 (m), 1 500 (s), 1 360 (m), 1 065 (s), 970 (s), 870 (s), 790 (s)

1.3 单晶结构测定

在光学显微镜下,选择晶体尺寸为 0.20 mm × 0.13 mm × 0.19 mm 的黄色透明单晶,粘结到铜棒

收稿日期: 2014-03-08

通信作者: 刘利(1983-),男,博士研究生,主要从事无机材料和功能材料的研究. E-mail:liuli123@hqu.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50971063);福建省自然科学基金资助项目(2003F006, 2010J01042)

上的玻璃纤维细丝,将铜棒装上载晶台,在 KM-4-CCD 型衍射仪上进行实验.采用 CrysAlis RED 软件作为单胞测定程序,采用 CrysAlis RED 软件进行数据还原;运用 SHELXS-97 和 Olex2 软件,采用直接法对标题化合物结构进行解析,通过 SHELXL-97 软件采用 F^2 全矩阵最小二乘法对结构进行精修.单胞所属晶系和空间群由 Platon 子程序 Addsym SHELX 辅助验证,其图形操作软件为 Diamond.

标题化合物中的原子 O_5 具有较大的位移参数,将 O_5 的位置分裂成 O_5 和 O_{5a} ;标题化合物中的原子 O_{10} 位于 C_3 轴上, H_{10a} 和 H_{10b} 分别对称成 3 个原子,占有率各占 1/3,对所有非氢原子坐标和各向异性温度因子进行全矩阵最小二乘法修正,所有氢原子位置由理论计算或差值 Fourier 分析得到,标题化合物最终的精修结果收敛于 $R=0.039\ 6$, $R_w=0.134\ 9$, $S=0.998$,最大及最小残余峰分别为 $2\ 006$ 和 $-1\ 814\ e\cdot nm^{-3}$.表 1 为标题化合物的主要晶体学数据,其他更加详细的参见英国剑桥国际晶体数据库(www.ccdc.cam.ac.uk),登记号为 CCDC 977796 的 CIF 文件.

表 1 标题化合物的主要晶体学数据

Tab.1 Crystal data and structural refinements for the title compound

参数	数据	参数	数据	参数	数据	参数	数据
晶系	三方	观察数	21 073	Z	1	$(\Delta/\sigma)_{\max}/e\cdot nm^{-3}$	2 006
空间群	$P-3$	$\alpha/(\circ)$	90	GOF	0.998	$(\Delta/\sigma)_{\min}/e\cdot nm^{-3}$	-1 814
特征值	4 157	$\beta/(\circ)$	90	$F(000)$	3 241	$D_c/Mg\cdot m^{-3}$	3.185
a/nm	17.541	$\gamma/(\circ)$	120	h	$-20\leq h\leq 20$	θ_{\max}	25.00
b/nm	17.541	R_{\min}	0.036 1	k	$-20\leq k\leq 20$	θ_{\min}	3.34
c/nm	13.305	R_1	0.039 6	l	$-15\leq l\leq 15$	V/nm^{-3}	3.545 3

由于 X 射线衍射测得的结构不足以准确确定出氢原子的位置,因此不能很准确地识别质子的位置,质子也不能确定是位于多酸阴离子上或是与 MA 形成抗衡阳离子.根据 X 射线结构分析结果, H^+ 可认为是离域在与多酸阴离子连接的氢键上^[15].

2 结果与讨论

2.1 结构描述

标题化合物的单胞是由 Keggin 构型磷钼酸,MA 和水分子构成,如图 1 所示.多酸阴离子的结构可表示为 $[PMo_{12}O_{40}]^{3-}$,由 4 个 M_3O_{13} 与磷氧四面体通过共角相连而成;多酸阴离子的 P-O 键长(l)处于 $0.152\ 8(1)\sim 0.155\ 3(5)$ nm 范围之内,Mo-O_i(端基氧)之间键长在 $0.165\ 4(4)\sim 0.169\ 5(6)$ nm 范围之内, $M-O_b$ (桥氧)之间的键长在 $0.180\ 8(9)\sim 0.203\ 8(4)$ nm 范围之内,而 $M-O_c$ (中心磷氧四面体上的氧)之间的键长在 $0.240\ 1(5)\sim 0.246\ 8(2)$ nm 范围之内,均处在 Keggin 型多酸的键长正常范围内(表 2).

表 2 标题化合物的选择性键长

Tab.2 Selected bond lengths of the title compound

键	l/nm	键	l/nm	键	l/nm
Mo(1)-O(28)	0.181 4(6)	Mo(6)-O(4)	0.179 9(8)	Mo(2)-O(26)	0.201 7(5)
Mo(1)-O(21)	0.201 1(5)	Mo(6)-O(6)	0.246 3(12)	P(1)-O(27)	0.154 4(10)
Mo(1)-O(18)	0.241 4(5)	Mo(4)-O(16)	0.200 4(6)	Mo(5)-O(7)	0.165 4(6)
Mo(3)-O(21)	0.181 7(5)	Mo(5)-O(5)	0.180 8(9)	P(2)-O(6)	0.152 8(13)
Mo(3)-O(24)	0.200 8(6)	Mo(5)-O(6)	0.246 4(12)	Mo(6)-O(2)	0.179 1(8)
Mo(2)-O(25)	0.169 4(6)	Mo(1)-O(19)	0.183 1(5)	Mo(6)-O(5)	0.198 6(9)
Mo(2)-O(28)	0.201 5(6)	Mo(1)-O(17)	0.203 5(6)	Mo(4)-O(17)	0.183 5(6)
Mo(2)-O(27)	0.241 3(6)	Mo(3)-O(22)	0.167 7(5)	Mo(4)-O(15)	0.167 8(6)
P(1)-O(18)	0.155 3(5)	Mo(3)-O(23)	0.185 5(6)	Mo(5)-O(8)	0.180 9(9)
P(2)-O(1)	0.153 0(3)	Mo(4)-O(18)	0.240 1(5)		
Mo(6)-O(3)	0.165 7(6)	Mo(2)-O(24)	0.181 0(6)		

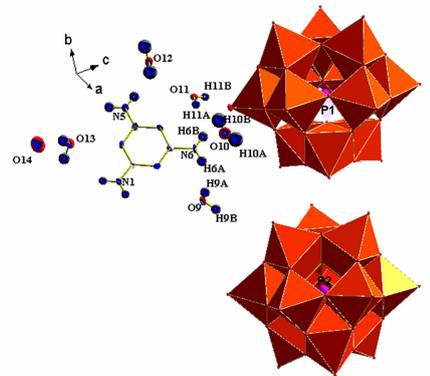


图 1 标题化合物晶体结构单元的 ORTEP 图

Fig.1 ORTEP diagram depicting the building unit of crystal structure

标题化合物中的多酸阴离子可作为主体构筑单元, 通过多酸单元之间的氢键相互作用, 以 ABAB 的排列方式堆叠成三方晶系. 游离的水分子填充在类似夹心饼干的 ABA 结构间隙中, 它们可被诱导为二维水层 $L_{30}(6)$ ^[16-17]. 中心 B 层的多酸阴离子作为模板, 使水分子围绕在多酸阴离子周围形成水簇; B 层上方和下方的 6 个多酸阴离子与水层之间形成氢键 ($O_{11} - H_{11B} \cdots O_{15}$), 较强的氢键对水簇的形成有着支撑作用, 且多酸阴离子较大的空间位阻可使水簇上下折叠成穴醚状. MA 分子填充在水簇与中心多酸阴离子之间, 与水簇之间形成较强的氢键 ($N_6 - H_{6A} \cdots O_9$), 加强了水簇的稳定性, 同时 MA 作为填充客体, 填充大环水簇的孔洞, 使得孔洞直径约为 2.026 nm 的大环水簇能稳定存在.

诱导得到的水簇是一个基本构筑单元为 $\{(H_2O)_{30}\}$ 的二维水层, $\{(H_2O)_{30}\}$ 是由氧原子 O_9, O_{10}, O_{11} 通过氢键作用形成的, 其连接式如图 2 所示, 氢键如表 3 所示. 表 3 中: l 为键长; φ 为键角; 对称码 i, ii, iii 分别为 ($y, -x+y, -z+1$), ($-y+1, x-y, z$), ($-x+1, -y, -z+1$). 由此可知: 氧原子 O_9, O_{10}, O_{11} 通过氢键 $O_9 - H_{9B} \cdots O_{11}^i, O_{10} - H_{10A} \cdots O_{11}^{ii}, O_{10} - H_{10B} \cdots O_{11}^{iii}$ 形成了一维折线, 再通过氢键 $O_9 - H_{9B} \cdots O_9^{iv}$ 连接形成类冠醚状的 $\{(H_2O)_{30}\}$, 每个 $\{(H_2O)_{30}\}$ 与相邻的 6 个 $\{(H_2O)_{30}\}$ 相连, 形成类似 7 个齿轮相互嵌合的图像, 氧原子 O_{10} 作为 3 连节点, 使 $\{(H_2O)_{30}\}$ 单元沿平面 xOy 方向扩展形成二维的水层.

表 3 标题化合物的水簇氢键表

Tab. 3 Hydrogen bond parameters for the title compound

D-H...A	$l(D-H)/nm$	$l(H...A)/nm$	$l(D...A)/nm$	$\varphi(D-H...A)/(^{\circ})$
$O_9 - H_{9A} \cdots O_{11}^i$	0.089	0.243	0.289 9(7)	113.1
$O_{10} - H_{10B} \cdots O_{11}$	0.085	0.211	0.292 1(6)	158.6
$O_{10} - H_{10A} \cdots O_{11}^{ii}$	0.085	0.245	0.292 3(3)	115.3
$O_9 - H_{9B} \cdots O_9^{iv}$	0.087	0.273	0.305 8(4)	128.8
$N_6 - H_{6A} \cdots O_9$	0.086	0.220	0.296 6(2)	149.2
$O_{11} - H_{11B} \cdots O_{15}$	0.081	0.228	0.287 3(4)	130.4

2.2 表征与性质

2.2.1 红外表征 标题化合物红外谱图, 如图 3 所示. 由图 3 可知: 1 620 和 1 680 cm^{-1} 处的峰是芳环的振动峰; 1 500 cm^{-1} 处的峰是 N-H 弯曲振动; 1 360 cm^{-1} 处的峰为 O-H 的振动峰; 1 080 和 1 020 cm^{-1} 附近强峰归属于 P-O 的伸缩振动; 960, 870, 760 cm^{-1} 处的峰归属于端基 Mo=O 和 Mo-O-Mo 的特征峰; 氢键缔合峰一般出现在 3 550~3 200 cm^{-1} 处. 因此, 3 310~3 370, 3 100~3 230 cm^{-1} 处的较宽峰说明了标题化合物中存在 O-H...O 和 N-H...O 氢键.

2.2.2 热稳定性 标题化合物的热重谱图, 如图 4 所示. 由图 4 可以看出: 标题化合物的失质量可分为 2 个阶段: 第一阶段发生在 93~180 $^{\circ}C$, 约失质量 8.0%, 归属于结晶水和配位水的失去(理论计算值为 8.19%); 第二阶段发生在 360~570 $^{\circ}C$, 进一步失质量, 归属于配体的分解和 Keggin 结构的分解, 最终的残余量为 61.4%, 产物可能为 Mo_2O_3 (理论计算为 61.9%).

2.2.3 电化学性质 标题化合物与光谱纯石墨粉按 1:10 的质量比研磨均匀, 之后添加少量石蜡油混合均匀, 制成电极 1-CPE. 在 -1~1 V 范围内, 以 50 $m \cdot V \cdot s^{-1}$ 的扫描速度扫描得到 1-CPE 的循环伏安图, 如图 5 所示. 由图 5(a) 可知: 在 1 $mol \cdot L^{-1}$ 的硫酸中, 电极 1-CPE 的 4 对氧化还原峰的 $E_{1/2}$ 分别是 -0.193, -0.010, 0.215, 0.374 V. 由图 5(b) 可知: 在 pH=2.5 的磷酸/磷酸二氢钠缓冲溶液中, 电极 1-CPE 的 4 对氧化还原峰的 $E_{1/2}$ 分别为 -0.148, 0.012, 0.207, 0.399 V. 图 5 的氧化还原峰与文献

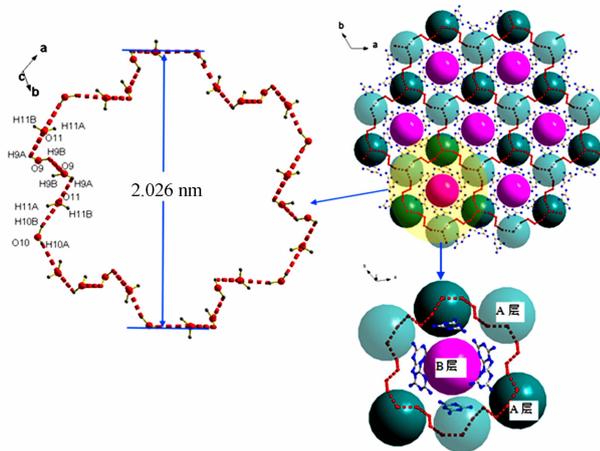


图 2 二维无限水簇的结构及其诱导方式和填充方式

Fig. 2 Induction and filling methods of 2-dimensional infinite water clusters structure

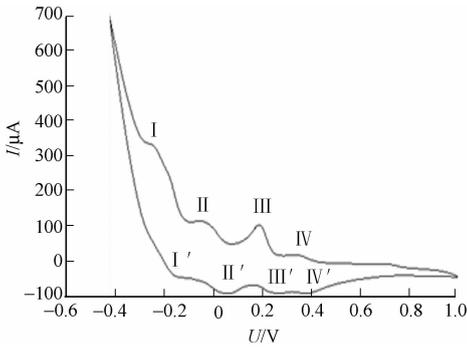


图3 标题化合物的红外谱图

Fig. 3 IR spectrum of compound

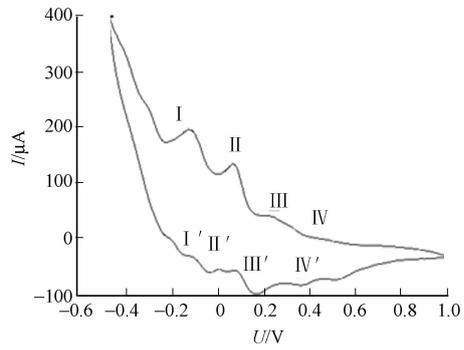
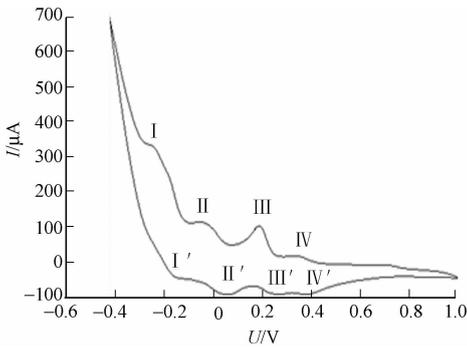
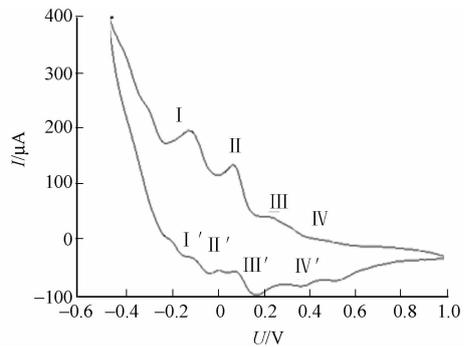


图4 标题化合物的热重谱图

Fig. 4 TGA spectrum of compound

[18]介绍的 Keggin 磷钼酸的 $E_{1/2}$ 为 $-0.15, -0.01, 0.22, 0.36$ V 吻合较好,说明出现的 4 对氧化还原峰是标题化合物中 Mo 原子发生氧化还原的结果. 图 5 中的 4 对氧化峰和还原峰之间的电位差 (ΔE_p) 均小于 65 mV,说明 4 对氧化还原峰均为可逆的. 以上结果说明标题化合物具有一定的电化学活性.

(a) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸

(b) pH=2.5 的磷酸/磷酸二氢钠缓冲溶液

图5 电极 1-CPE 的循环伏安曲线

Fig. 5 Cyclic voltammograms of the 1-CPE

3 结束语

采用溶液法合成的多酸杂化化合物 $3\text{H}_3[\text{PMO}_{12}\text{O}_{40}] \cdot 6\text{C}_3\text{N}_6\text{H}_6 \cdot 31\text{H}_2\text{O}$ 中存在一个二维无限水层 $\{(\text{H}_2\text{O})_{30}\}_n$, 多酸阴离子作为模板剂诱导这个具有较大孔洞的水层的出现, MA 分子填充在水层的间隙中并增强水层的稳定性. X 射线单晶衍射表明, 标题化合物的晶体中的二维无限 $\{(\text{H}_2\text{O})_{30}\}_n$ 水层表现出六齿轮状的类冠醚结构, 这不同于文献中报道的理论计算的最稳定的 $(\text{H}_2\text{O})_{30}$ 水笼结构^[19]. 该二维无限水层的发现为复杂的大环水簇的研究提供了一个生动的例子.

参考文献:

- [1] ZWIER T S. The structure of protonated water clusters[J]. Science, 2004, 304(5674): 1119-1120.
- [2] NANGIA A. Encyclopaedia of supramolecular chemistry[M]. New York: Taylor Francis, 2007: 1-9.
- [3] AGHABOZORG H, ESTHTIAGH H, SALIMI A R, et al. A brief review on formation of $(\text{H}_2\text{O})_n$ clusters in supramolecular proton transfer compounds and their complexes[J]. Journal of the Iranian Chemical Society, 2010, 7(2): 289-300.
- [4] RODRIGUEZ C P, VARGAS D G, HERBERT H, et al. Modification of 2D water that contains hexameric units in chair and boat conformations—a contribution to the structural elucidation of bulk water[J]. Angew Chem Int Ed, 2004, 43(23): 3041-3044.
- [5] CARBALLO R, COVELO B, FERNANDEZ H N, et al. Supramolecular aggregation of hexameric water clusters into a 2D water polymer containing $(\text{H}_2\text{O})_{18}$ holes[J]. Cryst Growth Des, 2006, 6: 629-631.
- [6] CHEN Wen-jian, LONG La-sheng, HUANG Rong-bin, et al. A dihalide-decahydrate cluster of $[\text{X}_2(\text{H}_2\text{O})_{10}]^{2-}$ in a

- Supramolecular Architecture of $\{[\text{Na}_2(\text{H}_2\text{O})_6(\text{H}_2\text{O TMEQ}[6])]\} \cdot 2(\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3)\} \text{X}_2(\text{H}_2\text{O})_{10}$ [J]. *Cryst Growth Des*, 2013, 13(6): 2507-2513.
- [7] CAO Man-li, WU Jin-ji, YE Bao-hui, et al. Template trapping and crystal structure of the magic number $(\text{H}_2\text{O})_{21}$ cluster in the tetrahedral hole of a nanoscale global ion packed in a face-centered cubic pattern [J]. *J Am Chem Soc*, 2009, 131: 3458-3459.
- [8] WANG Yan, OKAMURA T, SUN Wei-yin, et al. Large $(\text{H}_2\text{O})_{56}(\text{OH})_6$ and $(\text{H}_2\text{O})_{20}$ clusters inside a nanometer-sized M_6L_6 cage constructed by five-coordinated copper (II) and flexible carboxamide-containing tripodal ligand [J]. *Cryst Growth Des*, 2008, 3: 802-804.
- [9] RAJARSHI C, LUNA P, DIPAK K H, et al. Encapsulation of a double-helical water-nitrate chain inside unique double helical chiral channels formed from Keggin POM and hexaquo-cobalt (II) units [J]. *Polyhedron*, 2014, 68(1): 265-271.
- [10] XU Wen-zhi, SUN Jun-liang, HUANG Zhi-tang, et al. Molecular encapsulation of a discrete $(\text{H}_2\text{O})_{32}$ cluster with S_6 symmetry in an organic crystalline supermolecule [J]. *Chemical Communications*, 2009(2): 171-173.
- [11] MIYAZAKI M, FUJII A, EBATA T, et al. Infrared spectroscopic evidence for protonated water clusters forming nanoscale cages [J]. *Science*, 2004, 304(5674): 1134-1137.
- [12] SHIN J W, HAMMER N I, DIKEN E G, et al. Infrared Signature of structures associated with the $\text{H}^+(\text{H}_2\text{O})_n$ ($n=6$ to 27) clusters [J]. *Science*, 2004, 304(5674): 1137-1140.
- [13] KANG Zhen-hui, WANG En-bo, MAO Bao-dong, et al. Controllable fabrication of carbon nanotube and nanobelt with a polyoxometalate-assisted mild hydrothermal process [J]. *J Am Chem Soc*, 2005, 127: 6534-6535.
- [14] WEI Mei-lin, HE Cheng, HUA Wei-jie, et al. A large protonated water cluster $\text{H}^+(\text{H}_2\text{O})_{27}$ in a 3D metal-organic framework [J]. *J Am Chem Soc*, 2006, 128(41): 13318-13319.
- [15] JIAN Fang-fang, WANG Xian, WANG Jing, et al. A new method for the synthesis of organic-polyoxometallate hybrid compounds [J]. *Polyhedron*, 2010, 29(2): 886-896.
- [16] INFANTES L, CHISHOLM J, MOTHERWELL S. Extended motifs from water and chemical functional groups in organic molecular crystals [J]. *Cryst Eng Comm*, 2003, 5(85): 480-486.
- [17] MASCAL M, INFANTES L, CHISHOLM J. Water oligomers in crystal hydrates: What's news and what isn't? [J]. *Angewandte Chemie International Edition*, 2006, 45(1): 32-36.
- [18] 王恩波, 胡长文, 许林. 多酸化学导论 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1998: 14-18.
- [19] KHAN A. Theoretical studies of large water clusters: $(\text{H}_2\text{O})_{28}$, $(\text{H}_2\text{O})_{29}$, $(\text{H}_2\text{O})_{30}$, and $(\text{H}_2\text{O})_{31}$ hexakaidecahedral structures [J]. *The Journal of Chemical Physics*, 1997, 106(13): 5537-5540.

An Interesting 2D-Infinite Water Layers $\{(\text{H}_2\text{O})_{30}\}_n$ in a New Keggin POMs: $3\text{H}_3[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}] \cdot 6\text{C}_3\text{N}_6\text{H}_6 \cdot 31\text{H}_2\text{O}$

HUANG Shao-chun, LIU Li, ZHANG Yun

(Institute of Materials Physical Chemistry, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

Abstract: An polyoxometalates (POMs) compound $3\text{H}_3[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}] \cdot 6\text{MA} \cdot 31\text{H}_2\text{O}$ (1) (MA = Melamine) has been synthesized by solution evaporation method, which can trapped an infinite 2D water layers. X-ray single-crystal diffraction analysis revealed that the title compound crystallized in the trigonal system P-3 space group with $a = 1.7540(9)$ nm, $b = 1.7540(9)$ nm, $c = 1.3305(3)$ nm, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$, $V = 3.5453(4)$ nm³. The structure of the 2D-infinite water layers $\{(\text{H}_2\text{O})_{30}\}_n$ was induced by the template effect of the Keggin-type POMs anion. The MA molecules filling in the pores enhanced the stability of the water layers. Thermogravimetric, and electrochemical studies have been carried out. The results showed that title compound have good thermal stability and electrochemical properties.

Keywords: Ssupramolecular compound; water clusters; POMs; MA; CV

碳点的制备及其荧光共振能量转移

张煌博, 曹学功, 孙向英

(华侨大学 材料科学与工程学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 以枝状聚乙烯亚胺和柠檬酸为原料,低温熔融法一步合成水溶性的氨基化碳点,碳点在紫外光激发下发出明亮的蓝光.采用傅里叶变换红外光谱和 X 射线粉末衍射仪对其结构进行表征,并研究其与碲化镉量子点在液相和固液界面的荧光共振能量转移.实验结果表明:液相中的荧光共振能量转移效率远大于固液界面的荧光共振能量转移,且能量转移具有一定的限度.

关键词: 碳点;量子点;荧光共振能量转移;纳米

中图分类号: O 657.3

文献标志码: A

碳点作为近几年新发现的一种荧光碳纳米材料,其纳米尺寸一般小于 10 nm,表现出许多优越的光学性能,如光致发光、电化学发光和光诱导电子转移等.同时,与半导体量子点相比,碳点具有化学惰性、低毒性、生物相容性等特性^[1],在环境污染物、生物分子、细胞成像、光催化和光电器件方面已经得到应用.碳点的合成方法主要分为自上而下^[2-4]和自下而上^[5-8]两类.前者是通过物理或化学方法将大块的碳材料由大变小,尺寸直至纳米级别,制备方法有球磨法、氧化法、机械粉碎法等.后者主要是以小尺寸的含碳有机物为碳源由小变大,通过小分子有序或无序的组装结合从而达到一定尺寸大小.这两类方法合成出来的碳点都表现出极好的发光特性.然而,大多数方法需要繁琐的过程或者昂贵的设备支持.因此,研究具有优良综合性能碳点的合成方法仍充满挑战.荧光共振能量转移是指化合物分子受光激发后,分子内部发生了能量供体与能量受体之间的一种能量转移.能量供体必须是一个荧光团,其发射光谱与能量受体的吸收光谱有一定程度的重叠,而能量受体可以是荧光团,也可以是发色团.荧光共振能量转移主要应用在生物医学方面,用于研究活细胞生理条件下蛋白质-蛋白质间相互作用.本文选择柠檬酸为碳源,聚乙烯亚胺为钝化剂,低温下采用熔融法自下而上合成水溶性的氨基化碳点,并考察碳点与碲化镉量子点之间荧光共振能量转移.

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂

1) 仪器:超纯水系统(美国 Millipore 公司);UV-2012PC 型紫外-可见分光光度计(上海尤尼柯仪器有限公司);F-7000 型荧光分光光度计(日本 Hitachi 公司);FT-IR-4800S 型傅里叶变换红外光谱仪(日本 Shimadzu 公司).

2) 试剂:柠檬酸(广东省汕头市西陇化工厂);聚乙烯亚胺(上海市阿拉丁试剂(上海)有限公司);氯化镉、巯基乙酸、硼氢化钾、碲粉(上海国药集团化学试剂有限公司).实验试剂均为分析纯.

1.2 以聚乙烯亚胺为稳定剂的碳点的制备

碳点的制备参照文献[9]合成.将 0.5 g 聚乙烯亚胺和 1.0 g 柠檬酸共同溶解于装有 10 mL 热水的

收稿日期: 2014-04-12

通信作者: 孙向英(1965-),女,教授,主要从事纳米材料自组装与传感的研究. E-mail:sunxy@hqu.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(21275059, 21175049);福建省自然科学基金资助项目(2012J01044, 2011J01049)

25 mL 烧杯中, 搅拌均匀后加热至 180 °C. 等 20 min 后烧杯里的水即将蒸发完, 凝胶由无色变为浅黄色. 为确保凝胶继续加热且没有烤焦, 每次加入 1 mL 蒸馏水, 重复此操作 10 次(在 3 h 内); 凝胶由浅黄色变成橙色时, 表明生成了聚乙烯亚胺稳定的碳点. 将合成的凝胶碳点加入 10 mL 蒸馏水中, 以 0.01 mol · L⁻¹ 盐酸溶液为展开剂, 采用硅胶柱色谱法纯化后于 4 °C 下保存.

1.3 巯基乙酸稳定的碲化镉量子点的制备

水溶性碲化镉(CdTe)量子点的制备参照文献[10-11]合成. 将 0.255 0 g Te 粉和 0.215 8 g KBH₄ 溶解于 5 mL 二次水中, 通入高纯氮气 20 min, 直至变成紫色透明澄清溶液. 密封后冰箱中 4 °C 下反应 8 h, 得到前驱体 KHTe 溶液. 将 0.913 6 g CdCl₂ · 2.5H₂O 和 0.921 2 g 巯基乙酸(TGA)溶解于 100 mL 二次水中, 用 2 mol · L⁻¹ 的 NaOH 溶液调节 pH 值至 9~10, 在氮气保护下迅速加入新配制的 KHTe 溶液并剧烈搅拌, 100 °C 下加热回流 1 h, 即可得到发射波长为 544 nm 的 CdTe 量子点溶液.

1.4 石英基底的预处理

首先, 将 1 cm × 1 cm 的石英玻片依次在铬酸洗液、二次水、无水乙醇中超声清洗 20 min. 然后, 在 Piranha 溶液(H₂O₂(质量分数为 30%)与 H₂SO₄(质量分数为 98%)的体积比为 3 : 7)中超声清洗 30 min. 最后, 在二次水中超声清洗 10 min, N₂ 吹干备用.

1.5 Quartz/PDDA/CdTe SAMs 和 Quartz/PDDA/PSS/CDs SAMs 的制备

将处理后的石英玻片分别置于聚二烯丙基二甲基氯化铵(PDDA)溶液(体积分数为 1%)和聚苯乙烯磺酸钠(PSS)溶液(1 g · mL⁻¹)中组装 1 h, 得前体膜 Quartz/PDDA 和 Quartz/PDDA/PSS. 将 Quartz/PDDA 置于 CdTe QDs 溶液(8 mmol · L⁻¹, 按 Cd²⁺ 浓度计算)中组装 1 h, 得 Quartz/PDDA/CdTe SAMs. 将 Quartz/PDDA/PSS 置于碳点溶液(10 mg · mL⁻¹)组装 2 h, 得 Quartz/PDDA/PSS/CDs SAMs. 每次组装完用二次水清洗, N₂ 吹干后再进行下一层组装.

2 结果与讨论

2.1 氨基化碳点的光谱特征

碳点的光学特性, 如图 1 所示. 由图 1 可知: 碳点具有良好的光致发光特性, 在紫外区间有强吸收, 然后逐渐减弱至可见光区间. 碳点的紫外吸收光谱有两个吸收峰, 分别为 245, 360 nm. 360 nm 是碳点的紫外特征吸收峰, 245 nm 处的紫外吸收峰主要是由于碳点的 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁产生的. 该方法合成的碳点具有对称的激发和发射光谱, 其最大激发波长在 360 nm 处, 最大发射波长在 450 nm 处, 在紫外灯下显现出明亮的蓝色光.

2.2 碳点的红外光谱分析

聚乙烯亚胺和柠檬酸经酰胺键反应得到碳点, 聚乙烯亚胺中氨基功能基团的引入一定程度上使碳点表面的缺陷能带减少, 达到稳定荧光的作用. 碳点红外吸收光谱图, 如图 2 所示. 由图 2 可知: 在 1 708 cm⁻¹ 处出现 -CONH- 的吸收峰; 在 3 437, 1 581 cm⁻¹ 处出现 -NH- 的特征吸收峰; 在 2 830, 2 970 cm⁻¹ 处出现 -CH₂- 的振动吸收峰; 而 1 122 cm⁻¹ 处则出现 -CN- 的特征吸收峰.

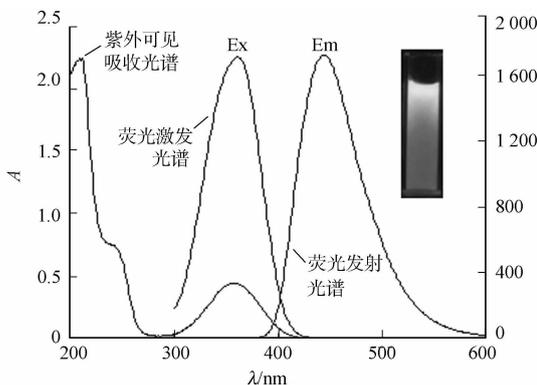


图 1 碳点的光学特性

Fig. 1 Optical properties of CDs

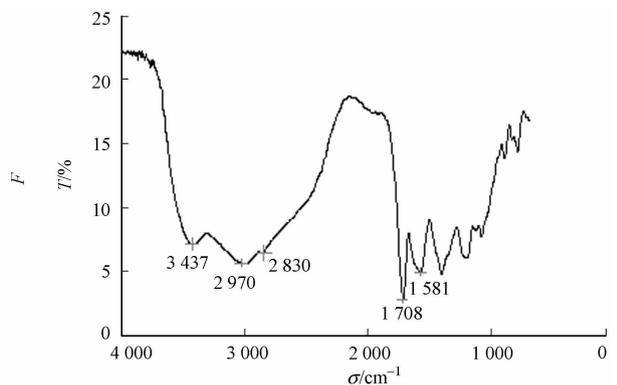


图 2 碳点的红外吸收光谱

Fig. 2 FT-IR spectrum of carbon dots

2.3 碳点 X 射线粉末衍射分析

碳点的 X 射线衍射图,如图 3 所示.由图 3 可知:在 0.42 nm(由布拉格公式得出)中心处有 1 个宽峰,该峰归属于(002)晶面,表明碳点是无定型结构^[9].

