

文章编号:1006-9941(2022)12-1213-06

镀镍石墨烯制备及红外干扰性能

李慧莹¹,王玄玉¹,孙淑宝²,刘志龙¹,董文杰¹

(1. 陆军防化学院烟火技术实验室, 北京 102205; 2. 32238 部队, 江苏 南京 210000)

摘要: 为了研究镀镍石墨烯的红外消光性能,探索消光较佳的工艺条件,采用氧化还原和化学镀的方法制备了镀镍石墨烯,通过正交试验设计,以红外衰减率为评价指标,分析了各因素对镀镍石墨烯消光性能的影响,确定了红外消光较佳的工艺条件。利用烟幕箱试验,测试了镀镍石墨烯的红外透过率。基于“Lambert-Beer”定律,通过线性拟合计算了镀镍石墨烯的平均质量消光系数,并与镀前进行了对比分析。结果表明:红外消光较佳的镀镍石墨烯的制备工艺参数为:六水合硫酸镍的浓度为 $20 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$,次磷酸钠的浓度为 $24 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$,柠檬酸钠的浓度为 $10 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$,施镀温度为 $65 \text{ }^\circ\text{C}$ 。该条件下制备的镀镍石墨烯在中远红外波段均表现出非常好的红外消光能力。对于 $3\sim 5 \mu\text{m}$ 和 $8\sim 14 \mu\text{m}$ 红外波段,镀镍石墨烯的平均质量消光系数分别为 $2.38 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 和 $2.19 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 。与改性前的石墨烯相比,镀镍石墨烯在中远红外波段的平均质量消光系数分别提高了 30% 和 35%,具有更广阔的应用前景。

关键词: 镀镍石墨烯;正交试验;红外干扰;烟幕;质量消光系数

中图分类号: TJ55

文献标志码: A

DOI:10.11943/CJEM2022164

0 引言

烟幕是一种成本低廉、效费比高且易实施的无源干扰手段,可以对敌方的光电侦察和制导武器进行干扰^[1]。抗红外烟幕是通过粒子对红外的吸收和散射,达到衰减红外辐射的目的,使敌方的探测系统无法分辨出目标与背景,从而有效地保护重要军事目标^[2]。

在各种烟幕材料中,碳材料是目前研究最多的一类^[3],传统碳材料有石墨^[4]、碳纤维^[5]等,还有一些新型碳材料,如碳纳米管^[6]、纳米碳纤维^[7]、石墨烯^[8-9]等。单一碳材料的远红外干扰性能和分散性有待提高,因此,研究者们对上述烟幕材料进行了大量改进^[10]。如周遵宁等^[11]研究表明纳米 SiO_2 可显著改善发烟剂的分散性,提高烟幕的有效遮蔽时间。宁功韬等^[12]用疏水纳米 SiO_2 对鳞片石墨进行改性,提高了石墨烟幕的红外干扰性能。董文杰等^[13]对镀铜短切碳纤维进行了配方优化设计,并通过夹板式层叠测试表明其对毫

米波的衰减率最高可达 95.90%。任庆国等^[14]制备了镀铁镍碳纤维,通过矢量网络测试表明镀铁镍碳纤维对厘米波的衰减性优于镀覆前。庞敏晖等^[15]制备了镀铜可膨胀石墨,改善了膨胀石墨的电性能,使其红外/毫米波的综合衰减能力得到了显著增强。陈浩等^[16]通过制备碳纳米管/石墨烯/碳复合材料,改善了单一碳材料的悬浮性和红外干扰性能。

以上学者对烟幕材料进行了改性研究,使其红外干扰能力得到了改善,但仍存在以下问题:(1)以往研究大多集中于传统烟幕材料的改性,而关于新型烟幕材料的改性研究相对较少。(2)如何控制不同的化学镀工艺配方提高石墨烯消光性能是一个亟待解决的问题。针对上述问题,为探索镀镍石墨烯在红外波段无源干扰领域的应用,本研究首先采用化学镀法制备了镀镍石墨烯,然后利用正交试验法对镀镍石墨烯的制备工艺进行优化设计,得到红外衰减能力较佳的镀镍石墨烯的配方工艺,最后测试了镀镍石墨烯的红外干扰性能,与镀前进行了对比。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

