

# 生物芯片技术在食品安全领域的应用综述

孔金明

(南京理工大学 环境与生物工程学院, 江苏 南京 210094)

**摘要:**生物芯片因其具有平行性、高通量、高灵敏度、样品用量少及检测速度快等优点,而在食品安全领域具有潜在价值,包括食源性病原体检测、食品毒理学、食品营养学、转基因食品和农药残留检测等方面应用广泛.生物芯片技术前景广阔,也有许多问题亟待解决,微型化、集成化、信息化、产业化是其主要发展方向.

**关键词:**生物芯片;食品安全;食品检测

**中图分类号:** O654      **文献标志码:** A      **DOI:** 10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.001

## Application review of biochip technology in the food safety field

KONG Jin-ming

(School of Environmental and Biological Engineering, Nanjing University of Science and Technology, Nanjing 210094, China)

**Abstract:** Biochip, due to the advantages of multiplexed, high throughput screening, high sensitivity, minimal amount for samples and fast detecting ability, makes it a good potential in food safety field. its applications widely in food monitoring field, such as food-borne pathogen detection, food toxicology, food nutritions, genetically modified food and pesticides residue determination etc. Biochip technology have broad prospects and also have many problems to solve, and pointed out that the trend for biochip would be in the directions of miniaturization, integration, informatization and industrialization.

**Key words:** biochips; food safety; food detection

## 0 引言

随着经济社会的发展,食品安全问题越来越引起人们的关注.近些年来,食源性疾病接连不断地出现,比如我国三聚氰胺牛奶事件、美国毒鸡蛋事件等令人恐慌,食品加工新技术所带来的不确定性危害以及转基因食品的潜在危害等令人担忧.另外,由于环境日益恶化,大气、水质、土壤的污染直接导致农牧渔产品的污染,食品安全面临考验.国际贸易中关于食品卫生而引起的贸易纠纷也不断出现.这些都呼唤着新型、高效、准确、灵敏的食品

安全检测分析技术,以保证食品安全.

生物芯片技术是1990年代才发展起来的,是当今世界生物医学和纳米技术的前沿.它横跨生命科学、物理学、信息技术等多领域,综合了微电子技术、计算机科学、生命科学以及其他自然科学等众多方面.该技术是将样品分析过程中许多不连续的状态集中在一个芯片上完成,从而实现检测过程的自动化、微量化和规模化.生物芯片技术的引入为新一代的食品安全检测分析拓展了空间,在食品领域展现出广阔的应用与产业化前景.本文拟对生物芯片技术在食品安全领域的应用予以综述.

**收稿日期:** 2012-11-20

**基金项目:** 2012年留学回国人员择优资助科技活动项目;2011年南京理工大学科技项目

**作者简介:** 孔金明(1965—),男,河南省武陟县人,南京理工大学教授,主要研究方向为化学和生物传感器.

# 1 生物芯片技术的基本原理与种类

生物芯片技术是伴随着“人类基因组计划 HGP (human genome project)”<sup>[1]</sup>的完成而发展起来的一项重大技术革新. 该计划是由美国科学家于 1985 年率先提出, 并于 1990 年正式启动实施. 中、美、英、日、法和德国科学家经过 13 a 努力共同绘制完成了人类基因组序列图, 生命的奥秘尽在其中.

在人类基因组计划实施初期, 随着越来越多的基因序列被测定, 紧接着要做的就是准确确定不同基因的具体功能(又称后基因组计划). 而要确定如此数目众多的基因群的功能, 传统的核酸分子杂交技术如 Southern blot 与 Northern blot 等就显得力不从心, 因而迫切需要建立一种高效、快速、准确、自动化的基因分析系统, 以解决后基因组研究中的难题. 1980 年代初, 有人提出将寡核苷酸分子作为探针并集成在硅芯片上的设想, 直到 1990 年代 Fodor 等才研制出基因芯片. 自此以后, 生物芯片技术迅速发展.

生物芯片是运用基因信息、分子生物学技术、表面化学和分析化学等原理, 以硅片、玻璃载片或高分子材料为基质进行设计和加工, 所制作的高科技器件. 其工作原理是将许多特定的探针(基因片段或抗体)有规律地排列、固定于支持物上, 然后通过待测的样品按碱基配对, 抗原抗体作用原理进行杂交和反应, 再通过检测系统对其进行扫描, 并用相应软件对信号进行检测和比较, 得到所需的大量信息, 进行基因高通量、大规模、平行化、集约化的信息处理和功能研究.

生物芯片包含的种类较多, 目前尚未有完全的统一分类方式. 根据作用方式可分为主动式芯片和被动式芯片. 主动式芯片是指将生物实验中的样本处理、样本纯化、反应标记及结果检测等多个实验步骤集成为一步反应完成. 这类芯片包括微流体芯片(microfluidic chip)和缩微芯片实验室(lab on chip). 而被动式芯片则是指把生物实验中的多个实验集成, 其操作步骤跟主动式芯片相同, 其特点是高度的并行性. 在大多数情况下, 根据固定在载体上的物质类别分为以下几类: 基因芯片(又称 DNA 芯片 DNA chip 或 DNA 微阵列 DNA microarray), 是将 c DNA 或寡核苷酸按微阵列方式固定在微型载体上制成; 蛋白芯片, 是将蛋白质或抗原等一些非核酸生命物质按微阵列方式固定在微型载体上; 细

胞芯片, 是将细胞按照特定的方式固定在载体上, 用来检测细胞间相互影响或相互作用; 组织芯片, 是将组织切片等按照特定的方式固定在载体上, 用来进行免疫组织化学等组织内成分差异研究. 将整个生化检测分析过程缩微到芯片上的“芯片实验室”是生物芯片技术发展的最终目标<sup>[2]</sup>.

## 2 生物芯片技术在食品安全领域的应用

### 2.1 食源性病原体的检测

凡是通过摄食而进入人体的病原体, 使人患感染性或中毒性疾病, 统称为食源性疾病. 引起食源性疾病暴发的因素主要有微生物、化学物、动植物等多方面, 它可以源自于食品的采获、加工、储藏和制作. 食源性疾病是当今世界上最广泛的卫生问题之一, 据世界卫生组织估计, 在数以亿计的食源性疾病患者中, 大约 70% 是由致病性微生物污染的食品和饮水所致<sup>[3]</sup>. 在水产品、奶制品、禽肉及其制品中, 常见的病原微生物如霍乱弧菌、副溶血弧菌、单增李斯特菌、沙门氏菌、金黄色葡萄球菌、大肠杆菌 O157、炭疽杆菌、绿脓杆菌、结核杆菌、SARS 病毒、禽流感病毒等均可导致严重的疾病, 威胁人类健康. 以美国为例, 其每年的食源性疾病高达  $7.6 \times 10^6$  例<sup>[4]</sup>. 其他发达国家也不容乐观, 每年也有近 1/3 的人群感染食源性疾病<sup>[5-6]</sup>. 而在亚太地区每年死于食物中毒的人超过  $7 \times 10^5$  人<sup>[7]</sup>. 在我国, 食源性疾病也已经成为头号食品安全问题. 分析食品中食源性病原体的一个巨大挑战是要在很大的样品体积中检测很小量的病原体.

传统方法对各种导致食品腐败的致病菌的检测, 多采用细菌培养、生化鉴定、血清分型、PCR 等方法, 检测指标单一, 花费时间长, 有时不能确定是何种病原体造成的感染. PCR 技术则存在样品易污染、伪阳性高的缺点, 且无法满足多亚型或多病毒同时检测的要求. 而生物芯片技术由于其具有高通量、高灵敏度和高特异性等优点, 可以及时反映食品中微生物的污染情况, 因而获得了人们的青睐. 近年来, 越来越多的研究者开始用生物芯片技术对食品中常见致病菌进行检测. 早在 2001 年, S. Jack 等<sup>[8]</sup>利用 PCR 扩增细菌核糖体 16S rRNA, 结合生物芯片直接检测鉴定微生物. D. Volokhov 等<sup>[9]</sup>则于 2002 年通过单管复合体扩增和基因芯片技术检测和鉴别了 6 种李斯特菌. W. J. Wilson 等<sup>[10]</sup>采用生

物芯片开发出一可以准确识别 18 种致病性病毒、原核生物和真核生物的系统,其检测下限可以达到 10 fg *B. anthracis* DNA. I. Masafumi 等<sup>[11]</sup>在 2006 年报道了用基因芯片来检测新鲜蔬菜豆芽和生菜中的 3 种食源性细菌 *Salmonella enterica serovar Enteritidis*, *Yersinia enterocolitica* 和 *Bacillus cereus*, 该方法可同时检测这 3 种食源性细菌<sup>[12]</sup>.

美国农业部实验室的 A. G. Gehring 和他的同事<sup>[12]</sup>于 2007 年开发了基于抗体的蛋白芯片来检测 *Escherichia coli* O157:H7 细菌的细胞,这种细菌可导致数种食源性疾病的爆发,甚至死亡. 2008 年, H. J. Kim 等<sup>[13]</sup>根据比较基因组学选择探针,发展了一种快速、准确鉴定食品中病原菌的基因芯片技术,利用该技术,可同时检测 11 种主要的食品病原菌. 同年 M. M. Sarah 等<sup>[14]</sup>利用合成的生物芯片检测 12 种病原微生物,其中包括和水安全密切相关的一组病原微生物;监测灵敏度介于 0.10% ~ 0.01% 相对丰度之间,根据病原微生物的种类和毒性以及标记基因不同而有差异. 而 Bai Sulan 等<sup>[15]</sup>则在 2010 年报道了利用硅基质的薄膜型基因芯片可同时快速、灵敏地检测 11 种食源性致病菌.

## 2.2 食品毒理学

食品毒理学是应用毒理学方法研究食品中可能存在或混入的有毒、有害物质对人体健康的潜在危害、严重程度、发生频率和毒性作用机制的科学,也是对毒性作用进行定性和定量评价的科学,包括急性食源性疾病以及具有长期效应的慢性食源性危害.

传统的食品毒理学多采用动物实验模式来进行评估,通过动物实验来确定食品的潜在危害. 这些方法需要大量的试剂、动物,耗时耗力且花费巨大. 另外由于种属差异,动物模型得出的结果并不完全适合于人的状况. 生物芯片技术的应用将改变传统的毒理学研究方式,节省大量的动物实验,促进食品毒理学的发展. 生物芯片技术将食品毒物的毒性与基因表达特征联系起来,通过基因表达分析来确定药物毒性或不良反应效应,它可以在一个实验中同时对几千个基因的表达进行分析,为研究新型食品资源对人体免疫系统影响机理提供完整的技术资料,为研究食品或食品毒物分子对生物系统的作用提供全新的线索. 通过对单个或混合型多个有害物质进行分析,确定该化学物质在低剂量条件下的毒性,并且分析、推断有害成分对不同生物的

毒性,找出其所对应的基因表达规律,对照相应的基因表达谱,对有毒分子进行分类,进一步建立合适的生物模型系统,以达到通过基因表达变化来反映有害物质对人体毒性的目的.

用基因芯片技术来评估毒素对人类基因的影响,早在 1990 年代后期就已经开始<sup>[16]</sup>,所发表的文章从评估技术的潜能<sup>[17-23]</sup>到说明实际的毒性物质基因表达谱<sup>[24-27]</sup>,现已发展到在分子水平深入研究毒性物质的作用机理. 2003 年 A. S. Andrew 等<sup>[28]</sup>用基因芯片研究了一些重金属砷、镍、铬、镉等对人类支气管 BEAS-2B 细胞的基因表达. 2010 年 L. Zhong 等<sup>[29]</sup>通过卵清蛋白增强免疫原性用蛋白芯片来检测兽药克伦特罗(一种  $\beta_2$ -肾上腺素受体促效剂)和 sulfamethazine ( $SM_2$ ),结果表明克伦特罗的  $IC_{50}$  为 39.6 ng/mL 而  $SM_2$  的  $IC_{50}$  为 48.8 ng/mL. 传统 ELISA 方法结果则为克伦特罗的  $IC_{50}$  190.7 ng/mL,  $SM_2$  的  $IC_{50}$  为 156.7 ng/mL. 这表明蛋白芯片上的小分子检测比传统方法更具优势.

## 2.3 食品营养学

营养学与分子生物学相结合,分子营养学应运而生,它进一步阐明各种营养素在生命体中的作用机制,以期制定更加合理化和个性化的营养标准. 生物芯片技术的出现为分子营养学研究开辟了一条崭新的道路——利用基因芯片技术研究食品的营养成分,营养素与蛋白和基因表达的关系,借助基因组学技术确认一些与疾病发生有关的基因,从基因水平阐明各种营养成分对生命体的影响,揭示营养生理机制对生命机体影响的方式.

近期以来,饮食和个体差异之间的关系对基因表达的影响是非常巨大的,同时也是一个还没有被开垦的领域,因此,营养学家将他们的研究领域从流行病学和生理学转向营养基因组学. 营养基因组学主要是根据人类基因组以及决定营养物与机体之间相互作用的基因谱来研究;营养遗传学则是根据个体之间的遗传决定的代谢差异来研究. 营养基因组学和营养遗传学旨在以个性化饮食来促进人类健康以及防止与营养相关的疾病. 2005 年, S. Bettina 等<sup>[30]</sup>论述了基因芯片技术及其在营养学和食品研究中的应用,并指出了其局限、困难以及基因芯片方法的陷阱. 2008 年, M. Lefevre 等<sup>[31]</sup>以富含花青素的葡萄为模型,利用基因芯片研究了食品成分与健康食品的作用机理,并提出了 3 种新的可以检验的关于食品成分和健康食品的作用机理的假说.

2010年, M. Andrea等<sup>[32]</sup>在一篇综述里论述了生物芯片技术在评估基因表达上的重要性, 特别强调了它在营养基因组学的应用, 旨在确定和理解食品营养物以及饮食中的生物活性物质与基因组的相互作用. 事实上, 许多食品营养学研究已经开始应用生物芯片技术、生物信息学等来探讨营养物对基因表达的影响. 这些新技术与营养基因组学的结合有助于饮食健康, 它提供了新的知识来改善饮食结构、发现新的天然成分来防治重要的疾病(如癌症和糖尿病等).

## 2.4 转基因食品的检测

转基因食品 GMF (genetically modified foods) 是利用基因技术, 将某些生物基因进行修饰和改造, 以期使其在一些特性如形状、营养品质、消费品质等方面发生期望的转变. 以转基因生物为直接食品或为原料加工生产的食品就是转基因食品. 随着基因工程技术在食品方面应用的扩大, 越来越多的转基因食品出现在人们面前. 由于转基因食品不同于相同生物来源之传统食品, 其遗传性状的变化, 将可能影响细胞内蛋白质的组成, 使其浓度发生变化及生成新的代谢物, 因而可能导致有毒物质产生或引起人的过敏症状, 造成难以想象的后果. 人们有理由知道所消费的食品是否转基因食品, 因此, 我国和欧盟国家规定对转基因食品必须进行标识, 对进口转基因食品必须进行检测.

传统的转基因食品检测技术主要有: PCR 检测法; Southern, Northern, Western 杂交法; 酶联免疫吸附法; 化学组织检测法等. 但这些检测方法只可对 1 个或几个基因进行检测. 随着转基因技术的发展应用, 转基因元件数量和种类不断增多, 这些方法在检测容量上难以满足检测需要. 而基因芯片技术的发展为转基因食品的高通量检测提供了强有力的技术支持.

2002 年 E. Mariotti 等<sup>[33]</sup>报道了一种基于 SPR (surface plasmon resonance) 原理的生物芯片技术用于转基因食品检测的方法, 通过监控与固定在 SPR 装置上的 DNA (ssDNA) 探针杂交的目的成分序列, 检测到样品中含 2% 的转基因大豆粉. 黄迎春等<sup>[34]</sup>于 2003 年研究了检测型基因芯片, 并利用该芯片对 4 种转基因水稻、木瓜、大豆、玉米进行检测, 结果表明, 该芯片能对转基因作物做出快速、准确的检测. 2005 年, 为提高对转基因大豆的监控能力, 刘烜等<sup>[35]</sup>研究了转基因大豆基因芯片检测方法, 根据转

基因大豆 (Roundup Ready) 中所转入的外源基因, 选择 CaMV35S 启动子、NOS 终止子、NOS/EPSPe 基因和内源 Lectin 基因设计特异性引物, 采用多重 PCR 法对样品进行扩增, 通过缺口平移法合成 DIG-dUTP 标记杂交探针, 制备基因芯片. 在对 PCR 反应和扩增产物与芯片杂交条件进行优化的同时, 比较了芯片检测的特异性和重复性, 对检测的灵敏度进行测试. 结果表明, 基因芯片方法具有较好的特异性和重复性, 由于采用了多重 PCR 技术, 一次可同时检测多个基因, 提高了检测的灵敏度和效率.

2007 年复旦大学的研究人员<sup>[36]</sup>利用基因芯片对转基因农作物商品大豆 (GTS 40-3-2) 和 6 种转基因玉米 (Mon810, Mon863, Bt176, Bt11, GA21 和 T25) 进行检测. 结果表明基因芯片方法均适用转基因大豆和玉米的监测. 范树国等<sup>[37]</sup>于 2008 年采用基因芯片成功地对转基因农作物的大豆、玉米、油菜、棉花等样品进行检测, 1 个实验即可检测出多种转基因食品的转基因背景, 而不论这些样品品种是何种生物学背景. 2009 年路兴波等<sup>[38]</sup>利用软件分别设计转化体特异性探针, 制备转基因玉米的基因芯片, 实现了对转基因玉米 Bt11, Bt176, Mon810, Mon863, TC1507, GA21 和 NK603 的检测, 与 PCR 检测方法相比, 基因芯片检测法灵敏度高、特异性强, 可有效检测及鉴定多种转基因玉米, 大大提高了检测的准确率和效率.

## 2.5 农药残留的检测

农药残留是当今食品安全问题的一个主要问题, 它牵涉到 2 个方面: 一是制定食品中农药的最高残留限量 (MRL) 标准; 二是检测农药残留的检测技术.

经过多年的发展, 西方国家一般都有比较完善的农药残留限量标准和相应检验方法标准. 到目前为止, 联合国粮农组织和世界卫生组织已经颁布了 200 多种农药的 3 000 多项 MRL 值标准, 国际食品法典委员会 (CAC) 有 2 522 项 MRL 标准, 欧盟多达 28 689 项, 美国有 7 400 项, 德国有 3 400 项, 日本则有近 10 000 项, 而我国颁布的国家标准中规定的农药 MRL 标准仅有 386 项.

就检测方法而言, 德国 DFG 方法可检测 325 种农药, 美国 FDA 方法可检测 360 种农药, 加拿大多残留分析方法可检测 251 种农药, 而我国最新研制的仪器只能检测 180 种农药. 与发达国家相比, 我国

在关于农药残留限量标准的制定和检测技术严重滞后. 根据“十五”重大科技专项——“食品安全关键技术”, 我国也开展了一些科研项目, 开发我国迫切需要控制的食源性危害的监测与溯源技术. 2005年, 北京国家工程研究中心开发出能够监测肉类中兽药残留的生物芯片系统. 该生物芯片可以在2 h内检测出肉类中的兽药残留, 快速准确地完成肉类中兽药残留的检测工作. 同时, 该生物芯片检测灵敏度超过了我国及欧盟等国家和地区对最高残留检测限量的要求<sup>[39]</sup>.

P. Zuo 等<sup>[40]</sup>于2006年利用生物芯片来同时定量分析食品中的 chloramphenicol (氯霉素), clenbuterol (克伦特罗)和 tylosin (泰乐菌素)兽药残留, 检测浓度低于最高残留检测限量, 受检物之间没有交叉反应. L. Ilaria 等<sup>[41]</sup>于2009年报道了利用蛋白芯片同时检测2种常见霉菌毒素 Aflatoxin B<sub>1</sub> (黄曲霉毒素)和 Fumonisin B<sub>1</sub> (伏马毒素), 检测下限分别为 3 ng/mL, 43 ng/mL.

### 3 问题及展望

生物芯片技术已经显示出巨大的发展潜力, 正在实现商品化, 许多国家已经相继开展了生物芯片的研制工作, 尤其世界大型制药公司, 都已建立或正在建立自己的芯片设备和技术研发. 然而, 作为一种高新技术, 生物芯片技术仍有许多问题亟待解决, 这些问题的存在严重地限制了生物芯片技术的应用.

首先, 作为生物芯片最关键部分的基因芯片需要大量已知的准确 DNA, cDNA 片段信息, 没有这些信息, 就不可能使芯片技术实现大规模、集成化, 以获取生物整体信息, 但是, 现在还不能公开取得序列经证实准确的基因序列. 其次, 因为众多的实验室用不同的实验平台不断产生巨大的实验数据, 为了比较这些数据, 芯片实验需要相应的重现性、可信度、标准化, 但是, 生物芯片标准化还处在初级阶段. 最后, 当下的生物芯片技术多采用荧光检测方法, 需要昂贵的光学仪器检测系统, 价格因素极大地限制了该技术的应用. 另外使用荧光法进行检测, 虽然重现性较好, 但其灵敏度不高是一个严重的问题. 这在一定程度上限制了生物芯片技术在食品卫生检测中的应用.

因此, 生物芯片技术主要向以下几个方向发展: 1) 微型化. 由于半导体技术的进步, 32 纳米制

程技术已经于2007年面市. 这将有助于制造更高密度的基因芯片, 完成高通量的基因筛选. 2) 集成化. 为了提高分析和检测的效率, 需要对生物芯片的分析全过程实现集成, 即制造微型全分析系统或微芯片实验室, 在芯片上实现生化检测的全部功能, 并与计算机系统相连接, 以实现取样、检测、结果分析一体化. 3) 信息化. 基因芯片可以检测巨大的信息量和采集到大量数据, 如何从如此众多错综复杂的数据中提取真正有用的信息和解析是一个相当艰巨的工作. 这只能依靠生物信息技术、数据挖掘和连接数据库的智能网络系统来解决. 4) 产业化. 对于充分发挥基因芯片的作用, 产业化是最好途径. 现在已经有许多公司推出不同种类的低成本基因芯片.

在我国, 将生物芯片技术应用于食品安全管理方面也取得了很大进展<sup>[42]</sup>. 据报道, 国家食品药品监督管理局已经审定通过“体外诊断用蛋白质微阵列芯片”、“生物芯片用醛基基片”、“体外诊断用 DNA 微阵列芯片”和“激光共聚焦扫描仪”等4项生物芯片行业标准, 并于2011年6月1日生效并实施.

总之, 生物芯片技术的发展前景是光明的, 随着技术的不断进步, 其自身的缺陷也会被逐渐克服, 芯片载体微阵列的巨大潜力, 将会使这种技术不断完善, 并取代传统生物技术.

### 参考文献:

- [1] Brutlag D L. Understanding the human genome [C]//Scientific American (1994): Introduction to Molecular Medicine, New York: Scientific American Inc, 1994: 153-168.
- [2] 林炳承. 微流控芯片实验室及其功能化[J]. 中国药科大学学报, 2003, 34(1): 1.
- [3] 韩俊. 中国食品安全报告(2007) [M]. 北京: 社会科学文献出版社, 2007.
- [4] Liu Y, Sashwati R, Chandan K S. DNA microarray technology in nutraceutical and food safety [J]. Toxicology Letters, 2004, 150: 29.
- [5] 陆长勇, 施春雷, 张春秀, 等. 基于单碱基延伸标签反应的常见食源性致病菌基因芯片检测方法的建立 [J]. 生物工程学报, 2009, 25(4): 554.
- [6] Mead P S, Slutsker L, Dietz V, et al. Food-related illness and death in the united states [J]. Emerg Infect Dis, 1999, 5(5): 607.

- [7] 王国青, 蒋迪, 王艳, 等. 生物芯片技术在食品安全检测中的应用[J]. 现代科学仪器, 2007(1):7.
- [8] Jack S, Douglas R C, Fred J B, et al. Direct detection of 16SrRNA in soil extracts by using oligonucleotide microarrays[J]. Applied and Environmental Microbiology, 2001, 67(10):4708.
- [9] Volokhov D, Rasooly A, Chumakov K, et al. Identification of *Listeria* species by microarray-based assay[J]. J Clin Microbiol, 2002, 40(12):4720.
- [10] Wilson W J, Strout C L, DeSantis T Z, et al. Sequence-specific identification of 18 pathogenic microorganisms using microarray technology[J]. Molecular and Cellular Probes, 2002, 16(2):119.
- [11] Masafumi I, Nobuyasu Y, Katsuji T, et al. Detection of food poisoning bacteria in fresh vegetables using DNA microarray[J]. Journal of Health Science, 2006, 52(1):36.
- [12] Gehring A G, Albin D M. Protein-based microarray for the detection of pathogenic bacteria[J]. Journal of Rapid Methods and Automation in Microbiology, 2007, 15:49.
- [13] Kim H J, Park S H, Lee T H, et al. Microarray detection of food-borne pathogens using specific probes prepared by comparative genomics[J]. Biosensors & Bioelectronics, 2008, 24(2):238.
- [14] Sarah M M, Dieter M T, Robert D S, et al. In situ-synthesized virulence and marker gene biochip for detection of bacterial pathogens in water[J]. Applied and Environmental Microbiology, 2008, 74(7):2200.
- [15] Bai Sulan, Zhao Jinyi, Zhang Yaochuan, et al. Rapid and reliable detection of 11 food-borne pathogens using thin-film biosensor chips[J]. Applied Microbiology and Biotechnology, 2010, 86(3):983.
- [16] Afshari C A, Nuwaysir E F, Barrett J C. Application of complementary DNA microarray technology to carcinogen identification toxicology and drug safety evaluation[J]. Cancer Res, 1999, 59:4759.
- [17] Burchiel S W, Knall C M, Davis J W, et al. Analysis of genetic and epigenetic mechanisms of toxicity potential roles of toxicogenomics and proteomics in toxicology[J]. Toxicol Sci, 2001, 59:193.
- [18] Fielden M R, Zacharewski T R. Challenges and limitations of gene expression profiling in mechanistic and predictive toxicology[J]. Toxicol Sci, 2001, 60:6.
- [19] Nuwaysir E F, Bittner M, Trent J, et al. Microarrays and toxicology the advent of toxicogenomics[J]. Mol Carcinog, 1999, 24:153.
- [20] Simmons P T, Portier C J. Toxicogenomics: the new frontier in risk analysis[J]. Carcinogenesis, 2002, 23:903.
- [21] Smith L L. Key challenges for toxicologists in the 21st century[J]. Trends Pharmacol Sci, 2001, 22:281.
- [22] Tennant R W. The national center for toxicogenomics using new technologies to inform mechanistic toxicology[J]. Environ Health Perspect, 2002, 110:8.
- [23] Ulrich R, Friend S H. Toxicogenomics and drug discovery will new technologies help us produce better drugs[J]. Nat Rev Drug Discov, 2002, (1):84.
- [24] Bartosiewicz M J, Jenkins D, Penn S, et al. Unique gene expression patterns in liver and kidney associated with exposure to chemical toxicants[J]. J Pharmacol Exp Ther 2001, 297:895.
- [25] Bulera S J, Eddy S M, Ferguson E, et al. RNA expression in the early characterization of hepatotoxicants in Wistar rats by high-density DNA microarrays[J]. Hepatology 2001, 33:1239.
- [26] Hamadeh H K, Bushel P R, Jayadev S, et al. Gene expression analysis reveals chemical-specific profiles[J]. Toxicol Sci, 2002, 67:219.
- [27] Waring J F, Ciurlionis R, Jolly R A, et al. Microarray analysis of hepatotoxins in vitro reveals a correlation between gene expression profiles and mechanisms of toxicity[J]. Toxicol Lett, 2001, 120:359.
- [28] Andrew A S, Warren A J, Barchowsky A, et al. Genomic and proteomic profiling of responses to toxic metals in human lung cells[J]. Environ Health Perspect, 2003, 111:825.
- [29] Zhong L, Zhang W, Zer C, et al. Protein microarray sensitive and effective immunodetection for drug residues[J]. BMC Biotechnology, 2010(10):12.
- [30] Bettina S, Frank S. Impact of microarray technology in nutrition and food research[J]. Molecular Nutrition & Food Research, 2005, 49(10):908.
- [31] Lefevre M, Wiles J, Zhang X, et al. Gene expression microarray analysis of the effects of grape anthocyanins in mice a test of an hypothesis generating paradigm[J]. Metabolism, 2008, 57(7):52.
- [32] Masotti A, Da Sacco L, Bottazzo G F, et al. Microarray technology: a promising tool in nutrigenomics[J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2010, 50(7):693.
- [33] Mariotti E, Minunni M, Mascini M. Surface plasmon resonance biosensor for genetically modified organisms detection[J]. Anal Chim Acta, 2002, 453:165.
- [34] 黄迎春, 孙春昀, 冯红, 等. 利用基因芯片检测转基因作物[J]. 遗传, 2003, 25(3):307.

# 缬氨酸转氨酶基因原核表达载体构建及表达

张飞, 魏涛, 刘寅, 何培新

(郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**构建了具有缬氨酸转氨酶基因的大肠杆菌工程菌,对该酶表达条件进行了优化. PCR 结果表明,扩增出一特异 DNA 条带且长度与 *avtA* 基因长度1 254 bp符合. 通过纸层析检测,筛选到了阳性克隆,但是酶活偏低. SDS-PAGE 凝胶电泳显示目的蛋白表达量较低. 酶表达优化结果显示:蛋白肽浓度 12 g/L, IPTG 浓度 0.4 mmol/L, 经过 8 h 诱导,酶活达到最大值.

**关键词:**缬氨酸转氨酶;大肠杆菌;基因克隆;蛋白表达

**中图分类号:**Q939.97 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.002

## Construction and expression of prokaryotic vector of valine-pyruvate transaminase gene

ZHANG Fei, WEI Tao, LIU Yin, HE Pei-xin

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

**Abstract:** The engineered strain of *Escherichia coli* with valine-pyruvate transaminase gene was constructed and the expression condition for valine-pyruvate transaminase was optimized. The result of PCR showed that a special DNA band was amplified and the length of the band was accord with the length of *avtA*, 1 254 bp. Activity of valine-pyruvate transaminase was found by paper chromatography but the enzyme activity was not high. The expression of valine-pyruvate transaminase was evaluated by SDS-PAGE and a high expression was displayed. The optimal conditions were peptone 12 g/L, IPTG 0.4 mmol/L and induced time 8 h.

**Key words:** valine-pyruvate transaminase; *Escherichia coli*; gene cloning; protein expression

## 0 引言

D-氨基酸作为重要的中间体,在食品添加剂、医药、农药及化妆品行业应用广泛,市场需求较大. D-丙氨酸作为丙氨酸的一种光学异构体,在食品中主要作为增味剂和调味料使用,也是合成甜味剂阿力甜的主要原料之一. 此外, D-丙氨酸还是农药

精甲霜灵的合成原料之一<sup>[1-2]</sup>. D-缬氨酸作为重要的中间体也广泛用于药物合成. 以 D-缬氨酸为原料可以合成高效杀虫剂氟胺菊酯<sup>[3-4]</sup>, 其青霉胺衍生物可以用来治疗一些由于免疫缺陷引起的疾病,如艾滋病<sup>[5]</sup>.

转氨酶在酶法合成氨基酸领域具有潜在应用价值. 目前,关于转氨酶的研究报道较多的是该酶

收稿日期:2012-08-23

基金项目:郑州轻工业学院博士基金资助项目(2010BSJJ020)

作者简介:张飞(1976—),男,内蒙古自治区包头市人,郑州轻工业学院讲师,博士,主要研究方向为食品生物技术.

通信作者:何培新(1970—),男,河南省民权县人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为食品生物技术.

的酶学性质、催化机制及抑制动力学研究<sup>[6-8]</sup>. 大肠杆菌缬氨酸转氨酶可以催化 L-缬氨酸与丙酮酸反应生成  $\alpha$ -酮异戊酸和 L-丙氨酸. 理论上, 利用该酶可以把缬氨酸外消旋混合物中的 L-缬氨酸转化为  $\alpha$ -酮异戊酸, 从而实现外消旋缬氨酸的拆分. 目前, 关于缬氨酸转氨酶在氨基酸手性拆分领域的应用报道甚少. 本文拟利用原核表达载体构建具有缬氨酸转氨酶活性的工程菌, 并对目的蛋白表达条件进行优化.

## 1 实验

### 1.1 材料与仪器

材料: 大肠杆菌 BL21 (DE3) 和大肠杆菌 DH5 $\alpha$ , 由本实验室提供; 原核表达载体 pET—32a, Nonagen 公司产; PCR 引物, 上海生工生物工程技术服务公司产; 限制性内切酶 Nco I 和 Xho I, DNA 聚合酶, DNA 连接酶和 DNA Marker, TaKaRa 生物工程(大连)有限公司产; 氨苄青霉素、异丙基- $\beta$ -D-硫代半乳糖苷 (IPTG), 南京基天生物科技有限公司产; DNA 凝胶回收试剂盒、PCR 纯化试剂盒、蛋白电泳 Marker, 天根生化公司产. 其他试剂, 均为国产分析纯. 实验中用到的 LB 培养基、SOC 培养基、DNA 琼脂糖电泳所用溶液、SDS-PAGE 电泳相关溶液的配制参见《分子克隆实验指南》(第 2 版).

仪器: PCR 仪 Model MG 48+, 杭州朗基公司产; 凝胶电泳仪 DYY—8C, 北京六一仪器厂产; 凝胶成像系统 LG2000 Gel Documentation System, 杭州朗基公司产; Waters600 高效液相色谱仪、色谱柱, 美国 Waters 公司产; 日立 CR22E 型离心机, 日本 Hitachi 公司产; 超声波细胞粉碎仪 JY88—II, 宁波新芝生物科技股份有限公司产; 日立 UV—3000 型分光光度计, 日本 Hitachi 公司产; 高压灭菌锅 G154DW, 南京庚辰科学仪器有限公司产; 恒温振荡器 THZ—C, 太仓博莱特实验仪器厂产; P2S 电子天平, 上海恒平科学仪器有限公司产.

### 1.2 实验方法

**1.2.1 引物设计及 PCR 反应条件** 通过检索 genbank 中 *E. coli* K—12 的缬氨酸转氨酶基因 (avtA) 序列, 并参考 pET—32a 载体多克隆位点, 设计 2 条引物. 在上游引物 5' 端引入了 Nco I 酶切位点, 在下游引物的 5' 端引入 Xho I 酶切位点, 由下划

线标出. 上游引物为 5'-TGGCCATGGGCATGACAT-TCTCCCTTTT-3', 下游引物为 5'-TT-GCTCGAGTTAGTGACTTTCAGCCCAGG-3'. PCR 反应体系为: ddH<sub>2</sub>O 37.4  $\mu$ L, 10  $\times$  PCR buffer 5  $\mu$ L, MgCl<sub>2</sub> 3  $\mu$ L, dNTP 1  $\mu$ L, 引物各 1  $\mu$ L, 模板 1  $\mu$ L, Taq DNA 聚合酶 0.6  $\mu$ L, 总体积 50  $\mu$ L. PCR 反应参数为: 94  $^{\circ}$ C 预变性 5 min, 然后进入循环; 94  $^{\circ}$ C 变性 45 s, 55  $^{\circ}$ C 复性 45 s, 72  $^{\circ}$ C 延伸 1 min, 经过 30 个循环后, 72  $^{\circ}$ C 延伸 10 min 结束反应.

### 1.2.2 重组质粒 pET32a—avtA 的构建及转化

大肠杆菌质粒提取、基因组 DNA 提取、感受态细胞制备等常规方法参考 J. Sambrook 著《分子克隆》(第 3 版). DNA 凝胶回收、DNA 双酶切反应和 DNA 片段连接反应参考试剂盒说明. avtA 基因 PCR 产物和提取得到的表达载体, 经双酶切和凝胶回收纯化, 在 16  $^{\circ}$ C 连接 20 h. 然后取连接液 5  $\mu$ L 与 100  $\mu$ L 大肠杆菌感受态细胞混合, 于冰上放置 30 min, 于 42  $^{\circ}$ C 水浴 60 s, 冰上放置 2 min; 加入 800  $\mu$ L SOC 液体培养基于 37  $^{\circ}$ C 培养 1 h, 将培养液均匀涂布在含 Amp<sup>+</sup> 的培养基平板上; 将平板放置于 37  $^{\circ}$ C 恒温培养箱中培养 12~14 h, 然后观察结果.

**1.2.3 阳性克隆的筛选** 采用酶活性检测的方法来筛选阳性克隆, 具体方法如下: 从转化平板挑取 20 单菌落分别接种于含氨苄青霉素 50  $\mu$ g/mL 的 2 mL LB 液体培养基, 37  $^{\circ}$ C 培养 12~14 h; 吸取上述菌液 250  $\mu$ L 接种于 25 mL LB 液体培养基于 37  $^{\circ}$ C 进行放大培养 6 h; 同时接种剩余菌液保存于 4  $^{\circ}$ C 冰箱; 然后加入 IPTG, 在 30  $^{\circ}$ C 继续培养 8 h; 取 50 mL 离心管, 离心收集菌体 (4 000 r/min, 12 min), 弃上清, 加入 5 mL 含有浓度为 0.1 mol/L L-缬氨酸和 0.1 mol/L 丙酮酸的混合液, 加入 10% 吐温-80 50  $\mu$ L, 调节 pH 至 8, 于 37  $^{\circ}$ C 摇床反应 5 h; 纸层析检测是否有底物的消耗和产物 L-丙氨酸产生; 检测到有酶活性的, 将对应菌种进行甘油保种. 纸层析展开剂为苯酚: 乙醇: 水 = 5: 1: 2 (v/v/v). 纸层析显色剂: 0.5% (w/v) 茚三酮水溶液.

**1.2.4 阳性克隆 SDS-PAGE 凝胶电泳检测** 取阳性克隆对应菌液 1 mL, 同时取 1 mL 没有被转化的菌液作对照, 分别离心, 超声波细胞破碎, 然后进行 SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳.

**1.2.5 酶活的测定** 取 10 mL 含有浓度为 0.1 mol/L

L-缬氨酸和0.1 mol/L丙酮酸的混合液,加入待测菌体,充分混匀,调节pH至8,37℃摇床反应10 min.离心终止反应,测定上清液中丙氨酸含量.酶单位定义:1 min内反应生成1 μmol L-丙氨酸所用的酶量.实验中酶的比活力由每mL菌液含有的酶单位数表示.

**1.2.6 表达条件优化** 通过考察培养基蛋白胨浓度、IPTG诱导浓度以及诱导时长等3个因素对工程菌酶活的影响,来确定该酶的最佳表达条件.每个实验的培养基成分均为酵母膏、蛋白胨、氯化钠,培养基中氯化钠用量固定为5 g/L,酵母膏用量固定为5 g/L,定容前用NaOH调节pH=8.0,120℃高压灭菌备用.每个实验组培养基体积均为25 mL,接种250 μL菌液于含氨基青霉素50 μg/mL的液体培养基,37℃摇床培养6 h,然后加入IPTG,30℃摇床诱导.诱导结束,离心收集菌体,检测酶活性.

## 2 结果与分析

### 2.1 PCR产物的凝胶电泳分析

PCR产物的琼脂糖凝胶电泳结果如图1所示.由图1可见一条特异DNA条带,该条带长度与genebank中avtA基因长度1 254 bp符合.

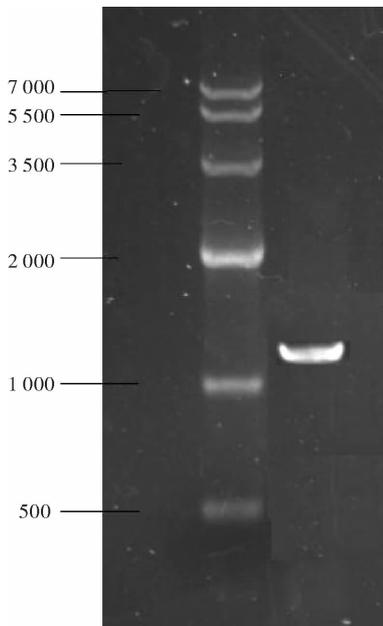


图1 PCR产物凝胶电泳图谱

### 2.2 阳性克隆活性筛选

采用酶活性检测的方法筛选阳性克隆,具体方法如前所述.反应液用纸层析检测,结果如图2所

示.可以明显地看出,相同反应条件下,1#,6#,7#和8#反应液中有L-丙氨酸产生,因此初步认定以上反应液中检测到了目的酶活性.同时可以看出,反应5 h产物生成量较少,说明该工程菌酶活力需要进一步优化.

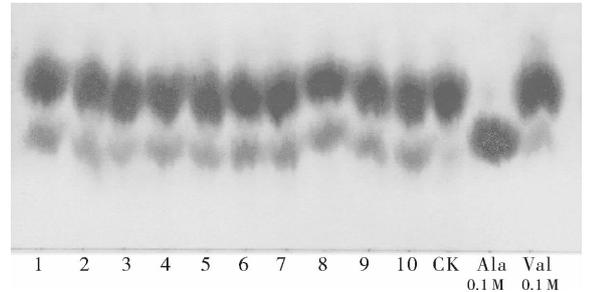


图2 单菌落筛选纸层析图谱

### 2.3 阳性克隆的SDS-PAGE凝胶电泳验证

上述筛选到的阳性克隆与对照菌同时进行SDS-PAGE凝胶电泳,结果见图3.供试菌在45 KDa出现特异条带,该条带位置与目的蛋白理论分子量相符.该条带在全菌和上清中含量高于沉淀中含量,说明目的蛋白表达正常.同时可以看出,目的蛋白的相对含量不高.

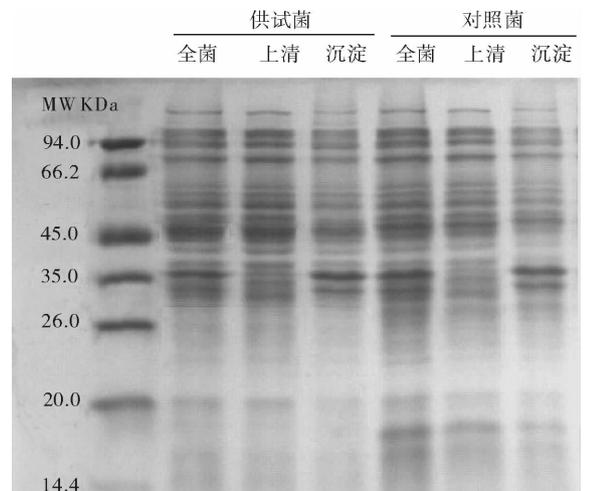


图3 阳性克隆的SDS-PAGE凝胶电泳图谱

### 2.4 培养基蛋白胨浓度对酶活的影响

蛋白胨作为本实验培养基中最主要的氮源,其浓度变化对目的蛋白表达的影响是基础性的(见图4):在蛋白胨浓度较低时,酶活随着蛋白胨浓度的增加而明显增加;蛋白胨浓度为12 g/L时,酶活达到最大;之后,蛋白胨浓度的进一步增加对酶活影响不明显.

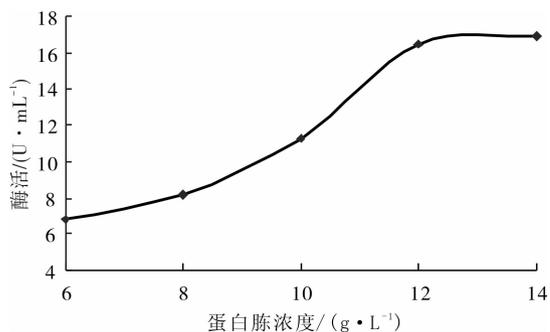


图4 蛋白胨浓度对酶活的影响

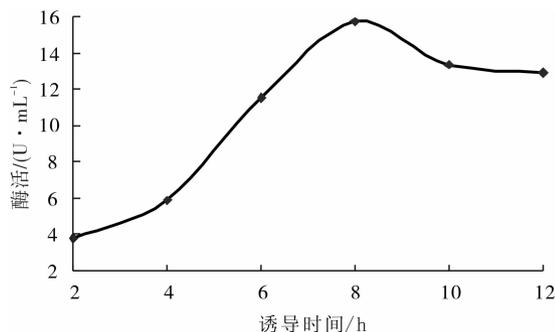


图6 诱导时间对酶活的影响

## 2.5 IPTG 诱导浓度对酶活的影响

IPTG 诱导浓度对目的蛋白表达的影响也是基础性的(见图5):在 IPTG 诱导浓度较低时,酶活随着 IPTG 诱导浓度的增加而有所增加;IPTG 诱导浓度增加到 0.4 mmol/L 时,酶活达到最大;此后,酶活随着 IPTG 诱导浓度进一步增加而降低.理论上, IPTG 诱导浓度过高会使目的蛋白表达过量形成包涵体而影响酶活.本实验结果与理论分析基本吻合.

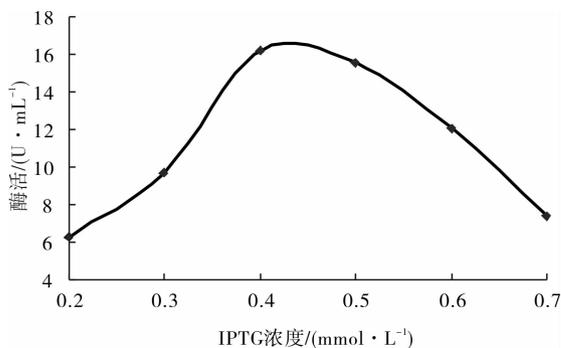


图5 IPTG 诱导浓度对酶活的影响

## 2.6 诱导时间对酶活的影响

诱导时间对酶活的影响见图6.酶活随着诱导时间的增加而有所增加;在诱导时间为 8 h 时,酶活达到最大;之后,酶活随着诱导时间的增加而缓慢降低;此后,随着诱导时间的进一步延长,酶活性降低不是很剧烈,可能此时营养物质已经基本耗尽,菌体停止生长.

## 3 结论

本文构建了具有缬氨酸转氨酶基因的大肠杆菌工程菌,并对该酶表达条件进行了初步优化.琼脂糖凝胶电泳显示,成功克隆了大肠杆菌 avtA 基因.通过纸层析检测,筛选到了阳性克隆,但是酶活性偏低.通过 SDS-PAGE 凝胶电泳检测到目的蛋白

表达正常.随后,对目的蛋白表达条件进行优化,结果显示最佳诱导条件为蛋白胨浓度 12 g/L, IPTG 浓度 0.4 mmol/L, 经过 8 h 诱导,酶活达到最大值.

本文通过构建工程菌,将缬氨酸转氨酶用于酶法合成氨基酸领域,结果表明该酶有一定应用价值.本研究为利用该类酶制备某些手性氨基酸提供了参考.

## 参考文献:

- [1] 严传鸣. 氟胺氰菊酯的合成[J]. 现代农药, 2003, 2(1):13.
- [2] 赵克健. 中国化学药品大全[M]. 2版. 北京: 新时代出版社, 1999.
- [3] 汤家芳, 刘芝兰, 肖玉秀, 等. 缬氨酸杀虫菊酯的合成[J]. 氨基酸和生物资源, 1998, 20(1):45.
- [4] 刘鹏飞, 刘西莉, 马安捷, 等. 精甲霜灵与外消旋体甲霜灵对掘氏疫霉菌的抑菌活性比较[J]. 农药学报, 2003, 5(3):45.
- [5] Suzuki H, Yamada C, Kato K.  $\gamma$ -Glutamyl compounds and their enzymatic production using bacterial  $\gamma$ -glutamyl-transpeptidase[J]. Amino Acids, 2007(32):333.
- [6] Banks J M, Yvon M, Gripon J C, et al. Enhancement of amino acid catabolism in Cheddar cheese using  $\alpha$ -ketoglutarate: amino acid degradation in relation to volatile compounds and aroma character[J]. International Dairy Journal, 2001, 11(4-7):235.
- [7] Bartek T, Zönnchen E, Klein B, et al. Analysing overexpression of L-valine biosynthesis genes in pyruvate-dehydrogenase-deficient *Corynebacterium glutamicum* [J]. Journal of Industrial Microbiology & Biotechnology, 2010, 37(3):263.
- [8] Wieschalka S, Blombach B, Eikmanns B J. Engineering *Corynebacterium glutamicum* for the production of pyruvate[J]. Applied Microbiology and Biotechnology, 2012, 94(2):449.

# 牛排菇 SB65 菌株液体培养基和 培养条件的优化

何培新<sup>1</sup>, 秦慧迪<sup>1</sup>, 安正方<sup>1</sup>, 李政伟<sup>2</sup>

(1. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450001;

2. 洛阳奥吉特食用菌开发有限公司, 河南 洛阳 471022)

**摘要:**通过单因素实验和均匀设计对牛排菇 SB65 菌株的液体菌种培养基和培养条件进行了优化。优化后的培养基配方为(*w/v*):蔗糖 5.5%, 酵母浸粉 1%,  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  0.05%,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  1%, NaCl 0.714 7%,  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  1%; 液体培养条件为:初始 pH = 7.2, 培养温度 28 °C, 培养时间 12 d, 摇床转速 160 r/min, 装液量 50 mL/250 mL 三角瓶, 接种量 8% (*v/v*)。在优化的培养基和培养条件下进行培养, 菌丝体的生物量为 4.579 g/L。

**关键词:**牛排菇; 液体菌种培养基; 菌丝体生物量; 培养条件

中图分类号:S646 文献标志码:A DOI:10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.003

## Optimization of fermentation liquid medium and culture conditions of portabella mushroom (*Agaricus brunnescens*) SB65 strain

HE Pei-xin<sup>1</sup>, QIN Hui-di<sup>1</sup>, AN Zheng-fang<sup>1</sup>, LI Zheng-wei<sup>2</sup>

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

2. Luoyang Aojite Mushroom Development Co., Ltd., Luoyang 471022, China)

**Abstract:** The liquid medium and culture conditions of portabella mushroom (*Agaricus brunnescens*) SB65 strain were optimized by single-factor experiments and uniform design. The optimized medium were as follows (*w/v*): sucrose 5.5%, yeast extract 1%,  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  0.05%,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  1%, NaCl 0.714 7%,  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  1% and the optimized culture conditions were as follows: initial pH = 7.2, culture temperature 28 °C, culture period 12 d, rotation rate 160 r/min, medium volume 50 mL per 250 mL flask and seed volume 8% (*v/v*). Under the optimized medium and culture conditions, the biomass of tested strain was 4.579 g/L.

**Key words:** portabella mushroom (*Agaricus brunnescens*); liquid spawn medium; biomass; culture condition

## 0 引言

褐蘑菇 (*Agaricus brunnescens* Peck) 是双孢蘑菇 (*A. bisporus*) 的近缘种, 是伞菌属另一个广泛人工栽

培的大型真菌<sup>[1-2]</sup>。褐蘑菇盖大柄粗, 菌肉肥厚, 细嫩鲜美, 浓郁适口, 耐贮性好, 产品深加工前景广阔。褐蘑菇含有多糖、三萜类化合物、活性多肽等生理活性物质, 具有增强免疫力、抗癌、降血脂和降血

糖等多种功效,具有较高的食用和药用价值<sup>[3-7]</sup>.牛排菇是褐蘑菇的开伞成熟菇体形式,在欧美、日本和我国香港等国家和地区受到普遍欢迎,出口市场广阔,栽培前景看好.我国的褐蘑菇人工栽培主要采用二次发酵料床架式栽培模式,层播或穴播麦粒种等固体菌种,液体菌种的应用较少.液体菌种具有生产周期短、萌发点多、发菌一致、发菌速度快等优点,在食用菌制种与栽培中应用潜力较大.然而,在褐蘑菇人工栽培中还很少使用液体菌种.本文拟对牛排菇 SB65 菌株液体培养的培养基和培养条件进行优化,以期对液体菌种的制备和应用提供理论和技术支持,推动褐蘑菇人工栽培的发展.

## 1 实验

### 1.1 材料与仪器

**1.1.1 菌株** 牛排菇 SB 菌株由洛阳奥吉特食用菌开发有限公司提供.

**1.1.2 培养基** PDA 培养基(马铃薯 20%,葡萄糖 2%,蛋白胨 0.2%,琼脂 2%)用于菌种培养和保藏;种子培养基(蔗糖 3.5%,酵母浸粉 0.3%, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  0.15%, $KH_2PO_4$  0.3%)用于液体菌种种子的培养和 pH 调整、培养温度和溶解氧(装液量)的优化;碳源优化基础培养基(碳源 3.5%,酵母浸粉 0.3%, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  0.15%, $KH_2PO_4$  0.3%),氮源优化基础培养基(蔗糖 3.5%,氮源 0.3%, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  0.15%, $KH_2PO_4$  0.3%)和无机盐优化基础培养基(蔗糖 3.5%,酵母浸粉 0.3%,无机盐 0.15%)用于液体培养基的优化.除溶解氧优化特别注明外,其他测定的培养基装样量  $w/v$  均为 50 mL/250 mL 三角瓶.

**1.1.3 主要仪器及试剂** 1) 主要仪器:FS—280A 手提式压力蒸汽灭菌锅,浙江新丰医疗器械有限公司产;LX—C50L 不锈钢立式压力蒸汽灭菌锅,合肥华泰医疗设备有限公司产;SN—CJ IFD 超净工作台,苏净集团苏州安泰空气技术有限公司产;SPX—160 B—2 恒温培养箱,上海福玛实验设备有限公司产;JYT—5 QYC200 恒温振荡摇床,上海福玛实验设备有限公司产;HZQ—F160 全温振荡培养箱,太仓市实验设备厂产;85—2 恒温磁力搅拌器,江苏省金坛市中大仪器厂产;AL204/01 电子天平,梅特勒-托利多仪器(上海)公司产;PH—2C 实验室 pH 计,上海理达仪器厂产;RE—52AA 旋转蒸发仪,上海亚荣生化仪器厂产;SHB—3 循环水多用真空泵,

郑州杜甫仪器厂产;101A—1 型电热恒温鼓风干燥箱,上海市实验仪器总厂产.

2) 试剂:蔗糖,天津市瑞金特化学品有限公司产;葡萄糖,天津市恒星化学试剂制造有限公司产;麦芽糖,中国惠兴生化试剂有限公司产;乳糖,北京奥博星生物技术责任有限公司产;木糖,北京市化学试剂厂产;可溶性淀粉,天津市恒星化学试剂制造有限公司产;牛肉膏、蛋白胨、胰蛋白胨、酵母浸粉,北京双旋微生物培养基制品厂产; $KNO_3$ ,国药集团化学试剂有限公司产; $NH_4NO_3$ , $KH_2PO_4$ , $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ,广东汕头市西陇化工厂产;NaCl,天津市化学试剂一厂产; $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ,广东光华化学厂有限公司产; $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ ,天津市化学试剂三厂产; $MnCl_2$ ,天津市瑞金特化学品有限公司产.以上试剂均为分析纯(AR).马铃薯为市售.

### 1.2 实验方法

**1.2.1 液体培养种子的制备** 打取活化培养的菌种块 2  $cm^2$ ,接种种子培养基,26  $^{\circ}C$ ,160 r/min 摇床培养 6 d.加入灭菌的磁珠和适量玻璃珠,使用磁力搅拌器搅拌 2 h,将培养物打碎,作为液体培养的种子.种子的接种量为 8%.

**1.2.2 检测指标** 抽滤液体培养物获得湿菌丝体;湿菌丝体 70  $^{\circ}C$  恒温干燥 24 h,得到干燥菌丝体;称重干燥菌丝体,为菌丝生物量.

**1.2.3 适宜培养时间的确定** 采用发酵培养基,26  $^{\circ}C$ ,160 r/min 摇床培养 3 d,5 d,7 d,10 d,12 d,14 d,18 d,测定菌丝生物量,确定菌丝体培养适宜时间.

**1.2.4 单因素实验** 采用相应的基础培养基,26  $^{\circ}C$ ,160 r/min 摇床培养 12 d,测定蔗糖、葡萄糖、麦芽糖、乳糖、木糖和可溶性淀粉等碳源物质,牛肉膏、蛋白胨、胰蛋白胨、酵母浸粉、 $KNO_3$  和  $NH_4NO_3$  等氮源物质, $KH_2PO_4$ , $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ,NaCl, $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  和  $MnCl_2$  等无机盐对供试菌株菌丝体生长的影响.采用发酵培养基,26  $^{\circ}C$ ,160 r/min 摇床培养 12 d,测定 pH 值 6.0,6.4,6.8,7.2,7.6 和 8.0 对菌丝体生长的影响.发酵培养基接种后,在 20  $^{\circ}C$ ,25  $^{\circ}C$ ,28  $^{\circ}C$  和 30  $^{\circ}C$ ,160 r/min 摇床培养 12 d,测定菌丝生物量,确定培养温度对菌丝体生长的影响.发酵培养基装液量分别为 30 mL/250 mL,50 mL/250 mL,70 mL/250 mL,100 mL/250 mL 和 120 mL/250 mL,26  $^{\circ}C$ ,160 r/min 摇床培养 12 d,确定溶解氧对菌丝体生长的影响.所有处理设 3 个对照,实验

数据分析采用统计学软件 SPSS 进行。

**1.2.5 液体培养基的均匀设计法优化** 在单因素实验的基础上,采用均匀设计法进一步优化液体培养基。共设立 6 个因素,每个因素均为 10 个水平,采用均匀设计表  $U_{10}(10^6)$  [8] 优化。其他液体培养条件为:温度 28 °C,旋转式摇床转速 160 r/min,装液量 50 mL/250 mL 三角瓶,培养时间 12 d。

## 2 结果与讨论

### 2.1 菌丝体适宜培养时间

供试菌株的液体培养菌丝生长曲线见图 1。从图 1 可以看出,供试菌株液体培养 12 d 菌丝生物量最大,之后随着培养时间的延长,菌丝干重没有明显增加,因而该菌株的适宜培养时间为 12 d。

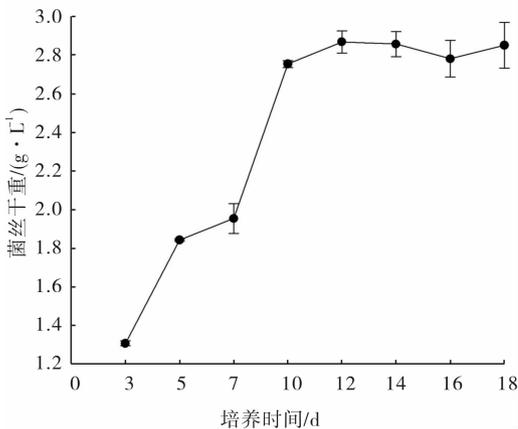


图 1 供试菌株液体培养的菌丝生长曲线

### 2.2 单因素实验

**2.2.1 碳源和氮源对菌丝体生长的影响** 不同碳源和氮源物质对供试菌株菌丝体生长的影响见表 1。从表 1 可以看出,测试的不同碳源物质中,蔗糖得到的菌丝生物量最高,其次为葡萄糖和可溶性淀粉,乳糖最差,故采用蔗糖为碳源进行后面的研究;在测试的不同氮源物质中,酵母浸粉得到的菌丝生物量最高,牛肉膏次之,硝酸铵最低,所以采用酵母浸粉进行后面的研究。

**2.2.2 无机盐对菌丝体生长的影响** 不同无机盐对供试菌株菌丝体生长的影响见图 2。从图 2 可以看出,与对对照相比,培养基中添加 NaCl,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  均促进了供试菌株的菌丝生长。可能是由于使用浓度过大或抑制供试菌株的生理活动,培养基中添加  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{MnCl}_2$  降低了供试菌株的菌丝生物量。

表 1 碳源和氮源物质对供试菌株

菌丝体生长的影响 g/L

碳源	菌丝干重	氮源	菌丝干重
乳糖	1.80 ± 0.007 2	胰蛋白胨	2.31 ± 0.000 2
蔗糖	2.64 ± 0.051 2	酵母浸粉	2.93 ± 0.001 8
果糖	2.19 ± 0.005 0	硝酸铵	1.31 ± 0.001 9
葡萄糖	2.34 ± 0.135 2	蛋白胨	2.45 ± 0.000 2
可溶性淀粉	2.21 ± 0.145 2	牛肉膏	2.75 ± 0.147 5
麦芽糖	2.12 ± 0.109 0	硝酸钾	1.12 ± 0.031 2

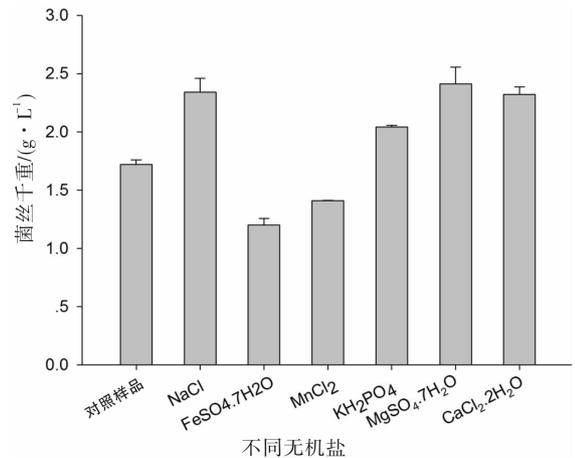


图 2 无机盐对供试菌株菌丝体生长的影响

**2.2.3 菌丝体生长的适宜温度** 不同测试温度对供试菌株菌丝体生长的影响见图 3。从图 3 可以看到,供试菌株在 28 °C 培养收获的菌丝生物量最高,因而其菌丝体生长的最适温度为 28 °C,高于 ZM-j2 菌株的 20 °C [9]。陈仁财等 [10] 报道的引自日本的 ZM-1 菌株的菌丝生长的最适温度也为 20 °C,李春艳等 [11] 报道的褐菇 L 菌株的菌丝生长最适温度为 20 ~ 22 °C,均低于本文研究的牛排菇 SB65 菌株,原因可能是由于该菌株经过几年的栽培应用,适应了经常出现的较高培养温度。

**2.2.4 初始 pH 对菌丝体生长的影响** 不同初始 pH 对供试菌株菌丝生长的影响见图 4。从图 4 可知,供试菌株在初始 pH 为 7.2 的培养基培养时,收获的菌丝生物量最高,因而该菌株培养的培养基最适初始 pH 为 7.2,与棕色蘑菇 ZM-j2 菌株一致 [9]。此外,褐菇 L 的菌丝生长最适 pH 为 6.0 ~ 7.0 [11], ZM-1 菌株为 6.0 [10],稍低于牛排菇 SB65 菌株,表明褐蘑菇不同栽培菌株间存在着细微的生理差异,同时也更加充分地说明了针对不同的主栽品种,细致研究其生物学特性的必要性。

**2.2.5 装样量(溶解氧)对菌丝体生长的影响** 装

样量反映了液体培养基的溶解氧的量. 溶解氧对供试菌株菌丝体生长的影响见图5. 从图5可以看出, 装液量为30 mL/250 mL时收获的菌丝生物量最大, 50 mL/250 mL次之, 但两者数据相差较小. 考虑到培养基的利用效率, 采用装液量50 mL/250 mL进行液体培养.