2.4 碳点与碲化镉量子点的荧光共振能量转移

发生荧光共振能量转移必须具备 2 个条件^[12-13]:首先,供、受体的激发光谱要足够分开;其次,供体的发射光谱与受体的吸收光谱要重叠. CdTe 量子点是一种良好的电子受体,吸收光谱范围较宽,在紫外区间有强烈吸收,随后逐渐减弱至可见光区间;发射光谱较窄且对称,具有较大的斯托克位移,避免与供体发射光谱重叠.而作为能量供体碳点的发射光谱较宽,增加了与受体吸收光谱的重叠机率.碳点和 CdTe 的光谱,如图 4 所示.由图 4 可知:作为供体的碳点发射光谱和作为受体的 CdTe 量子点的吸收光谱有一定程度的重叠,且 CdTe 和碳点的荧光发射光谱仅有少部分重叠.因此,碳点-CdTe 量子点可以构成荧光共振能量转移.

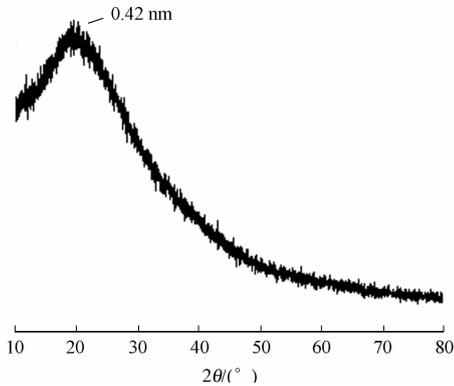


图 3 碳点的 X 射线衍射图

Fig. 3 XRD pattern of carbon dots

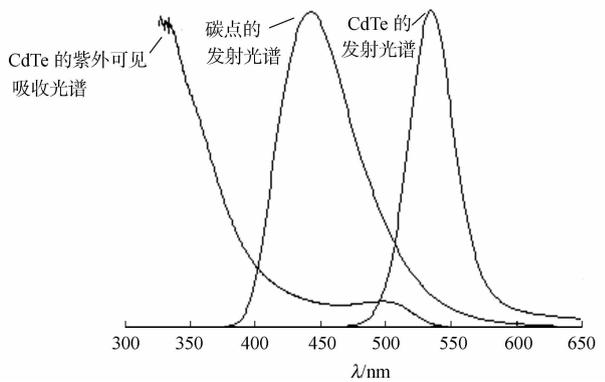


图 4 碳点和 CdTe 的光谱

Fig. 4 Spectra of carbon dots and CdTe

2.4.1 液相荧光共振能量转移现象 取一定量的 CdTe 溶液(受体)置于 10 mL 比色管中,加入不同质量浓度的碳点(供体),或者取一定量的碳点溶液置于 10 mL 比色管中,加入不同浓度的 CdTe 溶液,分别测其荧光光谱.实验证明:碳点与 CdTe 能发生荧光共振能量转移.固定碳点的质量浓度,改变 CdTe 的浓度,碳点在不同浓度碲化镉量子点溶液中的荧光光谱,如图 5 所示.由图 5 可知:随着 CdTe 浓度的增大,其荧光强度逐渐增强,碳点的荧光强度逐渐减弱,因为随着 CdTe 浓度的增加,在同一激发波长下,碳点的能量转移到 CdTe 导致其荧光强度降低.

碲化镉量子点在不同质量浓度碳点溶液中的荧光光谱,如图 6 所示.由图 6 可知:固定 CdTe 浓度,逐渐增加碳点质量浓度,随着碳点质量浓度逐渐增大, CdTe 的荧光强度相应增强,两者之间的峰位移并没有发生明显的变化.以巯基乙酸为稳定剂的 CdTe 表面带有负电荷,而碳点带正电,两者之间通过静电作用结合,使其距离在 1~10 nm 之间.因此,发生荧光共振能量转移.

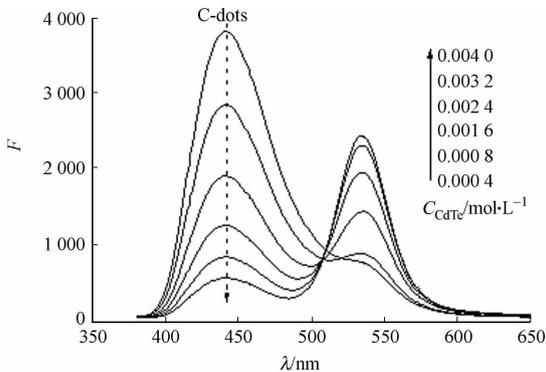


图 5 碳点在不同浓度碲化镉量子点溶液中的荧光光谱

Fig. 5 Fluorescence spectra of carbon dots in CdTe

QDs solution with different concentrations

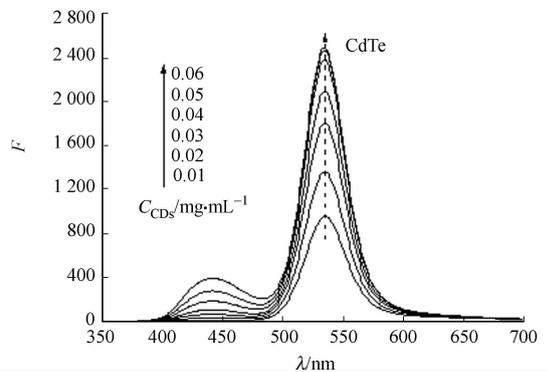


图 6 碲化镉量子点在不同浓度碳点溶液中的荧光光谱

Fig. 6 Fluorescence spectra of CdTe QDs in carbon

dots solution with different concentrations

通过实验还发现:继续增加碳点的质量浓度,CdTe 溶液的荧光强度反而逐渐下降(图 7). 这说明荧光共振能量转移具有一定限度,当溶液中供体的质量浓度过大时,反而会影响到受体的荧光效率.

2.4.2 固液界面的荧光共振能量转移现象 为了进一步证实固液界面也能发生荧光共振能量转移^[14],将 CdTe 溶液组装在石英玻片上构筑 Quartz/PDDA/CdTe 自组装膜,将膜置于碳点溶液中,并改变碳点的质量浓度. 自组装膜 Quartz/PDDA/CdTe 在不同质量浓度碳点溶液中的荧光光谱,如图 8 所示. 由图 8 可知:随着供体质量浓度的增大,受体的荧光强度也随之增强. 与其在液相中相比,增强幅度较小.

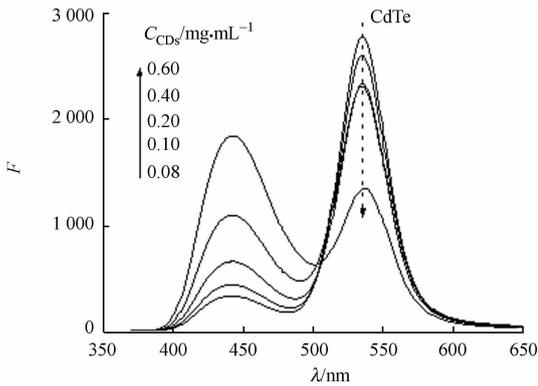


图 7 碲化镉量子点在不同质量浓度碳点溶液中的荧光光谱

Fig. 7 Fluorescence spectra of CdTe QDs in carbon dots solution with different concentrations

同样的,将碳点溶液通过自组装原理构筑 Quartz/PDDA/PSS/CDs 自组装膜,将膜置于 CdTe 溶液中,不断改变 CdTe 的质量浓度,其荧光光谱如图 9 所示. 由图 9 可知:碳点自组装膜的荧光强度逐渐下降,此现象与液相中一致. 这说明在固液界面中,碳点与 CdTe 量子点也能发生荧光共振能量转移.

3 结束语

以柠檬酸为碳源,聚乙烯亚胺为钝化剂,采用熔融法一步合成氨基化碳纳米荧光物质. 该合成方法简单,方便且无需昂贵仪器. 考察碳点作为供体的荧光共振能量转移,研究碳点与碲化镉量子点在液相及固液界面的荧光共振能量转移. 实验结果表明:液相中的荧光共振能量转移效率远大于固液界面的荧光共振能量转移,且能量转移具有一定的限度.

参考文献:

- [1] BAKER S N, BAKER G A. Luminescent carbon nanodots: Emergent nanolights[J]. *Angewandte Chemie International Edition*, 2010, 49(38): 6726-6744.
- [2] YU Shu-jun, KANG Ming-wei, CHANG Huang-cheng, et al. Bright fluorescent nanodiamonds: No photobleaching and low cytotoxicity[J]. *Journal of the American Chemical Society*, 2005, 127(50): 17604-17605.
- [3] SUN Ya-ping, ZHOU Bin, LIN Yi, et al. Quantum-sized carbon dots for bright and colorful photoluminescence[J]. *Journal of the American Chemical Society*, 2006, 128(24): 7756-7757.
- [4] CAO Li, WANG Xin, MEZIANI M J, et al. Carbon dots for multiphoton bioimaging[J]. *Journal of the American*

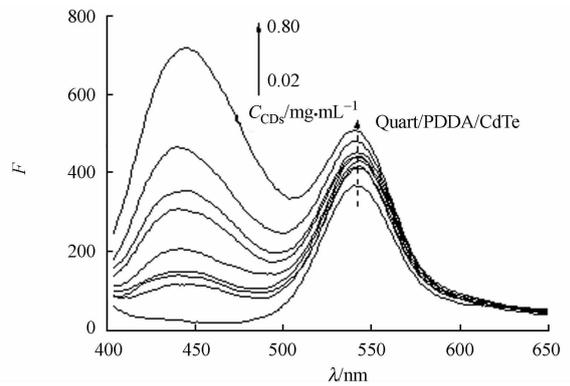


图 8 自组装膜 Quartz/PDDA/CdTe 在不同质量浓度碳点溶液中的荧光光谱

Fig. 8 Fluorescence spectra of Quartz/PDDA/CdTe in carbon dots solution with different concentrations

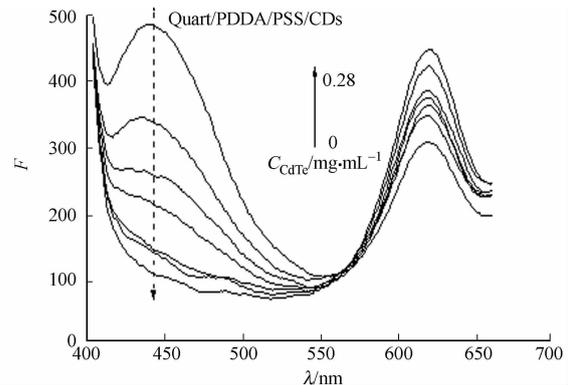


图 9 自组装膜 Quartz/PDDA/PSS/CDs 在不同质量浓度碲化镉量子点溶液中的荧光光谱

Fig. 9 Fluorescence spectra of Quartz/PDDA/PSS/CDs in CdTe QDs solution with different concentrations

- Chemical Society, 2007, 129(37): 11318-11319.
- [5] BOURLINOS A B, STASSINOPOULOS A, ANGLOS D, et al. Surface functionalized carbogenic quantum dots[J]. *Small*, 2008, 4(4): 455-458.
- [6] PENG Hui, TRAVAS-SEJDIC J. Simple aqueous solution route to luminescent carbogenic dots from carbohydrates[J]. *Chemistry of Materials*, 2009, 21(23): 5563-5565.
- [7] LI Hai-tao, HE Xiao-die, LIU Yang, et al. One-step ultrasonic synthesis of water-soluble carbon nanoparticles with excellent photoluminescent properties[J]. *Carbon*, 2011, 49(2): 605-609.
- [8] LIU Rui-li, WU Dong-qing, LIU Shu-hua, et al. An aqueous route to multicolor photoluminescent carbon dots using silica spheres as carriers[J]. *Angewandte Chemie International Edition*, 2009, 121(25): 4668-4671.
- [9] DONG Yong-qiang, WANG Rui-xue, LI Hao, et al. Polyamine-functionalized carbon quantum dots for chemical sensing[J]. *Carbon*, 2012, 50(8): 2810-2815.
- [10] ZHANG Hao, ZHOU Zhen, YANG Bai, et al. The influence of carboxyl groups on the photoluminescence of mercaptopropionic acid-stabilized CdTe nanoparticles[J]. *Journal of Physical Chemistry B*, 2003, 107(1): 8-13.
- [11] ZHANG Hao, WANG Li-ping, XIONG Huang-ming, et al. Hydrothermal synthesis for high-quality CdTe nanocrystals[J]. *Advanced Materials*, 2003, 15(20): 1712-1715.
- [12] MIYAWAKI A, LLOPIS J, HEIM R, et al. Fluorescent indicators for Ca^{2+} based on green fluorescent proteins and calmodulin[J]. *Nature*, 1997, 388(6645): 882-887.
- [13] EVERS T H, MEIJERA E W, MERKX M, et al. Ratiometric detection of Zn(II) using chelating fluorescent protein chimeras[J]. *Journal of Molecular Biology*, 2007, 374(2): 411-425.
- [14] 李聪聪, 孙向英, 杨传孝. 基于石墨烯和量子点自组装膜的能量转移构筑的高灵敏度 DNA 界面荧光传感[J]. *高等学校化学学报*, 2012, 33(7): 1367-1369.

Preparation and Fluorescence Resonance Energy Transfer of Carbon Dots

ZHANG Huang-bo, CAO Xue-gong, SUN Xiang-ying

(College of Material Science and Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

Abstract: Amino-modified carbon dots were synthesized by the low temperature carbonization of citric acid in the presence of branched polyethylenimine in one step. The bright blue emission was observed under the excitation of ultraviolet rays. Fourier transform infrared spectroscopy and X-ray powder diffraction were used to characterize its structure. Meanwhile, the fluorescence resonance energy transfer between amino-modified carbon dots and CdTe QDs in liquid or solid-liquid phase was studied. The results show that fluorescence resonance energy transfer efficiency in liquid is much larger than the solid-liquid phase and it also has a limit.

Keywords: carbon dots; quantum dots; fluorescence resonance energy transfer; nanometer

(责任编辑: 钱筠 英文审校: 熊兴泉)

含 *D*-乙酰氨基葡萄糖和哌嗪的 脲类化合物的合成及表征

刘玮炜^{1,2,3}, 李曲祥², 程峰昌², 张强², 霍云峰¹

(1. 淮海工学院 化学工程学院, 江苏 连云港 222005;

2. 中国矿业大学 化工学院, 江苏 徐州 221116;

3. 江苏省海洋资源开发研究院, 江苏 连云港 222005)

摘要: 以 *D*-氨基葡萄糖盐酸盐为起始原料, 经过羟基的乙酰化保护, 得到 2-氨基-1,3,4,6-四-*O*-乙酰基-2-脱氧- β -*D*-吡喃糖盐酸盐; 然后在三乙胺存在下, 与三光气、哌嗪衍生物“一锅法”反应, 合成 4 种具有代表性的糖基哌嗪物质. 产物结构均经 FT-IR, ¹H NMR 和 HRMS(ESD) 确认.

关键词: 脲类化合物; *D*-氨基葡萄糖; 哌嗪衍生物; 一锅法

中图分类号: O 629.11

文献标志码: A

D-氨基葡萄糖(2-氨基-2-脱氧-*D*-葡萄糖)由甲壳素降解得到, 是人体软骨、韧带和肌腱等组织不可或缺的物质^[1]. 同时, 它参与构建人体透明质酸、肝素, 具有抗分支杆菌^[2]、抗病毒^[3]、抗关节炎^[4]等生理活性. *D*-氨基葡萄糖衍生物在诱导肿瘤细胞分化方面, 也表现出了很好的活性^[5-6]. 罗宣干等^[7]研究发现 *D*-氨基葡萄糖-5-氟脲嘧啶衍生物对人体艾氏腹水癌细胞具有很强的杀伤作用. 另外, 2-氨基-1,3,4,6-四-*O*-乙酰基- β -*D*-吡喃糖是 *D*-氨基葡萄糖的重要衍生物, 在糖化学和糖生物学研究中具有重要的意义^[8-9]. 哌嗪(又名六氢吡嗪、胡椒嗪)是一种重要的医药、农药、染料等的中间体, 且哌嗪衍生物又因具有抗菌^[10]、抗病毒^[11]、抗肿瘤^[12]、抗抑郁^[13]等生物活性而受到人们的广泛关注. 哌嗪结构片段能有效改善药物的水溶性, 增强药物的活性, 广泛出现在一些已经上市的抗革兰氏阴性或阳性菌药物中, 如环丙沙星、诺氟沙星等^[14]. 脲类结构也是一种重要的药效活性基团, 具有抗肿瘤、抗癫痫等^[15]作用. 本文将哌嗪结构引入到氨基葡萄糖的母核上, 采用“一锅法”设计合成出了 4 种含哌嗪基的糖基脲衍生物.

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

1) 仪器: SGW X-4B 显微熔点仪(上海精密科学仪器有限公司, 温度计未校正); Bruker-Avance 型核磁共振仪(400M Hz, DMSO-*d*₆ 为溶剂, TMS 为内标); FT-IR 红外仪器(德国 Bruker 公司, KBr 压片); Agilent 6230 TOF 型质谱仪(美国安捷伦科技有限公司); GF254 型薄层层析硅胶板(青岛海洋化工厂); WFH-203 型三用紫外分析仪(上海精科实业有限公司). 2) 试剂: 所用试剂均为市售分析纯.

1.2 合成反应

1.2.1 2-氨基-1,3,4,6-四-*O*-乙酰基-2-脱氧- β -*D*-吡喃糖盐酸盐的合成^[16-17] 由于 *D*-氨基葡萄糖有多个反应活性中心(-OH 和 -NH₂), 为了实现氨基的选择性反应, 先对 4 个 -OH 进行保护, 本实验采用乙酰化保护. 在 25 °C 条件下, *D*-氨基葡萄糖与茴香醛在水溶液中反应得到白色中间产物希夫碱(产物 1). 产物 1 在吡啶中以乙酸酐为酰化试剂, 于室温下反应 12 h 得到酰化保护的希夫碱产物(产物 2).

收稿日期: 2014-05-16

通信作者: 刘玮炜(1965-), 女, 教授, 主要从事有机合成等方面的研究. E-mail: liuw2007ly@aliyun.com.

基金项目: 江苏省高校自然科学基金研究重大项目(10KJA170003); 江苏省高校科研成果产业化推进项目(JHB2012-60); 江苏省连云港市科技攻关及江苏高校优势学科建设工程基金资助项目(CG1105)

最后,产物 2 在丙酮溶液中经过盐酸水解得到 2-氨基-1,3,4,6-四-O-乙酰基-2-脱氧- β -D-吡喃糖盐酸盐(产物 3)。产物 3 为白色固体,其收率为 75%,熔点为 228~229 °C; IR(KBr), σ/cm^{-1} : 3 476, 2 850, 1 755, 1 373, 1 207, 1 090, 1 047; $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, DMSO- d_6), δ 值: 8.66(s, 3H, NH_3Cl), 5.89(d, $J=8.7$ Hz, 1H, H_1), 5.34(t, $J=9.8$ Hz, 1H, H_2), 4.93(t, $J=9.6$ Hz, 1H, H_3), 4.19(dd, $J=12.4, 4.3$ Hz, 1H, H_4), 4.03(m, 2H, H_5, H_6), 3.59(m, 1H, H_6'), 2.17~1.86(4s, 12H, 4 CH_3)。

1.2.2 N-哌嗪基-N'-(1,3,4,6-四-O-乙酰基-2-脱氧- β -D-吡喃糖)脲的合成通法 在圆底烧瓶中依次加入 0.384 g(1 mmol)产物 3, 15 mL 饱和 NaHCO_3 溶液和 10 mL 的 CH_2Cl_2 , 充分搅拌,在冰水浴条件下加入 0.11 g(0.37 mmol)三光气(BTC),剧烈搅拌 15 min 后,转移至室温;然后加入溶有 1.1 mmol 哌嗪衍生物和 0.5 mL(3.6 mmol)三乙胺的 CH_2Cl_2 溶液, TLC 检测反应, 1~1.5 h 反应毕;分液取有机层,水层用 DCM 萃取(3×10 mL),合并有机相,无水硫酸镁干燥,旋蒸除去溶剂得糖浆,硅胶柱层析(石油醚、乙酸乙酯为洗脱剂),得到目标化合物 4a~4d。

N-(1-苄基哌嗪)-N'-(1,3,4,6-四-O-乙酰基-2-脱氧- β -D-吡喃糖)脲(4a):白色固体,收率为 86%,熔点为 72~73 °C; IR(KBr), σ/cm^{-1} : 3 413, 2 939, 1 755, 1 639, 1 224, 1 076, 905; $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, DMSO- d_6), δ 值: 2.33(dd, 2H, ArCH_2), 3.22(m, 4H, CH_2 , piperazine), 3.45(m, 4H, CH_2 , piperazine), 6.57(d, $J=8.9$ Hz, 1H, NH), 7.4~7.2(M, 5H, ArH), 2.03~1.91(4s, 12H, 4 CH_3), 5.77(d, $J=8.8$ Hz, 1H, H_1), 5.23(t, $J=9.9$ Hz, 1H, H_3), 4.88(t, $J=9.8$ Hz, 1H, H_4), 4.19(dd, 1H, H_6), 4.00~3.86(m, 3H, $\text{H}_2, \text{H}_5, \text{H}_6'$); HRMS(ESI) [Found: m/z 588.195 0($\text{M}+\text{K}$) $^+$, calcd for: $\text{C}_{26}\text{H}_{35}\text{N}_3\text{O}_{10}\text{K}$: $\text{M}+\text{K}$, 588.195 4]。

N-苯基哌嗪-N'-(1,3,4,6-四-O-乙酰基-2-脱氧- β -D-吡喃糖)脲(4b):白色固体,收率为 8%,熔点为 98~99 °C; IR(KBr), σ/cm^{-1} : 3 424, 2 962, 1 746, 1 652, 1 219, 1 079, 917; $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, DMSO- d_6), δ 值: 3.02(m, 4H, CH_2 , piperazine), 3.39(m, 4H, CH_2 , piperazine), 6.73(d, $J=8.9$ Hz, 1H, NH), 6.8(t, 1H, ArH), 6.95(d, 2H, ArH), 7.22(dd, 2H, ArH), 2.03~1.89(4s, 12H, 4 CH_3), 5.81(d, $J=8.8$ Hz, 1H, H_1), 5.26(t, $J=9.9$ Hz, 1H, H_3), 4.89(t, $J=9.8$ Hz, 1H, H_4), 4.2(dd, 1H, H_6), 3.99~3.89(m, 3H, $\text{H}_2, \text{H}_5, \text{H}_6'$); HRMS(ESI) [Found: m/z 574.178 9($\text{M}+\text{K}$) $^+$, calcd for: $\text{C}_{25}\text{H}_{33}\text{N}_3\text{O}_{10}\text{K}$: $\text{M}+\text{K}$, 574.179 8]。

N-(2-吡啶基哌嗪)-N'-(1,3,4,6-四-O-乙酰基-2-脱氧- β -D-吡喃糖)脲(4c):白色固体,收率为 76%,熔点为 65~66 °C; IR(KBr), σ/cm^{-1} : 3411, 2 959, 1 755, 1 641, 1 238, 1 075, 904; $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, DMSO- d_6), δ 值: 3.53~3.37(m, 8H, CH_2 , piperazine), 6.71(d, $J=9.0$ Hz, 1H, NH), 6.66(m, 1H, pyridine), 6.84(d, 1H, pyridine), 7.54(m, 1H, pyridine), 8.11(dd, 1H, pyridine), 2.03~1.90(4s, 12H, 4 CH_3), 5.80(d, $J=12.2$ Hz, 1H, H_1), 5.27(t, $J=9.9$ Hz, 1H, H_3), 4.88(dd, $J=19.3$ Hz, 9.5 Hz, 1H, H_4), 4.2(dd, 1H, H_6), 4.00~3.90(m, 3H, $\text{H}_2, \text{H}_5, \text{H}_6'$); HRMS(ESI) [Found: m/z 575.175 4($\text{M}+\text{K}$) $^+$, calcd for: $\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{N}_4\text{O}_{10}\text{K}$: $\text{M}+\text{K}$, 575.175 0]。

N-(4-(1-环丙基-3-羧基-6-氟-4-氧代-哌嗪))-N'-(1,3,4,6-四-O-乙酰基-2-脱氧- β -D-吡喃糖)脲(4d):白色固体,收率为 72%,熔点为 216~217 °C; IR(KBr), σ/cm^{-1} : 3 331, 2 955, 1 750, 1 638, 1 229, 1 074, 892; $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, DMSO- d_6), δ 值: 1.20(t, 2H, CH_2 , cyclopropyl), 1.30(t, 2H, CH_2 , cyclopropyl), 2.99(m, 4H, CH_2 , piperazine), 3.46(m, 4H, CH_2 , piperazine), 3.86(tt, 1H, CH, cyclopropyl), 6.81(d, $J=8.8$ Hz, 1H, NH), 7.89(s, 1H, ArH), 8.35(s, 1H, ArH), 8.69(s, 1H, CH), 14.88(s, 1H, $-\text{COOH}$), 2.10~1.99(4s, 12H, 4 CH_3), 5.84(d, $J=8.8$ Hz, 1H, H_1), 5.54(d, $J=8.4$ Hz, 1H, H_3), 5.32(d, $J=9.7$ Hz, 1H, H_4), 5.04(t, 1H, H_6), 4.22~3.90(m, 3H, $\text{H}_2, \text{H}_5, \text{H}_6'$); HRMS(ESI) [Found: m/z 743.197 4($\text{M}+\text{K}$) $^+$, calcd for $\text{C}_{25}\text{H}_{31}\text{N}_5\text{O}_{10}\text{FK}$: $\text{M}+\text{K}$, 743.197 3]。

2 结果与讨论

2.1 反应条件的初步选择

实验发现,原料配比与反应温度对目标化合物 4a~4d 的收率均有影响。因而,实验以目标化合物 4a 为例考察了摩尔比与温度对反应的影响,在固定反应时间、固体光气和三乙胺用量,在二氯甲烷/饱

和碳酸氢钠两相溶液中,通过改变产物 3 与苄基哌嗪(II a)的摩尔比($n(3) : n(\text{II a})$)或反应温度(t),以合成目标产物的收率(η)作为评判标准,结果如见表 1,2 所示.

由表 1 可知:当 $n(3) : n(\text{II a})$ 为 1 : 1.1 时,收率达到最佳值 86%,提高摩尔比收率不在变化.由表 2 可知:随着反应温度的升高,收率提高,在 25 °C 达到最佳;随后继续升温,收率下降. TLC 发现副产物增加,可能是糖基异氰酸酯自身发生聚合,生成了对称的糖基脲.综上所述,当 $n(3) : n(\text{II a}) = 1 : 1.1$,反应温度 25 °C 为最佳反应条件.

表 1 原料摩尔比对目标化合物 4a 收率的影响

Tab.1 Effect of mole ratio on the yield of 4a

$n(3) : n(\text{II a})$	1 : 0.9	1 : 1	1 : 1.1	1 : 1.2	1 : 1.3
$\eta/\%$	58	75	86	86	86

表 2 反应温度对目标化合物 4a 收率的影响

Tab.2 Effect of reaction temperature on the yield of 4a

$t/^\circ\text{C}$	-10	0	25	30	40
$\eta/\%$	52	65	86	82	63

2.2 化合物的合成

在目标化合物 4a~4d 的合成过程中,*D*-乙酰氨基葡萄糖先与 BTC 反应生成糖基异氰酸酯中间体.由于其具有很强的亲电性,易于与质子性溶剂结合生成副产物,故采用非质子性溶剂.另外,糖基异氰酸酯不易提纯且易变质,采用“一锅法”避免了这些问题,同时简化了反应操作步骤和后处理方法.

实验在哌嗪种类选择方面,选取了具有代表性的脂肪族哌嗪、芳香族哌嗪、杂环哌嗪和市售的原料药环丙沙星.实验发现:在目标化合物 4d 的合成过程中,当在最佳摩尔比和反应温度下,反应进行 5 h 后,仍有大量原料;经过探索加入催化量的三乙胺后,反应时间大大缩短,1.5 h 反应完全,可能是由于环丙沙星分子结构中唑啉酮环的位阻较大所导致.在目标化合物 4a~4c 合成过程中,在加入三乙胺后,反应时间也有较大缩短.因而,实验选择三乙胺做为催化剂.

2.3 化合物谱图分析

FT-IR 图谱中,目标化合物 4a~4d 均在 3 331~3 424 cm^{-1} 出现吸收峰,为 N-H 伸缩振动吸收峰;在 2 960 cm^{-1} 附近出现吸收峰,为乙酰基上甲基的伸缩振动吸收峰;在 1 650 cm^{-1} 左右出现吸收峰,为酰胺键上的 C=O 伸缩振动吸收峰;在 1 750 cm^{-1} 附近出现很强的吸收峰,为乙酰基上 C=O 的伸缩振动吸收峰;在 910 cm^{-1} 左右出现吸收峰,则说明糖环为 β -构型.

^1H NMR 中,目标化合物 4a~4d 在 2.00 附近出现了 4 个单峰(共 12 个 H)为乙酰基上氢的特征吸收;在 3.86~5.84 出现多重峰为糖环上的氢的特征吸收,糖环上 $\text{C}_1\text{-H}$ 由于受到 N, O 的去屏蔽作用,化学位移向低场移动,并且受到 $\text{C}_2\text{-H}$ 和 N-H 的耦合,裂分为二重峰,其耦合常数 $J = 8.8 \sim 12.2$ Hz,说明这些化合物均为 β -构型;在 6.57~6.81 出现一个双峰为与糖环相连 N-H 的特征吸收;哌嗪环上 8 个 H 呈现多重峰,在 2.99~3.53 是其特征吸收峰.

HRMS(ESI)中,所有目标化合物的准分子离子峰均以基峰的形式出现.这说明此类化合物都比较稳定,并且都给出了 $(\text{M}+\text{K})^+$ 峰,也说明了此类物质易与金属离子结合.

3 结束语

文中以酰化氨基葡萄糖、三光气、哌嗪衍生物三组分一锅法,设计合成了 4 种糖基哌嗪脲化合物,产物结构均为 β -构型.该方法高产、高效合成了目标产物且底物使用范围较广;同时实验初步探讨了最佳反应条件,也为糖基哌嗪基脲类化合物的药物活性的筛选提供了几个试样.

参考文献:

- [1] VARKI A, CUMMINGS D C, ESKO J D, et al. Essentials of glycobiology[M]. 2nd ed. New York: Cold Spring Harbor Laboratory Press, 2009: 47-61.
- [2] TEWARI N, TIWARI K, MISHRA R C, et al. Synthesis and bioevaluation of glycosyl ureas as α -glucosidase inhibitors and their effect on mycobacterium[J]. Bioorganic & Medicinal Chemistry, 2003, 11(13): 2911-2922.
- [3] VELAZQUEZ S, CHAMORRO C, PEREZ M J, et al. Abasic analogues of TSAO-T as the first sugar derivatives that specifically inhibit HIV-1 reverse transcriptase[J]. Journal of Medicinal Chemistry, 1998, 41(23): 4636-4647.