试剂:天然鳞片石墨,99.9%,阿拉丁;浓硫酸、硝

收稿日期:2022-06-20;修回日期:2022-07-19

网络出版日期:2022-09-21

作者简介:李慧莹(1998-),女,硕士研究生,主要从事烟火弹药工程研究。e-mail:sl20190928@yeah.net

通信联系人:王玄玉(1965-),男,教授,博士,主要从事军事化学与烟火技术方面的研究。e-mail:wxyrcs@aliyun.com

引用本文:李慧莹,王玄玉,孙淑宝,等. 镀镍石墨烯制备及红外干扰性能[J]. 含能材料,2022,30(12):1213-1218.

LI Hui-ying, WANG Xuan-yu, SUN Shu-bao, et al. Preparation and Infrared Interference Performance of Nickel-plated Graphene[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2022, 30(12):1213-1218.

酸钠、高锰酸钾、过氧化氢,分析纯,北京化工厂;氯化亚锡、氯化钡、柠檬酸钠,分析纯,国药集团化学试剂有限公司;六水合硫酸镍,分析纯,西陇化工股份有限公司;次磷酸钠、氯化铵,分析纯,天津市光复精细化工研究所;28%氨水,分析纯,天津市致远化学试剂有限公司。

仪器:分析天平,SI-234,美国丹佛仪器有限公司;磁力搅拌器,CJJ78-1,大地仪器厂;电热恒温水浴锅,HH-2,北京科伟永兴仪器有限公司;循环水式多用真空泵,SHZ-III,深圳瑞鑫达化玻仪器有限公司;超声波清洗器,KS-250DB,昆山洁力美超声仪器有限公司;冷冻干燥机,FD-1A-80,北京博医康实验仪器有限公司;扫描电子显微镜,SU5000,日本日立公司;EDS能谱仪,Ultim Max,英国牛津仪器;傅里叶变换红外光谱仪,WQF-530,分辨率 1 cm^{-1} ,工作波段 $7800\sim 350\text{ cm}^{-1}$,北京瑞利分析仪器有限公司。

1.2 样品的制备

1.2.1 石墨烯的制备

采用改进的Hummers法制备氧化石墨烯,向25 mL浓硫酸依次加入1 g石墨和1 g硝酸钠,在冰浴条件下边搅拌边加入4 g高锰酸钾,以600 rpm的转速搅拌1 h后,转移至 $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中加热2 h。然后加入50 mL去离子水,继续升温至 $95\text{ }^{\circ}\text{C}$,在恒温下搅拌15 min后停止加热,用5% HCl洗涤并离心。最后用去离子水和无水乙醇反复洗涤,使上清液至中性,对离心后的沉淀进行冷冻干燥、研磨,得到氧化石墨烯粉末^[17]。将氧化石墨烯于 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电炉中加热5 min,得到石墨烯粉末。

1.2.2 镀镍石墨烯的制备

(1)活化:量取300 mL浓盐酸,置于水浴加热到 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$,称取0.5 g氯化钡边搅拌边加入盐酸中,再加入300 mL去离子水;称取50 g氯化亚锡,边搅拌边加入,以防溶液变绿色;最后,再加入400 mL去离子水。将1 g石墨烯加入至配制好的活化液,超声5 min后于 $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴加热20 min,过滤洗涤,得到活化后的石墨烯。(2)解胶:将活化后的石墨烯加入 $100\text{ mL}\cdot\text{L}^{-1}$ 的盐酸中,于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下超声10 min后过滤洗涤。(3)化学镀覆:实验所用化学镀镍的配方及条件以典型化学镀工艺为基础^[18-19]。将适量柠檬酸钠溶解在去离子水中,分别获得 10 、 15 、 $20\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的溶液,并向溶液中加入 $20\text{ g NiSO}_4\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。随后,加入适量次磷酸钠作为还原剂,使还原剂浓度分别为 24 、 27 、 $30\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。然后加入 $30\text{ g NH}_4\text{Cl}$ 并用氨水将pH值调节至 $12\sim 13$ 。最

后,向上述混合液中加入1 g活化石墨烯,分别在 60 、 65 、 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中加热。反应结束后,进行抽滤洗涤和冷冻干燥,得到镀镍石墨烯。

