

文章编号:1006-9941(2005)02-0106-04

基于红外定量分析方法检测烟幕粒子质量消光系数

任慧¹, 康飞宇¹, 崔庆忠², 沈万慈¹

(1. 清华大学深圳研究生院, 广东 深圳 518055;

2. 北京理工大学爆炸灾害预防与控制国家重点实验室, 北京 100081)

摘要:烟幕粒子的质量消光系数是表征其遮蔽能力的重要参数。本文提出运用红外傅立叶变换光谱仪检测微粒红外吸光度,该技术基于红外定量分析原理,无需使用烟箱装置,在实验室内即可完成对新型气溶胶粒子消光性能的快速测试和评估。将一定质量的粉末样品均匀地分散在某种有机溶剂中,制成悬浊液,运用红外光谱仪扫描后得出相应的吸收谱图。通过分析、计算求出粒子在测试波段的质量消光系数,所得结果与烟箱试验数据吻合较好,从而证实上述测试方法准确、可靠,测试成本较低,可用于新型烟幕材料衰减性能的初步鉴定、评判,是传统测试技术的辅助和补充。

关键词:烟火技术; 红外定量分析; 烟幕; 检测; 质量; 消光系数

中图分类号: TJ5; TN972+.44

文献标识码: A

1 引言

20世纪80年代以来,红外探测技术得到迅猛发展,在精确制导武器中的应用仅次于雷达。现役红外探测装置的工作波段大多在三个窗口内,其中用于红外侦察的探测器主要成份为硫化铅,工作频段为 $0.76 \sim 2.60 \mu\text{m}$; 红外制导用探测器工作波段为 $3 \sim 5 \mu\text{m}$,多数用碲化镉探测器; 红外热成像系统的工作波段则扩展到 $8 \sim 14 \mu\text{m}$,多数为碲镉汞探测器^[1]。工作在这些波段的各类预警、观瞄、探测及制导武器装备利用目标发出的热辐射进行识别、跟踪和摧毁。烟幕作为一种广谱衰减电磁波传输的介质,能有效干扰各种光电器材,又兼有作用可靠、价格低廉等优点,因而成为对抗红外探测系统的首选。

从电磁波损耗的角度分析,消光是烟幕吸收和散射共同作用的结果。质量消光系数是表征军用气溶胶粒子对电磁辐射衰减能力大小的本征物理量^[2],它与烟幕的浓度、透过率、光程差等因素无关,在光电对抗和无源干扰技术领域,常用其判别和比较烟幕剂衰减性能的优劣。目前测试抗红外烟幕剂的遮蔽效应一般是通过遥光源傅立叶变换光谱仪与烟雾箱连用,红外光源发出的电磁辐射进入分散有气溶胶微粒的烟箱,

衰减后的红外辐射被光谱仪遥感望远镜接收,通过干涉仪到达检测器,经放大转换得到干涉图,并由计算机系统转换成红外光谱图。该技术的优点是实战模拟性强,能较好地控制温度、湿度等试验条件,但存在一些不便,如烟箱体积大、测试设备昂贵、操作复杂,而且需要附加搅拌器和鼓风机等设备协助测试。利用红外傅立叶变换光谱仪测试粉末样品吸光度常用溴化钾压片法,使用该方法时样品被研磨并压成圆片,破坏了材料的流散性,与气溶胶的实际使用状态相差甚远。清华大学张文贵^[3]曾将溴化钾压片法与红外热成像仪测试结果进行对比,发现二者存在很大偏差。本文提出一种快速检测分析非燃烧型冷烟幕剂消光系数的实验方法,将微粒均匀分散在某种有机溶剂中,对悬浊液的红外吸收光谱进行在线测试,据此计算出的质量消光系数与大型烟箱测试数据基本一致,证实该测试方法可用于初步鉴定新型气溶胶材料红外屏蔽效果。

2 实验部分

2.1 实验仪器

Perkin-Elmer 公司傅立叶变换红外光谱仪; Spectrum GX 型,分辨率最低为 0.1 cm^{-1} ,波数范围为 $10000 \sim 400 \text{ cm}^{-1}$,信噪比优于 $9000:1$ 。烟箱体积为 21.44 m^3 ,光程为 6.1 m ; 试验条件: $14.3 \text{ }^\circ\text{C}$,相对湿度为 72% 。滤膜计重系统:测量时间区间的烟幕质量浓度。红外热成像仪:工作频段: $8 \sim 12 \mu\text{m}$ 。激光双波长透过率测试装置:测试波段: $1.06 \mu\text{m}$ 。