### 2.3 液体培养基的优化

均匀设计法优化液体培养基的实验结果见表2.

表中,  $X_1$ — $X_6$  及  $Y$  分别为蔗糖、酵母浸粉、 $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 、 $KH_2PO_4$ 、 $NaCl$ 、 $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  和菌丝生物量.

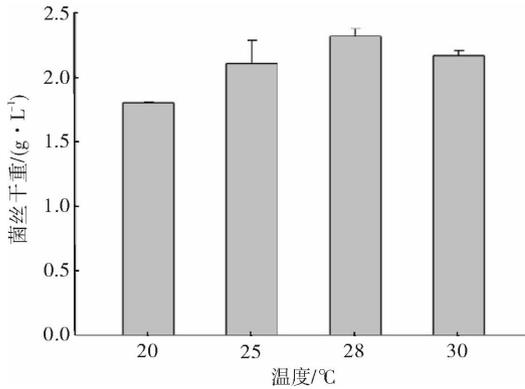


图3 温度对供试菌株菌丝体生长的影响

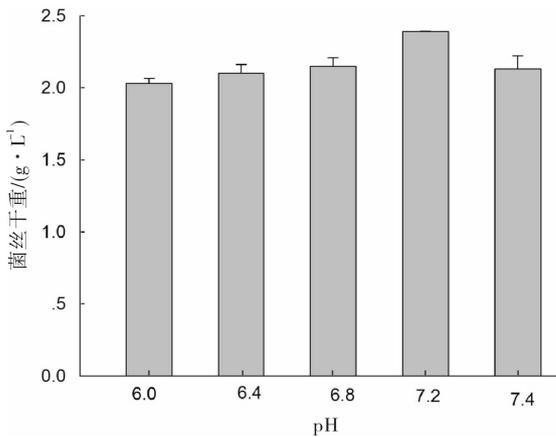


图4 初始 pH 对菌丝体生长的影响

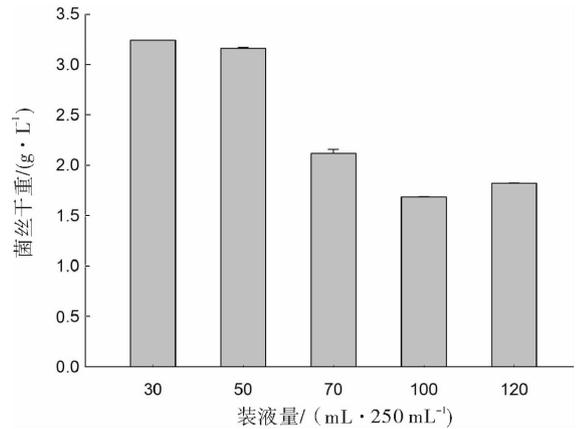


图5 装液量对菌丝体生长的影响

对表2的数据采用 DPS (date processing system version 7.05) 软件进行二次多项式逐步回归分析, 并对该模型进行显著性检验, 结果见表3. 得到的回归方程为

$$Y = 1.752 + 1.635X_5 + 0.055X_1^2 - 1.957X_5^2 - 0.543X_1 \cdot X_3 + 0.215X_1 \cdot X_5 + 0.527X_2 \cdot X_4 + 1.673X_3 \cdot X_6$$

相关系数  $R = 0.9999$ ,  $F$  值 = 1961.7753, 显著水平  $P = 0.0005$ , 剩余标准差  $S = 0.0119$ . 这说明该方程能很好地拟合试验菌株液体培养过程.

从回归方程求得最佳参数为: 蔗糖 5.5%, 酵母浸粉 1%,  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  0.05%,  $KH_2PO_4$  1%,  $NaCl$  0.7147%,  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  1%. 验证实验表明, 采用优化培养基在优化条件下培养, 菌丝体生物量为 4.579 g/L, 高于均匀设计中的 10 组结果, 表明该优化结果具有明显的指导意义; 但与回归模型的预测值 4.9044 还有一定的误差, 相对误差为 6.635%.

## 3 结论

通过单因素实验和均匀设计法获得了牛排菇

表2  $U_{10}(10^6)$  均匀设计方案与实验结果

序号	$X_1$ /%	$X_2$ /%	$X_3$ /%	$X_4$ /%	$X_5$ /%	$X_6$ /%	$Y/(g \cdot L^{-1})$
1	1.0	0.2	0.15	0.5	0.7	1.0	2.37
2	1.5	0.4	0.30	1.0	0.3	1.0	2.76
3	2.0	0.6	0.45	0.4	1.0	0.9	2.39
4	2.5	0.8	0.05	0.9	0.6	0.9	3.08
5	3.0	1.0	0.20	0.3	0.2	0.8	2.73
6	3.5	0.1	0.35	0.8	0.9	0.8	2.85
7	4.0	0.3	0.50	0.2	0.5	0.7	2.92
8	4.5	0.5	0.10	0.7	0.1	0.7	3.17
9	5.0	0.7	0.25	0.1	0.8	0.6	3.66
10	5.5	0.9	0.40	0.6	0.4	0.6	3.74

表3 实验数据的二次多项式逐步回归法处理结果

因素	偏相关	T 检验	显著水平 P
$X_5$	0.995 7	15.250 4	0.000 6
$X_1^2$	0.998 9	29.919 8	0.000 1
$X_5^2$	-0.998 0	22.504 1	0.000 2
$X_1 \cdot X_3$	-0.997 5	19.904 3	0.000 3
$X_1 \cdot X_5$	0.997 8	21.474 5	0.000 2
$X_2 \cdot X_4$	0.998 4	24.981 1	0.000 1
$X_3 \cdot X_6$	0.995 3	14.559 4	0.000 7

SB65 菌株液体培养最佳培养基配方和适宜培养条件. 最佳培养基配方为:蔗糖 5.5%, 酵母浸粉 1%,  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  0.05%,  $KH_2PO_4$  1%, NaCl 0.714 7%,  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  1%, 培养基的最初 pH 为 7.2, 培养温度 28 °C, 装液量 50 mL/250 mL, 摇床转速 160 r/min, 接种量 8%. 在该培养基和培养条件下, 液体振荡培养 12 d, 菌丝生物量为 4.579 g/L. 本研究对牛排菌液体菌种的开发利用奠定了理论和技术基础.

#### 参考文献:

[1] Malloch D. *Agaricus brunnescens*: the cultivated mushroom

[J]. *Mycologia*, 1976, 68(4):910.

- [2] Malloch D, Castle A, Hintz W. Further evidence for *Agaricus brunnescens* Peck as the preferred name for the cultivated *Agaricus* [J]. *Mycologia*, 1987, 79(6):839.
- [3] 李娜. 褐蘑菇多糖提取及含量的测定[J]. 光谱实验室, 2009, 26(1):43.
- [4] 刘莹. 褐蘑菇子实体活性多肽提取工艺[J]. 食用菌, 2009(4):10.
- [5] 黄静, 沈芳, 闫晗, 等. 褐蘑菇总三萜化合物提取工艺的研究[J]. 黑龙江农业科学, 2010(10):135.
- [6] 刘莹, 李芳亮, 刘政, 等. 褐蘑菇碱提物降血糖作用研究[J]. 生物技术, 2009, 19(6):82.
- [7] 刘莹. 褐蘑菇碱提物降血脂作用研究[J]. 食品工业科技, 2010(7):336.
- [8] 章银良. 食品与生物实验设计与数据分析[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2010.
- [9] 杨永彬. 棕色蘑菇菌株(ZM-j2)生物学特性研究[J]. 食用菌, 2011(6):19.
- [10] 陈仁财, 杨淑云, 兰家细. 棕色蘑菇一号菌丝生物学特性研究[J]. 福建农林科技, 2009(5):41.
- [11] 李春艳, 贾志成, 赵慧斌. 褐蘑菇菌丝体主要生长因子研究[J]. 食用菌, 2008(2):13.

(上接第6页)

- [35] 刘烜, 郑文杰, 赵卫东, 等. 转基因大豆 DNA 检测芯片的研究[J]. 中国食品卫生杂志, 2005, 17(2):132.
- [36] 许嘉. 利用生物芯片技术检测转基因农作物[D]. 上海: 复旦大学, 2007.
- [37] 范树国, 邱璐. 生物芯片在食品安全检测中的应用[J]. 中国生物工程杂志, 2008, 28(1):101.
- [38] 路兴波, 武海斌, 王敏, 等. 转基因玉米转化体特异性寡核苷酸芯片检测方法的研制[J]. 作物学报, 2009, 35(8):1432.
- [39] 刘国信. 我国研制成功监测肉类药残智能系统[J]. 肉

类工业, 2005(9):38.

- [40] Zuo P, Ye B C. Small molecule microarrays for drug residue detection in foodstuffs[J]. *Journal of Agricultural and Food chemistry*, 2006, 54(19):6978.
- [41] Ilaria L, Caterina T, Isabella S, et al. An antibody-based microarray assay for the simultaneous detection of aflatoxin B<sub>1</sub> and fumonisin B<sub>1</sub> [J]. *Mycotoxin Research*, 2009, 25(4):193.
- [42] 黄吉光, 诸世楠, 彭杰, 等. 基于生物芯片技术的食品安全管理[J]. 经济与管理, 2012(5):77.

# 超声波辅助萃取黑米中的花色苷及其抗氧化性的研究

章银良<sup>1</sup>, 周文权<sup>1</sup>, 郑坚强<sup>1</sup>, 吴琳琳<sup>1</sup>, 闫明<sup>2</sup>

(1. 郑州轻工业学院 食品科学与工程学院, 河南 郑州 450001;

2. 郑州轻工业学院 艺术设计学院, 河南 郑州 450002)

**摘要:**采用无水乙醇为提取溶剂,研究超声波辅助萃取黑米中的花色苷工艺及其抗氧化性.结果表明,最优提取工艺为:温度 50 ℃,乙醇体积分数 35%,料液比 1:4,提取时间 30 min.与无超声波辅助提取相比较,超声波辅助提取黑米花色苷的超声功率为 90 W,超声提取时间为 4 min 时,花色苷抗氧化能力最大,证明了超声波辅助提取黑米花色苷是一种有效方法.

**关键词:**黑米;花色苷;超声波辅助萃取;均匀设计;抗氧化性

**中图分类号:**TS209 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.004

## Study on ultrasonic assisted extraction of black rice anthocyanins and its antioxidation

ZHANG Yin-liang<sup>1</sup>, ZHOU Wen-quan<sup>1</sup>, ZHENG Jian-qiang<sup>1</sup>, WU Lin-lin<sup>1</sup>, YAN Ming<sup>2</sup>

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

2. School of Art and Design, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

**Abstract:** Using anhydrous ethanol as extracting solvent, the technique of ultrasonic assisted extraction of black rice anthocyanins and its antioxidation were investigated. The results showed that the optimum extraction condition were temperature 50 ℃, ethanol volume fraction 35%, feed liquid ratio of 1:4, extracting time for 30 min. And comparison with no ultrasonic assisted extraction, ultrasonic assisted extraction black rice anthocyanins when ultrasonic power is 90 W, ultrasonic extraction time is 4 min, its antioxidation is the largest, so the ultrasonic assisted extraction black rice anthocyanins is a kind of effective method.

**Key words:** black rice; anthocyanins; ultrasonic assisted extraction; uniform design; antioxidation

## 0 引言

黑米作为重要的优异稻种资源,营养丰富,又具有一定的保健作用,被认为是滋补佳品.黑米所

表现出来生理保健作用主要不是来自黑米中的膳食纤维、维生素和矿物质等营养素,而是与黑米皮中富含的花色苷有关.已有研究表明,黑米具有较强的清除自由基和抗氧化作用,是开发天然抗氧化

收稿日期:2012-11-20

基金项目:河南省科技攻关项目(122102110055)

作者简介:章银良(1963—),男,浙江省上虞市人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为食品品质控制与质量安全.

剂的重要来源.从黑米中提取出的花色苷类物质除了具有抗氧化、降血脂以及抑制肿瘤生成等生理功能外,还作为一种较为安全的天然色素,在食品工业显示出了广阔的应用前景.

目前,国内外应用最多的花色苷的提取方法为溶剂提取法.对于提取的溶剂,多用盐酸甲醇溶液或者是甲酸甲醇提取<sup>[1]</sup>.此外,还有研究者尝试利用微生物破壁法、酶法、碱溶酸沉法以及超临界萃取等方法来提取花色苷.超声波萃取技术的萃取速度和萃取产物的质量使得该技术成为天然产物和生物活性成分提取的有力工具.M. Corrales 等<sup>[2]</sup>对从葡萄中提取花青素进行了研究,比较了超声波、静水压法和脉冲电场法提取对从葡萄中提取花青素的能力.M. Virot 等<sup>[3]</sup>利用超声法提取苹果渣中的多酚物质.V. Sivakumar 等<sup>[4]</sup>利用超声技术从甜菜中提取色素,在温度 45 ℃,超声功率 80 W 下,用 1:1 的乙醇-水提取,使提取率提高 8%.但是目前较少见采用超声波辅助萃取黑米花色苷及抗氧化性的报道.鉴于此,本文以乙醇为溶剂,应用均匀试验和超声波辅助提取黑米花色苷并对其抗氧化性进行研究,为黑米的深层次开发利用提供参考.

## 1 实验

### 1.1 材料与仪器

材料:黑米(市售),河南原阳产;无水乙醇(分析纯),天津基准化学试剂有限公司产;铁氰化钾(分析纯),天津市风船化学试剂科技有限公司产;磷酸氢二钠,磷酸二氢钠(分析纯),武汉化学试剂厂产;三氯乙酸(分析纯),天津恒兴化学试剂有限公司产;DPPH(1,1-二苯基-2-苦肟基自由基),分析纯,上海生工生物工程技术有限公司产.

仪器:分光光度计 SP-2000 UV,上海光谱仪器有限公司产;循环式真空泵 SHZ-D(Ⅲ),巩义市予华仪器有限责任公司产;数控超声波清洗器 UP100HE,南京垒君达超声电子设备有限公司产;800 型离心沉淀器,上海手术器械厂产;旋涡混合器 XH-C,金坛市医疗仪器厂产;电热恒温水浴锅,北京科伟永兴仪器有限公司产;电子天平 AL204 型,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司产.

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 提取工艺流程 黑米花色苷提取工艺流程

如图 1 所示.

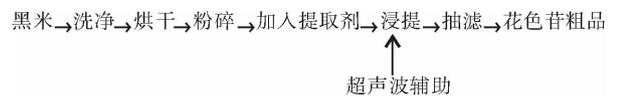


图 1 黑米花色苷提取工艺流程图

**1.2.2 单因素实验** 准确称取 3.00 g 黑米粉于锥形瓶中,然后加入 30 mL 不同体积分数的乙醇(35%,45%,55%,65%,75%,85%)作为提取溶剂,料液比 1:10(黑米粉:乙醇,g:mL).混合物经充分混合均匀后置于 40 ℃ 恒温水浴锅中提取 1 h,提取结束后,样品经适当稀释后于 543 nm 下测定其吸光度值.对照组以提取溶剂作空白对照,相同条件下测定其吸光度值.

同理,固定其他影响因素,改变温度(20 ℃,30 ℃,40 ℃,50 ℃,60 ℃),料液比(1:4,1:6,1:8,1:10,1:12)和提取时间(0.5 h,1.0 h,1.5 h,2.0 h,2.5 h,3.0 h),提取结束后,样品经适当稀释后于 543 nm 下测定其吸光度值.对照组以提取溶剂作空白对照,相同条件下测定其吸光度值.

**1.2.3 均匀设计** 在以上单因素实验的基础上,针对黑米花色苷提取效果影响较大的因素,即提取温度、乙醇体积分数、提取时间、料液比进行 4 因素 6 水平  $U_6(6^4)$  均匀设计(见表 1)<sup>[5]</sup>.

表 1 黑米花色苷提取均匀设计表

试验号	温度/℃	乙醇体积分数/%	提取时间/h	料液比/g:mL
1	20	45	1.5	1:14
2	30	65	3.0	1:12
3	40	85	1.0	1:10
4	50	35	2.5	1:8
5	60	55	0.5	1:6
6	70	75	2.0	1:4

**1.2.4 超声波辅助提取实验** 溶剂提取的最优条件:温度 50 ℃,乙醇体积分数 35%,提取时间 0.5 h,料液比为 1:4 的基础上加以超声波辅助,研究超声波功率(60 W,70 W,80 W,90 W,100 W)和时间(2 min,4 min,6 min,8 min,10 min)对提取黑米花色苷的影响.

**1.2.5 超声波提取时间对黑米花色苷抗氧化能力的影响** 抗氧化能力测定<sup>[6]</sup>:吸取在最优条件温度 50 ℃,乙醇体积分数 35%,提取时间 0.5 h,料液比为 1:4 条件下的黑米花色苷提取液 0.5 mL,稀释至

5 倍,取 1 mL 稀释样品加入 DPPH 溶液 4 mL,混合均匀,避光放置 30 min 后,在 517 nm 波长下测定吸光度,即  $A_s$ ;取 1 mL 去离子水加入 DPPH 溶液 4 mL,混合均匀,避光放置 30 min 后,在 517 nm 波长下测定吸光度,即  $A_c$ ,根据公式计算 DPPH 清除率.

$$\text{DPPH 清除率}\% = \left(1 - \frac{A_s}{A_c}\right) \times 100\%$$

式中, $A_s$  为加样品液及 DPPH 后的吸光度值, $A_c$  为加 DPPH 及溶剂的吸光度值.

还原力测定<sup>[7]</sup>:由于物质的还原能力与抗氧化能力相对应,所以可以通过测定物质的还原能力来研究其抗氧化性能.

取稀释 20 倍的黑米花色苷提取液 1 mL,加入  $0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ,pH=6.6 的磷酸盐缓冲溶液 2.5 mL,1% 的  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_2$  溶液 2.5 mL,混合均匀,在 50 °C 水浴中加热 20 min,加入 10% 的三氯乙酸 2.5 mL,用离心机离心 10 min,取上层清液 2.5 mL,再加入 2.5 mL 蒸馏水和的  $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的三氯化铁溶液 0.5 mL,混合均匀后,静置 10 min,在 700 nm 波长下测定其吸光度值.

## 2 结果与分析

### 2.1 黑米花色苷提取的单因素实验

**2.1.1 温度对黑米花色苷提取的影响** 温度对黑米花色苷提取效果的影响见图 2. 由图 2 可以看出,随着温度的升高,黑米提取物的吸光度先逐渐增加,但是达到 50 °C 之后吸光度又有所下降,考虑到 50 °C 时温度对溶剂挥发的影响也相对较小,因此提取温度在 50 °C 是比较合适的.

### 2.1.2 乙醇体积分数对黑米花色苷提取的影响

乙醇体积分数对黑米花色苷提取效果的影响见图 3. 由图 3 可以看出,黑米提取物的吸光度随乙醇体积分数的增大而先增大后降低. 当乙醇体积分数为 55% 时,提取物的吸光度值达到最大,即此时的提取效果最好. 此后当乙醇体积分数继续增大时,提取物的吸光度值则逐渐降低,说明花色苷提取效果逐渐下降. 这主要是因为高体积分数的乙醇使黑米中醇溶性杂质的溶出增多,反而使有效成分的溶出减少.

**2.1.3 提取时间对黑米花色苷提取的影响** 提取时间对黑米花色苷提取效果的影响见图 4. 由图 4 可以看出,当提取时间在 30 min 时,黑米提取物的吸光度是最高的,随着时间的延长,黑米提取物的吸

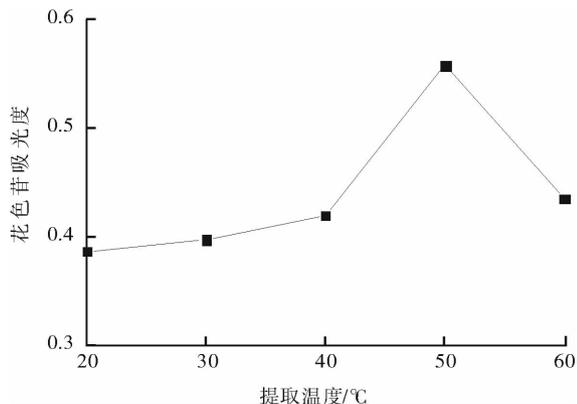


图 2 温度对黑米花色苷提取的影响

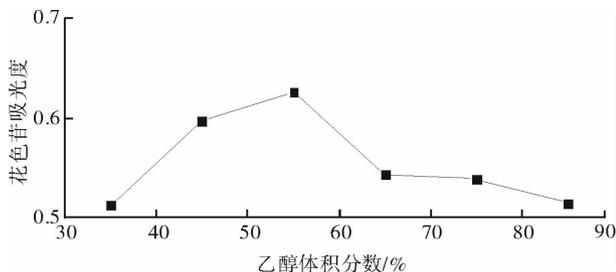


图 3 乙醇体积分数对黑米花色苷提取的影响

光度逐渐下降. 由此可知,提取黑米花色苷最适宜的提取时间是 30 min.

**2.1.4 料液比对黑米花色苷提取的影响** 料液比对黑米花色苷提取效果的影响见图 5. 由图 5 可以看出,随着料液比的逐渐增大,黑米提取物的吸光度也逐渐增大,但在料液比为 1:10 时吸光度达到最大,过了 1:10 之后,随着料液比的增大吸光度有所下降. 综合各方面考虑,认为提取黑米花色苷时,最合适的料液比是 1:10.

### 2.2 黑米花色苷提取的均匀设计

由于上述 4 个单因素实验没有考虑它们之间的相互影响,因此采用均匀设计方法考察提取温度 ( $X_1$ )、乙醇体积分数 ( $X_2$ )、提取时间 ( $X_3$ )、料液比 ( $X_4$ ) 的最优组合条件,吸光值为  $Y$ ,结果见表 2.

采用 Mathematics 4.0 软件分析可以得到如下

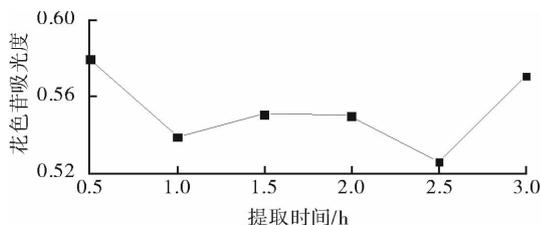


图 4 提取时间对黑米花色苷提取的影响

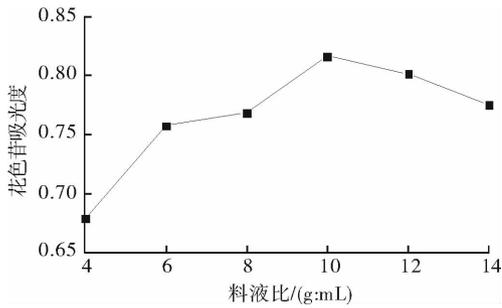


图5 料液比对黑米花色苷提取的影响

表2 均匀设计结果

试验号	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_4$	Y
1	20(1)	45(2)	1.5(3)	1:14(6)	0.337
2	30(2)	65(4)	3.0(6)	1:12(5)	0.347
3	40(3)	85(6)	1.0(2)	1:10(4)	0.357
4	50(4)	35(1)	2.5(5)	1:8(3)	0.639
5	60(5)	55(3)	0.5(1)	1:6(2)	0.701
6	70(6)	75(5)	2.0(4)	1:4(1)	0.884

结果:全部4个因素中,乙醇体积分数、液料比和温度都显著影响花色苷的提取效果,影响的顺序是:乙醇体积分数( $X_2$ ) > 料液比( $X_4$ ) > 温度( $X_1$ ),而提取时间( $X_3$ )不显著影响提取效率。

回归方程为  $Y = 0.0045X_1 - 0.0034X_2 + 0.0051X_3 + 2.3641X_4 + 0.2249$ 。要使得吸光度值大,乙醇体积分数取值偏低有利于吸光度值增加,温度提高、料液比增加、提取时间延长都有利于吸光度值增加,所以理论上取得最佳条件是:温度70℃,乙醇体积分数35%,提取时间3h,料液比为1:4。但是在考虑到高温对溶剂的挥发有较大的影响,所以取温度为50℃;同时考虑到提取时间越长,溶剂挥发越多,提取的杂质也越多,在回归方程中提取时间的变化对吸光度的影响不显著,且考察最佳提取效率,因此取0.5h。综上所述最佳条件是:温度50℃,乙醇体积分数35%,提取时间0.5h,料液比为1:4。此时的吸光度理论计算值是0.924,实际测量值是0.932,说明优化的最佳组合远远超过各个实验值,优化结果可靠。

### 2.3 超声波辅助提取黑米花色苷和抗氧化性实验

**2.3.1 超声时间对提取黑米花色苷的影响** 超声时间对提取黑米花色苷的影响见图6。由图6可以看出,在固定功率80W的条件下随着超声时间的延长黑米提取物的吸光度呈现先增加后减少的趋势,并且在4min时吸光度最大,即黑米花色苷的提

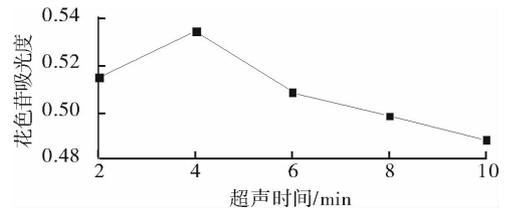


图6 超声时间对提取黑米花色苷的影响

取量达到最大。

**2.3.2 超声功率对提取黑米花色苷的影响** 超声波功率对提取黑米花色苷的影响见图7。由图7可以看出,在固定时间4min的条件下,随着超声波功率的增加黑米提取物的吸光度随着增加,即黑米花色苷的提取量也随着增加,并在90W时达到最大值。

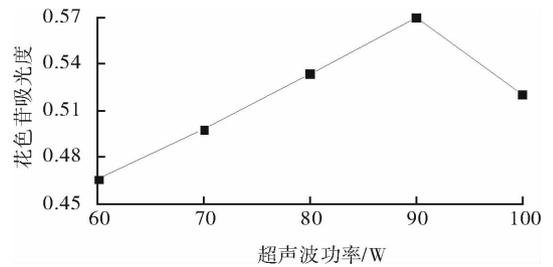


图7 超声波功率对提取黑米花色苷的影响

**2.3.3 最优溶剂提取条件下,超声波提取时间对花色苷抗氧化性能的影响** 在最优溶剂提取条件:温度50℃,乙醇体积分数35%,提取时间0.5h,料液比为1:4,结合超声功率90W,不同时间条件下提取黑米花色苷,与没有辅助超声波的条件下进行比较,其抗氧化性(DPPH 自由基清除率)和还原能力见表3。

表3 超声波辅助提取时间与DPPH和还原能力的关系

辅助提取时间/min	DPPH 自由基清除率/%	还原能力
对照	50.5	0.798
1	49.4	0.871
2	55	0.822
3	55.3	0.853
4	56.1	0.864
5	55.7	0.759

从表3可以看出,在超声提取时间增大的阶段,随着提取时间的增大,黑米花色苷提取液对DPPH自由基的清除率明显增大,但是超声时间到达4min后,清除率增大效果不明显。还原能力也在4min达到最大。

(下转第29页)

# 草鱼肉冷藏条件下肌肉蛋白的变化

刘大松<sup>1</sup>, 姜启兴<sup>2</sup>, 梁丽<sup>1</sup>, 夏文水<sup>1,2</sup>, 周鹏<sup>1,2</sup>

(1. 江南大学 食品科学与技术国家重点实验室, 江苏 无锡 214122;

2. 江南大学 食品学院, 江苏 无锡 214122)

**摘要:**采用十二烷基磺酸钠-聚丙烯酰胺凝胶电泳(SDS-PAGE)和差示扫描量热法(DSC),研究了草鱼肉在4℃冷藏过程中肌肉蛋白的变化.结果表明:汁液流失随贮藏时间的延长而逐渐增加;SDS-PAGE表明草鱼肌肉主要蛋白没有发生显著性的降解,但盐溶性蛋白的提取率呈先增加、然后保持稳定、最后减少的趋势,而不溶性蛋白提取率的变化趋势正好与盐溶性蛋白相反;DSC表明随着贮藏时间的延长,草鱼肌肉中肌球蛋白的变性峰变得越来越尖锐,肌浆蛋白的变性峰逐渐消失,而肌动蛋白的变性峰无显著性的变化.

**关键词:**草鱼;肌肉蛋白;冷藏;聚丙烯酰胺凝胶电泳;差示扫描量热法

**中图分类号:**TS201.2 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.005

## Changes in grass carp muscle proteins during chilled storage

LIU Da-song<sup>1</sup>, JIANG Qi-xing<sup>2</sup>, LIANG Li<sup>1</sup>, XIA Wen-shui<sup>1,2</sup>, ZHOU Peng<sup>1,2</sup>

(1. State Key Laboratory of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China;

2. School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

**Abstract:**The changes in grass carp muscle proteins during storage at 4℃ were investigated by SDS-PAGE and DSC. The results showed that the drip loss increased gradually during storage. As shown by SDS-PAGE, no significant degradation of muscle proteins were observed, however, the extractability of salt soluble proteins initially increased, then remained stable, and finally decreased, the tendency of which was contrary to that of insoluble proteins. As demonstrated by DSC, the myosin peak became more and more sharp during storage and the sarcoplasmic protein peak disappeared gradually, while the actin peak remained almost unchanged.

**Key words:**grass carp; muscle protein; chilled storage; PAGE; DSC

## 0 引言

水产品的结缔组织含量少、肉质细嫩、营养成分和水分含量高、体表黏液多、内源酶活性较强,因

而相比陆生动物而言,水产品致死,在物理、化学和微生物等方面更容易发生劣变,最终导致产品的腐败变质.近年来,随着生活水平的提高,消费者对水产品鲜度和安全性等的要求也越来越高.因此,

收稿日期:2012-07-01

基金项目:国家自然科学基金项目(30901123);现代农业产业技术体系建设专项资金(CARS-46-22)

作者简介:刘大松(1986—),男,四川省眉山市人,江南大学硕士研究生,主要研究方向为食品加工与组分变化.

通信作者:周鹏(1975—),男,山东省青岛市人,江南大学教授,主要研究方向为食品加工与组分变化.

水产品捕获或致死之后,必须立即采用有效的保鲜方法.鲜度是评价鱼类和鱼类产品的一个重要质量指标,由其外观形态、理化特性、安全性等共同决定.其保鲜机理是利用物理或化学的方法,来延缓或抑制微生物的繁殖和内源酶的作用,保持水产品的鲜度,推迟腐败变质的过程<sup>[1-3]</sup>.

我国草鱼主要以鲜活销售为主,但随着养殖业和销售冷链的迅速发展以及国民消费习惯的改变,将生鲜水产品加工成鱼片、鱼段、鱼排等方便小包装产品的销售方式也日益增长.目前,草鱼肉冷藏条件下的研究主要集中在感官和微生物指标上,而较少集中在生化指标上,尤其是蛋白质的降解及其空间结构的变化.

本文以淡水经济鱼类草鱼为对象,研究在4℃冷藏条件下鱼体肌肉的汁液流失,总蛋白、水溶性蛋白、盐溶性蛋白、不溶性蛋白和蛋白结构的变化,旨在为鱼类加工保鲜提供参考.

## 1 实验

### 1.1 材料与设备

材料:草鱼(3.50±0.25) kg,购自无锡市滨湖区雪浪镇农贸市场;聚丙烯酰胺凝胶电泳 SDS-PAGE 所用标准蛋白为美国 Bio-rad 公司产品,其他试剂均为国药集团分析纯品.

仪器:Q2000 差示扫描量热仪(DSC),美国 TA 公司产;Mini-PROTEAN Tetra Cell 小型垂直电泳系统,美国 Bio-Rad 公司产;T18 Basic ULTRA-TUR-RAX 高速分散机,德国 IKA 公司产;Heraeus Multifuge X1R 台式高速冷冻离心机 and Sorvall Legend Micro 17 微量离心机,德国 Thermo Electron 公司产;SF-400 台式快速塑料封口机,福州市兴业机械设备有限公司产.

### 1.2 实验方法

**1.2.1 草鱼的处理与冷藏** 用木棍敲击草鱼头部使其猝死,去内脏、头、皮,预冷水冲洗干净,取草鱼侧线上方、背鳍附近的白肉切成鱼块(4 cm×3 cm×2 cm),并随机取4块置于封口袋(20 cm×15 cm)中,封口机密封.所有操作都在温控为4℃的冷室中完成.密封包装好的鱼肉置于4℃冰箱中,贮藏时间为11 d.

**1.2.2 草鱼肌肉汁液流失的测定** 取出贮藏的包

装鱼肉,称量包装袋、鱼肉和渗出汁液的总质量  $W_1$ ,剪开包装袋,倒出汁液,用厨房用纸吸干包装袋与鱼肉上沾的水分,称量包装袋和鱼肉的总质量  $W_2$ ,以及包装袋的质量  $W_3$ <sup>[4]</sup>.汁液流失率按以下公式计算:

$$\text{汁液流失率} = (W_1 - W_2) / (W_1 - W_3) \times 100\%$$

**1.2.3 草鱼肌肉总蛋白的提取** 准确称量 1.25 g 鱼肉,加入 25 mL 5% 十二烷基磺酸钠(SDS),均质 1 min,85℃水浴加热 1 h,自来水冷却,即为总蛋白<sup>[5]</sup>.

**1.2.4 草鱼肌肉水溶性蛋白、盐溶性蛋白和不溶性蛋白的提取** 准确称量 1.50 g 鱼肉,加入 30 mL 预冷的 50 mmol·L<sup>-1</sup> 磷酸缓冲液(pH=7.5),均质 1 min.10 000 g 离心 15 min,温控为 4℃,收集上清液.所得沉淀重复以上操作步骤,将 2 次所得的上清液混合,即为水溶性蛋白<sup>[6]</sup>.

收集水溶性蛋白提取后所剩余的沉淀,加入 30 mL 预冷的含 0.6 mol/L NaCl 的 50 mmol/L 磷酸缓冲液(pH=7.5),均质 1 min.10 000 g 离心 15 min,温控为 4℃,收集上清液.所得沉淀重复以上操作步骤,将 2 次所得的上清液混合,即为盐溶性蛋白<sup>[7]</sup>.

收集盐溶性蛋白提取后所剩余的沉淀,加入 10 mL 5% SDS,85℃水浴加热 1 h,自来水冷却,即为不溶性蛋白.

**1.2.5 SDS-PAGE** 取总蛋白、水溶性蛋白、盐溶性蛋白和不溶性蛋白的提取液各 100 μL,分别加入 100 μL SDS 样品缓冲液(0.5 M Tris-HCl,pH=6.8,4% SDS,20% 甘油,5% β-巯基乙醇,0.01% 溴酚蓝),沸水浴 3 min,冰浴冷却,10 000 g 离心 3 min,收集上清液.总蛋白、水溶性蛋白、盐溶性蛋白和不溶性蛋白上样量分别为 6 μL,30 μL,12 μL 和 15 μL.凝胶电泳胶板浓缩胶浓度为 4%,分离胶浓度为 10%.采用恒电流的模式,浓缩胶电流为 10 mA/胶板,分离胶电流为 20 mA/胶板.电泳结束后,用含 0.1% 考马斯亮蓝 R 250,50% 甲醇和 6.8% 乙酸的染液染色 6 h.然后用含 7.5% 乙酸和 5% 甲醇的脱色液脱色 3 次,每次 3 h.

**1.2.6 DSC** 采用 DSC 的扫描曲线,间接反映草鱼肌肉蛋白结构的变化<sup>[8-9]</sup>.取铝坩埚,准确称取 7.0~9.0 mg 鱼肉,压盖密封.扫描程序为:初温

10 ℃恒温 1 min,以 10 ℃/min 快速升温至 95 ℃. 同一个样品连续扫描 2 次,第 1 次扫描结束后,等仪器恢复平稳,采用相同的程序扫描第 2 次,利用 DSC 附带的软件将第 1 次扫描的曲线减去第 2 次扫描的曲线,得到一条新的曲线,即为草鱼肌肉的 DSC 扫描曲线.

## 2 结果与讨论

### 2.1 草鱼肌肉汁液流失

生鲜水产品加工和贮藏过程中的汁液流失,与种类、捕获季节、致死方法、肌体营养状态等有关,会严重影响产品的外观、质构、颜色、风味和口感等,从而严重影响消费者对产品的接受度. 汁液流失还会带走部分蛋白质和其他水溶性的营养物质,在使产品营养价值降低的同时,也使产品的质量降低,从而最终影响产品的商业价值. 此外,汁液中富含水溶性的营养物质,有利于微生物的生长繁殖,并产生不良的气味. 流失汁液对应于鱼体肌肉中结合最弱的水,在不加任何外力的条件下就可以收集到. 草鱼肌肉汁液流失率随贮藏时间的延长而增大,贮藏时间为 5 d 和 11 d 时,汁液流失分别为  $(1.3 \pm 0.1)$  g/100 g 鱼肉和  $(5.2 \pm 0.1)$  g/100 g 鱼肉.

### 2.2 草鱼肌肉总蛋白的变化

4 ℃下,冷藏过程中草鱼肌肉总蛋白、水溶性蛋白、盐溶性蛋白和不溶性蛋白变化见图 1—图 4. 图中 MHC 对应于肌球蛋白的重链,Actin 对应于肌动蛋白. 从图 1 可以看出,草鱼肌肉中蛋白种类较多,以肌球蛋白和肌动蛋白为主<sup>[10-11]</sup>. 在贮藏过程中,蛋白条带的分布模式基本相似,没有明显的新蛋白条带产生,也没有明显的蛋白条带消失. 这说明,在冷藏过程中,草鱼肉总蛋白没有发生电泳可检出的显著降解.

一方面,草鱼肌肉中蛋白组分较为复杂,而且是以肌球蛋白和肌动蛋白为主;另一方面,总蛋白采用了 5% SDS 加热提取的方式,这会破坏蛋白分子之间潜在的相互作用力,比如疏水相互作用和氢键相互作用等. 上述 2 个因素都会掩盖草鱼肉冷藏过程中肌肉蛋白分子发生的潜在变化. 因此,在接下来的实验中,对总蛋白做分级提取和相应的电泳分析,以进一步揭示草鱼肉在冷藏过程中肌肉蛋白

发生的潜在变化及其变化机理.

### 2.3 草鱼肌肉水溶性蛋白、盐溶性蛋白和不溶性蛋白的变化

肌肉中的水溶性蛋白又称作肌浆蛋白,主要包括肌清蛋白、肌红蛋白、蛋白酶、糖水解酶、肌酸激酶等<sup>[10-11]</sup>. 从图 2 可以看出,在贮藏过程中,蛋白条带的分布模式基本相似,没有明显的新蛋白条带产生,也没有明显的蛋白条带消失. 这说明,在冷藏过程中,草鱼肉水溶性蛋白没有发生电泳可检出的显著降解.

肌肉中的盐溶性蛋白又称作肌原纤维蛋白,主要包括肌球蛋白、肌动蛋白、肌原蛋白和肌原球蛋白等<sup>[10-11]</sup>. 从图 3 可以看出,在冷藏过程中,蛋白条带的分布模式基本相似,没有明显的新蛋白条带产生,也没有明显的蛋白条带消失. 这说明,在冷藏过

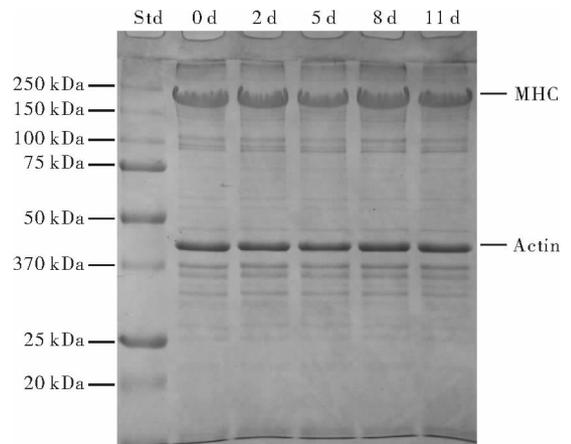


图 1 4 ℃冷藏过程中草鱼肌肉总蛋白的变化

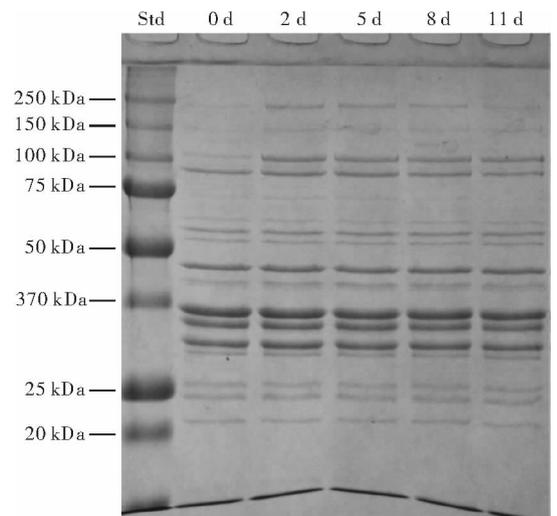


图 2 4 ℃冷藏过程中草鱼肌肉水溶性蛋白的变化

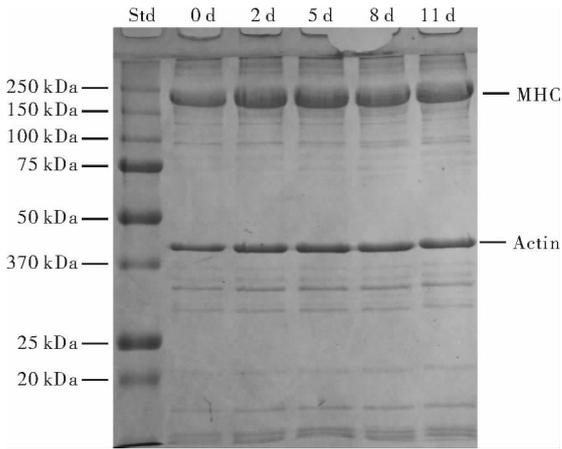


图3 4℃冷藏过程中草鱼肌肉盐溶性蛋白的变化

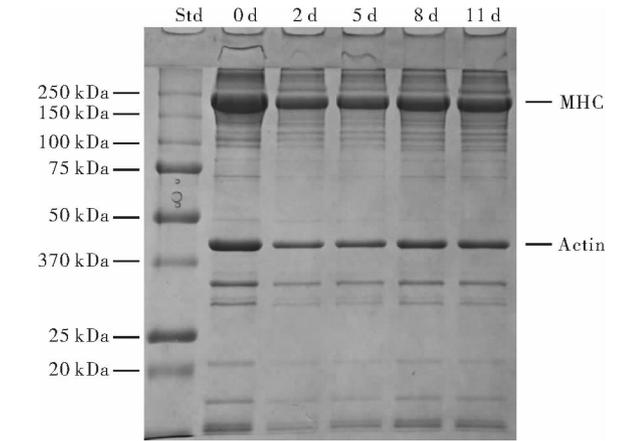


图4 4℃冷藏过程中草鱼肌肉不溶性蛋白的变化

程中,草鱼肉盐溶性蛋白没有发生电泳可检出的显著降解。

从图3还可以看出,单个泳道蛋白条带的整体染色强度随冷藏时间的延长,呈先上升、然后保持稳定、最后下降的趋势。在盐溶性蛋白的提取过程中和上样电泳液的准备过程中,严格控制了样液比。因此,单个泳道蛋白条带整体染色强度的变化,反应了盐溶性蛋白提取率的变化,即盐溶性蛋白的提取率也呈先上升、然后保持稳定、最后下降的趋势。文献报道,大西洋鲑鱼在0℃和4℃冷藏过程中,盐溶性蛋白的提取率也都呈先上升、然后保持稳定、最后下降的趋势。大西洋鲑鱼致死之后,在冷藏初期,鱼体处于僵直前期,此时盐溶性蛋白的提取率较低;在冷藏后期,鱼体逐渐解僵,盐溶性蛋白的提取率逐渐增加<sup>[12]</sup>。

比较图3和图4可以发现,草鱼肉不溶性蛋白与盐溶性蛋白的组成相似,以肌球蛋白和肌动蛋白等肌原纤维蛋白为主。在冷藏过程中,不溶性蛋白条带的分布模式基本相似,没有明显的新蛋白条带产生,也没有明显的蛋白条带消失。这说明,在冷藏过程中,草鱼肉不溶性蛋白没有发生电泳可检出的显著降解。

比较图3和图4还可以发现,草鱼肉在冷藏过程中,不溶性蛋白单个泳道蛋白条带整体染色强度的变化趋势,正好与盐溶性蛋白相反,呈先下降、然后保持稳定、最后上升的趋势。这说明,在冷藏过程中,部分肌原纤维蛋白在盐溶性蛋白和不溶性蛋白之间发生了相互转换,其中不溶性部分在5% SDS加热的条件下能够被提取出来,说明这部分肌原纤

维蛋白之间通过非共价相互作用产生了聚集,比如疏水相互作用或氢键相互作用等。

### 2.4 草鱼肌肉蛋白结构的变化

DSC是在一定的温度范围内,以一定的速度加热试样,并记录升温过程中试样所产生的细微热量变化,从而得到热流对温度的DSC扫描曲线。蛋白质结构的变化,将导致自身热稳定性的变化,从而引起DSC扫描曲线形状的变化。因此,可以根据DSC扫描曲线形状的变化,来间接反应蛋白质结构的变化。4℃冷藏过程中草鱼肌肉的DSC扫描曲线见图5。从图5中可以看出,新鲜草鱼肉(0d)的DSC扫描曲线上出现了3个峰:峰1对应于肌球蛋白,峰2对应于肌浆蛋白,峰3对应于肌动蛋白。在冷藏过程中,肌球蛋白所对应的吸热峰,变得越来越尖锐;肌浆蛋白所对应的吸热峰,逐渐消失;肌动蛋白所对应的吸热峰,无显著性的变化。文献报道,鲢鳊鲤鱼在冰藏9d之后,肌球蛋白的变性温度和变性热焓值显著降低,而肌动蛋白的变性温度和变

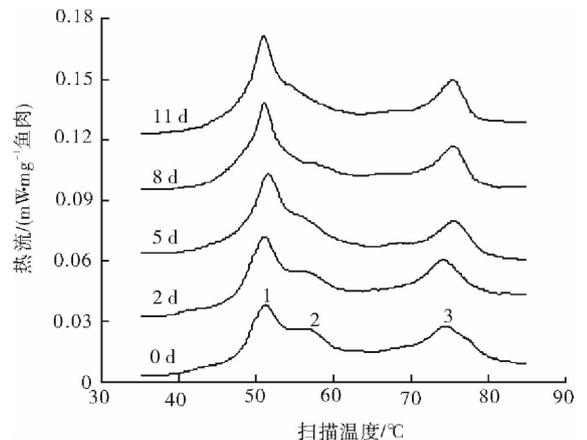


图5 4℃冷藏过程中草鱼肌肉的DSC扫描曲线

性热焓值无显著变化,说明在冷藏过程中,肌动蛋白比肌球蛋白更稳定<sup>[13]</sup>。

### 3 结论

本文以淡水经济鱼类草鱼为对象,研究在4℃冷藏条件下鱼体肌肉的汁液流失和蛋白的变化,结果表明:

1)草鱼肌肉的汁液流失随冷藏时间的延长而逐渐增加。

2)草鱼肌肉总蛋白、水溶性蛋白、盐溶性蛋白与不溶性蛋白的提取液,经SDS-PAGE分析,均未观测到明显的蛋白条带消失或新蛋白条带的形成,说明草鱼肌肉主要蛋白没有发生显著性的降解。

3)草鱼肌肉盐溶性蛋白与不溶性蛋白的组成相似,主要都是肌球蛋白和肌动蛋白等肌原纤维蛋白,其中盐溶性蛋白的提取率呈先增加、然后保持稳定、最后减少的趋势,而不溶性蛋白提取率的变化趋势正好与盐溶性蛋白相反。这说明在冷藏过程中,部分肌原纤维蛋白通过非共价相互作用,在盐溶性蛋白和不溶性蛋白之间发生了相互转换。

4)由DSC观测到,随着冷藏时间的延长,草鱼肌肉中肌球蛋白的变性峰变得越来越尖锐,肌浆蛋白的变性峰逐渐消失,而肌动蛋白的变性峰无显著性的变化。这说明在冷藏过程中,肌动蛋白比肌球蛋白和肌浆蛋白更稳定。

### 参考文献:

- [1] 熊善柏.水产品保鲜贮运与检验[M].北京:化学工业出版社,2007.
- [2] 刘红英,齐凤生,张辉.水产品加工与贮藏[M].北京:化学工业出版社,2008.
- [3] Ólafsdóttir G, Martinsdóttir E, Oehlenschläger, et al. Methods to evaluate fish freshness in research and industry [J]. Trends Food Sci Tech, 1997, 8(8): 258.
- [4] Wilkinson R J, Paton N, Porter M J R. The effects of pre-harvest stress and harvest method on the stress response, rigor onset, muscle pH and drip loss in Barramundi (*Lates calcarifer*) [J]. Aquaculture, 2008, 282(1-4): 26.
- [5] Benjakul S, Seymour T A, Morrissey M T, et al. Physicochemical changes in Pacific whiting muscle proteins during iced storage [J]. J Food Sci, 1997, 62(4): 729.
- [6] 蔡扬鹏,李前景,张其标,等.几种鱼肌肉蛋白的电泳分析[J].集美大学学报,2006,11(3):193.
- [7] Tironi V, Leball A, Lamballerie M D. Effects of pressure-shift freezing and pressure-assisted thawing on sea bass (*Dicentrarchus labrax*) quality [J]. J Food Sci, 2007, 72(7): 381.
- [8] Thorarinsdóttir K A, Arason S, Geirsdóttir M, et al. Changes in myofibrillar proteins during processing of salted Cod (*Gadus morhua*) as determined by electrophoresis and differential scanning calorimetry [J]. Food Chem, 2002, 77(3): 377.
- [9] Saeed S, Howell N K. Rheological and differential scanning calorimetry studies on structural and textural changes in frozen Atlantic mackerel (*Scomber scombrus*) [J]. J Sci Food Agric, 2004, 84(10): 1216.
- [10] 夏文水.食品工艺学[M].北京:中国轻工业出版社,2007.
- [11] Du M, McCormic R J. Applied Muscle Biology and Meat Science [M]. Boca Raton: CRC Press, 2009.
- [12] Wang H, Liceaga-Gesualdo A M, Li-Chan E C Y. Biochemical and physicochemical characteristics of muscle and natural actomyosin isolated from young Atlantic salmon (*Salmo salar*) fillets stored at 0℃ and 4℃ [J]. J Food Sci, 2003, 68(3): 784.
- [13] Yarnpakdee S, Benjakul S, Visessanguan W, et al. Thermal properties and heat-induced aggregation of natural actomyosin extracted from Goatfish (*Mulloidichthys martinicus*) muscle as influenced by iced storage [J]. Food Hydrocolloid, 2009, 23: 1779.

# 6-羟基烟碱与烟碱的安全性比较研究

马林, 寇霄腾, 帖金鑫, 张文龙, 张锐

(郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**通过毒理学试验比较6-羟基烟碱与烟碱的安全性;对SPF级雄性小白鼠(体重30~35g)进行急性毒性试验,分别进行35d连续灌胃每只1.00mg,0.75mg,0.50mg,0.25mg的烟碱和6-羟基烟碱试验(分别相当于每d抽吸20支烟的烟民烟碱接受量的8倍,6倍,4倍,2倍);计算各组心肝脾肺肾的脏器系数,检测血液中丙氨酸氨基转移酶(ALT)、天门冬氨酸氨基转移酶(AST)、甘油三酯(TG)3项生化指标,并对小鼠活体解剖取肝、肺、肾组织作病理学检查.结果表明,6-羟基烟碱相比烟碱的毒性明显降低( $P < 0.05$ ),低剂量的烟碱不会造成小鼠器官的病变.

**关键词:**6-羟基烟碱;烟碱;安全性;毒理学试验

**中图分类号:**TS41;S859.83 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.006

## Study on the safety of 6-hydroxynicotine compared with nicotine

MA Lin, KOU Xiao-teng, TIE Jin-xin, ZHANG Wen-long, ZHANG Rui

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

**Abstract:** The safety of 6-hydroxynicotine and nicotine was compared through toxicology test. The acute toxicity and accumulative test was carried out on SPF mice (each of 30 ~ 35 g). After 35 d intragastrically each of 1.00 mg, 0.75 mg, 0.5 mg, 0.25 mg of nicotine and 6-hydroxynicotine (about receive the amount of a man pumping 20 cigarettes a day 8, 6, 4, 2 times), the organ coefficient of heart, liver, spleen, lung and kidney were calculated and blood indicators of ALT, AST, TG were determined, the pathological examination was also done using liver, lung and kidney tissue. The results showed that 6-hydroxynicotine compared to nicotine significantly reduced in toxicity ( $P < 0.05$ ), low doses of nicotine does not cause organ lesions in mice.

**Key words:** 6-hydroxynicotine; nicotine; safety; toxicology test

## 0 引言

吸烟与健康是人类关注的问题,争论的焦点之一在于烟草中存在烟碱.目前的研究认为,烟碱是一种水溶性、激动N胆碱受体的化学物质<sup>[1]</sup>.人吸入烟碱,极易被肺泡表面的黏液溶解和吸收,进而对人体各组织器官造成影响.过量吸入烟碱会抑制

中枢神经、麻痹心脏,甚至危及生命<sup>[2]</sup>;在吸烟过程中烟碱还会被亚硝化,生成有害的亚硝胺(TS-NA)<sup>[3]</sup>;烟碱也是一种环境有毒物质<sup>[4]</sup>.但是,烟碱对吸烟者的贡献在于增加烟味而感到生理功能(通常称为“劲头”),随着社会的发展和水平的提高,降解烟碱成为国内外研究的热点.控制烟碱将其降解到合适的程度,获得毒性显著降低且仍保持

收稿日期:2012-12-10

基金项目:国家自然科学基金资助项目(20976169)

作者简介:马林(1964—),男,河南省信阳市人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为烟草生物技术和卷烟工艺.

一定生理功能的中间产物替代烟碱是减少吸烟危害的可行途径之一. 由此亟待解决的关键问题是: 烟碱生物降解中间产物的制备方法及其安全性与生理功能评价. 纵观国内外研究进展, 鲜有这方面的报道. 因此, 笔者将利用节杆菌 Z3 降解烟碱, 在节点上制备烟碱降解的中间产物 6-羟基烟碱进而对 6-羟基烟碱与烟碱的安全性进行初步的毒理学比较试验.

## 1 实验

### 1.1 材料与设备

材料: 试验动物为健康 SPF 级雄性小白鼠, 体重 30~35 g, 由河南省动物实验中心提供. 试验室温度为(23+1) °C, 相对湿度为 40%~70%, 自然照明, 自由摄食、饮水.

试剂: 烟碱(含量 > 99%), 郑州烟草研究院提供; 6-羟基烟碱(含量 > 98%), 郑州轻工业学院烟草生物技术实验室合成; 血清甘油三酯(TG)试剂盒、丙氨酸氨基转移酶(ALT)试剂盒、天门冬氨酸氨基转移酶(AST)试剂盒, 均购于中生北控生物试剂有限公司; 乙醇、乙醚、NaCl 等试剂均为分析纯试剂, 天津科密欧试剂有限公司产.

仪器: YD-12P 型全自动生物组织脱水机, YD-6L 型全自动生物组织冷冻包埋机, YD-6D 型全自动生物组织包埋机, YD-B 型智能型生物组织烤片机, YD-A 型智能型生物组织摊片机, 均产于浙江金华益迪医疗设备厂; LEICA RM2235 型生物组织切片机, 德国 LEICA 公司生产; XSP-24N 型光学显微镜, 南京江南光电集团股份有限公司生产; DM-BA300 数码生物显微镜, 厦门麦克奥迪公司生产.

### 1.2 方法

**1.2.1 样品的前处理** 用 1 mL 生理盐水溶解不同剂量的烟碱及 6-羟基烟碱.

#### 1.2.2 烟碱及 6-羟基烟碱的急性毒性试验<sup>[5]</sup>

1) 预试验: 根据人与小鼠对药物耐受量的比例换算确定给药剂量<sup>[6]</sup>. 剂量按成倍递减方式, 用烟碱及其降解产物的水溶液给小鼠一次灌胃. 烟碱剂量为每只鼠 5.00 mg, 2.50 mg, 2.00 mg, 1.00 mg; 6-羟基烟碱按烟碱同样剂量给小鼠灌胃, 观察小鼠的急性毒性反应和死亡情况.

2) 剂量探测试验: 配制烟碱及 6-羟基烟碱溶液, 按每只鼠 2.00 mg, 1.00 mg, 0.50 mg, 0.25 mg 烟碱 4 个剂量组, 分别给小鼠一次灌胃, 每组 4 只小

鼠. 烟碱降解产物按烟碱同样剂量给同样数量的小鼠灌胃, 观察 14 d, 记录动物饮食、生存、活动情况. 如有动物死亡, 立即进行解剖检查心、肺、肝、肾等重要脏器有无病变.

3) 限量试验: 按常规动物灌胃前先禁食 4 h, 给每只试验小鼠一次灌胃烟碱 0.75 mg, 观察 14 d, 记录动物饮食、生存、活动情况. 如有动物死亡, 立即进行解剖检查心、肺、肝、肾等重要脏器有无病变.

**1.2.3 烟碱及 6-羟基烟碱的慢性毒性试验** 将 72 只小鼠分为 9 组, 分别为空白对照组、4 个烟碱试验组和 4 个 6-羟基烟碱试验组, 每组 8 只并编号, 做好记录. 烟碱组按照 1.00 mg, 0.75 mg, 0.50 mg, 0.25 mg 烟碱 4 个剂量组, 编号为 1, 2, 3, 4, 分别每天给小鼠定时灌胃. 6-羟基烟碱组按烟碱同样剂量给同样数量的另外 4 组小鼠灌胃. 最后一组为空白对照组灌相同剂量的生理盐水. 为期 35 d, 72 只小鼠给予相同饲养条件. 试验期间观察并记录小鼠每天灌胃前后性情、竖尾程度、活动频率和行动速度等各方面的改变, 每 7 d 测一次体重. 给药期满 35 d, 禁食 12 h 后, 解剖试验小鼠. 每次解剖前眼球取血, 分离血清, 酶法测定血清甘油三酯(TG)、丙氨酸氨基转移酶(ALT)、天门冬氨酸氨基转移酶(AST)3 项生化指标. 同时对脏器称重, 结果以脏器系数(%) = 器官质量(g)/体重(g) × 100% 表示, 并将各个脏器组织用 10% 甲醛溶液浸泡固定, 常规洗净、脱水、石蜡包埋, 10 μm 切片, 苏木精-伊红染色, 显微镜下观察.

**1.2.4 统计学方法** 用 SPSS 13.0 软件进行统计学处理, 以均数 ± 标准差( $\bar{x} \pm s$ ) 表示, 组间差异比较用 LSD 方法,  $P < 0.05$  为差异有统计学意义.

## 2 结果与分析

### 2.1 烟碱及其降解产物的小鼠急性毒性试验

**2.1.1 预试验** 当烟碱灌胃剂量分别为 5.00 mg, 2.50 mg, 2.00 mg 和 1.00 mg 时, 立即可以观察到小鼠出现竖尾、心率加快、呼吸困难、全身剧烈抽搐、惊厥并死亡, 并且死亡时间随剂量的增大而缩短; 1.00 mg 灌胃后轻度抽搐, 5 min 后恢复正常, 无急性毒性反应. 烟碱降解产物 6-羟基烟碱按烟碱同样剂量给小鼠灌胃, 小鼠均表现正常, 未见急性毒性反应和急性死亡, 结果见表 1.