1.3 烟幕箱试验

采用WQF530型傅里叶变换光谱仪与微型烟幕箱连用,测试烟幕材料的红外消光性能。烟箱的容积为 1.5 L (外形尺寸为 $0.16\text{ m}\times 0.13\text{ m}\times 0.14\text{ m}$),内置防阻微尘磁浮马达风扇,可变频调节风速。测试系统由光源和探测器等组成,探测器为DTGS红外探测器,光源为空冷高效球反射红外光源,提供 $7800\sim 350\text{ cm}^{-1}$ 范围的辐射能量。红外光谱仪采集空白烟幕箱的透过率,并保存本底。打开风扇搅拌系统,通过进样孔匀速倒入称量好的烟幕材料,采集烟幕材料的透过率。收集烟箱中沉降或表面粘附的样品并称重记录,将烟幕箱内的材料清空,然后进行下一次的试验。根据有效分散的烟幕材料与烟箱体积确定烟幕的质量浓度 $C(\text{g}\cdot\text{m}^{-3})$ 。对红外光谱仪测得的数据从 $3\sim 5\text{ }\mu\text{m}$ 、 $8\sim 14\text{ }\mu\text{m}$ 波段分别积分,再除以这个波段的宽度,即为相应波段的平均透过率,最后将所得平均透过率、烟幕质量浓度代入(1)式^[20-21]计算出用以描述烟幕的消光性能的质量消光系数 $\alpha(\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1})$ 。

$$\alpha = \frac{1}{CL} \ln \frac{1}{T} \quad (1)$$

式中, C 为烟幕质量浓度, $\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$; L 为光程, m , T 为透过率,%。

从理论上讲,对于某种材料其质量消光系数应当是固定的,并不会随着测试条件和浓度等变化。为了得到烟幕材料更准确的消光性能,测试不同质量浓度下的红外透过率,进行拟合,计算平均质量消光系数。对(1)式进行变换得到:

$$-\ln T = \alpha \cdot CL \quad (2)$$

由(2)式可知,通过平均透过率的自然对数 $(-\ln T)$ 与面密度 (CL) 作图进行线性拟合,所得斜率为烟幕的平均质量消光系数。

2 结果与讨论

2.1 化学镀金属工艺的正交优化

利用正交实验法,红外衰减率作为评价指标,研究了还原剂、络合剂和镀覆温度3个因素对镀镍石墨烯衰减率的影响。利用烟幕箱测试化学镀镍不同方案的红外透过率,如图1所示。用 $L_9(3^3)$ 正交表对实验结果进行了极差分析,如表1所示。从图1可以看出,在

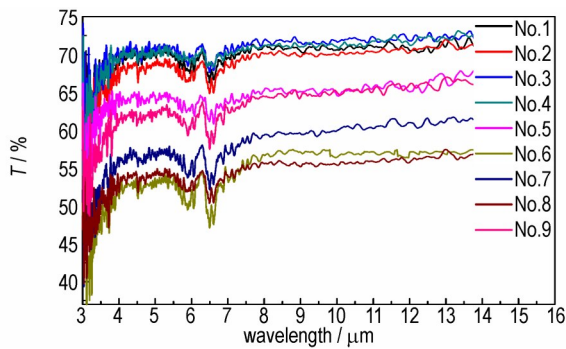


图1 正交试验中镀镍石墨烯样品的红外透过率
Fig.1 IR transmittance of nickel-plated graphene samples in orthogonal tests

表1 化学镀镍正交试验结果

Table 1 Orthogonal test results of chemical Ni plating

No.	Factor			φ
	A	B	C	
1	24	10	60	68.94%
2	24	15	65	67.25%
3	24	20	70	69.22%
4	27	10	60	69.01%
5	27	15	65	63.65%
6	27	20	70	52.30%
7	30	10	60	55.88%
8	30	15	65	53.05%
9	30	20	70	61.32%
K_1	205.41%	193.83%	174.29%	
K_2	184.96%	183.95%	197.58%	
K_3	170.25%	182.84%	188.75%	
k_1	68.47%	64.61%	58.10%	
k_2	61.65%	61.32%	65.86%	
k_3	56.75%	60.95%	62.92%	
R	11.72%	3.66%	7.76%	

Note: A is the concentration of $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; B is the concentration of $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; C is the temperature; φ is infrared decay rate at 3~14 μm; K is the sum of the decay rates produced by each factor at the corresponding level; k is the average decay rate corresponding to each factor level; R is the extreme difference, which indicates the magnitude of the effect of each factor level on the decay rate.