收稿日期:2004-10-18;修回日期:2004-12-16

基金项目:中国博士后科学基金资助项目(2004035085)

作者简介:任慧(1973-),女,清华大学材料系博士后,主要从事光电对抗用纳米功能材料研究。e-mail: renhui@mail. tsinghua. edu. cn

2.2 实验试剂与样品

四氯化碳,分析纯;石英材质的比色皿;聚氯乙烯塑料薄膜;液体石蜡,分析纯。

测试样品均为粉末状,粒度范围为1~20 μm 。

测试样品有:石墨粉、乙炔黑、碳黑、碳化硅、镀金属微球、玻璃状碳球及以氯化铁和氯化铜为客体合成的石墨插层化合物(graphite intercalation compounds, GICs)。

2.3 实验方法

本文提出的测试方法基于红外定量分析技术求解试样的质量消光系数。将气溶胶颗粒均匀地分散在有机溶剂中,形成悬浊液,以此模拟烟幕剂在空气中的分散。有机溶剂应选择在被测波段(1~5 μm 及8~14 μm)内无特征吸收峰且与气溶胶不发生反应的材料。查阅红外光谱手册^[4],发现常用试剂无法满足上述要求,因此,需要分段进行测试。选用四氯化碳和石英作为近、中红外波段(1~5 μm)的背景材料;选用聚氯乙烯薄膜作为远红外波段测试的空白底样。实验步骤如下:

(1) 用1/10000精确天平称取4~8 mg的被测粉末,放入干净小瓶中,用一次性针管吸取四氯化碳溶液30 ml注入小瓶,密封后放入超声波清洗器中振荡约5 min,使颗粒均匀地分散,用针管吸取悬浊液,注入

0.5 cm厚的比色皿中,将比色皿放到样品池中快速扫描,可得材料在10000~2000 cm^{-1} 频段的红外光谱图。

(2) 用1/10000精确天平称取0.5~2.0 mg的微粉,倒入表面积为4 cm×2.5 cm的小塑料袋,该塑料袋为聚氯乙烯材质,用洁净的针管抽取10 ml液体石蜡,注入小袋中,并塑封,置于干净小瓶,用超声波振荡分散,将塑料袋取出放入液体样品池,快速扫描后得到样品在1250~700 cm^{-1} 波段的红外透过率谱图。

3 结果与分析

每种样品重复三次以上实验,将检测得出的透过率代入朗伯-比尔定律^[5](式1),得质量消光系数,取平均值,结果列于表1。

$$\alpha(\lambda) = -\frac{1}{C_m L_t} \ln \left[\frac{I_t(\lambda)}{I_0(\lambda)} \right] \quad (1)$$

其中, $\alpha(\lambda)$ 为质量消光系数, $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$; C_m 为烟幕的质量浓度, $\text{g} \cdot \text{m}^{-3}$; L_t 为光程差,指光源与探测器间的距离,m; $I_t(\lambda)$ 为透过后光强,cd; $I_0(\lambda)$ 为透过前光强,cd; $I_t(\lambda)/I_0(\lambda)$ 为红外光透过样品后的光强与透过前的光强之比,即红外透过率。

部分被测样品在军用近红外频段(1~3 μm)的吸收谱图如图1所示。

表1 试样在红外波段(1~5 μm 、8~12 μm)的消光特性

Table 1 The extinction property of samples at infrared frequency (1~5 μm , 8~12 μm)

sample	1~5 μm			8~12 μm		
	mass /mg	averaged transparency /%	extinction coefficient / $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	mass /mg	averaged transparency /%	extinction coefficient / $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$
carbon black	5.1	48.80	0.84	0.5	73.27	0.62
graphite	3.7	62.36	0.77	1.1	47.86	0.67
ethyne black	7.3	52.65	0.52	1.3	54.70	0.46
particle coated metal	7.7	44.19	0.64	0.8	63.32	0.57
carborundum	5.4	87.37	0.15	2.6	57.93	0.21
glassy carbonic sphere	2.9	93.91	0.13	1.2	87.63	0.11
FeCl ₃ -GIC	6.5	37.80	0.90	0.6	57.08	0.93
CuCl ₂ -GIC	5.8	32.45	1.16	1.6	19.60	1.02

从图1可以看出,被测样品在近红外波段(1~3 μm)的红外吸收光谱图几乎为一条平行于横坐标的直线,在中远红外波段(3~5 μm 、8~14 μm)也有类似现象,这说明测试所采用的液溶胶体系在整个实验过程中基本保持稳定,透过率的大小取决于样品质量及其消光特性。采用本文提出的测试方法,模拟了气溶胶颗粒在空气中的分散状态,同时杜绝了由于分散不