**2.1.2 剂量探测试验** 烟碱灌胃小鼠 2.00 mg, 1.00 mg 剂量组于给药当天各死亡 2 只; 0.50 mg 剂量组于给药第 2 d 死亡 1 只; 其余试验小鼠均存活

表1 烟碱和6-羟基烟碱对小鼠急性中毒的表现

系统	急性中毒表现		可能的靶器官	
	烟碱 5.00 mg	6-羟基烟碱 5.00 mg	烟碱	6-羟基烟碱
呼吸系统	呼吸困难(张口快速深呼吸,鼻翼煽动)	*	肋肌麻痹,呼吸中枢受阻,胆碱能神经受累,心肺循环障碍	—
骨骼肌系统	竖尾迅速兴奋,全身剧烈抽搐,角弓反张等惊厥表现,之后死亡	*	神经肌肉、中枢神经系统受累	—
心血管系统	耳部黏膜变白,心率加快,眼睛暗淡无光	*	血管系统受累,中枢神经、循环障碍	—

注:“\*”表示无任何中毒表现,“—”表示无靶器官的作用。

14 d至试验结束.存活小鼠饮食、生存、活动情况均正常,未见动物惊厥、抽搐、昏睡、倦怠、饮食减少、活动减少和体毛蓬松等异常情况.用药期间的死亡小鼠当即解剖以及全部存活动物处死解剖后,均未见心、肺、肝、肾等重要脏器有明显病变。

烟碱降解产物6-羟基烟碱按烟碱同样剂量给小鼠灌胃后,各剂量组小鼠均表现正常,未见急性毒性反应和急性死亡;14 d试验结束后全部存活动物解剖后,均未见心、肺、肝、肾等重要脏器有明显病变。

## 2.2 烟碱及其降解产物的小鼠慢性毒性试验

### 2.2.1 烟碱及6-羟基烟碱对小鼠脏器系数的影响

试验结束后,解剖小鼠,对心、肺、肝、肾、脾脏称重,计算各个脏器的脏器系数(见表2)。

与对照组比较,烟碱剂量组1和2小鼠肝脏、肺

脏、肾脏系数有显著性增加( $P < 0.05$ ),其他组织的脏器系数差异无显著( $P > 0.05$ ),烟碱剂量组3和4以及6-羟基烟碱组各个组织脏器系数都差异无显著( $P > 0.05$ )。

### 2.2.2 烟碱及6-羟基烟碱对小鼠血液ALT,AST,TG的影响

血液AST活性升高,除能反映肝细胞损伤外,对肌肉疾病、心肌功能受损等的诊断有一定的参考意义<sup>[7]</sup>.生理情况下,肝细胞内有较高浓度的AST和ALT,AST主要存在于线粒体内,而ALT则分布于细胞浆内.ALT缺乏特异性<sup>[8]</sup>,体重指数、饮酒、运动、疲劳、服用药物等均会影响其活性<sup>[9]</sup>.轻度肝脏受损时,仅损伤肝细胞膜,线粒体则保持完整,此时只有细胞浆内的酶(ALT)释放至血液;重型肝炎时,肝细胞损伤同时累及细胞膜和线粒体,使AST和ALT释放至血液增多<sup>[10]</sup>.甘油三酯(TG)水平是心血管病的独立危险因素<sup>[11]</sup>,TG水平可以促进血凝,增加血小板聚集,抑制纤溶<sup>[12]</sup>.检测结果见表3。

血清转氨酶ALT和AST,烟碱组3和4以及6-羟基烟碱组与空白对照组接近,烟碱组1和2显著高于其余各组,有统计学意义( $P < 0.05$ ).血清TG,烟碱组2,3和4以及6-羟基烟碱组与空白对照组接近,烟碱组1显著高于其余各组,有统计学意义( $P < 0.05$ )。

### 2.2.3 烟碱及6-羟基烟碱作用小鼠后肺脏病理学组织检查

1.00 mg/mL和0.75 mg/mL烟碱组肺泡壁毛细血管灶性增厚,管腔变窄.支气管壁增厚,上皮细胞肿胀,嗜酸性增强(见图1).1 mg/mL 6-羟基烟碱剂量组以及其余各剂量组及对照组各

表2 给药35 d后小鼠各脏器的脏器系数(n=8)

脏器系数/%	对照	烟碱				6-羟基烟碱			
		1	2	3	4	1	2	3	4
心	0.622 ± 0.32	0.652 ± 0.48	0.637 ± 0.41	0.633 ± 0.36	0.613 ± 0.42	0.663 ± 0.39	0.641 ± 0.37	0.640 ± 0.38	0.592 ± 0.41
肝	4.211 ± 0.31	4.899 ± 0.37	4.671 ± 0.36	4.416 ± 0.36	4.341 ± 0.34	4.288 ± 0.33	4.289 ± 0.32	4.225 ± 0.31	4.130 ± 0.32
肺	0.652 ± 0.13	0.752 ± 0.09	0.746 ± 0.11	0.684 ± 0.12	0.680 ± 0.11	0.706 ± 0.14	0.656 ± 0.11	0.647 ± 0.13	0.634 ± 0.10
脾	0.340 ± 0.05	0.357 ± 0.04	0.341 ± 0.03	0.334 ± 0.04	0.362 ± 0.04	0.354 ± 0.06	0.351 ± 0.04	0.322 ± 0.03	0.332 ± 0.06
肾	1.363 ± 0.13	1.638 ± 0.12	1.542 ± 0.11	1.432 ± 0.12	1.395 ± 0.11	1.440 ± 0.14	1.396 ± 0.13	1.372 ± 0.12	1.362 ± 0.11

表3 血清中ALT,AST,TG的变化(n=8,  $\bar{x} \pm s$ )

指标	对照	烟碱				6-羟基烟碱			
		1	2	3	4	1	2	3	4
ALT/(nmol · s <sup>-1</sup> · L <sup>-1</sup> )	29.02 ± 2.51	37.53 ± 4.37	34.12 ± 3.43	30.75 ± 2.34	31.40 ± 3.67	30.48 ± 2.63	30.1 ± 2.35	29.5 ± 2.11	29.3 ± 2.23
AST/(nmol · s <sup>-1</sup> · L <sup>-1</sup> )	105.5 ± 9.16	118.68 ± 11.25	112.75 ± 8.54	108.30 ± 7.07	106.25 ± 8.32	107.69 ± 7.42	107.45 ± 7.66	107.34 ± 7.77	106.39 ± 8.82
TG/(nmol · L <sup>-1</sup> )	1.24 ± 0.32	1.75 ± 0.50	1.43 ± 0.26	1.35 ± 0.34	1.25 ± 0.39	1.32 ± 0.36	1.29 ± 0.33	1.27 ± 0.24	1.25 ± 0.11

级支气管结构完整,细支气管管壁为单层方形纤毛上皮或单层方形上皮.肺泡管和肺泡结构完整,无变质、炎性浸润和增生等异常改变(见图2).

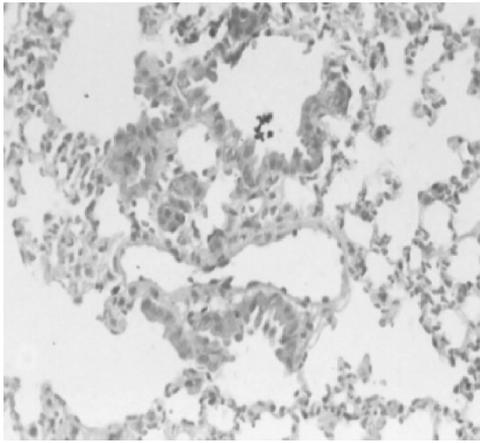


图1 1.00 mg/mL 烟碱对肺脏的影响(HE ×40)

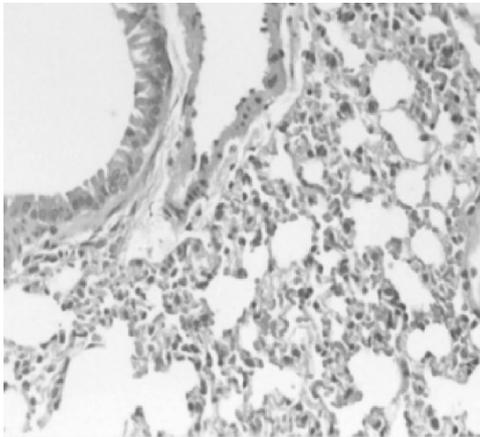


图2 1.00 mg/mL 6-羟基烟碱对肺脏的影响(HE ×40)

**2.2.4 烟碱及6-羟基烟碱作用小鼠后肝脏病理学组织检查** 1.00 mg/mL 和 0.75 mg/mL 的烟碱剂量组肝细胞肿大,肝窦变窄,以小叶中央部明显,中央静脉瘀血,小叶中心肝细胞颗粒变性和空泡变性(见图3).其余各剂量组及对照组肝小叶结构完整,肝索呈放射状排列,以中央静脉为中心放射状走行,肝细胞呈多边形,核圆形居中,无血管病变、萎缩、变性和坏死等改变(见图4).

**2.2.5 烟碱及6-羟基烟碱作用小鼠后肾脏病理学组织检查** 1.00 mg/mL 和 0.75 mg/mL 的烟碱剂量组出现不同程度肾小管上皮细胞肿胀变性,胞浆疏松,出现嗜酸性颗粒,部分上皮细胞核浓缩坏死,间质血管充血(见图5).其余各剂量组及对照组

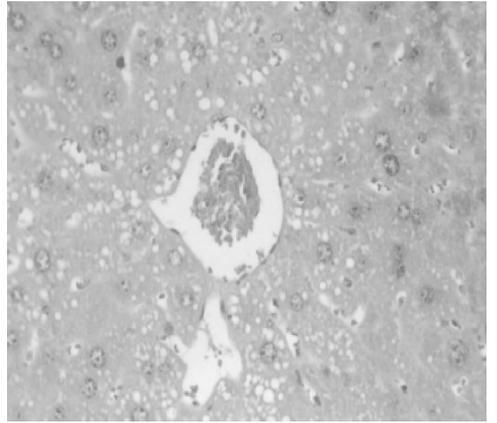


图3 1.00 mg/mL 烟碱对肝脏的影响(HE ×40)

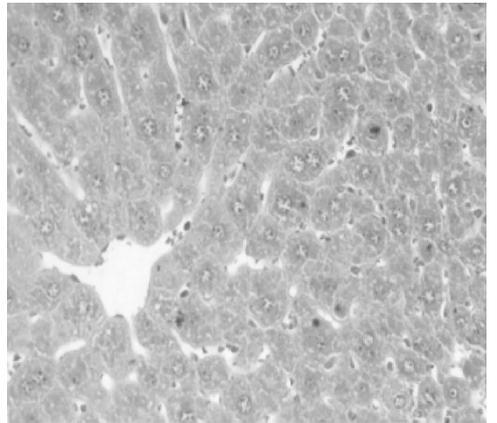


图4 1.00 mg/mL 6-羟基烟碱对肝脏的影响(HE ×40)

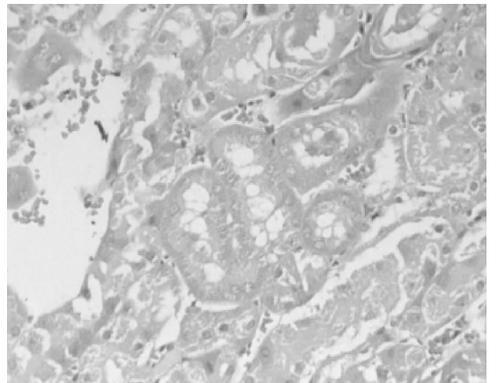


图5 1.00 mg/mL 烟碱对肾脏的影响(HE ×40)

在显微镜下可见皮、髓质分界清楚,肾小管各段结构清晰,肾小管上皮细胞无变性坏死,间质纤维组织少,无增生变化.肾小球分布均匀,体积正常,肾小球囊无粘连狭窄,无炎症改变,肾脏间质无炎性细胞浸润(见图6).

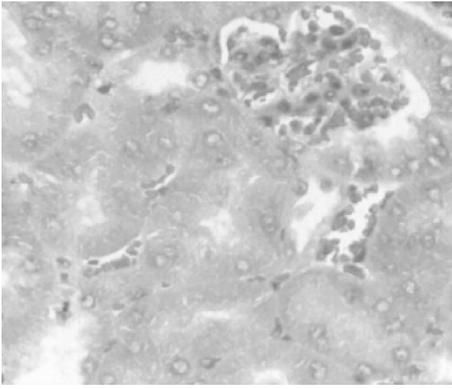


图6 1.00 mg/mL 6-羟基烟碱对肾脏的影响(HE × 40)

### 3 结论

通过烟碱和6-羟基烟碱的急性毒性试验、慢性毒性试验的对比均表明:1)低剂量的烟碱对小鼠的器官不会造成危害,长期摄入高剂量的烟碱会造成小鼠体内器官的病变;2)6-羟基烟碱相比于烟碱基本上不具有毒性.虽然国内外对烟碱降解机理研究比较清楚,但对代谢产物安全性研究不足,6-羟基烟碱由于其化学结构与烟碱的结构相似,因此相关6-羟基烟碱其他功能特性的研究需要进一步展开.

#### 参考文献:

[1] 冀元棠,朱伟,张磊,等.用水螅再生试验评价香烟烟

雾的致畸性[J].中国公共卫生学报,2002,14(1):432.

- [2] 朱尊权.怎样解决吸烟与健康问题[J].烟草科技,1989(6):2.
- [3] 金闻博,刘春祥.被动吸烟[M].北京:轻工业出版社,1994:15-26.
- [4] 邵国泉,金闻博,戴亚,等.被动吸烟研究的若干进展[J].烟草科技,1996(1):19.
- [5] 黄幸纾,陈星若.环境化学物致突变、致畸、致癌试验方法[M].杭州:浙江科学技术出版社,1985:13-52.
- [6] 施新猷.医用实验动物学[M].西安:陕西科学技术出版社,1989.
- [7] 沈美雯.重型肝炎的预后进展[J].国外医学流行病学传染病分册,1988,15(3):138.
- [8] Dufour D R, Lott J A, Nohe F S, et al. Diagnosis and monitoring of hepatic injury II recommendations for use of laboratory tests in screening diagnosis and monitoring[J]. Clin Chem, 2000, 46(12):2050.
- [9] Lee D H, Ha M H, Christiani D C. Body weight alcohol consumption and liver enzyme activity—A 4-year follow-up study[J]. Int J Epidemiol, 2001, 30(4):766.
- [10] 郑松柏,王建兵,黄宪章,等.血清ALT与AST测定的基质效应评价[J].临床检验杂志,2011,29(5):391.
- [11] 胡适红.高甘油三酯血症和代谢综合征[J].医学综述,2000,6(8):383.
- [12] 张金枝.冠心病的新候选危险因素[J].心血管康复医学杂志,2003,12(S):496.

(上接第19页)

### 3 结论

采用无水乙醇为提取溶剂,研究超声波辅助萃取黑米中的花色苷工艺及其抗氧化性.结果表明,最优工艺为:提取温度为50℃,乙醇体积分数为35%,料液比为1:4,提取时间为30min.与无超声波辅助提取相比较,超声波辅助提取黑米花色苷的超声功率为90W条件下,超声提取时间为4min,花色苷抗氧化能力最大,证明了超声波辅助提取黑米花色苷是一种有效方法.

#### 参考文献:

- [1] Kong J M, Chia L S, Goh N K, et al. Analysis and biological activities of anthocyanins[J]. Phytochemistry, 2003, 64(5):923.
- [2] Corrales M, Toepfl S, Butz P, et al. Extraction of anthocyanins from grape by-products assisted by ultrasonics, high

hydrostatic pressure or pulsed electric field: a comparison[J]. Inno Food Sci Emerging Technol, 2008, 9(1):85.

- [3] Virot M, Tomao V, Bourvellec C Le, et al. Towards the industrial production of antioxidants from food processing by-products with ultrasound-assisted extraction[J]. Ultrason Sonochem, 2010, 17(6):1066.
- [4] Sivakumar V, Anna J L, Vijayeeswarri J, et al. Ultrasound assisted enhancement in natural dye extraction from betroot for industrial applications and natural dyeing of leather[J]. Ultrason Sonochem, 2009, 16(6):782.
- [5] 章银良.食品与生物试验设计与数据分析[M].北京:中国轻工业出版社,2010.
- [6] Yen G C, Hsieh P P. Antioxidative activity and scavenging effects on active oxygen of xylose-lysine Maillard reaction products[J]. J Sci Food Agric, 1995, 67(3):415.
- [7] Yen G C, Duh P D. Antioxidant properties of methanolic extracts from peanut hulls [J]. J of the American Oil Chemists' Society, 1993, 70(4):383.

# 国产优质烟叶替代津巴布韦烟叶的 模块设计及应用

王林, 吴风光, 王乐军

(湖北中烟工业有限责任公司 技术研发中心, 湖北 武汉 430040)

**摘要:**以国产优质烟叶为材料,采用循环递进式模块设计理念,设计评价了10个替代模块与津巴布韦烟叶的质量差异,并尝试在卷烟产品中高比例替代津巴布韦烟叶.结果表明:单一等级配方的调整或加香加料,无法弥补组合模块、功能模块与津巴布韦烟叶的质量差距;通过叶组配方调整优化、功能性香料添加及分组加工工艺处理等综合技术,筛选出优等模块TD31,能够在国产一类卷烟产品中实现30%替代津巴布韦烟叶.

**关键词:**国产烟叶;津巴布韦烟叶;模块设计;产品中试

**中图分类号:**S572 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.007

## The module design and application in substituting domestic high-quality tobacco leaf for Zimbabwe tobacco leaf

WANG Lin, WU Feng-guang, WANG Le-jun

(Technology and Research Center, China Tobacco Hubei Industrial Co. Ltd., Wuhan 430040, China)

**Abstract:** Based on the material of domestic high-quality tobacco leaf, quality differences between ten substituting modules and Zimbabwe tobacco leaves were studied by using the circular design concept for module progressively, and high percentage of substituting Zimbabwe tobacco leaf were tried in tobacco products. The results showed that it could not make up the quality differences between combination module, function module and Zimbabwe tobacco leaves by a single level formula adjusting, functional spices adding. The superior module TD31 which was selected by formula of leaf groups adjusting, functional spices adding, group processing deal with and so on, the 30% of Zimbabwe tobacco leaf could be substituted in domestic kind of cigarette product.

**Key words:** domestic tobacco leaf; Zimbabwe tobacco leaf; module design; semi-works production examination

## 0 引言

随着国家烟草专卖局“532”和“461”品牌发展目标提出,品牌集中度日趋提高,大品牌扩张及

结构调整优化逐渐加强,高档卷烟产销量所占比例逐渐提高,优质烟叶、特色烟叶需求量更大,尤其是津巴布韦烟叶.但近年来津巴布韦烟叶产量与质量不断下降,已无法向中国卷烟工业继续提供足够的

收稿日期:2011-11-08;修回日期:2012-10-08

基金项目:国家烟草专卖局科技攻关项目(110200601020)

作者简介:王林(1979—),男,河南省固始县人,湖北中烟工业有限责任公司农艺师,主要研究方向为烟叶质量评价.

烟叶资源<sup>[1]</sup>. 基于津巴布韦烟叶资源短缺和国内需求量的不断扩大,替代津巴布韦烟叶已经成为中国卷烟工业企业当前的重要课题. 近年来国产优质烟叶质量逐渐提高使得替代津巴布韦烟叶成为可能,目前关于替代进口烟叶的研究大多集中在农业技术研究方面<sup>[2-3]</sup>,关于配方模块替代津巴布韦烟叶的相关研究尚未见报道. 因此,本文立足国产优质烟叶资源,采用循环递进式设计理念,辅助叶组配方优化、功能香料添加及特色工艺处理等技术措施,以化学成分分析和感官评吸质量评价为技术手段,不断尝试更高比例替代津巴布韦烟叶研究,以期有效利用国产优质烟叶替代津巴布韦烟叶或其他进口烟叶提供技术支撑和理论依据.

## 1 实验

### 1.1 烟叶来源

烟叶样品来自部分替代进口烟叶示范基地,及少量非示范点烟叶,主要包括湖北、云南、广东、四川等省重点产烟县,选取当地烤烟主栽品种(K326,云烟85),采用定等级取样. 样品等级由专职评级人员按照“GB 2635—92 烤烟”标准进行,等级合格率达到85%以上. 进口烟叶为对应年份采购的津巴布韦等级烟叶.

### 1.2 设计方法

采用“设计、评价、优化,再设计、再评价、再优化”的循环递进式替代思路,在原烟配方打叶的基础上,从叶组配方局部调整、分组加工工艺优化及功能性香料添加等多方面设计替代模块. 选择感官评吸评价结果和化学成分含量分析与替代目标最接近的组合模块(见表1),再进行添加功能性香料或进行特色工艺处理等,优化设计模块,使之与替代目标质量尽量接近或超越替代目标.

表1 模块设计

来源	命名	代码	处理方式
国产烟叶	组合模块	TD11, TD12, TD13, TD14	叶组配方调整
	功能模块	TD21, TD22, TD23	叶组调整 + 功能香料
	优等模块	TD31, TD32, TD33	叶组调整 + 功能香料 + 工艺处理
津巴布韦	替代目标	ZB01	—

表1中共列出国产优质烟叶模块10个,替代目标烟叶等级为津巴布韦ZB01. 从最终调整优化后的优等模块中筛选出与津巴布韦烟叶质量最接近的模块,尝试进行15%替代津巴布韦烟叶实验与中试验证,在此基础上再尝试进行20%,30%,40%等更高比例替代的产品中试与验证研究.

### 1.3 测定与评价方法

常规化学成分分析主要采用AAⅢ仪器,德国布朗卢比公司产,分别参照文献[4-6]的方法进行测定.

感官评吸质量评价按照文献[7]的方法,由7位以上奇数位评烟委员采用定量打分和文字描述相结合的方法对各单料烟等级、配方模块进行感官评吸.

模块评价方法:采用感官评吸质量评价、内在化学成分含量分析及与津巴布韦烟叶对比的方法,从各模块筛选出接近或超过替代目标的模块,进行产品中试与验证研究.

系统聚类分析采用DPS v7.05<sup>[8]</sup>进行.

## 2 结果与分析

### 2.1 模块评价与筛选

**2.1.1 组合模块与津巴布韦对比评价** 在原烟配方打叶的基础上设计的组合模块TD11—TD14与津巴布韦烟叶化学成分含量比较见表2. 从化学成分含量分析来看,总糖和还原糖含量是组合模块TD11和TD12高于ZB01,模块TD13和TD14低于ZB01;总碱和总氮含量ZB01最低,糖碱比和氯含量以ZB01最高,糖碱比适宜,氯含量未超标.

组合模块与津巴布韦烟叶化学成分含量聚类结果见图1. 聚类分析将组合模块与津巴布韦烟叶分为2类:ZB01, TD11和TD12组成一类;模块TD13和TD14构成一类. 组合模块TD11和TD12与津巴布韦ZB01化学成分含量比较接近.

国产烟叶组合模块与津巴布韦感官评吸质量评价对比见表3. 综合感官评吸质量和化学成分协

表2 组合模块与津巴布韦烟叶化学成分含量 %

代码	总糖	还原糖	总碱	总氮	糖碱比	氯
ZB01	24.08	21.20	2.56	1.62	8.98	0.74
TD11	24.90	23.10	3.38	2.30	7.07	0.42
TD12	25.90	24.80	3.31	2.07	7.82	0.41
TD13	19.80	19.00	4.26	2.66	4.65	0.47
TD14	19.70	18.80	4.47	2.58	4.41	0.43

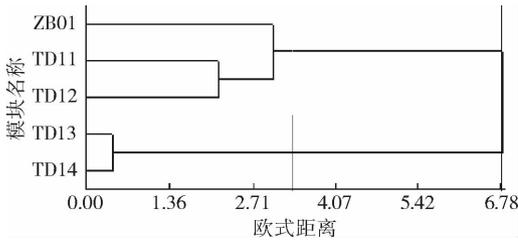


图 1 组合模块与津巴布韦烟叶化学成分含量聚类分析

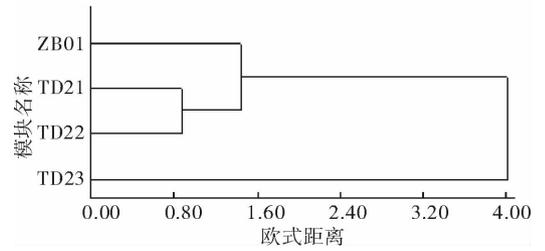


图 2 功能模块和津巴布韦烟叶化学成分含量聚类分析

调性等方面分析结果,组合模块 TD11,TD12 与进口烟叶 ZB01 质量较为接近,这可能是因为该类型烟叶模块中上等烟比例较高,表现出较好化学成分的基本特征和较好的感官质量特性。

**2.1.2 功能模块与津巴布韦对比评价** 在组合模块研究分析的基础上,再次优化设计模块,并增添功能性香精香料,构建 TD21,TD22,TD23 3 个模块,其化学成分测定结果见表 4。总糖含量 TD23 与 ZB01 较接近,还原糖和总碱含量模块 TD21,TD22 与 ZB01 较接近;功能模块的氮含量均较 ZB01 高,氯含量的表现规律恰恰相反;各功能模块的糖碱比均高于 ZB01。聚类分析结果(见图 2)表明 TD21,TD22 与 ZB01 构成一类,总体质量较为接近。

国产烟叶功能模块与津巴布韦感官评吸质量评价见表 5。综合感官评吸质量与化学成分协调性等方面分析结果表明,模块 TD21 与津巴布韦烟叶 ZB01 质量较为接近,其优点是烟气状态好、香气量足,但在香气质感、烟气整体协调性方面仍有提升空间。

表 3 组合模块与津巴布韦烟叶感官评吸质量

代码	总分	香气质	香气量	优缺点	与目标符合度	改进方向
ZB01	90.6	好	充足	烟气特征明显、平衡性好	—	—
TD11	87.0	较好	足	烟气好、欠协调	高	提高烟气平衡性
TD12	86.0	较好	足	烟气散、欠协调	较高	增香气量
TD13	85.7	一般	稍欠	劲头大、稍欠协调	一般	—
TD14	85.3	一般	稍欠	劲头大、欠协调	差	—

表 4 功能模块与津巴布韦烟叶化学成分含量 %

代码	总糖	还原糖	总碱	总氮	氯	糖碱比
ZB01	24.08	21.20	2.56	1.62	0.74	8.98
TD21	22.19	20.82	2.42	2.12	0.33	9.16
TD22	22.51	21.05	2.28	2.02	0.29	9.90
TD23	25.93	23.81	2.19	2.07	0.36	11.86

**2.1.3 优等模块与津巴布韦对比评价** 在组合模

表 5 功能模块与津巴布韦烟叶感官评吸质量

代码	总分	香气质	香气量	优缺点	与目标符合度	改进方向
ZB01	90.6	好	充足	烟气特征明显、平衡性好	—	—
TD21	90.5	较好	足	烟气好、稍欠协调	很高	增加烟气平衡感
TD22	87.5	较好	足	烟气散、欠协调	较般	—
TD23	86.3	一般	稍欠	烟气略粗糙	一般	—

块和功能模块质量评价研究与分析的基础上,进一步优化叶组配方,添加功能性香料,并针对性地进行分组加工工艺处理,构建 TD31,TD32,TD33 3 个优等模块。评价结果(见表 6)比较理想,其中 TD31 感官质量评吸得分超过了 ZB01,TD32 与 ZB01 十分接近,TD33 质量稍低。

综上所述,采用循环递进式设计方法,通过不断调整、优化模块的叶组配方及特殊工艺优化等处理方式,能够增加烟叶模块的烟气饱满度,提高烟气平衡性、厚实感,彰显香气特征,达到并超越了津巴布韦烟叶质量目标标准。

**2.2 优等模块的使用及产品试中**

选取国内一类卷烟某牌号同一规格产品进行中试与验证。

第 1 阶段是选择与津巴布韦烟叶质量最为接近的优等模块 TD31,在卷烟产品的 15% 替代津巴布韦烟叶,中试表明,完全可以达到替代效果。

表 6 优等模块与津巴布韦烟叶质量对比

代码	总分	总碱	香气质	香气量	优缺点	与目标符合度	改进方向
ZB01	90.6	2.17	好	充足	烟气特征明显、平衡性好	—	—
TD31	90.7	2.43	好	充足	烟气饱满、协调	高	—
TD32	90.4	2.55	较好	充足	烟气好、较协调	较高	略提高平衡性
TD33	89.7	2.93	较好	足	烟气略粗糙	较高	略增香气量

第2阶段是在第1阶段研究的基础上,在卷烟产品中进行20%、30%和40%等不同比例替代津巴布韦烟叶,中试与验证结果见表7。

表7 样品与常规卷烟产品质量比较

序号	来源	感官得分	焦油量/ (mg·支 <sup>-1</sup> )	烟气烟碱量/ (mg·支 <sup>-1</sup> )	糖碱比	钾/ %
0 <sup>#</sup>	常规卷烟产品	90.5	10.6	1.05	10.33	2.12
1 <sup>#</sup>	TD31,20%替代	90.5	10.8	1.03	10.28	2.06
2 <sup>#</sup>	TD31,30%替代	90.4	10.3	1.06	10.42	2.13
3 <sup>#</sup>	TD31,40%替代	89.5	10.4	1.24	10.25	2.09

1<sup>#</sup>、2<sup>#</sup>产品与卷烟产品感官质量评价得分较为接近,表明能够实现20%或30%的替代津巴布韦烟叶;3<sup>#</sup>产品质量与常规卷烟产品差异较大,现阶段的技术难以实现40%的替代津巴布韦烟叶。

### 3 结论

以国产优质烟叶为材料,采用循环递进式模块设计理念,设计评价了10个替代模块与津巴布韦烟叶的质量差异,并尝试在卷烟产品中高比例替代津巴布韦烟叶。结果表明:单一等级配方的调整或加香加料,无法弥补组合模块、功能模块与津巴布韦烟叶的质量差距;通过叶组配方调整优化、功能性香料添加及分组加工工艺处理等综合技术,筛选出优等模块TD31,能够在国产一类卷烟产品中实现30%替代津巴布韦烟叶。替代进口烟叶工作中的一个首要环节是剖析进口烟叶质量特性和风格特征,即准确定位替代目标的烟叶特色与质量风格。这就

要求今后替代进口烟叶工作中:1)要分析筛选生态条件与替代目标烟叶产区相似、质量风格与替代目标最为接近的优质烟叶产区;2)认真评价研究国产优质烟叶质量特点,分析其与替代目标的差距与差异,尝试调整优化叶组配方使之质量无限接近或超越替代目标;3)在国产优质烟叶单一替代或简单叶组配方替代进口烟叶无法实现的情况下,可以辅助功能性香料添加、特色工艺处理等一种或综合技术手段进行替代进口烟叶。

### 参考文献:

- [1] 周冀衡,刘建利,余砚碧. 对全国部分替代进口烟叶工作的研究思考[C]//中国烟草学会2006年学术年会论文集,北京:[s.n.],2007.
- [2] 毕庆文,王林. 湖北咸丰烟区部分替代进口烟叶质量变化[J]. 烟草农业科学,2009(1):26.
- [3] 黄国友,刁朝强,陈雪,等. 我国部分替代进口烟叶种植区域可行性分析[J]. 中国烟草科学,2008,29(4):25.
- [4] 王瑞新. 烟草化学[M]. 北京:中国农业科技出版社,2003:245-275.
- [5] YC/T 32—1996,烟草及烟草制品·水溶性糖的测定方法·芒森沃克法[S].
- [6] YC/T 32—1996,烟草及烟草制品·总植物碱的测定方法·光度法[S].
- [7] GB 5606.4—2005,卷烟·感官技术要求[S].
- [8] 唐启义,冯明光. DPS数据处理系统:实验设计、统计分析及数据挖掘[M]. 北京:科学出版社,2007.

# 低次烟叶发酵制备烟草香料的研究

许春平, 杨琛琛, 方金辉

(郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**以低次烟叶为原材料,将其水提取物,添加10%的葡萄糖,接种1%的金星产香酵母SP-3,灭菌后在30℃的条件下发酵7d,制备出特色烟草浸膏.采用同时蒸馏萃取法萃取烟草浸膏的致香成分,并利用气相色谱-质谱联用进行分析.结果表明该特色烟草浸膏中有5-甲基糠醛、 $\beta$ -苯乙醇、乙酰基吡咯、巨豆三烯酮、3-甲基吲哚等特殊香味成分.在100g烟丝中,添加0.01~0.05g的特色烟草浸膏能与烟香协调,增大香气量,烟气柔和细腻、余味纯净,比没有经过发酵的普通烟草浸膏的加香效果更好.

**关键词:**产香酵母;低次烟叶;烟草浸膏;致香成分

**中图分类号:**TS411 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.008

## Preparation of tobacco flavor from discarded tobacco leaves by fermentation

XU Chun-ping, YANG Chen-chen, FANG Jin-hui

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

**Abstract:** The tobacco concrete from discarded tobacco leaves were prepared by fermentation of aroma producing yeast XINJING SP-3. The process was as following: extract of discarded tobacco leaves was added 10% glucose and 1% yeast. After sterilization, the tobacco extract was fermented at 30℃ for 7 d. The flavor was extracted by simultaneous distillation extraction and the volatile components of extract were analyzed by GC-MS. Comparing with common tobacco extract, the special aroma components of the extract were: 5-methyl furfural,  $\beta$ -phenyl ethyl alcohol, acetyl pyrrole, megastigmatrienone, 3-methyl indole, etc. Addition of 0.01 g to 0.05 g special tobacco flavor to 100 g cigarette could augment and enhance the aroma and taste of smoking tobacco and reduce irritancy of the smoking cigarette. The special tobacco flavor could preferably improve the aroma property of tobacco than the normal tobacco flavor.

**Key words:** aroma producing yeast; discarded tobacco leaves; tobacco concrete; flavor components

## 0 引言

低次烟叶是卷烟生产中产生的大宗副产品,这些副产品的物质成分与干烟叶几乎完全相同.因此,合理开发利用低次烟叶,可产生巨大的经济效益和良好的社会与环境效益. K. K. Meher 等<sup>[1]</sup>利用

烟草废弃物发酵产甲烷;胡小玲等<sup>[2]</sup>从废弃烟叶中提取烟碱生产烟碱农药;张怡等<sup>[3]</sup>为废次烟草乃至已经提取过烟碱或茄尼醇的废烟渣的再利用提供了新途径,降低了综合生产成本;孙世中等<sup>[4]</sup>以云南废弃烟叶为原料,采用去除烟碱的预处理方法和半固态发酵方法,提高燃料酒精产率,产物还包括

收稿日期:2012-09-11

基金项目:郑州市科技局科技攻关项目(10PTGG339-2)

作者简介:许春平(1977—),男,河南省焦作市人,郑州轻工业学院特聘教授,博士,主要研究方向为烟草生物技术.

有重要用途的烟碱. 深入开展低次烟叶的基础及应用研究, 开发出适用于中式卷烟的新型香原料, 是卷烟调香技术工程方面研究工作之一<sup>[5]</sup>. 本文拟采用发酵技术处理低次烟叶, 制备特色烟草浸膏, 并与未经发酵制得普通烟草浸膏的化学成分和加香效果进行对比, 为低次烟叶再利用提供科学依据.

## 1 实验

### 1.1 材料与试剂

广烟5号烤烟低次烟叶, 产自广西; 产香酵母金星 SP-3, 郑州轻工业学院烟草相关实验室提供; 乙醇、乙酸苯乙酯天津市瑞金特化学品有限公司产, 二氯甲烷, 上海南汇化学试剂厂产, 均为分析纯.

### 1.2 仪器

TRACE GC Ultra—DSQ II 型气谱—质谱联用仪 (GC-MS), 美国热电科技有限公司产; 蒸汽湿热高压灭菌器, 上海三申医疗器械有限公司产; 同时蒸馏萃取装置, 郑州玻璃仪器厂产; 旋转蒸发器 RE—52A, 上海亚荣生化仪器厂产; SHZ—D 循环式真空泵, 巩义市予华仪器有限公司.

### 1.3 实验方法

**1.3.1 产香酵母的复苏和传代复活** 将保藏的产香酵母分别接种和涂布于装有 YPD 固体培养基的试管和培养皿中, 一式两份. 2 d 后选取长势良好个大的单菌落接种并继续传代涂布培养. 最后, 制成需要的 YPD 液体试管培养菌液用于接种<sup>[6]</sup>.

**1.3.2 低次烟叶处理工艺** 1) 粉碎过筛. 将低次烟叶粉碎, 并过 400 目的筛子, 得到低次烟叶粉末.

2) 制备低次烟叶水提液. 称取 60 g 低次烟叶粉末加入 1 000 mL 的烧瓶中, 并加入 650 mL 水用电热套回流提取 4 h, 共进行 5 组. 将提取液合并, 静置过夜, 用纱布过滤得到低次烟叶滤液, 在 60 °C 下减压浓缩成密度为  $(1.200 0 \pm 0.008 0) \text{ g/cm}^3$  的低次烟叶水提物.

3) 产香酵母对低次烟叶浸提液进行发酵处理. 分别选取低次烟叶水提物各 20 g 加入 2 个 20 mL 锥形瓶中, 加入 10% 的葡萄糖, 搅拌均匀后, 放置于蒸汽湿热高压灭菌器中 120 °C 灭菌 30 min. 冷却后在超净工作台上, 将 1% 的金星产香酵母菌液接种于其中一个锥形瓶中作为实验组, 另一个接种 1% 的无菌水作为对照组. 搅拌均匀后置于相同的恒温培养摇床中进行发酵. 发酵结束后, 经纱布过滤, 用

5 倍量 ( $w/w$ ) 95% 乙醇回溶, 静置过夜, 经微孔膜过滤后, 在 60 °C 下减压浓缩至密度为  $(1.200 0 \pm 0.008 0) \text{ g/cm}^3$ , 制得特色烟草浸膏<sup>[7-8]</sup>. 未经发酵处理, 则制得普通烟草浸膏.

4) 浸膏质量评价方法. 取烟草浸膏 10 g, 精确加入 20 mL 的蒸馏水于浸膏中, 搅匀, 测定其相对密度. 取测定相对密度的上述烟草浸膏稀释液, 用 pH 计测定 pH 值, 并根据表 1 对浸膏进行综合评价.

表 1 浸膏质量综合评分表

指标	要求	分值
色泽	深红棕色	20
香气	清甜香, 具有烟草的特征香, 醇香	25
透发性	透发性强	20
感官评价	降低刺激性, 提高卷烟整体品质	35

**1.3.3 致香成分分析** 前处理步骤: 称取 4.5 g 烟草浸提液发酵样品放入 200 mL 圆底烧瓶中, 加入 100 mL 蒸馏水, 搅拌均匀; 量取 20 mL 二氯甲烷放入 50 mL 尖底烧瓶中, 进行同时蒸馏萃取. 萃取 2 h 后, 取出盛有二氯甲烷的烧瓶, 加入一定浓度的乙酸苯乙酯作为内标物, 混合均匀后, 浓缩至 1 mL 即可进行仪器分析. 设所检测出的物质相对于内标的校正因子为 1, 采用相对定量的方法计算各致香成分的含量<sup>[9]</sup>.

GC-MS 分析条件<sup>[10]</sup>: 色谱柱为 HP—5MS (50 m × 0.25 mm × 0.25 μm) 毛细管柱; 进样温度 250 °C; 分流比 5:1; 延迟 5 min; 载气 He, 1 mL/min; 升温程序: 50 °C (1 min) 以 5 °C/min 升到 250 °C (5 min); 传输线温度 270 °C; 离子源 EI 源; 电子能量 70 eV; 扫描范围 50 ~ 650 amu; 使用 Wiley 谱库和 Minilab 谱库进行检索, 并结合标准质谱峰面积和有关文献, 确定致香成分, 根据内标法计算各致香成分在烟草浸膏中的含量.

**1.3.4 卷烟加香评价** 分别称取 0.01 g, 0.05 g, 0.10 g, 0.15 g 普通烟草浸膏和特色烟草浸膏, 分别用 5 mL, 95% 乙醇溶解后喷洒于 100 g 烟丝上. 加香烟丝于  $(22 \pm 1) \text{ °C}$  和相对湿度 65% 环境中平衡 48 h, 制成卷烟, 然后由郑州轻工业学院评吸专家评吸. 对照样为添加 95% 乙醇的加料未加香烟丝.

## 2 结果与分析

### 2.1 发酵工艺优化结果

将 1% 的金星产香酵母菌液接种于锥形瓶中作

为实验组,对照组接种1%的无菌水.搅拌均匀后置于相同的恒温培养摇床中进行发酵.发酵结束后按照表1浸膏质量综合评分表对浸膏的质量进行评价,并得出最佳发酵工艺.如图1所示,经过工艺优化,确定其最佳发酵条件为:发酵温度30℃,摇床转速200 r/min,发酵时间7 d.

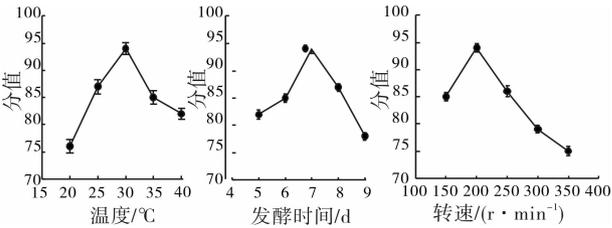


图1 温度、发酵时间和转速对浸膏质量的影响

普通烟草浸膏和特色烟草浸膏2种的提取方法相同,所得到2种不同类型的烟草浸膏颜色都是深红棕色,酸度差别不大,在9.4左右,相对密度也都在1.171 g/cm<sup>3</sup>左右;但经产香发酵处理的特色烟草浸膏透发性增强,香气更加醇和.

## 2.2 特色烟草浸膏的致香成分分析

将普通烟草浸膏和特色烟草浸膏分别用二氯甲烷进行同时蒸馏萃取后,收集其致香成分,加入一定浓度的乙酸苯乙酯作为内标物,并利用GC-MS进行致香成分的定性定量分析.普通和特色烟草浸膏致香成分列于表2.

从表2可知,普通烟草浸膏致香成分较少,而发酵后烟草浸膏致香成分则增加很多,尤其是前端挥发性较强的小分子物质变得丰富.经产香处理后,尼古丁的含量降低,这主要是由于其他香气物质含量增加的缘故.特色烟草浸膏的特征致香成分中,5-甲基糠醛的相对含量为3.75 μg/g,可赋予卷烟焦糖香特征;2-乙酰基吡咯的相对含量为4.60 μg/g,添加在卷烟中可以增加烘烤香,改善余味,使烟气更加馥郁丰满;β-苯乙醇的相对含量为3.45 μg/g,可以赋予烟草清甜的花香;巨豆三烯酮的相对含量为6.23 μg/g,可使卷烟香气的协调性增强,在卷烟的增香、掩盖杂气方面有显著的作用;3-甲基吡啶的相对含量为2.91 μg/g,在卷烟中具有明显的增香作用.拥有这些致香物质的发酵烟草浸膏不仅可以使得烟气更加丰满浓郁,而且具有提高烟香细腻性和甜润性的作用,并赋予卷烟香气特殊的醇和酿香风味,提高卷烟的整体品质.

表2 普通浸膏与特色浸膏致香成分结果分析

序号	保留时间/min	化学成分	匹配度/%	普通浸膏/(μg·g <sup>-1</sup> )	特色浸膏/(μg·g <sup>-1</sup> )
1	7.71	5-甲基糠醛	83	—	3.75
2	8.04	吡啶	82	—	2.01
3	9.92	苯乙醛	94	—	4.24
4	10.17	4-甲基-5H-咪唑酮	78	—	1.08
5	10.60	糠醛	82	—	1.02
6	10.87	2-乙酰基吡咯	91	—	4.60
7	11.17	5-甲基-2-羟基吡啶	78	0.82	2.75
8	11.63	3-甲基-2-丁酮	81	—	1.15
9	12.09	β-苯乙醇	72	0.53	3.45
10	13.43	1-十三烯	81	—	5.75
11	13.87	丁二酸二乙酯	72	—	1.15
12	14.28	4,5二甲基壬烷	91	—	1.15
13	15.4	2-甲基十二烷	73	—	5.75
14	15.79	十四烷氧乙醇	91	—	2.30
15	16.02	乙酸苯乙酯(内标物)	90	17.64	12.45
16	17.65	尼古丁	91	3.80	2.14
17	19.77	甲基丙烯酸月桂酯	86	—	4.64
18	21.02	溴代十八烷	72	1.20	3.45
19	21.05	壬醛	64	—	4.60
20	21.39	1,2-环氧十二烷	64	1.17	1.63
21	22.31	1,2-环氧十六烷	74	2.80	—
22	22.84	4-甲基-4-庚烯-3-醇	72	—	2.14
23	23.12	十二烷基异戊酯	91	—	1.03
24	24.29	1-十八烯	86	—	2.63
25	25.28	巨豆三烯酮	81	3.12	6.23
26	25.36	2-戊基癸酮	72	—	1.59
27	26.47	香叶醇	91	0.27	1.36
28	26.63	二十六醇	87	1.17	4.84
29	26.85	四氢喹啉	91	0.53	0.89
30	27.05	薄荷烯	94	—	1.3
31	27.15	柠檬烯	90	—	2.45
32	28.19	吡啶	83	—	0.64
33	28.24	油酸	93	—	2.90
34	28.70	环十五烷	73	0.84	1.05
35	28.91	异胡薄荷醇	91	—	1.52
36	30.28	茄酮	87	0.94	0.98
37	30.71	十七烷酮	87	0.68	3.68
38	32.87	棕榈酸	91	—	1.47
39	33.36	十二烯基丁二酸酐	83	—	2.38
40	34.37	β-紫罗兰酮	78	—	1.92
41	35.20	石竹烯	70	0.48	0.58
42	35.31	5-正丁基-δ-戊内酯	79	0.32	1.89
43	35.52	亚油酸	95	0.94	4.24
44	36.68	硬脂酸	97	2.10	18.98
45	39.55	二十碳饱和脂肪酸	83	1.24	4.99
46	41.13	3-甲基吡啶	91	0.60	2.91
47	41.88	二十八醇	76	1.58	3.63
48	42.21	邻苯二甲酸二辛酯	95	—	2.11
49	42.56	二十二酸	62	—	1.30
50	44.48	1-甲基吡啶	91	0.52	2.73
51	52.56	麦角甾烯醇	75	0.15	—
52	55.01	豆甾醇	91	1.18	—

### 2.3 卷烟加香结果与分析

烟支感官舒适度各指标评吸结果见表3。在100 g 供试烟丝中添加0.10 g 的普通烟草浸膏后,能与烟香谐调,提高香气质,增大香气量,减小刺激性,余味较好;添加量达0.15 g 时,刺激性稍大,烟

气有所改变;添加0.05 g 的特色烟草浸膏能与烟香谐调,增大香气量,烟气柔和细腻,余味纯净;添加量达到0.10 g 时,加香感略重,香气过于显露,不够协调,余味有残留。

表3 烟支感官舒适度评价结果表

编号	香气	刺激性	杂气	余味
对照	香气量较充足,香气质较好	刺激略明显,有灼舌感觉,喉部略不舒适	略有杂气	余味舒适、尚纯净
1	香气较细腻	刺激略减小,灼舌感明显减少,喉部舒适度增加明显	杂气略减轻	余味尚舒适
2	烟气状态、圆润感较好	刺激明显减小,灼舌感明显减少	杂气明显减轻	余味舒适,有回甜感
3	烟气状态、圆润感较好	刺激明显减小,灼舌感明显减少	杂气明显减轻	余味舒适,回甜感较强
4	香气欠自然	灼舌感明显减少,刺激减轻	杂气略有	有些发涩
5	香气细腻,润感尚好	刺激略减小,灼舌感明显减少	杂气略减轻	余味舒适,有回甜感
6	烟气状态、圆润感较好	刺激明显减小,灼舌感明显减少,喉部舒适度增加明显	杂气明显减轻	比较舒适,回甜感较强
7	香气欠自然	刺激性减轻,灼舌感减少	杂气略有	比较舒适,回甜感较强
8	香气欠自然,烟气状态尚好	刺激减小	杂气略增加	有些发涩

注:卷烟编号1—4号分别代表添加量为0.01 g,0.05 g,0.10 g,0.15 g 普通烟草浸膏的烟支;5—8号分别代表添加0.01 g,0.05 g,0.10 g,0.15 g 特色烟草浸膏的烟支,对照样没有添加烟草浸膏。

评吸结果表明,加入适量的普通烟草浸膏可提高卷烟的香气质和香气量,谐调烟香,减少杂气,降低刺激性,改善余味,但添加量过大会对卷烟烟气产生不利影响;特色烟草浸膏的用量比普通烟草浸膏稍小,加香效果也稍好,这同前面的化学成分分析结果一致。

### 3 结论

本文对产香酵母发酵低次烟叶制备特色烟草浸膏的工艺条件进行优化,包括产香酵母菌接种量、发酵温度、发酵时间,采用同时蒸馏萃取法采集烟草浸膏的致香成分,并利用气相色谱-质谱联用进行了分析。结果表明发酵的优化条件为:将低次烟叶水提物灭菌后,添加10%的葡萄糖,接种1%的金星产香酵母,在30℃的条件下发酵7 d。经产香酵母菌处理低次烟叶后所得到的特色烟草浸膏与未经产香处理的普通烟草浸膏的香味成分比较,特色烟草浸膏致香成分丰富。该特色烟草浸膏中有5-甲基糠醛、 $\beta$ -苯乙醇、2-乙酰基吡咯、巨豆三烯酮、3-甲基吡啶等特征香味成分。将此特色烟草浸膏在卷烟中加以应用,在100 g 烟丝中添加0.01~0.05 g,能与烟香谐调,不仅使烟叶杂气降低,异味减轻,香气质和香气量变佳,吸味醇和,余味纯净舒适,并具有增加烟气浓度、丰富烟香的作用,提高了卷烟的整体品质。

### 参考文献:

- [1] Meher K K, Panchwagh A M, Rangrass S, et al. Biomethanation of tobacco waste [J]. Environmental Pollution, 1995, 90(2):199.
- [2] 胡小玲,岳红,管萍,等.以废次烟叶生产硫酸烟碱新方法的研究[J].化学与应用,2000,12(2):224.
- [3] 张怡,杨天雷,秦旌,等.废次烟草作为载体在固态发酵体系中的综合利用[J].烟草科技,2000(7):5.
- [4] 孙世中,高天荣,赵焱,等.废弃烟叶燃料酒精发酵工艺探索[J].农业工程学报,2009,25(6):245.
- [5] 阮祥稳,任平,陈卫锋.酶对烟叶发酵内在品质的影响[J].食品研究与开发,2005,26(1):67.
- [6] Eglis C F, Bell E J, Berger A J. Isolation of thermophiles from Broadleaf tobacco and effect of pure culture inoculation on cigar aroma and mildness [J]. Appl Microbio, 1967(15):117.
- [7] 罗家基,朱子高,罗毅,等.微生物在烟叶发酵过程中的作用[J].烟草科技,1998(1):6.
- [8] Ana P, Mariana U, Franciaco F, et al. Cleavage of  $\beta$ -carotene for microorganisms isolated in Brazil—A production of  $\beta$ -ionone [J]. Journal of Biotechnology, 2007, 131(2):242.
- [9] 郭灵燕,海洋,杜闯光,等.废次烟叶生物发酵香料中挥发性香气成分的研究[J].化学与生物工程,2009,29(11):76.
- [10] 许国旺.现代实用色谱分析法[M].北京:化学工业出版社,2004.

# 茶叶再造烟叶对卷烟烟气挥发性香气成分的影响

晋照普<sup>1</sup>, 牛津桥<sup>1</sup>, 宋豪<sup>2</sup>, 纪晓楠<sup>2</sup>

(1. 上海烟草集团有限责任公司 北京卷烟厂, 北京 101121;

2. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450001)

**摘要:**以茶叶为添加物,采用涂布的方式,制成含不同比例茶叶的再造烟叶,将其加入叶组制成卷烟样品.用吸烟机捕集卷烟烟气,收集主流烟气的总颗粒物,用同时蒸馏萃取法(SDE)对收集烟气颗粒物的剑桥滤片进行萃取,并用GC-MS定性、定量分析烟气化学成分.结果表明,与对照样相比,烟气中各主要香气成分含量均有不同程度的增加,且随着茶叶添加量的增加,10%,14%卷烟样品中主要香气成分总量分别增加64.9%,69.3%.

**关键词:**茶叶;再造烟叶;涂布法;挥发性香气成分

**中图分类号:**TS41<sup>+1</sup> **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.009

## Effects of tea reconstituted tobacco leaf on volatile aroma component of cigarette smoke

JIN Zhao-pu<sup>1</sup>, NIU Jin-qiao<sup>1</sup>, SONG Hao<sup>2</sup>, JI Xiao-nan<sup>2</sup>

(1. Beijing Cigarette Factory, Shanghai Tobacco Group Co., Ltd., Beijing 101121, China;

2. School of Food and Bioengineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China)

**Abstract:** Reconstituted tobacco containing different proportion of tea, by using the coating method, were mixed to tobacco and produce blended tobacco cigarettes, cigarette smoke was trapped with the smoking machine, the total particulate matter of the mainstream smoke was collected, the filters which contained particulate matter of the smoke was extracted through the simultaneous and extraction method (SDE), and then analyzed qualitatively and quantitatively by using the GC-MS. Compared with the blank control sample, it showed that the content of aromatic component in blended tobacco containing different proportion of tea increased in different degrees, and with the increasing of tea added, the total aromatic component of 10% and 14% cigarette samples increased 64.9% and 69.3% respectively.

**Key words:** tea; reconstituted tobacco leaf; coating method; volatile aroma component

## 0 引言

茶叶中含有茶多酚等多酚类物质,既有营养价值又有药理和保健作用,且对多种疾病具有预防和

一定的治疗作用<sup>[1]</sup>.将茶植株上的组织或其提取物通过一定方法添加在卷烟或滤嘴中,可有效降低烟气中焦油、烟碱、自由基及亚硝胺等有害物质含量,减少吸烟对身体的毒害作用,并可改善卷烟的抽吸

品质,提高卷烟安全性<sup>[2]</sup>。

本文以茶叶为添加物,采用涂布方式生产含茶叶的功能型再造烟叶,将其混配到叶组中卷制成卷烟。通过含茶叶的再造烟叶在卷烟配方中的应用,考察茶叶对卷烟香气成分含量的影响,为开发功能性卷烟提供技术支持。

## 1 实验

### 1.1 材料与仪器

茶叶(信阳毛尖);再造烟叶片基、浓缩液及叶组配方,河南中烟工业公司提供;所有化学试剂为色谱纯;吸烟机型号 Borgwaldt KC LM5+,美国 Borgwaldt KC 公司产;GC-MS 型号 GC6890—MS5793N,美国 Agilent 公司产;恒温恒湿箱,型号 KBF,德国 Binder 公司产。

### 1.2 实验方法

**1.2.1 茶叶再造烟叶卷烟的制备** 茶叶前处理:风干→粉碎→筛分;分别对应称取茶叶末、浓缩液和蒸馏水混合均匀,并均匀涂布于再造烟叶片基上,涂布完成后放入烘箱(60℃,5 min),随后置于恒温恒湿箱(相对湿度(60±5)%,温度(22±2)℃),24 h后切丝;最后将再造烟叶丝按10%的添加比例进行填制,制成含茶叶的再造烟叶卷烟。

具体换算如下例所示:1)片基质量 $N$ (按标准含水率12%),则片基干物质质量 $M = N \times (1 - 12\%)$ ;2)茶叶按片基干物质质量的 $\alpha$ (如10%)称取,即 $M \times \alpha$ ;3)浓缩液涂布率按60%,则在片基上浓缩液干物质质量为 $M \times 60\%$ ;4)浓缩液质量(39%为经验值)为 $M \times 60\% \div 39\%$ ;5)纯净水稀释1.2倍,即加水量 = (茶叶末质量 + 浓缩液质量) × 1.2;按照相同方法制作不添加茶叶末的再造烟叶卷烟作为对照。

**1.2.2 样液的制备** 将制成的含茶叶的再造烟叶卷烟置于温度(22±2)℃和相对湿度(60±5)%的环境中平衡48 h,挑选平均质量±0.02 g和平均吸阻±49 Pa范围内的烟支为测试样品。用吸烟机按GB/T 16450—2004标准方法抽吸卷烟,收集卷烟烟气颗粒物。

化学成分测定的样液制备:取抽吸后的剑桥滤片进行同时蒸馏萃取(SDE)。将滤片放入圆底蒸馏烧瓶中,加入90 g/L NaCl溶液400 mL,用热电偶进行加热;在浓缩瓶中加入CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> 40 mL,60℃恒温水浴加热2.5 h。萃取后的溶液中加入含乙酸苯乙酯内标的CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>溶液1 mL,在60℃恒温水浴锅中浓

缩至1~2 mL后移入色谱瓶,0~4℃避光保存备用。

**1.2.3 样品烟气GC-MS的测定** 气相色谱(GC)条件:色谱柱 HP—5MS (60 m × 0.25 mm × 0.25 μm);载气为高纯氦气,流速1 mL/min;进样口温度260℃;升温程序:50℃(3 min)—280℃(10 min),4℃/min;分流比5:1;进样量1 μL。

质谱条件(MS)条件:传输线温度270℃;离子源温度230℃;四级杆温度150℃;电离能70 eV;质量数范围35~550 amu;载气为高纯氦气。

定性、定量方法:按上述分析条件将样液置于气相色谱-质谱联用仪上进行检测。对采集到的质谱图利用NIST02标准谱库进行检索,并进行人工解析,结合保留时间、质谱和匹配度等参数对各组分进行比较鉴定,确定其化学成分,同时采用峰面积归一法定量,得到各组分的相对含量。

## 2 结果与讨论

利用GC-MS对制备的烟气样液进行检测<sup>[3-4]</sup>,根据色谱图结果进行定性、定量分析,各香气成分的定性定量分析结果见表1。表1中包含对照卷烟和含不同比例(10%,14%)茶叶再造烟叶叶组卷烟样品中香气物质的含量,单位为μg/支。变化率1%为对应卷烟样品成分含量的增加量与对照样品含量的比值,负值表示对应物质含量较空白叶组减少。

从表1可以看出,与对照样卷烟相比,含有茶叶的卷烟样品中主要香气成分均有所增加,且对比差异显著。含10%茶叶卷烟样品香气成分总含量增加64.9%,其中苯乙醛、苯甲醇、二氢猕猴桃内酯、环己酮、乙基环戊烯醇酮等香气成分含量增加较多,分别增加179.9%、173.8%、138.7%、125.4%、107.4%;含14%茶叶样品香气成分总含量增加69.3%,其中棕榈酸、苯甲醇、苯乙醛、2-甲基吡嗪、甲基环戊烯醇酮、乙基环戊烯醇酮等含量增加较为明显,分别增加268.3%、206.7%、150.1%、149.0%、133.2%、127.9%。

随茶叶添加比例由10%增加到14%,所列主要香气成分总量呈增加趋势,各香气成分含量也有不同程度的增加。再造烟叶生产中添加适量茶叶可使卷烟烟气中的香气成分有所增加,这与茶叶本身及燃烧后生成的化学物质有关。但也有异常情况,如巨豆三烯酮在含10%和14%茶叶的卷烟样品中增加量分别为49.6%、17.7%。增加的香气成分主要体现为焦糖香、坚果香、果香和花香,可以对烟香的

表1 含不同比例茶叶的再造烟叶组卷烟与对照样香气成分对比分析

μg/支

化合物	对照样	含10%茶叶样		含14%茶叶样		香气特征或作用
		含量	变化率%	含量	变化率%	
1-戊烯-3-酮	0.461	0.800*	73.3	0.754*	63.4	呈香辣、醚香、胡椒、大蒜、芥菜、洋葱等强烈刺激性气味
2,3-戊二酮	1.603	2.506*	56.3	3.041*	89.7	具有甜白脱、奶油、焦糖香气,并带有坚果底香
吡嗪	0.109	0.174*	59.3	0.163*	49.3	增加烟香
2-甲基吡嗪	0.454	0.774*	70.2	1.132*	149.0	具有坚果香、霉香、烤香、壤香
糠醛	11.546	17.440*	51.0	22.985*	99.1	有杏仁样的气味
环己酮	1.281	2.888*	125.4	1.528*	19.2	带有泥土气息,含有痕迹量的酚时,则带有薄荷味
糠醇	5.492	7.516*	36.8	8.337*	51.8	椰子、焦土豆气味
2-乙基呋喃	1.224	1.983*	62.0	1.905*	55.7	呈强烈焦香香气,低浓度时呈浓厚的甜香香气和咖啡似芳香风味
2-乙酰基呋喃	2.056	3.512*	70.8	3.965*	92.9	具有甜的、杏仁、坚果、烤香、烟熏香
5-甲基糠醛	7.227	11.238*	55.5	12.330*	70.6	甜焦糖香,用作烟用香精
甲基环戊烯醇酮	2.342	4.639*	98.1	5.461*	133.2	具有槭树和独活草似香气
苯甲醇	0.381	1.043*	173.8	1.169*	206.7	微弱芳香气味,用作定香料
苯乙醛	1.061	2.971*	179.9	2.655*	150.1	呈强烈风信子香气,低浓度时有杏仁、樱桃香味
2-乙酰基吡咯	0.874	1.352*	54.6	1.620*	85.3	呈面包香气
苯乙酮	1.09	1.452*	33.1	1.692*	55.2	有甜香气味,使联想起橙花的气味
苯乙醇	0.627	0.945*	50.7	1.180*	88.2	具有柔和、愉快而持久的玫瑰香气
乙基环戊烯醇酮	2.117	4.390*	107.4	4.825*	127.9	呈槭树、焦糖、烟熏和咖啡似香气
异佛尔酮	0.23	0.447*	94.3	0.430*	87.2	有樟脑样气味
巨豆三烯酮	20.362	30.456*	49.6	23.966*	17.7	具有烟草甘甜香气;改善烟香,柔和丰满,掩盖杂味,增进吃味
3-甲基吡啶	4.796	6.664*	39.0	4.904*	2.3	稀释后有愉快的花香味
二氢猕猴桃内酯	2.647	6.318*	138.7	3.215*	21.4	带有香豆素样香气,并有麝香样气息
肉豆蔻酸	2.475	4.086*	65.1	2.556*	3.3	增香剂
邻苯二甲酸二异丁酯	5.617	9.992*	77.9	7.500*	33.1	微有芳香气味
棕榈酸	5.783	11.421*	97.5	21.295*	268.3	具有特殊香气和滋味
总量	81.855	135.007	64.9	138.608	69.3	

注:表中含量值为3组平行试验的平均值,加\*者显著性 $P \leq 0.05$ .

改善起到积极作用,整个燃吸过程中生成的烟气成分的具体增减机理尚待进一步深入研究.

### 3 结论

以茶叶为添加物,采用涂布的方式,制成含不同比例茶叶的再造烟叶,将其加入叶组制成卷烟样品.用吸烟机捕集卷烟烟气,收集主流烟气的总粒相物,用同时蒸馏萃取法(SDE)对收集烟气粒相物的剑桥滤片进行萃取,并用GC-MS定性、定量分析烟气化学成分.结果表明,与对照样相比,添加10%,14%茶叶的烟样主要香气成分总量分别增加64.9%,69.3%;各香气物质均有不同程度的增加,其中甲基环戊烯醇酮、苯甲醇、苯乙醛、乙基环戊烯醇酮和异佛尔酮等在2个实验烟样中的含量增加量

均在80%以上;随着茶叶添加量的增加,测得烟气中主要香气成分总量呈增加趋势,各香气成分含量也随着增加,对烟香的改善起到积极作用.

### 参考文献:

- [1] 朱永兴.茶的功效及运用[J].中国茶叶加工,2010(3):43.
- [2] 姚二民,张峻松,梁永林.茶叶对降低吸烟危害的应用研究[J].茶叶科学,2009,29(2):127.
- [3] 张春花,单治国,袁文侠,等.不同有益菌固态发酵对普洱茶香气成分的影响研究[J].茶叶科学,2010,30(4):251.
- [4] 王能如,李章海,王东胜,等.我国烤烟主体香味成分研究初报[J].中国烟草科学,2009,30(3):1.

# 发酵肺形侧耳胞外多糖的成分分析及在卷烟中的应用

许春平<sup>1</sup>, 史超文<sup>2</sup>, 毛多斌<sup>1</sup>

(1. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450001;

2. 河南农业大学 生命科学学院, 河南 郑州 450002)

**摘要:**对肺形侧耳用5 L发酵罐进行发酵培养,提取发酵液中的胞外多糖脱蛋白后通过 Sepharose CL-6B 凝胶柱对其进行纯化得到了一个多糖组分.经过红外光谱技术对该多糖成分进行结构分析可知:该多糖是一种富含葡萄糖和甘露糖的酸性多糖.将精制的肺形侧耳胞外多糖以不同浓度注入到卷烟中,利用吸烟机捕集主流烟气颗粒物计算出肺形侧耳多糖在卷烟主流烟气中的转移率为1.26%~12.40%.将不同浓度的肺形侧耳精制多糖添加到卷烟空白配方中进行感官评吸实验,确定肺形侧耳粗多糖在卷烟中的最佳用量为0.04%.该多糖具有增加卷烟香气量、增强回甜感、提高主流烟气细腻度、掩盖杂气等作用.

**关键词:**肺形侧耳;胞外多糖;红外光谱技术;转移率;感官评价

**中图分类号:**TS45 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.010

## Analysis of exopolysaccharides from fermented *Pleurotus pulmonarius* and its application in cigarette

XU Chun-ping<sup>1</sup>, SHI Chao-wen<sup>2</sup>, MAO Duo-bin<sup>1</sup>

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

2. College of Life Science, He'nan Agriculture University, Zhengzhou 450002, China)

**Abstract:** *Pleurotus pulmonarius* was cultivated in a 5 L stirred-tank reactor, and exopolysaccharides (EPS) were extracted from fermentation broth. After EPS was deproteinized by Sevag method, one group of EPS was obtained from the culture filtrates by gel filtration chromatography on Sepharose CL-6B. FT-IR spectroscopy was used for obtaining vibrational spectra of the purified EPS fraction. Polysaccharide is acidic polysaccharides, mainly consist of glucose and mannose. Different concentrations of EPS from *Coriolus versicolor* were injected in cigarettes, and calculated the transfer rates. The results showed that the transfer rate of EPS in gas in the range of 1.26%~12.40% and the adding 0.04% EPS could improve the quality, increase the amount of aroma, enhanced sense of sweet, raise sophistication and cover the smoking foreign gas. The results provided a strong support for the application of EPS in cigarette industry.