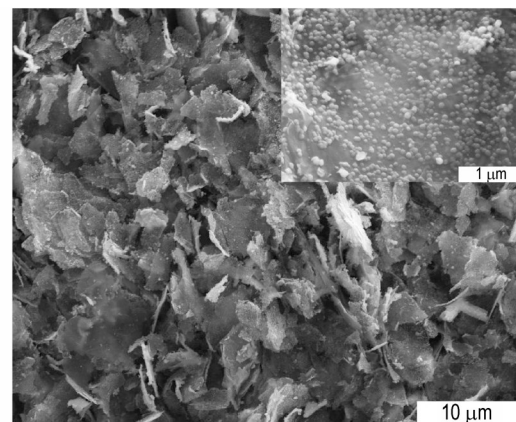
烟幕材料用量、测试系统相同的情况下,每个方案的样品对红外的衰减是不同的。这主要是因为石墨烯的表面沉积了不同含量的金属镍,以及镀层的质量。适当的还原剂、络合剂浓度和镀覆温度可以增强镀液的稳定性,从而增强镀层的质量。通过比较表1中的R值,可以评价各因素对衰减率的影响程度。因素的R值越大,对镀镍石墨烯衰减率的影响越大。每个因素中最大衰减率所对应的水平条件为该因素的最佳水平。因此,影响镀镍石墨烯衰减率的因素顺序为:次磷

酸钠浓度>施镀温度>柠檬酸钠浓度。次磷酸钠为化学镀镍反应的还原剂。其对衰减率影响体现在:还原剂浓度过低,降低镀速,减小镀层厚度。还原剂浓度过高,则会破坏反应平衡,影响镀液稳定性,降低镀层质量。此外,过高的磷含量会降低镀层的电磁性能。若次磷酸钠浓度过大,会导致镀层的电磁性能降低^[22]。基于上述分析,确定红外消光较佳的镀镍石墨烯的制备工艺参数为:硫酸镍 $20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 、次磷酸钠 $24 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 、柠檬酸钠 $10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 、氯化铵 $30 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 、pH值 8~9、施镀温度 $65 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

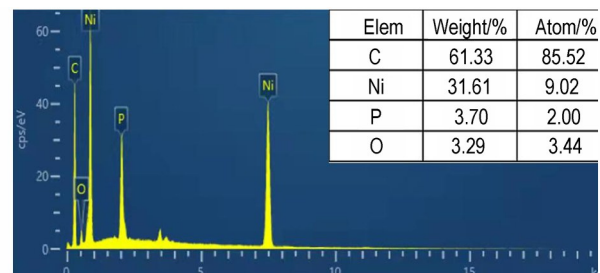
2.2 最佳样品的表征

2.2.1 SEM和EDS表征

利用扫描电子显微镜与能谱仪连用对镀镍石墨烯样品进行了微观形貌的表征分析,结果如图2。由图2a可看出,石墨烯表面均匀地镀覆了一层镍粒子,镍粒子的引入减少了石墨烯片层的团聚,同时,石墨烯特殊的褶皱结构也阻止了镍粒子的团聚,石墨烯的堆叠现象得到了改善^[23]。由图2b可知,镀镍石墨烯中镍的质量分数为31.61%,此外还有少量的氧和磷元素。氧元素的存在原因一方面可能是在制备石墨烯过程中,氧化石墨烯中的含氧基团未被完全还原的残留。另一方



