

文章编号:1006-9941(2022)11-1132-06

三维石墨烯粉体制备及其红外消光性能

李慧莹¹,王玄玉¹,刘志龙¹,孙淑宝²,魏庆连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: 为了探究三维石墨烯的红外消光性能,采用热化学沉积法制备了三维石墨烯粉体,通过电镜、拉曼光谱仪和X射线衍射仪表征了三维石墨烯粉体的形貌和结构特征,利用粉体综合特性仪测试了其流散性;利用烟幕箱试验测试了三维石墨烯的红外消光性能,并与复合石墨、碳纤维的消光性能进行了比较。结果表明:三维石墨烯的红外消光性能优异,在红外波段为3~5 μm 和8~14 μm 时,其平均质量消光系数分别约为1.32 $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 和1.09 $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 。与复合石墨和碳纤维相比,其在3~5 μm 的平均质量消光系数分别提高了57%和132%,其在8~14 μm 的平均质量消光系数分别提高了35%和102%,具有更优异的红外消光性能。

关键词: 三维石墨烯;粉体材料;流散性能;红外干扰;质量消光系数

中图分类号: TJ53

文献标志码: A

DOI:10.11943/CJEM2022119

0 引言

随着现代光电探测与制导技术的飞速发展,各类探测、制导设备在战场层出不穷,给战场上的人员和装备安全带来了极大的威胁^[1]。烟幕由于其效费比高、成本低等诸多优点,目前已经成为与之对抗的主要干扰手段之一。对于红外波段,传统的抗红外烟幕可以有效地干扰近红外波段,但是对中远红外波段的干扰作用不太理想,很难适应战场需求^[2]。针对目前已有的抗红外烟幕材料存在的有效遮蔽时间短、遮蔽波段窄、远红外干扰效果一般等问题,研究者们改进了传统的烟幕材料^[3]。同时,还应积极研发高效、价廉、轻质的新型环保烟幕材料,以满足未来战场的作战需求。

石墨烯是一种具有单原子厚度的二维碳纳米材料,被称为是已知最薄的材料,具有低密度、高比表面积、高导电系数、高导热性等诸多优点^[4],可应用于储能装置^[5]、电阻电磁屏蔽材料^[6]等,在红外干扰方面也表现优异^[7]。然而,学者们发现二维石墨烯往往会堆

叠团聚而失去其独特的特性^[8],导致性能低于理论值,这大大限制了其应用。近年来,有学者提出三维石墨烯^[9],将二维石墨烯片层构造成相互连接的三维网络结构,既保持了石墨烯片层的特性,又解决了层堆叠的问题,例如石墨烯气凝胶、石墨烯球和石墨烯垂直片等^[10]。在绿色环保方面,三维石墨烯可通过化学沉积法制备,无需排放含有有害化学品的废液^[11],而且三维石墨烯作为碳材料,与传统的烟幕材料相比,对环境更友好。在生产规模方面,三维石墨烯可通过化学气相沉积法制备,实现大规模、高产率的生产^[11]。在军事应用方面,三维石墨烯可通过爆炸或者机械分散的方式在空中形成烟幕,无需热量供给。因此,三维石墨烯作为烟幕材料的研究具有一定价值。

以往的研究主要集中于三维石墨烯的电磁屏蔽性能^[13],如Ji等^[14]研究表明三维石墨烯/ Fe_3O_4 在15.3 GHz处的最佳反射损耗为-64.7 dB,有效吸收带宽超过4.8 GHz,具有良好的微波吸收性能。然而关于三维石墨烯烟幕红外消光性能的研究鲜有报道。因此,为了探索三维石墨烯在红外波段无源干扰领域的应用,本研究采用热化学沉积法制备三维石墨烯粉体,利用烟幕箱试验,测试三维石墨烯的红外消光性能,并与复合石墨、800目碳纤维进行了对比分析,为进一步开展三维石墨烯烟幕材料的消光性能的研究提供了一定依据。

收稿日期: 2022-04-28; 修回日期: 2022-06-02

网络出版日期: 2022-06-23

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,刘志龙,等. 三维石墨烯粉体制备及其红外消光性能[J]. 含能材料, 2022, 30(11):1132-1137.