**Key words:** *Pleurotus pulmonarius*; exopolysaccharide; FT-IR spectroscopy; transfer rate; sensory evaluation

## 0 引言

真菌胞外多糖是从真菌发酵液中分离出来的一种代谢产物,它是能够调节细胞分裂和分化、调控细胞生长衰老的一类活性多糖<sup>[1]</sup>。以往真菌多糖基本都是由真菌子实体通过水提醇沉得到,但是通过发酵作用提取胞外多糖可实现大批量生产,是现在生产真菌多糖的重要途径<sup>[2]</sup>。目前,已经有很多真菌多糖应用于临床上,具有降血压、降血糖、抗氧化、抗肿瘤及免疫调节等疗效,并被开发成为多种功能性食品添加剂<sup>[3]</sup>。卷烟品质的提高是人们关注的重点。其中,糖类是研究加香时很重要的一种物质<sup>[4]</sup>,比如糖类裂解产物或衍生物的加香效果。还原糖与氨基酸经 Maillard 反应能形成多种香气物质,掩盖其他物质产生的杂气。燃吸卷烟时,多糖物质的热解产物呈酸性,可以与主流烟气中的碱性物质起中和作用<sup>[5]</sup>。

肺形侧耳(*Pleurotus pulmonarius*)属于伞菌目、侧耳科,俗名小平菇。其子实体水提取物试验抗癌,对小鼠肉瘤 S—180 及艾氏癌的抑制率分别为 90% 和 100%<sup>[6]</sup>。目前还没发现有关发酵肺形侧耳胞外多糖应用于卷烟的研究。本文拟对发酵肺形侧耳胞外多糖进行发酵提取及分离纯化,通过红外光谱技术对精制肺形侧耳胞外多糖进行结构上的分析,并对其在卷烟中的转移率及感官评价进行研究。

## 1 实验

### 1.1 材料

材料:肺形侧耳菌株为本实验室保藏菌种;单料烟丝:云南宣威 HC1F;散花成品烟:质量 0.83 g,烟支规格 84 mm × 24.5 mm,滤嘴长 30 mm,烟支吸阻 1 050 Pa。试剂:正丁醇,天津市富宇精细化工有限公司产;浓硫酸,乙醇,烟台市双双化工有限公司产;氯仿,东营市隆兴化工有限责任公司产;氯化钠,上海艾希尔化工有限公司产。均为分析纯。

### 1.2 设备

Minifors 5 L 搅拌式发酵罐,瑞士 Infors 公司产;CXG—1 电脑恒温层析柜,上海青浦沪西仪器厂产;Waters 2487 紫外检测器,美国 Water 公司产;Tensor 27 红外光谱仪,德国 Bruker 公司产;RE—52AA 旋转蒸发器,上海亚荣生化仪器厂产;LM5 + 吸烟机,德国 Borgwaldt 产;UV1700PC 紫外可见分光光度计,中国 Phenix 产;Mettler 4E200 电子分析天平,上海沛欧分析仪器有限公司产;CF16RX II 日立离心

机,日本 Hitachi 产。

### 1.3 实验方法

**1.3.1 肺形侧耳粗多糖的发酵、提取** 肺形侧耳多糖发酵条件:木糖 6% (w/v),大豆粉 0.6% (w/v), $K_2HPO_4$  和  $MgSO_4$  3 mmol/L, pH = 5,温度为 25 °C,5 L 发酵罐(装液量 3 L),转速为 160 r/min,发酵周期为 8 d。肺形侧耳发酵结束以后,通过抽滤法将菌丝和发酵液分离,加入 4 倍乙醇沉出多糖,静置后用离心机以 10 000 r/min 离心 10 min,弃上清,保留沉淀物<sup>[7]</sup>。将沉淀物溶解后用 Sevag 法除去蛋白<sup>[8]</sup>,经过真空冷冻干燥后得到肺形侧耳胞外多糖。

**1.3.2 肺形侧耳粗多糖的纯化** 称取 50 mg 肺形侧耳胞外多糖溶于 5 mL 的 0.2 mol/L 的 NaCl 溶液中,溶液用 0.45 μm 的滤膜过滤;取 3 mL 用 Sepharose CL—6B 凝胶柱层析,洗脱液为 0.2 mol/L NaCl 溶液,流速为 0.8 mL/min,利用自动收集器收集,5 min/管,即每管 4 mL;用硫酸—苯酚法对收集到的溶液中的多糖进行检测,结果只检测到 1 种组分。将收集得到的多糖组分再用旋转蒸发仪浓缩到 10 mL,用透析袋透析 72 h 除去多糖溶液中的 NaCl (透析袋分子量 8 000 ~ 14 000 Da),其间每隔 8 h 换 1 次蒸馏水,最后将透析过的精制胞外多糖真空冷冻干燥以备后续试验使用。

### 1.3.3 精制肺形侧耳胞外多糖红外光谱结构分析

称取真空冷冻干燥得到的肺形侧耳精制胞外多糖组分 1 mg,将其与少量干燥的溴化钾混合研成粉末后装入压片模具中,压片后置于红外样品架上进行红外光谱检测。

### 1.3.4 测定精制肺形侧耳胞外多糖在主流烟气中的转移率

取不同体积的精制胞外多糖储备液加蒸馏水补齐至 0.5 mL 注射到烟中,得到多糖添加量分别为 0.15 mg/支(烟丝质量的 0.02%),0.30 mg/支(烟丝质量的 0.04%),0.45 mg/支(烟丝质量的 0.06%),0.60 mg/支(烟丝质量的 0.08%),0.75 mg/支(烟丝质量的 0.10%)的烟支,空白对照为每支烟注射 0.5 mL 蒸馏水,每种注射 10 支。而后将处理好的烟支放入恒温(温度 22 °C)恒湿(湿度 60%)箱中平衡 48 h,剑桥滤片也在相同的条件下平衡 48 h。用吸烟机对处理好的烟支进行抽吸,将抽吸后的剑桥滤片放入含有 50 mL 无水乙醇的 250 mL 锥形瓶中,超声 1 h,弃去乙醇,然后加入 50 mL 无水乙醇超声 0.5 h,弃去乙醇,再加入 50 mL 蒸馏水超声 2 次,每次 1 h,将 2 次所得滤液合并,最

后用硫酸-苯酚法<sup>[9]</sup>测定多糖含量.根据公式计算肺形侧耳在主流烟气中的转移率<sup>[10]</sup>.

$$\text{转移率} = (\text{实验组剑桥滤片上多糖量} - \text{对照组剑桥滤片上多糖量}) / \text{多糖添加量}$$

**1.3.5 精制肺形侧耳胞外多糖在卷烟中的感官评价** 称取云南宣威 HC1F 单料烟丝 4 份, 10 g/份; 然后取不同浓度精制胞外多糖溶液 0.5 mL, 用微型喷雾器均匀地喷洒在各组烟丝上, 使胞外多糖含量分别达到烟丝质量的 0.00%, 0.02%, 0.04%, 0.06%, 0.08%. 将加入多糖的烟丝制备卷烟, 质量为 0.83 g; 然后放入恒温(温度 22 ℃)恒湿(湿度 60%)箱中平衡 48 h. 平衡好后请卷烟感官评吸小组进行评吸, 评价指标分为香气特性、口感特性和主流烟气特性 3 个方面: 香气特性包括香气量、香气质、杂气 3 个方面; 口感特性包括残留、回甜、刺激性; 主流烟气特性包括细腻程度<sup>[11]</sup>. 确定肺形侧耳胞外多糖在卷烟中的最适添加量.

## 2 结果与讨论

### 2.1 肺形侧耳胞外多糖的提取与分离纯化

通过醇提法提取肺形侧耳发酵液中的胞外多糖, 经过除蛋白处理后, 上 Sepharose CL-6B 凝胶柱, 并分步收集. 用硫酸-苯酚法测每管的多糖含量, 用 Sigmaplot 软件作图, 横坐标为管数, 纵坐标为每管溶液在 490 nm 处的吸光度值, 如图 1 所示.

重复过 Sepharose CL-6B 层析柱 6 次, 每次都对过柱后的溶液进行检测, 检测结果相同. 由图 1 可以看出肺形侧耳胞外多糖主要含有一种多糖, 虽然除了 31 管至 40 管这个大峰以外有一些小峰, 可能是检测时的误差或是一些杂多糖引起的, 不影响对实验结果的分析. 将 6 次得到的多糖组分浓缩收集, 经过冷冻干燥得到精制胞外多糖.

### 2.2 精制胞外多糖红外光谱结果分析

对精制发酵肺形侧耳胞外多糖进行红外光谱检测得到红外光谱图, 对红外光谱图的解析结果如表 1 所示. 其谱图分析如下: 从肺形侧耳多糖红外光谱图特征吸收波数可知, 在 3 573  $\text{cm}^{-1}$  有一特征峰, O—H 的伸缩振动在 3 600 ~ 3 200  $\text{cm}^{-1}$  出现一宽峰, 在该糖中应存在—OH; 在波数 2 967  $\text{cm}^{-1}$  处有一特征峰, 是 C—H 键的伸缩振动, 是糖类的特征吸收; 多糖在 1 646  $\text{cm}^{-1}$  为 C=O 非对称伸缩振动, 在

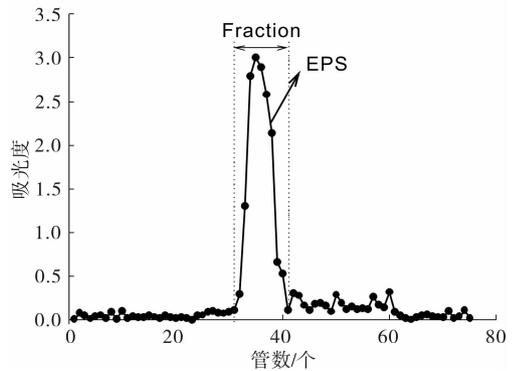


图 1 肺形侧耳胞外多糖过 Sepharose CL-6B 凝胶柱结果

1 646  $\text{cm}^{-1}$  和 1 085  $\text{cm}^{-1}$  左右存在吸收峰, 说明有羧酸存在, 为酸性多糖; 在 955.3  $\text{cm}^{-1}$  处有一特征峰, 说明有  $\beta$ -葡萄糖醛酸苷结构的存在; 在 796  $\text{cm}^{-1}$  处存在吸收峰, 为甘露糖结构. 综上所述, 该精制多糖可能是一种富含葡萄糖和甘露糖的酸性多糖.

### 2.3 精制肺形侧耳胞外多糖在主流烟气中的转移率

将不同浓度的精致多糖溶液用微型注射器注射到卷烟内, 经过吸烟机抽吸以后, 用硫酸-苯酚法测出卷烟主流烟气中的多糖含量, 并减掉对照组卷烟主流烟气中的多糖含量, 计算出精制肺形侧耳发酵胞外多糖在主流烟气中的转移率, 结果如图 2 所示.

由图 2 可知, 肺形侧耳胞外多糖在主流烟气中的转移率随着多糖添加量的增加而增大, 特别是胞外多糖添加量为 0.08% 时, 转移率明显增大, 直到多糖添加量到 0.10%, 转移率高达 12.4%. 而硬毛盖孔菌胞外多糖和云芝胞外多糖在添加量为 0.1% 时, 其转移率分别为 3.39% 和 3.82%<sup>[12-13]</sup>. 可以看出, 相比较其他真菌发酵胞外多糖而言, 肺形侧耳

表 1 精制肺形侧耳胞外多糖红外光谱分析结果

红外吸收 $\times 10^3 / \text{cm}^{-1}$	可能官能团	振动方式
3.57	氢键缔合的—OH	O—H 伸缩振动
3.28	—OH	O—H 伸缩振动
2.97	—CH <sub>2</sub> —	C—H 伸缩振动
2.36	—C=N—或—C=C—	伸缩振动
1.65	—COOH	
1.05	—OH 和 C—O—C	C—OH 和 C—O—C 糖苷键伸缩振动
0.95	$\beta$ -葡萄糖醛酸苷	
0.80	甘露糖的结构	

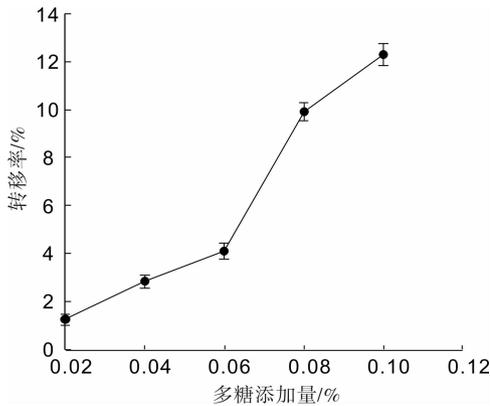


图2 精制肺形侧耳胞外多糖在卷烟主流烟气中的转移率

发酵胞外多糖在主流烟气的转移率相对较高。

#### 2.4 精制肺形侧耳发酵胞外多糖在卷烟中感官评吸

组织卷烟感官评吸小组对精制肺形侧耳胞外多糖在卷烟中添加实验进行评吸试验,结果见表2。

由表可知:当肺形侧耳胞外多糖添加量为0.04%

表2 精制肺形侧耳胞外多糖在卷烟中的感官评吸结果

用量/%	香气	刺激性	杂气	余味
0	香气量欠缺,香气质略显粗糙	刺激略明显,有炙舌感觉,喉部略不舒适	有杂气	余味尚舒适,余味较纯净
0.01	香气量增加,香气较细腻	刺激略减小,炙舌感减少,喉部舒适度增加	杂气略减轻	余味较舒适
0.02	香气细腻,香气的协调性较好	刺激减小,炙舌感减少	杂气减轻	余味舒适,有回甜感
0.04	香气细腻,香气量充足	刺激明显减小,炙舌感明显减少	杂气得到掩盖	余味纯净,甘甜生津
0.06	香气量充足,协调性较差	刺激进一步减少	杂气略有增加	比较舒适,回甜感较强
0.08	香气欠自然,协调性差	基本没有刺激	杂气明显增加	比较舒适,略有炙舌

#### 参考文献:

- [1] 孟庆虹,张守文.真菌多糖的研究进展[J].粮食与食品工业,2003(3):42.
- [2] 樊锦艳,王秋颖.食药真菌多糖的研究及开发利用[J].食品工业科技,2003(12):106.
- [3] 杜庆.食(药)用真菌多糖的研究进展[J].中国食物与营养,2011,17(5):75.
- [4] 郭振楚.糖类化学[M].化学工业出版社,2005.
- [5] 王凯,朱瑞芝,向能军,等.卷烟制品中糖类物质的热解研究进展[J].光谱实验室,2009(5):1289.
- [6] 周繇.中国长白山植物资源志[M].北京:中国林业出版社,2010.
- [7] 王永敏,祝文兴,安利国,等.蛹虫草胞外多糖的提取纯化及免疫活性研究[J].食品与药品,2009,11(3):8.
- [8] 齐慧玲,魏绍云,王继伦,等. Sevag 法去除蛋白及多糖中蛋白的研究[J].天津化工,2000(3):20.
- [9] Masuko T, Minami A, Iwasaki N, et al. Carbohydrate analysis by a phenol-sulfuric acid method in microplate format [J]. Analytical Biochemistry, 2005, 339 (1): 69.
- [10] 宋瑜冰,宗永立,谢剑平,等.一些酯类香料在卷烟中的转移研究[J].烟草科技,2005(6):22.
- [11] 姬小明,刘云,刘乐,等.5-木糖酯类衍生物的合成及其卷烟加香应用[J].科技导报 2010,21:68.
- [12] 王吉中,耿卢静,席攀攀,等.发酵产云芝胞外多糖的分析及其在卷烟中的应用[J].食品工业科技,2012(8):140.
- [13] 王吉中,杨琛琛,耿卢静,等.硬毛盖孔菌胞外多糖组分分析及其在卷烟烟气中的转移率[J].烟草化学,2012(6):52.

时,香气细腻、刺激明显减小、杂气得到掩盖、余味纯净.肺形侧耳发酵胞外多糖具有提高卷烟主流烟气饱满度和甜润度、增加烟香和回甜感、除杂和改善余味的作用。

### 3 结论

通过提取肺形侧耳发酵液中的多糖,对其进行分离纯化得到一种组分,将该组分用红外光谱技术进行分析,结果发现,其可能是1种富含葡萄糖和甘露糖的酸性多糖.把得到的肺形侧耳精制多糖根据不同浓度添加到卷烟中,其在卷烟中的转移率为1.26%~12.40%,比较其他真菌胞外多糖在卷烟中的转移率发现,转移率相对较高.将不同浓度的肺形侧耳精制多糖添加到卷烟空白配方中进行感官评吸实验,确定肺形侧耳粗多糖在卷烟中的最佳用量为0.04%.肺形侧耳胞外多糖具有增加香气量、提高主流烟气细腻度、增强回甜感、减轻杂气等作用。

# 取样量、取样次数对烟丝混合均匀性检测的影响

刘栋<sup>1</sup>, 陈越立<sup>1</sup>, 李华杰<sup>2</sup>, 罗登炎<sup>2</sup>, 堵劲松<sup>3</sup>, 罗登山<sup>3</sup>

- (1. 广东中烟工业有限责任公司 技术中心, 广东 广州 510385;  
2. 福建中烟工业有限责任公司 技术中心, 福建 厦门 361004;  
3. 郑州烟草研究院 烟草行业烟草工艺重点实验室, 河南 郑州 450001)

**摘要:**利用烟丝密度的差异,以CO<sub>2</sub>膨胀烟丝作为示踪物,采用外加示踪物的均匀度作为反映混合物整体混合效果评价方法,测定了某牌号成品烟支中配方烟丝的混合效果,考察取样量和取样次数对混合均匀性检测的影响.结果表明:1)随着取样量(烟支数)的增加,烟支样品中膨胀烟丝含量的均值逐渐趋于稳定,标准偏差逐渐减小并趋于稳定;不同取样量样本中膨胀烟丝含量的方差整体差异显著,但当取样量增加到90g时,膨胀烟丝含量的方差不随取样量的继续增大而变化;当取样量>30g时,成品烟支中配方烟丝的膨丝含量均值无显著差异.2)任意取样量的条件下的不同取样次数样品中膨胀烟丝含量的方差整体无显著性差异;当取样次数大于10次时,样品膨胀烟丝含量均值与取样次数55次的比较基准样本无显著性差异.

**关键词:**烟丝;取样量;取样次数;混合效果;均匀性检测

**中图分类号:**TS452 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.011

## Influence of sampling volume and frequency on the mixing uniformity test of cut filler

LIU Dong<sup>1</sup>, CHEN Yue-li<sup>1</sup>, LI Hua-jie<sup>2</sup>, LUO Deng-yan<sup>2</sup>, DU Jin-song<sup>3</sup>, LUO Deng-shan<sup>3</sup>

(1. Technology Center, China Tobacco Guangdong Industrial Co., Ltd., Guangzhou 510385, China;

2. Technology Center, China Tobacco Fujian Industrial Co., Ltd., Xiamen 361004, China;

3. Key Laboratory of Tobacco Processing Technology, Zhengzhou Tobacco Research Institute, Zhengzhou 450001, China)

**Abstract:** Based on the density differences of cut filler, a cut fillers homogeneity method which using CO<sub>2</sub> expanded tobacco as the tracer was used to analyze the influence of sampling volume and frequency on the mixing uniformity of cut filler in cigarettes statistically. The results showed that: 1) the mean of CO<sub>2</sub> expanded tobacco content in cigarette samples tended towards stability gradually while the standard deviation decreased and tended towards stability gradually with the increase of the sampling volume. The variance of expanded tobacco content showed significant difference when selecting the whole sampling volume as a group, and the variance of expanded tobacco content had not significant difference among the more than

**收稿日期:**2012-11-23

**作者简介:**刘栋(1985—),男,河南省郑州市人,广东中烟工业有限责任公司工程师,主要研究方向为卷烟配方、烟草工艺.

**通信作者:**堵劲松(1970—),男,河南省开封市人,郑州烟草研究院研究员,主要研究方向为烟草工艺.

90 g sampling amount group, while the mean of expanded tobacco content showed no obvious difference when the sampling amount is greater than 30 g. 2) The variance of expanded tobacco content in cigarette samples had not significant difference between each number of samples group while the mean of expanded tobacco content had not significant difference with the sample of 55 sampling number group when the sampling number reached 10.

**Key words:** cut filler; sampling volume; sampling frequency; mixing effect; uniformity test

## 0 引言

混合通常是指将不同物理和化学性质的固体物料在空间分布均匀的过程. 烟草的加工过程中也存在多处混合过程, 烟草物料的混合效果是影响卷烟产品物理和感官质量的重要因素<sup>[1]</sup>. 在一定的混合效果评价条件下, 影响混合均匀性测定结果准确度的主要因素是取样量和取样次数. 取样量是重要的检测尺度, 若检测尺度很大, 包括生产线上所有的产品, 那么其混合均匀度检测准确性最佳; 如果检测尺度很小, 仅包含单一颗粒, 那么其检测准确性最差<sup>[2]</sup>. 所以, 应尽可能保证取样量接近于最终产品的量, 当研究目的为比较某一工序混合前后均匀度变化情况时, 取样量应保证前后对应; 当试验或检测手段无法达到较小的检测尺度时, 需根据实际情况确定这一变量. 取样次数由该试验所能允许的误差决定, 取样次数越多, 结果越能代表总体. 但由于受到多种因素的限制, 其取值不可能很大, 一般认为取样次数 $\geq 30$ 时, 样本的统计量基本可以代表总体, 可通过统计方法合理减少取样次数<sup>[3]</sup>. 目前, 通过统计方法研究取样量、取样次数对烟丝混合均匀性检测结果的影响尚未见文献报道.

本文拟利用烟丝密度的差异, 以  $\text{CO}_2$  膨胀烟丝作为示踪物, 用外加示踪物的均匀度反映混合物整体混合效果<sup>[4]</sup>作为烟丝混合均匀性评价方法, 研究不同取样量和取样次数条件下某牌号成品烟支中配方烟丝的混合效果.

## 1 实验

### 1.1 材料与设备

**1.1.1 材料** 正己烷, 环己烷 (AR), 西陇化工股份有限公司产;  $\text{CO}_2$  膨胀烟丝、配方叶丝、梗丝, 福建中烟生产; 福建中烟某牌号配方烟丝 (组成为滚筒干燥叶丝、气流干燥叶丝和  $\text{CO}_2$  膨胀烟丝,  $\text{CO}_2$  膨胀烟丝掺配比例 11%) .

**1.1.2 设备** Retsch AS400 筛分仪, 德国 Retsch 公

司产, 筛网孔径为: 8.00 mm, 6.70 mm, 5.60 mm, 4.75 mm, 4.00 mm, 3.35 mm, 2.80 mm, 2.00 mm, 1.40 mm 和 0.71 mm; PL3001—S 型电子天平 (感量: 0.01 g), PG603—S 型电子天平 (感量 0.000 1 g), 瑞士 Mettler Toledo 公司产; LC—233 烘箱, Espec 环境仪器 (上海) 有限公司产; UltraPYC 1200e 全自动真密度分析仪, 美国 Quantachrome 公司产. 龙岩烟草工业有限责任公司制丝生产线: 叶片垂直分切机, TB—S 2000 回潮加料机, SJ 1521 型加料机, A1 型切丝机, KLD 2—3 型两段式烘丝机, SJ 237B 型加香机, PROTOS 1—8 型卷烟机; WPL10 型喂料机, BWE 型电子称, ZGC 型输送振槽, DPH 型输送皮带, 风送设备, GPT25D 型烟片预配柜、配叶贮叶柜, GPT30D 型烟丝混配柜.

### 1.2 方法

**1.2.1 示踪物的选择** 示踪物的选择对于混合均匀性评价的准确性至关重要, 示踪物的选择需满足特定的原则<sup>[5]</sup>. 对烟草物料而言, 从产品质量的角度来考虑, 其他行业所使用的示踪物如  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$ , 炭黑,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{KNO}_3$ ,  $\text{NaCl}$ , 铁粉, 有色染料等不宜在烟草加工中使用, 理想的示踪物应是其配方中的组分之一. 相比于其他性质差异, 粒径差异是引起示踪物与物料主体分离的主要因素<sup>[6]</sup>. H. Campell 等<sup>[7]</sup>指出当颗粒密度比  $< 3:1$  时, 颗粒的粒径差异对分离的作用更显著. 因此, 选用  $\text{CO}_2$  膨胀烟丝作为示踪物, 通过比重法测定其在配方烟丝中的含量, 其在试验中不会造成显著的分层作用, 且不会造成原料的浪费.

**1.2.2 示踪物的检测方法** 选用英美烟草公司和郑州烟草研究院<sup>[8-9]</sup>使用的漂浮分离法作为配方中膨胀烟丝比例的检测方法, 在不同样品测试量 (2 g, 10 g, 50 g, 100 g, 200 g) 条件下, 分别将含有 1%, 5% 和 10%  $\text{CO}_2$  膨胀烟丝的配方烟丝放入分离液 (分离液为环己烷与乙酸乙酯按照体积比 2:1 配制而成). 充分搅拌静置待其完全分层后, 取出上层膨胀丝和下层配方烟丝, 分别放入烘箱烘干至恒重

后<sup>[10]</sup>称量得  $M_1$  和  $M_2$ , 计算得到实测的膨胀烟丝比例  $x = M_1 / (M_1 + M_2) \times 100\%$ , 每个比例测定 20 次.

**1.2.3 取样量、取样次数对均匀性检测的影响** 本试验烟支取样量(烟支数)分别为 3 支、15 支、45 支、75 支、105 支、135 支、165 支、195 支和 225 支(对应配方烟丝质量近似为 2 g, 10 g, 30 g, 50 g, 70 g, 90 g, 110 g, 130 g 和 150 g), 每个取样量分别抽样 55 次. 统计分析主要包括试验数据的正态性检验、方差齐性检验(Levene 检验)、方差分析和  $t$  检验.

## 2 结果与讨论

### 2.1 示踪物检测方法的准确度

不同样品测试量和不同膨胀烟丝比例条件下漂浮分离法的准确度结果见表 1. 由表 1 可知, 漂浮分离法在不同条件下的实测值与理论值均值绝对偏差在 0.1% 以内, 精密度范围为 0.11% ~ 0.21%.

### 2.2 取样量、取样次数对烟丝混合效果均匀性检测的影响

不同取样量烟支样品中配方烟丝的膨胀烟丝含量统计分析如图 1 所示. 由图 1 可看出, 当取样量大于 30 g 时膨丝含量的均值基本一致; 膨胀烟丝含量的标准偏差和变异系数随取样量的增加而减小并趋于稳定. 这说明取样量越小越能反映出烟丝混合物内部的不均匀性, 取样量增大到一定值时样本的均值和方差不随取样量的增大而改变.

**2.2.1 数据正态性检验** 通过对测试结果的数据分析, 在 95% 的置信水平下, 各取样量条件下取样 55 次时膨胀烟丝含量数据均近似服从正态分布 ( $P > 0.05$ ); 随着取样量的增大, 烟支样品中膨胀烟丝含量逐渐接近于同一个正态总体, 结果见图 2.

### 2.2.2 取样量对烟丝混合效果均匀性检测的影响

对 2 ~ 150 g 取样量样本整体进行 Levene 方差齐性检验 ( $\alpha = 0.05$ ), 检验统计量  $F = 23.49$ ,  $P < 0.0001$ , 不同取样量样本中膨胀烟丝含量的方差整体差异显著.

进一步将不同取样量样本进行分组比较组内样本方差整体的相等性, 研究方差齐性与取样量的关系, Levene 方差齐性检验结果见表 2. 由表 2 可知, 取样量在 10 ~ 50 g, 70 ~ 110 g, 90 ~ 130 g, 110 ~ 150 g, 这 4 个取样量分组内样本的方差无显著差异, 且 90 ~ 150 g 区间内测试结果的方差整体无显著差异.

表 1 漂浮分离法的准确度

样品测试量/g	膨丝添加比例/%	实测膨丝比例(均值)/%	标准偏差/%	变异系数/%
2	1	1.0	0.11	11.0
	5	5.0	0.13	2.6
10	10	10.0	0.14	1.4
	1	1.0	0.12	12.0
50	5	5.0	0.14	2.8
	10	10.0	0.16	1.6
100	1	1.0	0.12	12.0
	5	5.0	0.15	3.0
200	10	10.0	0.16	1.6
	1	1.0	0.14	14.0
150	5	5.0	0.20	4.0
	10	9.9	0.21	2.1

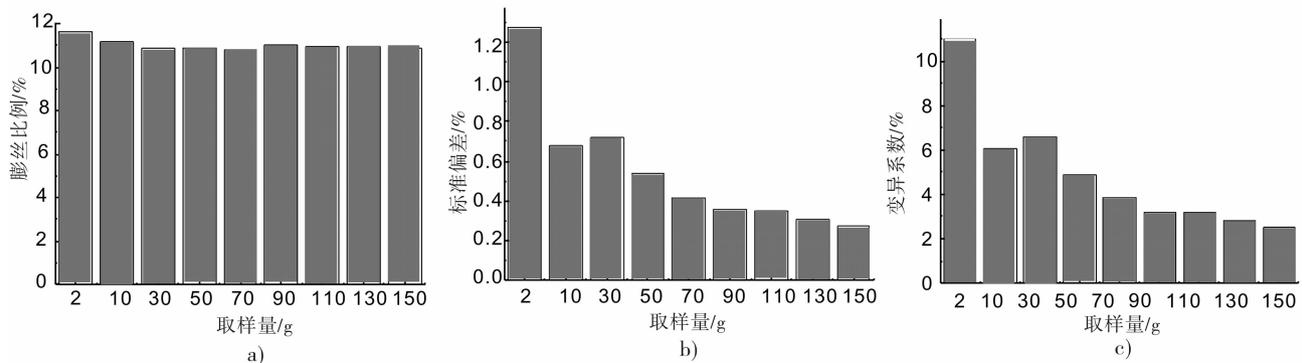


图 1 不同取样量烟支样品中配方烟丝的膨胀烟丝含量均值和标准偏差

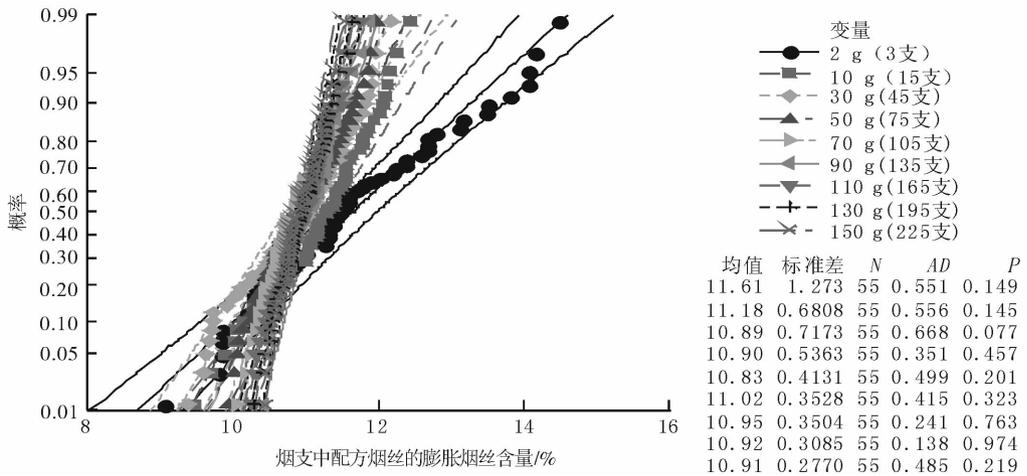


图2 不同取样量烟支中配方烟丝的膨胀烟丝含量正态分布概率

表2 不同取样量分组样本的方差齐性检验

取样量分组	检验统计量 (F 值)	P 值	差异显著性
2 g, 10 g, 30 g	14.57	<0.000 10	显著
10 g, 30 g, 50 g	2.22	0.11	不显著
30 g, 50 g, 70 g	9.26	0.000 20	显著
50 g, 70 g, 90 g	8.27	0.000 40	显著
70 g, 90 g, 110 g	1.05	0.35	不显著
90 g, 110 g, 130 g	1.11	0.33	不显著
110 g, 130 g, 150 g	2.08	0.13	不显著
70 g, 90 g, 110 g, 130 g, 150 g	3.17	0.014	显著
90 g, 110 g, 130 g, 150 g	1.94	0.12	不显著

采用秩和检验比较不同取样量样本的均值的相等性 ( $\alpha=0.05$ ), 结果见表3. 由表3可知, 取样量在30 g以上时膨胀烟丝含量的均值无显著差异.

表3 秩和检验结果

因素	卡方检验统计量 ( $\chi^2$ )	P 值	差异显著性
2 ~ 150 g	35.823 2	<0.000 1	显著
10 ~ 150 g	21.037 9	0.003 7	显著
30 ~ 150 g	6.622 1	0.357 2	不显著

### 2.2.3 取样次数对烟丝混合效果均匀性检测的影响

在显著性水平  $\alpha=0.05$  条件下, 对所有取样量的取样次数10次、20次、30次、40次、50次、55次的样本整体进行 Levene 方差齐性检验, 其差异显著性均为不显著, 检验结果见表4. 由表4可知:  $\alpha=0.05$  条件下, P 值远大于0.05, 即不同取样次数样品中膨胀烟丝含量的方差整体无显著性差异.

在显著性水平  $\alpha=0.05$  条件下, 以各个取样量的取样次数55次样本为比较基准, 将各个取样量

表4 取样量2~150 g、不同取样次数样本的方差齐性检验

取样量	检验统计量 (F 值)	P 值
2 g	0.25	0.98
10 g	1.22	0.301 2
30 g	0.68	0.642 5
50 g	0.39	0.85
70 g	0.04	0.99
90 g	0.28	0.92
110 g	1.15	0.34
130 g	0.36	0.88
150 g	0.15	0.98

的不同取样频次样本与各自比较基准分别进行双样本等方差 t 检验, 比较样本间均值的差异, 其差异均为不显著, 分析结果见表5. 由表5可以看出: 在任意取样量的条件下, 取样次数 > 10 次时, 样品膨胀烟丝含量均值与基准比较无显著性差异, 即对于烟丝混合均匀性的评价取样次数 > 10 次即可.

根据上述试验结果, 在同样生产条件下, 对同牌号不同生产批次的烟支样品进行取样量、取样次数的验证试验, 将所得样本分析结果与前述结果进行对比, 证明试验结果在批间具有稳定性.

## 3 结论

以卷烟配方中的常用组分  $\text{CO}_2$  膨胀烟丝作为示踪物, 以示踪物的均匀性反映配方烟丝的混合效果, 测定了不同取样量和取样次数条件下某牌号成品烟支中配方烟丝的混合均匀性, 并用正态性检验、方差齐性检验、方差分析和 t 检验等统计方法研

表5 不同取样次数的双样本成组  $t$  检验分析表

比较基准样	比较样	差值估计	$P$ 值
2 g-55 次	2 g-10 次	0.003 3	0.45
	2 g-20 次	0.001 3	0.69
	2 g-30 次	0.000 7	0.81
	2 g-40 次	0.000 2	0.94
	2 g-50 次	0.000 4	0.88
10 g-55 次	10 g-10 次	0.004	0.077
	10 g-20 次	0.004	0.059
	10 g-30 次	0.000 96	0.53
	10 g-40 次	0.000 56	0.69
	10 g-50 次	0.000 2	0.90
30 g-55 次	30 g-10 次	0.003	0.18
	30 g-20 次	0.003	0.13
	30 g-30 次	0.000 54	0.74
	30 g-40 次	0.000 2	0.88
	30 g-50 次	0.000 009 1	0.99
50 g-55 次	50 g-10 次	0.003	0.13
	50 g-20 次	0.002	0.11
	50 g-30 次	0.000 63	0.61
	50 g-40 次	0.000 1	0.91
	50 g-50 次	0.000 067	0.95
70 g-55 次	70 g-10 次	0.001	0.32
	70 g-20 次	0.001	0.26
	70 g-30 次	0.000 29	0.75
	70 g-40 次	0.000 009 1	0.99
	70 g-50 次	0.000 1	0.93
90 g-55 次	90 g-10 次	0.002	0.14
	90 g-20 次	0.001	0.14
	90 g-30 次	0.000 42	0.60
	90 g-40 次	0.000 1	0.91
	90 g-50 次	0.000 1	0.88
110 g-55 次	110 g-10 次	0.000 85	0.47
	110 g-20 次	0.000 65	0.46
	110 g-30 次	0.000 21	0.78
	110 g-40 次	0.000 3	0.70
	110 g-50 次	0.000 1	0.91
130 g-55 次	130 g-10 次	0.0001	0.19
	130 g-20 次	0.000 1	0.20
	130 g-30 次	0.000 17	0.80
	130 g-40 次	0.000 2	0.70
	130 g-50 次	0.000 2	0.78
150 g-55 次	150 g-10 次	0.000 83	0.39
	150 g-20 次	0.000 78	0.29
	150 g-30 次	0.000 13	0.84
	150 g-40 次	0.000 2	0.73
	150 g-50 次	0.000 2	0.75

究了取样量和取样次数对烟丝混合均匀性检测结果的影响,结论如下:1)在试验范围内,随着取样量(烟支数)的增加,烟支样品中膨胀烟丝含量的均值逐渐趋于稳定,标准偏差逐渐减小并趋于稳定;不同取样量样本中膨胀烟丝含量的方差整体差异显著,但当取样量增加到 90 g 时,膨胀烟丝含量的方差不随取样量的继续增大而变化;当取样量 > 30 g 时,成品烟支中配方烟丝的膨丝含量均值无显著差异。2)在试验范围内,任意取样量的条件下的不同取样次数样品中膨胀烟丝含量的方差整体无显著性差异;当取样次数大于 10 次时,样品膨胀烟丝含量均值与比较基准无显著性差异。

精细化加工、特色工艺和分组加工工艺的广泛实施要求行业不断加大对烟叶、烟丝混合的研究力度。通过借鉴和参考其他行业思路和先进的研究方法,探索烟草物料混合时对流、剪切、扩散 3 种混合机理的作用方式和混合设备结构、工艺条件、物料物理性质与来料组成的稳定性等方面对混合效果的影响,科学合理地确定取样方式,将有助于烟草加工过程中固体的混合达到更好的混合效果与更高的混合效率。

#### 参考文献:

- [1] 刘岷. 烟草加工中固体物料混合的探讨[J]. 烟草科技, 2002(7):6.
- [2] Venables H J, Wells J I. Powder mixing[J]. Drug Development and Industrial Pharmacy, 2001, 27(7):599.
- [3] 吴梅村. 数理统计学基本原理和方法[M]. 成都:西南财经大学出版社, 2006.
- [4] 刘栋, 罗登炎, 李华杰, 等. 固体混合研究现状及在烟草加工中的应用展望[J]. 中国烟草学报, 2011(3):15.
- [5] 毛在砂, 陈家镛. 化学反应工程学基础[M]. 北京:科学出版社, 2004.
- [6] Paul E L, Atiemo-Obeng V A, Kresta S M. Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice[M]. New Jersey: John Wiley and Sons Inc, 2004: 906-909.
- [7] Campell H, Bauer W C. Cause and cure of demixing in solid-solid mixers[J]. Chemical Engineering, 1966, 73:179.
- [8] 刘栋, 李华杰, 罗登炎, 等. 滚筒加工设备烟丝停留时间分布的测定方法[J]. 烟草科技, 2011(5):1.
- [9] 郑州烟草研究院. 一种测定叶丝中膨胀烟丝掺用比例的方法[P]. 中国:200610018051.2, 2009-05-27.
- [10] YC/T 31—1996, 烟草及烟草制品水分的测定烘箱法[S].

# 聚酰亚胺封装体性质预测

杨红军<sup>1</sup>, 屈芳升<sup>2</sup>, 杨坤<sup>1</sup>

(1. 郑州轻工业学院 技术物理系, 河南 郑州 450002;

2. 河南职业技术学院 物理系, 河南 郑州 450046)

**摘要:**利用 MS 3.0 软件构造了 7 种聚酰亚胺(PI)封装体,对其进行了一系列的几何优化、能量优化与分子动力学优化,通过 MS 3.0 软件的分析模块对 PI 封装模型的非晶型结构、元胞参数、最终密度、内聚能密度及溶度参数进行预测,结果显示:PI 封装体的密度基本相同,最大误差为 1.9%;比初始密度减小了 11.5%;溶度参数小于 PI 的理论值;在分子动力学优化过程中,键长与键角基本不发生变化;径向分布函数表明 PI 聚集态是一种近程有序、远程无序的非晶型结构,已经非常接近于实际的 PI 薄膜材料,可以用于进一步的模拟与计算.

**关键词:**聚酰亚胺;分子模拟;封装体

**中图分类号:** O631.1    **文献标志码:** A    **DOI:** 10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.012

## Properties prediction of polyimide packaging body

YANG Hong-jun<sup>1</sup>, QU Fang-sheng<sup>2</sup>, YANG Kun<sup>1</sup>

(1. *Department of Technology and Physics, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China;*

2. *Department of Physics, He'nan Polytechnic, Zhengzhou 450046, China)*

**Abstract:** Seven packaging bodies of PI have been designed and a series of geometric optimization, energy optimization and molecular dynamics optimization of which is carried out by MS 3.0 software. The amorphous structure, parameters of cell, final density, cohesive density and solution parameter of PI packaging bodies are predicted by the analysis module of MS 3.0 software. The results of simulation illustrated that the density of PI packaging bodies is similar and the maximum error is 1.9%, which reduces 11.5% than the first; The cohesive solution parameters are less than theoretic value of PI; In the process of molecule dynamics simulation, bond length and angle versus time are almost unchanged; The results of radial distribution function demonstrate that there is a amorphous structure of having short-range order but without long-range order for PI, which is close to real PI thin film and is used to further simulation and calculation.

**Key words:** polyimide(PI); molecular simulation; packaging body

## 0 引言

近年来,计算机模拟技术在高分子材料结构与

性能的研究中备受关注,分子模拟技术可以得到精确的晶态聚合物的理论模量,通过应用假设和优化模型可以成功地非晶态聚合物的宏观性质进行

收稿日期:2012-06-27

基金项目:郑州轻工业学院科研基金项目(2010XJJ007)

作者简介:杨红军(1980—),男,河南省洛阳市人,郑州轻工业学院讲师,硕士,主要研究方向聚酰亚胺绝缘材料.

预测,在预测材料的结构和性能方面具有非常广阔的前景<sup>[1-2]</sup>. Materials Studio 3.0 (MS 3.0) 软件可以通过建立模型、设置参数、进行几何优化等方法来研究高聚物、无机晶体等材料的电子结构、成键状态. 利用 MS 3.0 软件模拟高分子材料动力学优化过程,有助于人们在认识原子及分子层次机理的基础上,对分子设计进行指导<sup>[3-4]</sup>. 然而,高分子材料的模拟仿真仍停留在单个分子或者单条分子链上,对高分子材料聚集态的模拟研究较少,本文拟利用 MS 3.0 软件构造聚酰亚胺 (PI) 高分子薄膜结构,对 PI 封装模型的最终密度、内聚能密度、溶解度参数、径向分布函数进行模拟仿真,对比 PI 封装体与实际 PI 薄膜材料的性质,以期为进一步的计算与 PI 封装体的结构表征做准备.

## 1 PI 的封装、非晶体结构模拟及判别

### 1.1 PI 的封装

PI 的单体与高聚物的分子结构分别如图 1 和图 2 所示. 利用 MS 3.0 中的 Amorphous Cell 模块构造 PI 封装体,采用 Compass 力场,在 300 K 室温下,设置 PI 封装体的初始密度为  $1.36 \text{ g/cm}^3$ .

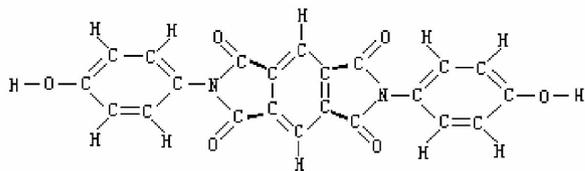


图 1 PI 单体的分子式

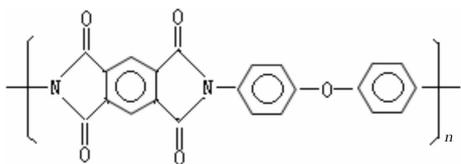


图 2 PI 高聚物的分子结构

利用 MS 3.0 软件建立包含不同原子数的 PI 单链,并对 PI 单链进行封装,封装模型图和封装参数如图 3 和表 1 所示,通过该软件的分析模块来研究 PI 封装体的聚集态结构与性质.

### 1.2 PI 聚合物的非晶态结构模拟

在对 PI 聚合物非晶态结构的模拟过程中,MS 3.0 软件要运用周期性边界条件,不允许范德华半径相重叠,排斥高能量构象的存在. 因此,在分析 PI 聚合物的非晶态结构前,本研究对 PI 封装模型进行

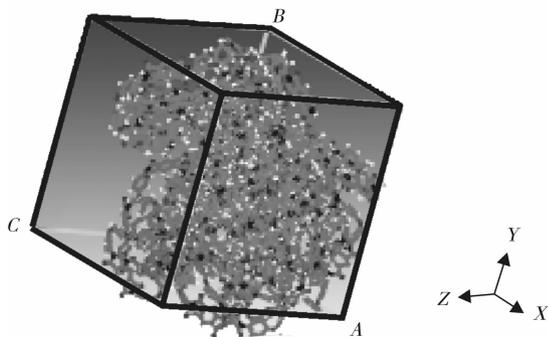


图 3 PI<sub>1</sub> 的封装体

表 1 PI 封装体参数

编号	单链类型	单链原子数	封装体总原子数	封装尺寸/nm	封装体密度/ $(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$
PI <sub>1</sub> -1	PI <sub>1</sub>	392	1 176	2.643 2	1.36
PI <sub>2</sub> -2	PI <sub>2</sub>	587	1 761	2.798 5	1.36
PI <sub>3</sub> -3	PI <sub>3</sub>	782	2 346	3.107 6	1.36
PI <sub>4</sub> -4	PI <sub>4</sub>	977	2 931	3.242 3	1.36
PI <sub>5</sub> -5	PI <sub>5</sub>	1 172	3 516	3.476 0	1.36
PI <sub>6</sub> -6	PI <sub>6</sub>	1 367	4 101	4.054 9	1.36
PI <sub>7</sub> -7	PI <sub>7</sub>	1 562	4 686	4.345 9	1.36

一系列的几何和能量优化,减小人工构造的影响,使 PI 体系的能量稳定且为最低.

分子动力学模拟就是利用经过合适修改的经典动力学方程,分析压强 ( $P$ ) 与温度 ( $T$ ) 对 PI 封装体的影响. 选择 CVFF 力场,采用 Ewald Summation 法,对 PI 的 7 个封装体进行 NVT (normal volume and temperature), NPT (normal pressure and temperature) 优化,收敛标准设置为  $RMS = 0.000 42 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ ,模拟结果可以对不同的 PI 封装体性质和结构进行预测.

### 1.3 PI 聚合物非晶型结构正确性的判据

所建立的 PI 封装体与实际 PI 聚合物的性质是否相同或相近,能否具有普遍性与代表性,可在分子水平上通过以下 4 个方面加以判断.

- 1) PI 聚合物的径向分布函数是否近程有序、远程无序;
- 2) PI 封装体的元胞结构参数是否相近且符合各向同性特点;
- 3) PI 封装体最终密度;
- 4) PI 封装体内聚能密度和溶解度参数.

## 2 结果与讨论

### 2.1 PI 封装体径向分布函数

非晶体与晶体的主要区别在于其二级结构:非晶体为近程有序、远程无序,而晶体为远程有序.在PI高分子材料中,PI链的分子结构可以用PI全原子径向分布函数来表示,利用MS 3.0软件对PI聚合物计算的径向分布函数见图4.

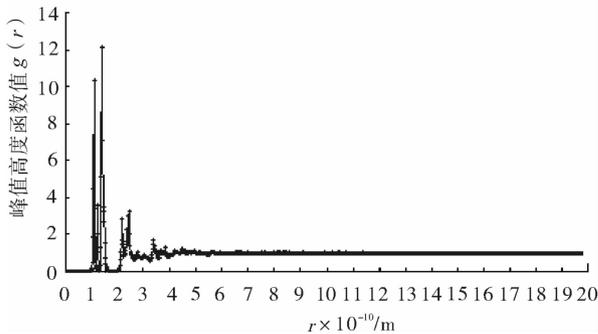


图4 PI全原子径向分布函数

由图4可知:当 $r < 1.0 \times 10^{-10}$  m时,无值;当 $r = 1.0 \times 10^{-10}$  m时, $g(r) = 10.5$ ,与C—H键长 $1.08 \times 10^{-10}$  m相对应;当 $r = 1.5 \times 10^{-10}$  m时, $g(r) = 5$ ,与C—O键长 $1.43 \times 10^{-10}$  m相对应;当 $r = 2.0 \times 10^{-10}$  m时, $g(r) = 3$ 时,与苯环上的C—C键相对应.上述结果表明PI聚合物近程有序.当 $r > 3.0 \times 10^{-10}$  m时,径向分布函数基本未出现尖峰,说明PI聚合物远程无序.

### 2.2 PI 封装体的元胞参数与最终密度

分子动力学模拟中PI的元胞参数随时间变化曲线见图5,PI封装体的最终密度见表2.由图5可以得出:在分子动力学(NVT,NPT优化)模拟的初始状态(即0~0.10 ps),PI封装体的元胞长度变化较大,而元胞角度 $\alpha, \beta, \gamma$ 基本没有影响;随着优化过程的进行,元胞长度趋于稳定,对应的能量也达到最低且稳定.由表2可以得出:PI封装体的最终模拟密度基本相同,最大误差不超过1.9%,比初始的封装密度减小了11.5%,这与参考文献[5-7]相吻合,表明本文所构造的PI聚合物与实验室合成的PI薄膜材料相近,分子模拟技术可靠.

### 2.3 PI 封装体内聚能密度和溶度参数

PI聚合物的内聚能密度与溶度参数可以通过PI单链与PI聚集态的能量差来计算,公式如下:

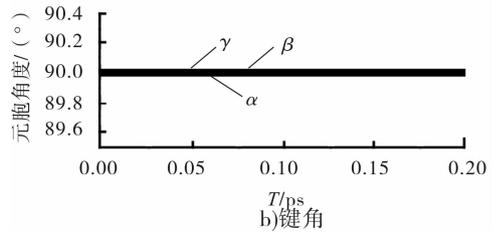
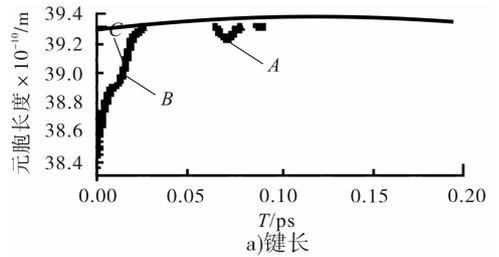


图5 分子动力学模拟中PI的元胞参数随时间变化曲线

表2 PI封装体的最终密度

编号	单链类型	单链原子数	封装体总原子数	最终模拟密度/( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )
PI <sub>1</sub> -1	PI <sub>1</sub>	392	1 176	1.204
PI <sub>2</sub> -2	PI <sub>2</sub>	587	1 761	1.202
PI <sub>3</sub> -3	PI <sub>3</sub>	782	2 346	1.196
PI <sub>4</sub> -4	PI <sub>4</sub>	977	2 931	1.209
PI <sub>5</sub> -5	PI <sub>5</sub>	1 172	3 516	1.203
PI <sub>6</sub> -6	PI <sub>6</sub>	1 367	4 101	1.194
PI <sub>7</sub> -7	PI <sub>7</sub>	1 562	4 686	1.217

表3 PI封装模型的内聚能密度和溶度参数  $\text{J}/\text{m}^3$

编号	单链类型	单链能量/ $\times 10^5$	聚集态能量/ $\times 10^5$	内聚能密度/ $\times 10^8$	溶度参数/ $\times 10^4/(\text{J} \cdot \text{m}^{-3})^{1/2}$
PI <sub>1</sub> -1	PI <sub>1</sub>	20 272.232	18 569.889	1.697	1.303
PI <sub>2</sub> -2	PI <sub>2</sub>	26 766.523	24 533.520	2.233	1.494
PI <sub>3</sub> -3	PI <sub>3</sub>	35 519.093	33 065.382	2.446	1.563
PI <sub>4</sub> -4	PI <sub>4</sub>	38 366.319	35 494.309	2.872	1.694
PI <sub>5</sub> -5	PI <sub>5</sub>	42 590.494	39 707.434	2.874	1.695
PI <sub>6</sub> -6	PI <sub>6</sub>	52 630.687	49 569.424	2.989	1.728
PI <sub>7</sub> -7	PI <sub>7</sub>	54 767.391	51 561.241	3.113	1.764

$$E_{\text{coh}} = E_{\text{single}} - E_{\text{bulk}} \quad \delta = (E_{\text{coh}}/V_m)^{1/2} \quad (1)$$

其中, $E_{\text{coh}}$ 为内聚能, $E_{\text{single}}$ 为单链的能量, $E_{\text{bulk}}$ 为聚集态的能量, $\delta$ 为溶度参数, $V_m$ 为PI封装体的体积.用MS 3.0软件模拟的PI聚合物的内聚能密度和溶度参数见表3.

由表3可知,MS 3.0软件模拟所得的PI聚合物  
(下转第56页)

# 聚乳酸废料的回收再利用述评

郑辉林<sup>1,2</sup>, 苏海丽<sup>1</sup>, 张辉旋<sup>1,2</sup>, 林建强<sup>2</sup>, 李亚东<sup>1</sup>

(1. 郑州轻工业学院 材料与化学工程学院, 河南 郑州 450001;

2. 汕头卜高通美实业有限公司, 广东 汕头 515000)

**摘要:**聚乳酸废料的改性再利用的方法有物理改性、化学改性和物理化学改性。目前,国内外企业主要通过 PLA 增黏和耐热改性等物理化学方法,改善其成型技术难度大及产品耐热不足的问题。随着成本的降低以及性能的提高,PLA 的应用范围将越来越广,特别是在医学领域,它具有其他材料无可替代的作用。因此,今后应把 PLA 废料的再利用扩展到医学领域,尝试用新材料对 PLA 废料进行改性,在克服原有缺点的基础上开发出新用途的 PLA 材料。

**关键词:**聚乳酸废料;增黏改性;耐热改性

**中图分类号:**TQ317.9 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.013

## Review of the recycling utilization of poly-lactic acid waste

ZHENG Hui-lin<sup>1,2</sup>, SU Hai-li<sup>1</sup>, ZHANG Hui-xuan<sup>1,2</sup>, LIN Jian-qiang<sup>2</sup>, LI Ya-dong<sup>1</sup>

(1. College of Material and Chemical Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;

2. Shantou Fukutomi Industrial Co., Ltd., Shantou 515000, China)

**Abstract:** The methods of poly-lactic acid waste recycling include the physical modification, chemical modification and physi-chemical modification. At present, domestic and foreign enterprises mainly use physi-chemical methods of tackifying and heat resistance to improve the difficult molding technology and the problem of insufficient heat resistance. With the cost reduction and performance improvement, the application scope of PLA will be more and more widely, especially in the medical field, it has other irreplaceable role. Therefore, the PLA waste re-use should be extended to the field of medicine, and try to modify PLA waste with new materials to develop new uses of the PLA material in the base of overcoming the shortcomings.

**Key words:** poly-lactic acid waste; tackifying modification; heat resistance modification

## 0 引言

传统石油基塑料制品在日常生活中为人们带来很多便利的同时,也产生了一系列的问题,其中“白色污染”<sup>[1-2]</sup>和能源短缺最为严重。为了解决这些问题,一种可完全生物降解的生物基绿色塑

料——聚乳酸 PLA (poly-lactic acid) 应运而生。PLA 的合成原料主要来源于玉米,它不仅可以持续利用,使用废弃后还可在土壤中被微生物完全分解,对环境无污染,因此是目前国际上公认的理想绿色塑料。

PLA 具有较好的透光性能、阻隔性能、耐水性

收稿日期:2012-11-23

作者简介:郑辉林(1982—),男,福建省绍安市人,郑州轻工业学院兼职硕士研究生导师,汕头卜高通美实业有限公司工程师,硕士,主要研究方向为聚乳酸的回收再利用。

能、生物相容性和印刷性能等<sup>[3]</sup>,可用于工业、包装业、医药业等领域. PLA 作为包装材料在国外被广泛研究,许多产品已进入实际应用;国内的 PLA 包装材料的研究相对滞后,且市场化规模有限<sup>[3]</sup>. 目前世界上生产 PLA 的公司主要有美国的 Nature Works,日本的三井化学、岛津制作所及中国的浙江海正生物材料股份有限公司等,世界 PLA 生产能力约为 20 万~25 万 t/a<sup>[4-5]</sup>,并以年均 20% 的速度增长. PLA 产销量的迅猛增加导致废 PLA 的产生量也越来越多,虽然 PLA 能够在自然条件下降解,但降解周期较长,且分子量越大降解速率越慢,而 PLA 制品的分子量通常高达几万至几十万,这使得降解周期过长,最终废弃物堆放也会占用空间、污染环境<sup>[6]</sup>. 因此如何处理 PLA 废弃物成为一个新的难题,故在关注 PLA 制备技术研究的同时,也应重视对废 PLA 回收利用技术的研究.

随着热塑性废塑料回收再利用行业的飞速发展,有关 PLA 废料的回收和改性再利用也成为研发的热点. 据资料统计,在 PLA 废料的回收利用中,美国 NatureWorks 公司在 10 多年的经营运作中,已回收约 113.4 t PLA 树脂,并转化成乳酸原料,然后被聚合再制成树脂转售<sup>[7]</sup>;2011 年, BioCor 公司将 23 万英镑 PLA 转化成乳酸,272.2 t 的材料再转化成可循环回收的 PLA<sup>[7]</sup>. 在国内,也有不少企业开始从事 PLA 废料再生利用研究,如广州碧嘉材料科技有限公司、浙江海正生物材料股份有限公司等,但由于相关报道较少,尚无确切资料表明国内对 PLA 废料回收利用的具体情况.

PLA 废料的回收再利用分为物理方法和化学方法 2 种. 物理法包括重复多次使用、材料回收再利用和热回收利用;化学法包括热分解法<sup>[8]</sup>和水分解法<sup>[9]</sup>. 出于经济效益的考虑,目前主要采用物理法中材料回收再利用的方法,包括直接再生加工和改性再生加工 2 种. 在 PLA 废料的回收利用中,边角料以及清机料等部分废料可以通过回收再生代替部分新料使用,而废旧产品的材质由于出现部分降解导致其性能下降,因此必须经过改性才能被再利用. 本文拟对 PLA 废料的改性回收利用进行述评.

## 1 PLA 废料的改性再利用

PLA 废料在回收再利用的过程中,PLA 对水及温度较敏感,且本身就是容易降解的生物材料,因此,在其制品生产和后续成品的使用过程中,部分

分子链发生热氧老化及生物降解而断裂,会导致分子量明显下降,黏度减小,力学性能降低. 若要维持与 PLA 新料相当的质量控制,必须通过相应的改性才能达到目的. 目前,改性的方法有 3 种: 1) 物理改性,即通过混炼工艺,可以通过活化无机粒子的填充改性、废旧塑料的增韧改性、废旧塑料的增强改性、回收塑料的合金化等过程制备复合材料和多元共聚物; 2) 化学改性,即通过化学交联、接枝、嵌段等手段使其分子结构发生变化,改变材料性能,从而获得更优良的特殊性能<sup>[10]</sup>; 3) 物理化学改性,它的工艺过程和特点是在特定的螺杆挤出机中,使多种组分的材料在进行物理共混改性的同时,进行化学接枝改性,两者改性完毕后又进一步加强共混,然后在特定的温度下造粒或直接成型<sup>[11]</sup>. 物理改性由于成本低,可操作性强,易于工业化生产而被广泛采用.

现有回收 PLA 废料存在的主要问题是成型技术难度大及产品耐热不足. 国内外企业所采取的改性方法及研究热点主要是通过物理化学改性,改善其性能上的不足,主要进行的是 PLA 增黏和耐热改性.

### 1.1 PLA 废料的增黏改性

PLA 塑料在中空吹塑成型、挤出片材、挤出薄膜制品时对原料的熔体流动速率要求极为严格. PLA 再生料不仅熔体流动速率低,且容易产生熔体破裂等问题,为了能使 PLA 废料稳定应用于熔体流动速率要求较高的领域,必须对 PLA 再生废料进行增黏处理.

**1.1.1 PLA 废料增黏改性技术** PLA 塑料经过 2 次或多次回收利用后,由于生产过程中多次剪切及自然降解等因素的影响,导致其分子链断裂,分子量变小,黏度降低. 可以通过加入一种物质连接和修复分子链断裂处的基团,使 PLA 内部重归长链结构达到增大分子量、提高黏度的目的. 扩链剂具有能与线性聚合物分子链上的官能团反应而使分子链扩展、分子量增大的作用. 因此,通常采用加入适量扩链剂使 PLA 分子结构发生改变,生成嵌段或部分接枝结构,使 PLA 在熔融挤出时分子量有一定程度的增加,达到反应增加黏度的效果<sup>[12]</sup>.