均匀引起沉降快的问题。

依照烟箱测试结果考核烟幕剂衰减性能是目前一般通用的方法^[5],为验证新型测试技术的可靠度,将样品置于烟箱中,测试其对红外热成像仪及激光测距仪的遮蔽效应,如图2、3分别为烟箱测试的干扰曲线及据此得出的消光率。

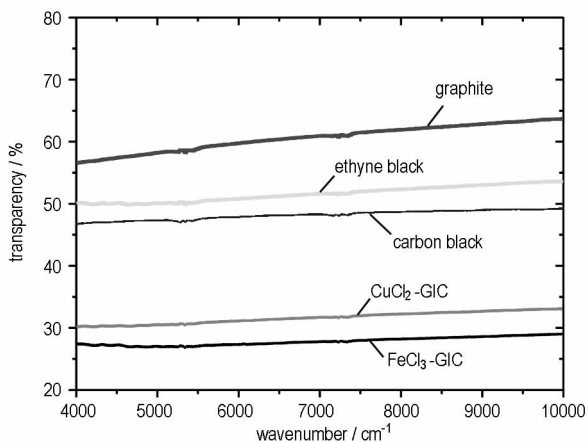


图1 部分样品在近红外波段的红外光谱图
Fig.1 The spectra of some samples at near infrared range of 1~3 μm

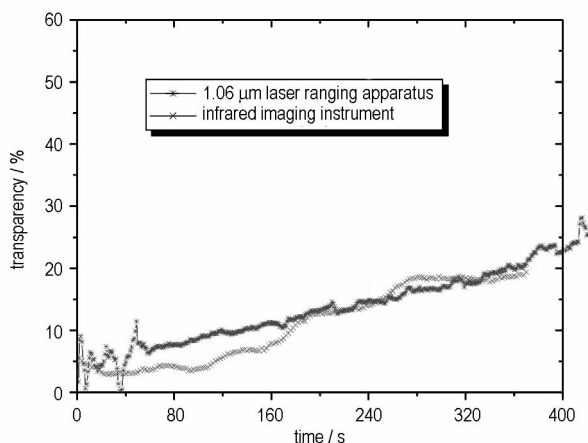


图2 超微粉 FeCl₃-GIC 遮蔽激光测距仪和红外热成像仪的干扰曲线

Fig.2 Curves of FeCl₃-GIC shielding Laser ranging apparatus and infrared imaging instrument

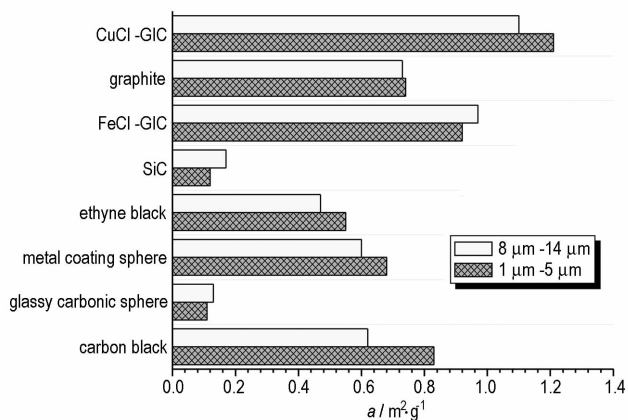


图3 被测样品在红外波段的质量消光系数(烟箱测试数据)
Fig.3 Mass extinction coefficient of samples at infrared frequency tested by smoke box

图2所示的屏蔽曲线随作用时间的增长,透过率缓慢地升高,这主要是因颗粒沉降和气流扰动不均匀造成的。选取作用初始后2~3 min的烟箱体系为研究对象,将透过率平均值、质量浓度代入计算式得到质量消光系数(见图3)。与表1数据对比发现二者误差 $\geq 0.2 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$,可见本文提出的测试方法所得数据与烟箱测试结果基本一致,从而证实其可行性和准确度。

4 结论

气溶胶微粒的质量消光系数是表征烟幕作用效果的重要参数,在光电对抗研究领域通常以大型烟箱测试结果作为评判干扰剂衰减性能的依据,但是应用传统测试方法样品消耗量较大,与之配套的测试仪器价格昂贵。本文提出了一种基于红外定量分析原理、可靠度较高、具有创新性的测试方法,选用在被检波段内(1~5 μm、8~14 μm)无特征吸收峰的有机溶剂做背景材料,加入精确称量的微粉颗粒,通过超声波振荡制成均匀分散的悬浊液,快速扫描后得到吸收光谱图,据此计算出材料的质量消光系数,并通过烟箱试验加以验证。结果证实:本文提出的检测技术所测数据准确率较高,尤其适用于在实验室内对小剂量的新型烟幕剂进行分析和性能摸底,可检测不同配方、组成遮蔽材料在军用红外频段的吸光度,达到快速筛选与分析比较的目的,是大型烟箱的补充与辅助试验手段,在非燃烧型冷烟幕剂开发研制方面具有较好的应用前景。