a. SEM image of graphene/Ni



b. EDS image of graphene/Ni

图2 镀镍石墨烯微观形貌

Fig.2 Microscopic morphology of nickel-plated graphene

面可能是镍被空气氧化而引起的。同时还有少量的磷元素,与金属离子一同沉积到石墨烯的表面,形成镍磷合金^[14]。

2.2.2 XRD 表征

为了进一步探究镀镍石墨烯的结构,利用X射线衍射仪对石墨烯和镀镍石墨烯样品进行了表征分析,结果如图3。

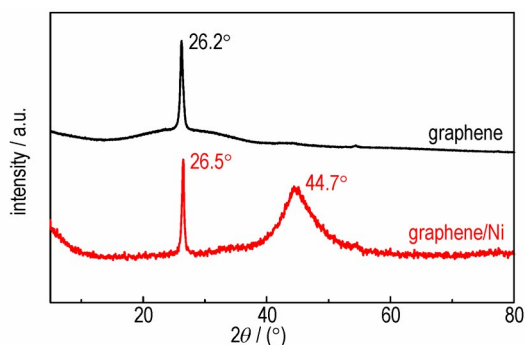


图3 石墨烯和镀镍石墨烯的XRD图

Fig.3 XRD patterns of graphene and nickel-plated graphene

由图3可知,氧化还原法制得的石墨烯在 26.2° 处出现一个特征峰,对应于石墨(002)晶面。镀镍石墨烯有两个特征峰,除了在 26.5° 处对应(002)晶面的特征峰,还有一个在 44.7° 处对应镍的特征峰。可见,镀镍石墨烯的制备是成功的,可用于测试其红外消光性能。

2.3 烟幕箱试验结果与讨论

通过烟箱试验,分析镀镍石墨烯形成烟幕的红外消光性能。分别称量2、4、6、8、10 mg的消光较佳的镀镍石墨烯,匀速倒入烟箱中。测试了在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 和 $8\sim 14\ \mu\text{m}$ 红外波段,各种烟幕浓度的红外透过率,并计算了相应的烟幕浓度和面密度等数据,如表2所示。

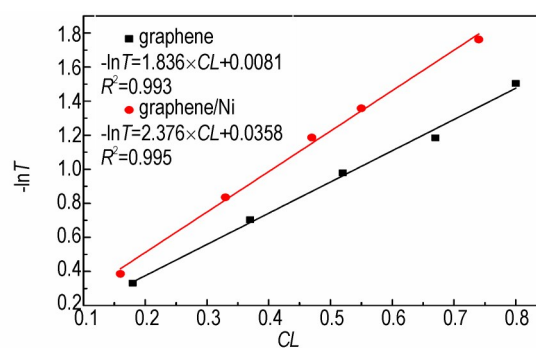
此外,通过(2)式对表2中 $-\ln T$ 与 CL 的数据,进行线性拟合,结果如图4所示。由图4中拟合公式可以看出,镀镍石墨烯具有较好的红外消光性能。石墨烯在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 和 $8\sim 14\ \mu\text{m}$ 红外波段的平均质量消光系数分别为 $1.84\ \text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 和 $1.62\ \text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 。镀镍石墨烯在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 和 $8\sim 14\ \mu\text{m}$ 红外波段的平均质量消光系数分别为 $2.38\ \text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 和 $2.19\ \text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$,远大于镀前石墨烯的消光系数,可见,镀镍石墨烯在中远红外波段具有优异的红外消光性能。镀镍石墨烯的消光性能优于石墨烯,一方面是因为金属镍属于磁性金属,粒子具有电磁吸收性能,另一方面是因为镍粒子的镀覆可以在一定程度上改善石墨烯片的堆叠现象。

表2 烟幕材料质量消光系数拟合结果

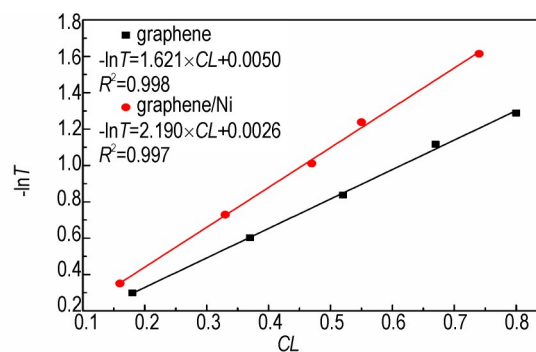
Table 2 Fitting results for mass extinction coefficient of smoke screen materials