**1.1.2 PLA 增黏改性流程** PLA 废料增黏改性的工艺流程如图 1 所示.

**1.1.3 PLA 增黏改性效果** 添加适量多元醇扩链

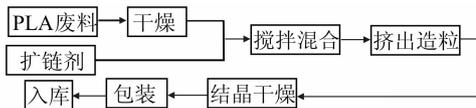


图1 PLA增黏改性的工艺流程

剂ADR—4370增黏改性PLA再生料时,当扩链剂的添加量为0.3%左右时,PLA熔体流动速率从原来的16.5 g/10 min降至10.5 g/10 min,降低约1/3,冲击强度略有提高,所得增黏PLA可满足多种规格瓶的生产工艺要求。国内对再生PLA增黏改性的厂家中,广州碧嘉材料科技有限公司的增黏PLA熔指控制约为5 g/(190℃,10 min)左右;而深圳易生新材料有限公司熔指控制到较低值,约为0.5 g/(190℃,10 min),但材料透光性稍差,呈半透明状;汕头卜高通美实业有限公司可将PLA废料改性后熔指控制在0.5~20 g/(190℃,10 min),并保持了PLA材料的透明度,满足不同制品、不同工艺对PLA熔指及外观要求。

## 1.2 PLA废料的耐热改性

可生物降解PLA制品以透明度高、力学性能好、可生物降解而应用于人们日常生活中,但其耐热性差(热变形温度仅58℃左右)的缺陷极大地限制了其应用范围。为了能使环保的PLA制品能够更多地应用到生产和生活中,必须对PLA进行耐热改性。

### 1.2.1 PLA废料耐热改性技术

PLA结晶速率慢、结晶度低的特点,使其耐热性较差,因此必须提高PLA材料本身的结晶性能。一般高分子的结晶速率与分子链段的运动能力和二次成核概率有关。PLA分子链呈螺旋构象,与同为聚酯的PBT及PET相比分子链的活动性非常低,因此,除了在薄膜和纤维成型加工中通过拉伸取向提高二次成核促进PLA结晶以外,单纯的挤出成型、注射成型或热成型中,PLA几乎无法结晶<sup>[13-14]</sup>。

提高PLA耐热性的主要技术是改善PLA的结晶性能,提高PLA的结晶度,加快PLA的结晶速率。PLA耐热改性的方法主要有:共混改性、交联改性以及加入成核剂改性。生产中一般采用向PLA中加入成核剂等来提高PLA结晶速率和结晶度,进而提高其耐热性。另外,PLA的结晶度和结晶速率受热和外力等影响明显,可将PLA粒子放置于温度场作用下,使高分子链段重新排入链格,通过控制结晶温度和时间来提高PLA的结晶速率和结晶度,提

高材料的耐热性。

### 1.2.2 PLA废料耐热改性工艺流程

PLA废料加入成核剂进行耐热改性的工艺流程如图2所示。

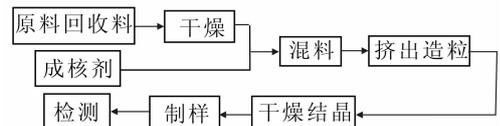


图2 PLA废料耐热改性的工艺流程

### 1.2.3 PLA废料耐热改性效果

国内对PLA耐热材料及产品的研究已取得了一些成果:汕头罗宾生化科技有限公司开发出的PLA耐热材料维卡软化点大约为90~100℃,并以此成型加工耐热的咖啡杯盖、餐具刀叉勺、蜡烛外盒等<sup>[15]</sup>;台湾允友成有限公司开发的轻质高耐热PLA可耐热103.9℃,以此模压成型的杯盖在90℃蒸汽中耐热5 min,杯子在开水中耐热3 min<sup>[16]</sup>;西部地区研究中心与Lapol公司合作,通过使用改性剂开发出了一种使用温度达100℃以上的产品<sup>[17]</sup>;汕头卜高通美实业有限公司研发出的PLA耐热材料维卡软化温度达120℃以上,以此生产了刀叉勺餐具,所得产品不仅耐热性优良,相比其他公司更具有价格优势,在很大程度上提高了耐热PLA在市场上的竞争力。

## 2 结论与展望

PLA废料的再生利用不仅降低了成本,提高了资源利用率,也在一定程度上减少了垃圾堆放,在当今社会提倡“低碳、节能、环保”的可持续发展战略中起到了关键作用。

目前对PLA废料的再生利用多用于生产相对低端的产品,如一次性餐具及食品包装的小件制品等,在高科技产品领域的应用相对较匮乏。随着PLA回收和改性技术的不断发展,随着成本的降低以及性能的提高,PLA的应用范围将越来越广,特别是在医学领域,它具有其他材料无可替代的作用。因此,未来的研究方向应把PLA废料的再利用扩展到医学领域,尝试用新材料对PLA废料进行改性,在克服原有缺点的基础上开发出新用途的PLA材料。

此外,PLA原料的质量直接影响到PLA成品的使用性能和使用效率,如生产中PLA粒子水分的含量控制直接影响到粒子的熔体流动速率,而熔体流动速率则会影响到成品的可加工性,熔体流动速率变化较大不仅使制品成型困难,更会造成较大的资

源浪费。因此,制定严格的检测标准及采用严谨的检测方法有利于大幅降低产品的不合格率。

### 参考文献:

- [1] 尤姗妮. 白色污染及其防治[J]. 资源节约与环保, 2010(3):46.
- [2] 赵胜利, 黄宇生, 朱照宇. 塑料废弃物污染的综合治理研究进展[J]. 生态环境, 2008, 17(6):2473.
- [3] 李宏清, 吴宏伟, 武旭业, 等. 最佳绿色环保塑料—聚乳酸塑料的发展趋势[J]. 海洋学研究, 2007(11):922.
- [4] 陈庆, 刘宏. 三大生物降解未来5年市场需求预测[J]. 塑料工业, 2010, 38(2):1.
- [5] 陈庆, 杨新宇. 生物降解塑料三大主流技术市场价值分析[J]. 新材料产业杂志, 2008(10):45.
- [6] Pranamuda H, Tokiwa Y, Tanaka H. Polylactide degradation by an *amycolatopsis* sp[J]. Applied and Environmental Microbiology, 1997, 63(4):1637.
- [7] 亦云. 聚乳酸前景广阔企业仍需致力塑料回收[EB/OL]. (2012-03-27)[2012-06-28]. <http://www.jiancai365.cn/news/60822.html>.
- [8] 刘迎, 魏荣卿, 魏军, 等. 高分子量聚L-乳酸热降解回收L-丙交酯[J]. 化学进展, 2008, 10(20):1588.
- [9] 翁云宣. 生物分解塑料与生物基塑料[M]. 北京:化学工业出版社, 2010:264-270.
- [10] 方长青, 李铁虎, 经德齐. 包装废弃聚合物的回收及再利用技术研究进展[J]. 材料导报, 2007(3):47.
- [11] 陈景华. 塑料包装废弃物的回收处理与再利用技术[J]. 出版与印刷, 2002(4):38.
- [12] 刘勇. 聚乳酸热降解及扩链改性研究[D]. 上海:华东理工大学, 2010.
- [13] 沈兆宏. 生物降解塑料聚乳酸的结晶改性研究[D]. 杭州:浙江工业大学, 2008.
- [14] 郭彦彬. 耐热级生物降解塑料聚乳酸的研究[D]. 镇江:江苏科技大学, 2010.
- [15] 叶新建. 改性聚乳酸(PLA)塑料技术用于高温领域的最新情况[R]. 武汉:中国塑协降解塑料专业委员会, 2009.
- [16] 吴中仁. 轻质高耐热聚乳酸(SUPLA)开发与应用[R]. 武汉:中国塑协降解塑料专业委员会, 2009.
- [17] 钱伯章. 可提高生物塑料的耐热改进剂[J]. 国外塑料, 2010(10):68.

(上接第52页)

的溶度参数小于实际PI的值 $\delta = 2.04 \times 10^4 (\text{J} \cdot \text{m}^{-3})^{1/2}$ [7]. 该结果表明本文所模拟PI的聚集态结构已经非常接近于实际的PI薄膜材料。

### 3 结论

本文利用MS 3.0软件构造了7个PI封装模型,对其进行了一系列的几何优化、能量优化与分子动力学优化.通过MS 3.0软件的分析模块对PI封装模型的非晶型结构、元胞参数、最终密度、内聚能密度及溶度参数进行预测,结果表明:PI封装体的最终密度比初始密度减小了11.5%,而其他参数的模拟值与实验值相近.这充分说明本文所设计的PI聚集态结构是一个近程有序、远程无序的非晶型结构,与实验室合成的PI薄膜材料相近,可以用于进一步的结构与性质的表征。

### 参考文献:

- [1] 朱伟平. 分子模拟技术在高分子领域的应用[J]. 塑料科技, 2002(5):23.
- [2] 王俊, 朱宇, 陆小华. 分子模拟在聚合物膜研究中的应用[J]. 现代化工, 2003, 23(10):59.
- [3] 潘睿, 顾宜. 分子模拟方法在聚酰亚胺结构与性能关系研究中的应用[J]. 高分子材料科学与工程, 2005, 24(1):11.
- [4] Tjong S C. Structural and mechanical properties of polymer nanocomposites[J]. Materials Science and Engineering, 2006, 23(2):5373.
- [5] Minsoo Son, Youri Ha, Myeon-Cheon Choi, et al. Microstructure and properties of polyamideimide/silica hybrids compatibilized with 3-aminopropyltriethoxysilane[J]. European Polymer Journal, 2008, 44(7):2236.
- [6] Diahm S, Zemat S, Locatelli M L, et al. Dielectric breakdown of polyimide films: Area thickness and temperature dependence[J]. IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, 2010, 17(1):18.
- [7] Yin Yani, Monica H Lamm. Molecular dynamics simulation of mixed matrix nanocomposites containing polyimide and polyhedral oligomeric silsesquioxane[J]. Polymer, 2009, 50:1324.

# 流速对垂直双 U 形地埋管换热器热交换的影响

宋英峰, 吴学红, 龚毅

(郑州轻工业学院 机电工程学院, 河南 郑州 450002)

**摘要:**针对设计地源热泵室外侧换热器时钻孔间距过大会浪费土地资源,过小又会导致土壤温度持续变化、降低换热效果的问题,通过建立系统运行费用函数,研究了系统连续运行 30 d 时模拟流速对热力半径的影响。结果显示,0.4 m/s 时,热力半径达到 0.95 m,随着流速的增大,热力半径增大,在流速 >0.6 m/s 时,热力半径增幅明显减少。

**关键词:**地源热泵;双 U 管热力半径;经济流速;数值模拟

**中图分类号:**TK521 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.014

## The effect of fluid velocity on heat transfer of vertical double U-tube heat exchanger

SONG Ying-feng, WU Xue-hong, GONG Yi

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

**Abstract:** It is necessary to determine a reasonable bore distance when we design the outdoors heat exchanger of the ground-coupled heat pump. The larger distance will cause the waste of ground source, on the contrary, it will change the soil temperature and reduce the efficiency of heat exchanger. So, the effect of fluid velocity on thermal radius was simulated through building the system running cost function when system had worked 30 d. The computational results showed that thermal radius is 0.95 m when fluid velocity is 0.4 m/s, which increases with increasing fluid velocity. But the thermal radius range is obviously slight when fluid velocity is more than 0.6 m/s.

**Key words:** ground source heat pump; double U-tube thermal radius; economic flow; numerical simulation

## 0 引言

地源热泵 GSHP(ground source heat pump)技术是利用蕴藏在浅层土壤中的能量来实现夏季制冷和冬季制热的一项节能技术。地下土壤中蕴藏着丰富的地能资源,如果对这些资源合理地加以利用,

可以减少大量 CO<sub>2</sub> 的排放,这对于日益严重的能源消耗和环境污染问题将起到巨大的改善作用。

对于目前普遍采用的垂直地埋管式地源热泵,由于夏季地下土壤的温度低于地上空间的温度,冬季地下土壤的温度高于地上空间的温度,平均每消耗 1 kW 的电能,用户可以得到 4 kW 以上的热量或

收稿日期:2012-03-05

基金项目:国家科技支撑计划项目(2006BAJ01A10);河南省省院合作项目(092106000013);郑州市科技创新团队项目(10CXTD151)

作者简介:宋英峰(1987—),男,河南省郑州市人,郑州轻工业学院硕士研究生,主要研究方向为土壤源热泵地下埋管的优化设计和数值模拟。

者冷量,这比传统空调系统的运行效率要高40%。据美国环保署EPA估计,设计安装良好的地源热泵,可以平均节约用户30%~40%的供热制冷空调的运行费用<sup>[1]</sup>。可见,应用地源热泵技术不仅可以满足我们对冷量和热量的需求,而且可以实现节能减排的目的。

目前国内的地源热泵技术多应用于大中型建筑中,要满足用户的冷热需求,往往要占用大量的土地来埋设埋管。而设计人员在设计时由于无法准确掌握地下岩土的热物性、岩土分布、含水量等参数,为了满足要求,设计时通常会将系统做大,因此产生不必要的初投资和运行费用。本文拟从经济流速的角度出发,通过建立费用函数,分析系统的经济流速,同时采用数值模拟软件Fluent模拟不同流速对埋管换热器换热性能的影响,为垂直双U形埋管的设计提供合理的流速和布孔间距。

## 1 埋管换热器

根据布置形式的不同,埋管换热器可以分为水平埋管与垂直埋管2类。由于水平埋管形式具有占地面积大,易受环境条件影响的缺点,不太适合中国地少人多的国情,因此很少采用这种埋管形式。相比之下,垂直埋管具有占地面积少、工作性能稳定等优点,已成为工程应用中的主导形式。垂直埋管主要有以下几种形式:单U形管、双U形管、小直径螺旋盘管、大直径螺旋盘管、立柱状、蜘蛛状、套管式。其中U形管具有加工工艺简单、便于施工等优点,而且管间的热回流量比其他形式埋管小,不会影响系统换热性能,也减小系统的初投资<sup>[2]</sup>。综合考虑工艺加工和施工难易程度,工程中较常用U形垂直埋管。

采用垂直埋管的换热器时,每个钻孔内可设置1组或2组U形管,实测和计算结果表明:双U形埋管比单U形埋管可提高15%~20%的换热能力。这可以一定程度上解决地下埋管空间不足的问题。每米钻孔费用比每米U形管(包括管件)费用高很多,特别是那些地下有较硬岩石层的地区,钻孔费用甚至高达管材费用的10倍以上。从经济和技术角度分析,采用双U形埋管是较为合理的。但是双U形埋管运行中水泵的功耗较大,会大大提高系统的运行费用。

### 1.1 双U形埋管换热器的换热机理

地源热泵是由流通于U形埋管内的水,通过

与U形管、钻孔内的回填材料、钻孔外的土壤之间的换热,来实现热量或冷量的运输的。埋管换热计算区域如图1所示。

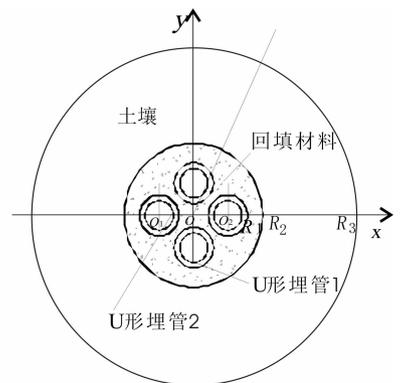


图1 埋管换热计算区域

换热过程为非稳态传热,其控制方程为<sup>[3]</sup>

$$\rho_i c_i \frac{\partial t_i}{\partial \tau} = \lambda_i \left( \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial t_i}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 t_i}{\partial \theta^2} \right) \right)$$

其中, $i=1,2,3,4$ ,分别代表U形管1,U形管2,回填材料和土壤。

### 1.2 换热过程的影响因素

埋管的换热过程可以分为2个部分,即与管内流体的对流换热和与回填材料、土壤的导热。影响这2个过程的因素主要有管内流体的速度、U形管的材料和壁厚、回填材料的成分构成以及土壤的热物性、含水量、水分迁移等。

由于土壤的组成可认为是固定不变的,因此当我们选定一种回填材料后,U形管与回填材料、土壤之间的热阻是固定不变的。而U形管与管内流体之间是对流换热,为了使换热更加剧烈,通常使管内为紊流流动,即流体速度要大于0.4 m/s。理论上认为流体速度越高,对流换热系数越大,在换热量一定的前提下,所需的换热面积也就越小,这样就可以使用较少的埋管,从而减少打井数量和土地的使用量<sup>[4]</sup>。但是,一味地增加管内流动的速度,虽然在减少初投资方面有所贡献,但是对于拥有20 a以上运行时间的系统而言,运行费用会大大增加。因此选择合适的经济流速,不仅能够减少初投资,而且可以降低运行费用。

## 2 流速对系统与投资的影响

室外侧水系统的能耗在整个地源热泵系统中占据很大的比例,而水系统管道内流速的选取对其

能耗有着决定性的影响. 流速选得过大,会使系统运行的动力消耗急剧增加,选得过小又会使水系统初投资增大. 经济流速是指在设计供水管道的管径时,使供水的总成本最低的流速. 对于地源热泵系统,设计中要考虑到占地面积的大小和打井的数量,因此确定经济流速时还要充分考虑到对这两方面的影响.

## 2.1 流速与动力之间的关系

水在管道内的总压力损失  $\Delta P/\text{Pa}$  可表示为<sup>[5-7]</sup>

$$\Delta P = \Delta P_d + \Delta P_j = \Delta h \times L =$$

$$0.158 \times \rho^{0.75} \cdot \mu^{0.25} \cdot d_i^{-1.25} \cdot w^{1.75} \cdot L + \sum \xi \frac{w^2 \rho}{2}$$

其中,  $\Delta h$  为直管段平均比磨阻/ $(\text{Pa} \cdot \text{m}^{-1})$ ;  $L$  为直管段长度/ $\text{m}$ ;  $\mu$  为管内流体的动力黏度/ $(\text{Pa} \cdot \text{s})$ ;  $d_i$  为 U 形管内径/ $\text{mm}$ ;  $\rho$  为管内流体密度/ $(\text{kg} \cdot \text{m}^{-3})$ ;  $\xi$  为局部阻力系数;  $w$  为管内流体流速/ $(\text{m} \cdot \text{s}^{-1})$ .

若设计流量为  $G/(\text{m}^3/\text{s})$ , 则消耗在 U 形管上的动力  $N/W$  为

$$N = \Delta P \times G = (0.158 \times$$

$$\rho^{0.75} \cdot \mu^{0.25} \cdot d_i^{-1.25} \cdot w^{1.75} \cdot L + \sum \xi \frac{w^2 \rho}{2}) \cdot G$$

如果系统全年的运行时间为  $\tau/(\text{h} \cdot \text{a}^{-1})$ , 电费为  $C/(\text{元} \cdot (\text{kWh})^{-1})$ , 则花费在 U 形管上的年动力运行费用为

$$\text{Cost}_1 = N \times C \times \tau \times 10^{-3} = (0.158 \times \rho^{0.75} \cdot \mu^{0.25} \cdot$$

$$d_i^{-1.25} \cdot w^{1.75} \cdot L + \sum \xi \frac{w^2 \rho}{2}) \cdot G \cdot C \cdot \tau \times 10^{-3}$$

由上式可以看出,地埋管换热器运行时,消耗的动力费用与管内流速  $w$  近似成二次方的关系,流速的变化对动力消耗的影响还是很大的.

## 2.2 流速与初投资的关系

当流量一定时,管内流速大,则所需的管径就小,反之就大. 管径大时,一方面耗材量大,另一方面会引起管道附件的大小变化和保温材料安装量的变化. 而在通常的流速范围内,管径不会发生很大变化,由此而引起的保温、安装、施工方面的费用变化量是不大的,可以忽略它们的影响. 那么,管道内流速对初投资的影响就可用管材费用量表示,即

$$\text{Cost}_2 = (d_i + \delta) \pi \cdot \delta \cdot L \cdot \rho_L \cdot e =$$

$$(2 \sqrt{G\pi/w} + \delta) \pi \cdot \delta \cdot L \cdot \rho_L \cdot e)$$

其中,  $\delta$  为 U 形管壁厚/ $\text{mm}$ ;  $\rho_L$  为 U 形管密度/ $(\text{kg}$

$\cdot \text{m}^{-3})$ ;  $e$  为 U 形管价格/ $(\text{元} \cdot \text{kg}^{-1})$ .

## 3 流速对换热的影响

流速的变化将直接影响管内流体与 U 形管之间的对流换热,进而会影响钻井深度、钻井数量以及钻井间距.

### 3.1 理论假设

前面已经讲述了地埋管换热会受到众多因素的影响,用方程无法完全描述真实的换热过程,为了使计算更加方便,还需要进行一些理论假设<sup>[8-10]</sup>: 1) 认为土壤是各向同性的,热物性不受换热过程的影响,保持不变; 2) 认为换热过程只沿深度径向变化,忽略轴向换热; 3) 忽略土壤中水分的迁移对换热的影响; 4) 忽略 U 形管壁与回填材料、回填材料与土壤之间的接触热阻; 5) 忽略地表温度波动以及埋管深度对土壤温度的影响,初始阶段认为土壤温度均匀一致,为当地的年平均温度.

### 3.2 模型建立

由于忽略了轴向的换热,因此建立二维模型时可只考虑沿径向的传热过程. 根据工程实例,管材采用外径为 32 mm 的 PE 管,管壁厚 3 mm. 采用实际的运行参数进行建模,利用非稳态传热模型,连续运行 30 d. 因为空调季节时间长,因此对夏季工况进行模拟,即进口水温 35 °C, 出口水温 30 °C. 土壤初始温度取年平均温度 19 °C, 取计算区域为  $10 \times 10 \text{ m}^2$ . 在边界处所有量的法向梯度为 0, 所有边界设定为对称性边界条件.

建模过程中,考虑到在钻孔内和钻孔周围的换热比较剧烈,因此在划分网格时对钻孔内和钻孔外局部进行加密,而其他地方采用较稀疏的网格. 网格划分如图 2, 图 3 所示. 在进行模拟计算时,需要用到的物性参数见表 1, 表 2.

### 3.3 模拟结果

流速的变化会影响表面传热系数的大小. 对于管道内的强制对流传热,根据 Dittus - Boelter 公式

$$Nu_f = 0.023 Re_f^{0.8} Pr_f^n$$

其中,  $Nu_f = \frac{hd}{\lambda}$ ,  $Re_f = \frac{ud}{\nu}$ . 加热流体时,  $n = 0.4$ ; 冷却流体时,  $n = 0.3$ , 所以得出表面传热系数与速度的函数关系为

$$\frac{hd}{\lambda} = 0.023 \left( \frac{ud}{\nu} \right)^{0.8} Pr_f^{0.3}$$

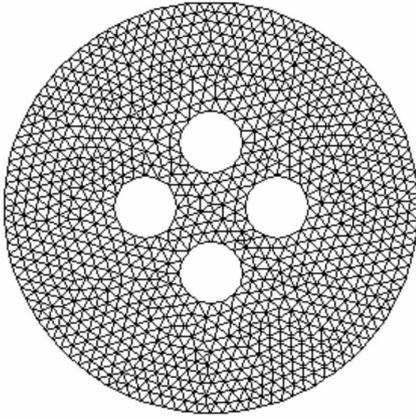


图 2 钻孔内网格

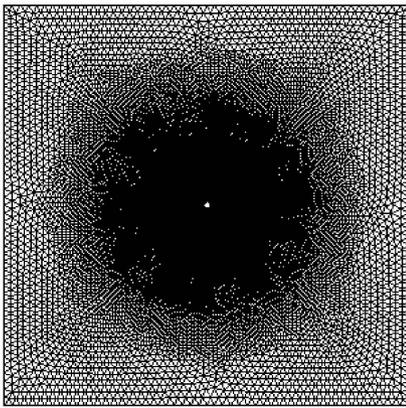


图 3 钻孔外网格

表 1 物性参数表

所用物料	密度/ ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )	热导率/ ( $\text{W} \cdot (\text{m} \cdot ^\circ\text{C})^{-1}$ )	比热容/ ( $\text{J} \cdot (\text{kg} \cdot ^\circ\text{C})^{-1}$ )
土壤	1 925.0	1.900	1 390
回填材料	2 616.8	1.838	1 008
PE 管	930.0	0.500	1200

表 2 水物性参数表

$t/^\circ\text{C}$	$\nu \times 10^6 /$ ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )	$\lambda \times 10^2 /$ ( $\text{W} \cdot (\text{m} \cdot \text{K})^{-1}$ )	$h /$ ( $\text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	$Pr$
30	0.805	62.25	266 8.7	5.420
35	0.732	(32.5 $^\circ\text{C}$ )	278 8.9	4.865

取速度分别为 0.4 m/s, 0.5 m/s, 0.6 m/s, 0.7 m/s, 0.8 m/s, 水温 30  $^\circ\text{C}$  时, 相应的表面传热系数分别为 1 778, 2 125, 2 459, 2 782, 3 096; 35  $^\circ\text{C}$  时, 表面传热系数分别为 1 857, 2 220, 2 569, 2 906, 3 234.

软件模拟结果见图 4—图 8. 流速对热力半径的影响见图 9.

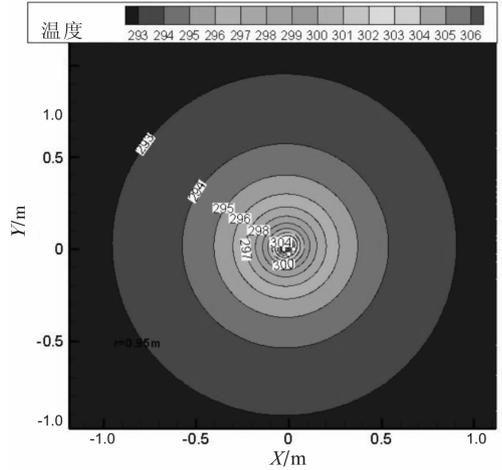


图 4 0.4 m/s 的温度分布图

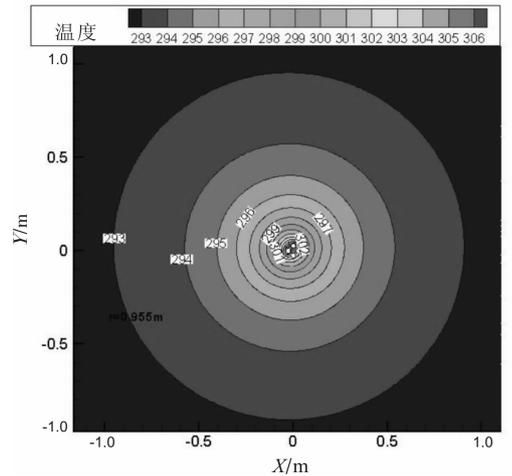


图 5 0.5 m/s 的温度分布图

图 4—图 8 可以看出, 在保证管内紊流情况下的最低流速 0.4 m/s 时, 土壤的温度分布以钻孔为中心, 成环状分布, 热力影响半径达到 0.95 m; 当速度增加时, 热力半径有所增加, 在 0.5 m/s 时, 其热力半径为 0.955 m, 0.6 m/s 时, 其热力半径为 0.96 m, 0.7 m/s 时, 其热力半径为 0.963 m, 0.8 m/s 时, 其热力半径为 0.965 m, 热力半径的增加幅度呈减小的趋势.

从图 9 可以看出, 流速在 0.4 ~ 0.6 m/s 区间时, 热力半径呈线性上升. 当流速 > 0.6 m/s 时, 热力半径随流速变化的增幅有所减少, 并有趋于水平的趋势.

## 4 结论

本文研究了流速对垂直双 U 形地埋管换热器换热性能的影响. 从模拟结果可以看出, 要保证管内

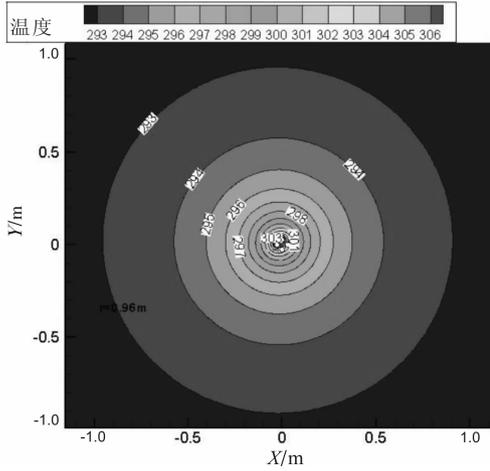


图6 0.6 m/s 的温度分布图

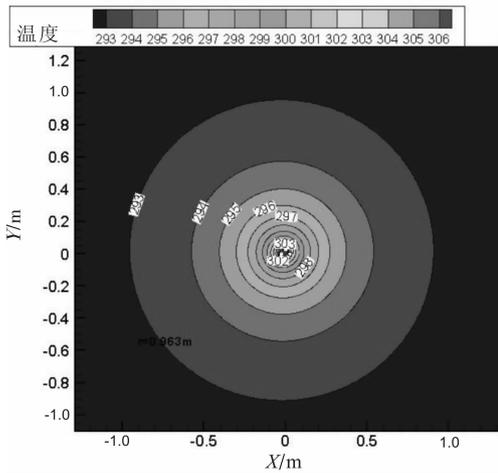


图7 0.7 m/s 的温度分布图

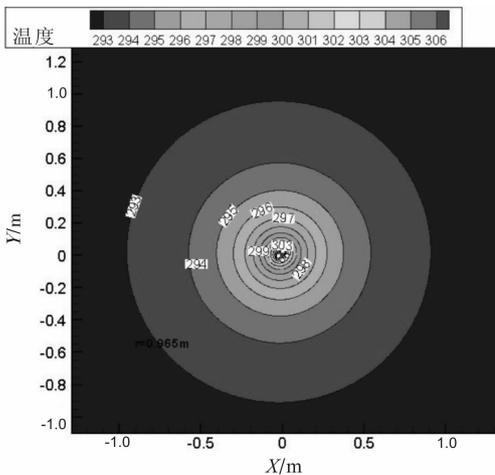


图8 0.8 m/s 的温度分布图

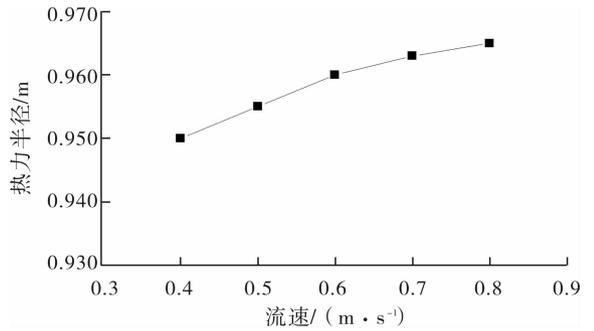


图9 流速对热力半径的影响

运行 30 d 为例,在确定钻孔间距时应保证最小间距必须 > 1.9 m,以保证换热效果;最大不应超过 2 m,以节约土地资源。

但是由流速与各费用之间的函数关系可知,流速越大,阻力越大,水泵的运行费用越高;流速越小,初投资越大.因此,要同时降低运行费用,减少初投资,并且节约土地资源,必须在保证管内为紊流的前提下,确定最佳的经济流速,以使三者达到最优.这需要在以后的工作中进行深入研究。

参考文献:

- [1] 马最良,吕悦.地源热泵系统设计与应用[M].北京:机械工业出版社,2007.
- [2] 李新,方亮,赵强.螺旋埋管地热换热器的线圈热源模型及其解析解[J].热能动力工程,2011,26(4):475.
- [3] 杨世铭,陶文铨.传热学[M].4版.北京:高等教育出版社,2006:44.
- [4] 程小菲,夏智先,张娟娟,等.换热介质的流速对地埋管换热器换热性能的影响[J].建筑节能,2011,25(4):517.
- [5] 杨昌智,陈在康,孙一坚,等.供热、空调工程水系统管道内经济流速的研究[J].湖南大学学报:自然科学版,1995,22(2):33.
- [6] 姜海波.供水系统的费用函数、理想管径与经济流速[J].哈尔滨工业大学学报,2004,36(1):84.
- [7] 杨磊,陶泓.供水系统中经济流速与管径优化节能工程试验研究[J].给水排水,2009,35(S):334.
- [8] 张铁星,杜震宇.土壤源热泵竖直埋管换热器钻孔外传热模型综述[J].山西能源与节能,2010(1):62.
- [9] Lee C K, Lam H N. Computer simulation of borehole ground heat exchangers for geothermal heat pump systems[J]. Renewable Energy,2008,33:1286.
- [10] Lee C K. Effects of multiple ground layers on thermal response test analysis and ground-source heat pump simulation[J]. Applied Energy,2011,88:4405.

流动为紊流流速 0.4 m/s 时,热力半径 0.95 m,且热力半径随流速的增大而增大,但是在流速 > 0.6 m/s 时,热力半径的变化幅度明显减少,因此,以

# 基于5R并联堆垛机构的运动学分析与示教再现

李伟, 曹晓彦, 逯江

(郑州轻工业学院 机电工程学院, 河南 郑州 450002)

**摘要:**研究了一种基于5R并联堆垛机构的运动轨迹智能控制的设计方法.该方法通过对5R机构控制系统和逆运动学的分析,给定5R机构2个步进电动机的位置,从而确定连杆末端执行件的位姿,通过使每个电动机角度变化之差平方和最小的方法来解决求运动学逆解时唯一的连杆执行件轨迹点并不能确定唯一的2个步进电动机位姿的问题.示教再现方法很好地解决了5R机构的智能控制,可以减少编程工作,提高堆垛工作效率.

**关键词:**5R并联堆垛机构;智能控制;示教再现;运动学分析

**中图分类号:**TH11 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.015

## Kinematics analysis and teaching and playback based on 5R parallel stacking mechanism

LI Wei, CAO Xiao-yan, LU Jiang

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

**Abstract:** A design method that intelligent control of motion trajectory based on 5R parallel stacking mechanism was investigated. By analysis the control system and the inverse kinematics of the 5R mechanism, it can be concluded when the 5R is given two original moving parts, it can uniquely identify the pose of the rod end of the implementation of parts, in seeking the position and orientation inverse solution with the minimum principle that the square of the residuals between the prime mover rotation angle of adjacent track points, the only connecting rod track can't determine the only two original moving parts. It is a good method to solve the intelligent control of the 5R institutions by teaching and playback method. It can also reduce the programming effort and improve the efficiency of stacking work.

**Key words:** 5R parallel stacking mechanism; intelligent control; teaching and playback; kinematics analysis

## 0 引言

作为一种先进的生产工具,机器人已经被广泛应用于多个领域.为了弥补串联机器人的不足,人

们提出了一种新型的具有多运动链结构的机器人——并联机器人.多自由度并联机构自身也存在着一些比较明显的缺点,如工作空间小、灵活度较差等,这限制了它主要适用于高刚度或着高速度而

收稿日期:2012-08-18

基金项目:河南省高校科技创新团队支持计划(2012IRTSTHN013)

作者简介:李伟(1957—),男,河南省郑州市人,郑州轻工业学院教授,硕士,主要研究方向为轻工机械设备及自动化、机电一体化技术与产品开发.

不需要很大工作空间的领域<sup>[1]</sup>. 本文提出一种二自由度并联堆垛机构5R 实验平台, 与其他的并联机械臂相比, 它具有结构简单、运动速度快、工作空间大、电机机壳固定不动、负载驱动能力强、质量轻等优点, 为工件的搬运和堆放提供很大的方便, 具有很好的实用价值<sup>[2]</sup>.

并联机构运动轨迹的位移、速度与驱动电机的控制量之间存在非线性映射的关系, 这给其智能控制的实现带来困难. 目前, 并联机构的控制方法主要有插补算法和示教再现. 插补算法主要用于精度要求较高的场合(如数控机床), 但该算法运算较繁琐, 编程比较麻烦. 示教还原就是把人为的轨迹记录下来, 去研究它的运动规律, 并且把记录下来的人为的轨迹实现再现, 完成一个多自由度机构学习的方法. 该方法控制运算简单, 且精度能满足多数控制机构的要求. 本文拟对5R 机构的运动学进行分析, 然后通过示教再现的方法来解决5R 机构的智能控制问题.

### 1 搭建实验平台

控制系统由中央控制系统、检测系统、机械部分、伺服驱动系统等组成. 光电编码器作为检测系统, 伺服驱动系统由步进电动机和步进电机驱动器组成, 机械部分五连杆机构由无缝方管组成. 原动件由安装在操作平台的2根驱动轴驱动, 步进电机、原动件和光电编码器装在一条直线上, 三者同步运行, 转速相等. 5R 实验台整体结构如图1所示.

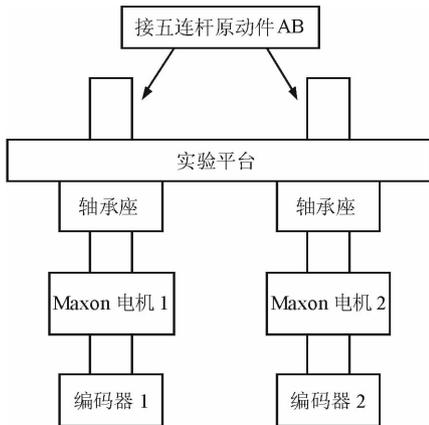


图1 5R 实验台整体结构示意图

### 2 5R 机构的逆运动学分析

平面五连杆机构的结构示意图如图2所示, AE 为机架杆, 坐标原点建在机架杆的一端 A, x 轴的方向

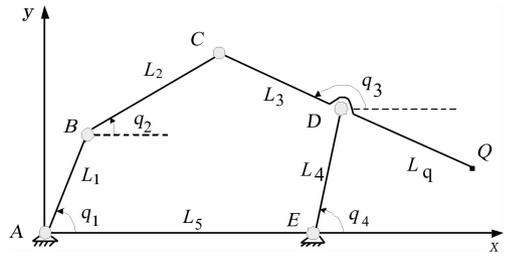


图2 5R 机械部分结构示意图

向沿 AE 的方向, y 轴的方向垂直于 x 轴. Q 点为堆垛手抓, 实现堆垛机构对物体的抓取与放下, 其坐标设为  $(x_q, y_q)$ . 由图2所示的各量的方向, 根据复数矢量法可得

$$L_1 e^{iq_1} + L_2 e^{iq_2} = L + L_4 e^{iq_4} + L_3 e^{iq_3}$$

在两坐标轴上分解得

$$\begin{cases} x_c = L_1 \cos q_1 + L_2 \cos q_2 = L + L_4 \cos q_4 + L_3 \cos q_3 \\ y_c = L_1 \sin q_1 + L_2 \sin q_2 = L_4 \sin q_4 + L_3 \sin q_3 \end{cases} \quad (1)$$

整理得

$$\begin{cases} L_2 \cos q_2 - L_3 \cos q_3 = L + L_4 \cos q_4 - L_1 \cos q_1 = F \\ L_2 \sin q_2 - L_3 \sin q_3 = L_4 \sin q_4 - L_1 \sin q_1 = G \end{cases} \quad (2)$$

由②式可得

$$\begin{cases} L_2 \cos(q_2 - q_3) = L_3 + F \cos q_3 + G \sin q_3 \\ L_2^2 + L_3^2 - 2L_2 L_3 \cos(q_2 - q_3) = F^2 + G^2 \\ F \cos q_3 + G \sin q_3 + \frac{F^2 + G^2 + L_3^2 - L_2^2}{2L_3} = 0 \end{cases} \quad (3)$$

令  $H = \frac{F^2 + G^2 + L_3^2 - L_2^2}{2L_3}$ , 由上式得

$$F \cos q_3 + G \sin q_3 + H = 0$$

将三角函数变换公式

$$\cos q_3 = \frac{1 - \tan^2(q_3/2)}{1 + \tan^2(q_3/2)} \quad \sin q_3 = \frac{2 \tan(q_3/2)}{1 + \tan^2(q_3/2)}$$

带入③式, 解得

$$q_3 = 2 \arctan \frac{G + N \sqrt{F^2 + G^2 - H^2}}{F - N}$$

式中, N 是符号系数, 当三角形 BDC 三点为逆时针方向时, N = 1, 否则 N = -1, 如图2所示 N = 1, 所以

$$q_3 = 2 \arctan \frac{G + \sqrt{F^2 + G^2 - H^2}}{F - 1} \quad (4)$$

把④式带入②式解得

$$q_2 = \arctan \frac{G + L_3 \sin q_3}{F + L_3 \cos q_3}$$

Q 点的坐标为

$$\begin{cases} x_q = L + L_4 \cos q_4 - L_q \cos q_3 \\ y_q = L_4 \sin q_4 - L_q \sin q_3 \end{cases} \quad (5)$$

由上式可得

$$\begin{cases} (x_q - L)^2 + y_q^2 = L_4^2 + L_q^2 - 2L_4L_q \cos(q_3 - q_4) \\ (x_q - L) \cos q_4 + y_q \sin q_4 = L_4 - L_q \cos(q_3 - q_4) \end{cases} \quad (6)$$

由⑥式得

$$(x_q - L) \cos q_4 + L_q \sin q_4 + \frac{L_q^2 - (x_q - L)^2 - y_q^2 - L_4^2}{2L_4} = 0$$

$$K = \frac{L_q^2 - (x_q - L)^2 - y_q^2 - L_4^2}{2L_4}$$

得

$$(x_q - L) \cos q_4 + L_q \sin q_4 + K = 0$$

可以解得

$$q_4 = 2 \arctan \frac{-L_q \pm \sqrt{L_q^2 + (x_q - L)^2 - K^2}}{K + L - L_q} \quad (7)$$

把⑦代入⑤可以解得

$$q_3 = \arctan \frac{L_4 \sin q_4 - y_q}{L + L_4 \cos q_4 - x_q}$$

由①式可得 C 点的坐标,令

$$M = \frac{y_c^2 + x_c^2 + L_1^2 - L_2^2}{2L_1}$$

从而求得

$$q_1 = 2 \arctan \frac{y_c \pm \sqrt{y_c^2 + x_c^2 - M^2}}{x_c + M} \quad (8)$$

由上述逆运动学分析可知,5R 机构灵活多变的同时,也带来了控制上的困难.每给定 5R 机构 2 个原动件,即伺服电动机的位置,我们就可以确定连杆末端执行件的位姿.在求运动学逆解时,唯一的连杆执行件轨迹点却不能得出唯一的 2 个原动件的位姿.理论分析上伺服电动机的位置可能有 4 个<sup>[3]</sup>.采用示教方法可以很好地解决五连杆实现复杂轨迹运动的逆解与控制问题<sup>[4]</sup>.

### 3 示教还原与智能控制

因为 5R 机构采用的步进电机要受到步距角的影响,其转角被离散成为一个个点的轨迹,当 5R 机构各杆长一定时,连杆末端执行件的运动轨迹在平面内也是离散的,它只能运行到 5R 机构工作平面的有限的点.因此,在对 5R 机构进行示教还原与智能控制时,连杆末端执行件不能完全与理想轨迹吻合,只能尽量地向理想轨迹逼近<sup>[5]</sup>.五连杆机构轨迹任意曲线如图 3 所示.

图 3 中的实心与空心圆点都表示 5R 机构可以到达的位置,这些离散点的位置在平面内不是均匀分布的,其中途中黑点表示对给定轨迹的近似点位.

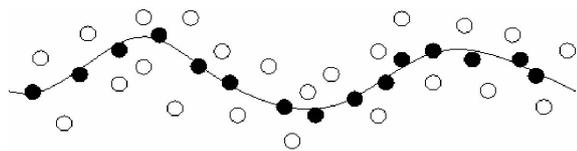


图 3 五连杆机构轨迹任意曲线

由上述分析可知,要使 5R 机构末端执行件实现一定的轨迹运动,首先要把给定的轨迹离散化成一个一个的点,然后找出与离散点最接近的执行件点位置所对应的步进电动机位置.这种方法有点繁琐,寻找与给定轨迹点最接近的末端执行件点位置是一项很复杂的工作,但是可以从原动件的角度来考虑.原动件由步进电机驱动,这样可以通过运动学逆解对给定轨迹上的点求出原动件的位置,然后取与电动机综合变化角度最小的解.相比较 2 种方法,后者减少了很多计算工作<sup>[6]</sup>.

5R 机构中步进电动机的变化角度与末端执行件的位置变化没有一一对应的关系,但总的来说有这样的规律:步进电动机角度越小,末端执行件位置变化就越小,反之亦然<sup>[7]</sup>.可以通过 Matlab 模拟实验来证明这一结论.首先把给定的轨迹离散化成一个一个的点,标上序号(1, 2, 3, ...),选择第一个点作为智能控制的初始角,后面的点通过逆解得到的几组角度,其选择的标准应使步进电动机变化的综合角度最小.由于本系统中步进电动机有 2 个,可以通过这样的标准来衡量 2 个步进电动机变化角度的大小,即让

$$\sqrt{(q_{1n} - q_{1(n-1)})^2 + (q_{4n} - q_{4(n-1)})^2} \quad (9)$$

最小.其中  $q_{1n}, q_{4n}$  为原动件的即将到达的位置所对应的角,  $n$  为离散后各点的标号.

### 4 示教再现程序框图

本程序的主要工作过程分为示教、回原点、再现、复位,如图 4 所示.首先进行示教工作,通过手动让 5R 机构执行件走过一定轨迹,同时按下数据记录按钮,记录下一个个示教点.示教结束时,执行件由终点回到起始点,然后开始再现手动轨迹,调用上述运动学公式,得出比较理想的轨迹.

### 5 仿真分析

通过上述方法,让  $L_1, L_2, L_3, L_4, L, L_q$  的值分别为 4, 6, 6, 8, 5, 7, 起点为(2, 4), 终点为(8.5, 5.5), 设步进电机步距角为  $3^\circ$ , 运用 Matlab 对其进行直线

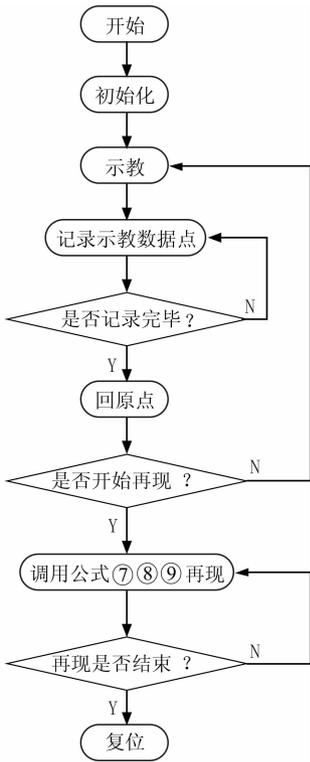


图4 示教再现程序图

仿真,仿真结果如图5所示.实际轨迹与理想轨迹有一定的偏差,其原因一是选取的步矩角过大,二是示教时记录的数据点过少,可以通过减小电机步矩角,增加示教数据点的方法减小偏差,从而解决这一问题.

### 6 结语

本文研究了一种基于5R并联堆垛机构的运动轨迹智能控制的设计方法.该方法通过对5R机构控制系统和逆运动学的分析,给定5R机构2个步进电动机的位置,从而确定连杆末端执行件的位姿.通过以上分析,由于5R并联机构位姿逆解不唯一,通过示教再现的方法可以很好地解决5R并联机构的智能控制问题,尤其对于实现5R并联机构平面任意轨迹堆垛,可以减少编程工作,提高堆垛工作效率,是一个很好很实用的方法.

### 参考文献:

- [1] 李伟,王玉涛.一种新型二自由度并联机械臂的轨迹控制[J].煤矿机械,2012,33(1):207.
- [2] 李伟,杨晨.基于双轴极坐标的直线插补算法的研究[J].煤矿机械,2009,30(10):97.
- [3] 路敦民.被动式五连杆人际合作机器人研究[D].哈尔滨:哈尔滨工程大学,2005.
- [4] 付连芳.五自由度教学机器人的示教再现控制系统研究[D].哈尔滨:哈尔滨工程大学,2001.
- [5] 沈锦华.五连杆式人机合作机器人控制及实验研究[D].哈尔滨:哈尔滨工程大学,2004.
- [6] 张春林,余跃庆.高等机构学[M].北京:北京理工大学出版社,2005:11-94.
- [7] 曹惟庆.连杆机构的分析与综合[M].北京:科学出版社,2002:5.

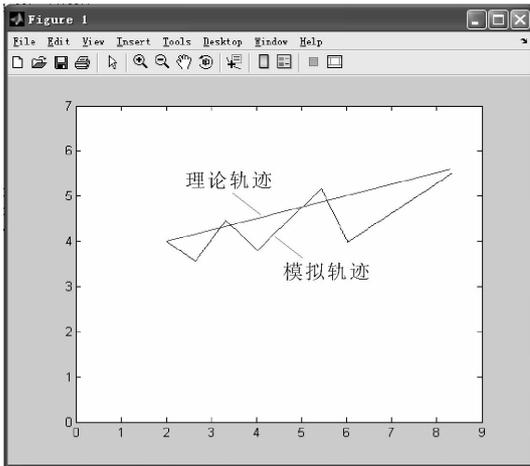


图5 示教还原仿真图

# 圆钢管混凝土桁架受力性能研究

高胜伟, 陈誉

(华侨大学 土木工程学院, 福建 厦门 361021)

**摘要:**对矩形断面、倒三角形断面、梯形断面和正三角形断面4种圆钢管混凝土桁架进行对比试验,研究不同断面形式的桁架受力分布模式.结果表明,桁架试件在 $0-2/6l$ 段的桁架下弦节点受力较大,而试件TT上弦节点受力较大;断面形式的不同对桁架的上、下弦杆的轴力影响较大,且弦杆各个节段均承受很大的平面弯矩,而对腹杆的轴力分布模式影响不同,其中试件IT的腹杆受力比较合理.断面从矩形、梯形到倒三角形,对腹杆平面内弯矩影响越来越大,且下弦杆受力情况也越来越复杂;填充混凝土的上弦杆从矩形、梯形到倒三角形、正三角形这种断面的“削弱”对各段的杆件平面内弯矩影响不同.

**关键词:**圆钢管混凝土桁架;断面形式;受力性能;受力分布模式

**中图分类号:**TU323.3;TU528.59 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.016

## Research on mechanical behavior of circular concrete filled steel tubular truss

GAO Sheng-wei, CHEN Yu

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

**Abstract:** To research the mechanical behavior of circular concrete filled steel tubular (CFST) truss, four truss specimens of the different sections such as rectangular truss, inverse-triangular truss, trapezoid truss and triangular truss were tested under static point loading. Results of these tests showed that truss specimens are stressed more in the segment  $0-2/6l$  of the bottom chord, expect specimen TT which is stressed more in the top chord. The difference among these trusses sections has a great influence on the axial force of chord, and each segment bears quite large in-plane bending moment, but it has different influence on the web members. Among these trusses, webs of specimen IT have a more reasonable condition. The influence on web in-plane bending moment is larger and larger as the following order: rectangular section, trapezoid section, inverted triangular section, furthermore, force condition of bottom chords is more and more complex. To the top chords filled concrete, section “weaken” from rectangular section to trapezoid section, inverted triangular section, and triangular section makes a different influence on in-plane bending moment of each segment.

**Key words:** circular concrete filled steel tubular (CFST) truss; section form; mechanical behavior; force distribution model

## 0 引言

圆钢管桁架结构凭借其诸多优势,在房屋建筑、展厅、桥梁和海洋平台等工程中得到广泛应用<sup>[1]</sup>. 伴随大跨度空间结构的发展,其结构荷载和跨度也不断增大,导致此类结构承载力、刚度等性能受到限制. 在桁架受压弦杆内填充混凝土,成为钢管混凝土桁架,使混凝土发挥其抗压优势,协同钢管受压,同时克服了钢管易屈曲的劣势<sup>[2]</sup>.

本文以受压的上弦杆填充混凝土的圆钢管混凝土桁架为研究对象,对不同断面形式的圆钢管混凝土桁架受力性能进行研究,并分析在节点荷载作用下桁架试件的轴力和弯矩分布模式.

## 1 试验

### 1.1 试件设计

按《空心管结构设计指南 CIDECT7》<sup>[3]</sup>及《钢结构设计规范》(GB 50017—2003)<sup>[4]</sup>的要求设计圆钢管混凝土 Pratt 桁架试件,桁架的左、右半跨(N型)节点的腹杆轴力方向相同,即左、右半跨中斜腹杆受拉且直腹杆受压.

试验共设计4榀圆钢管混凝土桁架试件,均为上弦杆圆钢管内填充混凝土且腹杆与下弦杆均为空圆钢管. 4榀圆钢管混凝土桁架试件断面分别为矩形桁架 RT (rectangular truss)、倒三角形桁架 IT (inverse-triangular truss)、梯形桁架 TZ (trapezoid truss 简写)和正三角形桁架 TT (triangular truss). 桁架全长 3 130 mm,计算跨度为 3 000 mm,宽为 400 mm,高为 400 mm,节间距为 500 mm,高跨比为 1:7.5,高宽比为 1:1,弦杆与腹杆交角为 41°,腹杆间隙为 11 mm,试件简图见图 1. 上下弦杆钢管采用  $\Phi 89 \text{ mm} \times 2.5 \text{ mm}$ ,其钢管径厚比为 17.8;斜腹杆、直腹杆钢管及横向支撑杆件钢管分别采用  $\Phi 50 \text{ mm} \times 2.0 \text{ mm}$  和  $\Phi 40 \text{ mm} \times 1.8 \text{ mm}$ ;腹杆与弦杆的管径比为 0.56 及 0.45. 试件中所有材料均采用 Q345 钢材. 所有试件节点均为焊接节点,采用 E43 系列焊条. 4 榀桁架试件中上弦杆内均填充 C30 等级的混凝土. 将上弦节点从左到右标识为 0, 1/6l, 2/6l, 3/6l, 2/6l, 1/6l, 0, 其中 0—2/6l 段即为桁架节点 0 与节点 2/6l 之间的距离.

### 1.2 试验方案

将整榀桁架试件平面平行于试验室地槽方向放置,采用滚轴使桁架支座与试验室支座连接,绕滚轴支撑点可自由转动,用来模拟桁架试件的铰支

座连接,以达到简支桁架的受力效果. 试验加载仪器为 100 t 油压千斤顶,通过分配梁对桁架试件进行对称加载,加载装置示意图见图 2.

测量竖向荷载作用下桁架试件腹杆和弦杆的内力分布,腹杆中截面对称布置 2 个应变片,弦杆中截面对称布置 2 个或 4 个应变片. 考虑桁架试件的空间作用,试件左右对称与前后对称分别布置应变片,如图 3 所示,图中钢管壁上短黑线为应变片. 此布置方案为试件 RT 的应变片布置方案,其余 3 个试件布片方案与之相同或相似. 桁架试件共布置了 11 个位移计,其中  $D_1—D_5$  测试桁架整体挠度,即桁架下弦杆各节点的挠度, $D_6—D_9$  测试桁架支座的转角位移及横向位移, $D_{10}—D_{11}$  测试桁架的支座沉降位移. 位移计具体布置见图 3.

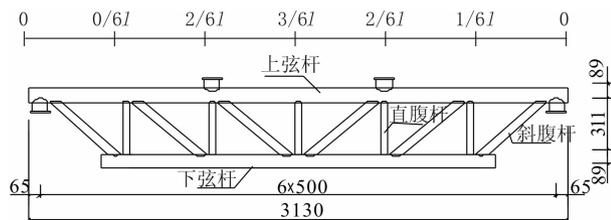


图 1 圆钢管混凝土桁架试件简图/mm

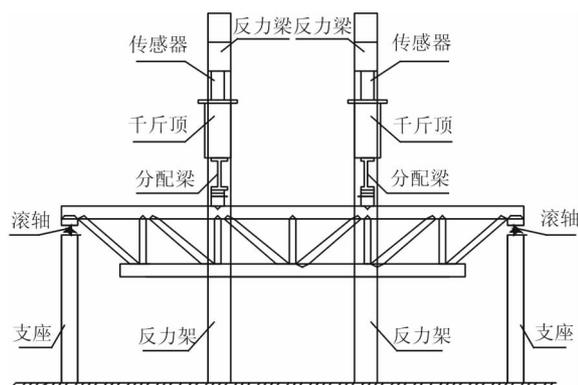


图 2 桁架试件加载示意图

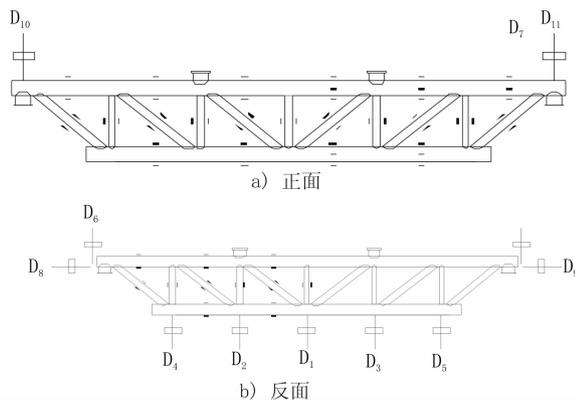


图 3 位移计布置简图

## 2 受力性能分析

### 2.1 轴力分布模式分析

针对桁架试件在弹性范围 ( $F = 20 \text{ kN}$  时) 内弯矩较小而轴力较大, 因此分析 4 榀桁架试件的轴力分布模式. 4 榀桁架的试验轴力分布图见图 4, 其中杆件受拉为正值, 受压为负值.

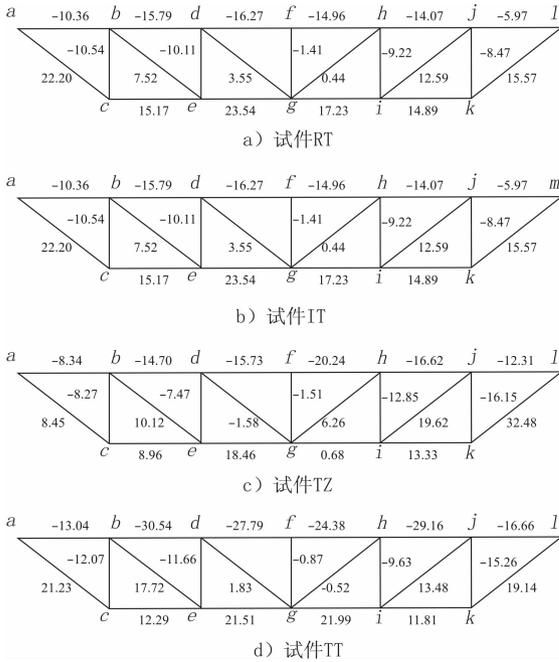


图 4 桁架试件轴力分布图/kN

由图 4 可知: 1) 4 个试件的上弦杆轴力, TT 最大, 其次是 TZ, RT, 最后是 IT. 2) 4 个试件的下弦杆轴力, IT 最大, 其次是 TT, RT, 最后是 TZ. 3) 4 个试件的斜腹杆轴力, 对杆件  $ac, lk (mk)$ , 4 个试件相差不多; 而对于杆件  $be, ji$ , 则轴力大小排序为  $RT > TZ$  和  $TT > IT$ ; 对于杆件  $dg, hg$ , 试件 RT 和 TZ 的轴力较大. 4) 4 个桁架的直腹杆轴力, 对于杆件  $bc, jk$ , 试件 IT, TT 大于 RT, TZ; 对于杆件  $be, hi$ , 4 个试件轴力大小基本相同; 对于杆件  $fg$ , 4 个试件大小排序为  $IT > TZ, RT > TT$ . 5) 对于 4 个试件而言, 节点  $c, e, i, k$  相连接的杆件均轴力较大; 另外, 对于试件 TT 而言, 上弦杆的轴力也较大. 故断面形式的不同对桁架的上、下弦杆的轴力影响较大, 而对腹杆的轴力分布模式影响不同. 此外节点  $c, e, i, k$  受力较大.

桁架试件第 1 根杆件开始屈服时, 桁架节点由轴力与弯矩共同作用产生的应力将超过钢管的屈服强度, 发生明显的内力重分布, 因此对 4 榀桁架试件的屈服荷载作用下的轴力、弯矩进行分析. 试件 RT, IT, TZ, TT 开始屈服时的受力分布模式见图 5—

图 8.

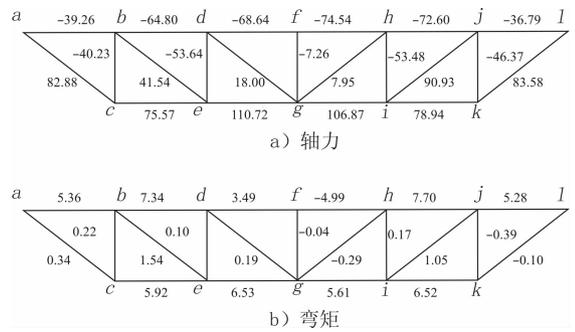


图 5 试件 RT 受力分布模式/kN

由图 5 可知, 上、下弦和斜腹杆  $ac$  和  $lk$  的轴力均较大, 同时上、下弦及斜腹杆  $be$  和  $ji$  的弯矩也比较大; 节点  $c, k, e$  和  $i$  连接的杆件受力较大. 由于上弦杆填充混凝土, 约束上弦节点的变形, 故在试验中上弦节点变形较小, 而下弦节点均出现不同程度的破坏.

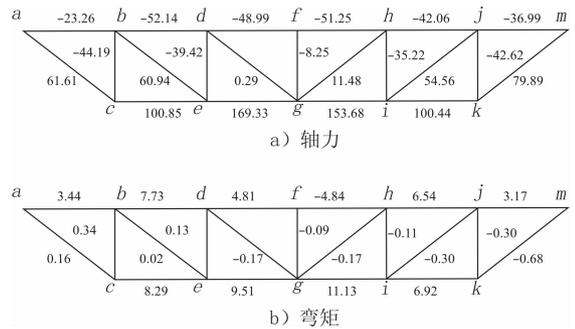


图 6 试件 IT 受力分布模式/kN

由图 6 可知, 下弦杆的轴力、弯矩明显大于其他杆件, 下弦杆节点为危险节点; 上弦杆的轴力不大, 弯矩较大, 混凝土协同钢管受压; 腹杆的轴力、弯矩大小基本相同, 受力合理.

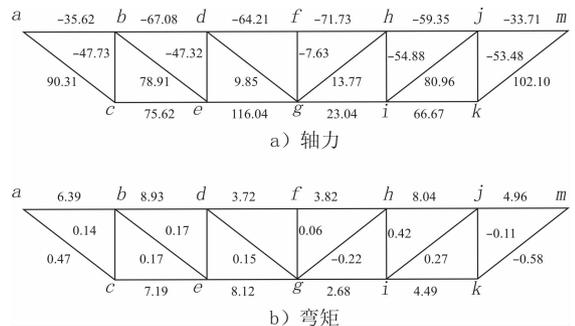


图 7 试件 TZ 受力分布模式/kN

由图 7 可知, 该试件上、下弦杆轴力、弯矩较大, 类似于试件 RT, 腹杆的轴力、弯矩大小相差不多, 类似试件 IT. 节点  $c, k$  和  $e$  相连接杆件的受力较大.

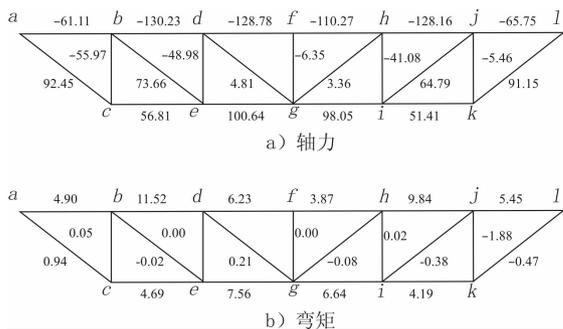


图8 试件TT受力分布模式/kN

由图8可知,上弦杆的轴力明显大于其他杆件.上弦、下弦的弯矩均很大.除了杆件jk,其他直腹杆的弯矩均很小,且直腹杆轴力大小基本相同.

由此可知,桁架的上、下弦杆的受力较大,由于上弦杆内填充混凝土,分担了部分荷载,使其弦杆钢管受力减小,同时管内混凝土克服钢管易屈曲的劣势,提高了上弦节点的强度和刚度,约束了腹杆端头的转动能力,从而使腹杆能够承受较大的弯矩.在斜腹杆ac, lk的轴力和弯矩均很大,这对节点c, e, i, k的承载力性能产生很大的不利影响,从而导致节点c, e, i, k提前失效.