LI Hui-ying, WANG Xuan-yu, LIU Zhi-long, et al. Preparation of Three-Dimensional Graphene Powders and Its Infrared Extinction Properties[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2022, 30(11):1132-1137.

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

试剂:甲烷、氢气、氮气,纯度99.99%,北京千禧京城气体有限公司;炭黑,粒子大小30~45 nm,江苏先丰纳米材料科技有限公司;复合石墨, D_{50} 约为6 μm ,均匀掺杂适量二氧化硅^[15];800目碳纤维,纤维直径为7 μm ,中复神鹰碳纤维制品有限公司。

仪器:分析天平,SI-234,丹佛仪器有限公司;真空气氛箱式炉,ZKQF-3-12,绍兴市中芯仪器设备制造有限公司;扫描电子显微镜,SU5000,日本日立公司;透射电子显微镜,JEM 2100 F,日本JEOL公司;X射线衍射仪,Bruker D8,德国布鲁克公司;拉曼光谱仪,LabRAM HR Evolution,日本HORIBA JobinYvon公司;粉体综合特性测试仪,BT-1000,丹东百特仪器有限公司;激光粒度分布仪,BT-9300H,丹东百特仪器有限公司;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 三维石墨烯粉体的制备

参照文献[11]制备三维石墨烯粉体。称取1.0 g炭黑粉末于坩埚中,将坩埚放在箱式炉的中间,打开氩气进气口并设置流量为 $200\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$,设置箱式炉的升温速率为 $10\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$,在氩气气氛下加热至 $1100\text{ }^\circ\text{C}$,在 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 下保持10 min使温度稳定;然后关闭氩气,打开甲烷和氢气进气口,分别设置流量为 $20\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 和 $100\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$,保持炉内温度和气体流量不变,反应4 h;然后关闭甲烷和氢气,再通入流量为 $200\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 的氩气作为保护气体,关闭箱式炉的电源,待炉内温度降至室温,得到三维石墨烯粉体。

1.3 流散性能测试

根据Carr指数法理论^[15]:测量各项参数,依据Carr指数表换算各参数测量值,得到相应的卡尔指数,流动性综合指数 F_w 为安息角、平板角、压缩度、均一度这4个指数的总和;喷流性综合指数 F_d 为崩溃角、差角、分散度、流动性指数4个指数的总和。各项参数的测量和计算方法如下:(1)安息角 θ_r :通过特定的振动方式使粉体自然下落到专用平台上形成圆锥型料堆,量角器与圆锥料堆母线平齐,从 0° 、 120° 、 240° 3个不同角度测量并取其平均值;(2)崩溃角 θ_c :给安息角施加一定冲击后,以相同方法从 0° 、 120° 、 240° 3个不同角度测量并取其平均值,即为崩溃角;(3)差角 θ_d :安息

角与崩溃角之差;(4)平板角 θ_s :粉体自然下落到埋没平板,使平板与托盘分离,用量角器从3个不同角度测量并取其平均值,施加一定冲击后再次测量并取其平均值,2次平均值之和的一半即为平板角;(5)压缩度 C_p :振实密度与松装密度的差值与振实密度之比;(6)均一度 M_i : D_{60} 与 D_{10} 的比值;(7)分散度 D_s :投下10 g粉体后,接料盘外试样占总量的百分数。