- [4] MCALINDON T E, LAVALLEY M P, GULIN J P, et al. Glucosamine and chondroitin for treatment of osteoarthritis: A systematic quality assessment and meta-analysis[J]. The Journal of the American Medical Association, 2000, 283(11):1469-1475.
- [5] QUASTEL J H. Inhibition of tumour growth by *D*-glucosamine[J]. Nature, 1953, 171(4345):252-254.
- [6] BEKIES J, TELG, WINZLER R J. Inhibitory effects of *D*-glucosamine on the growth of Walker 256 carcinosarcoma and on protein, RNA, and DNA synthesis[J]. Cancer Research, 1970, 30(12):2905-2912.
- [7] 罗宣干, 卓仁禧. 5-氟脲嘧啶的 *D*-氨基葡萄糖衍生物的合成及其抗肿瘤活性研究[J]. 高等学校化学学报, 1996, 17(9):1416-1420.
- [8] RITTER T K, WONG C H. Synthesis of *N*-acetylglucosamine thiazoline/lipid II hybrids[J]. Tetrahedron Letters, 2001, 42(4):615-618.
- [9] TOURNAIRE-ARELLANO C, YOUNES-EL HAGE S, VALESPO, et al. Synthesis and biological evaluation of ureido and thioureido derivatives of 2-amino-2-deoxy-*D*-glucose and related aminoalcohols as *N*-acetyl- β -*D*-hexosaminidase inhibitors[J]. Carbohydrate Research, 1998, 314(1):47-63.
- [10] CHAUDHARY P, KUMAR R, VERMA A K, et al. Synthesis and antimicrobial activity of *N*-alkyl and *N*-aryl piperazine derivatives[J]. Bioorganic & Medicinal Chemistry, 2006, 14(6):1819-1826.
- [11] DOUD, HE G, MANDADAPU S R, et al. Inhibition of noroviruses by piperazine derivatives[J]. Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters, 2012, 22(1):377-379.
- [12] CAO Sheng-li, HAN Ye, YUAN Chang-zheng, et al. Synthesis and antiproliferative activity of 4-substituted *D*-piperazine-1-carbodithioate derivatives of 2,4-diaminoquinazoline[J]. European Journal of Medicinal Chemistry, 2013, 64:401-409.
- [13] CHEN K X, LI Z G, XIE H Y, et al. Quantitative structure-activity relationship analysis of aryl alkanol piperazine derivatives with antidepressant activities[J]. European Journal of Medicinal Chemistry, 2009, 44(11):4367-4375.
- [14] FOROUMADI A, EMAMI S, MEHNI M, et al. Synthesis and antibacterial activity of *N*-[2-(5-bromothiophen-2-yl)-2-oxoethyl] and *N*-[(2-(5-bromothiophen-2-yl)-2-oxoethyl)] derivatives of piperazinyl quinolones[J]. Bioorganic and Medicinal Chemistry Letters, 2005, 15(20):4536-4539.
- [15] PACCHIANO F, CRTA F, MCDONALD P C, et al. Ureido-substituted benzenesulfonamides potently inhibit carbonic anhydrase IX and show antimetastatic activity in a model of breast cancer metastasis[J]. Journal of Medicinal Chemistry, 2011, 54(6):1896-1902.
- [16] 尹学琼, 黄建, 于长江, 等. *D*-氨基葡萄糖 Schiff 碱的制备及抑制真菌性能研究[J]. 化学试剂, 2010, 32(11):961-964.
- [17] 刘玮伟, 吴杨全, 龚峰, 等. *N*-硝基苯甲酰基-1,3,4,6-四-*O*-乙酰基-2-脱氧- β -*D*-氨基葡萄糖的合成与表征[J]. 华侨大学学报:自然科学版, 2013, 34(1):56-58.

Synthesis and Characterization of Urea Derivatives Containing *D*-Acetylglucosamine and Piperazine

LIU Wei-wei^{1,2,3}, LI Qu-xiang², CHENG Feng-chang²,
ZHANG Qiang², HUO Yun-feng¹

(1. Department of Chemical Engineering, Huaihai Institute of Technology, Lianyungang 222005, China;

2. Department of Chemical Engineering, China University of Mining and Technology, Xuzhou 221116, China;

3. Jiangsu Institute of Marine Resources, Lianyungang 222005, China)

Abstract: 2-Amino-1,3,4,6-tetra-*O*-acetyl-2-deoxy- β -*D*-glucopyranose was synthesized by acetylation of hydroxy groups with *D*-glucosamine as starting material. Under the catalysis of triethylamine, four representative glycosylpiperazines were obtained via one-pot reaction of acetylglucosamine, triphosgene and piperazine derivatives. The products were confirmed by FT-IR, ¹H NMR and HRMS(ESI).

Keywords: urea compounds; *D*-glucosamine; piperazine derivatives; one pot

阿魏酸酯酶酶化发酵饲料制备及其对肉鸡养分利用率的影响

王林林, 陈云华, 陈培钦, 李夏兰

(华侨大学 化工学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 为了降低饲料中抗营养因子,提高饲料转化率,研究阿魏酸酯酶酶化发酵饲料的制备及其对肉鸡养分利用率的影响.通过正交实验得到发酵饲料较优配方(质量分数):菌柄干物质为 12%,玉米蛋白饲料为 26%,棕榈仁粕为 11%,谷壳粉为 16%,瓜尔豆粕为 5%,玉米粉为 5%,糖蜜为 0.3%,益生菌为 0.1%,发酵饲料中粗蛋白为 22.48%.相对于基础日粮,酶化发酵饲料对肉鸡的干物质、粗灰分、粗蛋白、中性洗涤纤维、酸性洗涤纤维及酸性洗涤木质素的利用率分别提高 5.59%,38.31%,10.36%,16.52%,29.25%,18.99%,且肉鸡对酶化发酵饲料养分利用率比普通发酵饲料高.

关键词: 阿魏酸酯酶; 发酵饲料; 抗营养因子; 养分利用率; 肉鸡

中图分类号: Q 55

文献标志码: A

在家禽饲养上,玉米是主要的能量饲料.随着我国养禽业规模迅速扩大,对饲料原料的需求日益增加,人们将工农业的废弃物,如麦糟、苹果渣、菌糠作为玉米的替代品.然而,这类饲料原料在家禽日粮中质量分数过高会造成饲料利用率差、家禽生长不良以及环境污染等问题,从而限制了这类饲料原料在家禽日粮中的广泛应用^[1].这主要与木质纤维原料中的抗营养因子非淀粉多糖(non-starch polysaccharides, NSP)有关^[2].NSP 增加消化道食糜粘性,影响消化道生理及形态,影响肠道菌群,从而阻碍营养物质消化吸收,降低饲料的转化率^[3].发酵饲料可提高饲料的适口性,产生大量的活性益生菌,调节畜禽机体胃肠道益生菌平衡,并提高消化酶活性,促进饲料的消化、吸收和利用^[4].聚糖酶、纤维素酶、木糖苷酶等在饲料中的应用报道较多^[5-6],但关于阿魏酸酯酶(EC 3.1.1.73, feruloyl esterase, FAE)在饲料中的应用报道较少.课题组研究发现:FAE 与木聚糖酶存在协同作用,能提高麦糟中阿魏酸(4-羟基-3-甲氧基肉桂酸, ferulic acid, FA)及低聚木糖(xylooligosaccharides, XOS)的释放量,有利于麦糟的降解.在优化工艺条件下,木聚糖酶和 FAE 共同作用于植物细胞壁,FA 释放量最高可达 $0.97 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (干麦糟),XOS 的释放量为 $161 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (干麦糟)^[7].本文报道 FAE 酶化发酵饲料的制备,及肉鸡饲喂 FAE 酶化发酵饲料时其养分的利用率.

1 材料与实验方法

1.1 实验设计

选用 20 日龄黄脚麻鸡,实验前称质量,将肉鸡分为 4 组,每组 5 个重复,每个重复 9 只鸡.实验组 1 为对照组,基础日粮中添加质量分数为 10%的菌柄;实验组 2 在基础日粮中添加质量分数为 10%的普通发酵饲料(仅添加益生菌剂发酵);实验组 3 在基础日粮中添加质量分数为 10%的 FAE 酶化饲料(仅添加 FAE 酶化);实验组 4 在基础日粮中添加 10%的酶化发酵饲料(添加益生菌剂发酵及 FAE 酶化).采用地面平养方式饲养,全天光照,每天饲喂 3 次,自由采食、饮水,定时对鸡舍进行消毒清扫(每周 2

次),实验时间为25 d,光照,每天饲喂3次,自由采食、饮水,定时对鸡舍进行消毒清扫(每周2次),实验时间为25 d,按正常肉鸡免疫程序进行免疫.肉鸡基础日粮标准参照NY/T 33—2004《鸡饲养标准》中肉鸡营养需要配制^[8],如表1所示.表1中: w 为质量分数;预混料由福建省厦门市百穗行科技有限公司提供;代谢能为计算值.

表1 肉鸡基础日粮组成及营养水平

Tab.1 Composition and nutrient levels of basal diets (air-dry basis)

原料	玉米	豆粕	次粉	麦麸	大豆油	玉米蛋白粉	预混料	合计	
$w/\%$	56.30	20.00	5.00	7.00	1.70	5.00	5.00	100	
营养水平	代谢能	粗蛋白	钙	总磷	有效磷	赖氨酸	蛋氨酸+胱氨酸	苏氨酸	色氨酸
$w/\%$	12.34	19.00	0.95	0.63	0.44	1.00	0.80	0.68	0.18

1.2 实验材料

1.2.1 主要器材 酵母粉(英国OXOID公司);麦糟(福建省厦门市青岛啤酒厂);麦麸(福建省厦门市海嘉面粉有限公司);蛋白胨(广东省环凯生物科技有限公司);葡萄糖(广东省汕头市西陇化工厂);硫酸(国药集团化学试剂有限公司);无水乙醇(广东省汕头市西陇化工厂);盐酸(上海试剂二厂);超滤膜包Vivaflow 200(MWCO 30 KD)(北京市赛多利斯仪器有限公司);发酵袋(河南省郑州市百益宝生物科技有限公司).

1.2.2 发酵饲料原料及益生菌 玉米蛋白饲料(山东省滨州市海星饲料厂);瓜尔豆粕(山东省青岛市广饶六合化工有限公司);棕榈仁粕(辽宁省大连市铁达国际贸易有限公司);预混料(福建省厦门市百穗行科技有限公司);宝来利来发酵剂(山东省宝来利来生物工程公司);杏鲍菇菌柄(福建省嘉胜集团大建饲料有限公司).

1.2.3 鸡苗 黄脚麻鸡(福建省厦门市五显镇三秀种禽厂).

1.2.4 肉鸡喂养实验地点和时间 福建省厦门市集美区仙灵旗农庄,实验时间为2013年4—5月.

1.3 实验方法

1.3.1 阿魏酸酯酶粗酶液的制备 1)菌种:黑曲霉,实验室自行筛选并保藏.2)种子培养基:马铃薯葡萄糖琼脂(PDA)培养基,36℃,200 r·min⁻¹培养2 d^[9].3)发酵培养基:麦糟晒干粉碎过100目筛,麦麸烘干粉碎过100目筛,麦糟、麦麸以1:4质量比加入白瓷盘中并按1:1.5的质量比添加营养盐溶液,混匀,121℃灭菌30 min,接种1.5 mL菌液,36℃培养6 d.4)营养盐溶液:2 g蛋白胨,4 g酵母粉,1.52 g NaH₂PO₄·2H₂O,1 g KH₂PO₄,0.3 g CaCl₂,0.3 g MgSO₄·7H₂O,31.4 g Na₂HPO₄·12H₂O,15.6 g Na₂HPO₄·2H₂O,用蒸馏水定容至1 L.5)制备方法:发酵料中加入8倍体积的蒸馏水,33℃,180 r·min⁻¹中抽提2.5 h,静置,用八层纱布过滤,得滤液.滤液在进口压力为0.1 MPa,流速为200 mL·min⁻¹及20℃下超滤浓缩,得粗酶液.

1.3.2 粗蛋白质量分数测定 参照GB/T 6432—1994《饲料中粗蛋白测定方法》^[10]分析.

1.3.3 粗灰分质量分数测定 参照GB/T 6438—2007《饲料中粗灰分的测定》^[11]分析.

1.3.4 发酵饲料感官鉴定 发酵饲料感官品质根据中国农业科学院畜牧业研究所提出的《饲料感观品质鉴定标准》^[12]评定.

1.3.5 中性洗涤纤维、酸性洗涤纤维和酸性洗涤木质素测定 中性洗涤纤维(NDF)可参照GB/T 20806—2006《饲料中性洗涤纤维的测定》^[13]分析;酸性洗涤纤维(ADF)参照NY/T 1459—2007《饲料中酸性洗涤纤维的测定》^[14]分析;酸性洗涤木质素(ADL)参照GB/T 20805—2006《饲料中酸性洗涤木质素的测定》^[15]分析.

1.3.6 发酵饲料制备 将发酵原料、益生菌、FAE粗酶液及糖蜜,搅拌均匀,装入发酵袋中,每袋质量为1 kg,室温自然发酵7 d,定时采样检测.

1.3.7 发酵饲料配方的优化 选用发酵饲料中的四因素,各因素选择三水平,根据正交实验表设计实验.以发酵7 d的总蛋白为目标函数进行极差R分析,确定优化配方.

1.3.8 养分利用率测定 挑选生长状况良好、重量相近的肉鸡作为实验对象,每组5个平行,每个平行3只,定时喂养相应饲料,自由饮水.收集41~45日龄肉鸡的排泄物,挑出杂物65℃烘干后,室温回潮

24 h,粉碎过 65 目筛.实验结果采用 SPSS 19.0 软件的 ANOVA 进行方差分析,Duncan 法进行多重比较,各组数据以平均数±标准差(mean±SE)表示.

2 实验结果与讨论

2.1 发酵饲料配方优化

2.1.2 发酵配方优化实验 正交实验设计表及其实验结果,如表 2 所示.表 2 中: $w_1 \sim w_4$ 分别为菌柄干物质、玉米蛋白饲料、棕榈仁粕、谷壳粉的质量分数; w_5 为 4 种物质的质量分数总和; w_6 为粗蛋白的质量分数.

表 2 正交实验设计及结果
Tab.2 Result of orthogonal experiment

实验组	因素				w_5	w_6
	A (w_1)	B (w_2)	C (w_3)	D (w_4)		
1	10.00	20.00	8.00	16.00	54	21.01
2	10.00	23.00	11.00	18.00	62	21.87
3	10.00	26.00	14.00	20.00	70	21.40
4	11.00	20.00	11.00	20.00	62	17.77
5	11.00	23.00	14.00	16.00	64	21.95
6	11.00	26.00	8.00	18.00	63	21.79
7	12.00	20.00	14.00	18.00	64	22.17
8	12.00	23.00	8.00	20.00	63	21.67
9	12.00	26.00	11.00	16.00	65	22.48
I	21.43	20.48	21.49	21.81	—	—
II	20.50	21.83	20.71	22.11	—	—
III	22.27	21.89	22.01	0.28	—	—
R	1.77	1.41	1.30	1.83	—	—

经极差 R 分析,发酵原料中菌柄干物质、玉米蛋白饲料、棕榈仁粕、谷壳粉四因素对发酵效果的影响大小为谷壳粉>菌柄干物质>玉米蛋白饲料>棕榈仁粕,说明谷壳粉的添加量是影响饲料发酵的关键因素.在实验结果测定中,发酵饲料粗蛋白质量分数最高的组合为第 9 实验组.

2.1.3 饲料感官评定 对表 2 中各实验组的饲料进行感官评定,如表 3 所示.表 3 中: N 为天数.

表 3 正交实验中各组饲料感官评定
Tab.3 Sensory evaluation of feeds

N/d	实验组								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	酸味较淡								
	淡黄色								
2	酒味淡								
	淡黄变暗								
3	酒味重								
	淡黄色								
4	酒味浓重	酒味淡	酒味淡						
	淡黄色	淡黄色	淡黄色	淡黄色	淡黄色	淡黄色	褐色	金黄色	淡黄色
5	酸味较淡	酸味较淡	酸味较淡	酸味较淡	酸味较淡	香味淡	酸味	香味淡	香味淡
	淡黄色	淡黄色	淡黄色	褐色	黄褐色	淡黄色	褐色	金黄色	金黄色
6	酒味	酒味淡	酒味淡	酒味淡	酒味淡	香味淡	酸味	香味淡	酒味淡
	淡黄色	淡黄色	淡黄色	褐色	淡黄色	金黄色	褐色	金黄色	金黄色
7	酒味淡	酒味淡	酒味淡	酸味较淡	酒味淡	酒味淡	酸味较重	香味淡	香味淡
	淡黄色	淡黄色	淡黄色	褐色	淡黄色	亮黄色	深褐色	金黄色	金黄色

在发酵第 7 d,第 8 组和第 9 组饲料颜色呈金黄色,且有淡香气味,发酵饲料感观较好.其中:酸味可

能是产生酸性物质,如乳酸等物质,香味可能是产生了如酯类、酚类等物质,酒味是由于发酵产生乙醇。结合节 2.1.2 实验结果,选用第 9 组为发酵培养基优化的结果。

2.2 发酵饲料对肉鸡养分利用率的影响

2.2.1 发酵饲料对物质利用率影响 发酵饲料对中性洗涤纤维利用率(η_{NDF})的影响,如图 1 所示。由图 1 可知:4 个实验组中 NDF 利用率都呈上升趋势,酶化发酵饲料中 NDF 利用率最大,肉鸡第 45 日龄达到 37.41%,效果最明显;其次为普通发酵饲料和 FAE 酶化饲料,分别为 36.9%,34.79%;基础日粮利用率最小为 31.3%。这是因为酶化发酵饲料中含有益生菌分泌的木聚糖酶和 FAE,共同促进 NDF 的降解,而其他组饲料只有单独添加的益生菌或 FAE,导致木聚糖酶和 FAE 的协同作用弱,导致 NDF 利用率不如酶化发酵饲料。

发酵饲料对酸性洗涤纤维利用率(η_{ADF})的影响,如图 2 所示。由图 2 可知:4 个实验组 ADF 利用率均有提升趋势,酶化发酵饲料、普通发酵饲料、FAE 酶化饲料及基础日粮中 ADF 利用率在肉鸡 45 日龄分别为 52.85%,50.12%,42.56%,42.3%。因未有益生菌和 FAE,导致基础日粮中 ADF 利用率最低。

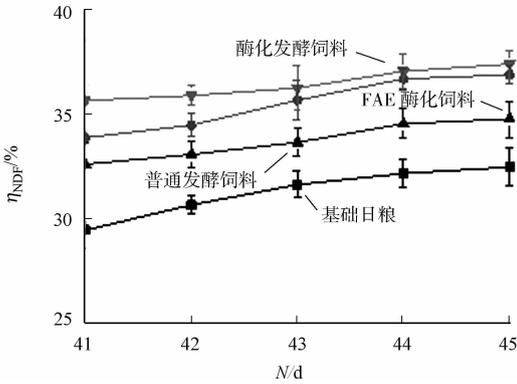


图 1 发酵饲料对 NDF 利用率的影响

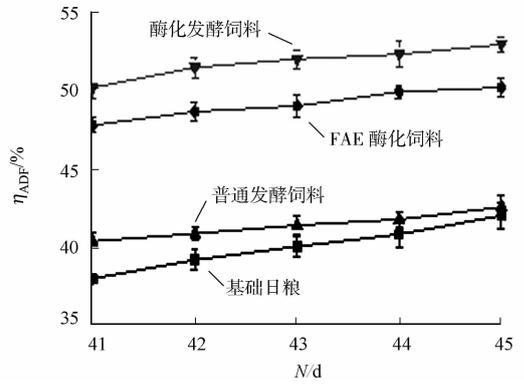


图 2 发酵饲料对 ADF 利用率的影响

Fig. 1 Effect of fermented feed on NDF's utilization

Fig. 2 Effect of fermented feed on ADF's utilization

发酵饲料对酸性洗涤木质素利用率(η_{ADL})的影响,如图 3 所示。由图 3 可知:4 个实验组 ADL 利用率均有提升趋势,肉鸡第 45 日龄,酶化发酵饲料中 ADL 利用率最高达 63.87%,基础日粮利用率最低为 53.59%。FAE 能协同益生菌产生的木质纤维降解酶降解木质纤维,降低 ADL 的质量分数。

发酵饲料对蛋白质利用率(η_C)的影响,如图 4 所示。由图 4 可知:4 个实验组粗蛋白利用率均有提升趋势,在第 45 日龄肉鸡中酶化发酵饲料中粗蛋白利用率最高为 70.21%,表明该组肉鸡对粗蛋白吸收较好;其次为普通发酵饲料和 FAE 酶化饲料,分别为 66.07%,64.50%;基础日粮的利用率最小为 63.70%。由于酶化发酵饲料中含有的益生菌分泌的蛋白酶,且发酵过程产生了低聚木糖,低聚木糖又有利于益生菌的增殖,使得粗蛋白更易被肉鸡利用。

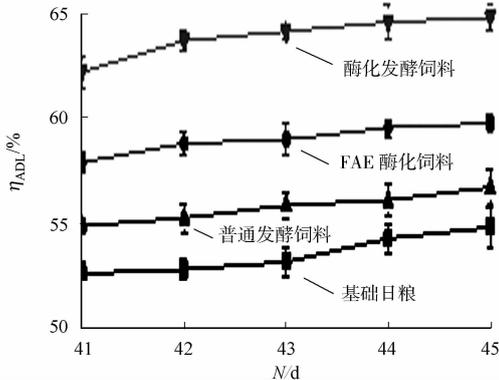


图 3 发酵饲料对 ADL 利用率的影响

Fig. 3 Effect of fermented feed on ADL's utilization

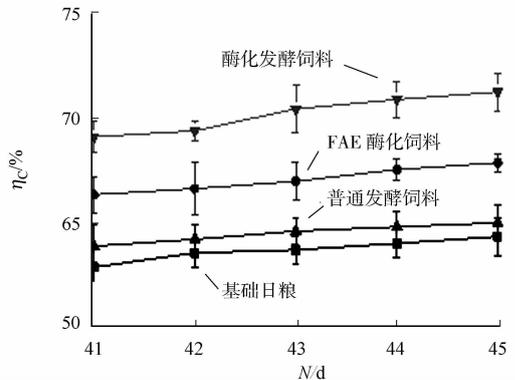


图 4 发酵饲料对蛋白质利用率的影响

Fig. 4 Effect of fermented feed on protein's utilization

2.2.2 发酵饲料的养分利用率 按四分法取若干饲料样品和粪便样品,经处理后,测定各养分利用率结果,如表4所示。表4中:同一行所列数据,小写字母完全不同者差异具有统计学意义($P<0.05$)。

由表4可知:与基础日粮相比,FAE酶化饲料、普通发酵饲料和酶化发酵饲料均有提高干物质利用率的趋势,分别提高了3.62%,1.79%,5.59%,效果较为明显,差异具有统计学意义($P<0.05$);而对于粗灰分,FAE酶化饲料、普通发酵饲料和酶化发酵饲料相对于基础日粮提高21.43%,8.44%,38.31%,差异具有统计学意义($P<0.05$);粗蛋白利用率方面,FAE酶化饲料、普通发酵饲料和酶化发酵饲料则分别提高了5.29%,1.41%,10.36%,差异具有统计学意义($P<0.05$)。实验结果与杨道秀等^[16]将FAE及商品饲料酶——“溢多酶”(主要含木聚糖酶、纤维素酶、淀粉酶等)添加入饲料中,试制酶化饲料饲喂肉鸡的结果类似,但本实验结果因发酵过程产生蛋白酶,其粗蛋白利用相对率较高。

表4 各饲料养分利用率的实验结果

Tab.4 Fermented feed on the impact of nutrient utilization

%

指标	组别			
	基础日粮	FAE酶化饲料	普通发酵饲料	酶化发酵饲料
干物质	71.04 ^b ±2.02	73.61 ^{ab} ±0.60	72.31 ^{ab} ±1.80	75.01 ^a ±0.92
粗蛋白	63.70 ^c ±0.92	67.07 ^b ±3.41	64.60 ^c ±0.87	70.30 ^a ±1.22
粗灰分	15.40 ^c ±0.89	18.70 ^b ±1.32	16.70 ^c ±0.45	21.30 ^a ±1.30
NDF	31.30 ^b ±2.44	35.50 ^{ab} ±0.90	33.70 ^{ab} ±0.40	36.47 ^a ±2.70
ADF	40.00 ^b ±1.80	49.00 ^a ±2.00	41.40 ^b ±1.50	51.70 ^a ±0.30
ADL	53.70 ^d ±1.13	59.00 ^b ±0.80	55.90 ^c ±0.85	63.90 ^a ±1.42

由表4还可知:FAE酶化饲料、普通发酵饲料和酶化发酵饲料均能提高NDF利用率,与基础日粮相比分别提高13.42%,7.67%,16.52%,差异具有统计学意义($P<0.05$);添加FAE酶化饲料,普通发酵饲料和酶化发酵饲料均能提高ADF利用率,与基础日粮相比分别提高22.5%,3.50%,29.25%,差异具有统计学意义($P<0.05$)。在利用ADL中,FAE酶化饲料、普通发酵饲料和酶化发酵饲料与基础日粮相比,分别提高9.87%,4.09%,18.99%,差异具有统计学意义($P<0.05$)。可见酶化发酵饲料中的FAE和益生菌分泌的NSP降解酶能较好的提高木质纤维的利用率,提高饲料品质,促进肉鸡对养分的利用^[17]。与杨道秀等^[16]的实验结果相比较,NDF,ADF及ADL利用率更高,可能是杨道秀等添加的仅是木聚糖酶为主的酶制剂,其他的木质纤维酶酶活较低,而本实验中添加了益生菌剂,分泌的木质纤维降解酶酶系更为丰富。

3 结论

1) 发酵饲料的优化发酵配方(质量分数):杏鲍菇菌柄干物质为12%,玉米蛋白饲料为26%,棕榈仁粕为11%,谷壳粉为16%,玉米粉5%,糖蜜0.3%,益生菌0.1%,其发酵饲料中粗蛋白为22.48%。饲料为金黄色,有香味,评价良好。

2) 相对基础日粮,发酵饲料及酶化饲料均能提高干物质、粗灰分、粗蛋白、中性洗涤纤维、酸性洗涤纤维、酸性洗涤木质素等利用率。酶化发酵饲料提高得最为明显,分别提高5.59%,38.31%,10.36%,16.52%,29.25%,18.99%。酶化发酵饲料对肉鸡的养分利用率促进效果最好。

参考文献:

- [1] 陆文清,胡起源.微生物发酵饲料的生产与应用[J].饲料与畜牧,2008(7):5-9.
- [2] RAVINDRAN V,SON J. Feed enzyme technology: Present status and future developments[J]. Recent Patents on Food, Nutrition and Agriculture,2011,3(2):102.
- [3] YU P, MCKINNON J, CHRISTENSEN D. Improving the nutritional value of oat hulls for ruminant animals with pretreatment of a multienzyme cocktail: In vitro studies[J]. Journal of Animal Science,2005,83(5):1133.
- [4] 郑光辉.浅析微生物发酵饲料的应用与发展前景[J].河南农业,2012(4):50-51.
- [5] CHOCT M. Enzymes for the feed industry: Past, present and future[J]. World's Poultry Science Journal,2006,62(1):5-16.

- [6] SINHA A K, KUMAR V, MAKKAR H P S, et al. Non-starch polysaccharides and their role in fish nutrition-a review[J]. Food Chemistry, 2011, 127(4): 1409-1426.
- [7] 李夏兰, 程珊影, 杨道秀, 等. 阿魏酸酯酶和木聚糖酶协同降解麦糟[J]. 化工进展, 2012, 31(5): 1096-1102.
- [8] 中华人民共和国农业部. NY/T 33—2004 鸡饲养标准[S]. 北京: 中国标准出版社, 2004: 3-5.
- [9] 邓轶韬, 李夏兰, 陈宗香, 等. 阿魏酸酯酶产生菌的筛选及产酶条件的优化[J]. 华侨大学学报: 自然科学版, 2011, 32(3): 300-303.
- [10] 中华人民共和国国家技术监督局. GB/T 6432—1994 饲料中粗蛋白测定方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 1995: 70-73.
- [11] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB/T 6438—2007 饲料中粗灰分的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2007: 1-5.
- [12] 郭晓庆. 青贮饲料品质鉴定及利用[J]. 畜牧与饲料科学, 2004, 25(6): 101.
- [13] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB/T 20806—2006 中性洗涤纤维测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006: 1-3.
- [14] 中华人民共和国农业部. NY/T 1459—2007 饲料中酸性洗涤纤维测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2007: 1-2.
- [15] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB/T 20805—2006 饲料中酸性洗涤木质素(ADL)的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006: 1-3.
- [16] 杨道秀, 许文江, 王林林, 等. 阿魏酸酯酶的制备及在肉鸡饲料中的应用[J]. 化工进展, 2013, 32(11): 2685-2690.
- [17] SLOMINSKI B. Recent advances in research on enzymes for poultry diets[J]. Poultry Science, 2011, 90(9): 2013-2023.

Preparation of Ferulic Acid Esterase Enzymatic Fermented Feed and Its Effect on the Nutrient Utilization of Broilers

WANG Lin-lin, CHEN Yun-hua, CHEN Pei-qin, LI Xia-lan

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

Abstract: In order to reduce the antinutritional factors existed in feed, and to promote feed conversion ratio, ferulic acid esterase enzymatic fermented feed was studied and its effect on nutrient utilization of broilers was researched at the same time. The optimum feed formula was obtained by orthogonal experiments: 12% stipe dry matter, 26% corn gluten feed, 11% palm kernel meal, 16% chaff powder, 5% guar soybean meal, 5% corn flour, 0.3% molasses, 0.1% prebiotic agent, and the content of crude protein in this fermented feed was 22.48% under this condition. Compared with basal diet, enzymatic fermented feed increased feed nutrient such as dry matter, crude ash, crude protein, neutral detergent fiber, acid detergent fiber, and acid detergent lignin utilization by 5.59%, 38.31%, 10.36%, 16.52%, 29.25%, and 18.99%, respectively. And the feed nutrient utilization of broilers raised by enzymatic fermented feed was higher than those raised by common fermented feed.

Keywords: ferulic acid esterase; fermented feed; antinutritional factors; nutrient utilization; broilers

(责任编辑: 钱筠 英文审校: 刘源岗)

重组人 VEGF165 蛋白在毕赤酵母中 高效表达与多克隆抗体的制备

王晓^{1,2}, 黄晓平^{1,2}, 周宇^{1,2}, 刁勇^{1,2}

(1. 华侨大学 分子药物研究院, 福建 泉州 362021;

2. 华侨大学 生物医学学院, 福建 泉州 362021)

摘要: 构建 pPIC9K-VEGF165 分泌型载体,线性化后电击转化至 GS115(his4)中,经最小葡萄糖培养基(MD 平板)筛选出阳性表达菌株并进行聚合酶链式反应(PCR)验证.菌株发酵上清液经 Sephadex G-25, Heparin Sepharose FF 和 Sephacryl S-100 层析介质分离纯化,目的蛋白纯度达到 95%,相对分子质量约为 24 ku.结果表明:重组人 VEGF165 蛋白能诱导人脐静脉内皮细胞(HUVEC)增殖,提高 HUVEC 细胞的活性;重组人 VEGF165 蛋白免疫小鼠,制备多克隆抗体,间接酶联免疫吸附测定法(ELISA)检测抗体效价达 1:51 200.