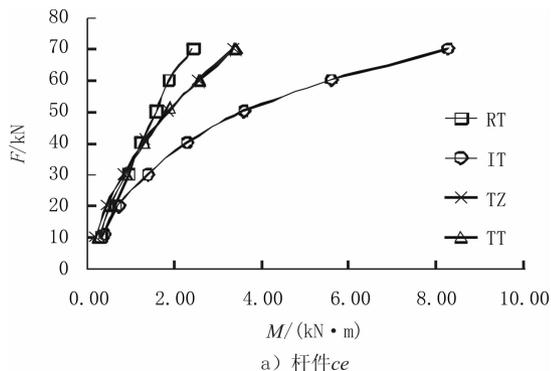
文献[5]中在节点荷载下,荷载作用点相邻的2个节段内弦杆承受很大的弯矩,与本试验不同,空间桁架刚度的整体性,导致上弦杆各个节段均承受很大的弯矩,尤其是试件IT, TZ.在0-1/6l段,试件RT, TZ和TT的腹杆轴力较大,而试件IT则不同,在0-2/6l段,其斜腹杆、直腹杆的轴力基本相同.

传统的桁架理论中认为弦杆与腹杆采用理想铰接模型,但是圆钢管混凝土桁架的腹杆有较大的弯矩存在,故在桁架计算中不宜采用铰接模型.针对0-1/6l段斜腹杆的轴力、弯矩均很大的问题,在实际应用中,可采取增加截面等措施来提高其受力性能.腹杆受力性能对桁架承载力起着重要的作用,文献[5]研究了腹杆布置形式对整体受力性能的影响,修正的Warren式桁架是提高腹杆受力性能的形式之一.

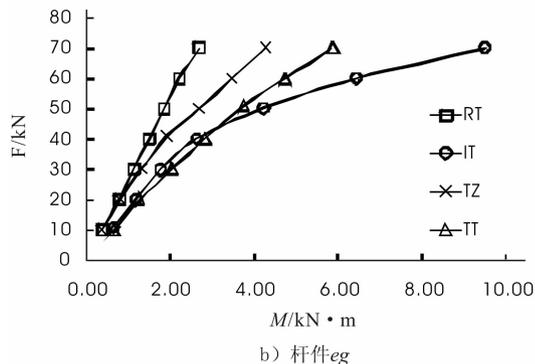
### 2.2 弯矩分布模式分析

从实测的桁架试件杆件应变可知,4榀桁架试件的上、下弦杆弯矩较大,而腹杆弯矩较小.4榀桁架的试验平面内弯矩分布图见图9—图12.

从图9可知:1)对于杆件ce,在较小荷载( $F < 20$  kN)作用下,4个试件的弯矩大致相同,在较大荷载作用下,IT的弯矩最大,其次是TZ, TT,而RT最小;随着荷载的增加,试件RT曲线基本按线性模式增加,试件TZ, TT表现略微的非线性,而试件IT则



a) 杆件ce



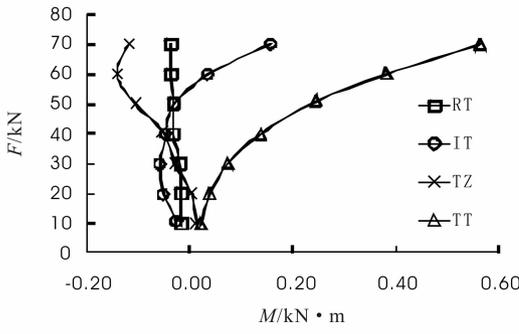
b) 杆件eg

图9 下弦杆荷载 - 弯矩曲线

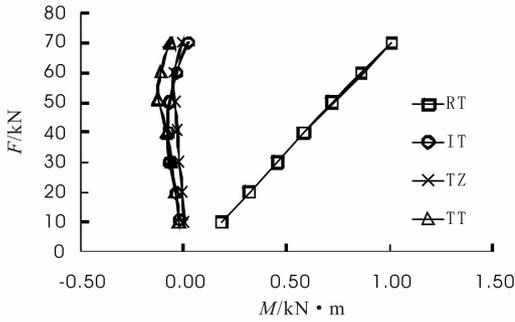
为明显的非线性模式;在同一弯矩作用下,较小弯矩( $M < 1.8$  kN·m)情况下,试件IT的荷载小于其他3个试件,在较大弯矩情况下,荷载大小的排序为 $RT > TZ$ 和 $TT > IT$ . 2)对于杆件eg,在较小荷载( $F < 20$  kN)作用下,试件RT与TZ基本相同,试件IT与TT基本相同,而试件RT, TZ大于试件IT, TT;在较大荷载( $20$  kN  $< F < 40$  kN)作用下,试件弯矩的大小排列为 $RT > TZ > IT > TT$ ;当荷载 $F > 40$  kN时,试件弯矩的大小排列为 $RT > TZ > TT > IT$ ;随着荷载的增加,试件RT和TT曲线基本按线性模式增加,试件TZ表现略微的非线性,而试件IT则为明显的非线性模式. 3)桁架断面形式的不同影响桁架下弦杆的受力:试件RT的下弦杆受力比较简单,荷载-弯矩曲线为线性;试件IT的下弦杆受力比较复杂,且弯矩比其他3个试件大;试件TZ, TT情况在这两者之间.

可见,当填充混凝土上弦杆的数量不变,桁架断面从矩形变化到梯形、倒三角形时,其弯矩逐步增大,说明同一截面的腹杆角度对下弦杆的弯矩影响很大.

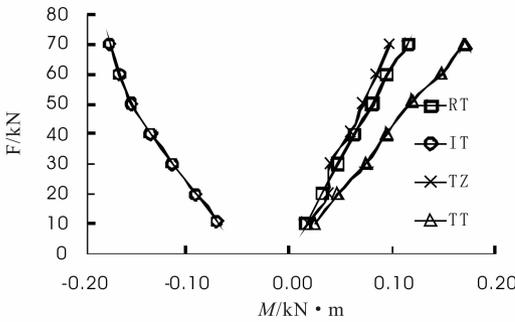
从图10可知:1)对于杆件ac,试件TT的弯矩较大,其他3个试件的弯矩均较小.随着荷载的增加,试件RT的弯矩基本不变,IT, TZ未表现出明显变化趋势,而TT表现出明显的非线性.从试件IT, TZ的曲线可以看出,杆件ac比较复杂. 2)对于杆



a) 杆件ac



b) 杆件be

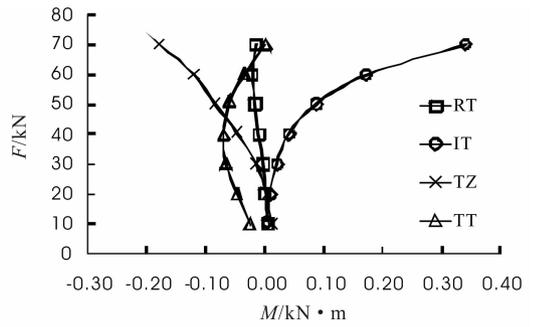


c) 杆件dg

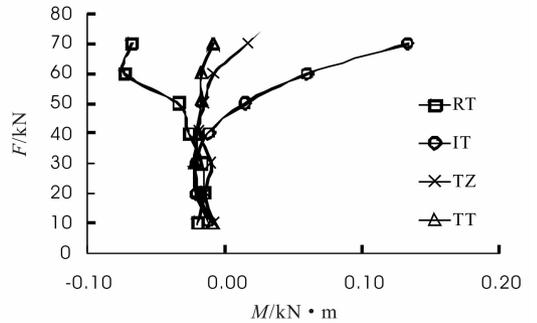
图 10 斜腹杆荷载 - 弯矩曲线

件 *be*, 试件 RT 的弯矩明显大于其他 3 个桁架, 且试件 IT, TZ, TT 的弯矩值基本相同; 随着荷载的增加, 试件 RT 的弯矩呈线性增加, 而其他 3 个试件的弯矩基本不变. 3) 对于杆件 *dg*, 4 个试件的弯矩均表现为线性变化. 在同级荷载下, 试件 RT, TZ 基本相同, 试件 IT, TT 的绝对值基本相同, 且试件 IT, TT 的弯矩绝对值大于试件 RT, TZ. 4) 桁架断面不同, 对试件各个斜腹杆的弯矩影响不同. 桁架由矩形、梯形到三角形的变化对杆件 *ac* 的弯矩影响越来越大, 即端斜腹杆 *ac*, 填充混凝土的上弦杆数量对其弯矩影响很大. 杆件 *be* 的弯矩只在试件 RT 情况下比较大, 对于受力较小的杆件 *dg*, 试件 IT, TT 发挥着更大的作用, 说明无论倒三角形还是正三角形桁架对其斜腹杆的利用率都较高, 受力也较合理.

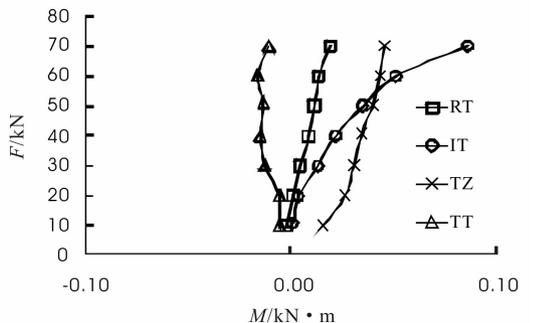
从图 11 可知: 1) 对于杆件 *bc*, 在较小荷载下, 4 个试件的弯矩基本相同, 但是在较大荷载下, 试件



a) 杆件bc



b) 杆件de



c) 杆件fg

图 11 直腹杆荷载 - 弯矩曲线

IT, TZ 的弯矩值大于 RT, TT. 随着荷载的增加, 试件 IT, TZ 表现出明显的非线性, 而试件 RT, TT 的弯矩基本未变化. 2) 对于杆件 *de*, 在较小荷载下, 4 个试件的弯矩基本相同, 但是在较大荷载下, 试件 IT, RT 的弯矩值大于 TZ, TT. 随着荷载的增加, 试件 IT 表现出明显的非线性, 而试件 RT, TT, TZ 的弯矩基本未变化. 3) 对于杆件 *fg*, 4 个试件基本呈线性变化. 4) 桁架断面的变化对直腹杆的影响是, 断面从矩形、梯形到倒三角形, 倒三角形桁架试件 IT 的直腹杆弯矩表现出明显的非线性. 由此可见, 桁架杆件在内力重分布中, 对试件 IT 的直腹杆影响比较严重<sup>[9-10]</sup>. 故在设计桁架中, 直腹杆的偏心对其弯矩影响尤为严重.

从图 12 可知, 这 3 根杆件的弯矩曲线基本呈线性变化. 1) 对于杆件 *ab*, 试件 TT 的弯矩明显大于其他 3 个桁架. 2) 对于杆件 *bd*, 试件 IT, TT 的弯矩

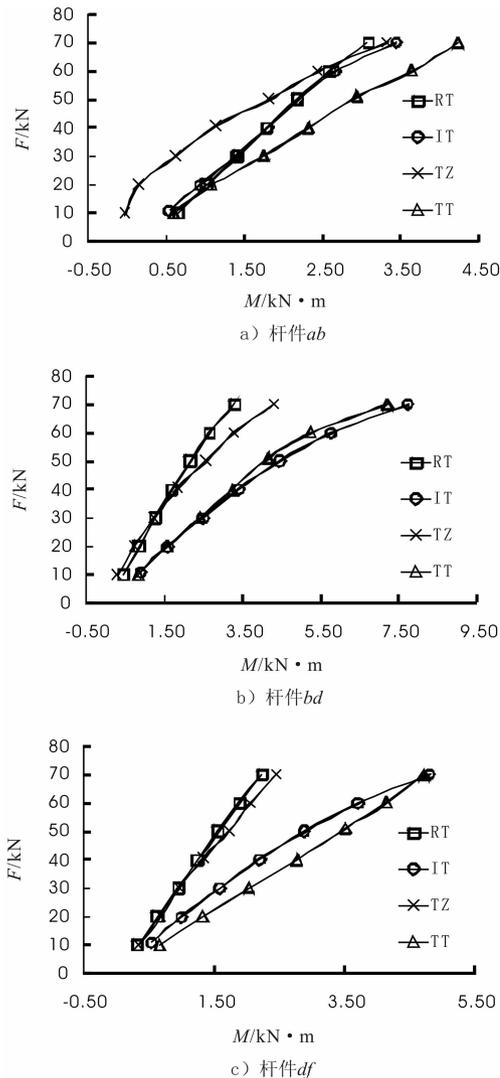


图12 弦杆荷载-弯矩曲线

明显大于 RT, TZ. 3) 对于杆件  $df$ , 试件 IT, TT 的弯矩明显大于 RT, TZ, 与杆件  $bd$  相似. 4) 桁架断面的不同, 从矩形、梯形到倒三角形、正三角形这种断面的“削弱”, 对上弦杆  $ab$  影响较小, 而对杆件  $bd, df$  影响较大.

由此可见, 对于受压较大的上弦杆, 尤其是杆件  $bd$  和  $df$ , 杆内填充的混凝土约束了钢管的屈曲变形及节点的强度, 使其能够承受较大的弯矩作用, 从而提高了桁架的整体承载力.

### 3 结论

对矩形断面、倒三角形断面、梯形断面和正三角形断面 4 榀圆钢管混凝土桁架进行了对比试验, 研究不同断面形式的桁架受力分布模式, 得出如下结论:

1) 断面形式的不同对桁架的上、下弦杆的轴力影响较大, 而对腹杆的轴力分布模式影响不同, 其

中试件 IT 的腹杆受力比较合理.

2) 在节点荷载作用下, 不同断面形式的桁架弦杆各个节段均承受很大的平面内弯矩, 在  $0-2/6l$  段的桁架下弦节点受力较大, 试件 TT 除外. 试件 TT 的上弦杆及节点的受力较大.

3) 由于桁架断面形式不同, 影响桁架下弦杆的平面内弯矩受力情况. 桁架断面从矩形变化到梯形、倒三角形时, 其弯矩逐步增大, 说明同一截面的腹杆角度对下弦杆的弯矩影响很大. 试件 IT 的下弦杆受力比较复杂, 且弯矩比其他 3 个试件大. 而试件 TZ, TT 情况在这两者之间.

4) 由于桁架断面不同, 对试件各个斜腹杆的平面内弯矩影响不同. 桁架由矩形、梯形到三角形对  $0-2/6l$  段杆件的弯矩影响越来越大.

5) 桁架断面的变化对直腹杆的影响是, 断面从矩形、梯形到倒三角形, 对直腹杆平面内弯矩影响也越来越明显, 试件 TT 除外.

6) 桁架断面的不同, 从矩形、梯形到倒三角形、正三角形这种断面的“削弱”, 对上弦杆  $ab$  影响较小, 而对杆件  $bd, df$  影响较大. 混凝土约束了钢管的屈曲变形及节点的强度, 提高了桁架整体承载力.

7) 对于圆钢管混凝土桁架, 上弦杆通过混凝土来增强其性能, 因此, 增强下弦杆及其节点性能将成为提高其承载力的方式之一.

### 参考文献:

- [1] Wardenier J, Kurobane Y, Packer J A, et al. Design Guide for Circular Hollow Section (CHS) Joints under Predominantly Static Loading[M]. Citect:TUV-Verlag, 1991.
- [2] 蔡绍怀. 现代钢管混凝土结构[M]. 北京: 人民交通出版社, 2007.
- [3] Dutta D, Wardenier J, Yeomans N. Design Guide for Fabrication, Assembly and Erection of Hollow Section Structures[M]. Citect:TUV-Verlag, 1998.
- [4] GB 50017—2003, 钢结构设计规范[S].
- [5] 黄金金, 陈宝春. 腹杆形式对钢管混凝土桁架受力性能影响的研究[J]. 建筑结构学报, 2009, 30(1): 55.
- [6] 刘永建, 李运喜, 刘君平, 等. 受压弦管填充混凝土的矩形钢管桁架静力性能分析[J]. 建筑科学与工程学报, 2008, 25(4): 67.
- [7] 刘永建, 刘君平, 杨根杰, 等. 主管内填充混凝土矩形钢管桁架受力性能试验研究[J]. 建筑结构学报, 2009, 30(3): 107.
- [8] 刘永建, 刘君平, 张俊光. 主管内填混凝土矩形和圆形钢管桁架受弯性能对比试验研究[J]. 建筑结构学报, 2010, 31(4): 86.
- [9] 郑文忠, 柳旭东, 张博一. 灌浆圆钢管桁架-混凝土组合梁试验研究[J]. 建筑结构学报, 2009, 30(1): 15.
- [10] 张一博, 郑文忠, 王雪英. 内置灌浆圆钢管桁架预应力混凝土连续梁受力性能试验研究和理论分析[J]. 建筑结构学报, 2011, 32(3): 127.

# 外伸式端板连接钢-混凝土组合节点 裂缝发展规律及破坏模式

陈来稳<sup>1</sup>, 李升才<sup>1</sup>, 王毅恒<sup>2</sup>

(1. 华侨大学 土木工程学院, 福建 泉州 362021;

2. 四川理工学院 建筑工程学院, 四川 自贡 643000)

**摘要:**为研究外伸式端板连接型钢梁-混凝土柱组合节点的受力性能,对7个外伸式端板连接复合焊接环式箍筋混凝土柱-蜂窝钢梁组合节点试件进行了低周反复荷载作用下的拟静力试验.结果表明,外伸式端板连接型钢梁-混凝土柱组合节点裂缝出现时荷载较小;在构件屈服后,在节点区出现主X型交叉斜向剪切裂缝,破坏阶段,节点核心区成通裂状态,部分混凝土压碎鼓出、箍筋屈服、刚度退化、试件破坏,最终破坏模式为节点核心区域剪压破坏.通过与课题组其他试验结果对比,外伸式端板螺栓连接型试件耗能增长最快,核心区箍筋、纵筋、混凝土能充分发挥作用,因此外伸式端板螺栓连接型为较合理的节点模式.

**关键词:**外伸式端板;蜂窝钢梁-混凝土柱组合节点;裂缝发展规律;破坏模式;拟静力试验

**中图分类号:**TU398 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.017

## Developing rules and destroying patterns of steel-concrete composite joints crack with extended end-plate connections

CHEN Lai-wen<sup>1</sup> LI Sheng-cai<sup>1</sup>, WANG Yi-heng<sup>2</sup>

(1. College of Civil Engineering, Huaqiao University, Quanzhou 362021, China;

2. Institute of Architecture and Engineering, Sichuan University of Science and Engineering, Zigong 643000, China)

**Abstract:**To research the mechanical property of steel beam and concrete column composite joints with extended end-plate connections, pseudo-static test, low cyclic loading test, was executed on 7 test specimens, all of which were welded compound-ring-hoop concrete column and cellular steel beam composite joints. The experimental results reflected that the load value was smaller when steel beam and concrete column composite joints crack with extended end-plate connections was appearing; after the test specimens yielded, the main X-type crossing incline shear cracks were appearing in areas of joints; when it came to the stage of destroy, continuous seam appeared in areas of joints core, moreover, part of concrete in those areas was crushed and plumped, hoops yielded, stiffness degraded, and test specimens were destroyed; finally, the destroying pattern in aforementioned areas was shear compression failure. Compared with other ex-

收稿日期:2012-03-27

基金项目:国家自然科学基金项目(50948036);建设部研究开发项目(06-k3-17);厦门市科技计划项目(3502Z20073035)

作者简介:陈来稳(1986—),男,山东省济宁市人,华侨大学硕士研究生,主要研究方向为结构抗震.

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

perimental results, the fastest energy-consuming test specimen were those that with extended end-plate bolted connections, hoops, longitudinal bars and concrete in areas of joints core can fully show their functions. As a result, the extended end-plate bolted connection was a comparatively reasonable pattern of joints.

**Key words:** extended end-plate; cellular steel beam and concrete column composite joints; crack developing rule; destroying pattern; pseudo-static test

## 0 引言

1980年代初,在钢结构、钢筋混凝土框架结构及钢骨混凝土(SRC)复合式框架结构的基础上,美国率先开发出了一种新型组合式框架结构体系,即由钢筋混凝土柱与钢梁组成的RCS组合框架结构体系(composite RCS moment frames system)。该结构体系充分利用钢构件及钢筋混凝土构件各自在抗弯或抗压强度、刚度、延性及建筑功能适用性方面的优势,已成功地应用在中、高层建筑尤其是住宅建筑中<sup>[1-2]</sup>。目前国内外对于钢-混凝土组合结构主要集中在钢与混凝土组合梁、型钢混凝土结构、钢管混凝土结构以及外包钢混凝土结构等,而对于蜂窝钢梁与焊接环式箍筋混凝土柱组成的组合结构研究较少。为研究蜂窝钢梁-焊接环式箍筋混凝土柱节点的裂缝发展规律及破坏模式,本文拟对1组(7个)外伸式端板连接的蜂窝钢梁-焊接环式箍筋混凝土柱节点的试件进行低周反复荷载拟静力试验,研究该结构节点试件的性能。

## 1 试验方法

### 1.1 试件设计

根据《建筑抗震试验方法规程》<sup>[3]</sup>,梁柱组合节点试件采用1/2缩尺模型,梁反弯点间距为2.4 m,柱反弯点间距为1.8 m。试件的具体配筋和节点连接构造如图1所示。试件制作方法为先浇筑混凝土柱,养护结束后再将蜂窝钢梁用高强螺栓安装到混凝土柱上。

钢梁为焊接蜂窝工字形梁 H 260 mm × 160 mm × 8 mm × 10 mm,蜂窝梁是将焊接工字钢沿设定的齿槽切割,然后错开,将腹板凸出部分对齐焊接,形成蜂窝状空格的工字钢梁。钢材为 Q345 级钢;蜂窝梁腹板焊接时采用焊透的对接焊缝;螺栓采用 10.9 级螺栓,长为 320 mm。

柱截面为 250 mm × 300 mm,采用高效减水剂配制设计强度等级为 C50 的混凝土。试验纵向钢筋采用 HRB400 级钢筋,箍筋采用密置复合焊接环式

箍筋,选用 HRB335 级钢筋,直径为 10 mm,箍筋间距为 80 mm<sup>[4]</sup>。根据节点处螺栓排列方式的不同,共 7 个试件:8 个直径为 20 mm 的螺栓排成 4 行 2 列(2 个试件);8 个直径为 18 mm 的螺栓排成 4 行 2 列;8 个直径为 18 mm 的螺栓排成 3 行 3 列;8 个直径为 20 mm 的螺栓排成 3 行 3 列;6 个直径为 20 mm 的螺栓排成 3 行 2 列;6 个直径为 22 mm 的螺栓排成 3 行 2 列。编号依次为 RCSJ1—RCSJ7,其螺栓数量、强度以及排列方式如图 2 所示。

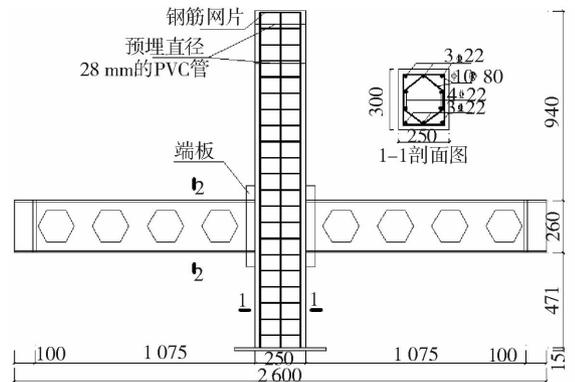


图1 试件几何尺寸及配筋/mm

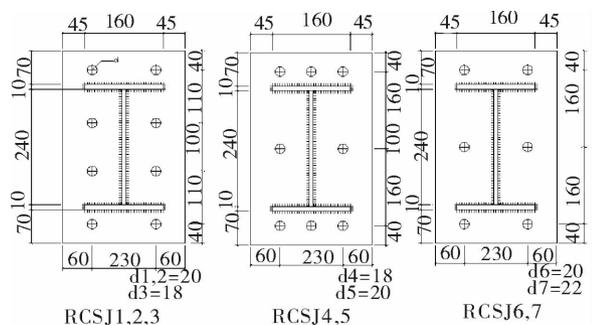


图2 螺栓排列示意图/mm

### 1.2 试验加载装置

为了真实再现组合框架结构受力和变形性能,考虑 P-Δ 效应的影响,水平荷载采用柱端加载方式,采用 MTS 电液伺服加载结构试验机进行低周反复荷载作用下的拟静力加载。竖向荷载通过电动液压千斤顶作用于柱顶,并进行稳压控制,使柱轴力在试验中保持恒定。试验装置示意图如图 3 所示。

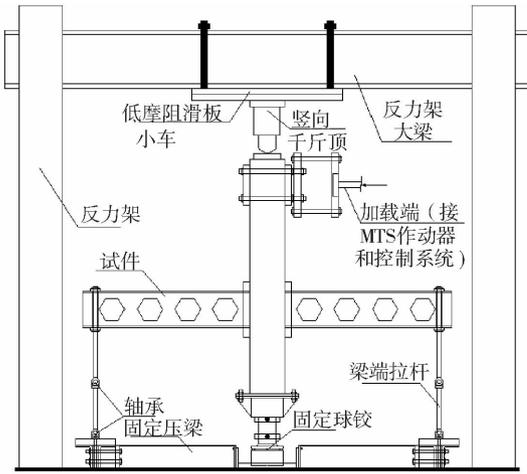


图3 加载装置

### 1.3 加载制度

柱端水平荷载通过控制柱顶水平位移,由 MTS 电液伺服作动器施加。屈服前各位移幅值循环 1 次,屈服后位移幅值采用屈服位移递增,且各幅值下循环 3 次,直至试件承载力降至最大承载力的 85%,停止加载<sup>[5]</sup>,加载制度见图 4。

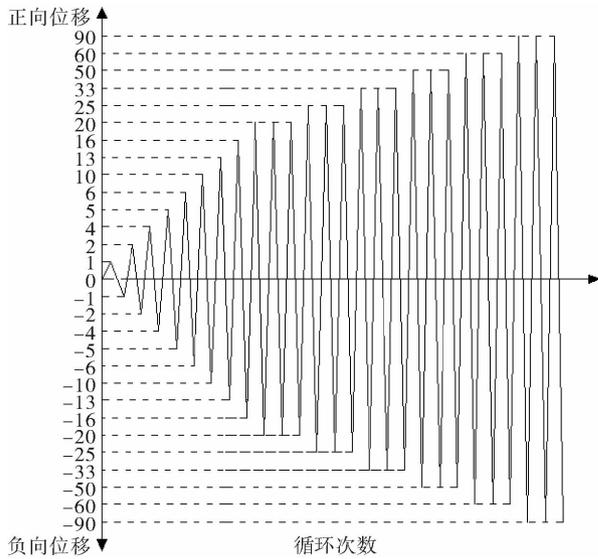


图4 位移控制加载图

## 2 试验结果与分析

### 2.1 裂缝发展

经过观察发现,虽然试验用来连接钢梁与混凝土柱的螺栓数目和排列方式不同,但是所有的构件在裂缝发展方面存在相似之处(除了 RCSJ3 试件在位移幅值达到 50 mm 时,节点处上部用于固定的高强螺栓螺母弹出,考虑到安全问题,试验结束),归

结起来表述如下:当加载到极限荷载的 30% 左右时,节点核心区出现第 1 条斜裂缝。随着荷载的来回往复,出现多条平行于对角线方向的斜向交叉裂缝,核心区混凝土在钢梁端板附近只出现少量压碎裂缝。当位移达到 33 mm 左右时,主要斜裂缝开始贯通;随后,裂缝变化情况为主裂缝增宽延伸,只出现少量新裂缝。当位移达到 50 mm 左右时,达到极限荷载,节点核心区混凝土裂缝宽度剧增,出现明显斜向剪切裂缝,在节点核心区还出现了部分混凝土压碎鼓出现象。在 60 ~ 90 mm 的位移循环过程中,节点核心区裂缝宽度扩展至 1 mm,形成贯通交叉主裂缝。核心区正反面混凝土呈通裂状态,节点处箍筋屈服、混凝土保护层剥落、压碎带明显,试件荷载明显下降、刚度退化,钢梁端板附近受压区域混凝土部分被压碎,详见表 1 及图 5。

在试验的加载过程中,裂缝开始沿对角线方向发展,并在 45° 方向螺栓的连线方向形成网格,最后发展成十字交叉的主要剪切斜裂缝而发生节点区

表 1 裂缝发展明细表

试件编号	第 1 条裂缝出现时荷载占极限荷载的百分比/%	裂缝贯通时的位移幅值/mm	极限荷载时的位移幅值/mm	节点核心区形成贯通交叉主裂缝时刻的位移幅值/mm
RCSJ1	23	36	60	60 ~ 90
RCSJ2	21	36	60	60 ~ 90
RCSJ3	30	33	50	—
RCSJ4	33	25	50	60 ~ 90
RCSJ5	23	25	50	60 ~ 90
RCSJ6	33	33	50	60 ~ 90
RCSJ7	31	33	50	60 ~ 90

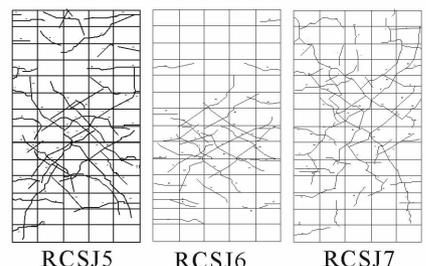
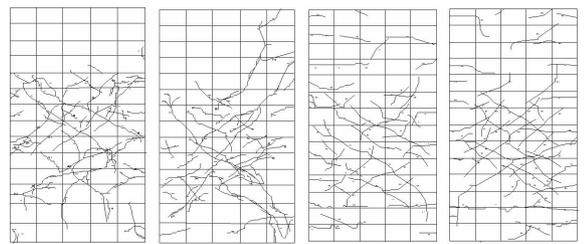


图5 试件破坏形态

的剪切破坏.同时,在钢梁端板附近混凝土柱的受压区域同时发生压碎破坏.在整个试验加载过程中,节点区上下两端出现少量水平裂缝,其相互间隔大约在5 cm左右,出现时间在试验前中期,在中后期略有延伸扩展并有闭合的趋势.对于不同的螺栓排列方式,RCSJ4—RCSJ7试件的裂缝发展较为相似,有比较明显的斜向裂缝网格出现;RCSJ1—RCSJ3节点核心区在中部2行螺栓连线方向出现斜裂缝,使网格不明显.

## 2.2 破坏模式

在诸多RCS组合节点试件的试验中,比较有代表性的是R. Kanno等<sup>[6-7]</sup>于1993年在美国Cornell大学所做的RCS组合节点不同破坏模式的强度、位移及其抗震性能的试验,而后于1996年对11组大比例尺寸的不同组合节点试件进行了5种基本破坏模式的反复荷载试验,以研究RCS组合试件的基本破坏模式.本次试验的试件破坏模式为5种基本破坏中的梁柱节点破坏,即节点区域的剪切破坏,这是由于节点区域内箍筋屈服,导致节点混凝土剪切破坏.节点破坏模式如图6所示.本次试验的试件,相比于4行2列的RCSJ1—RCSJ3和3行2列的RCSJ6,RCSJ7,3行3列螺栓的RCSJ4,RCSJ5的极限承载力更高.相同的螺栓排列方式下,半径大的试件承载力更高.

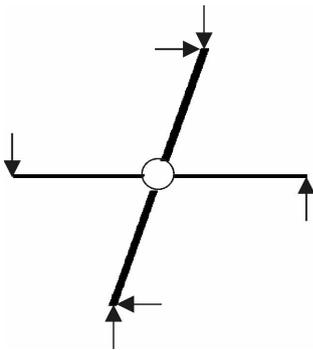


图6 节点破坏模式示意图

## 3 结论

通过对焊接复合箍筋柱蜂窝梁组合节点开裂过程及裂缝发展规律的试验观测及分析,可得到以下结论:1)试验中出现螺帽脱出现象的RCSJ1构件,经分析主要原因是试验所用螺杆太短、太细.2)由于外伸式端板的约束作用,在端板连接的4角处初裂位移和初裂荷载都较小.3)破坏阶段,在位移为90 mm的循环中,节点核心区成裂通状态,部分混凝土压碎鼓出,箍筋屈服,刚度退化,试件破坏,最终破坏模式为节点核心区剪压破坏.4)节点处的外伸式端板和穿过节点区域的螺栓对于裂缝发展有一定的限制作用.5)通过对比本次试验的7个试件的裂缝发展和破坏,节点处3行3列的螺栓排列方式是最为合理的,而对于相同排列方式,螺栓直径大的试件承载力更高.6)通过与课题组其他试验结果对比,外伸式端板螺栓连接型试件耗能增长最快,核心区箍筋、纵筋、混凝土能充分发挥作用,因此外伸式端板螺栓连接型是较合理的节点模式.

## 参考文献:

- [1] 聂建国. 钢-混凝土组合结构:原理与实例[M]. 北京:科学出版社,2009.
- [2] 聂建国,陶慕轩. 钢-混凝土组合结构体系研究新进展[J]. 建筑结构学报,2010,31(6):71.
- [3] JGJ 101-96,建筑抗震试验方法规程[S].
- [4] 庄云.SRC柱—RC梁组合件抗震性能试验研究[D]. 厦门:华侨大学,2007.
- [5] 李升才,颜军. 混凝土柱-蜂窝钢梁组合节点拟静力试验研究[J]. 建筑结构学报,2009,30(2):30.
- [6] Kanno R. Strength deformation and seismic resistance of joints between steel beams and reinf-concrete columns [D]. Cornell University,1993:617.
- [7] Kanno R, Deierlein G G. Seismic behavior of composite (RCS) beam-column joint subassemblies [C]//Composite Construction in Steel and Concrete III, Shahrooz: ASCE, 1996:236-249.

# 特大断面浅埋偏压隧道 CRD 工法下 围岩位移变形规律

陈莹, 林从谋, 黄金山, 黄志波, 付旭

(华侨大学 岩土工程研究所, 福建 泉州 362021)

**摘要:**以国内罕见的大跨度超大断面浅埋偏压隧道——前欧隧道为工程背景,通过现场试验获得围岩变形数据,运用速率上限截断方法及小波理论对数据进行处理,并运用 Ansys 对开挖过程进行二维模拟,获得了一些变形规律:右上导坑的水平方向收敛计算值为 18 mm,明显比其他 2 个方向值 8.6 mm,3.8 mm 大得多,而全断面水平方向收敛计算值 7.9 mm 与其他 2 个方向值 4.5 mm,4.4 mm 基本相同,均与实测值规律相同;右上导坑收敛曲线受开挖工序影响比较明显,呈现出明显的周期性,而全断面收敛曲线周期性不明显。

**关键词:**特大断面隧道;围岩位移;变形规律;数值模拟

**中图分类号:**TU312.1 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.018

## The surrounding rock deformation laws of shallow-buried biased super-large cross-section tunnel excavated via CRD method

CHEN Ying, LIN Cong-mou, HUANG Jin-shan, HUANG Zhi-bo, FU Xu

(Institute of Geotechnical Engineering of Huaqiao University, Quanzhou 362021, China)

**Abstract:** On the engineering background of rare domestic large-span and super-large cross-section tunnel—Qianou tunnel, data of surrounding rock deformation was obtained through in-situ monitoring. Firstly, those data were cut off by upper limited velocity method; Then, they were analysed by Wavelet. Besides, a 2-D numerical model was set up by ANSYS to simulate the construction process. Some deformation laws were obtained as follows: The horizontal convergent calculated value of upper right heading was 18 mm, which was obviously much more than another two orientations, 8.6 mm and 3.8 mm respectively. While, the horizontal convergent calculated value of whole section was 7.9 mm, which was approximately coincident with another two orientations, 4.5 mm and 4.4 mm, respectively; The construction method had a comparatively more obviously influence on the convergent curve of upper right heading, which showed an obviously periodical character, while, the periodical character showed by the convergent curve of whole section was not that obvious.

**Key words:** super-large cross-section tunnel; surrounding rock deformation; deformation laws; numerical simulation

收稿日期:2012-04-25

基金项目:福建省交通科技发展课题资助项目(200910)

作者简介:陈莹(1986—),女,福建省龙岩市人,华侨大学硕士研究生,主要研究方向为隧道与地下工程设计与施工技术。

通信作者:林从谋(1957—),男,福建省福州市人,华侨大学教授,博士,主要研究方向为隧道与岩土工程设计与施工技术。

## 0 引言

由于特大断面隧道具有开挖面积较大、扁平率低、施工工艺复杂等特点,可能导致围岩变形规律和受力情况与小断面隧道有所不同.不少学者及工程技术人员就此进行了大量的理论研究和工程实践.张建国等<sup>[1]</sup>结合厦门东通道(翔安)海底隧道,对比分析了现场监测和数值模拟2种方法,为隧道的信息化施工提供了依据.万明富等<sup>[2]</sup>通过对沈大高速公路单洞4车道公路隧道施工现场的监测,探讨了大跨隧道开挖下的围岩变形规律.李海威等<sup>[3]</sup>通过 FLAC3D 软件对浅埋偏压隧道进行模拟,分析了围岩应力和位移变化规律.高飞等<sup>[4]</sup>从隧道不同开挖顺序出发,对浅埋偏压隧道采用预留核心土开挖方法的施工过程进行了数值模拟,给出了不同开挖顺序下围岩和支护结构的变形及应力分布规律.M. J. Kavvadas<sup>[5]</sup>通过对隧道地表进行变形监测并总结规律,由此来选择和控制隧道开挖和支护的方法.

前欧隧道为特大断面隧道并且处于浅埋偏压段,受力条件十分复杂,围岩变形规律难以类比,针对这个工程实例,本文拟进行该隧道在特殊地质地形条件下的变形的现场试验,总结归纳特大断面隧道的变形规律,为日后类似工程提供依据.

## 1 工程概况与测点布置

### 1.1 工程概况

前欧隧道纵坡为 1.0% 和 -1.74%,起始桩号为 ZK357+036-ZK357+782,长度 746 m.平均埋深 44.3 m,开挖断面跨径 22.036 m,高 14.677 m,地面坡比为 1:2.65.

### 1.2 施工难点

该隧道施工中存在以下难点:隧道断面大、跨度大、扁平率大;隧道承受偏压作用;隧道拱顶埋深小,如果施工不当,容易形成围岩失稳,产生冒顶、塌方等险情;隧道右侧为正在运营的高速公路的高边坡,要求严格控制爆破参数;需要克服没有设计标准、施工规范、控制指南等技术空白的困难.

### 1.3 测点布置

隧道洞身段采用 CRD 法开挖,在前欧隧道洞身段施工过程中需进行拱顶下沉量和周边收敛量监测,施工工序及测点布置如图 1 所示.

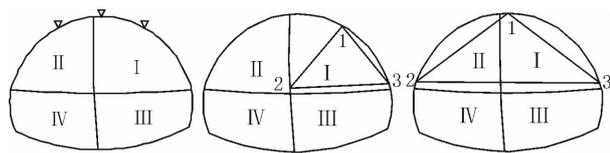


图 1 浅埋偏压段 CRD 施工工序及测点布置示意图

## 2 试验数据分析

### 2.1 数据处理方法

在现场试验的过程中,测点常会发生意外,因此试验数据中不可避免地带有一定的误差.本文基于隧道围岩的位移速率必有上限的思想,用位移速率上限截断法处理数据,再采用 Matlab 7.1 中的小波工具箱进行去噪处理<sup>[6]</sup>,小波函数选取 Db4,最大尺度为 3.选取典型测试断面 ZK357+140 为分析对象,其小波去噪结果如图 2—图 4 所示.

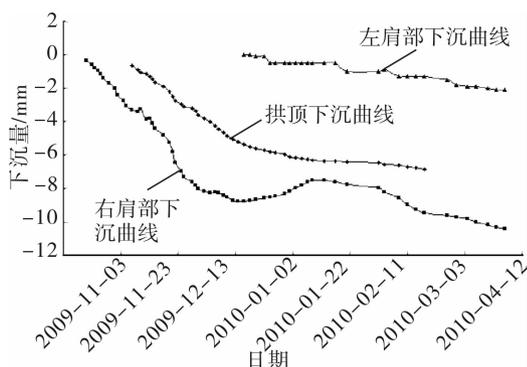


图 2 ZK357+140 断面下沉曲线汇总

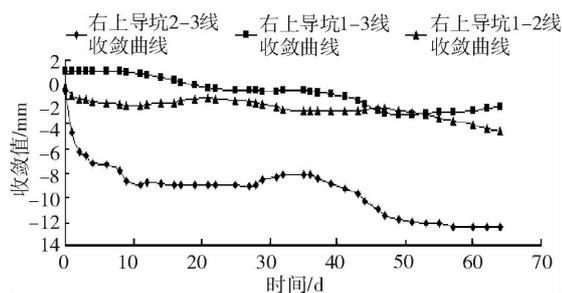


图 3 ZK357+140 断面右上导坑洞内收敛曲线

### 2.2 结果分析

#### 2.2.1 洞内下沉分析

图 2 为断面下沉曲线在尺度 3 下分解再重构的波形,由图 2 可知:隧道拱顶最大下沉量约 6 mm,右拱肩约 11 mm,而左拱肩约 2 mm.其主要由系统误差造成,比如测点挂钩弯曲等;也可能是该隧道在浅

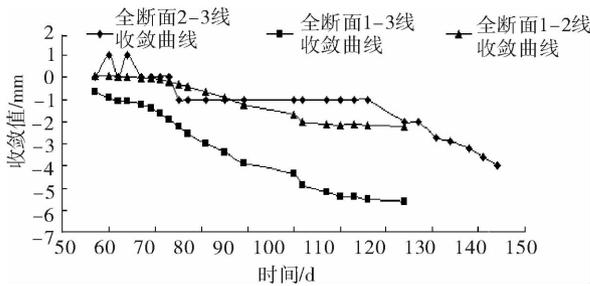


图4 ZK357+140断面全断面洞内收敛曲线

埋偏压、特殊地质条件下的一种间接反映。总结曲线规律有：1)下沉曲线起点处斜率最大,说明下沉速率与掌子面到试验断面的距离有关,掌子面到试验断面的距离越大,对断面的影响越小,这种形态关系近似为对数或指数关系。2)CRD工法分4个导坑开挖,由各段曲线的斜率可看出,开挖不同导坑对断面的下沉都有影响,开挖右侧导坑对右侧试验点影响较大,对左侧影响较小,反之亦然;开挖上部导坑对拱圈顶部的下沉影响较大,下部开挖导坑则影响较小。3)下沉曲线显示出周期特征,“右上导坑开挖→左上导坑开挖→右下导坑开挖→左下导坑开挖→折撑”为一个循环周期。

**2.2.2 洞内右上导坑收敛分析** 根据图3可知:隧道右上导坑1-2测线收敛值约4.5 mm,2-3测线约12 mm,1-3测线约3.5 mm。原因是右上导坑开挖后,在初始地应力场下围岩应力释放,水平方向的应变较大,有利于减小隧道扁平率,说明初始应力场对隧道开挖比较有利。总结曲线规律有:1)隧道右上导坑开挖后,内部3条测线均缩短,说明在原岩应力场作用下,隧道断面向内收缩,利于隧道稳定;2)其余规律与图2所得规律类同。

**2.2.3 洞内全断面收敛分析** 根据图4可知:隧道全断面1-2测线收敛值约2.5 mm,2-3测线约4 mm,1-3测线约6 mm。收敛值基本相同,说明隧道周边收缩均匀,利于隧道稳定。总结曲线规律有:1)隧道右上导坑开挖后,内部3条测线均缩短,说明在原岩应力场作用下,隧道断面向内收缩,有利于隧道稳定;2)收敛曲线起点的斜率比较平缓,说明拱圈封闭利于隧道变形控制;3)不同导坑的开挖对试验断面的收敛有一定影响,但不明显;4)收敛曲线的周期特征不明显。

## 3 数值模拟分析

### 3.1 计算模型及边界条件

#### 3.1.1 计算假设和简化 假设和简化条件如下:

1)隧道及围岩的受力和变形是平面应变问题;2)岩体初始应力场不考虑构造应力,仅考虑其重力场;3)除围岩用理想弹塑性模型,并服从Mohr-Coulomb屈服准则外,其余材料均考虑为弹性材料;4)围岩使用四节点的平面单元PLANE42来模拟,同时打开平面应变的选项开关,初衬使用梁单元BEAM3来模拟,锚杆采用杆单元LINK1来模拟。

**3.1.2 材料属性** 模拟计算时假设围岩为单一、均质的连续介质,围岩计算参数为围岩级别V级,弹性模量 $1.50 \times 10^9$  Pa,泊松比0.32,密度 $2\ 200$  kg/ $m^3$ ,凝聚力 $2.00 \times 10^5$  Pa,摩擦角 $30^\circ$ 。其余材料计算参数见表1。

表1 材料计算参数表

材料	弹性模 $\times 10^{10}$ /Pa	泊松比	密度/ $kg \cdot m^{-3}$	厚度/ 直径/m
喷射砼及工字钢	2.55	0.23	2 500	0.450
竖撑、横撑	2.55	0.23	2 500	0.200
锚杆	20.00	0.30	7 800	0.025

注:锚杆加固区厚度4 m,锚杆直径25 mm,长度4 m,环向间距100 cm。

**3.1.3 边界条件** 模型两侧边界的水平方向被约束,底边界垂直方向被约束,建立计算模型网格如图5所示。

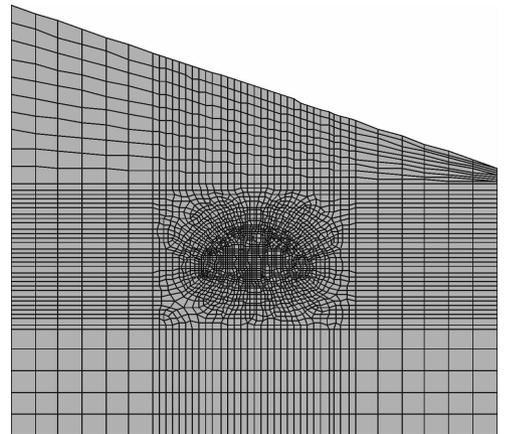


图5 建模网格图

### 3.2 模拟结果及分析

本文对CRD法施工的工序进行数值计算,得到收敛曲线与拱顶沉降曲线(见图6—图8),并进行实测值与数值计算结果的对比分析(见图9)。

可以看出:1)数值计算的变形比实测值要大,原因是实测值是在隧道初衬完成后进行监测,监测的变形量具有一定的滞后性;2)对比拱顶下沉收敛

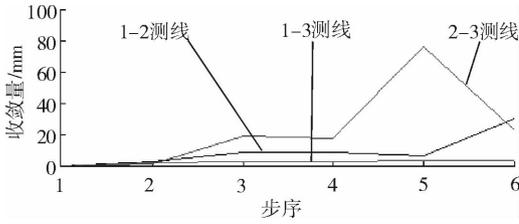


图6 ZK357+140断面右上导坑洞内收敛曲线

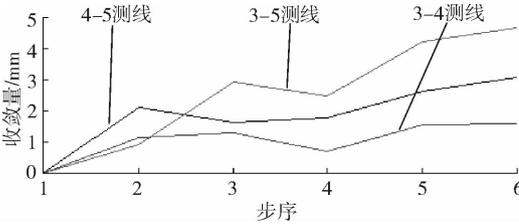


图7 ZK357+140断面全断面洞内收敛曲线

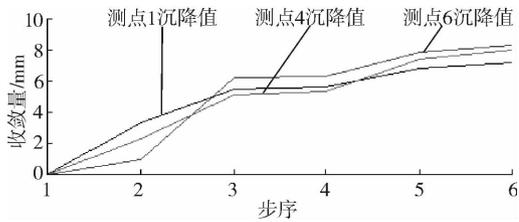


图8 ZK357+140断面下沉曲线汇总

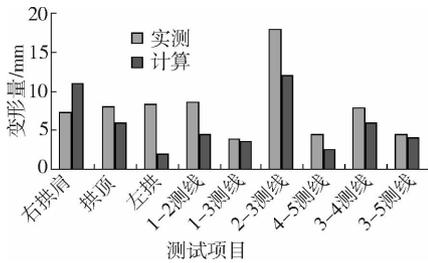


图9 ZK357+140断面实测值与计算值变形量柱状比较图

值,测点1的实测值小于计算值,是由于测点1存在系统误差造成的;3)右上导坑2-3测线水平收敛值为18 mm,明显大于另外2条测线(收敛值为8.6 mm和3.8 mm),全断面3-5测线水平收敛值为7.9 mm,和其余2测线相差不大(收敛值分别为4.5 mm和4.4 mm),分析原因为开挖右导坑,断面形状近似一个圆,扁率较小,全断面开挖后形状近似一个椭圆,扁率较大,具有较好的传力作用,能将竖向压力传向两侧,从而能较好地抵抗隧道起拱线附近的水平位移,达到拱圈周边均匀向内收缩的效果。

## 4 结论

本文以国内罕见的大跨度超大断面浅埋偏压隧道前欧隧道为工程背景,通过现场试验获得围岩变形数据,运用速率上限截断方法及小波理论对数据进行处理,并运用 Ansys 对开挖过程进行二维模拟,获得了一些变形规律。

1) 现场的第一手资料存在一定的粗差和误差,运用速率上限截断再进行小波去噪处理,可提高数据的可靠性。

2) 右上导坑的水平方向收敛值为18 mm,明显比其他2个方向大得多,而全断面水平方向收敛值7.9 mm,与其他2个方向基本相同.原因是右上导坑近似圆形,而全断面近似椭圆形,椭圆的上半部分相当于一个压力拱,能将竖向压力传向两侧,使拱圈周边均匀向内收缩。

3) 右上导坑收敛曲线起点的斜率最大,而全断面收敛曲线起点的斜率比较平缓,原因在于全断面时隧道初衬闭合,形状最利于受力,隧道稳定性较高。

4) 右上导坑收敛曲线呈现明显的周期性,而全断面收敛曲线周期性不明显.原因是隧道封闭成环以后工作性能具有相当大的改善,受工序影响较小,安全性提高。

5) 拱顶沉降与收敛量的计算值均比实测值大,其原因是实测值在隧道初衬完成后进行监测,测得的变形量具有一定的滞后性。

### 参考文献:

- [1] 张建国,王明年,李姝. CRD 法各施工部对隧道结构内力的影响分析[J]. 路基工程,2009(1):50.
- [2] 万明富,海洪,刘剑平,等. 大跨度隧道开挖围岩变形稳定监测与主动控制[J]. 重庆大学学报:自然科学版,2006(7):149.
- [3] 李海威,李德武,常卫锋. 浅埋偏压隧道围岩力学与变形研究[J]. 兰州交通大学学报 2012,31(1)43.
- [4] 高飞,李云鹏. 长哨浅埋偏压隧道施工顺序与支护力学行为分析[J]. 隧道建设,2009(1):19.
- [5] Kavvas M J. Monitoring ground deformation in tunneling: Current practice in transportation tunnels[J]. Engineering Geology,2005,79(1/2):93.
- [6] 李建平,唐远炎. 小波分析方法的应用[M]. 重庆:重庆大学出版社,1999.

# 圆支管-H型钢主管T型节点 轴压承载力的有限元分析

魏琳, 陈誉

(华侨大学 土木工程学院, 福建 厦门 361021)

**摘要:**以圆支管-H型钢主管T型受压节点的试验数据为基础,运用有限元软件 Abaqus 对节点进行建模和计算,从节点极限承载力、变形过程和破坏模式等方面对节点的非线性有限元建模方法进行了校验. 研究表明:节点在轴向压力作用下,支管根部发生象足式屈曲与局部屈曲,同时主管鼓曲;相对主管,支管壁厚较小,工程中应避免或采取加强措施;节点从开始屈服到最后破坏,具有较强的塑性变形能力.

**关键词:**圆支管-H型钢主管T型节点;有限元分析;极限承载力

**中图分类号:**TU392.3 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.019

## Finite element analysis of axial capacity of CHS brace-H-section steel chord T-joints

WEI Lin, CHEN Yu

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

**Abstract:** A finite element model on CHS brace-H-section steel chord T-joints was generated by Abaqus and validated by comparing the ultimate capacity, deformation process and failure mode with experimental results. The result showed that under the effect of axial pressure, elephant-foot buckling and local buckling occur at the root of brace, and flange buckling occurs at chord; in engineering it should be avoided that the thickness of brace is relatively smaller than chord, or joints should be strengthened; CHS brace-H-section steel chord T-joints has strong plastic deformation capacity from being yield.

**Key words:** CHS brace-H-section steel chord T-joint; finite element analysis; ultimate capacity

## 0 引言

钢管作为支管,可与工字形截面或其他开口截面的主管构成空间桁架或空间网格结构<sup>[1]</sup>.以H型钢为主管、以钢管为支管的结构是一种新颖的钢管结构,与圆钢、方钢管结构相比,其相贯线形态简单,可简化复杂相贯线剖切问题<sup>[2]</sup>.从工程应用的角度来看,钢管与H型钢主管相交的相贯线均为平

面曲线,比与圆钢管相贯的空间曲线更易于设计和施工,可以大大减少制造工作量,加快施工进度.由于具有上述优点,目前采用这种节点连接的空间桁架、空间网格结构愈来愈多(如厦门高崎机场).

近年来,国内外学者对钢管相贯节点的极限承载力进行了大量的试验和分析,建立了关于节点极限承载力系统的计算公式<sup>[3-5]</sup>.但对于这种圆支管-H型钢主管节点的承载性能,国内外研究甚少,王元

收稿日期:2012-09-23

基金项目:福建省自然科学基金计划项目(2012J01219)

作者简介:魏琳(1987—),女,福建省三明市人,华侨大学硕士研究生,主要研究方向为钢结构.

清等<sup>[6]</sup>研究了T-T型圆管与工字钢混合空间管节点分别在轴力和平面外弯矩作用下的承载性能. 本文拟从基本的平面节点入手,对圆支管-H型钢主管T型节点进行非线性有限元分析,对其承载力性能、破坏模式等进行研究,并将计算结果与试验结果进行比较,以校验该有限元分析方法的可行性.

## 1 有限元分析模型

有限元分析采用Abaqus软件中的二十节点六面体二次减缩积分单元(C3D20R)进行建模和计算.

### 1.1 边界条件和加载方式

圆支管-H型钢主管T型节点见图1,各节点尺寸如下:节点①为HW 200 mm × 200 mm × 8 mm × 12 mm,节点②为140 mm × 140 mm × 3.0 mm,节点a为550 mm,节点b为350 mm.

结构的边界条件和加载方式见图2,H型钢的下翼缘采用面约束,按固定支座考虑.加载方式为位移加载,其中位移的取值为试验中所得到的最大位移值( $U$ ).在试验过程中,荷载是以面载的形式作用在圆管的端部,使用耦合约束将荷载作用面与加载板中心建立刚性连接,使加载面共同承担点位移.

### 1.2 材料性能

节点材料的屈服强度和弹性模量由材性试验<sup>[7]</sup>得到,材料服从Von-Mises屈服准则.材料属性为:钢材类型Q345,屈服强度465 MPa,弹性模量

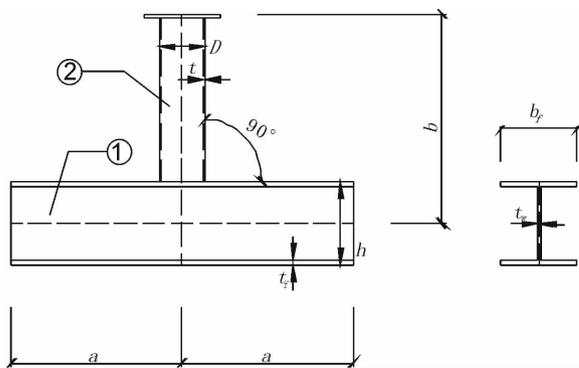


图1 圆支管-H型钢主管T型节点

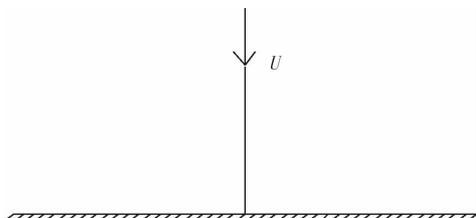


图2 节点的边界条件和加载方式

$2 \times 10^7$  MPa,强化模量 $2 \times 10^5$  MPa,泊松比0.3.分析时考虑几何非线性和材料非线性,用自动步长增量法计算节点的极限承载力,采用基于静力的完全牛顿方法求解,没有考虑焊缝和残余应力对节点极限承载力的影响.定义塑性材料参数时,采用等向硬化弹塑性模型,即保证应力-应变曲线始终是向上倾斜的,强化模量为弹性模量的1/100.

### 1.3 网格划分

网格划分时,采用结构化网格,控制单元边长,在主支管交汇区域将网格加密.为防止剪力自锁现象,选择采用二十节点六面体二次减缩积分单元,网格划分详见图3.

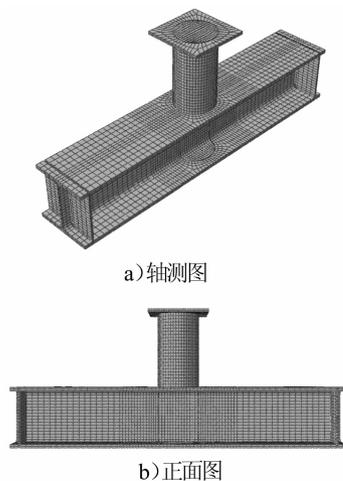


图3 节点有限元模型网格划分

## 2 分析结果和试验验证

### 2.1 节点破坏模式

图4给出了圆支管-H型钢主管T型节点在轴向极限荷载作用下的节点破坏模式图.节点在支管轴向压力的作用下,支管下端出现了“象足式”屈曲与内凹局部屈曲联合破坏,同时主管上翼缘出现明显的凹陷变形.由图4对比发现,有限元模拟结果与节点破坏模式大体吻合,但由于有限元模拟偏于理想化,而试验加载过程中不可避免地存在不对称以及钢材本身存在缺陷,导致节点破坏模式的不对称,使节点破坏模式与有限元模拟结果存在偏差.如果忽略对称因素的影响,有限元还是较真实地模拟了节点的破坏模式.

### 2.2 应力分布及塑性区扩展

图5给出了圆支管-H型钢主管T型节点在轴向极限荷载作用下的应力云图.在加载过程中,支管应力靠近节点处分布不均匀,而远离节点处分布

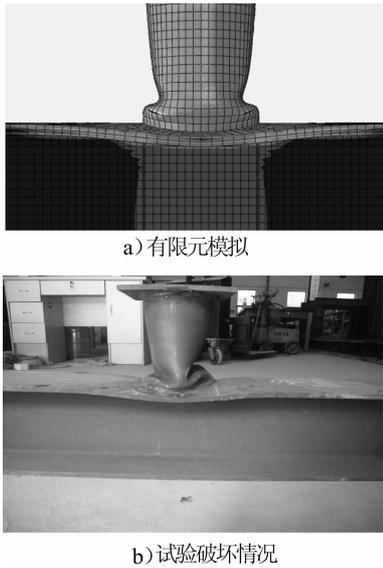


图 4 节点的破坏模式

比较均匀;主管应力靠近节点处较大,而远离节点处应力基本为零.支管应力远远大于主管应力,最大应力发生在支管根部,也就是节点破坏的部位.

加载初期,节点相贯线附近以及加载端的应力较大;当荷载增加到一定值后,节点相贯线处开始相继进入屈服状态,但并不意味着节点将立即破坏;随着外荷载的逐渐增加,节点支管逐渐形成塑性区,应力重新分布,塑性区不断向四周扩散,直至出现显著的塑性变形,节点最后破坏.

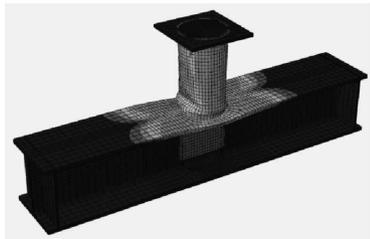


图 5 节点的应力云图

### 2.3 荷载 - 位移曲线

图 6 给出了节点的荷载 - 位移曲线.位移以向下为正,向上为负.由图 6 可见,节点从开始屈服到最后破坏,具有较强的塑性变形能力;有限元能良好地计算节点的极限承载力和模拟节点的变形;有限元分析结果略小于试验值.

对比模拟曲线和试验曲线,二者存在一定的偏差.这是由于:试验加载过程中节点是直接置于地面的,未施加其他任何约束,而模拟时将边界条件设置为固定支座,使模拟的边界条件强于试验中对节点的约束,导致模拟得到的弹性阶段的节点位移略小

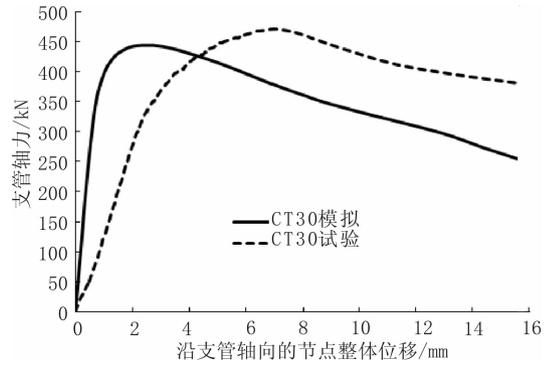


图 6 节点的荷载 - 位移曲线

于试验值.

### 3 结论

以圆支管 - H 型主管 T 型受压节点的试验数据为基础,运用有限元软件 Abaqus 对节点进行建模和计算,得出如下结论:

- 1) 节点在轴向压力作用下,支管根部出现象足式屈曲与局部屈曲,同时主管鼓曲.
- 2) 节点破坏发生在支管根部;相对主管,支管壁厚较小,工程中应尽量避免或采取加强措施.
- 3) 节点从开始屈服到最后破坏,具有较强的塑性变形能力.
- 4) 通过与试验结果的对比可知,该模型在节点极限承载力、变形过程、破坏模式等方面与试验结果均吻合良好,可作为参数分析的基础.

### 参考文献:

- [1] 陈以一,陈扬骥.钢管结构相贯节点的研究现状[J].建筑结构,2002(7):227.
- [2] 陈以一,陈扬骥,詹深.圆钢管空间相贯节点的实验研究[J].土木工程学报,2003,36(8):24.
- [3] 陈誉,刘飞飞.反对称 Pratt 桁架中斜腹杆受压大偏心 N 形圆钢管节点静力性能试验研究[J].建筑结构学报,2012,33(3):30.
- [4] 陈誉,张钻湖.平面 X 型圆钢管混凝土节点平面外受弯性能试验研究[J].建筑结构学报,2012,33(3):39.
- [5] 陈誉,张钻湖.主管灌混凝土平面 X 形圆钢管节点受压承载力试验研究[J].建筑结构学报,2012,33(1):72.
- [6] 王元清,曾文平,贺东哲.圆管与工字钢混合空间管节点非线性承载分析[J].清华大学学报:自然科学版,2002,42(S1):101.
- [7] GB/T 228—2002,金属材料室温拉伸试验方法[S].