1.4 红外消光性能测试

石墨和碳纤维是2种常见的碳材料,对红外的干扰能力较强^[15-16]。为了更全面地研究三维石墨烯粉体的红外干扰性能,本研究以石墨和碳纤维为参考材料,在同等条件下测试石墨、碳纤维和本研究所制备的三维石墨烯粉体的红外消光性能,对这3种烟幕材料的红外消光性能进行对比分析。且有前学者研究表明,在石墨中加入适量的二氧化硅,可以有效地改善其分散性和红外干扰性能^[15];不同粒子尺度的碳纤维中,800目碳纤维粉体的红外干扰效果较优异^[16],因此,本研究选择均匀掺杂适量二氧化硅的复合石墨和800目碳纤维粉体为参照材料。

试验在内腔体积1.5 L(外形尺寸为长0.16 m×宽0.13 m×高0.14 m)的微型烟幕箱内进行,内置防阻微尘磁浮马达风扇,可变频调节风速。采用傅里叶变换光谱仪与小型烟幕箱连用测试烟幕材料的红外干扰性能。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。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。为了更准确地比较3种材料的消光性能,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 三维石墨烯粉体表征

2.1.1 形貌表征

为了探究所制备三维石墨烯粉体的微观结构,使用扫描、透射电镜对样品的表面形貌进行观察分析,结果如图1所示。从图1a、1b可以看出,所制备的三维石墨烯样品具有明显的三维网状结构,该三维结构由

垂直石墨烯片之间的接触构成,片层呈现出皱缩形态,边缘完全暴露在表面上。粒子的三维结构比较均匀,尺寸最小达到了几百纳米,甚至几十纳米。粒子之间仍有堆叠现象存在,这是由于三维石墨烯粉体的比表面积较大,表面能越大,团聚的机率就越大。从图1c、1d中可以明显看出,生长的垂直石墨烯片具有锥形形状,高度约为100 nm,内部片层较厚,有十多层;边缘相对较薄,有一至五层。由于石墨烯片垂直于基底表面无序排列,使得石墨烯片与片之间可以相互连接,形成三维网状结构,且片层呈现褶皱形态,因此片层之间存在堆叠现象。

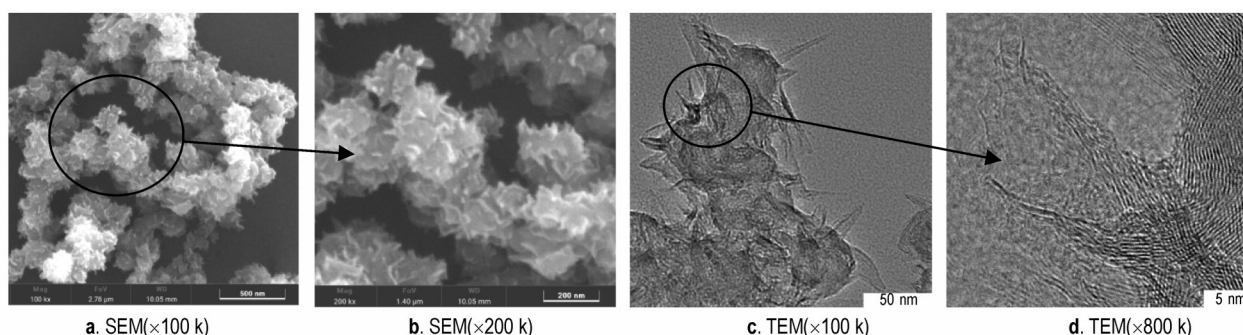


图1 三维石墨烯粉体的SEM和TEM图

Fig.1 SEM and TEM patterns of three-dimensional graphene powders

2.1.2 结构表征

为了评价所制备三维石墨烯粉体的结构,使用拉曼光谱仪、X射线衍射仪对样品进行了表征,结果如图2所示。

由图2a可知,样品在 1339 、 1579 cm^{-1} 和 2685 cm^{-1} 处存在3个特征峰,分别对应石墨烯的D峰、G峰和2D峰。D峰表示石墨烯的缺陷程度,G峰表示 sp^2 碳原子的振动,2D峰表示碳原子的层间堆叠方式,其存在通常被认为是石墨烯片生成的一个重要特征,可见所得样品是由石墨烯片相互连接形成的三维结构石