关键词: 重组人 VEGF165 蛋白;多克隆抗体;毕赤酵母;高效表达

中图分类号: Q 815

文献标志码: A

血管内皮生长因子(vascular endothelial growth factor, VEGF) 又称血管通透因子,是血管内皮细胞特异性的肝素结合生长因子,可作用于血管内皮细胞,具有促进血管内皮细胞分裂、增殖和调节血管的功能.最近研究表明:在大多数肿瘤中 VEGF 通过与其受体 VEGFR 相互作用上调新生血管的生成,已经成为肿瘤新生血管生成中最重要的细胞因子.VEGF 具有 5 个亚型,分别是 VEGF121, VEGF145, VEGF165, VEGF189 和 VEGF206^[1],其中,VEGF165 对肿瘤生长的影响最为重要.实验研究表明:VEGF 的单抗能有效地抑制肿瘤,特别是实体瘤的生长,已经开发为一种有效的抗肿瘤药物^[2-4].虽然针对 VEGF 的抗体可以抑制肿瘤的发展,但因 VEGF 其他的亚型可能参与正常的生理功能,如减少血管内血栓的形成及血栓性闭塞,抑制内膜增生等^[5].因此,仅针对在肿瘤生长过程中最重要的 VEGF165 而开发单克隆抗体将会减少不良反应的发生^[6].目前,制备多克隆抗体有抗原表位预测、多肽合成、免疫动物等方法,如果根据抗原表位预测的方法制备抗体,必然会带来费用高、工作量大的问题,而且重叠区之间的表位有可能被忽略,不能鉴定出目的蛋白上所有的 T 细胞表位.为了快速制备 VEGF165 多克隆抗体并用于后续实验,课题组选择利用纯化后的 VEGF165 蛋白直接免疫小鼠来获得多克隆抗体.本文采用逆转录-聚合酶链式反应(RT-PCR)方法,从人肝细胞中克隆出 VEGF165 基因,构建毕赤酵母分泌表达型载体 pPIC9K-VEGF165,通过 G418 筛选得到高表达菌株,经生物反应器高密度发酵,层析介质纯化,得到纯度较高的重组人 VEGF165 蛋白,并对其促进血管内皮细胞活性与增殖进行初步验证.

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 菌种、细胞株和质粒 *E. coli* DH5 α , GS115(his4), pPCI9K 均为华侨大学生物医学学院保存;人脐静脉内皮细胞(HUVEC)购于美国典型菌种保藏中心(ATCC).

收稿日期: 2014-03-05

通信作者: 刁勇(1967-),男,教授,主要从事新药研发、基因药物的研究. E-mail: diaoyong@hqu.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(81271691);国际科技合作项目(2011DFG33320);福建省科技重大项目(2013N5007);华侨大学科研基金资助项目(11HZR19)

1.1.2 实验动物 昆明(KM)小鼠购于福建医科大学。

1.1.3 主要酶和试剂 限制性内切酶 *Xho* I, *Eco* R I, *Stu* I(辽宁省宝生物大连有限公司); T4DNA 连接酶(美国 Thermo Scientific 公司); D-生物素、D-山梨醇(美国 Sigma 公司); 无氨基酵母氮源(美国 Amresco 公司); DNA 凝胶回收试剂盒、质粒提取试剂盒(上海市碧云天生物技术有限公司); Sephadex G-25, Heparin Sepharose FF, Sephacryl S-100 等层析介质(美国 GE Healthcare Life Sciences 公司); 鼠抗 VEGF 单抗、山羊抗鼠二抗(英国 Abcam 公司)。

1.2 方法

1.2.1 VEGF165 基因的扩增 根据 GenBank 数据库中人 HSPB7 基因(XM_342966)的序列设计一对引物,上游引物为 vP: 5'-ATA CTCGAGAAGAGAGCACCCATGGCAGAAGGAGG-3', 引入 *Xho* I 酶切位点; 下游引物为 vF: 5'-CTCGAATTCTCACCGCCTCGGCTTGTCAC-3', 引入 *Eco* R I 酶切位点, 通过 RT-PCR 方法从人肝细胞中提取总 RNA, 然后反转录成 cDNA, 以 cDNA 为模板, 用 Pyrobest DNA 聚合酶进行特异性扩增。

1.2.2 重组表达载体的构建与鉴定 PCR 产物进行凝胶回收, 回收的 VEGF165 基因与 pPIC9K 质粒分别进行 *Xho* I 和 *Eco* R I 酶切, T4 连接酶连接回收后的目的片段, 连接产物转化 DH5 α 感受态细胞, 通过氨苄(1 mg \cdot mL $^{-1}$) 抗性筛选出阳性克隆, 提取质粒并经 PCR 和酶切鉴定。委托江苏省南京市金斯瑞生物科技有限公司对重组质粒进行测序分析。

1.2.3 GS115-VEGF165 工程菌株的构建与鉴定 pPIC9K-VEGF165 表达载体经 *Stu* I 线性化、电转化至感受态的毕赤酵母 GS115(his4), 涂布含 G418 的 MD 平板来筛选高拷贝的转化子。待菌落长出, 挑取单克隆菌株进行 PCR 鉴定。将 PCR 结果为阳性的克隆按照文献[7]中的方法进行诱导表达。利用 VEGF ELISA 方法测定发酵上清液中 VEGF165 的表达量, 并将发酵上清液经 SDS-PAGE 分离, 电转至聚偏氟乙烯(PVDF)膜上, 质量分数为 5% 的牛血清白蛋白(BSA)封闭 2 h, 室温孵育鼠抗 VEGF 抗体 2 h, 磷酸盐吐温缓冲液(PBST, 磷酸盐缓冲液与体积分数为 0.5% 的吐温 20)漂洗 3 次, 每次 10 min, 室温孵育山羊抗鼠抗体 2 h, PBST 漂洗 3 次; 最后使用辣根过氧化物酶(HRP)底物电化学发光免疫(ECL)检测, Bio-Rad 凝胶成像系统进行成像。

1.2.4 重组人 VEGF165 蛋白分离纯化 发酵上清液经 Sephadex G-25 凝胶过滤层析, Heparin Sepharose FF 肝素亲和层析, Sephacryl S-100 凝胶过滤层析, 得到重组人 VEGF165 蛋白, 进行十二烷基硫酸钠聚丙烯酰胺凝胶电泳(SDS-PAGE)。

1.2.5 重组人 VEGF165 蛋白对 HUVEC 活力的影响 选取对数生长期的 HUVEC 细胞, 以 5 000 个 \cdot 孔 $^{-1}$ 的密度接种至 96 孔板, 待细胞贴壁后加入重组人 VEGF165 蛋白, 至终质量浓度分别为 12.5, 25, 50, 100, 200 ng \cdot mL $^{-1}$, 对照组加入等体积的生理盐水。于 37 $^{\circ}$ C, 体积分数为 5% CO $_2$ 条件下继续培养 48 h, 每孔加 10 μ L 噻唑蓝(MTT, 5 mg \cdot mL $^{-1}$) 培养 2 h。再加入 200 μ L 二甲基亚砜(DMSO)溶解, 酶标仪检测 490 nm 处吸光值, 计算细胞存活率。

1.2.6 重组人 VEGF165 蛋白对 HUVEC 增殖的影响 5-乙炔基-2-脱氧尿苷(Edu)是一种胸腺嘧啶核苷类似物, 能够在细胞增殖时期代替胸腺嘧啶渗入正在复制的 DNA 分子中, 能快速检测细胞 DNA 复制活性及细胞增殖。取对数生长期的 HUVEC 细胞, 以 5 000 个 \cdot 孔 $^{-1}$ 的密度接种至 96 孔板, 加入重组人 VEGF165 蛋白, 至终质量浓度分别为 25, 200 ng \cdot mL $^{-1}$, 对照组加入等体积的生理盐水, 37 $^{\circ}$ C, 体积分数为 5% CO $_2$ 条件下继续培养 48 h。再加入 Edu 孵育 2 h, 弃培养基, 固定细胞, 洗涤, Hoechst 33258 复染、洗涤后拍照。利用 Image pro-Plus 6.0 软件分别对 Edu 阳性细胞(新增殖的细胞)和 Hoechst 33258 阳性细胞(所有细胞)进行计数, 统计分析新增殖细胞占总细胞数目的百分比。

1.2.7 VEGF165 多克隆抗体的制备 0.1 mL 纯化的重组人 VEGF165 蛋白(1 mg \cdot mL $^{-1}$) 与 0.1 mL 弗氏完全佐剂混匀后, 肌肉注射小鼠腋下和腹股沟处进行初次免疫。此后每隔 1 周进行 1 次免疫, 共 3 次, 最后采用 0.1 mL 重组人 VEGF165 蛋白(1 mg \cdot mL $^{-1}$) 与 0.1 mL 弗氏不完全佐剂混合液进行免疫, 1 周后采取眼球取血, 分离血清, 测定多克隆抗体效价。

1.2.8 多克隆抗体效价的测定 用纯化的重组人 VEGF165 蛋白(50 μ g \cdot mL $^{-1}$) 100 μ L \cdot 孔 $^{-1}$ 室温包被酶标板过夜, PBST(0.01 mol \cdot L $^{-1}$ 磷酸盐缓冲液, 体积分数为 0.5% 的吐温 20) 洗涤 5 次; 加入

150 μL 质量分数为 1% 的 BSA 37 $^{\circ}\text{C}$ 封闭 1 h, 洗涤 5 次后依次加入小鼠免疫血清(以未进行免疫的正常小鼠血清作为阴性对照)孵育 2 h, PBST 洗涤 5 次; 加入 HRP 标记的山羊抗小鼠二抗孵育 2 h, PBST 洗涤 5 次; 加入底物四甲基联苯胺(TMB)室温显色 15 min, $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫酸终止, 酶标仪测定吸光值. 按照文献[8]中的方法计算抗体效价.

2 实验结果

2.1 重组表达质粒(pPIC9K-VEGF165)的构建与鉴定

重组表达质粒 pPIC9K-VEGF165 的酶切图谱显示: 经 *Eco* R I 与 *Xho* I 双酶切后出现了与 VEGF165 目的基因大小相同的条带, 约 500 bp, 如图 1 所示. 图 1 中: M 泳道为 DNA 标准相对分子质量; 1 泳道为 VEGF165 DNA 分子; 2 泳道为以 *E. coli* DH5 α /pPIC9K-VEGF165 为模板的 PCR 扩增产物; 3 泳道为 *Eco* R I 酶切 pPIC9K-VEGF165 产物; 4 泳道为 *Eco* R I, *Xho* I 双酶切 pPIC9K-VEGF165 产物. 基因测序的结果进一步证实 pPIC9K-VEGF165 重组质粒构建成功.

2.2 重组人 VEGF165 蛋白的表达与鉴定

重组质粒 pPIC9K-VEGF165 电转化至 GS115(his4), 涂布含有 G418 的 MD 平板, 筛选出高拷贝的单菌落, 单菌落 PCR 扩增片段为 500 bp, 如图 2 所示. 图 2 中: M 泳道为 DNA 标准相对分子质量; 1 泳道为 VEGF165 DNA 分子; 2~4 泳道为以 GS115/pPIC9K-VEGF165 单克隆为模板的 PCR 扩增产物;

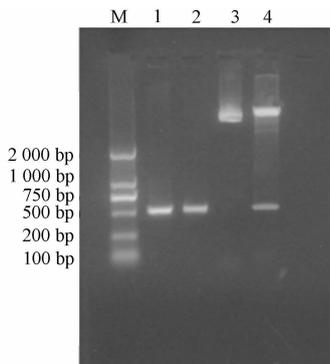


图 1 pPIC9K-VEGF165 重组质粒的鉴定
Fig. 1 Identification of recombinant vector pPIC9K-VEGF165

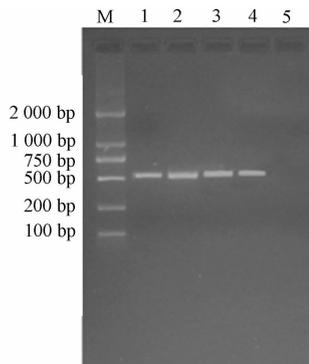


图 2 GS115(his4) 阳性转化子菌落 PCR 鉴定
Fig. 2 Identification of GS115(his4) positive transformants by colony PCR

5 泳道为 GS115/pPIC9K 单克隆为模板的 PCR 扩增产物. 按照文献[7]中报道的方法, 阳性克隆进行生物反应器发酵, ELISA 测得发酵上清液中重组人 VEGF165 蛋白表达量达 $230 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$. 蛋白印迹法结果显示: 转染了重组质粒的工程菌能检测到 VEGF165 阳性条带的存在, 而未转染重组质粒的菌落未能检测到 VEGF165 阳性条带, 如图 3 所示. 图 3 中: 1 泳道为 GS115/pPIC9K 酵母发酵上清液的蛋白质免疫印记结果; 2 泳道为 GS115/pPIC9K-VEGF165 酵母发酵上清液的蛋白质免疫印记结果.

2.3 重组人 VEGF165 蛋白的纯化

重组人 VEGF165 蛋白的分离纯化包括硫酸铵预处理及三步凝胶层析. 预处理后的上清液经 Sephadex G-25 凝胶层析, 洗脱经 Heparin Sepharose FF 肝素亲和层析, 分别用 $0.1, 0.3, 0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaCl 溶液洗脱, 洗脱峰过 Sephacryl S-100 凝胶层析, 洗脱峰为重组人 VEGF165 蛋白, 如图 4 所示. 图 4 中: 1 泳道为标准蛋白相对分子质量; 2 泳道为 GS115/pPIC9K 发酵上清; 3 泳道为 GS115/pPIC9K-VEGF165 发酵上清; 4 泳道为肝素柱 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 洗脱峰; 5 泳道为肝素柱 $0.3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 洗脱峰; 6 泳道为肝素柱 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 洗脱峰; 7 泳道为 S-100 分子筛柱洗脱峰. 最终的重组人 VEGF165 蛋白进行 SDS-PAGE 电泳, 图片经过 Quantity one 软件分析, 得出重组人 VEGF165 蛋白纯度约为 95%, 超滤浓缩至质量浓度为 $1 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 备用.

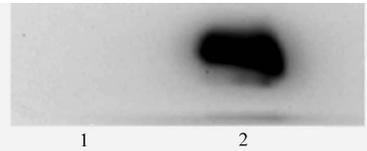


图 3 重组人 VEGF165 蛋白 Western blotting 鉴定
Fig. 3 Western blotting analysis of rhVEGF165 protein

2.4 重组人 VEGF165 蛋白对 HUVEC 活力的影响

MTT 法检测结果显示:重组人 VEGF165 蛋白对 HUVEC 细胞活力的提高表现出量效关系,如图 5 所示.图 5 中:所有数据都以平均值±标准差来表示($n=6$),与对照组相比 * $p<0.05$,即差异具有统计学意义;而** $p<0.01$ 即差异具有高度统计学意义;200 ng · mL⁻¹组的 HUVEC 存活率为(130.7 ± 9.4)%;100 ng · mL⁻¹组的 HUVEC 存活率为(128.5 ± 8.6)%;50 ng · mL⁻¹组的 HUVEC 存活率为(116.6 ± 7.9)%.

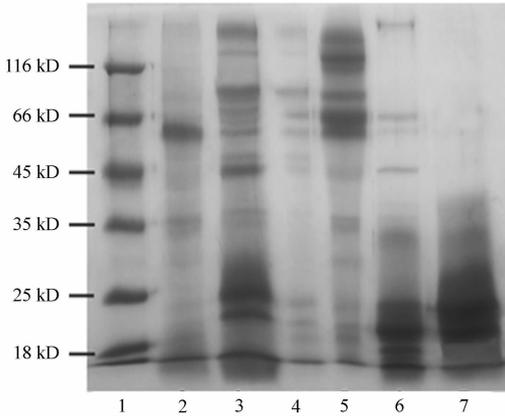


图 4 重组人 VEGF165 蛋白纯化的 SDS-PAGE 分析
Fig. 4 rhVEGF165 protein products analysis by SDS-PAGE

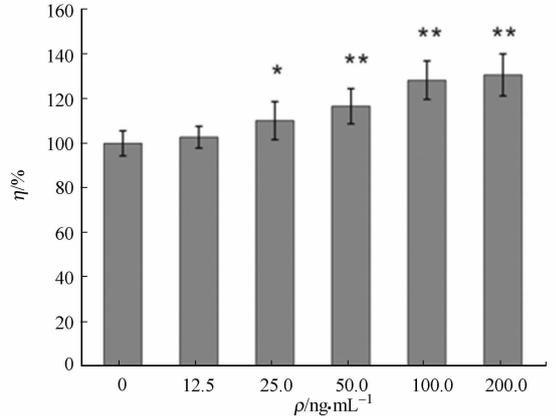
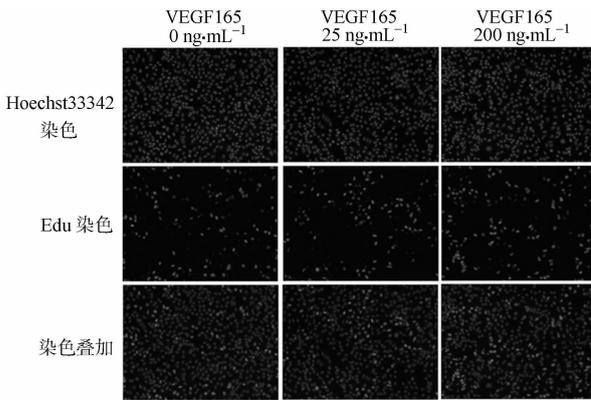


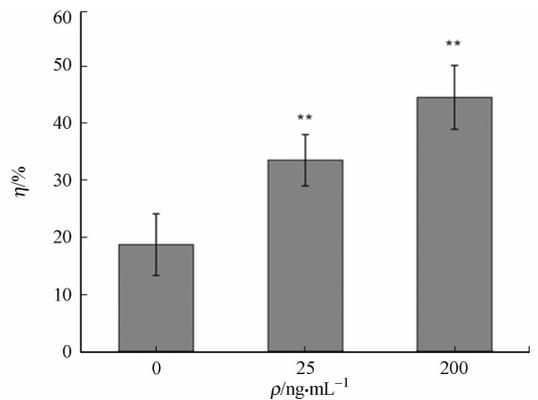
图 5 重组人 VEGF165 蛋白对 HUVEC 细胞活力的影响
Fig. 5 Effects of rhVEGF165 protein on HUVEC cells activity

2.5 重组人 VEGF165 蛋白对 HUVEC 细胞增殖的影响

HUVEC 细胞膜表面含有 VEGF 的受体 VEGFR, VEGF 与其受体结合,能够诱导 VEGFR 的磷酸化,从而启动下游细胞增殖的信号通路.利用 Edu 染色方法检测重组人 VEGF165 蛋白对 HUVEC 细胞增殖的影响,结果如图 6 (a)所示.



(a) Hoechst33342 与 Edu 染色后的细胞图



(b) Edu 阳性细胞百分比的统计分析

图 6 重组人 VEGF165 蛋白对 HUVEC 细胞增殖的影响

Fig. 6 Effects of rhVEGF165 protein on HUVEC cells proliferation

利用 Image pro-Plus 6.0 软件分别进行计算.对照组的细胞增殖率为(18.7 ± 3.5)%;25 ng · mL⁻¹重组人 VEGF165 蛋白组为(33.49 ± 4.5)%;200 ng · mL⁻¹重组人 VEGF165 蛋白组为(44.5 ± 5.4)% (图 6 (b)).以上结果说明:得到的重组人 VEGF165 蛋白具有诱导 HUVEC 细胞增殖的活性.图 6(a)为 Hoechst33342 与 Edu 染色后的细胞图,Edu 染色新增殖细胞的细胞核为红色;Hoechst33342 染色所有细胞的细胞核为蓝色;图 6(b)为 Edu 阳性细胞百分比的统计分析.所有数据均以平均值±标准差表示($n=6$),** $p<0.01$ 表示与对照组相比,差异具有高度统计学意义.

2.6 VEGF165 多克隆抗体效价测定

以纯化后的重组人 VEGF165 蛋白作为抗原包被酶标板,ELISA 法测得多克隆抗体的效价为 1 : 51 200,免疫滴定曲线如图 7 所示.

3 讨论

肿瘤血管生成成为肿瘤组织提供氧气和营养物质, 同时血管又是肿瘤发生转移的途径, 新生血管通过旁分泌和“灌注”效应方式促进肿瘤生长. 因此, 抑制肿瘤血管的新生, 可以抑制肿瘤的生长和转移. VEGF 可以与血管内皮细胞上的特异性受体相作用, 有效地刺激内皮细胞增殖、调控血管生成^[9-10], 是肿瘤血管新生最重要的细胞因子. 鉴于 VEGF 重要的生理和病理作用, 需要大量具有高度生物学活性的 VEGF 供实验室和临床研究. 然而, 天然 VEGF 由于来源有限、产量甚微、价格昂贵等缺点, 远远不能满足需求. 因此, 利用基因重组技术生产大量的 VEGF 势在必行. 而酵母作为一种新型外源基因的表达系统, 既具有原核细胞良好的可操作性, 又可以进行真核系统翻译后加工, 是外源基因表达的理想宿主^[11].

通过毕赤酵母表达系统, 成功表达了重组人 VEGF165 蛋白, 蛋白表达量较高, 达到 $230 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$. 由于利用 G418 加压筛选得到了高表达菌株, 且采用生物反应器高密度发酵, 所以本课题筛选得到的菌株表达量要比文献^[12]中报道的高 10 倍. 重组人 VEGF165 蛋白经过 G-25 脱盐、肝素亲和层析和 S-100 凝胶层析后得到相对分子质量为 24 ku, 纯度达 95% 的目的蛋白.

实验对表达纯化的重组人 VEGF165 蛋白生物进行活性分析, 结果为 $200 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 蛋白组的 HUVEC 细胞存活率为 $(130.7 \pm 9.4)\%$, Edu 法结果显示重组人 VEGF165 蛋白能促进 HUVEC 的增殖, 与马骊等^[11]报道一致.

商品名为 Avastin 的贝伐单抗 (Bevacizumab) 于 2004 年 2 月 26 日获得美国食品和药物管理局 (FDA) 的批准, 是美国第 1 个获得批准上市的抑制肿瘤血管生成的药物. 贝伐单抗是 VEGF 的人源化单克隆抗体^[13], 可阻止 VEGF 与 VEGFR1, VEGFR2 结合, 与标准化疗方案联用, 可抑制肿瘤新生血管的形成和生长, 显著提高生存率, 延长患者的生存期, 且不易产生抗药性^[14-15]. 研究发现: Avastin 主要和 VEGF 家族中的 VEGF-A 结合, 而不能中和 VEGF-B 和 VEGF-C, 使得其疗效非常有限^[16]. 因此, 开发新的 VEGF 抗体非常有必要. 文中分离纯化的重组人 VEGF165 蛋白免疫小鼠制备多克隆抗体, 通过间接 ELISA 测得所制备的多克隆抗体效价约为 1:51 200, 多克隆抗体的成功制备为 VEGF165 抗体运用于肿瘤的治疗奠定了基础.

参考文献:

- [1] BROWN L F, DETMAR M, CLAFFEY K, et al. Vascular permeability factor/vascular endothelial growth factor: A multifunctional angiogenic cytokine[J]. Regulation of Angiogenesis, 1997, 79(2): 233-269.
- [2] ASANO M, YUKITA A, MATSUMOTO T, et al. Inhibition of tumor growth and metastasis by an immunoneutralizing monoclonal antibody to human vascular endothelial growth factor/vascular permeability factor 121[J]. Cancer Research, 1995(55): 5296-5302.
- [3] SHINKARUK S, BAYLE M, LAIN G, et al. Vascular endothelial cell growth factor (VEGF): An emerging target for cancer chemotherapy[J]. Current Medicinal Chemistry-Anti-Cancer Agents, 2003, 3(2): 95-117.
- [4] ARKONAC B M, FOSTER L C, SIBINGA N E, et al. Vascular endothelial growth factor induces heparin-binding epidermal growth factor-like growth factor in vascular endothelial cells[J]. Journal of Biological Chemistry, 1998, 273(8): 4400-4405.
- [5] 赵泽国, 杨治华, 冉宇靓, 等. 抗人 VEGF165 单抗抗体的构建与表达[J]. 免疫学杂志, 2000, 16(2): 92-95.
- [6] 刁勇, 王立强, 邱飞. 抗肿瘤过体药物的研究进展[J]. 中国生化药物杂志, 2009, 30(6): 415-418.
- [7] 张倩, 邢永梅, 刁勇, 等. 重组人组织激肽释放酶结合蛋白的高密度毕赤酵母表达、纯化和生物学活性[J]. 药学学报, 2013, 48(7): 1107-1112.

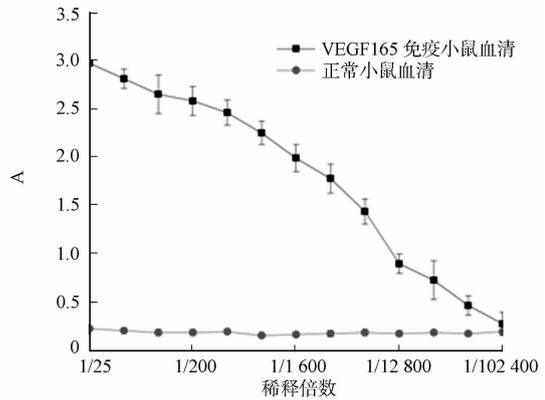


图 7 ELISA 法测定多克隆抗体 VEGF165 效价

Fig. 7 Determination of polyclonal antibodies VEGF165 titer by ELISA

- [8] 张经余,王爱娥,李美香,等.人NANO GP8蛋白的原核表达及多克隆抗体的制备[J].中国生物工程杂志,2009,29(3):30-35.
- [9] 陈小波,黄锡全,张隆,等.VEGF165的载体构建、表达及其生物学活性[J].江苏大学学报:医学版,2007,17(2):121-123.
- [10] BERNADETTE F, YOLMARI L C, DOMENICO C, et al. Intradermal delivery of plasmid VEGF165 by electroporation promotes wound healing[J]. Molecular Therapy, 2009, 17(4):651-657.
- [11] 马骊,王小宁,张智清,等.VEGF165 cDNA在酵母中的表达、纯化及其生物学活性研究[J].细胞与分子免疫学杂志,2001,17(1):24-28.
- [12] 刘煜,吴国祥,赵建阳,等.重组人VEGF165工程菌的发酵及表达产物的纯化与活性测定[J].中国药科大学学报,2004,35(1):82-85.
- [13] 赵小峰,董浩,黄晓平,等.以VEGF/VEGFR为靶点的肝癌药物研究进展[J].海峡药学,2009,21(7):22-25.
- [14] HSU J Y, WAKELEE H A. Monoclonal antibodies targeting vascular endothelial growth factor: Current status and future challenges in cancer therapy[J]. BioDrugs, 2009, 23(5):289-304.
- [15] 崔斐,李军,罗荣城.贝伐单抗在肿瘤临床治疗中的研究进展[J].河北医学,2008,11(6):741-746.
- [16] PARIKH S S, MEHTAL H H, DESAI B I. Advances in development of bevacizumab a humanized antiangiogenic therapeutic monoclonal antibody targeting VEGF in cancer cells[J]. International Journal of Pharmacy and Biomedical Sciences, 2012, 3(4):155-163.

High Level Expression of Recombinant Human Vascular Endothelial Growth Factor 165 Protein in *Pichia pastoris* and Preparation of VEGF165 Polyclonal Antibody

WANG Xiao^{1,2}, HUANG Xiao-ping^{1,2}, ZHOU Yu^{1,2}, DIAO Yong^{1,2}

(1. Institute of Molecular Medicine, Huaqiao University, Quanzhou 362021, China;

2. School of Biomedical Sciences, Huaqiao University, Quanzhou 362021, China)

Abstract: The recombinant secretory vector of pPIC9K-VEGF165 was constructed, linearized and then transformed into *Pichia pastoris* strain GS115 (his4) by electroporation. The positive transformants were separated by minimal dextrose medium (MD plate) plate screening and confirmed by polymerase chain reaction (PCR). Subsequently, the rhVEGF165 protein was obtained by purification from the supernatant with Sephadex G-25, Heparin Sepharose FF and Sephacryl S-100 gel filtration chromatograph with relative molecular mass of 24 ku and purity of 95%. Furthermore, the recombinant protein was found to have high potency of inducing HUVEC cell proliferation and improving human umbilical vein endothelial cell (HUVEC) cell activity. The polyclonal antibody generated from rhVEGF165 immunized mouse exerted the titer of 1:51 200 by indirect ELISA analysis.

Keywords: rhVEGF165 protein; polyclonal antibody; *Pichia pastoris*; high level expression

(责任编辑:钱筠 英文审校:刘源岗)

密置焊接高强复合箍筋约束 高强混凝土柱的试验

徐鑫, 李升才

(华侨大学 土木工程学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 在低周反复荷载作用下,对 9 根焊接环式箍筋约束高强混凝土柱以及 1 根绑扎环式箍筋约束高强混凝土柱进行试验.通过对比研究试件的破坏过程以及实验的结果,分析了配箍率、轴压比对混凝土柱约束的影响.各个构件的滞回曲线和骨架曲线表明:在高轴压比下的复合焊接环式箍筋均有较好、较饱满的滞回曲线,体现了其具有良好的延性和抗震性能;在同等条件下焊接环式箍筋对混凝土的约束作用要比绑扎的好;在一定配筋范围内,随着钢筋配筋率的增加,混凝土柱承受低周反复承载的能力、屈服强度有所提高,滞回曲线饱满,包络面积增大,延性提高.

关键词: 箍筋约束;轴压比;低周反复作用;滞回曲线

中图分类号: TU 375.3

文献标志码: A

高强箍筋约束混凝土除了拥有普通混凝土所具有特性外,还具有高强度、经济性、高耐久性、高工作性能和高体积稳定性等良好性能.高强度可以减小构件的截面尺寸,减少混凝土用量,降低结构自重,增加使用空间,有着良好经济效益.其良好的工作性可以减少劳动强度,加快施工速度,进而减少成本.国内外对高强箍筋约束混凝土进行比较多的研究^[1-3],美国、日本等^[4-6]对高强箍筋约束高强混凝土柱的抗震性能进行较多的研究,日本已开始将高强箍筋应用于钢筋混凝土结构的梁、柱中,并取得较好的效果.在国内对其研究也取得一定的成果,齐虎等^[7]研究了箍筋约束混凝土单轴滞回本构模型,利用 ABAQUS 有限元软件的二次开发功能,对 6 种典型模型进行计算分析,提出腾-邹模型.史庆轩等^[8]通过对 10 个高强箍筋约束高强混凝土柱在高轴压比下低周反复水平地进行加载试验,研究其抗震性能.本文通过对 9 个焊接环式箍筋约束高强混凝土柱以及 1 个绑扎环式箍筋约束高强混凝土柱进行试验,分析研究高轴压比下,焊接环式箍筋在低周反复荷载作用下对混凝土柱的约束作用.