# 钣金零件折弯展开长度的计算方法

樊瑞峰, 韩涛

(一拖(洛阳)福莱格车身有限公司, 河南 洛阳 471003)

**摘要:**针对传统的钣金件生产中折弯展开下料效率低、误差大、成本高的问题,通过设定 $K$ 因子参数,对折弯补偿和折弯扣除等折弯展开方式列出折弯系数表,再利用三维软件即可实现生产与设计的高度一致性。

**关键词:**钣金折弯; $K$ 因子;折弯补偿;折弯扣除

**中图分类号:**TH16 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.020

## The calculation method of the bending length of sheet metal parts

FAN Rui-feng, HAN Tao

(YTO(Luoyang) FLAG Auto-body Co. Ltd., Luoyang 471003, China)

**Abstract:** Aiming at the problem of low efficiency, large error and high cost in bending of sheet metal parts production, through parameter setting with  $K$  factor, at the same time listing the bending coefficient table of bending compensation and bending deduction, the high consistency between production and design can be realized by 3D software.

**Key words:** bending of sheet metal;  $K$  factor; bending compensation; bending deduction

## 0 引言

钣金件具有质量轻、易成型和成本低等特点,广泛应用于汽车外观件、电脑机箱等产品的生产加工。钣金折弯是指通过压力设备和特制模具,将金属材料的平板料变为立体零件的加工过程。而折弯展开就是钣金折弯的逆推,通过计算钣金折弯前的状态,有利于采取合理的方法进行材料加工<sup>[1-2]</sup>。

传统的钣金折弯件加工工艺比较粗放,没有精确的折弯展开算法,多是先近似展开并放样落料,预留大量加工余量后折弯,然后再进行切割或剪切类加工去除余料。这种加工方式工艺流程复杂、效率低、浪费材料且加工质量不易保证。

现代的钣金折弯件加工工艺要求钣金折弯展

开精确,折弯加工后无需后续切割或剪切类加工就可以成为理想的钣金折弯件<sup>[3]</sup>。这就要求精确计算钣金折弯展开尺寸,并画出折弯展开图。本文拟通过 $K$ 因子参数的设定,将不同情况下钣金的折弯展开计算进行简化,提高展开效率和准确度,达到在设计阶段就可以对钣金工艺性能进行全面考虑和处理的目的。

## 1 钣金折弯展开长度的改进算法

目前较常规的计算方法是以截面中心层计算展开长度,认为中心层就是钣金长度始终不变的一个层,其长度就是钣金折弯展开的长度,它的位置刚好在板厚的一半处,对于一些要求精度不是太高的薄板大折弯角的零件,这种计算方法相对还是比

收稿日期:2012-06-20

作者简介:樊瑞峰(1980—),男,河南省洛阳市人,一拖(洛阳)福莱格车身有限公司助理工程师,主要研究方向为钣金生产加工工艺。

较准确的.但对于厚板小折弯角钣金零件的折弯,由于其中心层长度并非钣金折弯展开的长度,以它的长度下料后再折弯时经常出现零件尺寸偏大的情况.笔者结合工作实践,采用K因子、折弯补偿和折弯扣除3种方法对该算法加以改进.

### 1.1 K因子

K因子是指钣金内侧边到中性层距离和钣金厚度的比值.通常板料在弯曲过程中通常外层会受到拉应力而伸长,内层则受到压应力而缩短.在内层和外层之间有一长度保持不变的纤维层,称为中性层.根据中性层的定义,弯曲件的坯料长度应等于中性层的展开长度.由于弯曲时坯料的体积保持不变,所以在变形较大时,中性层会发生内移,这也就是不能仅仅用截面中性层计算展开长度的原因.假如中性层位置以  $p$  表示(见图1),则可以表示为

$$p = r + kt$$

式中, $r$ 为零件的内弯曲半径/mm; $t$ 为材料厚度/mm; $K$ 为中性层位移系数.

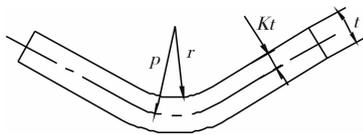


图1 中性层的位置

钣金弯曲示意图如图2所示.按中性层展开的原理,坯料总长度应等于弯曲件中性层直线部分和圆弧部分长度之和<sup>[4]</sup>,即

$$L = L_1 + L_2 + \pi\alpha p / 180^\circ = L_1 + L_2 + \pi\alpha(r + Kt) / 180^\circ$$

式中, $L$ 为零件展开总长度/mm; $\alpha$ 为弯曲中心角( $^\circ$ ); $L_1$ 和 $L_2$ 分别为零件弯曲部分起点和终点以外的直端长度/mm.

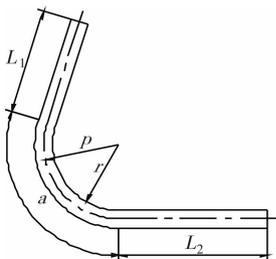


图2 钣金弯曲示意图

按照上面的公式,就能算出精确的折弯展开长度尺寸.可以看出,只要确定了参数K,即可计算出L,参数K则取决于钣金厚度t和内弯曲角r的大小.它们之间存在对应关系,一般r/t分别为0.1,

0.25,0.5,1,2,3,4,5,≥6时,K因子对应为0.23,0.31,0.37,0.41,0.45,0.46,0.47,0.48,0.5.一般零件的加工,r/t数值都在1附近,根据上述对应关系中K因子计算的钣金折弯展开长度还是很准确的.对于r/t≥6的情况,钣金折弯时板料基本不会再发生变形,那么中性层也就等于中心层了,K因子也相应地变成了0.5,计算也相对容易很多,唯一影响的就是折弯过程中的回弹问题.这种繁琐的计算最适合计算机来完成,随后出现的各种三维软件如AutoCAD,SolidWorks,U. G.,Pro/E,Catia等也引入了钣金模块,而K因子就成为了这些软件的首选参数,合理选择K因子大大降低了工艺设计过程中的工作量<sup>[5-6]</sup>.

### 1.2 折弯补偿

折弯补偿算法是将零件的展开长度描述为零件每段直线长度和折弯区域展平的长度之和,展平的折弯区域的长度则被称为折弯补偿值( $\delta$ ).因此整个零件的长度计算公式为

$$L = D_1 + D_2 + \delta \tag{1}$$

其中, $D_1, D_2$ 分别为圆弧以外的2段直线长度/mm; $\delta$ 为圆弧段展平后的长度/mm.

折弯补偿示意图如图3所示,即把折弯零件的直线段切下来平铺,然后再将折弯区域展平接在平铺的直线段中,得到的长度就是展开长度<sup>[7]</sup>.

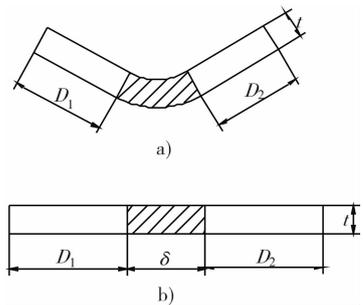


图3 折弯补偿示意图

### 1.3 折弯扣除

折弯扣除,通常是指回退量,和折弯补偿一样,也是一种用来描述钣金折弯展开的简单算法<sup>[8]</sup>.折弯扣除法是指零件的展平长度等于理论上的2段平坦部分延伸至交点(两平坦部分的虚拟交点)的长度之和减去折弯扣除( $\epsilon$ ),其示意图如图4所示.整个零件的长度计算公式为

$$L = L_1 + L_2 - \epsilon \tag{2}$$

在折弯扣除中 $\epsilon$ 是个隐性值,不容易被直观地

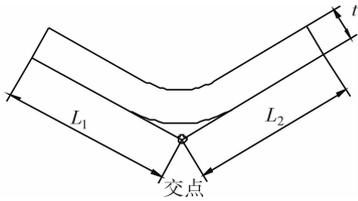


图4 折弯扣除示意图

理解,但通过实际实验可以看出  $L_1 + L_2$  永远会大于  $L$ ,只是根据具体情况大的值不同而已。

折弯补偿和折弯扣除实际上是同一性质的2种不同折弯展开方式,它们之间存在着一种换算关系.综合式①②可以演化出方程

$$D_1 + D_2 + \delta = L_1 + L_2 - \varepsilon \quad (3)$$

将折弯补偿和折弯扣除体现在同一张图上并在几何形状部分做几条辅助线,形成2个直角三角形,如图5所示。

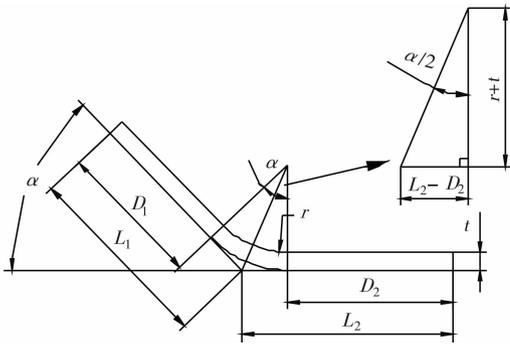


图5 折弯补偿和折弯扣除的关系

由图5可知, $\alpha$ 表示弯曲角,即零件在折弯过程中扫过的角度。 $r$ 表示内侧弯曲半径, $t$ 表示钣金厚度.用一个直角三角形将 $L_1, L_2, D_1, D_2$ 和 $\alpha, r, t$ 联系起来,得出图5右上角三角形关系.根据直角三角形各尺寸及三角函数原理,很容易得到

$$\tan(\alpha/2) = (L_2 - D_2)/(r+t)$$

经过变换,可得

$$D_2 = L_2 - (r+t) \tan(\alpha/2) \quad (4)$$

利用同样的方法,通过另一半直角三角形的关系,可以得到

$$D_1 = L_1 - (r+t) \tan(\alpha/2) \quad (5)$$

将方程④⑤代入方程③可以得到方程

$$L_1 + L_2 - 2(r+t) \tan(\alpha/2) + \delta = L_1 + L_2 - \varepsilon$$

化简后得到 $\delta$ 与 $\varepsilon$ 之间关系式

$$\delta = 2(r+t) \tan(\alpha/2) - \varepsilon \quad (6)$$

当弯曲角度为 $90^\circ$ 时,由于 $\tan(90^\circ/2) = 1$ ,此方程可以进一步简化为

$$\delta = 2(r+t) - \varepsilon \quad (7)$$

式⑥⑦为那些只熟悉一种算法的用户提供了非常方便的从一种算法转换到另一种算法的计算公式,而需要的参数只是材料的厚度、折弯角度及折弯半径等。

## 2 结论

本文提出了 $K$ 因子、折弯补偿、折弯扣除3种折弯展开方式。 $K$ 因子方式是基于折弯原理性的一种折弯展开方式,不但精确度高,还可以调入三维软件进行批量折弯展开,修改也相对方便,并可以积累建立自己的经验表格,减少了工艺人员的重复劳动工作量,也能保证生产与设计的高度一致性.折弯补偿和折弯扣除的方法更适合直角折弯和一些经常使用不需要太多变化的场合.导致折弯误差大的原因多数为材料设备及操作人员的素质,材料设备可以和采购厂家进行沟通解决,操作人员的素质则需要通过培训、实践或者改用精密机器人来解决.采取哪种折弯方式更合适,还需要在使用中针对实际情况加以选择。

## 参考文献:

- [1] 胡志炜. Pro/Engineer 钣金展开的原理和  $Y$  因子的确定[J]. 机械研究与应用, 2010(5):98.
- [2] 廖敏,殷国富,罗中先,等. 实用钣金展开 CAD 系统的开发技术与应用研究[J]. 组合机床与自动化加工技术, 2004(1):37.
- [3] 舒勇东,唐超,谭俊峰. 钣金折弯件快速展开工艺分析[J]. 金属加工:热加工, 2009(5):45.
- [4] 张永军. 钣金加工中折弯系数的探讨[J]. 铁道技术监督, 1999(7):35.
- [5] 葛辉,秦显柱. SolidWorks 钣金折弯在生产中的应用[J]. 大众科技, 2009(10):126.
- [6] 刘宪法. 基于 Pro/E 的钣金展开法的应用实践[J]. 制造技术与机床, 2004(1):58.
- [7] 商洪清. 钣金折弯工艺分析[J]. 金属加工:热加工, 2010(1):46.
- [8] 荆志峰,刘睿. 钣金展开方法分析及应用[J]. 纺织机械, 2010(1):43.

# SINS 初始对准 QCDKF 算法研究

郭凌云<sup>1</sup>, 丁国强<sup>2</sup>

(1. 郑州轻工业学院 外语系, 河南 郑州 450002;

2. 郑州轻工业学院 电气信息工程学院, 河南 郑州 450002)

**摘要:**根据载体姿态四元数描述特点及其计算优势,建立了捷联惯导系统大失准角情形初始对准乘性四元数误差模型.该模型构造姿态矩阵代价函数计算其最大特征值,求取对应特征向量作为预测四元数均值并选择具有单位范数的特征向量来满足预测四元数均值计算保范性和符号不变性要求;利用乘性四元数误差表示四元数 Sigma 点与预测均值四元数间距,进而计算四元数预测误差方差矩阵.结合中心差分滤波(CDKF)算法提出四元数 CDKF 算法(QCDKF),实现大角度失准角情形的 SINS 初始对准仿真研究,与 EKF 算法相比,QCDKF 算法数值计算稳定性较好,姿态误差角和速度误差滤波精度得到明显改善和提高.

**关键词:**捷联惯导;初始对准;四元数中心差分滤波;乘性误差四元数

**中图分类号:**V241.62<sup>+</sup>2;TP273<sup>+</sup>.5 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.021

## Quaternion central divided difference Kalman filtering algorithm in initial alignment of SINS

GUO Ling-yun<sup>1</sup>, DING Guo-qiang<sup>2</sup>

(1. Department of Foreign Languages, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China;

2. College of Electrical and Information Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

**Abstract:** Considering the characteristics and computation superiority of quaternion representing body attitude movement, and aiming at the initial alignment procedure of strapdown inertial navigation system (SINS) with large initial misalignment angles, its multiplicative quaternion error model were developed. It proposes the new calculation method in which the attitude matrix cost function was constructed to calculate its maximum eigenvalues, and select the eigenvector which corresponds to the maximum eigenvalue as the predicted quaternion mean to guarantee its unit normalization and the sign invariability. The multiplicative quaternion error representing the distance between quaternion Sigma-points and the predicted quaternion mean calculates the quaternion prediction error variance matrix, which can effectively overcome the application limits for SPKF algorithms in quaternion filtering implementation. Combined with the central divided difference filtering (CDKF) algorithm, it proposes the new quaternion CDKF algorithm (QCDKF) for quaternion filtering problems in the SINS' simulation experiments. The simulations results showed that, compared with EKF algorithm, the proposed algorithm can significantly improve the filtering precision of both attitude misalignment angles and velocity and have better stabilization in the numerical calculation.

收稿日期:2012-02-17

基金项目:国家自然科学基金项目(U1204603)

作者简介:郭凌云(1981—),女,河南省扶沟县人,郑州轻工业学院讲师,主要研究方向为计算机应用技术.

**Key words:** strapdown inertial navigation system (SINS); initial alignment; quaternion central divided difference filtering; multiplicative quaternion error

## 0 引言

初始对准是捷联惯导 SINS (strapdown inertial navigation system) 系统的关键技术之一,其对准时间和精度是直接影响捷联惯导系统工作性能的重要指标<sup>[1-2]</sup>,而捷联惯导误差模型和滤波算法在初始对准中起重要作用.常用的 SINS 误差模型主要有  $\varphi$  角、 $\psi$  角、旋转矢量以及四元数等<sup>[3]</sup>,其中四元数模型以其小计算量、高精度、非奇异性和全姿态工作获得广泛应用.该模型利用四参数分量描述载体姿态运动,参数冗余使误差方差矩阵产生奇异性,四元数通过规范化来保持其姿态矩阵正交性,这限制了它在非线性滤波中的应用<sup>[4]</sup>.对此,文献[5]将 Rodrigues 参数与四元数相结合,把四元数四参数描述转化为 Rodrigues 三参数表示,利用 Rodrigues 参数来计算预测均值和方差矩阵,从而避免四参数规范化的限制.但这种数学转化增加了计算负担,会延长 SINS 系统初始对准时间.四元数 EKF 姿态更新算法<sup>[6]</sup>利用乘性误差四元数来表示四元数 Sigma 点与均值四元数距离,实现误差方差矩阵计算,保证滤波更新后的四元数位于单位球面上.显然,EKF 算法原理上存在的高阶截断误差会对滤波精度造成很大影响,而 Sigma-Points 族滤波算法 (SPKF)<sup>[7]</sup>则由于能够有效减小高阶截断误差影响而广泛应用于各种非线性系统中,SPKF 算法包括 Sigma-Points Unscented 变换 Kalman 滤波算法以及中心差分滤波 CDKF (central divided difference kalman filtering) 算法. CDKF 滤波算法设计中实施了状态变量随机解耦操作和误差方差矩阵平方根计算,可确保误差方差矩阵正定性,数值计算稳定性较好,并且计算效率比 EKF 算法高.四元数本质上描述旋转矢量,姿态更新中四元数元素位于旋转空间中,四元数不能进行数学意义上的直接相加或者尺度相乘,因此应用 SPKF 算法计算四元数预测均值时无法采用标准 SPKF 算法中向量加权求和方法.针对四元数加权均值计算问题,奇异值分解算法<sup>[8]</sup>计算量较大,无法广泛应用于实际的 SINS 系统;文献[9]提出以姿态矩阵为对象,通过构造姿态矩阵代价函数计算四元数均值实现均值四元数保范性.基于四元数均值和预测方差矩阵的计算方法,利用 CDKF 算

法计算优势,本文提出一种四元数 CDKF 算法 (QC-DKF),应用该算法进行大角度失准角 SINS 初始对准系统状态滤波研究.

## 1 SINS 初始对准误差模型

### 1.1 姿态四元数误差方程<sup>[2]</sup>

假设 SINS 中理想平台坐标系为  $n$ ,载体坐标系为  $b$ ,真实导航坐标系为  $n'$ ,定义姿态四元数为  $\mathbf{Q} = [\mathbf{q}^T \ q_0]^T$ ,其中  $\mathbf{q} = [q_1 \ q_2 \ q_3]^T$ ,姿态四元数满足规范化限制

$$\mathbf{Q}^T \mathbf{Q} = \|\mathbf{Q}\|^2 = \mathbf{q}^T \mathbf{q} + q_0^2 = 1$$

根据文献[4]中的四元数理论, $\mathbf{Q}$  满足微分方程

$$\dot{\mathbf{Q}} = \frac{1}{2} \mathbf{Q} \otimes \boldsymbol{\omega}_{nb}^b$$

其中,姿态角速率  $\boldsymbol{\omega}_{nb}^b = \boldsymbol{\omega}_b^b - \boldsymbol{\omega}_{in}^b = \boldsymbol{\omega}_b^b - \mathbf{C}_n^b(\mathbf{Q}) \boldsymbol{\omega}_{in}^n$ .实际系统姿态角速率由速率陀螺输出角速度  $\hat{\boldsymbol{\omega}}_{ib}^b$  和数学平台指令角速度  $\hat{\boldsymbol{\omega}}_{in}^b$  确定,有  $\hat{\boldsymbol{\omega}}_{nb}^b = \hat{\boldsymbol{\omega}}_{ib}^b - \hat{\boldsymbol{\omega}}_{in}^b$ ,则有解算四元数  $\hat{\mathbf{Q}}$  微分方程为

$$\dot{\hat{\mathbf{Q}}} = \frac{1}{2} \hat{\mathbf{Q}} \otimes \hat{\boldsymbol{\omega}}_{nb}^b$$

其中, $\hat{\mathbf{Q}}$  对应姿态矩阵为  $\mathbf{C}_b^{n'}$ .根据它们的等价关系,可得到  $\mathbf{C}_b^{n'} = \mathbf{C}_b^{n'} \mathbf{C}_b^b$  对应四元数

$$\hat{\mathbf{Q}} = \delta \mathbf{Q}^{-1} \otimes \mathbf{Q} \quad (1)$$

其中  $\delta \mathbf{Q}$  是由  $\hat{\mathbf{Q}}$  引起的姿态误差四元数,整理式①得到

$$\delta \mathbf{Q} = \mathbf{Q} \otimes \hat{\mathbf{Q}}^{-1}$$

对其两边求导整理得

$$\begin{aligned} \delta \dot{\mathbf{Q}} = & -\frac{1}{2} \mathbf{Q} \otimes \delta \hat{\boldsymbol{\omega}}_{nb}^b \otimes \mathbf{Q}^{-1} \otimes \mathbf{Q} \otimes \hat{\mathbf{Q}}^{-1} + \\ & \frac{1}{2} \mathbf{Q} \otimes \hat{\mathbf{Q}}^{-1} \otimes \hat{\mathbf{Q}} \otimes \hat{\boldsymbol{\omega}}_{in}^b \otimes \hat{\mathbf{Q}}^{-1} - \\ & \frac{1}{2} \mathbf{Q} \otimes \boldsymbol{\omega}_{in}^b \otimes \mathbf{Q}^{-1} \otimes \mathbf{Q} \otimes \hat{\mathbf{Q}}^{-1} \end{aligned} \quad (2)$$

其中  $\delta \hat{\boldsymbol{\omega}}_{nb}^b = \boldsymbol{\omega}_{ib}^b - \hat{\boldsymbol{\omega}}_{ib}^b$ .根据四元数坐标变换公式  $\mathbf{r}^n = \mathbf{Q} \otimes \mathbf{r}^b \otimes \mathbf{Q}^{-1}$ ,则存在关系式

$$\begin{cases} \delta \hat{\boldsymbol{\omega}}_{nb}^n = \mathbf{Q} \otimes \delta \hat{\boldsymbol{\omega}}_{nb}^b \otimes \mathbf{Q}^{-1} \\ \boldsymbol{\omega}_{in}^n = \mathbf{Q} \otimes \boldsymbol{\omega}_{in}^b \otimes \mathbf{Q}^{-1} \\ \hat{\boldsymbol{\omega}}_{in}^n = \hat{\mathbf{Q}} \otimes \hat{\boldsymbol{\omega}}_{in}^b \otimes \hat{\mathbf{Q}}^{-1} \end{cases} \quad (3)$$

把式③代入式②中整理可得

$$\delta\hat{Q} = -\frac{1}{2}\delta\hat{\omega}_{ib}^n \otimes Q \otimes \hat{Q}^{-1} + \frac{1}{2}Q \otimes \hat{Q}^{-1} \otimes \hat{\omega}_{in}^n - \frac{1}{2}\omega_{in}^n \otimes Q \otimes \hat{Q}^{-1} \quad (4)$$

将式①代入式④,可得四元数姿态误差方程

$$\delta\hat{Q} = -\frac{1}{2}\delta\hat{\omega}_{ib}^n \otimes \delta Q + \frac{1}{2}\delta Q \otimes \hat{\omega}_{in}^n - \frac{1}{2}\omega_{in}^n \otimes \delta Q$$

### 1.2 速度误差方程

根据文献[2],载体速度误差方程表达式为

$$\delta\dot{V}^n = \delta C_b^n f^b - (2\hat{\omega}_{ie}^n + \hat{\omega}_{en}^n [\delta V^n \times] + C_b^n \delta f^b + [V^n \times] (2\delta\hat{\omega}_{ie}^n + \delta\hat{\omega}_{en}^n)) + \delta\hat{g}^n \quad (5)$$

其中 $[V^n \times]$ 和 $[\delta V^n \times]$ 表示矢量叉乘,根据关系式

$$\delta C_b^n \equiv C_b^{n'} - C_b^n = C_b^{n'} C_b^n - C_b^n = (C_b^{n'} - I) C_b^n$$

整理式⑤得到

$$\delta\dot{V}^n = (C_b^{n'} - I) C_b^n f^b - (2\hat{\omega}_{ie}^n + \hat{\omega}_{en}^n [\delta V^n \times] + C_b^n \delta f^b + [V^n \times] (2\delta\hat{\omega}_{ie}^n + \delta\hat{\omega}_{en}^n)) + \delta\hat{g}^n \quad (6)$$

其中姿态矩阵应用四元数表示为

$$C_b^n(Q) = (q_0^2 - q^T q) I_{3 \times 3} + 2qq^T + 2q_0[q \times]$$

这里,  $\delta f^b = \hat{f}^b - f^b$ ,  $\delta\hat{g}^n = \hat{g}^n - g^n$ ,  $\delta\hat{\omega}_{ie}^n = \hat{\omega}_{ie}^n - \omega_{ie}^n$ ,  $\delta\hat{\omega}_{en}^n = \hat{\omega}_{en}^n - \omega_{en}^n$ .

### 1.3 量测方程

取东向和北向水平速度误差为量测量,系统量测方程为

$$z = Hx(t) + v(t) \quad (7)$$

其中  $z = [\delta V_E \quad \delta V_N]^T$ ,  $H = [I_{2 \times 2} \quad 0_{2 \times 8}]$ ,  $v(t) \sim N(0, R)$ .

## 2 四元数中心差分滤波(QCDKF)算法

### 2.1 四元数加权均值计算

对于  $n$  个四元数  $Q_i$ ,若有相应权值  $w_i$ ,若采用公式

$$\bar{Q}_{av} = (\sum_{i=1}^n w_i)^{-1} \sum_{i=1}^n w_i Q_i \quad (8)$$

直接求取这  $n$  个四元数  $Q_i$  加权均值,其中存在的明显问题是  $\bar{Q}_{av}$  可能不是规范四元数;另外,在四元数理论中  $Q$  和  $-Q$  表示相同矢量旋转,也就是说四元数符号改变不应该影响四元数加权均值计算结果,显然根据式⑧获得的均值四元数计算结果不能满足这一要求.

根据四元数与载体姿态矩阵关系,均值四元数是姿态矩阵误差平方 Frobenius 范数( $F$ -范数)加权和值最小化矢量表示,这里给出一种以姿态矩阵为对象解决加权均值四元数的计算方法.

姿态矩阵平方  $F$ -范数可表示为

$$\bar{Q} = \arg \min_{\|Q\|=1} \sum_{i=1}^n w_i \|C_b^n(Q) - C_b^n(Q_i)\|_F^2 \quad (9)$$

其中  $w_i$  为相应四元数权值, $Q_i$  为给定四元数样本值,  $\|\cdot\|_F^2$  表示平方  $F$ -范数.

根据  $F$ -范数定义可得

$$\begin{aligned} \|C_b^n(Q) - C_b^n(Q_i)\|_F^2 &= \text{tr}([ (C_b^n(Q) - C_b^n(Q_i))^T [C_b^n(Q) - C_b^n(Q_i)] ]) = \\ &= \text{tr}(C_b^n(Q)^T C_b^n(Q) - C_b^n(Q)^T C_b^n(Q_i) - \\ &C_b^n(Q_i)^T C_b^n(Q) + C_b^n(Q_i)^T C_b^n(Q_i)) \end{aligned} \quad (10)$$

对于任意规范四元数  $Q$ ,根据  $C_b^n(Q)$  和  $C_b^n(Q_i)$  正交性,有

$$\begin{aligned} \text{tr}(C_b^n(Q)^T C_b^n(Q)) &\triangleq 3 \\ \text{tr}(C_b^n(Q_i)^T C_b^n(Q_i)) &\triangleq 3 \end{aligned} \quad (11)$$

根据式⑪整理式⑩得到化简结果为

$$\begin{aligned} \|C_b^n(Q) - C_b^n(Q_i)\|_F^2 &= \\ 6 - 2\text{tr}(C_b^n(Q)^T C_b^n(Q_i)) \end{aligned} \quad (12)$$

将式⑫带入式⑨得到四元数加权均值表示式为

$$\begin{aligned} \bar{Q} &= \arg \min_{\|Q\|=1} \sum_{i=1}^n w_i \|C_b^n(Q) - C_b^n(Q_i)\|_F^2 = \\ \arg \min_{\|Q\|=1} \sum_{i=1}^n w_i \{6 - 2\text{tr}(C_b^n(Q)^T C_b^n(Q_i))\} &= \\ \arg \max_{\|Q\|=1} \text{tr}(C_b^n(Q)^T B) \end{aligned}$$

其中,  $B$  是姿态带宽矩阵,它包含了载体姿态运动的全部信息,有

$$B = \sum_{i=1}^n w_i C_b^n(Q_i)$$

将  $\bar{Q}$  表达式转换为二次型

$$\bar{Q} = \arg \max_{\|Q\|=1} Q^T K Q$$

求解得到

$$K = \begin{bmatrix} B + B^T - \text{tr}(B) I_{3 \times 3} & z \\ z^T & \text{tr}(B) \end{bmatrix}$$

其中,  $[z \times] = B^T - B$ . 求解  $K$  矩阵涉及四元数与姿态矩阵间相互转化,整理得到关于  $K$  的简化式

$$K = 4M - w_{\text{tot}} I_{4 \times 4}$$

其中,  $M = \sum_{i=1}^n w_i Q_i Q_i^T$ ,  $w_{\text{tot}} = \sum_{i=1}^n w_i$ . 加权均值四元数为

$$\bar{Q} = \arg \max_{\|Q\|=1} Q^T M Q$$

### 2.2 中心差分滤波算法

CDKF 算法理论精度比 EKF 要高<sup>[9]</sup>,且能保证状态估计误差方差阵的半正定性,从而能够确保滤

波算法数值计算稳定性. 考虑大角度失准角 SINS 初始对准非线性误差系统函数为

$$\mathbf{y} = f(\mathbf{x})$$

状态变量分为四元数部分和非四元数部分  $\mathbf{x} = [\mathbf{x}^q, \mathbf{x}^e]^\top$ , 其中,  $\mathbf{x}^q = [\delta \mathbf{Q}^\top]^\top$  表示四元数的 4 个分量,  $\mathbf{x}^e = [\delta \mathbf{V}^\top \nabla^\top \boldsymbol{\varepsilon}^\top]^\top$  表示 SINS 系统速度误差分量、加速度计偏差分量以及陀螺漂移分量; 它具有均值  $\bar{\mathbf{x}}$  和协方差  $\mathbf{P}_{xx}$ .

引入辅助变量  $\mathbf{z}$  对状态变量  $\mathbf{x}$  实施随机解耦:

$$\mathbf{z} = \mathbf{S}_x^{-1} \mathbf{x}$$

其中  $\mathbf{S}_x$  是向量  $\mathbf{x}$  的方差矩阵  $\mathbf{P}_{xx}$  的 Cholesky 平方根分解因子, 满足 Cholesky 分解  $\mathbf{P}_x = \mathbf{S}_x \mathbf{S}_x^{-1}$ ,  $\mathbf{z}$  满足

$$\mathbf{P}_z = E([\mathbf{z} - E(\mathbf{z})][\mathbf{z} - E(\mathbf{z})]^\top) = \mathbf{I}$$

把辅助变量表达式代入非线性函数中得到

$$f(\mathbf{x}) = \tilde{f}(\mathbf{S}_x^{-1} \mathbf{x}) = \tilde{f}(\mathbf{z})$$

对其实施二阶 Stirling 多项式插值逼近表示为

$$y = \tilde{f}(\bar{\mathbf{z}}) + \frac{1}{h} \left( \sum_{p=1}^n \Delta z_p \mu_p \delta_p \right) \tilde{f}'(\bar{\mathbf{z}}) + \frac{1}{h^2} \left( \sum_{p=1}^n \Delta z_p^2 \delta_p^2 + \sum_{p=1}^n \sum_{q=1, q \neq p}^n \Delta z_p \Delta z_q (\delta_p \mu_p) (\delta_q \mu_q) \right) \tilde{f}''(\bar{\mathbf{z}})$$

其中,  $n$  是系统状态变量维数;  $h$  是插值步长, 对于高斯分布来说  $h = \sqrt{3}$ ;  $\delta_p$  和  $\mu_p$  分别表示偏差因子和偏差平均因子, 其表达式为

$$\delta_p \tilde{f}'(\bar{\mathbf{z}}) = \tilde{f}'(\bar{\mathbf{z}} + h\mathbf{e}_p) - \tilde{f}'(\bar{\mathbf{z}} - h\mathbf{e}_p)$$

$$\mu_p \tilde{f}''(\bar{\mathbf{z}}) = (1/2) \{ \tilde{f}''(\bar{\mathbf{z}} + h\mathbf{e}_p) + \tilde{f}''(\bar{\mathbf{z}} - h\mathbf{e}_p) \}$$

其中,  $\mathbf{e}_p$  表示由向量  $\mathbf{z}$  扩展生成状态空间中沿坐标轴的单位向量.

假设  $\Delta \mathbf{z}$  具有零均值 Gaussian 分布, 可以得到  $\tilde{f}$  的二阶均值表达式为

$$\bar{y} \approx E[\tilde{f}(\bar{\mathbf{z}}) + \tilde{D}_{\Delta z} \tilde{f} + \frac{1}{2!} \tilde{D}_{\Delta z}^2 \tilde{f}] = \frac{h^2 - n}{h^2} \tilde{f}(\bar{\mathbf{z}}) + \frac{1}{2h^2} \sum_{p=1}^n [\tilde{f}(\bar{\mathbf{z}} + h\mathbf{e}_p) + \tilde{f}(\bar{\mathbf{z}} - h\mathbf{e}_p)]$$

根据  $f(\mathbf{x}) = \tilde{f}(\mathbf{S}_x^{-1} \mathbf{x}) = \tilde{f}(\mathbf{z})$  可以获得  $f(\mathbf{x})$  的二阶均值计算式

$$\bar{y} = \frac{h^2 - n}{h^2} f(\bar{\mathbf{x}}) + \frac{1}{2h^2} \sum_{p=1}^n [f(\bar{\mathbf{x}} + h\mathbf{s}_{x,p}) + f(\bar{\mathbf{x}} - h\mathbf{s}_{x,p})] \quad (13)$$

根据方差矩阵计算公式, 把  $\tilde{f}$  的二阶插值公式代入获得二阶方差矩阵表达式, 进一步整理得到  $f$  的二阶方差矩阵计算式

$$\mathbf{P}_{yy} = \frac{1}{4h^2} \sum_{p=1}^n [f(\bar{\mathbf{x}} + h\mathbf{s}_{x,p}) - f(\bar{\mathbf{x}} - h\mathbf{s}_{x,p})] [f(\bar{\mathbf{x}} +$$

$$h\mathbf{s}_{x,p}) - f(\bar{\mathbf{x}} - h\mathbf{s}_{x,p})]^\top + \frac{h^2 - 1}{4h^2} \sum_{p=1}^n [f(\bar{\mathbf{x}} + h\mathbf{s}_{x,p}) + f(\bar{\mathbf{x}} - h\mathbf{s}_{x,p}) - 2f(\bar{\mathbf{x}})] [f(\bar{\mathbf{x}} + h\mathbf{s}_{x,p}) + f(\bar{\mathbf{x}} - h\mathbf{s}_{x,p}) - 2f(\bar{\mathbf{x}})]^\top + \mathbf{Q}$$

按照类似步骤计算  $f(\mathbf{x})$  的二阶协方差矩阵为

$$\mathbf{P}_{xy} \approx E\left\{ (\mathbf{S}_x \Delta \mathbf{z}) \left( \tilde{D}_{\Delta z} \tilde{f} + \frac{1}{2} \tilde{D}_{\Delta z}^2 \tilde{f} - E\left[ \frac{1}{2} \tilde{D}_{\Delta z}^2 \tilde{f} \right] \right)^\top \right\} = E\left\{ (\mathbf{S}_x \Delta \mathbf{z}) (\tilde{D}_{\Delta z} \tilde{f})^\top \right\} = \frac{1}{2h} \sum_{p=1}^n \mathbf{s}_{x,p} [\tilde{f}(\bar{\mathbf{z}} + h\mathbf{e}_p) - \tilde{f}(\bar{\mathbf{z}} - h\mathbf{e}_p)]^\top$$

对其进一步整理得到其计算公式为

$$\mathbf{P}_{xy} = \frac{1}{2h} \sum_{p=1}^n \mathbf{s}_{x,p} [f(\bar{\mathbf{x}} + h\mathbf{s}_{x,p}) - f(\bar{\mathbf{x}} - h\mathbf{s}_{x,p})]^\top$$

### 2.3 SINS 初始对准 QCDKF 算法

状态参数初始化和初始方差矩阵的 Cholesky 分解操作如下:

$$E(\mathbf{x}_0) = \hat{\mathbf{x}}_0$$

$$\mathbf{P}_0 \equiv \text{cov}(\mathbf{x}_0) = E((\hat{\mathbf{x}}_0 - \mathbf{x}_0)(\hat{\mathbf{x}}_0 - \mathbf{x}_0)^\top)$$

$$\mathbf{P}_0 = \mathbf{S}_{x,0} \mathbf{S}_{x,0}^\top$$

**2.3.1 选取  $k-1$  时刻 Sigma 点和权值** 把  $k-1$  时刻 Sigma 点分为四元数和非四元数 2 部分向量  $\boldsymbol{\chi}_{k-1} = [\boldsymbol{\chi}_{k-1}^q \quad \boldsymbol{\chi}_{k-1}^e]^\top$ . 计算四元数部分向量  $\boldsymbol{\chi}_k^q$

$$\boldsymbol{\chi}_{0,k-1}^q = \hat{\mathbf{Q}}_{k-1}^+$$

$$\boldsymbol{\chi}_{i,k-1}^q = \delta \boldsymbol{\chi}_{i,k|k-1}^q \otimes \hat{\mathbf{Q}}_{k-1}^+ \quad i = 1, \dots, n$$

$$\boldsymbol{\chi}_{i,k-1}^q = (\delta \boldsymbol{\chi}_{i,k|k-1}^q)^{-1} \otimes \hat{\mathbf{Q}}_{k-1}^+ \quad i = n+1, \dots, 2n$$

根据 CDKF 算法计算非四元数部分向量的 Sigma 点

$$\boldsymbol{\chi}_{0,k-1}^e = \hat{\mathbf{x}}_{k-1}^e$$

$$\boldsymbol{\chi}_{i,k-1}^e = \hat{\mathbf{x}}_{k-1}^e + [h\mathbf{S}_{x,k-1}]_i \quad i = 1, \dots, n$$

$$\boldsymbol{\chi}_{i,k-1}^e = \hat{\mathbf{x}}_{k-1}^e - [h\mathbf{S}_{x,k-1}]_i \quad i = n+1, \dots, 2n$$

根据 Stirling 插值计算结果, 定义 Sigma 点对应均值和方差权值:

$$\mathbf{W}_0^{(m)} = (h^2 - n)/h^2 \quad \mathbf{W}_i^{(c_1)} = 1/4h^2$$

$$\mathbf{W}_i^{(m)} = 1/2h^2 \quad \mathbf{W}_i^{(c_2)} = (h^2 - 1)/4h^4$$

其中,  $i = 1, \dots, 2n$ .

**2.3.2 时间更新** 由非线性状态方程  $\boldsymbol{\chi}_{i,k|k-1} = f(\boldsymbol{\chi}_{i,k-1})$  确定状态变量预测均值和方差, 根据式 (13) 计算四元数部分的预测加权均值四元数

$$\hat{\mathbf{x}}_{kl,k-1}^q = \arg \max \boldsymbol{\chi}_{i,k|k-1}^q \mathbf{M}(\boldsymbol{\chi}_{i,k|k-1}^q)^\top$$

其中  $\mathbf{M} = \sum_{i=0}^{2n} \mathbf{w}_i \boldsymbol{\chi}_{i,k|k-1}^q (\boldsymbol{\chi}_{i,k|k-1}^q)^\top$ . 非四元数部分按照 CDKF 算法计算预测均值

$$\hat{\mathbf{x}}_{kl,k-1}^e = \sum_{i=0}^{2n} \mathbf{W}_i^{(m)} \boldsymbol{\chi}_{i,k|k-1}^e$$

四元数方差也不能在向量空间内计算,可采用乘性误差四元数  $\delta\chi_{i,klk-1}^q$  来表示状态预测值  $\chi_{i,klk-1}^q$  到预测均值  $\hat{\chi}_{klk-1}^q$  之间的距离,从而获得四元数状态预测误差协方差矩阵  $P_{klk-1}^q$

$$\delta\chi_{i,klk-1}^q = \hat{\chi}_{klk-1}^q \otimes (\chi_{i,klk-1}^q)^{-1}$$

$$P_{klk-1}^q = \sum_{i=0}^n [W_i^{(c1)} \delta\chi_{i,klk-1}^q (\delta\chi_{i,klk-1}^q)^T + W_i^{(c2)} \delta\chi_{i,klk-1}^q (\delta\chi_{i,klk-1}^q)^T] + Q_{k-1}^q$$

非四元数部分状态向量预测误差协方差矩阵为

$$P_{klk-1}^e = \sum_{i=0}^n [W_i^{(c1)} (\chi_{i,klk-1}^e - \chi_{n+i,klk-1}^e)^2 +$$

$$W_i^{(c2)} (\chi_{i,klk-1}^e + \chi_{n+i,klk-1}^e - 2\chi_{0,klk-1}^e)^2] + Q_{k-1}^e$$

Sigma 点更新计算为

$$\chi_{klk-1}^* = [\hat{\chi}_{klk-1} + h \sqrt{P_{klk-1}} \hat{\chi}_{klk-1} - h \sqrt{P_{klk-1}}]$$

**2.3.3 测量更新** 根据系统观测方程式 (7),选取的观测量中没有四元数,观测量的均值和方差计算可以根据 CDKF 步骤进行. 通过观测方程  $z_{i,klk-1} = h(\chi_{i,klk-1}^*)$  计算观测预测均值及方差

$$\hat{z}_{klk-1} = \sum_{i=0}^{2n} W_i^{(m_i)} z_{i,klk-1}$$

$$P_{xz,k}^q = \sum_{i=0}^n [W_i^{(c1)} \delta\chi_{i,klk-1}^q (z_{i,klk-1} - \hat{z}_{klk-1})^T + \omega_i^{(c2)} \delta\chi_{i,klk-1}^q (z_{i,klk-1} - \hat{z}_{klk-1})^T]$$

$$P_{xz,k}^e = \sqrt{W_1^{(c2)} P_{klk-1}^e} (z_{1,n,klk-1} - z_{n+1,2n,klk-1})^T$$

$$P_{zz,k} = \sum_{i=0}^n [W_i^{(c1)} (z_{i,klk-1} - z_{n+i,klk-1})^2 +$$

$$W_i^{(c2)} (z_{i,klk-1} + z_{n+i,klk-1} - 2z_{0,klk-1})^2] + R_k$$

**2.3.4 状态更新** 状态增益矩阵  $K_k = P_{xz,k} P_{zz,k}^{-1}$ , 状态误差方差矩阵

$$P_{klk} = P_{klk-1} - K_k P_{zz,k}^{-1} K_k^T$$

四元数更新采用乘性误差四元数计算获得

$$\hat{\chi}_{klk}^q = \delta\hat{\chi}_{klk}^q \otimes (\hat{\chi}_{klk-1}^q)^{-1}$$

其中  $\delta\hat{\chi}_{klk}^q = [\delta q_0, \delta q^T]^T, \delta q = K_k (z_k - \hat{z}_{klk-1})$ ,

$$\delta q_0 = \sqrt{1 - \delta q^T \delta q}$$

非四元数部分状态更新为

$$\hat{\chi}_{klk}^e = \hat{\chi}_{klk-1}^e + K_k (z_k - \hat{z}_{klk-1})$$

### 3 仿真研究

针对 SINS 系统方程 (6) (7) 和观测方程 (9), 利用舰船三轴摇摆运动模型进行 QCDKF 和 EKF 算法的海上对准仿真研究<sup>[3]</sup>. 舰船纵摇、横摇和航向幅度分别为 5°, 4° 和 3°, 摇摆频率分别是 0.05 Hz, 0.10 Hz

和 0.05 Hz, 初始角设为 0°, 0° 和 90°; 舰船东向和北向初始速度取值为 10 m/s, 其所处地理位置为北纬 45.6°, 东经 126.75°. 系统状态  $x$  初始值  $x_0 = [(x_0^y)^T (x_0^z)^T]^T, x_0^y = [0 \ 0 \ 0 \ 1]^T$ , 为验证 SINS 系统模型的滤波鲁棒性, 初始姿态误差角设为 10°, 15° 和 60°. 陀螺常值漂移为 1°/h, 随机漂移 0.02°/h, 加速度计初始偏差设置为 10<sup>-3</sup> g, 随机漂移为 10<sup>-4</sup> g. 忽略惯性器件安装误差以及刻度因子误差, 速度测量误差设为 [0.01 m/s 0.01 m/s]<sup>T</sup>. 初始状态向量的方差矩阵取为

$$P_0 = \text{diag}(0.5^2, 0.5^2, 0.5^2, 0.5^2, 0.01^2, 0.01^2, (10^{-4}g)^2, (10^{-4}g)^2,$$

$$(0.02^\circ/h)^2, (0.02^\circ/h)^2, (0.02^\circ/h)^2)$$

系统过程噪声方差矩阵  $Q$  和量测噪声方差矩阵  $R$  分别为

$$Q = \text{diag}(10^{-4}g)^2, (10^{-4}g)^2,$$

$$(0.02^\circ/h)^2, (0.02^\circ/h)^2, (0.02^\circ/h)^2)$$

$$R = \text{diag}((0.01)^2, (0.01)^2)$$

分别采用 EKF 和 QCDKF 这 2 种滤波方法进行大角度失准角 SINS 初始对准仿真研究, 利用 EKF 算法仿真获得的 SINS 系统姿态失准角估计误差数据如图 1 所示, 利用 QCDKF 算法获得 SINS 系统姿态失准角估计误差数据如图 2 所示, 应用 EKF 和 QCDKF 算法获得的东向和北向速度估计误差数据如图 3 所示. 表 1 给出了 QCDKF 和 EKF 这 2 种算法计算获得的 3 个姿态误差角分量和 2 个速度误差估计精度对比数据. 由姿态失准角估计误差计算仿真图形和统计数据表 1 可知: 当水平失准角为小角度时, 与 QCDKF 算法相比, EKF 算法获得的对准精度略有降低, 但仍然能够取得较高的对准精度, 这是

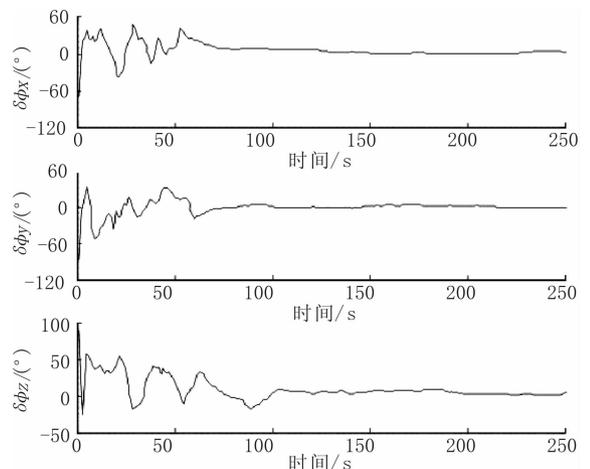


图 1 应用 EKF 算法计算的姿态失准角误差估计曲线

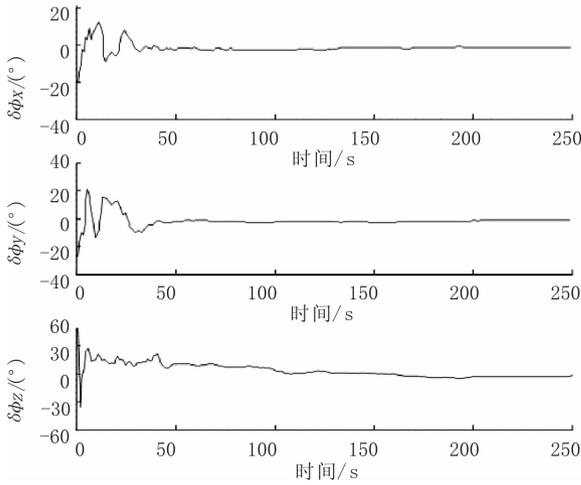


图2 应用 QCDKF 算法计算的姿态失准角误差估计曲线

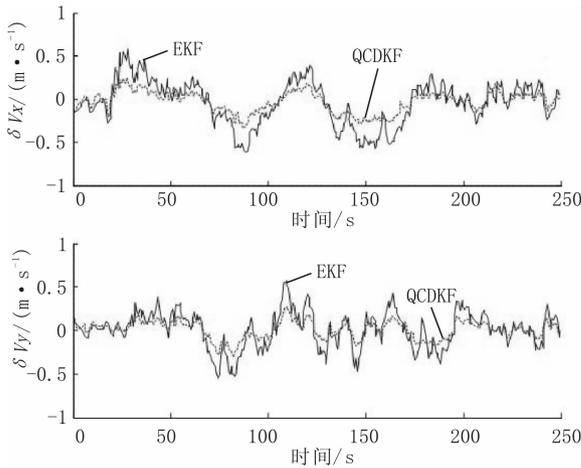


图3 应用 EKF 和 QCDKF 算法计算的东向和北向速度误差估计曲线

表1 QCDKF 和 EKF 算法获得的估计精度数据对照表

算法	$\delta\varphi_x$	$\delta\varphi_y$	$\delta\varphi_z$	$\delta V_x$	$\delta V_y$
QCDKF	0.16'	-0.32'	1.37'	0.09 m/s	0.04 m/s
EKF	3.1'	2.3'	7.4'	0.42 m/s	0.59 m/s

因为在姿态误差角为小角度时,EKF 算法的高阶截断误差相对较小,对滤波精度影响不明显;而当姿态误差角为大角度时,QCDKF 比 EKF 算法的估计精度显著提高,因为此时 SINS 模型存在的强烈非线性给 EKF 算法带来较大影响,而基于中心差分计算的 QCDKF 算法则能够以更高的精度估计 SINS 非线性系统的后验均值和估计误差方差矩阵,从而有效提高了 SINS 系统滤波精度;另外从仿真数据图形可以看出,QCDKF 算法的数值计算稳定性优于 EKF 算法,原因在于 CDKF 算法采用方差矩阵平方根计

算和随机解耦变换,能够确保估计误差方差矩阵的正定性,从而保证滤波算法的数值计算稳定性. 仿真数据说明非线性四元数误差模型中 QCDKF 算法能够较好地解决 SINS 在大失准角情形下非线性初始对准问题.

## 4 结论

本文利用乘性四元数建立大角度初始对准失准角 SINS 系统误差方程,结合非线性系统 CDKF 滤波算法,提出四元数中心差分滤波(QCDKF)算法. 通过构造姿态矩阵代价函数计算其最大特征值求取对应的特征向量作为预测四元数均值,并选择具有单位范数的特征向量来满足预测四元数均值计算规范性和符号不变性要求. 利用乘性四元数误差表示四元数 Sigma 点与预测四元数均值距离计算四元数预测误差方差矩阵,克服了 Sigma 点滤波算法在四元数滤波的应用局限性. 仿真结果表明该算法具有较高的对准精度和更好的数值计算稳定性.

## 参考文献:

- [1] Britting K R. Inertial Navigation System Analysis[M]. New York: New York Wiley-Interscience,1971.
- [2] Chung D Y, Lee J G. Comparison of SDINS in-flight alignment using equivalent error models[J]. IEEE Transactions on Aerospace and Electronic Systems,1999,35(3): 1046.
- [3] Crassidis J L, Markley F L. Unscented filtering for spacecraft attitude estimation[J]. Journal of Guidance Control and Dynamics,2003,26(4):536.
- [4] Egziabher D G, Hayward R. Design of multi-sensor attitude determination systems[J]. IEEE Transactions on Aerospace and Electronic Systems, 2004,40(2):627.
- [5] Choukroun D, IBar-Itzhack, Oshman Y. Novel quaternion kalman filter[J]. IEEE Transactions on Aerospace and Electronic Systems,2006,42(1):174.
- [6] Markley F L, Cheng Y, Crassidis J L, et al. Averaging quaternions[J]. Journal of Guidance Control and Dynamics,2007,30(4):1193.
- [7] 丁国强,周卫东,郝燕玲. 传递对准系统乘性四元数误差模型的 QCDKF 滤波研究[J]. 华中科技大学学报:自然科学版,2010(8):86.
- [8] 丁国强,周卫东,郝燕玲. 传递对准的 MRP-CDKF 算法[J]. 华中科技大学学报:自然科学版,2011(1):129.
- [9] Oshman Y, Carmi A. Attitude estimation from vector observations using genetic-algorithm-embedded quaternion particle filter[J]. Journal of Guidance Control and Dynamics,2006,29(4):879.

# GIS 设备内 SF<sub>6</sub>分解产物检测系统的设计

黄春, 吴艳敏, 姚莉娜

(郑州轻工业学院 电气信息工程学院, 河南 郑州 450002)

**摘要:**提出了基于气体传感器法的 GIS 设备内 SF<sub>6</sub> 分解产物检测系统设计方案:采用新型过滤装置,以排除气体传感器的固有缺陷交叉干扰;基于气体传感器特点设计了恒定电位电路,以确保传感器信号输出的准确度;实施联合自适应卡尔曼滤波算法,以克服温度、流量对气体传感器精度的影响,解决零点自漂的问题.实验结果表明,本系统结构简单、操作方便、测量精确、响应速度快、抗干扰能力强,可用于现场在线和便携检测.

**关键词:**气体绝缘组合电器;SF<sub>6</sub> 分解产物;交叉干扰;卡尔曼滤波

**中图分类号:**TM855 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.022

## Design of detecting system for SF<sub>6</sub> gas decomposition in GIS

HUANG Chun, WU Yan-min, YAO Li-na

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

**Abstract:** A design method of measuring SF<sub>6</sub> gas decompositions in GIS based on gas sensor was put forward. A new type of filter was applied for the system to get rid of the inherent defect about cross interference between gas sensors; One special constant potential circuit was designed according to the traits of sensors to insure the exact signal; The adaptive federated Kalman filtering was proved, which could make up the infection about temperature and flux to the sensors, as well as, null shift can be resolved. The practice results showed that the system has the following advantages: simple structure, convenient operation, the measuring accuracy, the quick survey speed, the strong antijamming ability and so on. It can be used to test SF<sub>6</sub> gas decompositions on line and portably.

**Key words:** gas insulated switchgear (GIS); SF<sub>6</sub> gas decomposition; cross interference; Kalman filtering

## 0 引言

气体绝缘组合电器 GIS (gas insulated switchgear) 是高压电气的重要设备,虽然运行状态比较稳定,但是长期在线工作难免会出现故障.六氟化硫 (SF<sub>6</sub>) 气体具有优良的绝缘和灭弧性能,被广泛应用于高压电气设备中,常温常压下, SF<sub>6</sub> 化学性能十分稳定,不易分解.但当 GIS 设备内部出现绝缘缺陷引起的局部放电 PD (part discharge) 时,会促使 SF<sub>6</sub>

气体发生不同程度的分解,主要分解产物有 SOF<sub>2</sub>, CO, CF<sub>4</sub>, SO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, HF 等,其含量大小、变化规律等特征与 GIS 内部绝缘缺陷所产生的 PD 程度和类型有着密切的关联<sup>[1-4]</sup>,通过这些关联比对能够很好地诊断设备内部的故障原因及故障程度.

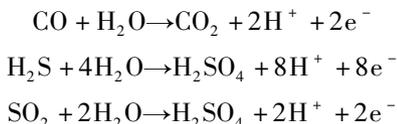
目前,国内外关于 SF<sub>6</sub> 气体分解产物的检测方法主要有检测管法、气相色谱法、红外吸收光谱法和气体传感器法等,每种方法都有各自的优缺点.检测管法主要针对 HF, H<sub>2</sub>S, SO<sub>2</sub> 等气体进行检测,

不能检测 SF<sub>6</sub> 气体其他分解组分,而且测量精度不高,受温湿度影响较大,是一种化学分析方法,不能在线检测,适合于气体的定性分析;气相色谱法具有灵敏度高、分析效率高、定量准确等优点,但其设备复杂,价格昂贵,检测时间长,对环境要求高,不适合现场在线监测应用;红外吸收光谱法是通过对比入射光谱与吸收后光谱的变化来测量气体含量的,由于 SF<sub>6</sub> 局部放电分解气体含量较低、吸收较弱,入射光谱与吸收后光谱对比变化较小,致使该方法检测灵敏度较低<sup>[5-7]</sup>;气体传感器法是利用电化学气敏传感器的选择性俘获功能,将俘获的化学量转换为电信号的一种方法,具有灵敏度高(体积分数达到 10<sup>-6</sup>级)、检测速度快、检测组分多、抗干扰能力强、结构简便、价格经济等优点,适合于现场在线和便携检测,但是气体传感器法具有交叉干扰的缺点. 本文拟采用气体传感器法对 SF<sub>6</sub> 分解产物的主要成分 H<sub>2</sub>S, SO<sub>2</sub>, SOF<sub>2</sub>, CO 和 HF 进行检测,通过一种新型过滤装置和计算机软件补偿气体之间的灵敏度交叉干扰,以便取得良好的实验效果.

## 1 检测原理

### 1.1 SF<sub>6</sub> 分解产物气体传感器工作原理

电化学气体传感器利用气敏电极或者气体扩散电极等构成一系列电池测量各种气体含量,通常由浸没在电解液中的 3 个电极构成,即工作电极、参比电极和对电极. 图 1 是 SO<sub>2</sub> 气体传感器的俯视图,它是一种恒电位电解式传感器,其工作过程为:被测量的气体扩散透过工作电极的多孔膜,并在其上发生电化学氧化还原反应,通过外部电路将反应中产生的自由电子转化为传感器的输出信号. SF<sub>6</sub> 分解物在敏感电极上的反应可用以下标准的化学方程式表示:



在对电极上发生的反应则正好与敏感电极上的反应平衡. 参比电极为工作电极提供一个稳定的电化学电位,所以,通常被保护不与被测气体接触,以确保其热力学电位的恒定. 此外,参考电极不允许有电流通过,否则将改变电位值. 综上所述,设计一个合理的恒定电位电路是实现 SF<sub>6</sub> 分解物准确测量的关键.

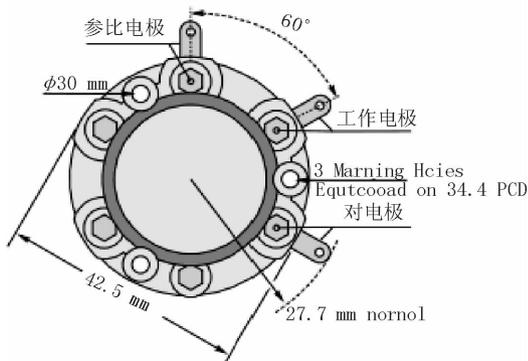


图 1 SO<sub>2</sub> 气体传感器俯视图

### 1.2 SF<sub>6</sub> 分解产物信号调理电路设计

图 2 是 SF<sub>6</sub> 气体分解物传感器的恒电位电路. 该电路是三电极工作电路, U<sub>1</sub>, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, C<sub>1</sub> 构成负反馈放大电路,即恒电位电路. 因为电解池的电流稳定很快,而对电极的极化却很慢. 因此尽管传感器的信号已经稳定,但对电极的电位可能仍在继续漂移,这在实际应用中意味着电路的电位要比之高很多. 所以让 U<sub>1</sub> 输出为负,稳定参考电极的电位, U<sub>1</sub> 这一放大器的失调电压必须很低,或者将其调为零,否则会导致传感器的工作电位严重偏置,致使其由短路状态达到稳定需要相当长的时间. 本系统选取 PMI—OP772 作为 U<sub>1</sub>; U<sub>2</sub>, R<sub>6</sub>, C<sub>2</sub>, R<sub>4</sub> 的作用是将传感器输出的 μA 级电流信号转换为 mV 级电压信号, U<sub>3</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub> 是信号放大部分,具体放大多少由 R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub> 电阻值来控制. U<sub>4</sub> 构成电压跟随器,起到匹配电路电阻的作用. 此外, R<sub>5</sub> 两端的压降应该控制在 10 mV 以内,不然传感器的性能会受到损害,保持 R<sub>5</sub> 低值还能保证电路响应速度更快.