material	C /g·m ⁻³	CL /g·m ⁻²	3-5 μm		8-14 μm	
			T/%	-lnT	T/%	-lnT
graphene	1.13	0.18	71.81	0.331	74.22	0.298
	2.33	0.37	49.51	0.703	54.76	0.602
	3.27	0.52	37.60	0.978	43.30	0.837
	4.20	0.67	30.62	1.184	32.76	1.116
	5.00	0.80	22.23	1.504	27.59	1.288
graphene/Ni	1.00	0.16	68.02	0.385	70.42	0.351
	2.07	0.33	43.40	0.835	48.23	0.729
	2.93	0.47	30.54	1.186	36.42	1.010
	3.47	0.55	25.72	1.358	29.00	1.238
	4.60	0.74	17.17	1.762	19.92	1.614

Note: C is the mass concentration of the smoke screen; CL is the surface density; T is IR transmittance; $-\ln T$ is the negative natural logarithm of IR transmittance.



a. 3-5 μm



b. 8-14 μm

图4 线性拟合结果

Fig.4 Results of the linear fitting

3 结论

(1)采用氧化还原法制备了石墨烯,并用化学镀的方法制备了镀镍石墨烯。通过设计正交试验,以红外衰减率为评价指标,优化了化学镀配方和工艺条

件。得到了红外消光较佳的镀镍石墨烯的制备工艺参数为： $c(\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O})=20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ， $c(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})=24 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ， $c(\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ，施镀温度为 $65 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

(2)按照优化配方对石墨烯进行化学镀，镀镍石墨烯的表征结果表明镍原子的质量分数为 31.61%，且镍粒子的引入使石墨烯的堆叠现象得到了改善。利用烟幕箱试验在同等测试条件下，对镀镍石墨烯的消光性能进行了测试，并与镀前进行了对比。对于 $3\sim 5 \mu\text{m}$ 中红外波段，石墨烯和镀镍石墨烯的平均质量消光系数分别约为 $1.84 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ 和 $2.38 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ ；对于 $8\sim 14 \mu\text{m}$ 远红外波段，石墨烯和镀镍石墨烯的平均质量消光系数分别约为 $1.62 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ 和 $2.19 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ 。可见，化学镀镍对石墨烯的消光性能有显著提高。镀镍石墨烯在中远红外波段表现出优异的红外消光能力，且远远优于传统烟幕材料。所以，镀镍石墨烯是一种很有前景的新型红外干扰剂，有望应用于无源干扰和光电对抗领域。