1 试验概况

1.1 试件设计与制作

1.1.1 试件的设计 按照 JGJ 101-1996《建筑抗震试验方法规程》^[9]的相关要求,以及华侨大学试验室的相关试验设备能力,选取原型的几何比例为 1:2 的模型作为试件.对 10 个高宽比为 5 的棱柱体试件进行了低周反复试验,其中 HRC-1~HRC-9 为焊接环式箍筋约束高强混凝土柱,HRC-10 为绑扎环式箍筋约束高强混凝土柱.10 个棱柱体试件尺寸相同,变化因素有轴压比、箍筋间距及箍筋类型,混凝土强度等级为 C50.采用 425 号普通硅酸盐水泥,粗骨料为粒径不大于 20 mm 的碎石,细骨料为普通中砂,其配合比设计为水:水泥:砂:石=220:500:536:1 194.水灰比 0.44.箍筋为 $\Phi 8$,强度等级为 HRB 400,试件截面尺寸为 200 mm \times 200 mm,柱高为 1 000 mm,柱下是设底座梁.HRC-1~HRC-9

收稿日期: 2013-12-18

通信作者: 李升才(1960-),男,教授,主要从事结构抗震方面的研究. E-mail:lsc50605@hqu.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50948036);福建省科技计划重点项目(2012H0028);福建省自然科学基金资助项目(2013J01192);福建省泉州市科技计划重点项目(2013Z37)

的箍筋采用焊接环式复合箍筋是由两个矩形螺旋箍筋组成, HRC-10 采用两个矩形螺旋箍筋绑扎而成。试件的配筋和尺寸, 如图 1 所示。

1.1.2 材料力学性能及基本参数计算 试件所采用的箍筋和纵筋均采用 HRB 400 级, 屈服强度为 483 MPa。为测试混凝土强度, 按箍筋间距分为 3 组, 每组试件制作过程中预留 3 个边长为 150 mm 的标准立方体试块。

混凝土轴心抗压强度实测值可根据混凝土立方体抗压强度实测值求得, 二者之间关系为

$$f_c = \alpha_{c1} \alpha_{c2} f_{c,u} \quad (1)$$

式(1)中: α_{c1} 为棱柱体抗压强度与立方体抗压强度的比值; α_{c2} 为混凝土考虑脆性的折减系数; α_{c1} , α_{c2} 取值均按现行规范计算^[10]; f_c 为混凝土轴心抗压强度实测值; $f_{c,u}$ 为混凝土立方体抗压强度实测值。

柱的实验轴压比 n_t 为

$$n_t = N_t / f_c A \quad (2)$$

式(2)中: N_t 为轴向压力的试验值; f_c 为混凝土轴心抗压强度实测值; A 为柱横截面面积。

配箍特征值 λ_v 为

$$\lambda_v = \rho_v f_{y,v} / f_c \quad (3)$$

式(3)中: ρ_v 为体积配箍率; $f_{y,v}$ 为箍筋的条件屈服强度。材料的基本参数, 如表 1 所示。

表 1 试件参数表

Tab. 1 Specimen parameters

试件编号	A/mm	N_t	$f_{c,u}$ /MPa	N_t /kN	d /mm	ρ_v /%	λ_v	设计轴压比	实验轴压比	剪跨比
HRC1	200×200	6 Φ 25	54.5	640	8 Φ @55	4.24	0.52	0.8	0.49	4
HRC2	200×200	6 Φ 25	51.8	715	8 Φ @55	4.24	0.52	0.9	0.55	4
HRC3	200×200	6 Φ 25	52.6	795	8 Φ @55	4.24	0.52	1.0	0.61	4
HRC4	200×200	6 Φ 25	52.5	640	8 Φ @70	3.33	0.41	0.8	0.49	4
HRC5	200×200	6 Φ 25	53.4	715	8 Φ @70	3.33	0.41	0.9	0.55	4
HRC6	200×200	6 Φ 25	54.2	795	8 Φ @70	3.33	0.41	1.0	0.61	4
HRC7	200×200	6 Φ 25	51.9	640	8 Φ @90	2.59	0.32	0.8	0.49	4
HRC8	200×200	6 Φ 25	51.7	715	8 Φ @90	2.59	0.32	0.9	0.55	4
HRC9	200×200	6 Φ 25	52.3	795	8 Φ @90	2.59	0.32	1.0	0.61	4
HRC10	200×200	6 Φ 25	53.2	715	8 Φ @70	3.33	0.41	0.9	0.55	4

本实验采用电液伺服加载结构试验机, 低周反复荷载拟静力加载, 加载装置如图 2 所示。水平荷载采用柱端加载方式, 竖向荷载由电动液压千斤顶作用于柱顶, 并通过稳压控制, 以保证柱轴力在试验中恒定, 保证在系统加载过程中可随上部低摩擦滑动的小车水平移动。实验中试件纵筋与箍筋上布置应变片, 如图 3 所示。通过应变片, 来测定应变的屈服和破坏过程。通过改变竖向轴力, 来控制每组试件的轴压比。水平反复荷载是通过 1 000 kN 的 MTS 作动器进行加载。实验时先控制竖向荷载, 达到所需的轴压比后稳住, 并在此后的加载中保持不变。

本实验在水平加载过程中采取的是位移控制方法。试验前, 在柱顶施加 1/6 的预定轴向荷载, 通过对柱身同一截面处纵筋应变的观测, 判断其是否处于轴心受力状态, 并检查仪器设备是否正常工作。试件未屈服时, 各位移幅值循环加载一次; 当试件屈服后, 各位移幅值循环加载 3 次; 当试件的承载力达到最大荷载值 85% 时, 加载结束。加载过程控制, 如图 4 所示。加载过程主要测试的内容有: 水平位移、水平荷载、采用电子位移计测

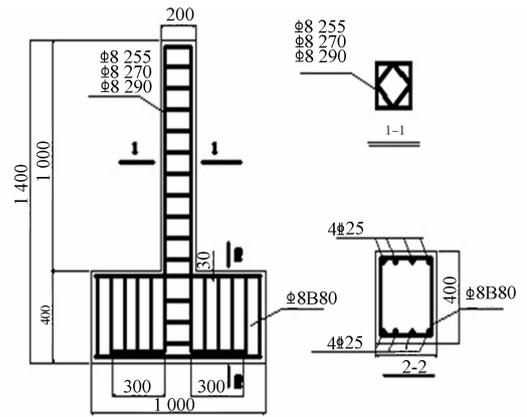


图 1 试件尺寸及配筋图(单位:mm)

Fig. 1 Cross-section size and reinforcement of specimen(unit:mm)

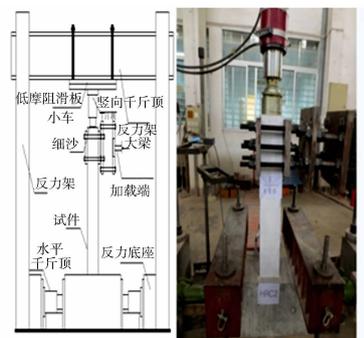


图 2 加载装置

Fig. 2 Loading setup

量整个柱子的侧移、采用电阻应变片分别测量柱内纵筋、箍筋的应变。

2 试验结果与分析

通过观察以及实验仪器记录, 将各个试件加载过程的各个阶段记录下来. 当各试件的承载力达到最大荷载值 85% 时, 停止加载所对应的荷载, 位移定义为破坏荷载及破坏位移。

2.1 试件破坏过程

以试件 HRC-1 为例, 简述其从加载开始到破坏的各阶段过程及破坏形态. 开始加载阶段, 试件还处于弹性工作阶段, 其加载与卸载曲线基本重合且为一条直线. 试件在位移角为 1/250 之前, 外表无破坏现象; 当加载至位移角为 1/250 时, 试件根部边缘开始出现水平的微缝; 当加载至位移角为 1/100 时, 试件的裂缝数量开始大量增多, 裂缝宽度开始变大; 试件加载至 1/50 时, 正背面之间开始形成通缝, 根部混凝土开始剥落; 当加载至 1/35 时, 试件根部混凝土进一步剥落, 裂缝数目加多, 裂缝变宽. 当位移角到达 1/25 时, 加载力达到了最大值 182.56 kN, 根部混凝土大面积剥落; 当位移角为 1/20 时, 加载力不再增加, 试件已达到屈服状态, 保护层已大量剥落钢筋外露. 各个试件破坏过程与 HRC-1 所述的破坏过程基本相似. 不同的是, 随着轴压比的增加, 弯曲裂缝出现滞后, 受压区竖向裂缝增多; 随着箍筋间距增大, 裂缝开展加快, 这表明箍筋间距较大将导致对核心混凝土约束作用不足。

2.2 滞回曲线

试件在低周反复荷载作用下的过程用荷载-位移图进行描述, 即为滞回曲线图. 用曲线图来反映试件的承载力、刚度、刚度、延性的退化规律和耗能性能. 焊接环式箍筋约束高强混凝土柱的三组轴压比在下不同箍筋间距的滞回曲线图, 如图 5(a), (b), (c) 所示. 轴压比为 0.55, 配筋率为 3.33% 时, 焊接环式箍筋与绑扎环式箍筋的滞回曲线图, 如图 5(d) 所示。

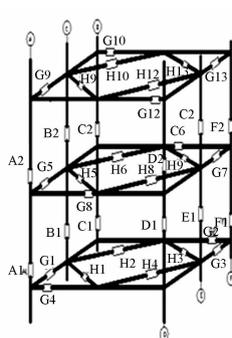


图 3 应变片布置图
Fig. 3 Strain gauge arrangement

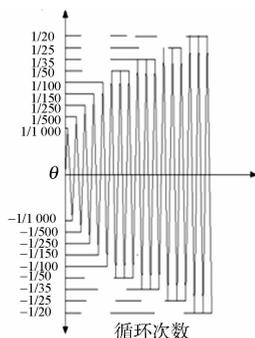
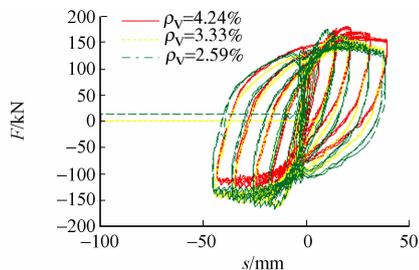
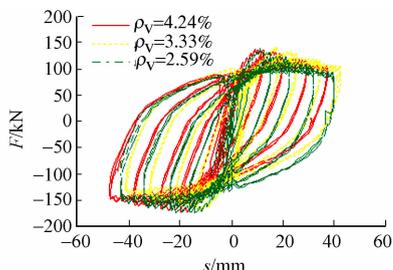


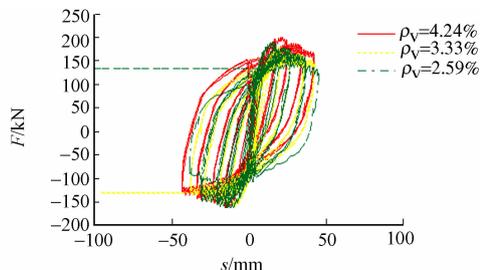
图 4 加载制度
Fig. 4 Schematic diagram of loading system



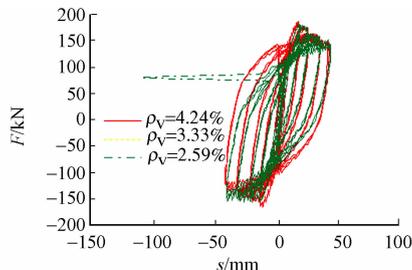
(a) 轴压比为 0.49



(b) 轴压比为 0.55



(c) 轴压比为 0.61



(d) 轴压比为 0.55

图 5 滞回曲线

Fig. 5 Hysteresis curve

由图 5 可知: 在试件屈服之前, 滞回曲线都表现为狭窄细长且残余变形很小, 包围的面积较小, 耗能较少, 整体刚度变化不大; 但是屈服之后, 曲线开始偏向位移轴, 滞回环的面积逐渐增大, 耗能逐渐增加, 同时在每级控制位移下后一次的承载力和刚度均比第一次略有降低; 所有试件的滞回曲线都很饱

满,都无明显捏拢现象.在一定的轴压比下,试件的滞回曲线随着箍筋间距的减小(体积配箍率的增加),侧向承载力和屈服力的提高,滞回曲线饱满,包络面积增大,缓解了捏拢现象.最大水平荷载后曲线下降段越平缓,试件在荷载作用下的变形能力越好,在同一轴压比下,试件随着配箍率的增加,其延性越好.

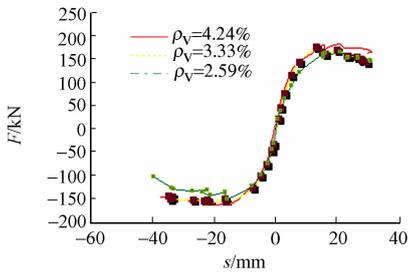
由图 5(a)可知:在同轴压比下,体积配箍率越大,滞回曲线越饱满.图 5(b)比图 5(a)的饱满程度优势更加明显,体积配箍率更大,下降段更为平缓.图 5(b)中: $\rho_v=4.24\%$ 的滞回曲线的饱满程度相对于 $\rho_v=3.33\%$ 的滞回曲线更加明显.同样,图 5(c)比图 5(a),(b)的优势也更加明显.因此,在一定的轴压比范围内,滞回曲线会随着轴压比的增大,更加饱满,极限荷载值也有所的提高.以 $\rho_v=4.24\%$ 的配箍为例,在轴压比为 0.49 下其极限荷载值为 175 kN;在轴压比为 0.55 时,其极限荷载值为 182 kN;在轴压比为 0.61 时,其极限荷载值为 186 kN,分别提高 4%,2.19%.由实验数据结合图 5(a),(b),(c)可得:在低轴压下高配筋的滞回曲线的饱满程度并不明显;但随着轴压比的提高(在一定限值范围内),滞回曲线的饱满程度、曲线下降段平缓会更加明显.

由图 5(d)可知:在轴压比和配筋率相同的情况下,焊接环式箍筋柱的滞回曲线明显比绑扎的更饱满、面积更大,体现了焊接环式箍筋对混凝土的约束要比绑扎的好.

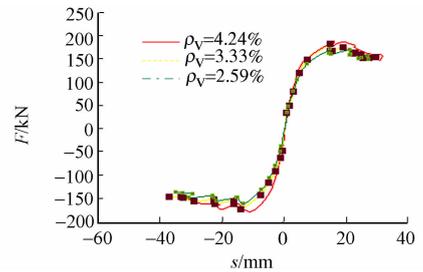
试件在高轴压的低周反复荷载下,环式箍筋约束高强混凝土柱的滞回曲线仍呈稳定丰满的梭形,具有较好的延性性能;轴压比、配箍率及箍筋的链接类型均对滞回曲线有显著的影响.在其他条件相同时,轴压比较大的试件,在荷载达到最大值前,其滞回曲线比轴压比小的试件更为饱满.但轴压比较小或箍筋间距较小的试件,达到最大荷载后曲线下降较为缓慢,循环次数多,强度衰减慢,变形能力大,且达到极限位移之后滞回曲线仍较为稳定,承载力没有出现明显的较大幅度的下降,即仍具有一定的承载力和耗能能力.

2.3 骨架曲线

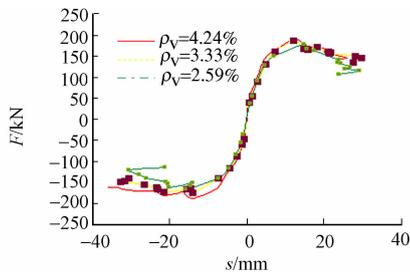
骨架曲线是每次循环加载达到的水平力最大峰值的轨迹,反映了构件受力与变形的各个不同阶段的特性(强度、刚度、延性、耗能及抗倒塌能力等),也是确定恢复力模型中特征点的重要依据.轴压比为 0.49,0.55,0.61 时,不同箍筋间距骨架曲线,如图 6(a),(b),(c)所示.轴压比为 0.55,配筋率为 3.33% 时,焊接环式箍筋与绑扎环式箍筋的骨架曲线,如图 6(d)所示.



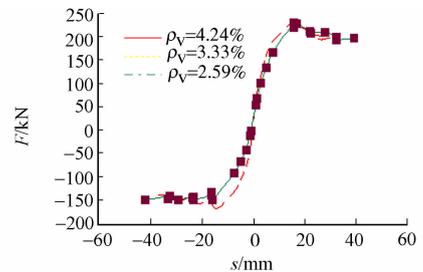
(a) 轴压比为 0.49



(b) 轴压比为 0.55



(c) 轴压比为 0.61



(d) 轴压比为 0.55 下焊接与绑扎环式箍筋

图 6 骨架曲线

Fig. 6 Skeleton curve

由图 6(a)可知以下两点. 1)在同一轴压比下,配箍率越大的试件,其所加最大荷载值越大,在轴压比为 0.49 时,配箍率为 $\rho_v=4.24\%$ 所加的荷载最大值为 182.56 kN;配箍率为 $\rho_v=3.33\%$ 所加荷载最大值为 175.36 kN;配箍率为 $\rho_v=2.59\%$ 所加荷载最大值为 162.04 kN.荷载最大值比较后一个分别增

加了4.11%,8.22%;荷载最大值分别增加了2.57%,7.38%。试件所承受的荷载,会随着配箍率增加而增加,但这种增加趋势逐渐减小(可预测具有一定的限值)。这也说明当配箍率增加到一定程度时,对构件的最大承载力提高有限。2)在同一轴压比下,配箍率越大的试件,峰值后下降的趋势越为平缓。轴压比为0.55时, $\rho_v=4.24\%$,试件的下降率为11.28%; $\rho_v=3.33\%$,试件的下降率为19.9%; $\rho_v=2.59\%$ 试件的下降率为21.17%。因此,配箍率越大的试件,试件的极限承载力有一定的提高,且其达最大荷载后的极限变形能力增大,下降段趋于平缓。

对比图6(a),(b),(c)可以看出:当 $\rho_v=4.24\%$ 时,轴压比为0.49荷载最大值为182.56 kN;轴压比为0.55荷载最大值为187.65 kN;轴压比为0.61荷载最大值为190.83 kN,分别增加2.79%,1.67%;当 $\rho_v=3.33\%$ 时,依次增加4.28%,2.03%;当 $\rho_v=2.59\%$ 时,依次增加4.7%,4.19%。因此,在同一配箍率下,荷载峰值会随着轴压比的增加而有所增加,而且所增加的趋势也是逐渐减少的。

从图6(d)可知:焊接环式箍筋的混凝土柱子早期刚度比绑扎环式箍筋的混凝土柱子强,焊接环式箍筋的混凝土柱子所能承受的最大荷载值也大于绑扎环式箍筋的混凝土柱。

3 试验结果

通过对9个焊接环式箍筋的混凝土柱以及1个绑扎环式箍筋的混凝土柱的研究,结合试验的结果分析得到:跟普通钢筋混凝土柱相比,焊接环式箍筋柱的箍筋约束能力更高,所承受的荷载能力更强。结合试验结果分析,它的影响因素有配筋率、轴压比。

3.1 配箍率的影响

在一定的轴压比下,配箍率越高的滞回曲线越饱满,骨架曲线中相同位移下所能加的荷载值越大,最大水平荷载后曲线下降段越平缓。这是由于配筋率的增加,提高了箍筋对核心混凝土的约束作用,从而提高试件的变形能力。在相同的荷载下,高配箍率的试件具有更好的延性和变形能力,所以其滞回曲线也更加饱满。对核心混凝土的约束力提高了,也使构件承受荷载的能力提高了。因此,骨架曲线中在相同位移下所加的荷载值更大,下降段也更为平缓。

3.2 轴压比的影响

随着轴压比提高,试件前期的滞回曲线变得更饱满。原因是轴压比的增大,使混凝土柱的应变增大,混凝土柱中被箍筋约束住的核心混凝土因泊松比增大而向外膨胀,对箍筋施加径向压应力。箍筋对核心混凝土的反作用应力使核心混凝土处于三轴受压应力状态。而且这种作用随着轴压比增大,柱子应变也继续增大。加大核心混凝土横向膨胀,使箍筋更多参与进去,箍筋约束也更好,其应力也不断加大直到箍筋应力达到屈服强度。所以在箍筋应力达到屈服前,柱子的滞回曲线会随着轴压比增大变得更加饱满,骨架曲线中相同位移下所加的荷载值也会提高,延性也更好。但在荷载到达峰值后,较小轴压比的混凝土柱中箍筋约束的混凝土由于受到的轴压较小,混凝土横向膨胀也比较大轴压的混凝土柱小。因此,较小轴压比的混凝土柱达到峰值荷载后曲线下降较为缓慢,循环次数多,强度衰减慢,变形能力大。

4 结论

对9个焊接环式复合箍筋混凝土柱以及1个绑扎环式复合箍筋混凝土柱的实验过程、实验结果进行分析,对其箍筋的约束作用得出了以下3个结论。

1)随着箍筋配筋率的增加,混凝土柱承受低周反复承载的能力有所提高,屈服强度有所提高,滞回曲线饱满,包络面积增大,耗能能力增加。

2)随着钢筋配筋率的增加,骨架曲线中在相同位移下所能承受的荷载值更大,下降段也更为平缓,延性变得更好。

3)当其他条件相同时,轴压比较大的试件,在荷载达到峰值前,其滞回曲线比轴压比小的试件更为饱满。但轴压比较小或箍筋间距较小的试件,达到峰值荷载后曲线下降较为缓慢,循环次数多,强度衰减慢,变形能力大,且达到极限位移之后滞回曲线仍较为稳定,承载力没有出现明显的较大幅度的下降,仍具有一定的承载力和耗能能力。

参考文献:

- [1] 过镇海,时旭东. 钢筋混凝土原理和分析[M]. 北京:清华大学出版社,2003:90-97.
- [2] 李升才,罗小庆,章炯. 焊接环式箍筋约束高强砼柱裂缝开裂[J]. 华侨大学学报:自然科学版,2010,31(4):458-462.
- [3] 孟繁录,李升才. 焊接环式箍筋高强砼大偏心受压柱试验研究[J]. 武汉理工大学学报,2009,31(23):276-482.
- [4] CHUNG H S, YANG K H, LEE Y H, et al. Strength and ductility of laterally confined concrete columns [J]. Canadian Journal of Civil Engineering, 2002, 93(7):18-25.
- [5] LEE D H, ELNASHAI A S. Seismic analysis of RC bridge columns with flexure-shear interaction[J]. Journal of Structural Engineering ASCE, 2001, 127(5):546-553.
- [6] 青山博之. 现代高层钢筋混凝土结构设计[M]. 张川,译. 重庆:重庆大学出版社,2006:45-51.
- [7] 齐虎,吕西林. 箍筋约束混凝土单轴滞回本构实用模型[J]. 工程力学,2011,28(9):20-26.
- [8] 史庆轩,杨坤. 高强箍筋约束高强混凝土柱抗震性能试验研究[J]. 土木工程学报,2011,44(12):141-148.
- [9] 中国建筑科学研究院. JGJ 101-1996 建筑抗震试验方法规程[S]. 北京:中国建筑工业出版社,1996:13-14.
- [10] 中华人民共和国建设部. GB 50010-2002 混凝土结构设计规范[S]. 北京:中国建筑工业出版社,2002:15-19.

Experiment on the Stirrup Restrain Effect of High-Strength Concrete Columns with Welding Ring Stirrups under High Axial Load Ratio

XU Xin, LI Sheng-cai

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

Abstract: The experiment was conducted to investigate 9 high-strength concrete columns with welding ring stirrups and 1 high-strength concrete columns with binding ring stirrup under the low cyclic loading. Based on the failure process of specimen and the experimental results, the influence of stirrup ratio, axial compression ratio on confined concrete column was analyzed. The hysteretic curves and skeleton curves of components shows the hysteretic curves of columns with the high axial compression ratio is more plump under the welding ring stirrups, indicating the good ductility and seismic resistant performance. The welding ring stirrups can confine the concrete more efficiently than the binding ring under the same condition. With increasing the stirrup ratio in a certain range, the concrete columns have better low cyclic bearing capacity, yield strength, plump hysteretic curve, envelope area and ductility.

Keywords: stirrup constraints; axial compression ratio; low cyclic loading; hysteresis curve

(责任编辑: 陈志贤 英文审校: 方德平)

钢绞线张拉应力实用控制方法

林加惠, 郭子雄, 黄群贤

(华侨大学 土木工程学院, 福建 厦门 361021)

摘要: 提出一种钢绞线张拉应力实用控制方法,即采用扭力扳手拧紧螺栓,实现对钢绞线张拉和应力水平的控制.研究表明:张拉应力值可通过螺栓的拧紧力矩计算公式确定,扭矩系数取值通过试验确定.对完成张拉端锚固后的钢绞线张拉力值进行 48 h 连续监测,研究施工阶段钢绞线的张拉应力损失规律.

关键词: 结构加固; 钢绞线; 张拉应力; 张拉应力损失

中图分类号: TU 4

文献标志码: A

韩国较早提出钢绞线网片-聚合物砂浆加固法,并进行了相关的应用试验研究^[1-2].近年来,钢绞线网片-聚合物砂浆加固技术得到工程界的广泛关注,也取得了大量的研究成果^[3-8].然而,钢绞线属于高强度材料,其抗拉强度可达 2 GPa 以上,在加固工程应用中往往存在以下问题:1) 当钢绞线的应力发挥到一个较高水平的时候,构件的裂缝宽度和挠度已经不能满足正常使用要求^[9];2) 加固工程二次受力会造成明显的应力滞后.因此,对钢绞线施加一定的张拉应力,不仅可以有效减轻应力滞后效应,而且可减少正常使用极限状态下的裂缝和挠度,提高钢绞线的材料利用率和加固的效果.本文将对该钢绞线张拉应力实用控制方法进行试验研究.

1 理论推导

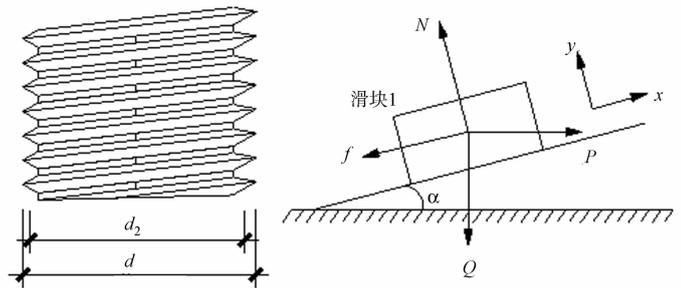
拧紧力矩公式推导示意,如图 1 所示.图 1 中: α 是此卷绕斜面的螺纹升角; φ 为螺纹摩擦角; d_2 为螺纹中径(螺纹外径与内径的平均值).三角形螺纹螺栓的几何特征如图 1(a)所示.取螺栓外表面一点为研究对象,将其转为力学模型,如图 1(b)所示.将拧紧螺母视为滑块 1,滑块 1 受到水平拉力 P (拧紧螺母时在螺纹中径处施加的圆周力)作用下沿着斜面向上运动.在滑块 1 上的作用力有摩擦力 f ;轴向拉力 Q (螺栓的张拉力);斜面对滑块的支持力 N .

由力的平衡条件,可得

$$P = Q \tan(\alpha + \varphi). \quad (1)$$

P 对螺纹轴心线的力矩即为拧紧螺母时所需要的拧紧力矩 T ,故

$$T = P d_2 / 2 = Q d_2 \tan(\alpha + \varphi) / 2. \quad (2)$$



(a) 螺栓几何特征 (b) 力学模型

图 1 拧紧力矩公式推导示意

Fig. 1 Schematic diagram of the derivation of tightening torque equation

令

$$k = \frac{d_2}{d} \tan((\alpha + \varphi)/2), \tag{3}$$

将式(3)代入式(2)可得螺栓拧紧力矩,有

$$T = k \cdot Q \cdot d. \tag{4}$$

式(4)中: T 为拧紧力矩; d 为螺栓螺纹外直径; k 为扭矩系数.

由于扭矩系数 k 以及螺栓直径 d 均为常数,由式(4)可知:拧紧扭矩 T 与张拉力 Q 之间存在线性关系.因此,螺栓的直径 d 已知,通过试验测定相应的扭矩 T 和张拉力 Q 之间的关系,即可得出扭矩系数 k 的取值.

2 张拉应力的施加试验

2.1 试验概况

钢绞线张拉和端部锚固方式^[10],如图2所示.端部锚固方式采用螺栓对钢绞线进行固定,避免了原先采用拉环进行固定存在的锚固强度不足和容易脱落等问题,在实际工程中应用较广.

根据钢绞线网片-聚合物砂浆加固法的施工工艺,设计了与加固法对应的试验装置,如图3所示.试件共12根,试件所采用钢绞线直径和螺栓型号均一致.

试件为轴心受拉的构件,由钢绞线与两端的螺栓连接构成.螺栓受到的钢绞线张拉力为 Q .镀锌钢绞线采用 $6 \times 7 + \text{IWS}$ 型,公称直径为 3.6 mm ,横截面面积为 6.16 mm^2 ,破断力为 10.61 kN .所用部件均为钢绞线网片-聚合物砂浆加固法配套部件,其中螺栓的型号规格为 $8 \text{ mm} \times 97 \text{ mm}$ (直径 \times 长度)5.6级;抗拉强度为 519 MPa ;角钢为 $\text{L}50 \times 6$ 等边角钢,角钢上钻有圆孔,孔径为 8.5 mm .钢绞线与螺栓之间的连接锚固采用配套的铝扣,将钢绞线穿过螺栓孔之后用液压钳将铝扣和钢绞线压紧.

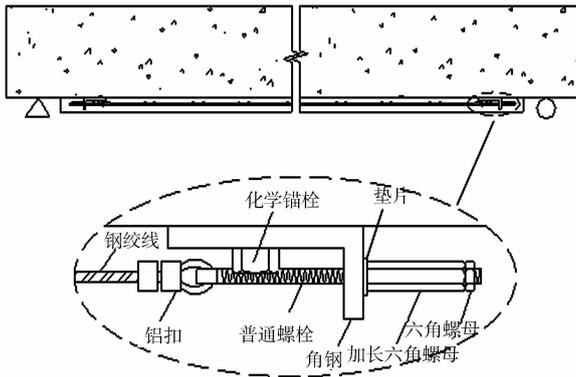


图2 端部锚固方法示意

Fig. 2 Schematic diagram of the anchoring method

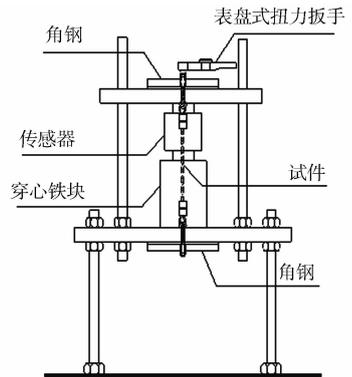


图3 试验装置

Fig. 3 Test setup

2.2 试验的加载与量测

通过扭力扳手旋紧螺栓,对钢绞线进行张拉,钢绞线与两端螺栓连接构成一个轴心受拉构件.由于传感器高度较小,以及试件长度的需要,将穿心的铁块进行垫高.试件穿过穿孔式压力传感器、穿心铁块以及上下两端的角钢后,下端用螺栓旋紧后不动,上端用表盘式扭力扳手(型号为欧田 $\text{ACD}0-30 \text{ N} \cdot \text{m}$)旋紧螺母来进行拧紧力矩的施加.试验加载至钢绞线张拉力为 $0.45F_b$ (F_b 为钢绞线破断力),即预应力度为 0.45 ,停止加载.每级扭矩下,分别旋紧螺母,逐渐增大扭矩,直至螺栓达到预定的张拉值时停止加载.试验量测内容包括:1)通过表盘式扭力扳手旋紧螺母来施加张拉应力,扭矩值从扭力扳手所带表盘读出;2)通过穿孔式压力传感器,以及 $\text{DH}3816$ 静态应变采集系统对钢绞线的张拉力进行实时采集.