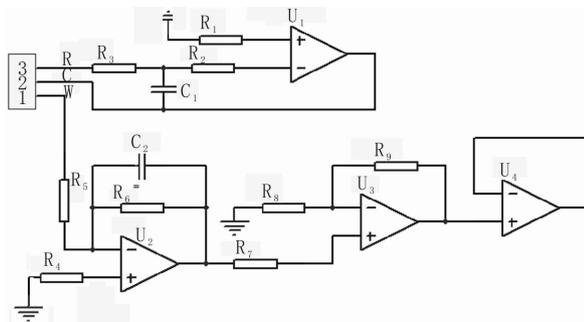


图 2 SF<sub>6</sub> 气体分解物恒电位电路

## 2 SF<sub>6</sub> 产物检测系统方案设计

本系统主要用于检测分析运行中 SF<sub>6</sub> 电气设备的气体质量,主要包括传感器组的信号采集与数据

的处理、分析和显示这两大部分,检测系统总体结构图如图3所示。 $\text{SO}_2$ 、HF、 $\text{H}_2\text{S}$ 和CO气体传感器通过串联气路相连,被测气体通过进气口扩散进入不同的传感器通道,并将处理过的电流信号通过恒电位电路转换成放大的电压信号,经A/D转换成数字信号后送给微处理器。气路管道设计时,采用四氟管道或者不锈钢管路,其他材质的管道对 $\text{SF}_6$ 分解产物具有吸附性,会严重影响测量数据的准确性。另外,系统测量前,需要将所有的气路管道吹扫1 min,避免残留气体对被测气体的影响。

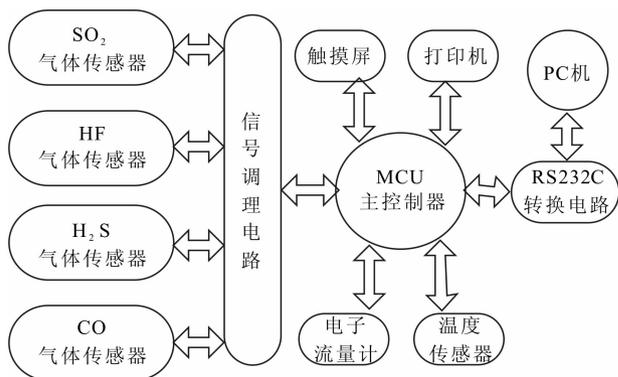


图3  $\text{SF}_6$ 分解产物检测系统结构图

## 2.1 系统功能

因为大多数电化学传感器在温度变化时基线信号呈指数上升,可能会严重影响气体测量的准确性。对此,引入温度传感器实时检测环境温度,并采用计算机软件方法实时补偿。另外,气体流量的大小也会严重影响气体测量的准确性,所以,还引入电子流量计,实时检测显示系统流量。为了方便快捷地操作仪表,采用真彩触摸屏作为人机接口。为了有效管理测量数据,设计了存储、查询、打印测量数据的功能,并且可以根据需要进行打印参数的设定。此外,系统还可以通过串口将测量数据上传到上位机软件,对电气设备的工作状态和故障类型进行分析和预估。

## 2.2 微控制器

MCU主控制器采用AVR系列高档8位单片机ATmega128,它拥有RISC(reduced instruction set computer)精简指令集体系,运行速度是80C51的10倍;内嵌高质量的Flash程序存储器,擦写方便,便于产品调试、开发、生产、更新;内嵌4 K E<sup>2</sup>PROM,并可外扩64 K外部存储器以长期保存重要数据,避免断电丢失;具有PWM功能的定时器/计数器(T/C);具有片内振荡器的可编程看门狗定时器;SPI串行端口,有2个USART;具有与IEEE

1149.1规范兼容的JTAG测试接口(此接口同时还可以用于片上调试);低电压供电,宽工作电压范围(2.7~5.5 V);抗干扰能力强,可降低一般8位单片机中软件抗干扰设计的工作量和硬件的使用量;工作温度范围达到-40~+85℃,符合工业级要求。

## 2.3 模数转换器

A/D转换采用经典的多通道(10个)、高精度(24 b分辨率)模数转换器AD7718来完成,它具有低噪声、高可靠性和线性度好等特点,其灵活的串行接口可以很方便地与微处理器或寄存器相连接,利用SPI总线完成与微处理器的通信,为本系统的多参数采集提供精确的数据。

## 3 系统抗干扰措施

系统抗干扰措施主要包括硬件抗干扰设计和气体传感器抗干扰设计2部分。

### 3.1 硬件抗干扰设计

系统硬件抗干扰设计主要采取以下措施:AD转换使用差分输入;PCB布板采用合理的接地技术,比如数字地与模拟地分开、强弱电分离等;对所有输入输出信号均进行光电隔离,同时对传感器的采样信号进行算术平均数字滤波;若采用在线监测,则在变压器前端使用滤波器,从而有效滤除电网电压波动。

### 3.2 气体传感器抗干扰设计

由结构和原理所决定,气敏传感器存在交叉干扰。通过实验发现, $\text{SO}_2$ 、HF、 $\text{H}_2\text{S}$ 、CO气体之间存在一定的干扰,为了降低干扰程度,可以使被测气体在进入传感器之前先通过一定的过滤装置。

目前,市面上的气体传感器普遍受温度影响比较大,大约是温度每上升10℃,信号翻1倍。多数情况下可以忽略,但如果该应用涉及到浓度极低的气体,比如 $\text{SF}_6$ 分解产物中的 $\text{SO}_2$ 或者 $\text{H}_2\text{S}$ ,只有十万分之几浓度时,可能还未检测到,GIS设备就已经出现了故障。任何一个因温度引起的基线变化都可能严重影响气体测量的准确性,所以系统必须进行温度补偿。在实验过程中发现,气体流量的大小也会影响到气体的精确度。另外,每个传感器在使用一段后,都会有相应的零点漂移。针对以上问题,为了确保测量数据的精确性,系统采用传感器信息融合技术,以达到温度、流量实时补偿,实现零点自动跟踪功能。

在多传感器的 SF<sub>6</sub> 分解物检测系统中,如果采用单滤波器来融合所有传感器信息,那么任何一个传感器的故障都可能影响整个组合系统. 所以,本系统采用基于信息总分配原则的联合卡尔曼滤波算法,即将传感器组构成 SO<sub>2</sub>, HF, H<sub>2</sub>S, CO, 温度, 流量 6 个子系统,由子滤波器进行独立的并行处理,再利用主滤波器对各个子系统的信息进行融合. 子系统估计和全局估计按以下融合算法确定.

$$\begin{cases} P_j^{-1}(j) = \sum_{i=1}^{n \cdot m} P_i^{-1}(j) \\ \hat{X}_g(j) = P_g(j) \sum_{i=1}^{n \cdot m} P_i^{-1}(j) \hat{X}_i(j) \end{cases}$$

式中,  $P_g$  和  $\hat{X}_g$  为系统组合的协方差阵和全局估计,  $\hat{X}_i$  和  $P_i$  ( $i$  为正整数) 是子滤波器  $i$  的状态估计和协方差阵. 主滤波器的信息通过信息分贝因子  $\beta_i$  分配到各子滤波器和主滤波器,即

$$\begin{cases} P_i^{-1}(j) = \beta_i P_g^{-1}(j) \\ \hat{X}_i(j) = \hat{X}_g(j) \\ Q_i^{-1}(j) = \beta_i Q_g^{-1}(j) \end{cases}$$

式中,  $G_g$  和  $Q_i$  分别为系统组合和子滤波器  $i$  的噪声方差阵.

根据信息守恒原理,即  $\sum_{i=1}^{n \cdot m} \beta_i = 1$  可知,通过自适应调整  $\beta_i$ ,就可以形成自适应的联合卡尔曼滤波系统,使系统具有更好的适应性.

## 4 实验结果与分析

系统在环境温度 7.8 °C, 流量 100 mL/min, SO<sub>2</sub> 标气  $1.5 \times 10^{-5}$ , H<sub>2</sub>S 标气  $1.5 \times 10^{-5}$ , CO 标气  $4.0 \times 10^{-4}$ , HF 标气  $1.5 \times 10^{-5}$  条件下进行校准,然后在不同温度和不同流量的情况下,对不同气体含量的标气分别进行测量,得到实验数据见表 1.

表 1 气体实验数据

温度 /°C	流量 /(mL · min <sup>-1</sup> )	标气 10 <sup>-6</sup>				测量值 10 <sup>-6</sup>				相对误差/%			
		SO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> S	CO	HF	SO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> S	CO	HF	SO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> S	CO	HF
7.8	10	10.0	10.0	100.0	5.0	10.2	10.0	102.0	4.8	2.0	0	2.0	4.0
-5.8	20	15.0	15.0	150.0	10.0	14.9	14.9	152.0	9.5	0.6	0.6	1.3	3.0
-0.8	40	20.0	20.0	200.0	15.0	20.1	20.5	201.0	14.6	0.5	2.5	0.5	2.6
4.5	80	30.0	30.0	300.0	20.0	28.9	29.4	295.0	19.2	3.6	2.0	1.7	4.0
9.2	100	40.0	40.0	400.0	25.0	40.0	40.0	401.0	25.4	0	0	0.3	1.6
19.4	120	50.0	50.0	500.0	30.0	50.0	51.0	502.0	30.2	0	2.0	0.4	0.6
29.6	150	60.0	60.0	600.0	35.0	60.6	60.2	601.0	34.8	1.0	0.3	0.1	0.5

由表 1 可知,在不同温度和流量的条件下,SO<sub>2</sub> 气体的相对误差 < 3.6%, H<sub>2</sub>S 气体的相对误差 < 2.5%, CO 气体的相对误差 < 2.0%, HF 气体的相对误差 < 4.0%. SF<sub>6</sub> 分解产物的数据误差很小,说明该系统有效地抑制了气体传感器交叉干扰,自适应联合卡尔曼滤波算法对温度、流量补偿效果明显.

## 5 结论

本文设计了基于气体传感器法的 SF<sub>6</sub> 分解产物检测系统,采用新型过滤装置,设计了基于气体传感器特点的恒定电位电路. 实验结果表明,该系统有效地排除了传感器之间的交叉干扰,采用自适应联合卡尔曼滤波算法有效弥补了温度、流量对系统的干扰,实现了零点自动跟踪. 系统稳定可靠、测量精确、操作方便、响应速度快,可对 GIS 设备的工作状态进行科学评估,防患于未然.

## 参考文献:

[1] Sauers I, Ellis H W, Christophorou L G. Neutral decom-

position products in spark breakdown of SF<sub>6</sub> [J]. IEEE Trans on Electrical Insulation, 1986, 21 (2): 111.

- [2] IEC 60480—2004, Guidelines for the checking and treatment of sulfur hexafluoride (SF<sub>6</sub>) taken from electrical equipment and specification for its reuse [S].
- [3] Chu F Y. SF<sub>6</sub> decomposition in gas-insulated equipment [J]. IEEE Trans on Electrical Insulation, 1986, 21 (5): 693.
- [4] 张晓星, 谢延斌, 姚尧. 曲线拟合法用于 SF<sub>6</sub> 分解气体组分的重叠色谱峰分离研究 [J]. 高电压技术, 2008, 34(12): 2708.
- [5] 张晓星, 姚尧, 唐炬, 等. SF<sub>6</sub> 放电分解气体组分分析的现状和发展 [J]. 高电压技术, 2008, 34(4): 664.
- [6] 杨海平, 陈汉平, 王静, 等. 热解温度对神府煤热解与气化特性的影响 [J]. 中国电机工程学报, 2008, 28 (8): 42.
- [7] 李红雷, 周方洁, 谈克雄, 等. 用于变压器在线监测的傅里叶红外定量分析 [J]. 电力系统自动化, 2005, 29 (18): 62.

# 基于热等效电路模型的干式变压器 温度变化规律研究

冯建勤, 赵楠, 康国平

(郑州轻工业学院 电气信息工程学院, 河南 郑州 450002)

**摘要:**根据热电类比原理,建立了干式变压器的热等效电路模型.利用计算机仿真软件 ATPDraw5.4 对该热等效电路模型进行了计算机仿真,研究正常负荷变动、过载情况以及二次侧短路时干式变压器温度变化的规律.仿真结果表明:正常负荷变动或过载情况下,干式变压器温度按指数规律变化.负荷增加时,其温度呈指数曲线上升;负荷减小时,其温度按指数函数下降.当干式变压器的二次侧发生短路时,其温度则会依照幂函数曲线急剧上升.

**关键词:**干式变压器;热电类比;计算机仿真;热等效电路模型

**中图分类号:**TM401<sup>+</sup>.1 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.023

## Research on temperature variation of dry-type transformers based on thermal equivalent circuit model

FENG Jian-qin, ZHAO Nan, KANG Guo-ping

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

**Abstract:** Based on the principle of thermal-electrical analogy, a thermal equivalent circuit model of one dry-type transformer was built. The temperature variation of the dry-type transformer was studied through simulating the thermal equivalent circuit model by software ATPDraw5.4 when its load changed within the limits of rated load or overload, or it was shorted in secondary circuit. The simulation results showed that the temperatures of the dry-type transformer change in accordance with exponential functions when its load changes within the limits of rated load or overload, and increase rapidly and greatly in accordance with power functions when it is shorted in secondary circuit.

**Key words:** dry-type transformer; thermal-electrical analogy; computer simulation; thermal equivalent circuit model

## 0 引言

变压器的内部温度情况对于它的使用寿命和运行安全都很重要,过高的温度会降低绕组的绝缘

性能,甚至会导致变压器出现故障.树脂绝缘干式变压器因其良好的绝缘性能和耐热性能得到了广泛的应用,但由于其导热性能较差,散热效果不理想,因此,掌握它的内部温度情况非常重要.目前,

收稿日期:2012-10-11

基金项目:河南省科技攻关项目(102102210141)

作者简介:冯建勤(1962—),男,河南省郑州市人,郑州轻工业学院教授,主要研究方向为电力系统自动化、微机测控技术和智能仪器仪表.

对于干式变压器温度问题的研究多集中在内部温度的静态分布上<sup>[1-5]</sup>,或在干式变压器温度的简单在线监控和简单的阈值保护上<sup>[6-7]</sup>,较少触及干式变压器内部温度的动态变化规律研究.事实上,仅仅研究干式变压器内部热点温度和内部温度场的分布对于保证它的安全运行是远远不够的.只有同时掌握了内部温度的变化规律,才算全面掌握了它的内部温度情况.因此,研究干式变压器的温度变化规律,对于改进其温度在线监控技术、提高温度保护性能都是很有意义的,甚至有可能催生出新型的变压器温度保护.本文拟利用热等效电路模型,通过计算机仿真,研究干式变压器在负荷变动时的温度变化规律,进而得出温度随时间变化的函数关系.

### 1 研究对象及其仿真模型

研究对象选用一台 SCB8 系列树脂浇注干式变压器,其结构、材料及参数见文献[1].根据该干式变压器的结构、材料等参量,利用热电类比原理,建立其热等效电路模型<sup>[8-10]</sup>,如图1所示.其中,各电学参量的值见表1.

利用计算机仿真软件 ATPDraw5.4 对图1所示模型进行仿真,可以得到干式变压器铁芯内部温度  $\theta_{Cint}$ ,铁芯表面温度  $\theta_{Crsup}$ ,低压绕组内部温度  $\theta_{LVint}$ ,高压绕组内部温度  $\theta_{HVint}$ ,高压绕组外表面温度  $\theta_{HVsup}$ 的变化规律曲线.

干式变压器的发热主要由负载损耗和空载损耗引起.负载损耗与高、低压绕组中电流的平方成正比,与其线圈电阻成正比.空载损耗与变压器绕组上的电压大小有关,受负载电流的影响并不大.

当变压器的负载在正常负荷范围内或者过载情况下发生变动时,其高、低压绕组中电流随之发生变化,变压器的负载损耗也会相应地发生变化,这时可以忽略铁心损耗产生的热量变化.当变压器二次侧发生短路时,通过高、低压绕组的电流急剧增大,可达到额定电流的 20 ~ 30 倍,负载损耗随之急剧增加,绕组的发热功率变成额定负载时的 400 ~ 900 倍,此时可忽略铁芯的发热功率.

因此,在对图1所示模型进行仿真时,可以通过改变发热功率来模拟各种负荷变动或者短路故障.

### 2 额定负荷及过负荷时的温度变化

以变压器从稳定的空载状态过渡到额定负载状态,再从稳定的额定负载状态过渡到过负荷状态时的温度变化为例.仿真中,空载状态下发热功率  $Q_{core} = 2.07 \text{ kW}$ ,  $Q_{LV} = 0 \text{ kW}$ ,  $Q_{HV} = 0 \text{ kW}$ ;额定负载状态下发热功率  $Q_{core} = 2.07 \text{ kW}$ ,  $Q_{LV} = 4.227 \text{ kW}$ ,  $Q_{HV} = 3.033 \text{ kW}$ ;过负荷状态下(过载 20%)发热功率  $Q_{core} = 2.07 \text{ kW}$ ,  $Q_{LV} = 1.44 \times 4.227 \text{ kW}$ ,  $Q_{HV} = 1.44 \times 3.033 \text{ kW}$ .仿真从施加额定负载开始,  $t = 0$  时刻以前变压器处于空载状态,  $t = 0$  时刻切换到额定负载状态,  $t = 25 \text{ ks}$  时刻切换到 120% 额定负载状态,仿真结果如图2所示.

从图2可以看出,当变压器的负荷从空载状态切换到额定负载状态以及从额定负载状态切换到过负荷状态时,它内部各处的温度均从一个稳定状态过渡到另一个稳定状态,其间的过渡过程符合上升的指数函数规律.推而广之,在正常负荷范围内或者过载情况下,变压器负荷增加时,它各处的温度

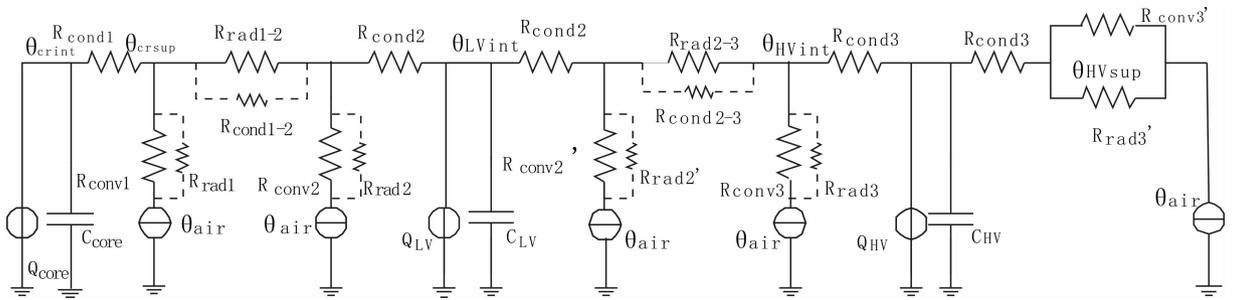


图1 干式变压器热等效电路模型

表1 热等效电路模型参数

参数	发热功率/kW			热等效电阻/(K · W) <sup>-1</sup>										等效热容值/(Ws · K) <sup>-1</sup>			
	$Q_{core}$	$Q_{LV}$	$Q_{HV}$	$R_{cond1}$	$R_{cond2}$	$R_{cond3}$	$R_{conv1}$	$R_{conv2}$	$R_{conv3}$	$R_{rad1-2}$	$R_{rad2-3}$	$R_{conv2}'$	$R_{rad3}$	$R_{conv3}'$	$C_{core}$	$C_{LV}$	$C_{HV}$
参数值	2.070	4.227	3.033	0.053	$0.024 \times 10^{-2}$	$3.690 \times 10^{-3}$	0.385	0.331	0.253	3.640	2.400	0.247	0.105	0.186	135 587.8	101 922.1	132 236.9

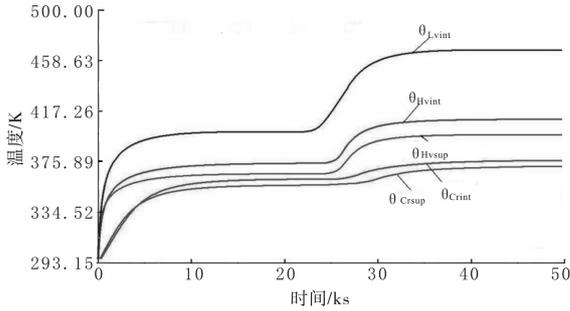


图2 额定负荷及过负荷时的温度变化曲线

均呈指数函数曲线上. 若以负荷发生变动的时刻为起始时刻, 则温度变化规律可表示为

$$\theta(t) = \theta_0 + (\theta_m - \theta_0)(1 - e^{-\frac{t}{\tau}})$$

式中,  $\theta$  是变压器的实时内部温度,  $\theta_0$  是变压器负荷变化前的初始温度,  $\theta_m$  是负荷变化后的稳态温度,  $\tau$  是代表变压器温度变化快慢的时间常数.

比较图2中各温度变化曲线可以发现, 变压器负荷增加后, 高、低压绕组的温度上升较快, 过渡过程持续时间较短(约为6 ks), 时间常数较小(约为1.5~2 ks); 铁芯温度上升较慢, 过渡过程持续时间较长(约为9 ks), 时间常数较大(约为2.25~3 ks). 另外, 在任意时刻, 低压绕组的温度总是高于高压绕组的温度, 高压绕组的温度总是高于铁芯的温度.

### 3 二次侧短路及变压器切除时的温度变化

仿真从施加额定负载开始( $t=0$ 时刻), 先使干式变压器在额定负荷状态下工作至温度稳定,  $t=25$  ks时刻使变压器二次侧短路,  $t=35$  ks时刻将变压器切除. 仿真中, 短路状态下的发热功率取  $Q_{\text{core}} = 0$  kW,  $Q_{\text{LV}} = 400 \times 4.227$  kW,  $Q_{\text{HV}} = 400 \times 3.033$  kW, 仿真曲线见图3.

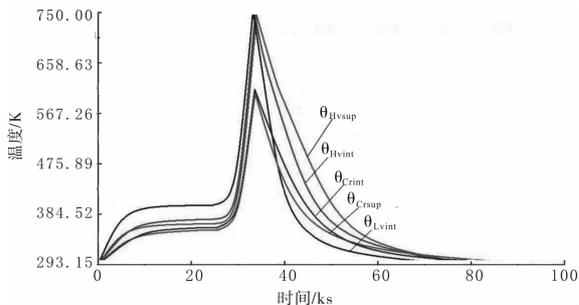


图3 二次侧短路及变压器切除时的温度变化曲线

由图3可以看出, 当干式变压器二次侧发生短路时, 其高、低压绕组的温度以及铁芯温度都会同时急剧上升, 在很短时间内达到很高的数值. 这时, 变压器各处的温度变化曲线较符合幂函数. 若以短路发生时刻作为初始时刻, 则该幂函数可表示为

$$\theta(t) = \theta_0 + kt^n \quad (1)$$

式中,  $\theta_0$  为短路发生时刻变压器各部件的初始温度,  $k$  和  $n$  为经验系数.

式①中的经验系数  $k$  和  $n$  可以利用曲线拟合的方法求得<sup>[11]</sup>. 这里仅以高压绕组内部温度变化曲线为例进行曲线拟合. 在二次侧短路状态下高压绕组内部温度变化曲线上选取12个点, 其时间和温度值列于表2.

表2 高压绕组内部温度曲线数据

$t_i/\text{ks}$	$\theta_i/\text{K}$	$t_i/\text{ks}$	$\theta_i/\text{K}$	$t_i/\text{ks}$	$\theta_i/\text{K}$
0	375.38	4.50	418.78	7.00	578.68
1.50	375.95	5.00	441.62	7.50	635.79
2.50	381.66	5.75	487.31	8.00	692.89
2.75	401.65	6.25	539.25	8.75	749.67

设

$$\theta'(t) = kt^n \quad (2)$$

对式②两边取对数, 则有

$$\lg \theta'(t) = \lg k + n \lg t$$

记  $u(t) = \lg \theta'(t)$ ,  $c_0 = \lg k$ ,  $c_1 = n$ , 得

$$u(t) = c_0 + c_1 \lg t$$

建立正规方程组  $G^T Gk = G^T \theta$  并求解, 可得到  $c_0 = 1.06$ ,  $c_1 = 2.64$ , 从而  $k = 11.43$ ,  $n = c_1 = 2.64$ .

故所求的最小二乘拟合函数为

$$\theta'(t) = 11.43t^{2.64}$$

则高压绕组内部温度变化曲线函数为

$$\theta(t) = 375.38 + 11.43t^{2.64}$$

用同样的方法可求得干式变压器铁芯和低压绕组在二次侧短路状态下温度变化曲线的函数, 其  $k$  值分别为 8.61 和 11.97,  $n$  值分别为 2.26 和 2.77.

通过分析图3所示各温度变化曲线不难看出, 干式变压器二次侧短路过程中, 它各处的温度相差不大, 近乎相等.

由图3还可看出, 变压器切除之后, 各部件的温度均按指数规律下降. 若以变压器切除时刻为初始时刻, 则相应的指数函数可表示为

$$\theta(t) = \theta_m + (\theta_0 - \theta_m)e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (3)$$

式中,  $\theta_0$  是变压器切除时刻的初始温度,  $\theta_m$  为变压器最后的稳定温度。

由图3可知, 低压绕组的温度下降较快, 其时间常数约为 3.75 ~ 5 ks; 铁芯温度与高压绕组的温度下降较慢, 其时间常数约为 6.25 ~ 8.33 ks。

通过仿真可以证明, 在正常负荷范围内或者过载情况下, 变压器负荷减少时, 它各处的温度均按指数函数规律下降, 温度变化函数可用式③描述。

## 4 结论

本文根据热电类比原理, 建立了干式变压器的热等效电路模型。利用计算机仿真软件 ATP-Draw5.4 对该热等效电路模型进行了计算机仿真, 研究正常负荷变动、过载情况以及二次侧短路时干式变压器温度变化的规律。得出如下结论:

1) 正常负荷变动或者过载情况下, 干式变压器的温度变化规律可以用指数函数描述。负荷增加时, 变压器温度呈指数曲线上升; 负荷减小时, 其温度按指数规律下降。

2) 负荷增加时, 高、低压绕组的温度上升较快, 铁芯温度上升较慢; 负荷减小时, 低压绕组的温度下降较快, 铁芯温度与高压绕组的温度下降较慢。

3) 干式变压器的二次侧发生短路时, 它各处的温度按照幂函数曲线急剧上升。

4) 干式变压器在额定负载或者过载情况下, 低压绕组的温度最高, 高压绕组的温度次之, 铁芯的温度最低。

5) 干式变压器二次侧短路过程中, 它各处的温度相差不大, 近乎相等。

## 参考文献:

- [1] 颜寒, 郭永基, 林兆庄. 树脂绝缘干式变压器内部温度场分布仿真研究[J]. 清华大学学报: 自然科学版, 1999, 39(7): 1.
- [2] 刘兴鹏. 基于热电类比理论的油浸式电力变压器热点温度计算模型[D]. 重庆: 重庆大学, 2010: 10-11.
- [3] 张强, 姚寿广, 马哲树. 干式变压器绕组温度场的数值计算与分析[J]. 华东船舶工业学院学报: 自然科学版, 2006(6): 80.
- [4] 李永刚, 崔伟, 张喜乐, 等. 干式变压器绕组热点温度的一种计算方法[J]. 变压器, 2011, 48(8): 5.
- [5] 周清泉. 大型变压器绕组温升计算的修正[J]. 变压器, 2008, 45(9): 5.
- [6] 钱政, 孙焦德, 袁克道. 电力变压器绕组热点状态的在线监测技术[J]. 高电压技术, 2003, 29(9): 26.
- [7] 季承. PLC 在干式变压器分布式监控系统中应用[J]. 电力自动化设备, 2003, 23(9): 79.
- [8] Swift G, Molinski T S, Lehn W. A fundamental approach to transformer thermal modeling—Part I: Theory and equivalent circuit[J]. IEEE Transactions on Power Delivery, 2001, 16(2): 171.
- [9] Eslamian M, Vahidi B, Eslamian A. Thermal analysis of cast-resin dry-type transformers[J]. Energy Conversion and Management, 2011, 52: 2479.
- [10] Moonhee Leea, Hussein A Abdullah, Jan C Jofriet, et al. Thermal modeling of disc-type winding for ventilated dry-type transformers[J]. Electric Power Systems Research, 2010, 80: 121.
- [11] 于寅. 高等工程数学[M]. 武汉: 华中科技大学出版社, 2001: 387.

# 长直螺线管的电磁场分析与仿真

陈红, 侯国栋

(安徽国防科技职业学院 机电工程系, 安徽 六安 237011)

**摘要:**根据电磁感应定律和螺线管电流磁场的特点,建立长直螺线管内部和表面的磁场的有限元模型.依据比奥-萨法尔定律和安培环路定理,对长直螺线管磁场进行理论分析和数学推导,得到其磁场分布的特点及其解析解.利用 Ansoft Maxwell 3D 工程电磁场有限元软件对其进行仿真,验证了结果的一致性及利用 ANSYS 软件进行电磁场分析的直观性和便利性.

**关键词:**长直螺线管;有限元模型;磁场分布;Ansoft Maxwell 3D;仿真

**中图分类号:**TM15 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.024

## Analysis and simulation of magnetic field of a long straight solenoid

CHEN Hong, HOU Guo-dong

(Department of Mechanical and Electrical Engineering, Anhui Vocational College of Defense Technology, Liuan 237011, China)

**Abstract:** According to the law of electromagnetic induction and the characteristics of current magnetic field of solenoid, a finite element model of the magnetic field on the surface or the interior of long straight solenoid was established. By means of theoretical deduction and numerical analysis based on the law of biot savart and Ampere circuital theorem of magnetic field in a straight solenoid, the characteristics of distribution of magnetic field and its analytical solution were obtained. The simulation was carried out on using of Ansoft Maxwell 3D engineering electromagnetic field finite element software, the consistency of the result and the intuitive and convenient of using ANSYS software for electromagnetic field analysis were verified.

**Key words:** long straight solenoid; model of finite element; distribution of magnetic field; Ansoft Maxwell 3D; simulation

## 0 引言

自 Silverster 和 Chad 首次使用有限元法求解电磁场问题以来,有限元法已成为研究磁场问题的主要手段<sup>[1]</sup>.在 1950 年代以前,人们对场的研究只能以麦克斯韦方程为依托,通过一些简化措

施得出近似的解析解,或者用模拟试验的方法来求得满足工程要求的近似结果<sup>[2]</sup>.随着电子电气产品结构的复杂化和对产品性能要求的不断提高,采用传统的方法已难以满足实际需要.因此,本文拟采用有限元数值分析方法,应用 ANSYS Maxwell 有限元分析软件,依据比奥-萨沙尔定律

收稿日期:2012-03-10

基金项目:电气自动化省级特色专业项目(20110908221);工厂供电精品资源共享课程项目

作者简介:陈红(1969—),男,安徽省六安市人,安徽国防科技职业学院副教授,主要研究方向为电气工程与电子技术应用.

和安培环路定理,对长直螺线管的电磁场进行分析和仿真,以证明该方法的先进性和实用性,以期能为分析、设计和研究电磁设备提供一定的参考。

## 1 一匝圆电流在空间任意一点的磁场

### 1.1 建模与分析

密绕的有限长圆柱形螺线管,当绕线制的导线很细时,电流在其内部及表面空间所产生的磁场,可以近似地看成是由许多圆形电流叠加而成的<sup>[3]</sup>。为求解有限长的螺线管在空间任意一点的磁场分布,可以先建立圆形电流在该点所产生的磁场的数学模型,即有限元模型,再利用迭加原理和数学运算,得到长直螺线管的磁场的数学表达式。下面推导一匝圆电流在空间任意一点磁场的具体表达式。

为了计算单匝圆电流产生的磁场,首先建立图1所示的坐标系。为不失一般性,让X轴通过被测场的任意一点,Z轴位于圆形电流的中心,且垂直于圆电流所确定的平面。

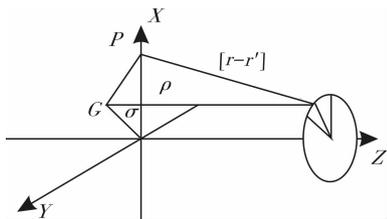


图1 一匝圆电流电磁场

利用幂级数展开式求积分的方法,计算一匝圆电流在空间任一点的磁场矢势,可得出较精确的近似表达式。根据矢势公式<sup>[4]</sup>有

$$\vec{A} = \oint \frac{\mu I}{4\pi} \frac{d\vec{l}}{|\vec{r} - \vec{r}'|}$$

$$A_z = 0 \quad (1)$$

$$A_p = -\frac{\mu I}{4\pi} \int_0^{2\pi} \frac{R \sin \varphi' d\varphi'}{|\vec{r} - \vec{r}'|} = 0 \quad (2)$$

$$A_\varphi = \frac{\mu I}{4\pi} \int_0^{2\pi} \frac{R \cos \varphi' d\varphi'}{|\vec{r} - \vec{r}'|} \quad (3)$$

其中,  $|\vec{r} - \vec{r}'| = \sqrt{R^2 + \rho^2 - 2R\rho \cos \varphi' + Z^2}$ 。

公式(3)积分可以严格地用全椭圆积分K和E来表示,但不便于用来表示和计算有限长的螺线管的磁场分布,因此将  $\frac{1}{|\vec{r} - \vec{r}'|}$  用幂级数展开式

讨论:

$$\frac{1}{|\vec{r} - \vec{r}'|} = \frac{1}{(R^2 + \rho^2 - 2R\rho \cos \varphi' + Z^2)^{\frac{1}{2}}} = \frac{1}{(R^2 + \rho^2 + Z^2)^{\frac{1}{2}}} \times$$

$$\frac{1}{\left[1 - \frac{R\rho \cos \varphi'}{R^2 + \rho^2 + Z^2} + \frac{3R^2 \rho^2 \cos^2 \varphi'}{2(R^2 + \rho^2 + Z^2)^2} \dots\right]}$$

则

$$A_\varphi = \frac{\mu I}{4\pi} \int_0^{2\pi} \frac{R \cos \varphi' d\varphi'}{(R^2 + \rho^2 + Z^2)^{\frac{1}{2}}} \times$$

$$\frac{1}{\left[1 - \frac{R\rho \cos \varphi'}{R^2 + \rho^2 + Z^2} + \frac{3R^2 \rho^2 \cos^2 \varphi'}{2(R^2 + \rho^2 + Z^2)^2} \dots\right]}$$

根据积分公式

$$\int \cos^n u du = \frac{\cos^{n-1} u \sin u}{n} + \frac{n-1}{n} \int \cos^{n-2} u du$$

可知,省略幂级数展开式中三次项以后各高次项,可以得到

$$A_\varphi = \frac{\mu I R^2 \rho}{4(R^2 + Z^2 + \rho^2)^{\frac{3}{2}}} \quad (4)$$

再根据  $\vec{B} = \nabla \times \vec{A}$ <sup>[4]</sup>,可得到在柱坐标系中的表达式

$$\vec{B} = \nabla \times \vec{A} = \left( \frac{1}{\rho} \frac{\partial A_z}{\partial \varphi} - \frac{\partial A_\varphi}{\partial z} \right) \vec{\rho}_0 + \left( \frac{\partial A_\rho}{\partial z} - \frac{\partial A_z}{\partial \rho} \right) \vec{\varphi}_0 + \left[ \frac{1}{\rho} \frac{\partial(\rho A_\varphi)}{\partial \rho} - \frac{1}{\rho} \frac{\partial A_\rho}{\partial \varphi} \right] \vec{Z}_0$$

以及(1)(2)(4)式可得

$$B_\rho = -\frac{\partial A_\varphi}{\partial z} = -\left[ -\frac{3}{2} \cdot 2(-z) \mu I R^2 \rho \right] = \frac{3\mu I R^2 \rho Z}{4(R^2 + Z^2 + \rho^2)^{\frac{3}{2}}}$$

$$B_z = \frac{1}{\rho} \frac{\partial(\rho A_\varphi)}{\partial \rho} = \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left[ \frac{\mu I R^2 \rho^2}{4(R^2 + Z^2 + \rho^2)^{\frac{3}{2}}} \right] = \frac{\mu I R^2 (2R^2 + 2Z^2 - \rho^2)}{4(R^2 + Z^2 + \rho^2)^{\frac{3}{2}}}$$

所以,一匝圆电流在空间任一点的磁场为

$$\vec{B} = -\frac{3\mu I R^2 \rho Z}{4(R^2 + Z^2 + \rho^2)^{\frac{3}{2}}} \vec{\rho}_0 + \frac{\mu I R^2 (2R^2 + 2Z^2 - \rho^2)}{4(R^2 + Z^2 + \rho^2)^{\frac{3}{2}}} \vec{Z}_0 \quad (5)$$

### 1.2 有限长载流直螺线管的磁场分布

N匝螺线管示意图如图2所示。X轴通过所求场点P,此有限长螺线管左端在 $-Z_1$ 处,右端在 $Z_2$

处,其单位长度上有  $N$  匝线圈,通有稳恒电流  $I$ . 在  $Z$  处取宽为  $dZ$  的圆形电流元,其电流强度为  $di = In dZ$ ,它在  $P$  点的磁场可以由⑤得到,于是得到有限长螺线管在空间任意一点的表达式为

$$B_{\rho} = \int_{z_1}^{z_2} \frac{3\mu IR^2 \rho In dZ}{4(R^2 + Z^2 + \rho^2)^{3/2}} =$$

$$\frac{\mu IR^2 \rho In}{4} \left[ \frac{1}{(R^2 + Z_2^2 + \rho^2)^{3/2}} - \frac{1}{(R^2 + Z_1^2 + \rho^2)^{3/2}} \right]$$

$$B_z = \int_{-z_1}^{z_2} \frac{\mu IR^2 n}{4} \left[ \frac{2}{(R^2 + Z^2 + \rho^2)^{3/2}} - \frac{3\rho^2}{(R^2 + Z^2 + \rho^2)^{5/2}} \right] dZ =$$

$$\frac{\mu IR^2 n}{4(R^2 + \rho^2)} \left[ \frac{2R^2 Z_2}{(R^2 + \rho^2)(R^2 + Z_2^2 + \rho^2)^{1/2}} + \frac{2R^2 Z_1}{(R^2 + \rho^2)(R^2 + Z_1^2 + \rho^2)^{1/2}} - \frac{\rho^2 Z_2}{(R^2 + Z_2^2 + \rho^2)^{3/2}} - \frac{\rho^2 Z_1}{(R^2 + Z_1^2 + \rho^2)^{3/2}} \right] \quad (6)$$

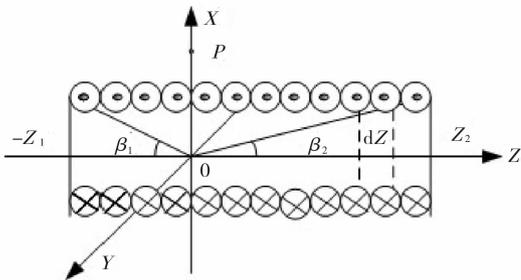


图2  $N$  匝螺线管示意图

进而得到有限长螺线管在空间任一点的磁场表达式

$$\vec{B} = B_{\rho} \vec{\rho}_0 + B_z \vec{Z}_0 =$$

$$\frac{\mu IR^2 \rho In}{4} \left[ \frac{1}{(R^2 + Z_2^2 + \rho^2)^{3/2}} - \frac{1}{(R^2 + Z_1^2 + \rho^2)^{3/2}} \right] \vec{\rho}_0 +$$

$$\frac{\mu IR^2 n}{4(R^2 + \rho^2)} \left[ \frac{2R^2 Z_2}{(R^2 + \rho^2)(R^2 + Z_2^2 + \rho^2)^{1/2}} + \frac{2R^2 Z_1}{(R^2 + \rho^2)(R^2 + Z_1^2 + \rho^2)^{1/2}} - \frac{\rho^2 Z_2}{(R^2 + Z_2^2 + \rho^2)^{3/2}} - \frac{\rho^2 Z_1}{(R^2 + Z_1^2 + \rho^2)^{3/2}} \right] \vec{Z}_0 \quad (7)$$

当  $\rho < R$  时,⑦式表示管内任一点的磁场.若令  $\rho = 0$ ,则有限长载流直螺线管轴线上任一点的磁场表达式为

$$\vec{B} = \frac{\mu n I}{2} \left[ \frac{Z_2}{\sqrt{R^2 + Z_2^2}} + \frac{Z_1}{\sqrt{R^2 + Z_1^2}} \right] \vec{Z}_0 =$$

$$\frac{\mu n I}{2} (\cos\beta_2 + \cos\beta_1) \vec{Z}_0$$

当  $\rho > R$  时,⑦式表示管外任一点的磁场,有限长螺线管一端的磁场分布,可令  $Z_1 = 0$  而得到

$$\vec{B} = \frac{\mu IR^2 \rho In}{4} \left[ \frac{1}{(R^2 + Z_2^2 + \rho^2)^{3/2}} - \frac{1}{(R^2 + \rho^2)^{3/2}} \right] \vec{\rho}_0 +$$

$$\frac{\mu IR^2 n}{4(R^2 + \rho^2)} \left[ \frac{2R^2 Z_2}{(R^2 + \rho^2)(R^2 + Z_2^2 + \rho^2)^{1/2}} - \frac{\rho^2 Z_2}{(R^2 + Z_2^2 + \rho^2)^{3/2}} \right] \vec{Z}_0$$

### 1.3 长直螺线管的磁场分布

如果仅考虑螺线管内及附近一点的磁场,那么由⑦式取极限得到一个长直螺线管磁场分布的表达式,因为此时有条件: $Z_1, Z_2$  远远大于  $R, \rho$ , 所以⑦可以简化为

$$\vec{B} = \frac{\mu n I R^4}{(R^2 + \rho^2)^2} \vec{Z}_0 \quad (8)$$

当  $\rho < R$  时,⑧式表示长直螺线管内部任一点的磁场.令  $\rho = 0$ ,则长直螺线管轴线上任一点的磁场为

$$\vec{B} = \mu n I \vec{Z}_0 \vec{B} = \mu n I \vec{Z}_0$$

当  $\rho > R$  时,⑧式表示长直螺线管外部任一点的磁场,取极限得到

$$\vec{B} = \frac{\mu n I R^4}{2(R^2 + \rho^2)^2} \vec{Z}_0$$

若令  $\rho = 0$ ,则它一端轴线上某点的磁场公式为

$$\vec{B} = \frac{1}{2} \mu n I \vec{Z}_0$$

### 1.4 有限长螺线管磁场的边缘效应

实际上,有限长通电螺线管内外磁场分布是不均匀的,在螺线管两端口附近,磁场分布变化很大,形成2个非均匀分布区.设单层绕组通电螺线管产生的磁场关于  $Z$  轴成对称分布.在螺线管内部靠近轴上中点  $O$  的区域,磁场近似是均匀的,自  $O$  点沿  $Z$  轴正向或负向磁场是逐渐变化的<sup>[5]</sup>.

笔者用柱坐标系来研究载有电流  $I'$ 、半径为  $r$  的小导电圆环在磁场中的受力情况.将圆环置于关于  $Z$  轴对称的位置,并处于载流螺线管右端,距中点  $O$  为  $Z$  的非均匀磁场中.在环上  $A$  点附近长为  $d\vec{l}$  的电流元所受的磁场力为

$$d\vec{F} = I'\vec{dl} \times \vec{B}(r, Z)$$

上式通过积分可以得到

$$\vec{F} = -I'B_r(r, Z)\vec{Z}_0 \int_l dl = -2\pi r I' B_r(r, Z) Z_0$$

⑦式中负号表示环处于该位置时所受到的磁力指向Z轴的负方向,即指向磁场较强处,大小与环中的电流成正比,与环所在处的磁感应强度的径向分量成正比。

## 2 数值仿真计算及误差分析

仿真采用 Ansoft Maxwell 3D 有限元分析软件,可分析交流、直流磁场,静电场,瞬态电磁场,温度场等<sup>[6]</sup>,功能强大,结果精确,易于使用,可以用来分析电机、变压器、永磁设备和激励器等电磁装置的静态、稳态、瞬态、正常工况的特性,具有领先的自适应网格划分技术和用户自定义材料等特点。

### 2.1 长直螺线管的数值计算<sup>[7]</sup>

1)生成螺线管的几何模型(见图3)。用一个空心圆柱体来模拟,表示绕着中央铁心的多匝绞线。

2)指定材料属性,选择的铁心是 steel\_1008。选择自然边界条件和施加的源是 source = 8 000 mA。

3)设定执行参数,指定求解规范,选择自适应网格划分。计算结果如图4所示。

长直螺线管的空间电磁场密度B分布及磁场强度H分布如图5,图6所示。

### 2.2 误差分析

选定圆柱体表面原点O,在解析计算中把相关的参数带入⑥式,得到

$$B = \frac{5 \times 2 \ 105 \times 10^{-5}}{2 \times 1 \ 100 \times 1 \ 237 \times 10^{-3}} = 1. \ 295 \times 10^{-5} \text{ wb/m}^2$$

由此可以看出O点处于  $1.7 \sim 2.3 \times 10^{-5} \text{ wb/m}^2$

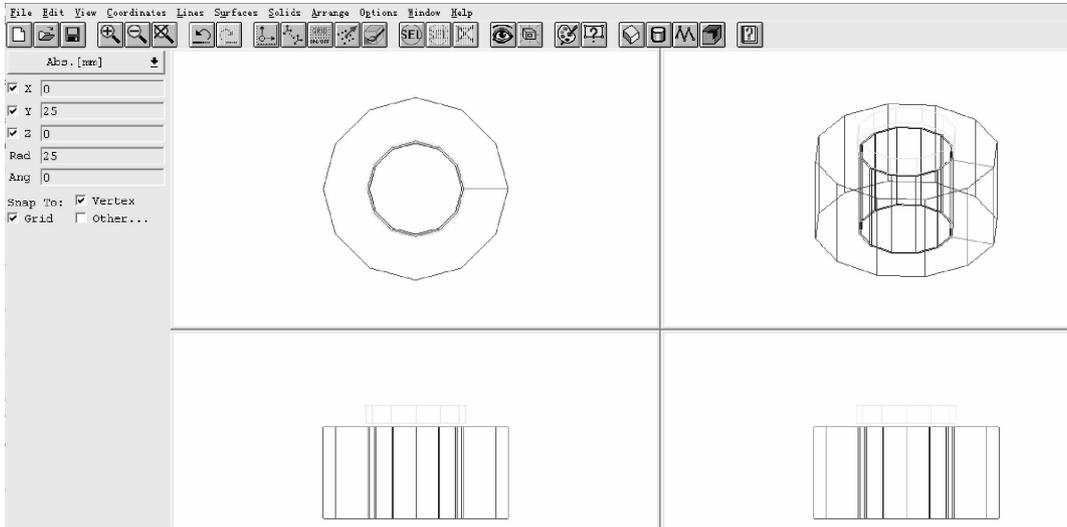
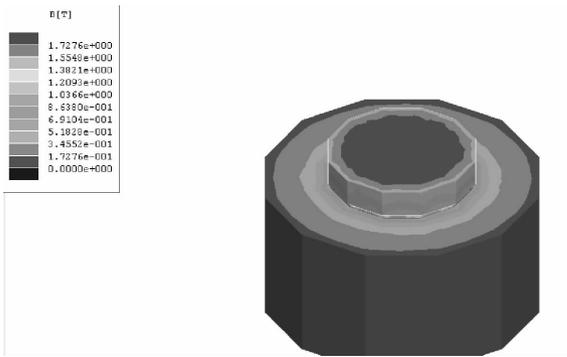
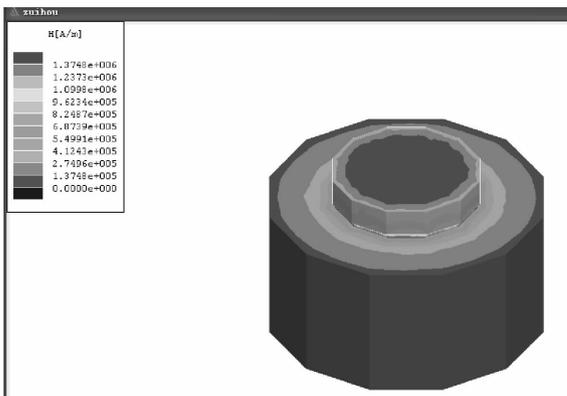


图3 螺线管几何模型

CONVERGENCE DATA							
Number of passes:		Pass	Type	Tetrahedra	Tot Energy (J)	Energy Error (%)	Vir Force (N)
Completed	10	1	A	1057	1.9247	26.0169	60.062
Remaining	0	2	A	1382	1.8334	14.2231	57.171
		3	A	1805	1.7646	9.6698	54.658
		4	A	2345	1.7189	8.2118	53.396
Convergence criteria:		5	A	3053	1.6874	5.9808	56.8
Target Error: 1%		6	A	3986	1.6692	4.3442	57.249
Energy Error: 1.34%		7	A	5209	1.6612	3.1034	58.184
Delta Energy: 0.132%		8	A	6781	1.6554	2.3216	58.838
		9	A	8785	1.6507	1.7006	59.183
		10	A	11388	1.6485	1.3367	59.036

图4 收敛数据

图5 空间电磁场密度  $B$  分布图6 空间磁场强度  $H$  分布

中,产生误差的原因是:

- 1) 由于采用自适应网格划分,没有划分更细的网格,在1%左右的计算不收敛;
- 2) 忽略螺线管匝间的空隙,把螺线管当成一个圆柱体来计算。

### 3 结语

本文根据电磁感应定律和螺线管电流磁场的

特点,建立长直螺线管内部和表面的磁场的有限元模型.依据比奥-萨法尔定律和安培环路定理,对长直螺线管磁场进行理论分析和数学推导,得到其磁场分布的特点及其解析解.仿真结果表明,利用解析法和 Ansoft Maxwell 3D 有限元分析软件的数值分析方法得到结果是一致的.但 Ansoft Maxwell 3D 有限元分析方法具有直观性和便利性,给工程实践应用带来了极大的方便.目前,电磁场分析方法还存在一些新的问题,如多物理场的耦合问题、逆问题等,这就需要有新的方法不断的提出.使得并行计算方法、新材料等领域的研究成为研究的热点,有待进一步研究与探索.

### 参考文献:

- [1] 王里达,黄亚宇,郭森,等.电磁激振器电磁场的有限元仿真分析[J].湖南科技大学学报:自然科学版,2010(6):24.
- [2] 闫照文,李朗如,袁斌,等.电磁场数值分析的新进展[J].微电机,2010(4):32.
- [3] 徐劳立.计算圆电流磁场的—个方法[J].大学物理,2012(2):19.
- [4] 马海武,王丽黎,赵仙红.电磁场理论[M].北京:北京邮电大学出版社,2005:63-64.
- [5] 余仕成,周金华.载流长直螺线管和螺绕环的磁场对称性分析[J].武汉工程大学学报,2010(5):107.
- [6] 陈忠.基于 Maxwell 的无刷直流电动机有限元分析[J].广东电力,2011(7):9.
- [7] 陈精一,蔡国忠.电脑辅助工程分析:ANSYS 使用指南[M].北京:中国铁道出版社,2001:7-11.

# 一种固态功率放大模块的热设计

刘茂全, 杨爱芬

(中国电子科技集团公司第二十七研究所, 河南 郑州 450047)

**摘要:**设计了一种固态功率放大模块,将功放组件和电源组件这2个主要的发热组件分别固定在2个相对的散热器上,根据发热量选择散热器筋片高度,在箱体的两端安装风机形成一个风道.在结构设计的基础上,采用理论计算进行验证,同时运用Icepak软件进行热仿真分析,并通过试验证实了该设计的可行性.

**关键词:**固态功率放大模块;热设计;Icepak

**中图分类号:**TK124      **文献标志码:**A      **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.025

## Thermal design of a solid state power amplifier module

LIU Mao-quan, YANG Ai-fen

(The 27th Research Institute of CETC, Zhengzhou 450047, China)

**Abstract:** A solid state power amplifier module was designed. The two thermal components with power amplifier module and power supply module were independently fixed two opposite cooling radiators. According to the thermal quantity, the height of cooling tooth was adjusted, and the cabinet was constructed a wind path by the fans of its both sides. On the base of the structure design, theoretical calculation was used to verify, and the software of Icepak was used to analyse the simulation thermal model, and the test result showed the feasibility.

**Key words:** solid state power amplifier module; thermal design; Icepak

## 0 引言

电子技术的发展使电子设备的热控制技术和热分析技术得到了普遍的重视和发展.随着电子设备组装密度的提高,组件和设备的热流密度也在迅速增加,若不采取合理的热控制技术,将严重影响电子设备的热可靠性<sup>[1]</sup>.

高功放最初是采用速调管之类的真空管器件实现的,但存在耗电大、散热大、噪声大、外形尺寸大等固有缺点,并且速调管的存贮保养比较困难,隔一段时间就要换到高功放机上工作几个月,否则

容易造成管子真空度下降,缩短管子寿命<sup>[2]</sup>.近年来随着微波元器件的进步及微波合成理论的发展,固态高功放发展很快,并进入实用状态.目前的高功放,其输出功率具有很好的稳定度,功能和综合性能指标优良,填补了国内在固态高功放领域的空白,在国外同类产品中具有领先水平.

固态高功放系统是热效应明显的电子系统,良好的热设计是保证系统正常工作的前提.固态高功放系统是由多个固态功放模块组成的,作为系统的关键整件,模块内部安装有发热量最大的2个组件:功放组件和电源组件.固态功率放大模块的热设计

收稿日期:2012-09-24

作者简介:刘茂全(1976—),男,河南省孟津县人,中国电子科技集团公司工程师,硕士,主要研究方向为测控系统电子机械工程.

是一个系统性的课题,电子设备热分析能在电子设备设计阶段,模拟设备内的温度分布,从而为改进热设计提供依据<sup>[3]</sup>. 功放组件有最高温度要求,且固态功放模块具有功耗密度大、体积小等特点,将其作为热设计和热分析的重点是必要的. 本文拟设计一种固态功率放大模块,对其进行热设计,并采用 Icepak 软件进行热仿真分析,以验证热设计的可行性.

## 1 冷却方式选择

电子设备的冷却方式主要根据电子器件的发热密度(即单位面积的耗散功率)大小进行选择,同时考虑器件的工作状态、工作环境条件(如温度、海拔高度)、空间位置以及设备的复杂程度等因素. 目前常用的冷却方式有强迫风冷、强迫液冷、半导体制冷等.

### 1.1 强迫风冷

强迫风冷是利用风机使空气流经发热表面把热量带走的一种冷却方法. 与水冷比较,强迫风冷设备简单,工作可靠、使用维护方便、经济性好. 而且冷却空气容易获得,不存在结冰、沸腾、结露、冷却液泄漏等问题,因此中小功率密度电子设备采用强迫风冷比较合适.

### 1.2 强迫液冷

当电子设备的发热密度较高,用强迫风冷无法将电子器件产生的热量带走时,可以采用强迫液冷. 液冷首选方案通常为水冷,采用水冷有利于电路的集成化设计,可使设备在较低温度下稳定工作,但水冷还需要二次冷却,因此水冷系统设备复杂程度高,存在可靠性低、成本高、使用维护不便等问题. 如果密封不严,还会造成冷却液泄漏,使系统无法正常工作.

### 1.3 半导体制冷

半导体制冷又称温差电制冷,具有结构紧凑、制冷迅速、操作简单、容易实现高精度的温度控制等优点,其应用范围渗透到各个行业. 但由于其效率比较低,且加工制造工艺比较复杂,在很大程度上限制了半导体制冷的推广和应用<sup>[4]</sup>. 因此在耗散功率大的固态发射机冷却中,国内尚未应用.

众所周知,在达到同样的技术指标的前提下,设备越简单,其整机的可靠性越高. 因此,强迫风冷如果能够使功放模块的工作结温低于额定值,无疑

会给固态功放系统带来最佳的可靠性. 因此,强迫风冷设计是本固态功放模块热设计的最佳方案.

## 2 固态功放模块的结构设计

在固态功放模块中,发热量最大的是功放组件和电源组件,这是因为在功率放大电路中,给负载输送功率的同时,管子本身也要消耗一部分功率,管子消耗功率的直接表现就是管子的结温升高. 功放器件的散热是高功放设备散热的核心问题,散热方式的正确选择直接决定功放设备能否正常工作以及工作效率的高低和寿命的长短<sup>[5]</sup>. 功放组件发热点布局如图 1 所示,功放组件外壳为铜结构,外形尺寸 224 mm × 135 mm × 32 mm,发热量为 400 W,驱动管和末放管是主要发热点,其中末放管占 90%,发热元件与壳体之间涂上导热胶,通过螺钉相连. 电源组件发热点布局如图 2 所示,其外壳为铝合金结构,外形同功放组件,发热点由 AC 模块和 DC 模块组成,总发热量为 45 W.

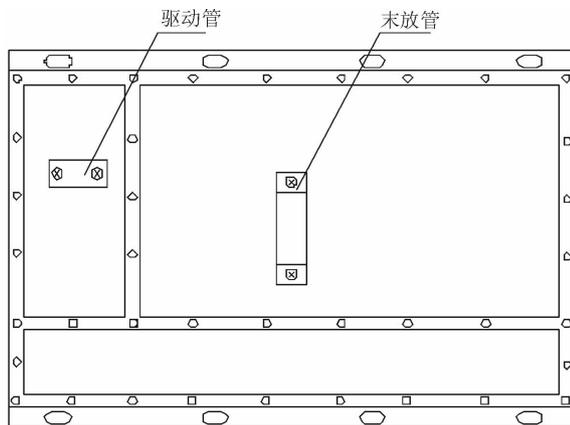


图 1 功放组件发热点布局示意图

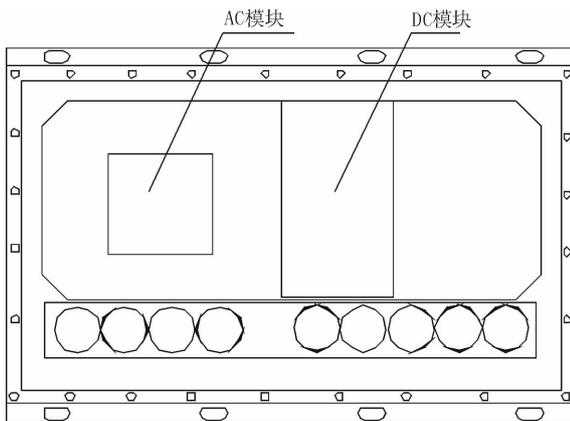


图 2 电源组件发热点布局示意图

在结构设计中,把发热量大的功放组件和电源组件直接固定在加工好的散热器平面上,功放组件功耗大,选用较高的散热器筋片;电源组件相比功耗小,选择较低的散热器筋片.然后将上下2个散热器的肋片相对安装,顺着箱体的前后方向形成一个较长的风道,在风道的进风口,即箱体前面板的相应位置开通风孔并安装一个鼓风机,后面板的相应位置安装一个轴流风机向风道外部吹风.固态功放模块内部布局示意图如图3所示.这样风道内部形成一定的冷风压力和流速,加快风道内部空气的热交换,从而把热量带走,达到散热的目的.



图3 固态功放模块内部布局示意图

### 3 固态功放模块的热分析理论验证

#### 3.1 总发热量

固态功放模块的总发热量

$$\Phi = \Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3 = 470 \text{ W}$$

式中,功放组件的热耗  $\Phi_1 = 400 \text{ W}$ ;电源组件的热耗  $\Phi_2 = 45 \text{ W}$ ;其他电路的热耗  $\Phi_3 = 25 \text{ W}$ .

#### 3.2 散热器的理论损耗功率

电源组件和其他电路的热耗远小于功放组件的热耗,为简化理论计算模型,在计算时不再考虑.

已知高功放机房内的温度  $t_1 = 28 \text{ }^\circ\text{C}$ ,出风口温度  $t_2 = 58 \text{ }^\circ\text{C}$ (功放组件正常工作的允许温度),轴流风机的风量  $Q_1 = 160 \text{ m}^3/\text{h}$ .按定性温度  $t_f = 0.5(28 + 58) \text{ }^\circ\text{C} = 43 \text{ }^\circ\text{C}$ 可查得空气物理参数(密度  $\rho$ ,比热  $C_p$ ,导热系数  $k$ ,普朗特数  $Pr$ ,空气动力黏度  $\mu$ ,运动黏度  $\nu$ ).

根据散热器结构设计可得散热器结构参数:铝导热系数  $\lambda$ ,有效长度  $L$ ,有效宽度  $W$ ,总高度  $H$ ,肋片间距  $p$ ,肋片厚  $\delta$ ,肋片高  $Y$ ,肋内间距  $X$ ,总传热面积  $F$ ,通孔截面积  $f$ ,当量直径  $d$ .

由此可得散热器质量流速  $G = Q_1\rho/f$ ,雷诺数  $Re = wd/\nu$ ,考尔本数  $J = 0.023/Re^{0.2}$ ,进而可得散热器换热系数  $h = JC_p G (Pr)^{-2/3}$ .散热器效率  $\eta = \tanh mY/mY$ ,式中  $m = \sqrt{2h/\lambda\delta}$ .因此,散热器的理论损耗功率  $\Phi' = h\eta F\Delta t = 525 \text{ W}$ .

功放模块的总发热量  $\Phi <$  功放模块散热器的

理论损耗功率  $\Phi'$ .由此可知,当散热器平均壁温为  $58 \text{ }^\circ\text{C}$ 时,散热器散热功率可达  $525 \text{ W}$ ,模块内部功耗  $470 \text{ W}$ ,并留有适当余量,说明热设计方案是可行的.

## 4 热设计仿真及试验验证

采用 Icepak 软件建立设备热分析模型,箱体中电源组件发热比较均匀,模拟为发热铝块;功放组件是主要的发热源,且为铜壳体,所以模拟为铜块上部有一发热源的结构;其余组件由于发热量小,建模时对其发热情况不予考虑<sup>[6]</sup>.

在建立模型的过程中,设置求解所需的边界条件和模型的材料性能参数及热源功率.其中初始环境温度设为  $28 \text{ }^\circ\text{C}$ .对于各器件的材料及发热功率设置,功放组件为纯铜,电源组件为铝合金,功放组件为热耗  $400 \text{ W}$ ,电源组件热耗为  $45 \text{ W}$ .

计算结果通过可视化的温度云图来显示(见图4).由图4可知,功放组件处的温度最高,约为  $55 \text{ }^\circ\text{C}$ ,因为功放组件允许的结温为  $58 \text{ }^\circ\text{C}$ ,所以该热分析模型证明功放模块热设计是成功的.

根据设备的总体布局,结合该模块热设计特点,为尽可能地降低发热组件与安装面间的界面热阻,采取了尽量增大接触面积和提高接触面表面光洁度的措施,以消除接触面的空气隙.最终,功放模块设计加工成长方体,外形尺寸为  $196 \text{ mm} \times 221 \text{ mm} \times 480 \text{ mm}$ (见图5).在实验室中对设备样机进行热设计验证,验证时实验室环境温度为  $28 \text{ }^\circ\text{C}$ ,可以将该温度认定为功放模块进风口温度,对功放模块样机进行加电加功率测试,系统稳定后测得出风口温度为  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ ,低于功放组件允许温度.

## 5 结论

本文设计了一种固态功率放大模块,在结构设计的基础上,采用理论计算对热设计进行了验证,

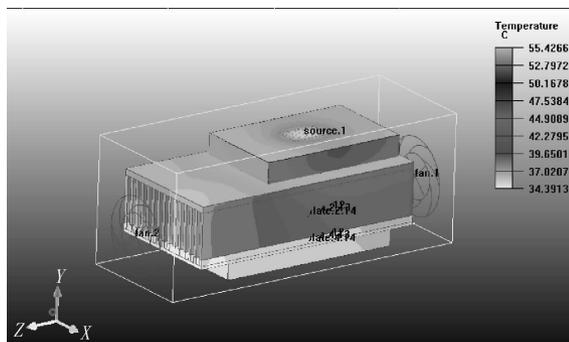


图4 固态功放模块热分析温度云图

运用 Icepak 软件进行了热仿真分析. 理论计算、热仿真分析及试验验证均获得可信且统一的结论, 该固态高功放系统在测控领域已取得广泛的应用, 稳

定性及可靠性得到了充分的验证, 同时也验证了该系统热设计的可行性.

#### 参考文献:

- [1] 邱成悌, 赵悌爻, 蒋全兴. 电子设备结构设计原理[M]. 南京: 东南大学出版社, 2005.
- [2] 张军. 卫星地球站高功放固态化改造[J]. 广播与电视技术, 2005(1): 85.
- [3] 付桂翠, 高泽溪, 方志强, 等. 电子设备热分析技术研究[J]. 电子机械工程, 2004(1): 13.
- [4] 徐昌贵, 贾艳婷, 闫献国, 等. 半导体制冷技术及其应用[J]. 机械工程与自动化, 2012(3): 210.
- [5] 邵科峰. 基于 Icepak 软件的某高功放设备散热方式的改进分析[J]. 中国制造业信息化, 2011(15): 35.
- [6] 张丽敏, 朱晓凯, 杨爱芬. 某大功率密封功放单元的热分析及优化[J]. 郑州轻工业学院学报: 自然科学版, 2011, 26(4): 56.



图5 固态功放模块试验样机效果图

## 本刊数字网络传播声明

本刊已许可中国学术期刊(光盘版)电子杂志社在中国知网及其系列数据库产品、万方数据资源系统、维普网等中以数字化方式复制、汇编、发行、信息网络传播本刊全文。其相关著作权使用费与本刊稿酬一并支付。作者向本刊提交文章发表的行为即视为同意我刊上述声明。