参考文献:

- [1] 周馨我. 功能材料学[M]. 北京:北京理工大学出版社,2002.
ZHOU Xin-wo. Theory of Functional Material[M]. Beijing: Beijing Institute Technology Press,2002.
- [2] Michael, Mishchenko, et al. Light Scattering by Nonspherical Particles Theory, Measurements and Applications [M]. Academic Press,1998.
- [3] 张文贵. 石墨层间化合物消光性能研究[D]. 北京:清华大学硕士学位论文.
ZHANG Wen-gui. Study on the extinction property of graphite intercalation compounds[D]. Beijing: Dissertation for the degree of Master, Tsinghua University.
- [4] 宁永成. 有机化合物结构鉴定与有机波谱学[M]. 北京:清华大学出版社,1989.
NING Yong-cheng. Structure Identify of Organic Compound and Theory of Organic Spectrum[M]. Beijing: Tsinghua University Press,1989.
- [5] 潘功配,杨硕. 烟火学[M]. 北京:北京理工大学出版社,1997.
PAN Gong-pei, YANG Shuo. Pyrotechnics[M]. Beijing: Beijing Institute Technology Press,1997.

Measurement of Mass Extinction Coefficient of Particles Based on the Infrared Quantitative Analysis

REN Hui¹, KANG Fei-yu¹, CUI Qing-zhong², SHEN Wan-ci¹

(1. Graduate School at Shenzhen, Tsinghua University, Shenzhen 518055, China;

2. National Key Laboratory of Prevention and Control of Explosion Disasters, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China)

Abstract: The mass extinction coefficient of smoke particles is an intrinsic physical parameter to character shielding property. Infrared absorbency of aerosol particles is measured by Fourier transform infrared spectrometer in this article. On basis of quantitative analysis, a kind of method is proposed to rapidly and accurately measure the attenuation property of particles without smoke box in laboratory. Certain mass powder is dispersed in organic solvent, and then suspended solution is scanned by FTIR. According to spectrograms, the extinction coefficients of materials are calculated at infrared frequency. Obtained results are accorded with data measured by smoke box. Consequently, it is proved that above-mentioned experiment method is exactly and reliable. This testing technology can be used to quickly choose and identify shielding effects of new aerosol materials. To traditional test method, it is supplementary and auxiliary.

Key words: pyrotechnics; infrared quantitative analysis; smoke; measure; mass extinction coefficient

《含能材料》2004 年第 5 期被 EI 收录论文

题名	第一作者	出版年卷期页
Analysis on the waveforms of detonator output measured with manganin piezoresistance method	YAN Nan	(2004)12-05-0257-07
Research on dispersion and emulsification of wax caused by emulsifier in composition B	WANG Li-qiong	(2004)12-05-0264-06
Detonation structure of RDX dust in suspension	ZHENG Miao	(2004)12-05-0269-04
Study on the millimeter wave attenuation performance of expanded graphite in three-dimensional space	GUAN Hua	(2004)12-05-0273-04
Application of dendrimer bonding agent in PET test pieces	PAN Bi-feng	(2004)12-05-0277-05
Study on rapid thermolysis of $[Cd(CHZ)_3](ClO_4)_2$	SUN Yuan-hua	(2004)12-05-0282-05
Kinetics of hydrogenolysis debenzoylation of 2, 6, 8, 12-tetraacetyl-4, 10-dibenzyl-2,4,6,8,10,12-hexaazaisowurtzitane	SUN Cheng-hui	(2004)12-05-0287-04
Synthesis and characterization of tetraacetyldinitrohexaazaisowurtzitane	FANG Tao	(2004)12-05-0291-03
Thermal decomposition of emulsion explosive	MA Zhi-gang	(2004)12-05-0294-03
Bayesian reliability estimation of a cartridge of ejector with zero-failure data	ZHANG Tian-fei	(2004)12-05-0297-03
Effect of pressure and times of impinging on the particle size of superfine HMX by impinging method	HE De-chang	(2004)12-05-0300-02
Absorbing of butanone-toluene and determination by gas chromatography	ZHU Ming	(2004)12-05-0302-03