2.3 试验结果及分析

试件拧紧力矩与张拉力关系曲线,如图4所示.由图4可知:拧紧力矩与张拉力基本呈线性关系.各试件的扭矩系数 k 由拧紧力矩-张拉力曲线的斜率(T/Q)除以螺栓的直径 d 得到.根据试验数据,可确定扭矩系数 k 范围在 $0.222 \sim 0.276$,平均值为 0.251 ,标准差为 0.017 .在实际工程中,只要钢绞线的目

标张拉应力确定,即可通过式(4)对拧紧力矩进行控制。

3 施工阶段钢绞线张拉应力损失量测

3.1 试验概况

施工阶段钢绞线会出现一定的张拉应力损失,为了测定钢绞线在张拉锁定后的张拉应力损失量,对张拉端锚固完成后的试件进行48 h连续的钢绞线张拉力的数据采集。文献[5]提出了钢绞线张拉控制最大允许值为 $0.65F_b$,故本试验对0.65,0.45和0.25三种预应力度度的钢绞线张拉力值进行监测,并计算确定不同预应力度度下张拉应力损失量的大小。试件数量为12根,其中试件

EP1~EP4 预应力度度为0.65,EP5~EP8 预应力度度为0.45,EP9~EP12 预应力度度为0.25。试验装置不变,通过穿孔式压力传感器,以及DH3816静态应变测试系统对钢绞线的张拉力进行实时采集。

3.2 试验结果及分析

张拉应力损失一般包括两部分:一部分是螺栓锁定后,在较短时间内由于锚具的变形、接缝压缩、钢绞线回缩等造成的损失;另一部分是在长期荷载作用下,由于混凝土徐变、钢绞线应力松弛等造成的损失。初拉应力越高,钢绞线应力松弛越明显。张拉后的钢绞线松弛与时间有关,初期发展快,1 h 松弛量可达到50%,以后逐渐趋向稳定。施工阶段张拉应力损失主要有:1)张拉完成后较短时间内由于锚具变形引起的张拉应力损失量;2)钢绞线的应力松弛引起的张拉应力损失。48 h内钢绞线张拉应力与时间的关系曲线,如图5所示。从图5可以看出:应力 σ 在0~5 h时间段,张拉应力损失较快,张拉应力损失量约占总张拉应力损失量的60%;在5~12 h时间段,仍然有张拉应力损失,但损失趋势变缓;在12~48 h,应力 σ 基本趋于稳定。由此可见:在张拉锁定5 h后进行补偿张拉是消除张拉应力损失的有效方法。当受工期限制不能进行补偿张拉时,采用超张拉3%~6%的设计锁定荷载能达到同样的效果。同时,采用反复张拉和超张拉还可减小钢绞线的应力松弛。

张拉应力度度分别为0.25,0.45和0.65时,对应施加张拉应力值分别为422,763,1 120 MPa,由试验测得张拉应力损失量分别为33,65,97 MPa。张拉应力损失量约为施加张拉应力值的7.7%,8.5%和8.7%。张拉应力值与张拉应力损失量的关系,如图6所示。由图6可以看出:张拉应力损失量 σ_1 与张拉应力值 σ 基本呈线性关系为

$$\sigma_1 = 0.093\sigma + 6.5. \quad (5)$$

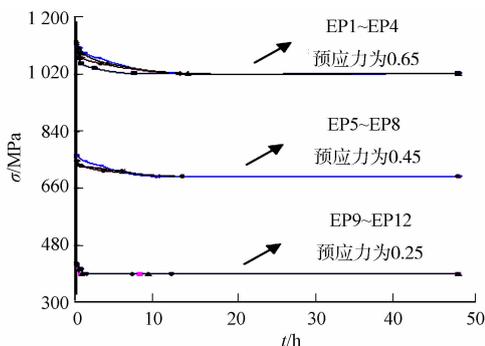


图5 应力-时间曲线
Fig. 5 Stress-time curve

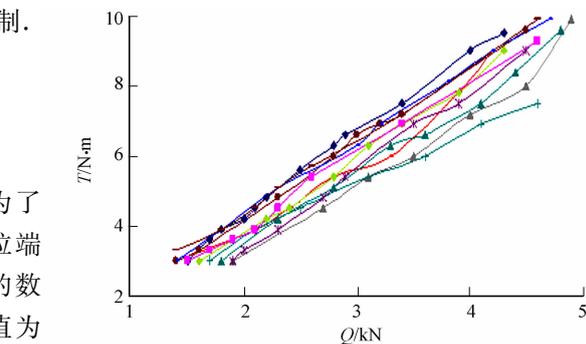


图4 拧紧力矩-张拉力曲线
Fig. 4 Torque-tension force curve

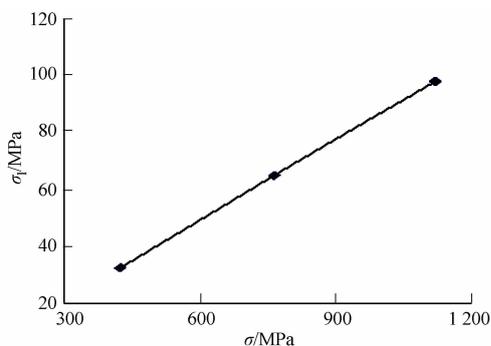


图6 张拉应力损失量-张拉应力值关系曲线
Fig. 6 Tensioning stress loss-tensioning stress curve

4 结论

针对一种新型钢绞线网片-聚合物砂浆加固工艺,提出一种钢绞线张拉应力控制的方法,通过试验

研究得到以下3点结论.

1) 拧紧力矩 T 与张拉力 Q 满足线性关系, 拧紧力矩可根据目标张拉力通过式(4)计算确定, 由试验得到扭矩系数 k 可取 0.251.

2) 钢绞线张拉应力损失量随张拉应力值的增大而增大, 试验得到张拉应力损失量 σ_l 与张拉应力值 σ 满足线性关系, 可由式(5)确定.

3) 施工阶段钢绞线存在张拉应力损失, 钢绞线的张拉应力值在前 5 h 损失较快, 在张拉锁定 5 h 后可通过补偿张拉来消除张拉应力损失.

参考文献:

- [1] 聂建国, 张天申. 高强不锈钢绞线网-高强渗透性砂浆加固技术发展现状及工程应用[C]// 土木工程结构检测鉴定与加固改造新进展及工程实例. 北京: 中国建材工业出版社, 2006: 613-626.
- [2] 姚志华. 高强钢绞线网-聚合物砂浆复合面层加固 RC 梁的研究[D]. 北京: 北京科技大学, 2008: 7-8.
- [3] 曹忠民, 李爱群, 王亚勇. 高强钢绞线网-聚合物砂浆加固技术的研究和应用[J]. 建筑技术, 2007, 8(6): 415-418.
- [4] 黄华, 刘伯权, 邢国华, 等. 高强不锈钢绞线网-渗透性聚合砂浆加固的 T 型梁桥试验[J]. 中国公路学报, 2007, 20(4): 83-90.
- [5] 聂建国, 陶巍, 张天申. 张拉应力高强不锈钢绞线网-高性能砂浆抗弯加固试验研究[J]. 土木工程学报, 2007, 40(8): 1-7.
- [6] 黄华, 刘伯权, 刘卫铎. 高强钢绞线网-聚合物砂浆抗剪加固梁二次受力试验研究[J]. 工业建筑, 2009, 39(2): 123-127.
- [7] 刘鸣, 刘伯权, 邢国华. 钢绞线网-复合砂浆加固钢筋混凝土梁的受弯性能[J]. 交通运输工程学报, 2011, 11(4): 10-15.
- [8] SUNG-HOON K, DAE-KON K. Seismic retrofit of rectangular RC bridge columns using wire mesh wrap casing[J]. KSCE Journal of Civil Engineering, 2011, 15(7): 27-36.
- [9] American Concrete Institute. ACI committee 318: Building code requirements for structural concrete(ACI 318-05) and commentary (ACI 318R-05)[S]. Michigan: American Concrete Institute, 2005: 111-118.
- [10] 阮爱兵. 钢丝绳(钢绞线)网片-聚合物砂浆外加固工法应用现状[J]. 福州大学学报: 自然科学版, 2013, 41(4): 463-470.

Study on the Practical Control Method of the Strand Tensioning Stress

LIN Jia-hui, GUO Zi-xiong, HUANG Qun-xian

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

Abstract: A practical control method of applying the strand tensioning stress was proposed, in which the torque wrench is used to screw down the bolts, to exert and control the tensioning stress in the strand. The experimental results show that: tensioning stress can be calculated by the formula of the tightening torque and the torque coefficient is given by test. After the locking of the anchor end, the stress of strand was monitored continuously in 48 hours to study the tensioning stress loss.

Keywords: structural strengthening; stranded; tensioning stress; tensioning stress loss

(责任编辑: 陈志贤 英文审校: 方德平)

内支撑基坑群开挖相互影响的三维数值分析

郭力群¹, 程玉果^{1,2}, 陈亚军¹, 徐芳超¹

(1. 华侨大学 土木工程学院, 福建 厦门 361021;

2. 中国建筑东北设计研究院, 辽宁 沈阳 110006)

摘要: 通过 Z-Soil 岩土三维分析软件,以小应变硬化土(hardening soil model with small strain stiffness, HSS)模型为基础,建立地连墙与内支撑联合支护的群体基坑开挖的三维数值模型.对基坑土体的竖向位移以及地连墙的变形和受力进行了分析,讨论了基坑间距的影响.分析结果表明:临坑的开挖使紧邻的坑间土堤沉降增加约 1 倍,使群坑周边沉降增加约 10%;先开挖的基坑支护结构受力、变形增大,后续开挖的基坑的地连墙顶会向先开挖基坑方向产生整体侧移,基坑间距越近,影响越明显.

关键词: 群体基坑;相互影响;小应变硬化土模型;数值分析

中图分类号: TU 473

文献标志码: A

在城市交通枢纽,城市综合体地下室等地下空间开发项目中,不可避免地出现多个基坑同步或相继开挖的问题.群体基坑工程面临着施工环境复杂、工序交错、时间和空间难以协调等问题.目前对群体基坑的研究集中在施工技术方面:在上海虹桥交通枢纽工程中^[1],采用了多级支护和分区施工技术.在外滩交通枢纽与十六铺公共地下空间开发项目中^[2-3],采用了共墙设计、分幅施工技术.在天津于家堡金融起步区一期工程中^[4],采用了合并支护、灵活换撑和分阶段拆撑等方法来保证群体基坑的顺利施工.传统的基坑支护分析设计方法及软件难以考虑群体基坑开挖造成的相互影响,而数值分析方法由于能适应各种工况,在群体基坑工程的分析评价中起了重要的作用.赵永光^[5]采用 Midas GTS 对上海南京东路地铁站与 155 地块综合开发项目群体基坑进行三维数值分析,评价了群体基坑开挖对邻近地铁隧道、车站的影响,以及群坑之间的相互影响.程玉果^[6]采用 Z-Soil. PC 对不同基坑间距、不同开挖顺序下的放坡支护的群体浅基坑、排桩支护的群体基坑进行三维分析,评价了土质、基坑间距、基坑开挖顺序对群体基坑的影响.本文以地连墙和内支撑联合支护的群体基坑工程为背景,分析不同工况下土体及支护结构的受力变形特征,并讨论基坑间距对土体位移及支护结构的影响.

1 软件及土体模型选用

1.1 计算软件

数值分析采用岩土真三维有限元分析软件 Z-Soil. PC V2011,该软件内置了专为岩土分析开发的单元库和本构关系,优化了桩-土体-基础-上部结构共同作用,真实地反映岩土体和结构的应力应变关系,可用于基坑工程建设的全过程分析.排水三轴实验下土体的应力-应变曲线,如图 1 所示.

1.2 土体 HSS 本构模型

Schanz 等^[7-8]在 Vermeer^[9]的双硬化模型的基础上,通过标准三轴试验修正,提出了硬化土(hardening soil, HS)模型.该模型在 $p-q$ 平面内,由一个双曲线的剪切屈服面和一个椭圆的盖帽屈服面组成,土体的屈服准则为摩尔-库伦屈服准则,土体剪切硬化的屈服面为六棱锥. Benz^[10]在 HS 模型的基础上考虑了土体在小应变下的刚度非线性变化,提出 HSS 模型. HSS 模型改用松冈-中井屈服准则^[11],使

收稿日期: 2014-03-10

通信作者: 郭力群(1970-),男,副教授,主要从事基坑工程及桩基工程的研究. E-mail: guoliquan@hqu.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51208218)

得土体的屈服面比 HS 模型光滑,更有利于数值计算. HSS 模型反映的土体的工程性质较为全面,在描述土体的剪切应变、压缩硬化、循环荷载、滞回弹性以及小应变等方面具有优势. 因此, HSS 模型已内嵌入 Z-Soil. PC 软件中. 土体的 HS, HSS 模型屈服面, 如图 2 所示.

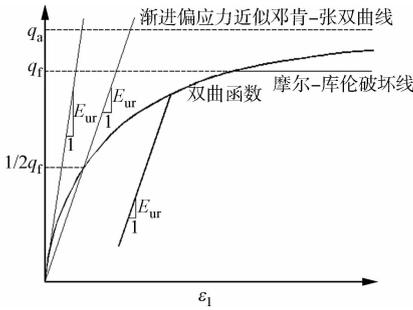


图 1 排水三轴实验下土体的应力-应变曲线

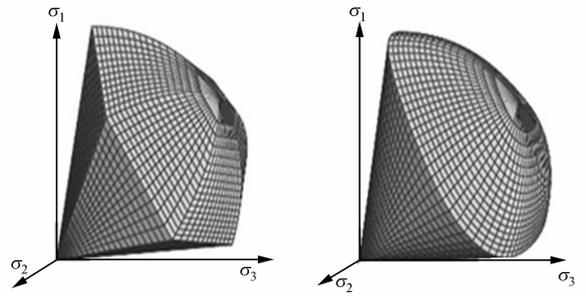


图 2 土体的 HS, HSS 模型屈服面

Fig. 1 Stress-strain curves of soil under drained triaxial test Fig. 2 Yield surfaces of HS model and HSS model

2 群体基坑数值建模分析

2.1 基坑工程概况

为了模拟不同开挖顺序下群体基坑开挖的相互影响, 选取 3 个一字排开的相邻深基坑作为分析对象. 群体基坑的平面图, 如图 3 所示. 图 3 中: 左边为 1 号基坑, 中间为 2 号基坑, 右边为 3 号基坑; 将 1 号基坑和 2 号基坑之间的土堤定义为土堤 1, 将 2 号基坑和 3 号基坑之间的土堤定义为土堤 2; 将基坑左右两边的地连墙分别定义为 a 和 b. 单个基坑长、宽均为 100 m, 基坑开挖深度 H 均为 14 m; 采用地下连续墙与两道圆环内支撑联合支护. 群体基坑的剖面图, 如图 4 所示. 场地各土层的物理力学参数, 如表 1 所示.

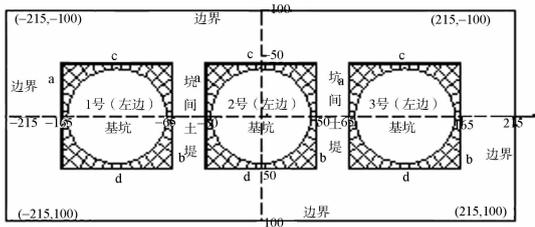


图 3 群体基坑平面图

Fig. 3 Plan of group foundation pits

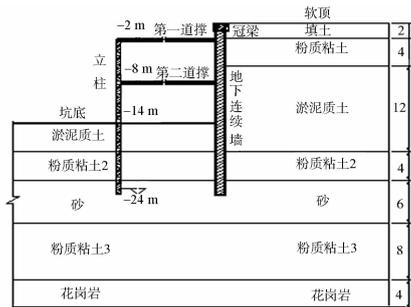


图 4 基坑支护结构剖面图

Fig. 4 Section of pit supporting structure

表 1 土体的物理力学参数及 HSS 模型参数

Tab. 1 Physical mechanical parameters and HSS model parameters of soil

层号	土层	层厚/m	$\gamma/\text{kN} \cdot \text{m}^{-3}$	e_0	K_0	c/kPa	$\varphi/(\text{°})$	$E_{\text{tir}}^{\text{ref}}/\text{GPa}$	$E_0^{\text{ref}}/\text{GPa}$	$E_{50}^{\text{ref}}/\text{GPa}$	H	M
1	填土	2	17.0	0.80	0.50	10	15.0	22.500	112.500	4.500	3 538	0.78
2	粘土 1	4	18.5	0.88	0.48	22	18.5	31.950	159.750	6.390	12 937	1.10
3	淤泥	12	16.9	1.00	0.54	14	13.5	17.925	89.625	3.585	6 590	0.88
4	粘土 2	4	19.5	0.71	0.40	25	21.5	48.525	245.625	9.705	6 605	2.05
5	砂	6	18.8	0.81	0.36	1	33.0	96.375	481.875	19.275	13 108	1.30
6	粘土 3	8	19.2	0.45	0.45	26	21.5	55.950	279.750	11.190	7 876	1.51
7	花岗岩	4	20.0	0.20	0.40	30	30.0	120.000	600.000	24.000	19 571	1.64

2.2 计算模型

根据基坑间距的不同, 将模型分为两种: 基坑间距为 $1H$ 时, 模型的尺寸为 $430 \text{ m} \times 200 \text{ m} \times 40 \text{ m}$; 基坑间距为 $2H$ 时, 模型的尺寸为 $460 \text{ m} \times 200 \text{ m} \times 40 \text{ m}$. 在建模过程中, 考虑土层均匀成层分布, 基坑开挖完成后的整体模型, 如图 5 所示.

模型中土体采用连续体单元 (continuum), 选用 HSS 模型进行模拟, 具体参数见表 1. 地连墙采用无厚度的壳单元 (shell) 模型, 在壳体单元和土体单元之间设置接触单元 (contact), 用来模拟土体和支护结构的位移不连续. 支撑和立柱均采用梁单元 (Beam) 进行模拟.

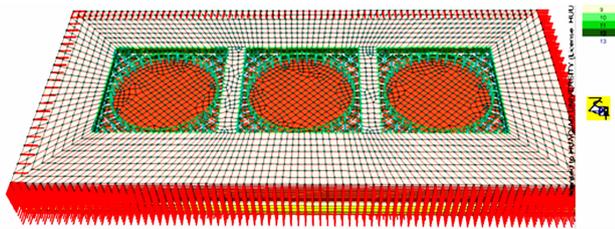


图 5 群体基坑有限元分析模型

Fig. 5 FEA model of group pits

2.3 计算工况

为了减轻工况交叉的影响, 计算时设定的施工工况为先开挖 2 号基坑, 然后开挖 1 号基坑, 最后开挖 3 号基坑. 基坑开挖的计算工况, 如表 2 所示, 在计算工况前要先计算初始地应力, 并将位移清 0.

表 2 计算工况

Tab. 2 Calculation working condition

2 号基坑开挖		1 号基坑开挖		3 号基坑开挖	
工况	模拟内容	工况	模拟内容	工况	模拟内容
Stage 1	地连墙及立柱施工	Stage 8	地连墙及立柱施工	Stage 15	地连墙及立柱施工
Stage 2	开挖第 1 层土	Stage 9	开挖第 1 层土	Stage 16	开挖第 1 层土
Stage 3	冠梁施工	Stage 10	冠梁施工	Stage 17	冠梁施工
Stage 4	第 1 道支撑施工	Stage 11	第 1 道支撑施工	Stage 18	第 1 道支撑施工
Stage 5	开挖第 2 层土	Stage 12	开挖第 2 层土	Stage 19	开挖第 2 层土
Stage 6	第 2 道支撑施工	Stage 13	第 2 道支撑施工	Stage 20	第 2 道支撑施工
Stage 7	开挖第 3 层土	Stage 14	开挖第 3 层土	Stage 21	开挖第 3 层土

3 数值分析结果

3.1 土体竖向位移分析

所有基坑按表 2 工况均开挖完成后, 基坑外土体的沉降云图, 如图 6 所示. 土堤中部及群坑边缘的沉降剖面云图, 如图 7 所示. 坑内隆起云图, 如图 8 所示.

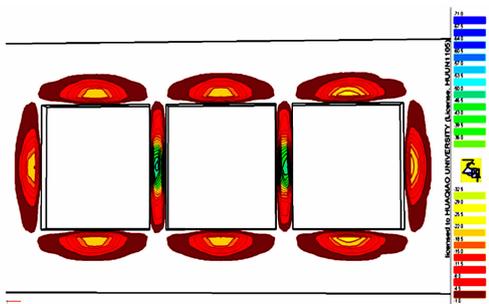


图 6 群体基坑开挖后土体整体沉降图

Fig. 6 Contours of settlement after group pits excavation

由图 6 可知: 1 号基坑开挖后, 土堤 1 出现了最大约 32 mm 的 2 次沉降, 最大值约为 53 mm, 2 号基坑周边出现了 1~7 mm 的 2 次沉降; 2 号基坑开挖后, 坑边沉降最大值约为 25 mm; 3 号基坑开挖后, 土堤 2 出现了最大约 25 mm 的 2 次沉降, 最大约 52 mm, 土堤 1 出现了最大约 3 mm 的 2 次沉降, 最大约 54 mm, 1 号基坑周边出现了 1~7 mm 的 2 次沉降, 而 2 号基坑周边几乎无 2 次沉降. 分析结果表明: 邻坑的开挖使紧邻的坑间土堤沉降约增加一倍, 而基坑群周边沉降增加较少, 约为 10%.

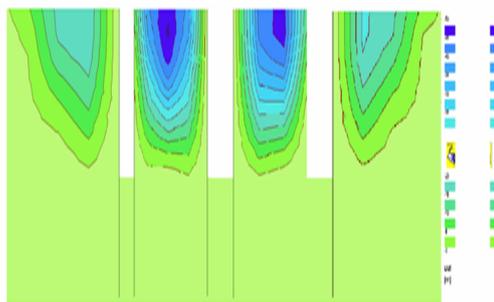


图 7 土体沉降剖面图

Fig. 7 Sections of the soil settlement

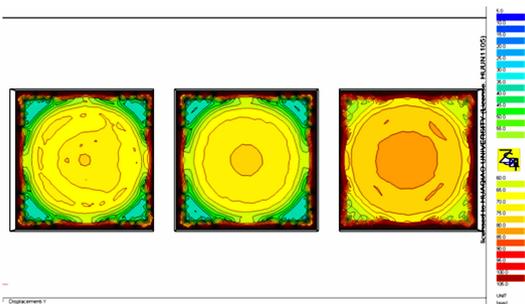


图 8 群体基坑开挖后坑底隆起图

Fig. 8 Contours of uplift at the bottom of group pits

由图7可知:所有基坑开挖后,坑边土体和土堤的沉降曲线并未表现为完全对称的情况;土堤1和土堤2相比,土堤1的最大沉降出现在土堤中间,土堤2的最大沉降出现在土堤中间偏3号基坑一侧;两侧的坑边土体沉降曲线几乎一致,但3号基坑右侧土体沉降稍大。

由图8可知:2号基坑开挖后,坑底隆起最大约85 mm,坑底中心约为77 mm;1号基坑开挖后,其坑底隆起最大约90 mm,坑底中心约为73 mm,2号基坑坑底中央几乎不再变化,只有靠近地连墙部分有轻微2次隆起;3号基坑开挖后,其坑底隆起最大约为115 mm,坑底中心约为80 mm,1,2号基坑坑底几乎不受影响。

3.2 地连墙变形分析

待3号基坑开挖完后,提取出基坑群横向地连墙中间截面的侧向位移图,如图9(a)所示。

由图9(a)可知:3号基坑开挖后,与2号基坑相邻的1b和3a地连墙顶端位移为负,表明所有地连墙变形均朝基坑群中心,1b和3a地连墙的受拉方向不同于1a和3b;其他4个地连墙顶端位移由小变大的顺序为 $2b < 2a < 1a < 3b$,其中2a和2b墙顶位移几乎相等,1a比3b的位移略小;墙中段最大位移由小变大的顺序为 $1a = 1b \approx 3a < 3b < 2a \approx 2b$ 。

选取2a地连墙作为分析对象,提取不同基坑开挖后2a地连墙的侧向位移,如图9(b)所示。

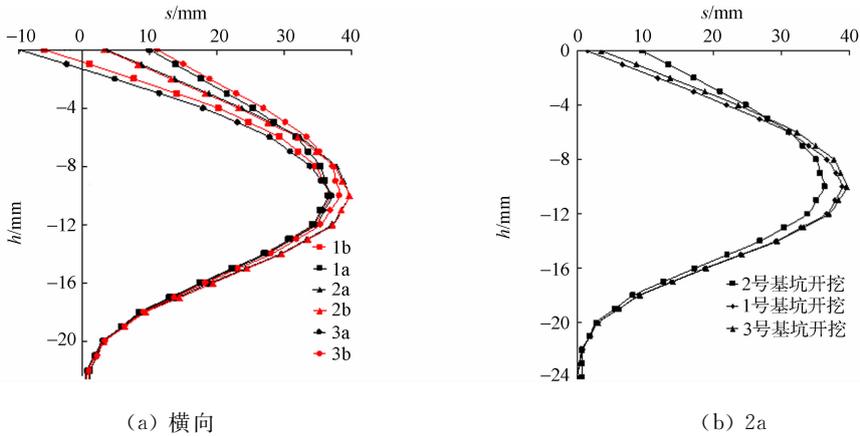


图9 地连墙侧向位移图

Fig. 9 Lateral displacement of diaphragm wall

由图9(b)可知:2号基坑开挖后,2a墙顶位移约为10 mm;1号基坑开挖后,2a墙顶位移受卸载的影响,减小为2 mm;待3号基坑开挖后,2a墙顶位移略有变大,约为4 mm;但随着1号基坑和3号基坑的陆续开挖,2a墙中段最大位移增大,1号基坑的a墙位移增大幅度较大,3号基坑的2a墙的位移增大幅度较小。

3.3 地连墙受力分析

以2a,2b地连墙为分析对象,不同基坑开挖后地连墙的X方向和Y方向的剪力最大增量和弯矩最大增量,如表3,4所示。

表3 剪力增量表

Tab. 3 Shear force incremental table $\text{kN} \cdot \text{m}^{-1}$

开挖工况	2a地连墙		2b地连墙	
	X	Y	X	Y
1号基坑开挖	40	25	15	20
3号基坑开挖	8	8	30	35

表4 弯矩增量表

Tab. 4 Moment incremental table $\text{kN} \cdot \text{m}^{-1}$

开挖工况	2a地连墙		2b地连墙	
	嵌固段	开挖段	嵌固段	开挖段
1号基坑开挖	80	120	50	50
3号基坑开挖	10	15	50	100

由表3可知:1号基坑开挖对2a地连墙的影响远比3号基坑开挖对2a地连墙的影响大;对2b地连墙的影响则相反,表明地连墙剪力明显受近端开挖影响。

由表4可知:1号基坑开挖对2a地连墙的影响比3号基坑开挖对2a地连墙的影响大;1号基坑开挖对2b地连墙的影响比3号基坑对2b地连墙的影响小,对开挖段的影响比对嵌固段的影响大;连墙弯矩明显也受近端开挖影响。

对地连墙的受力分析可知,后续开挖的基坑与地连墙的距离越小,对其内力影响越大。

4 基坑间距的影响分析

4.1 基坑间距对土堤沉降的影响

分别提取出间距 $1H$ 和间距 $2H$ 的土堤 1 的沉降云图, 如图 10 所示。

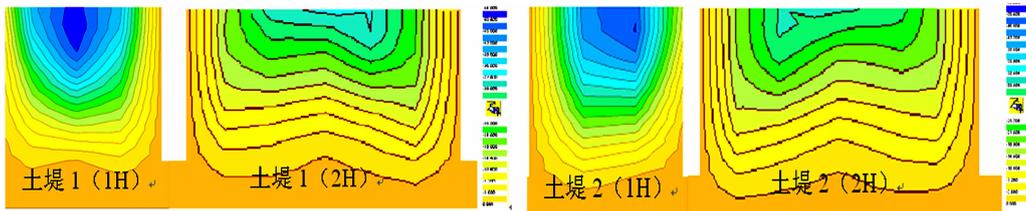


图 10 不同间距下土堤沉降云图

Fig. 10 Contours of settlement under different space

由图 10 可知: 不同间距下, 土堤的沉降差异较大; 间距为 $1H$ 时, 土堤 1 的最大沉降出现在土堤中间略偏向 1 号基坑一侧, 最大值为 54 mm ; 间距为 $2H$ 时, 土堤 1 的最大沉降出现在土堤中间偏 2 号基坑一侧, 最大值为 33 mm , 仅为间距为 $1H$ 时的 60% ; 土堤 1 和土堤 2 的沉降也略有差别. 在间距相同时, 土堤 1 的沉降均略大于土堤 2, 且土堤最大沉降出现的位置均不同。

4.2 基坑间距对地连墙的影响

提取出不同间距下 2a 地连墙最终的弯矩, 和 2a 地连墙最终的水平位移, 如图 11, 12 所示。

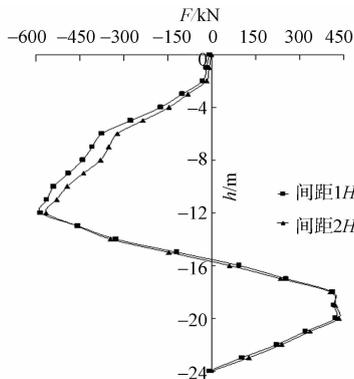


图 11 2a 地连墙弯矩图

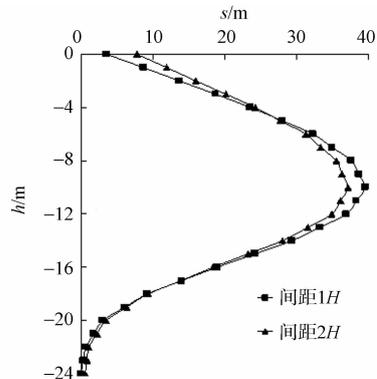


图 12 2a 地连墙侧向位移图

Fig. 11 Bending moment diagram of 2a diaphragm wall Fig. 12 Lateral displacement of 2a diaphragm wall

由图 11 可知: 不同间距下, 2a 地连墙嵌固段的弯矩几乎无变化; 但间距为 $2H$ 时, 开挖段的弯矩约为间距为 $1H$ 的开挖段弯矩的 85% 。

由图 12 可知: 不同间距下, 2a 地连墙嵌固段的侧向位移几乎相同; 间距为 $1H$ 时, 开挖段的墙顶位移较小, 但开挖段的最大位移较大。

结果分析表明: 地连墙嵌固段的水平位移和弯矩受基坑间距的影响几乎可以忽略; 间距为 $2H$ 时的开挖段弯矩约为间距为 $1H$ 时的 85% 。

5 结束语

对群体基坑在间隔开挖下的土体竖向位移以及地连墙的受力及变形进行了分析, 并讨论了基坑间距的影响. 分析结果表明:

1) 后续基坑开挖会引起先行开挖的基坑土体发生 2 次变形, 其中临坑的开挖使紧邻的坑间土堤沉降增加约 1 倍, 群坑周边沉降增加约 10% , 坑底隆起变化不明显;

2) 基坑之间的间距越大, 对抗间土堤沉降的影响越小, 间距为 $2H$ 时最大沉降仅为 $1H$ 时的 60% , 但间距不同, 坑间土堤的沉降性状不同, 最大沉降位置不同;

3) 后续开挖的基坑地连墙顶会向已经开挖基坑方向产生整体位移, 同时, 后续基坑的开挖会引起先行开挖基坑的地连墙受力变大、位移增大, 且距离越近, 变化越大;

4) 基坑群间距不同对地连墙嵌固段的水平位移和弯矩的影响几乎可以忽略,间距为 $2H$ 时,开挖段的弯矩约为间距为 $1H$ 时开挖段弯矩的 85%。

参考文献:

- [1] 陶金. 超大型集群连体深基坑综合施工技术[J]. 建筑施工, 2010, 32(3): 187-190.
- [2] 孙巍, 范益群, 黄新刚. 外滩交通枢纽大型地下空间开发中几个关键问题研究[J]. 市政技术, 2009, 27(增刊 2): 3-9.
- [3] 郑晏华. 上海外滩通道综合改造工程中特大基坑的分幅施工技术[J]. 建筑施工, 2010, 32(12): 1187-1188.
- [4] 赵彤. 大型基坑群工程基坑支护方案分析与比选[J]. 岩土工程学报, 2010, 32(增刊 2): 319-322.
- [5] 赵永光. 群坑耦合效应及群坑开挖对周围环境影响的研究与分析[D]. 上海: 同济大学, 2009: 78-79.
- [6] 程玉果. 基于 HSS 模型的群体基坑开挖的性状及相互影响分析[D]. 厦门: 华侨大学, 2013: 123-124.
- [7] SCHANZ T, VERMEER P A. On the stiffness of sands[C]// Pre-Failure Deformation Behaviour of Geomaterials. London: Thomas Telford, 1998: 383-387.
- [8] SCHANZ T, VERMEER P A, BONNINER P G. The hardening soil model: Formulation and Verifacation[C]// Beyond 2000 In Computational Geotechnics. Balkema: Rotterdam, 1999: 281-297.
- [9] VERMEER P A. Double hardening model for sand[J]. Geotechnique, 1978, 28(4): 413-433.
- [10] BENZ T. Small strain stiffness of soils and its numerical consequences[D]. Stuttgart: University of Stuttgart, 2006: 147-149.
- [11] HAJIME M, TERUO N. Stress-deformation and strength characteristics of soil under three different principal stresses[J]. Japan Society of Civil Engineers, 1974, 232(12): 59-70.