参考文献：

- [1] 冯长根, 乔小晶, 李旺昌. 烟幕弹药研究进展[J]. 科技导报, 2014, 32(Z1): 110-115.
FENG Chang-gen, QIAO Xiao-jing, LI Wang-chang. Research progress in smoke bombs[J]. *Science & Technology Review*, 2014, 32(Z1): 110-115.
- [2] 霸书红, 陈永进, 沙育林, 等. 抗红外烟幕中固体消光材料的研究进展[J]. 含能材料, 2018, 26(4): 364-372.
BA Shu-hong, CHEN Yong-jin, SHA Yu-lin. Research progress of solid extinction materials in anti-infrared smoke screen[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2018, 26(4): 364-372.
- [3] 霸书红, 王乃岩. 微粉石墨在燃烧型抗红外烟幕中的应用[J]. 含能材料, 2008(5): 592-594.
BA Shu-hong, WANG Nai-yan. Application of tiny graphite powder in combustible anti-infrared smoke screen[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2008(5): 592-594.
- [4] 王玄玉, 宋黎, 程乐见. 石墨气溶胶粒度分布及远红外消光因子研究[J]. 中国粉体技术, 2009, 15(1): 34-36.
WANG Xuan-yu, SONG Li, CHENG Le-jian. Study on particle size distribution and far infrared extinction factors of graphite aerosol[J]. *China Powder Science and Technology*, 2009, 15(1): 34-36.
- [5] 刘志龙, 王玄玉, 董文杰, 等. 短切碳纤维云团对毫米波/红外复合干扰性能影响[J]. 含能材料, 2016, 24(12): 1219-1224.
LIU Zhi-long, WANG Xuan-yu, DONG Wen-jie, et al. Composite interference performance of chopped carbon fiber clouds to millimeter wave and infrared[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2016, 24(12): 1219-1224.
- [6] 王红霞, 刘代志, 宋子彪. 碳纳米材料红外图像遮蔽特性研究[J]. 含能材料, 2008(5): 588-591+646.
WANG Hong-xia, LIU Dai-zhi, SONG Zi-biao. Infrared imaged shielded characteristics of carbon nano-materials[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2008(5): 588-591+646.
- [7] 王红霞, 刘代志, 宋子彪, 等. 纳米碳纤维烟幕红外消光性能研究[J]. 红外技术, 2007(6): 324-327.
WANG Hong-xia, LIU Dai-zhi, SONG Zi-biao, et al. Study on infrared extinction performance of carbon nanofibers smoke screen[J]. *Infrared Technology*, 2007(6): 324-327.
- [8] 李凯, 王玄玉, 高艳卿, 等. 石墨烯红外波段复折射率及消光性能研究[J]. 红外与激光工程, 2021, 50(4): 45-51.
LI Kai, WANG Xuan-yu, GAO Yan-qing, et al. Complex refractive index and extinction performance of graphene in infrared bands[J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2021, 50(4): 45-51.
- [9] 陈浩, 高欣宝, 张倩, 等. 多频谱复合干扰剂的制备及遮蔽性能[J]. 含能材料, 2020, 28(1): 76-82.
CHEN Hao, GAO Xin-bao, ZHANG Qian, et al. Preparation and shielding performance of multi spectral composite interfering agent[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2020, 28(1): 76-82.
- [10] 王玄玉. 抗红外烟幕材料及消光性能研究进展(特约)[J]. 红外与激光工程, 2020, 49(7): 23-31.
WANG Xuan-yu. Development of anti-infrared smoke material and its extinction performance (Invited)[J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2020, 49(7): 23-31.
- [11] 周遵宁, 潘功配, 关华, 等. 纳米 SiO_2 对复合碳粉发烟剂性能的影响[J]. 含能材料, 2004(2): 113-115.
ZHOU Zun-ning, PAN Gong-pei, GUAN Hua, et al. Effect of nano- SiO_2 on performance of complex carbon powder smoke composition[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2004(2): 113-115.
- [12] NING Gong-tao, LI Ping, CUI Yu-ling, et al. Flowability and infrared interference properties of modified graphite flake with hydrophobic Nano-silica[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2015, 23(12): 1217-1220.
- [13] 董文杰, 王洛国, 王玄玉, 等. 镀铜碳纤维对毫米波的干扰性能研究[J]. 火工品, 2020(3): 28-32.
DONG Wen-jie, WANG Luo-guo, WANG Xuan-yu, et al. The study on millimeter wave attenuation property of chemical copper plating carbon fiber[J]. *Initiators & Pyrotechnics*, 2020(3): 28-32.
- [14] 任庆国, 乔小晶, 孙志岗, 等. 镀铁镍碳纤维的制备与厘米波干扰性能研究[J]. 兵工学报, 2015, 36(S1): 378-384.
REN Qing-guo, QIAO Xiao-jing, SUN Zhi-gang, et al. Preparation and centimeter wave attenuation performance of FeNi-coated carbon fibers[J]. *Acta Armamentarii*, 2015, 36(S1): 378-384.
- [15] 庞敏晖, 王玄玉, 董文杰, 等. 改性膨胀石墨衰减红外/毫米波性能研究[J]. 兵器材料科学与工程, 2014, 37(4): 4-8.
PANG Min-hui, WANG Xuan-yu, DONG Wen-jie, et al. Attenuation performance of modified expanded graphite to infrared/millimeter wave[J]. *Ordnance Material Science and Engineering*, 2014, 37(4): 4-8.
- [16] 陈浩, 高欣宝, 许兴春, 等. 碳纳米管/石墨烯/碳复合材料烟幕的中远红外的干扰性能[J]. 含能材料, 2019, 27(3): 249-254.
CHEN Hao, GAO Xin-bao, XU Xing-chun, et al. Middle and far infrared interference properties of CNT/Graphene/Carbon composites smoke screen[J]. *Chinese Journal of Energetic Ma-*