墨烯。

I_G/I_{2D} 可用于表征石墨烯的层数,一般 I_G/I_{2D} 值为 ~ 0.5 、 ~ 1 和 ~ 2 时,分别为单层、双层和三层石墨烯^[17]。研究采用 Labspec 软件分析得出所得三维石墨烯的 I_G/I_{2D} 值为 2.1。由于三维石墨烯的内部片层较厚, I_G/I_{2D} 值被高估^[11],因此, I_G/I_{2D} 值为 2.1 说明三维石墨烯的边缘厚度约为 3 层,这与图 1d 分析结果一致。此外,D峰和G峰的强度比值 (I_D/I_G) 值正比于石墨烯结构的缺陷程度,反比于生成石墨烯的晶粒尺寸^[18]。本研究中制备的三维石墨烯 I_D/I_G 值

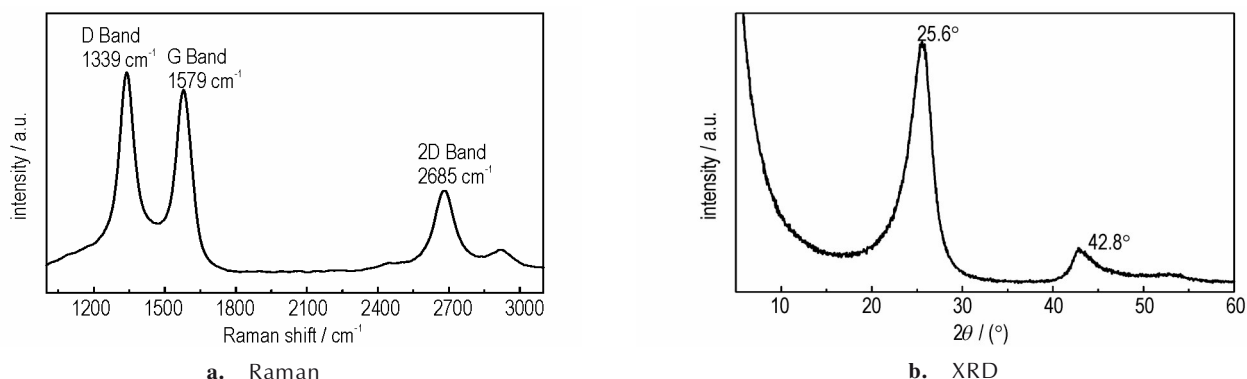


图2 三维石墨烯粉体的结构表征

Fig.2 Structural characterization of three-dimensional graphene powders

为1.1,表明三维石墨烯存在一定的缺陷^[19],这一方面可能是因为产物中存在非晶碳,另一方面可能是石墨烯尺寸较小而导致的。晶粒度(L)和 I_D/I_G 关系式为^[20]:

$$L = (2.4 \times 10^{-10}) \lambda^4 \left(\frac{I_D}{I_G} \right)^{-1} \quad (3)$$

式中, λ 为拉曼激光波长,514 nm。由(3)式计算可得,三维石墨烯的晶粒度大小约为15 nm。

由图2b可以看出所得的三维石墨烯粉体在25.6°处有一强峰,在42.8°处有一弱峰,分别对应于石墨的(002)和(100)晶面结构。XRD表征中采用Scherrer公式^[20]计算三维石墨烯的晶粒度,即:

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4)$$

式中, k 为特征常数取1.84^[21]; λ 为入射X射线的波长,0.154 nm; β 为衍射峰的半峰宽,由Jade软件分析知其为1.07°; θ 为半衍射角,由图2b知其为12.8°。由(4)式计算可得晶粒大小约为15 nm,这与图2a表征结果相符。因此,三维石墨烯的制备是成功的,可用于测试其红外消光性能。