3D Numerical Analysis on the Interaction of Group Foundation Pits Supporting with Strut

GUO Li-qun¹, CHENG Yu-guo^{1,2}, CHEN Ya-jun¹, XU Fang-chao¹

(1. College of Civil Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, China;

2. China Northeast Architectural Design and Research Institute, Shenyang 110006, China)

Abstract: The three-dimensional numerical model of lined up group foundation pits supported by diaphragm wall and internal strut system were built with Z-Soil geotechnical FEM software based on the hardening soil model with small strain stiffness (HSS) model. The vertical displacement of soil, deformation and stress of the diaphragm wall were analyzed. The impact of pit spacing was also discussed. The analysis results show that because of the excavation of nearby pits, the settlement of embankment between pits is doubled, the settlement increases by about 10% around the pits, and the stress and deformation of the supporting structure in the excavated pit is increase. The top of the diaphragm wall of the subsequent foundation pit move towards the direction of the excavated one. The closer pit spacing leads to the more significant the interactions.

Keywords: group foundation pits; interaction; hardening soil model with small strain stiffness model; numerical analysis

(责任编辑: 陈志贤 英文审校: 方德平)

Sawada-Kotera-Ramani 方程的 两类尖孤立波解

李向正¹, 郭向阳²

(1. 河南科技大学 数学与统计学院, 河南 洛阳 471023;
2. 洛阳理工学院 数理部, 河南 洛阳 471023)

摘要: 用 (G'/G) 展开法构造出 Sawada-Kotera-Ramani (SKR) 方程的两类尖孤立波解. 这两类孤立波解都有尖峰或倒尖峰, 且满足 Rankine-Hugoniot 条件和熵条件, 是方程的弱解.

关键词: Sawada-Kotera-Ramani 方程; 尖孤立波解; Rankine-Hugoniot 条件; (G'/G) 展开法; 弱解

中图分类号: O 175.2

文献标志码: A

研究数学物理方程的中心内容是求各类问题的解并研究解的性质, 使研究者对其所描述的自然现象或过程能有更深入的认识. 间断性(或奇异性)在自然现象中广泛存在, 如流体动力学中的溃坝, 空气动力学中的激波, 广义相对论中的黑洞等^[1]. 非线性发展方程是近年来数学物理工作者研究的热点, 其弱解一般具有间断性(或奇异性), 对于特定的自然现象, 用弱解来描述或刻画更符合实际. 弱解的存在性可用算子分解方法证明, 也可用位势井理论和紧致性方法证明^[2-3]. 根据压缩映像原理, 用伽罗金逼近法可证明弱解的存在性和唯一性^[4]. 文献[2-4]较多地集中于弱解的存在性或唯一性的证明, 但弱解的解法或构造方法很少见文献报道.

Sawada-Kotera-Ramani (SKR) 方程^[5]

$$u_t + 15(u^3 + uu_{xx})_x + u_{5x} = 0, \quad (1)$$

可用于描述重力作用下浅水中长波的运动及一维非线性晶格中长波的运动^[6]. Yu 等^[5]用 Hirota 双线性方法研究了 SKR 方程的超对称化, 获得了它的 Bäcklund 变换, 并得到了超孤子解. 然而, 文献[5-6]均未考虑 SKR 方程的尖孤立波解及其构造方法. 基于此, 本文主要研究 SKR 方程的两类尖孤立波解.

1 SKR 方程的尖孤立波解

方程(1)可写成守恒律形式, 即

$$\frac{\partial u}{\partial t} + \frac{\partial f(u)}{\partial x} = 0, \quad (2)$$

式(2)中: $f(u) = 15(u^3 + uu_{xx}) + u_{4x}$.

方程(1)的尖孤立波解满足的边界条件为

$$u \rightarrow 0, \quad u_x \rightarrow 0, \quad u_{xx} \rightarrow 0, \quad u_{4x} \rightarrow 0, \quad \text{当 } |x| \rightarrow \infty \text{ 时.} \quad (3)$$

记 $u^\pm = u(\sigma(t) \pm 0, t)$, $f^\pm = f(u^\pm)$, u^\pm 表示 $u(x, t)$ 在间断线两侧的左右极限.

定理 1 除间断线外, 满足守恒律方程(2)的行波解 $u(x, t) = u(|\xi|)$, $\xi = x - ct - x_0$ (c, x_0 为常数). 当 $u^+ = u^-$ 时, 在方程(2)的间断曲线 $\xi = x - \sigma(t) = 0$ (即 $\sigma(t) = ct + x_0$) 上满足 Rankine-Hugoniot

收稿日期: 2014-04-10

通信作者: 郭向阳(1971-), 男, 讲师, 主要从事负热膨胀材料的研究. E-mail: gxyson@126.com.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(10871129); 河南科技大学博士启动基金资助项目(09001562)

条件,即 $\sigma'(t) = \frac{f^- - f^+}{u^- - u^+}$.

证明 利用洛比达法则及方程(2)可得

$$\frac{f^- - f^+}{u^- - u^+} = \frac{f_x^- - f_x^+}{u_x^- - u_x^+} = \frac{-u_t^- + u_t^+}{u_x^- - u_x^+} = \frac{-2cu'(0)}{-2u'(0)} = c = \sigma'(t).$$

用 (G'/G) 展开法^[7-8] 求解方程(1). 设方程(1)的行波解为

$$u(x, t) = u(\xi), \quad \xi = x - ct - x_0. \quad (4)$$

式(4)中:常数 c 表示波速; x_0 为常数. 将式(4)代入方程(1), 然后关于 ξ 积分一次, 根据边界条件(3), 可设积分常数为 0, 得

$$-cu + 15(u^3 + uu'') + u^{(4)} = 0. \quad (5)$$

此处, 要求方程(1)的弱解 $u(x, t) = u(\xi)$ 满足对称性条件, 即

$$u(-\xi) = u(\xi), \quad \xi \in (-\infty, +\infty). \quad (6)$$

考虑方程(5)中 u^3, uu'' 和 $u^{(4)}$ 的齐次平衡^[7-10], $3m = 2m + 2 = m + 4$, 得平衡数 $m = 2$. 于是, 设方程(5)的解可表示为

$$u = a_0 + a_2(G'/G)^2, \quad a_2 \neq 0. \quad (7)$$

式(7)中: a_0, a_2 是待定常数, $G = G(\xi)$ 满足二阶线性常微分方程, 即

$$G''(\xi) + \beta G(\xi) = 0. \quad (8)$$

式(8)中: β 为待定常数.

特别地, 当 $\beta < 0$ 时,

$$G'/G = \sqrt{-\beta} \tanh(\sqrt{-\beta}\xi + \xi_0), \quad (9)$$

或者

$$G'/G = \sqrt{-\beta} \coth(\sqrt{-\beta}\xi + \xi_1). \quad (10)$$

式(9), (10)中: ξ_0, ξ_1 为常数.

将式(7)代入方程(5)的左端并利用方程(8), 则方程(5)的左端化为 G'/G 的多项式. 置多项式的系数为 0, 得到关于 a_0, a_2, β 和 c 的代数方程组, 利用 Mathematica 符号软件, 解得该方程组的三组解, 分别是

$$\text{i) } \beta < 0, a_0 = -2\beta, a_2 = -1, c = 16\beta^2;$$

$$\text{ii) } \beta < 0, a_0 = \frac{-15 - \sqrt{105}}{15}\beta, a_2 = -2, c = -2(\sqrt{105} - 11)\beta^2;$$

$$\text{iii) } \beta < 0, a_0 = \frac{-15 + \sqrt{105}}{15}\beta, a_2 = -2, c = 2(\sqrt{105} + 11)\beta^2.$$

将解 i) ~ iii) 及式(9)分别代入式(7), 得方程(1)的精确孤立波解, 即

$$u_1(x, t) = -2\beta \operatorname{sech}^2(\sqrt{-\beta}\xi + \xi_0), \quad \xi = x - 16\beta^2 t - x_0;$$

$$u_2(x, t) = \frac{-15 - \sqrt{105}}{15}\beta + 2\beta \tanh^2(\sqrt{-\beta}\xi + \xi_0), \quad \xi = x + 2(\sqrt{105} - 11)\beta^2 t - x_0;$$

$$u_3(x, t) = \frac{-15 + \sqrt{105}}{15}\beta + 2\beta \tanh^2(\sqrt{-\beta}\xi + \xi_0), \quad \xi = x - 2(\sqrt{105} + 11)\beta^2 t - x_0.$$

将解 i) ~ iii) 及式(10)分别代入式(7)得方程(1)的精确孤立波解, 即

$$u_4(x, t) = -2\beta \operatorname{csch}^2(\sqrt{-\beta}\xi + \xi_1), \quad \xi = x - 16\beta^2 t - x_0;$$

$$u_5(x, t) = \frac{-15 - \sqrt{105}}{15}\beta + 2\beta \coth^2(\sqrt{-\beta}\xi + \xi_1), \quad \xi = x + 2(\sqrt{105} - 11)\beta^2 t - x_0;$$

$$u_6(x, t) = \frac{-15 + \sqrt{105}}{15}\beta + 2\beta \coth^2(\sqrt{-\beta}\xi + \xi_1), \quad \xi = x - 2(\sqrt{105} + 11)\beta^2 t - x_0.$$

为满足对称性条件(6), 引入函数 $u_7(x, t) = -2\beta \operatorname{sech}^2(\sqrt{-\beta}|\xi| + \xi_0)$, $\xi = x - 16\beta^2 t - x_0$, $\xi_0 \geq 0$. 易知, 当 $\xi < 0$ 时, u_7 也满足方程(1), 而 $x = \sigma(t) = 16\beta^2 t + x_0$ 为函数 u_7 的导数的间断曲线. 根据定理 1, 解

u_7 在间断曲线 $x = \sigma(t) = 16\beta^2 t + x_0$ 上满足 Rankine-Hugoniot 条件, 因此 u_7 是方程(1)的弱解. 又因为 $(u_7)^+ = (u_7)^- = -2\beta \operatorname{sech}^2 \xi_0$, 故熵条件显然满足, 弱解 u_7 是方程(1)的物理解^[11].

当 $\xi_0 = 0$ 时, 尖波 u_7 与光滑解重合; 当 $\xi_0 > 0$ 时, 尖波的振幅是 $-2\beta \operatorname{sech}^2 \xi_0$; 波速 $c = 16\beta^2$ 与振幅有关, 且 c, x_0 与 ξ_0 都是独立参数; 尖波与光滑孤波等宽.

类似地, 可引入函数

$$u_8(x, t) = \frac{-15 - \sqrt{105}}{15} \beta + 2\beta \tanh^2(\sqrt{-\beta} |\xi| + \xi_0),$$

$$\xi = x + 2(\sqrt{105} - 11)\beta^2 t - x_0, \quad \xi_0 \geq 0;$$

$$u_9(x, t) = \frac{-15 + \sqrt{105}}{15} \beta + 2\beta \tanh^2(\sqrt{-\beta} |\xi| + \xi_0),$$

$$\xi = x - 2(\sqrt{105} + 11)\beta^2 t - x_0, \quad \xi_0 \geq 0.$$

当 $\xi_0 > 0$ 时, 第 1 类孤立波解 $u_7 \sim u_9$ 均有尖峰; 当 $\xi_0 = 0$ 时, 对应于经典的光滑孤波解, 经典的钟状孤立波解有光滑的波峰.

$$u_{10}(x, t) = 2\beta \operatorname{csch}^2(\sqrt{-\beta} |\xi| + \xi_1), \quad \xi = x - 16\beta^2 t - x_0, \quad \xi_1 > 0;$$

$$u_{11}(x, t) = \frac{-15 - \sqrt{105}}{15} \beta + 2\beta \coth^2(\sqrt{-\beta} |\xi| + \xi_1),$$

$$\xi = x + 2(\sqrt{105} - 11)\beta^2 t - x_0, \quad \xi_0 > 0;$$

$$u_{12}(x, t) = \frac{-15 + \sqrt{105}}{15} \beta + 2\beta \coth^2(\sqrt{-\beta} |\xi| + \xi_1),$$

$$\xi = x + 2(\sqrt{105} + 11)\beta^2 t - x_0, \quad \xi_0 > 0.$$

当 $\xi_1 > 0$ 时, 第 2 类孤立波解 $u_{10} \sim u_{12}$ 均有倒尖峰. 根据定理 1, 解 $u_{10} \sim u_{12}$ 也满足 Rankine-Hugoniot 条件, 因而是方程(1)的弱解. 由于熵条件成立, 所以解 $u_{10} \sim u_{12}$ 为方程(1)的物理解. 当 $\xi_0 > 0$ ($\xi_1 > 0$) 时, 解 $u_7 \sim u_{12}$ 在间断曲线上有尖峰(倒尖峰). 这些解在以往文献中尚未报道. 相同相速 $c = 16$ 下, 孤立解 u_7 的图形, 如图 1 所示. 图 1 中, 曲线从上到下分别为 $\xi_0 = 0, \xi_0 = 1/2, \xi_0 = 1, \xi_0 = 3/2$. 相同相速 $c = 16$ 下, 孤立波解 u_{10} 的图形, 如图 2 所示. 图 2 中, 曲线从下到上分别为 $\xi_1 = 6/5, \xi_1 = 7/5, \xi_1 = 8/5, \xi_1 = 9/5$.

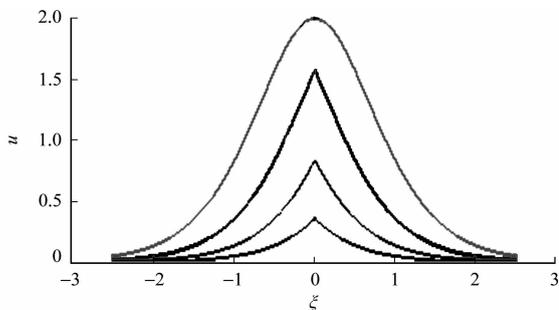


图 1 孤立波 u_7

Fig. 1 Solitary wave u_7

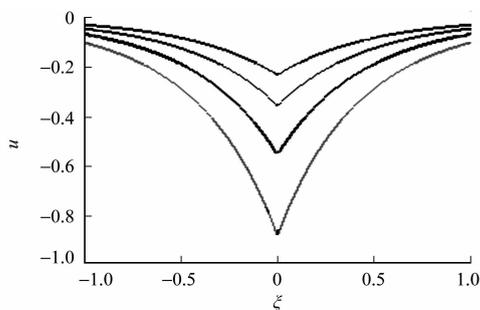


图 2 孤立波 u_{10}

Fig. 2 Solitary wave u_{10}

2 结论

SKR 方程的尖孤立波尚未见有文献报道. 首先, 给出了满足守恒律的非线性发展方程的行波解满足 Rankine-Hugoniot 条件的定理; 然后, 利用 (G'/G) 展开法求出了 SKR 方程的具有对称性的行波解, 首次构造出了 SKR 方程的两类尖孤立波解. 这两类尖孤立波解的振幅均有限, 满足 Rankine-Hugoniot 条件和熵条件, 因而为 SKR 方程的物理解.

当 $\xi_0 = 0$ 时, 第 1 类尖孤立波解 $u_7 \sim u_9$ 对应于经典的光滑孤波解, 因此, 比经典的孤波解更具有一般性. 文中的工作拓展了 (G'/G) 展开法的应用范围^[7-8].

另外 Liao 等^[1]认为尖孤立波可能是浅水波模型的一个一般性质, 文中则从数学角度严格证明了具

有尖孤立波解的方程必须满足的条件,即满足定理 1 的条件,边界条件(3)及对称性条件(6),依据这些条件即可扩展具有尖孤立波解的方程的类型.

参考文献:

- [1] LIAO Shi-jun. Two kinds of peaked solitary waves of the KdV, BBM and Boussinesq equations[J]. Science China, 2012, 55(12): 2469-2475.
- [2] 谢永钦, 马加磊, 肖霞, 等. 一类非线性发展方程解的长时间行为[J]. 湘潭大学学报: 自然科学版, 2012, 34(1): 1-4.
- [3] 廖秋明, 赵红星. 一类具耗散项的非线性四阶波动方程的整体弱解及其渐近性质[J]. 工程数学学报, 2013, 30(1): 59-66.
- [4] 夏子伦, 曹文慧, 杨文斌. 一类非线性双曲型方程的弱解[J]. 云南民族大学学报: 自然科学版, 2013, 22(1): 48-53.
- [5] YU Ya-xuan. Suppermmetric Sawada-Kotera-Ramani equation: Bilinear approach[J]. Commun Theor Phys, 2008, 49(3): 685-688.
- [6] WAZWAZ A M. Abundant solitons for several forms of the fifth-order KdV equation by using the tanh method[J]. Applied Mathematics and Computation, 2006, 182(1): 283-300.
- [7] WANG Ming-liang, LI Xiang-zheng, ZHANG Jin-liang. The (G'/G) -expansion method and traveling wave solutions of nonlinear evolution equations in mathematical physics[J]. Physics Letters A, 2008, 372(4): 417-423.
- [8] 李向正, 张卫国, 原三领. (G'/G) 展开法的简化及 Nagumo 方程的有界行波解[J]. 河南科技大学: 自然科学版, 2010, 31(6): 18-81.
- [9] WANG Ming-liang. Solitary wave solutions for variant Boussinesq equations[J]. Phys Lett A, 1995, 199(3): 169-172.
- [10] LI Xiang-zheng, WANG Ming-liang. A sub-ODE method for finding exact solutions of a generalized KdV-mKdV equation with high-order nonlinear terms[J]. Phys Lett A, 2007, 361(1): 115-118.
- [11] 胡国定. 简明数学词典[M]. 北京: 科学出版社, 2007: 481.

Two Kinds of Peaked Solitary Wave Solutions of Sawaka-Kotera-Ramani Equation

LI Xiang-zheng¹, GUO Xiang-yang²

(1. College of Science and Statistics, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471023, China;

2. Department of Mathematics and Physics, Luoyang Institute of Science and Technology, Luoyang 471023, China)

Abstract: Two kinds of peaked solitary wave solutions of Sawaka-Kotera-Ramani (SKR) equation are given by means of (G'/G) -expansion method. The solutions have either a peakon or an anti-peakon, and satisfy the Rankine-Hugoniot condition and entropy condition, then they are weak solutions of the equation.

Keywords: Sawada-Kotera-Ramani equation; peaked solitary wave solution; Rankine-Hugoniot condition; (G'/G) -expansion method; weak solution

(责任编辑: 黄晓楠 英文审校: 黄心中)

第 35 卷总目次

第 1 期

立铣动力学系统模态参数辨识及实验 陈勇, 黄国钦 (1)

采用谐波分析的直线度误差信号提取 黄丽玲, 李兴旺, 王宇, 王焕玲, 黄富贵 (7)

公平神经网络的未知信源数盲分离算法 李凯, 李慧, 王启志 (11)

产生尺寸可调局域空心光束的技术 何西, 吴逢铁, 李冬, 李攀 (16)

干扰泄漏最小的多小区 MIMO 干扰对齐算法 袁继昌, 赵睿 (22)

双波段共享孔径天线 Fabry-Perot 谐振腔的设计 葛悦禾, 张海 (27)

染缸资源的离散事件动态系统建模及优化 余婷, 王飞, 汲洋弘康 (31)

遥感图像分类的多核 SVDD 算法 陈赛英, 何建农 (36)

在线机器学习跟踪算法的研究进展 钟必能, 陈雁, 沈映菊, 陈锻生, 陈维斌 (41)

乙酸香茅酯的绿色合成与结构表征 江云兵, 熊兴泉 (47)

Co(II)(pmda)(pica)配合物的合成与结构表征 饶小金, 郭建斌, 吴文士 (52)

水-异丁醇二元体系溶解度和液液相平衡 金春英, 林金清 (57)

蛋白质界面网络中模体和模块的探测 胡尊胜, 林锦贤, 吕曦 (61)

生物柴油酸催化甲醇法生产工艺全流程模拟与经济分析 曾宏, 林少杰, 方柏山 (67)

基于供热调节方式的混水直连模式的适用性 晋娜娜, 田琦, 王美萍, 孙玉峰 (72)

HRBF 500 级细晶粒钢筋混凝土筒支梁的耐火极限 王全凤, 霍喆赞, 徐玉野, 王凌云 (76)

无伸缩缝桥梁荷载横向分布的影响参数分析 李秀芳, 高轩能 (82)

钢板笼混凝土短柱轴压性能的数值模拟 梁扬滨, 曾志兴, 陈荣淋, 苏江林, 谌意雄 (88)

不同间距下相邻基坑相互影响数值分析 郭力群, 程玉果, 陈亚军 (92)

实验室用泡沫沥青试验机及其发泡性能 王海峰, 马保国, 严捍东 (97)

双调和型映照的 Landau 定理 石擎天, 黄心中 (102)

图的拉普拉斯谱半径对应的特征向量性质及其应用 汪秋分, 宋海洲 (107)

一类四阶奇异非线性积分边值问题正解的存在性 王全义, 邹黄辉 (112)

一种联图的 Cordial 性 倪臣敏, 刘峙山, 卢福良 (117)

第 2 期

多区域互联电网的分散式模糊 PID 负荷频率控制 项雷军, 王涛云, 郭新华 (121)

广义 S 变换在转子碰摩故障诊断中的应用 朱明, 李志农, 何旭平, 邬冠华 (127)

一种宽带双极化印刷振子基站天线单元的设计 王灿, 葛悦禾 (132)

利用整数变换的高效图像可逆信息隐藏方法 邱应强, 冯桂, 田晖 (136)

总有机碳分析仪信号处理算法的分析 任洪亮 (142)

采用普通 Petri 网的自动化立体仓库系统的 PLC 程序设计 倪会娟, 罗继亮 (146)

利用图像频度特征的稀薄烟雾检测算法 陈智铭, 谢维波, 许华滨 (151)

利用双边滤波器和 DoG 算子的人像卡通化新算法 曾冬梅, 陈锻生 (156)

采用受控 Petri 网的虚拟现实遥操作机器人系统模型	张国亮, 钟必能 (161)
PEG 改性 Bi-PbO ₂ 电极对茜素绿的电催化降解作用	蔡成杰, 杨卫华, 杨武涛, 林小燕 (165)
不同嗜盐机制微生物蛋白质组特性及其识别	葛慧华, 黄可君, 张光亚 (169)
沼泽红假单胞菌种代谢基因多样性及进化分析	郭少伟, 吕常江, 张意, 赵春贵 (175)
渣油加氢脱金属催化剂的积炭分析	刘勇军, 邹瑜 (180)
典型气象日蓄热型太阳能喷射制冷系统性能分析	李风雷, 任艳玲 (185)
重组腺相关病毒质量控制的 qPCR 技术研究进展	肖桂清, 杨会勇, 刁勇 (191)
高温作用后混凝土抗拉强度的影响分析	胡翠平, 徐玉野, 罗漪, 郑涌林, 林碧兰 (196)
花岗岩石材植筋锚固性能试验	郑奕鹏, 郭子雄, 柴振岭, 叶勇 (202)
小净距 2 扩 4 隧道变形规律的 BP 小波神经预测	林大炜, 林从谋, 黄逸群, 黄清祥, 孟希 (207)
隧道型钢喷混凝土初期支护的可靠度计算方法及应用	黄逸群, 林从谋, 黄清祥, 林大炜, 孟希 (212)
高校校园生态规划结构的多元化-网络化-多维化构建	曾琦芳, 刘焱 (217)
缺失数据下两个逆高斯总体的估计与检验	骆道忠 (222)
在微分算子作用下调和函数的单叶半径估计	王其文, 黄心中 (227)
一类四阶微积分方程的紧差分格式	任全伟, 庄清渠 (232)
向量测度的算子分解	黄雪冰, 施慧华 (238)

第 3 期

采用 DSP+FPGA 的三轴运动控制器设计	何远松, 谢明红 (241)
角度约束路径法的网格曲面兴趣区域边界快速交互选取	舒孝阳, 刘斌 (246)
一种挖掘机电控系统性能测试平台的设计	宋慧廷, 刘强, 牛大伟 (250)
采用 HEVC 的精细可分级编码	洪佳庆, 林其伟 (253)
异构无线网络融合的建模仿真与性能评估	许晓璐, 蒋文贤 (257)
频偏与高速移动场景中的协作 OFDM 系统性能分析	陈东华 (263)
布匹疵点检测多机任务并行处理平台的构建	易燕, 郑力新, 周凯汀, 林似水 (268)
塑料光栅生物传感器的传感特性分析	龚冬梅, 孙小芳, 王巨峰, 庄琳玲 (273)
一种基于 G. 729a 语音的信息隐藏方法	郭舒婷, 田晖 (277)
模糊推理的针织物染色工艺参数设计方法	刘佳, 金福江 (283)
基于 P-Fibonacci 加密的模糊自适应水印算法	冯祥斌, 陈永红 (287)
活性炭材料的孔径结构对 SO ₂ 吸附性能的影响	张彬, 宋磊 (293)
泉州地区 28 种药用植物根围土壤中 AM 真菌的分布和侵染情况	王明元, 姜攀, 刘建福 (299)
多溴联苯醚生物富集系数的定量结构-活性关系	李吉安, 薛秀玲, 卢桂宁 (305)
多药传递系统在药物联合治疗中的应用	吴柯静, 刘源岗, 王士斌 (310)
木聚糖酶最适 pH 值的预测及其与氨基酸位置的关系	林源清, 张光亚 (316)
爆炸冲击波数值模拟及超压计算公式的修正	吴彦捷, 高轩能 (321)
应用类桁架模型的连续体拓扑优化方法	郑伟伟, 周克民 (327)
总承包建设企业多项目管理成熟度的模型构建	吴晶晶, 张云波, 祁神军, 陈伟 (332)
超限游离氧化钙混凝土的体积安定性试验	曾家民, 曾琦芳, 林煌斌 (336)
一类非线性比式和问题的分支定界算法	杨金勇, 宋海洲 (340)
一类 n 阶非线性三点边值问题单调正解的存在性	王全义, 邹黄辉 (344)

Hilbert 边值逆问题关于边界曲线的稳定性	陈红梅, 林峰 (349)
调和 K -拟共形映照下 Heinz 不等式的精确估计	朱剑峰 (354)
二阶线性系非振动的充要条件	陈敏, 王晶海 (358)

第 4 期

二段式钛合金种植牙不同弹性模量组件及其组合对骨界面应力分布的影响	石茂林, 李洪友, 陈梦月 (361)
采用欧几里得贴近度的精密车削误差源模糊诊断方法	王建涛, 顾立志, 杜伟文, 黄燕华, 瞿少魁 (367)
混沌时间序列的 LSSVM 预测方法	莫小琴, 李钟慎 (373)
利用 Petri 网特征结构的故障诊断方法	叶丹丹, 罗继亮 (378)
应用 SIP 协议的楼宇对讲系统设计与实现	许庆泳, 谭鸽伟 (383)
一组相关 XML 数据文件的数据类识别方法	李赛男, 余金山 (387)
采用光流场运动估计的双树复小波域视频水印算法	崔壮, 吕俊白 (392)
应用水印旋转角度加密的双水印算法	吴新亚, 陈永红, 冯祥斌 (397)
酪氨酸分子印迹电化学传感器的制备及性能	陈丹, 连惠婷, 孙向英, 刘斌 (403)
微波辐射 SnCl_4/C 催化对羟基苯甲酸乙酯的合成与表征	陈会新, 唐忠科, 熊兴泉 (409)
CdS-Eu(III) 体系荧光恢复的磷酸根离子可视化测定	杨海冉, 杨传孝, 孙向英 (413)
Na^+ 在环八肽纳米管中的传输	李敬, 程杰 (419)
城市污泥中重金属形态及资源化可行性分析	袁柯馨, 孙荣, 李玉, 洪俊明 (424)
华侨大学泉州校区药用植物资源调查分析	徐先祥, 倪云霞, 付艺冰, 朱秦, 郑文杰, 李琼, 黄应钦, 秦思, 朱亚玲, 张小鸿 (430)
三面受火后混凝土短柱受剪承载力的数值计算	林碧兰, 李丹, 徐玉野 (437)
采用类桁架连续体的桁架结构拓扑优化方法	李霞, 周克民 (443)
混凝土桥梁全寿命的设计方法	梁巍, 卓卫东 (448)
代建制下多项目管理风险等级评价	段辉霞, 张云波, 项剑平, 王玉芳 (454)
泉州伊斯兰建筑遗存的遗产价值与保护规划	吴宇翔, 关瑞明 (460)
具有脉冲的非线性微分方程边值问题的多个正解	吴丽娇, 王全义 (466)
具有多个转向点的奇摄动二阶拟线性边值问题	许国安, 余赞平 (472)
解析函数的复合边值逆问题	武模忙, 林峰, 李锦成 (476)

第 5 期

三角网格模型五轴加工刀轴矢量调整及优化	祁杨停, 黄常标, 林俊锋 (481)
平面度误差统计特征实验	王宇, 黄富贵, 李兴旺 (487)
改进 PTS 技术和改进阈值限幅法结合的 PAPR 降低方法	黄嫫, 谭鸽伟 (492)
采用粒子群优化算法的液压挖掘机高效空中运动轨迹规划方法	孙祥云, 邵辉, 赵家宏 (498)
Mealy 机的实时系统调度方法	汲洋弘康, 王飞, 余婷 (503)
总有机碳分析仪高温反应单元研制	任洪亮 (509)
福建省行政区划植被覆盖的动态变化多层次模型	李维娇, 邱炳文, 曾灿英 (513)
采用 OHNN 和 M-LFSR 的字序列密码加密方案	蔺小梅, 李国刚, 张泽普 (519)
FP-Growth 的并行加权关联规则挖掘算法	李翔, 刘韶涛 (523)
神经网络的压力容器评估系统设计	吕兵, 王华珍, 潘孝铭 (528)
采用蚁群算法的移动摄像头探访规划	彭臻, 王田, 李晨阳, 钟必能, 陈叶旺 (533)

白斑综合症病毒对对虾 <i>Caspase</i> 基因的调控	金春英, 林金清, 王蔚 (537)
不饱和树脂/石墨烯复合材料的制备及性能	石沫, 陈丹青, 陈国华 (542)
石墨烯量子点对对苯二酚的检测	刘鹏超, 孙向英, 杨传孝 (547)
钴、锰改性方法对酚醛炭泡沫除 SO_2/NO 的影响	程辛, 许绿丝 (552)
不同活化方法对开心果壳活性炭的孔结构影响	陈虹霖, 宋磊 (558)
宿主细胞 DNA 损伤反应与重组腺相关病毒载体基因表达	彭俊纯, 刁勇, 李招发, 王启钊, 吕颖慧 (564)
炸药近地爆炸的数值模拟及影响参数的分析	陈鑫, 高轩能 (570)
钢板笼约束混凝土短柱轴压承载力分析	梁扬滨, 曾志兴, 苏江林, 谌意雄 (576)
代建制多项目管理风险评价指标体系的构建	项剑平, 王玉芳, 张云波, 祁神军 (581)
考虑中间主应力与约束损失的深埋圆形隧道围岩特征曲线分析	黄清祥, 林从谋, 黄逸群, 林大炜 (587)
钢绞线搭接锚固性能试验	李立文, 郭子雄, 黄群贤, 陈建华, 赖有泉 (592)
耦合的修正变系数 KdV 方程的非线性波解	温振庶 (597)