- terials(*Hanneng Cailiao*), 2019, 27(3): 249-254.
- [17] LI X D, Carola Esposito Corcione. Preparation of Graphene Oxide and Its Application as Substrates for SERS[J].*Journal of Chemistry*, 2018.
- [18] 曾华梁. 电镀工艺手册(第2版)[M]. 北京: 机械工业出版社, 2002:548.
- ZENG Hua-liang. Electroplating Process Manual (2nd Edition) [M]. Beijing: Machinery Industry Press, 2002:548.
- [19] 唐恩军, 赵云强, 刘智, 等. 化学镀镍工艺对镀层性能的影响[J]. 航空维修与工程, 2019(6): 49-51.
- TANG En-jun, ZHAO Yun-qiang, LIU Zhi, et al. Influence of electroless nickel plating process on coating properties[J].*Aviation Maintenance & Engineering*, 2019(6): 49-51.
- [20] 姚禄玖, 高钧麟, 肖凯涛, 等. 烟幕理论与测试技术[M]. 北京: 国防工业出版社, 2004:105-162.
- YAO Lu-jiu, GAO Jun-lin, XIAO Kai-tao, et al. Theory and testing technique of smoke[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2004:105-162.
- [21] 陈文建, 穆让修, 张若凡, 等. 固体发烟剂烟幕几种波段透过率测试[J]. 应用光学, 2016, 37(5):739-741.
- CHEN Wen-jian, MU Rang-xiu, ZHANG Ruo-fan, et al. Transmittance measurement on smog of solid smoke agent in several wavebands [J]. *Journal of Applied Optics*, 2016, 37(5):739-741.
- [22] LI Kai, WANG Xuan-yu, GAO Yan-qing, et al. Preparation of nickel-coated graphene and evaluation of infrared interference performance [J].*Journal of Physics: Conference Series*, 2022, 2194(1).
- [23] 魏邦争, 陈闻超, 朱曦, 等. 石墨烯化学镀铜及其对石墨烯/铜基复合材料组织性能的影响[J]. 粉末冶金技术, 2018, 36(5): 363-369+376.
- WEI Bang-zheng, CHEN Wen-chao, ZHU Xi, et al. Study of electroless plating Cu by reduced graphene oxide and the effects on the microstructures and properties of RGO/Cu composites [J]. *Powder Metallurgy Technology*, 2018, 36(5): 363-369+376.

Preparation and Infrared Interference Performance of Nickel-plated Graphene

LI Hui-ying¹, WANG Xuan-yu¹, SUN Shu-bao², LIU Zhi-long¹, DONG Wen-jie¹

(1. Laboratory of Pyrotechnical Technology, Institute of NBC Defence, Beijing 102205, China; 2. 32238 Army, Nanjing 210000, China)

Abstract: In order to investigate the infrared extinction performance of nickel-plated graphene and explore the best formulation, nickel-plated graphene was prepared by the redox and chemical plating methods. The influence of various factors on the extinction performance of nickel-plated graphene was analyzed by designed orthogonal experiments with the infrared decay rate as the evaluation index, and the optimal formulation was determined. The infrared transmittance of nickel-plated graphene was measured in a smoke-screen chamber test. The average mass extinction coefficient of nickel-plated graphene was calculated by linear fitting according to the "Lambert-Beer" law. The results showed that the optimal process parameters for the preparation of nickel-plated graphene were: $c(\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, $c(\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 24 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, $c(\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, $c(\text{NH}_4\text{Cl}) = 30 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, $\text{pH} = 8-9$, and plating temperature of $65 \text{ }^\circ\text{C}$. The nickel-plated graphene prepared under the optimal conditions exhibited good infrared extinction in both mid- and far-infrared wavelengths. The average mass extinction coefficients of the nickel-plated graphene in the infrared bands of $3-5 \mu\text{m}$ and $8-14 \mu\text{m}$ were $2.38 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ and $2.19 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$, respectively. Compared with the modified graphene, the average mass extinction coefficients of nickel-plated graphene in the mid-infrared bands were improved by 30% and 35%, respectively, which have broader application prospects.

Key words: nickel-plated graphene; orthogonal test; infrared interference; smoke screen; mass extinction coefficient

CLC number: TJ55

Document code: A

DOI: 10.11943/CJEM2022164

(责编: 姜梅)