第 6 期

客车发动机舱内温度分析的火灾预警方法实验	高艳艳, 杜建华, 张认成, 丁环 (601)
具有对数-指数参数特征的螺旋曲面参数化精确造型	黄燕华, 顾立志, 冯凯 (605)
采用模腔压力曲线的注塑成型实验	谢北萍, 刘斌 (611)
再论 55SiMnMo 钢贝氏体形态	刘正义, 林鼎文 (616)
GA-Elman 网络的网络控制系统预测	严丽, 王启志 (620)
低复杂度 MISO 干扰信道协同波束成形算法	赵睿, 何世文 (625)
人工蜂群算法结合 PTS 技术的 PAPR 降低方法	黄娟, 谭鹤伟 (631)
拉盖尔-高斯光束光镊捕获性质	王娟, 任洪亮, 周业鹏 (636)
一种方向性纹理织物疵点的检测方法	刘伟斌, 郑力新, 周凯汀 (642)
采用像素配对的自适应对比增强灰度化法	宋凤菲, 陈锻生, 吴扬扬 (648)
应用计算机视觉的动态手势识别综述	张国亮, 王展妮, 王田 (653)
彩色视频图像卡通风格化研究与实现	王巧玉, 陈锻生, 吴扬扬 (659)
采用阙下信道的两方口令认证密钥交换协议	项顺伯, 赵晶英, 柯文德 (665)
高相对分子质量丙烯酸酯共聚物的合成及表征	方江海, 辛梅华, 李明春, 姚文杰, 张艺 (669)
以 Keggin 型磷钼酸阴离子为模板的超分子化合物的合成与表征	黄绍春, 刘利, 张昀 (675)
碳点的制备及其荧光共振能量转移	张焯博, 曹学功, 孙向英 (680)
含 D-乙酰氨基葡萄糖和哌嗪的脲类化合物的合成及表征	刘玮炜, 李曲祥, 程峰昌, 张强, 霍云峰 (685)
阿魏酸酯酶酶化发酵饲料制备及其对肉鸡养分利用率的影响	王林林, 陈云华, 陈培钦, 李夏兰 (689)
重组人 VEGF165 蛋白在毕赤酵母中高效表达与多克隆抗体的制备	王晓, 黄晓平, 周宇, 刁勇 (695)
密置焊接高强复合箍筋约束高强混凝土柱的试验	徐鑫, 李升才 (701)
钢绞线张拉应力实用控制方法	林加惠, 郭子雄, 黄群贤 (707)
内支撑基坑群开挖相互影响的三维数值分析	郭力群, 程玉果, 陈亚军, 徐芳超 (711)
Sawada-Kotera-Ramani 方程的两类尖孤立波解	李向正, 郭向阳 (717)
第 35 卷总目次	(I ~ X)

Total Contents of Vol. 35

No. 1

Modal Parameters Identification and Experiments of Dynamic System on Vertical Milling Process	CHEN Yong, HUANG Guo-qin (1)
Application of Harmonic Analysis to Extraction of Straightness Error	HUANG Li-ling, LI Xing-wang, WANG Yu, WANG Huan-ling, HUANG Fu-gui (7)
Blind Separation Algorithm with Unknown Source Number Based on a Fair Neural Network	LI Kai, LI Hui, WANG Qi-zhi (11)
Technique for Generating Bottle Beam with Size Adjustable	HE Xi, WU Feng-tie, LI Dong, LI Pan (16)
Multicell MIMO Interference Alignment Algorithm Based on Minimum Interference Leakage	YUAN Ji-Chang, ZHAO Rui (22)
Design of Fabry-Perot Cavity for Dual-Band Shared-Aperture Antennas	GE Yue-he, ZHANG Hai (27)
Model Building and Optimization of Discrete Event Dynamic System for Dye Vats	YU Ting, WANG Fei, JI Yang-hong-kang (31)
Multi-Kernel SVDD Algorithm of Remote Sensing Image Classification	CHEN Sai-ying, HE Jian-nong (36)
Research Progress on Visual Tracking Algorithms Based on Online Machine Learning	ZHONG Bi-neng, CHEN Yan, SHEN Ying-ju, CHEN Duan-sheng, CHEN Wei-bin (41)
Green Synthesis and Structure Characterization of Citronellyl Acetate	JIANG Yun-bing, XIONG Xing-quan (47)
Synthesis and Structural Characterization of $\text{Co}(\text{II})(\text{pmida})(\text{pica})$ Complex	RAO Xiao-jin, GUO Jian-bin, WU Wen-shi (52)
Solubility and Liquid-Liquid Equilibrium on the Binary System of Water-Isobutanol	JIN Chun-ying, LIN Jin-qing (57)
Detection of Motifs and Modules in Protein Interface Networks	HU Zun-sheng, LIN Jin-xian, LYU Tun (61)
Process Simulation Analysis on Acid Catalysis Method for Biodiesel Production	ZENG Hong, LIN Shao-jie, FANG Bai-shan (67)
Applicability Study on Mixed Mode of Mixing Water Direct Heating System Based on Heating Regulation Mode	JIN Na-na, TIAN Qi, WANG Mei-ping, SUN Yu-feng (72)
Fire Resistance of HRBF 500 Reinforced Concrete Simple Beams	WANG Quan-feng, HUO Zhe-yun, XU Yu-ye, WANG Ling-yu (76)
Parametric Analysis of Transverse Load Distribution Factors for Jointless Bridges	LI Xiu-fang, GAO Xuan-neng (82)
Numerical Simulation for Prefabricated Cage System of Concrete Short Columns	LIANG Yang-bin, ZENG Zhi-xing, CHEN Rong-lin, SU Jiang-lin, CHEN Yi-xiong (88)
Numerical Analysis on Interaction of Adjacent Foundation Pits under Different Space	GUO Li-qun, CHENG Yu-guo, CHEN Ya-jun (92)
Foaming Properties and Laboratory Asphalt Foaming Device	WANG Hai-feng, MA Bao-guo, YAN Han-dong (97)
Landau's Theorem for Biharmonic-Type Mappings	SHI Qing-tian, HUANG Xin-zhong (102)
Properties and Applications of the Eigenvector Corresponding to the Laplacian Spectral Radius of a Graph	WANG Qiu-fen, SONG Hai-zhou (107)

Existence of Positive Solutions for a Class of Fourth-Order Singular Nonlinear Integral Boundary Value

Problems WANG Quan-yi, ZOU Huang-hui (112)

On the Cordiality of a Union of Graphs NI Chen-min, LIU Zhi-shan, LU Fu-liang (117)

No. 2

Decentralized Fuzzy-PID Based Load Frequency Control of Multi-Area Interconnected Power Grids

..... XIANG Lei-jun, WANG Tao-yun, GUO Xin-hua (121)

Application of Generalized S-Transformation in Rotor Rub-Impact Fault Diagnosis

..... ZHU Ming, LI Zhi-nong, HE Xu-ping, WU Guan-hua (127)

A Novel Design of Broadband Dual-Polarized Printed Dipole Antenna for Base Stations

..... WANG Can, GE Yue-he (132)

Effective Image Reversible Information Hiding Method Based on Integer Transform

..... QIU Ying-qiang, FENG Gui, TIAN Hui (136)

Total Organic Carbon Analyzer and Detection Algorithm REN Hong-liang (142)

PLC Program Design for Automated Storage and Retrieval Systems Based on Ordinary Petri Nets

..... NI Hui-juan, LUO Ji-liang (146)

Thin and Slow Smoke Detection Based on Frequency Image CHEN Zhi-ming, XIE Wei-bo, XU Hua-bin (151)

A New Approach for Cartoon-Like Stylization of Video Portrait Based on Bilateral Filter and DoG Operator

..... ZENG Dong-mei, CHEN Duan-sheng (156)

Modelling of Virtual Reality Robot Teleoperation Based on Controlled Petri-Net

..... ZHANG Guo-liang, ZHONG Bi-neng (161)

Electrocatalytic Degradation of Alizarin Green by PEG Modified Bi-PbO₂ Electrode

..... CAI Cheng-jie, YANG Wei-hua, YANG Wu-tao, LIU Xiao-yan (165)

Amino Acid Signatures of Different Hypersaline Adaptation Proteomes and Their Classification

..... GE Hui-hua, HUANG Ke-jun, ZHANG Guang-ya (169)

Diversity and Evolutionary Analysis of Arsenic Metabolism Gene in *R. palustris*

..... GUO Shao-wei, LYU Chang-jiang, ZHANG Yi, ZHAO Chun-gui (175)

Analysis of the Coking of Residue Hydrometallization Catalyst LIU Yong-jun, ZOU Yu (180)

Performance Analysis on Solar Ejector Refrigeration System with Heat Storage Based on a Typical Weather

Day LI Feng-lei, REN Yan-ling (185)

Advances in Real-Time Quantitative PCR Technology for Quality Control of Recombinant Adeno-Associated

Virus XIAO Gui-qing, YANG Hui-yong, DIAO Yong (191)

Experimental Study on the Tensile Strength of Concrete after High Temperature

..... HU Cui-ping, XU Yu-ye, LUO Yi, ZHENG Yong-lin, LIN Bi-lan (196)

Experimental Study on the Anchorage Performance of Steel Bar Planted into Granite Stone

..... ZHENG Yi-peng, GUO Zi-xiong, CHAI Zhen-ling, YE Yong (202)

BP Wavelet Neural Prediction of Deformation Law of Two-to-Four Lane Tunnels with Small Clear

Interval LIN Da-wei, LIN Cong-mou, HUANG Yi-qun, HUANG Qing-xiang, MENG Xi (207)

Reliability Calculation Method on Tunnel Primary Lining of Shaped Steel Reinforced Shotcrete and

Application HUANG Yi-qun, LIN Cong-mou, HUANG Qing-xiang, LIN Da-wei, MENG-xi (212)

Diversification-Network-Multidimension Mode of Eco-Planning Structure Construction for Universities

Campus ZENG Qi-fang, LIU Gong (217)

Estimation and Test for Two Inverse Gaussian Populations with Partially Missing Data LUO Dao-zhong (222)

On the Estimates of Univalent Radius for Harmonic Mappings under the Differential Operator

..... WANG Qi-wen, HUANG Xin-zhong (227)

Compact Difference for a Class of Fourth-Order Integro-Differential Equations	REN Quan-wei, ZHUANG Qing-qu (232)
Operator Decomposition of Vector Measures	HUANG Xue-bing, SHI Hui-hua (238)

No. 3

Design of Three-Axis Motion Controller Based on DSP and FPGA	HE Yuan-song, XIE Ming-hong (241)
Fast Interactive Selection of Interest Region Boundary on Mesh Surface Based on Angular Constraint Path Method	SHU Xiao-yang, LIU Bin (246)
A Design of Performance Testing Platform for Electronic Control System on Excavator	SONG Hui-yan, LIU Qiang, NIU Da-wei (250)
Fine Granularity Scalable Coding Based on HEVC	HONG Jia-qing, LIN Qi-wei (253)
Modeling, Simulation and Performance Assessment for an Integration of Heterogeneous Wireless Networks	XU Xiao-lu, JIANG Wen-xian (257)
Performance Analysis of Cooperative OFDM Systems in Presence of Carrier Frequency Offset and in High Mobility Environment	CHEN Dong-hua (263)
Construction of a Parallel Processing Platform for Fabric Defects Detection Based on Multiprocessor Task	YI Yan, ZHENG Li-xin, ZHOU Kai-ting, LIN Si-shui (268)
Analysis on Sensing Characteristics of Plastic Grating Biosensors	GONG Dong-mei, SUN Xiao-fang, WANG Ju-feng, ZHUANG Lin-ling (273)
An Information Hiding Method Based on G. 729a Speech	GUO Shu-ting, TIAN Hui (277)
A Study on the Model of the Craft Parameters in Batch Dyeing Processes Based on Fuzzy Inference System	LIU Jia, JIN Fu-jiang (283)
A Novel Fuzzy Adaptive Watermarking Algorithm Based on P-Fibonacci Encryption	FENG Xiang-bin, CHEN Yong-hong (287)
Effect of Pore Structure of Activated Carbon on Adsorption Properties of SO ₂	ZHANG Bin, SONG Lei (293)
Colonisation and Distribution of AM Fungi in the Rhizosphere of 28 Medicinal Plants in Quanzhou Area	WANG Ming-yuan, JIANG Pan, LIU Jian-fu (299)
Quantitative Structure-Activity Relationships on Bioconcentration Factor of PBDEs	LI Ji-an, XUE Xiu-ling, LU Gui-ning (305)
Application Research of Multi-Drug Delivery System in Drug Combination Therapy	WU Ke-jing, LIU Yuan-gang, WANG Shi-bin (310)
Prediction of Optimum pH of G/11 Xylanases and the Relationship between the Location of Amino Acid and Optimum pH Value	LIN Yuan-qing, ZHANG Guang-ya (316)
Numerical Simulation for Explosion Shock Waves and Correction of Calculation Formula of Overpressure	WU Yan-jie, GAO Xuan-neng (321)
Continuum Topology Optimization Based on Truss-Like Model	ZHENG Wei-wei, ZHOU Ke-min (327)
Building the Multi-Project Management Maturity Model of General Contracting Construction Enterprise	WU Jing-jing, ZHANG Yun-bo, QI Shen-jun, CHEN Wei (332)
Volume Stability Test of Over-Limit Free-CaO Concrete	ZENG Jia-min, ZENG Qi-fang, LIN Huang-bin (336)
Branch and Bound Algorithm for a Class of Nonlinear Sum of Ratios Probl	YANG Jin-yong, SONG Hai-zhou (340)
Monotone Positive Solutions for a Class of n th Order Nonlinear Three-Point Boundary Value Problems	WANG Quan-yi, ZOU Huang-hui (344)
On Stability of Inverse Hilbert Boundary Value Problem with Respect to Path of Boundary	CHEN Hong-mei, LIN Feng (349)

- A Sharp Estimate for Heinz's Inequality of Harmonic K -Quasiconformal Mappings ZHU Jian-feng (354)
- Necessary and Sufficient Condition of Non-Oscillation for Second-Order Linear System
..... CHEN Min, WANG Jing-hai (358)

No. 4

- Influence of Two-Section Titanium Alloy Dental Implant Components with Different Elastic Modulus and Their Combinations on Implant-Bone Interface Stress Distribution SHI Mao-lin, LI Hong-you, CHEN Meng-yue (361)
- Fuzzy Diagnosis Method of Precision Turning Error Sources Using the Euclidean Closeness
..... WANG Jian-tao, GU Li-zhi, DU Wei-wen, HUANG Yan-hua, QU Shao-kui (367)
- Prediction Method of the Chaotic Time Series Using Least Squares Support Vector Machine
..... MO Xiao-qin, LI Zhong-shen (373)
- Method for Fault Diagnosis Using Characteristic Structure of Petri Nets YE Dan-dan, LUO Ji-liang (378)
- Solution of Building Intercom System Using SIP Protocol XU Qing-yong, TAN Ge-wei (383)
- Class Identification Method a Group Related of XML Data File LI Sai-nan, YU Jin-shan (387)
- A Digital Watermarking Algorithm Using the Motion Estimation of Optical Flow Field in the DT-CWT
..... CUI Zhuang, LYU Jun-bai (392)
- A Dual Watermark Algorithm Using the Encryption of Watermark Rotation Angle
..... WU Xin-ya, CHEN Yong-hong, FENG Xiang-bin (397)
- Preparation and Properties of Tyrosine Molecularly Imprinted Electrochemical Sensor
..... CHEN Dan, LIAN Hui-ting, SUN Xiang-ying, LIU Bin (403)
- Synthesis and Characterization of Ethyl p -Hydroxybenzoate Catalyzed by SnCl_4/C under Microwave-Assisted Condition CHEN Hui-xin, TANG Zhong-ke, XIONG Xing-quan (409)
- Fluorescence Recovery and Visual Detections for Phosphate Based on CdS-Eu(III) System
..... YANG Hai-ran, YANG Chuan-xiao, SUN Xiang-ying (413)
- Na^+ Transport in Cyclic Octa-Peptide Nanotube LI Jing, CHENG Jie (419)
- Form of Heavy Metals in Sewage Sludge and Resource Feasibility in Southern City
..... YUAN Ke-xin, SUN Rong, LI Yu, HONG Jun-ming (424)
- Investigation and Analysis on Medicinal Plant Resources in Quanzhou School District of Huaqiao University
..... XU Xian-xiang, NI Yun-xia, FU Yi-bing, ZHU Qin, ZHENG Wen-jie,
LI Qiong, HUANG Ying-qin, QIN Si, ZHU Ya-ling, ZHANG Xiao-hong (430)
- Numerical Calculation for the Shear Strength of Concrete Short Columns after 3-Face Heating
..... LIN Bi-lan, LI Dan, XU Yu-ye (437)
- Topology Optimization Method of Truss Structures Using Truss-Like Continuum LI Xia, ZHOU Ke-min (443)
- Research Review of Design Method for Concrete Bridge Life Cycle LIANG Wei, ZHUO Wei-dong (448)
- Risk Assessment of Multi-Project Management under the Agent Construction System
..... DUAN Hui-xia, ZHANG Yun-bo, XIANG Jian-ping, WANG Yu-fang (454)
- Heritage Value of Islamic Architectural Relics in Quanzhou and Conservation Planning
..... WU Yu-xiang, GUAN Rui-ming (460)
- Multiple Positive Solutions of Boundary Value Problems for Nonlinear Impulsive Differential Equations
..... WU Li-jiao, WANG Quan-yi (466)
- Singular Perturbation Second Order Quasilinear Boundary Value Problem with Multi-Turning Point
..... XU Guo-an, YU Zan-ping (472)
- Inverse Compound Boundary Value Problem for Analytic Functions
..... WU Mu-mang, LIN Feng, LI Jin-cheng (476)

No. 5

- Adjustment and Optimization of Tool Axis Vector of Triangular Mesh Model in 5-Axis Machining
 QI Yang-ting, HUANG Chang-biao, LIN Jun-feng (481)
- Experimental on Flatness Error Statistical Characterization WANG Yu, HUANG Fu-gui, LI Xing-wang (487)
- PAPR Reduction Method Based on Improved PTS Technology and Improved Threshold Clipping Method
 HUANG Xian, TAN Ge-wei (492)
- Efficient Air Motion's Trajectory Planning Method of Hydraulic Excavator Based on Particle Swarm
 Optimization Algorithm SUN Xiang-yun, SHAO Hui, ZHAO Jia-hong (498)
- Real-Time Scheduling Method Based on Mealy Machine JI Yang-hong-kang, WANG Fei, YU Ting (503)
- Temperature Catalytic Oxidation Reactor of Total Organic Carbon Analyzer REN Hong-liang (509)
- Vegetation Multi-Level Modeling Research in Fujian Province Based on Administrative Region
 LI Wei-jiao, QIU Bing-wen, ZENG Can-ying (513)
- An Word Oriented Encryption Scheme Based on OHNN and M-LFSR
 LIN Xiao-mei, LI Guo-gang, ZHANG Ze-pu (519)
- A Parallel Weighted Association Rule Mining Algorithm on FP-Growth LI Xiang, LIU Shao-tao (523)
- Design of Pressure Vessel Evaluation System Based on Artificial Neural Networks
 LYU Bing, WANG Hua-zhen, PAN Xiao-ming (528)
- Visit Schedule of Mobile Cameras Base on Ant Colony Optimization
 PENG Zhen, WANG Tian, LI Chen-yang, ZHONG Bi-neng, CHEN Ye-wang (533)
- Regulation of Prawn *Caspase* Gene by White Spot Syndromic Virus
 JIN Chun-ying, LIN Jin-qing, WANG Wei (537)
- Preparation and Properties of Unsaturated Polyester Resin/Graphene Composite
 SHI Mo, CHEN Dan-qing, CHEN Guo-hua (542)
- Detection of Hydroquinone by Graphene Quantum Dots
 LIU Peng-chao, SUN Xiang-ying, YANG Chuan-xiao (547)
- Modification Methods of Co and Mn and the Influence on Removal of SO₂ and NO of the Carbon Foams
 from Phenolic Resin CHENG Xin, XU Lu-si (552)
- Effect of Different Activation Methods on the Pore Structure of Activated Carbons Prepared from Pistachio S
 hells CHEN Hong-lin, SONG Lei (558)
- Interplay between DNA-Damage Response and Recombinant Adeno-Associated Virus Vector in Host Cells
 PENG Jun-chun, DIAO Yong, LI Zhao-fa, WANG Qi-zhao, LYU Ying-hui (564)
- Numerical Simulation and Analysis of Influence Parameters for Explosions near Ground
 CHEN Xin, GAO Xuan-neng (570)
- Bearing Capacity of Prefabricated Cage System for Reinforcing Concrete Short Columns under Axial
 Compression LIANG Yang-bin, ZENG Zhi-xing, SU Jiang-lin, CHEN Yi-xiong (576)
- Risk Assessment of Multi-Project Management under Agent Construction System Management Mode
 XIANG Jian-ping, WANG Yu-fang, ZHANG Yun-bo, QI Shen-jun (581)
- Ground Reaction Analysis of Deep-Buried Circular Tunnels Considering Intermediate Principal Stress
 and Confinement Loss HUANG Qing-xiang, LIN Cong-mou, HUANG Yi-qun, LIN Da-wei (587)
- Experimental Study on Lap Anchorage Performance of Strand
 LI Li-wen, GUO Zi-xiong, HUANG Qun-xian, CHEN Jian-hua, LAI You-quan (592)
- Nonlinear Wave Solutions for a Coupled Modified KdV Equation with Variable Coefficients ... WEN Zhen-shu (597)

No. 6

- Research on Fire Early Warning Method Based on Temperature Analysis in Engine Compartment of Passenger Coach GAO Yan-yan, DU Jian-hua, ZHANG Ren-cheng, DING Huan (601)
- Parametrically Accurate Modeling of New Spiral Surface with Logarithmic-Index Parameter Characteristics HUANG Yan-hua, GU Li-zhi, FENG Kai (605)
- Experimental Study on Injection Molding Process Using Cavity Pressure Curve XIE Bei-ping, LIU Bin (611)
- Further Discussion on the Bainite Morphology of 55SiMnMo Steel LIU Zheng-yi, LIN Ding-wen (616)
- Network Control System Prediction Based on GA-Elman Network YAN Li, WANG Qi-zhi (620)
- A Lower-Complexity Algorithm for MISO Interference Channel Coordinated Beamforming Algorithm ZHAO Rui, HE Shi-wen (625)
- PAPR Reduction Method Based on Artificial Bee Colony Algorithm and PTS Technology HUANG Xian, TAN Ge-wei (631)
- Trapping Properties of the Laguerre-Gaussian Beams Optical Tweezers WANG Juan, REN Hong-liang, ZHOU Ye-peng (636)
- A Detection Method of Directional Texture Fabric Defects LIU Wei-bin, ZHENG Li-xin, ZHOU Kai-ting (642)
- A Color to Gray Conversion Based on Pixels Pairing and Adaptive Contrast Enhancement SONG Feng-fei, CHEN Duan-sheng, WU Yang-yang (648)
- Survey on Dynamic Hand Gesture Recognition with Computer Vision ZHANG Guo-liang, WANG Zhan-ni, WANG Tian (653)
- Research and Implementation of Cartoon-Like Stylization for Color Video Image WANG Qiao-yu, CHEN Duan-sheng, WU Yang-yang (659)
- Two-Party Password-Authenticated Key Exchange Protocol Based on the Subliminal Channel XIANG Shun-bo, ZHAO Jing-ying, KE Wen-de (665)
- Synthesis and Characterization of High Molecular Weight Acrylate Copolymer FANG Jiang-hai, XIN Mei-hua, LI Ming-chun, YAO Wen-jie, ZHANG Yi (669)
- An Interesting 2D-Infinite Water Layers $\{(H_2O)_{30}\}_n$ in a New Keggin POMs : $3H_3[PMO_{12}O_{40}] \cdot 6C_3N_6H_6 \cdot 31H_2O$ HUANG Shao-chun, LIU Li, ZHANG Yun (675)
- Preparation and Fluorescence Resonance Energy Transfer of Carbon Dots ZHANG Huang-bo, CAO Xue-gong, SUN Xiang-ying (680)
- Synthesis and Characterization of Urea Derivatives Containing D-Acetylglucosamine and Piperazine LIU Wei-wei, LI Qu-xiang, CHENG Feng-chang, ZHANG Qiang, HUO Yun-feng (685)
- Preparation of Ferulic Acid Esterase Enzymatic Fermented Feed and Its Effect on the Nutrient Utilization of Broilers WANG Lin-lin, CHEN Yun-hua, CHEN Pei-qin, LI Xia-lan (689)
- High Level Expression of Recombinant Human Vascular Endothelial Growth Factor 165 Protein in *Pichia pastoris* and Preparation of VEGF165 Polyclonal Antibody WANG Xiao, HUANG Xiao-ping, ZHOU Yu, DIAO Yong (695)
- Experiment on the Stirrup Restrain Effect of High-Strength Concrete Columns with Welding Ring Stirrups under High Axial Load Ratio XU Xin, LI Sheng-cai (701)
- Study on the Practical Control Method of the Strand Tensioning Stress LIN Jia-hui, GUO Zi-xiong, HUANG Qun-xian (707)
- 3D Numerical Analysis on the Interaction of Group Foundation Pits Supporting with Strut GUO Li-qun, CHENG Yu-guo, CHEN Ya-jun, XU Fang-chao (711)
- Two Kinds of Peaked Solitary Waves Solutions of Sawaka-Kotera-Ramani Equation LI Xiang-zheng, GUO Xiang-yang (717)
- Total Contents of Vol. 35 (I ~ X)

《华侨大学学报(自然科学版)》简介

BRIEF INTRODUCTION TO JOURNAL OF HUAQIAO UNIVERSITY (NATURAL SCIENCE)

《华侨大学学报(自然科学版)》(下称《学报》)创刊于1980年,是福建省教育厅主管,华侨大学主办,面向国内外公开发行的自然科学综合性学术理论刊物。

《学报》的办刊宗旨是:坚持四项基本原则,贯彻“百花齐放,百家争鸣”和理论与实践相结合的方针,广泛联系海外华侨和港、澳、台、特区的科技信息,及时反映国内尤其华侨大学等高等学府在理论研究、应用研究和开发研究等方面的科技成果,为发展华侨高等教育和繁荣社会主义科技事业服务。

《学报》以创新性、前瞻性、学术性为办刊特色,主要刊登机械工程及自动化、测控技术与仪器、电气工程、电子工程、计算机技术、应用化学、材料与环境工程、化工与生化工程、土木工程、建筑学、应用数学等基础研究和应用研究方面的学术论文,科技成果的学术总结,新技术、新设计、新产品、新工艺、新材料、新理论的论述,以及国内外科技动态的综合评论等内容。

《学报》既是中文综合性科学技术类核心期刊,又是国内外重要数据库和权威性文摘期刊固定收录的刊源。在历次全国及福建省的科技期刊评比中,《学报》都荣获过大奖。曾获得1995年“全国高等学校自然科学学报系统优秀学报一等奖”,1997年“第二届全国优秀科技期刊奖”,1999年,2008年“全国优秀自然科学学报及教育部优秀科技期刊”,并于2001年入选“中国期刊方阵‘双效期刊’”。

《学报》现为双月刊,A4开本。中国标准连续出版物号:CN 35-1079/N;国际标准连续出版物号:ISSN 1000-5013;国内邮发代号:34-41;国外发行代号:NTZ1050。

Journal of Huaqiao University (Natural Science) (abbreviated to the Journal), started publication in 1980, is a comprehensive and academic journal about natural science, open distribution at home and abroad, sponsored by Huaqiao University; Fujian Bureau of Education is responsible for its work.

The Journal has its purpose: adhering to the four cardinal policies, carrying out the principles of the “Flowers Blossom; Schools of Thought Contend” and theory combined with practice, collecting information of science and technology from overseas and those in Hong Kong, Macao, Taiwan and special economic zones and all sides, and in time reflecting the scientific and technological achievements about domestic theoretical research, applied research and development research in our university and others, and serving for development of the overseas Chinese higher education and the socialist prosperity on science and technology.

The Journal, with characteristics of creative, perspective and academic study, publishes the articles of fundamental and applied research on mechanical engineering and automation, observing and controlling technology and instruments, electric and electronic engineering, computer, applied chemistry, materials and environmental engineering, chemical and biochemical engineering, civil engineering, architecture, applied mathematics, etc. and the academic reports on achievements of science and technology, theses on new technology, new design, new products, new crafts, new materials, new theories, and the comprehensive reviews on scientific and technological developments at home and abroad.

The Journal is not only a core Chinese periodical on comprehensive science and technology, but also an important data base at home and abroad and periodical source that the authoritative abstracts have been recorded regularly. The Journal won the prizes among the national and provincial evaluation of scientific and technological periodicals such as “the first prize of good natural science of the national higher education periodicals” in 1995, “the good prize of the second national periodicals of science and technology” in 1997, “the good scientific and technological periodicals of the national natural science journals and the State Education Department” in 1999 and 2008, and selected into “‘double-effect periodical’ of the China periodicals matrix” in 2001. The Journal welcomes the contributors from our university and others.

The Journal is bimonthly publication, with format of A4. China standard serial number: CN 35-1079/N; International standard serial number: ISSN 1000-5013; Domestic mail number: 34-41; International issue number: NTZ1050.

- 《中文核心期刊要目总览》
- ISTIC 中国科技核心期刊
- RCCSE 中国核心学术期刊
- 全国优秀科技期刊
- 中国期刊方阵“双效期刊”
- 华东地区优秀期刊
- 中国科技论文在线优秀期刊

本刊被以下国内外检索期刊和数据库列为固定刊源

- 美国《化学文摘》(CAS)
- 波兰《哥白尼索引》(IC)
- “STN 国际”数据库
- 中国科学引文数据库
- 中国期刊网
- 万方数据库
- 中国机械工程文摘
- 中国物理文摘
- 中国生物学文摘
- 中国数学文摘
- 俄罗斯《文摘杂志》(AJ, VINITI)
- 荷兰《文摘与引文数据库》(Scopus)
- 中国学术期刊综合评价数据库
- 中国科技论文统计期刊源
- 中国学术期刊(光盘版)
- 中文科技期刊数据库
- 中国力学文摘
- 中国化学化工文摘
- 中国无线电电子学文摘

华侨大学学报(自然科学版)

JOURNAL OF HUAQIAO UNIVERSITY

Huaqiao Daxue Xuebao (Ziran Kexue Ban)

(NATURAL SCIENCE)

(双月刊, 1980年创刊)

(Bimonthly, Started in 1980)

第35卷第6期(总第140期) 2014年11月20日

Vol. 35 No. 6 (Sum. 140) Nov. 20, 2014

主管单位: 福建省教育厅

Competent Authority: Department of Education of Fujian Province

主办单位: 华侨大学

Sponsor: Huaqiao University (Xiamen 361021, Fujian, China)

(中国福建厦门361021)

编辑出版: 华侨大学学报自然科学版编辑部

Edited and Published by Editorial Department of Journal of Huaqiao University (Natural Science)

电话: 0595-22692545

电子信箱: journal@hqu.edu.cn

网址: www.hdxh.hqu.edu.cn

Tel: 0595-22692545

E-mail: journal@hqu.edu.cn

Http://www.hdxh.hqu.edu.cn

主编: 乌东峰

Editor in Chief: WU Dong-feng

印刷: 泉州晚报印刷厂

Distributed by China Publication Foreign Trading Corporation

国内发行: 福建省泉州市邮政局

订购处: 全国各地邮政局(所)

国外发行: 中国出版对外贸易总公司

(北京782信箱, 邮政编码100011)

(P. O. Box 782, Beijing, 100011, China)

刊号: ISSN 1000-5013
CN 35-1079/N

代号: 国内邮发 34-41
国外 NTZ 1050

国内定价: 8.00元/期
48.00元/年