2.1.3 流散性能测试表征

使用粉体综合特性测试仪对二维石墨烯及三维石墨烯的流散性能进行测试,测试结果如表1所示。

通常情况下,烟幕材料的流动性综合指数 F_w 大于60,喷流性综合指数 F_d 大于75,可以满足实际烟幕的使用需求^[22]。由表1数据可知,二维石墨烯的 F_w 和 F_d 分别为57和52,三维石墨烯的 F_w 和 F_d 分别为71和

表1 流散性能评价表

Table 1 Dispersion performance evaluation table

evaluation parameter	graphene		3D graphene powders	
	experimental	Carr Index	experimental	Carr Index
$\theta_r / (^\circ)$	53.3	12	46	14.5
$\theta_s / (^\circ)$	67.8	12	54.8	16
$C_p / \%$	31.8	10	17	18
$M_f / \%$	3.0	23	4.1	22.5
F_w		57		71
$\theta_i / (^\circ)$	48.5	12	37.7	16
$\theta_d / (^\circ)$	4.8	4	8.3	8
$D_s / \%$	17.6	12	39.1	21
F_w	57	24	71	25
F_d		52		70

Note: 1) θ_r is angle of repose; 2) θ_s is flat angle; 3) C_p is compression degree; 4) M_f is uniformity; 5) F_w is fluidity composite index; 6) θ_i is collapse angle; 7) θ_d is differential angle; 8) D_s is dispersion degree; 8) F_w is flowability composite index; 9) F_d is jettivity composite index.

70。 F_w 和 F_d 越大,则粉体的流动性和喷流性越好,其中喷流性更能反映粉体在空中的状态,与分散性能直接相关。相比于二维石墨烯,三维石墨烯的分散性能有所提高,说明其可以在一定程度上解决二维石墨烯易团聚的问题。此外,三维石墨烯的 F_w 大于60,意味着流动性能较好,对于粉体的输送更有利。而三维石墨烯的 F_d 小于75,说明其飞溅性倾向一般,不能很好满足实际烟幕的使用需求。

2.2 红外消光性能测试

分别称量4、6、8、10、12 mg的烟幕材料,匀速倒入烟幕箱中。通过烟幕箱试验得到不同质量浓度烟幕材料的透过率,计算得出对应的平均透过率、质量浓度、面密度等数据如表2所示, $-\ln T$ 与面密度 CL 的线性拟合曲线如图3所示。

表2 3种材料质量消光系数线性拟合计算表

Table 2 Calculation table for linear fitting of mass extinction coefficient of three materials

material	C /g·m ⁻³	CL /g·m ⁻²	3-5 μm		8-14 μm	
			T/%	-lnT	T/%	-lnT
composite graphite	1.67	0.267	80.70	0.2145	81.58	0.2035
	2.20	0.352	76.30	0.2705	77.08	0.2603
	2.73	0.437	70.78	0.3456	71.31	0.3382
	3.80	0.608	59.88	0.5128	60.90	0.4959
	4.87	0.779	53.16	0.6318	54.55	0.6060
800-mesh carbon fiber	1.47	0.235	87.21	0.1368	87.33	0.1354
	1.93	0.309	83.59	0.1792	84.06	0.1740
	2.53	0.405	78.29	0.2447	78.96	0.2362
	3.60	0.576	70.12	0.3550	70.79	0.3454
	4.40	0.704	67.49	0.3931	68.49	0.3784
3DGPs	1.53	0.245	73.81	0.3037	76.22	0.2716
	1.87	0.299	68.51	0.3782	69.76	0.3601
	2.47	0.395	62.60	0.4684	65.30	0.4262
	3.53	0.565	50.62	0.6809	54.76	0.6022
	4.20	0.672	41.23	0.8859	46.59	0.7638

Note: 1) C is the mass concentration of the smoke screen; 2) CL is the surface density; 3) T is IR transmittance; 4) $-\ln T$ is the negative natural logarithm of IR transmittance.

由图3拟合公式可得,该试验条件下复合石墨、800目碳纤维和三维石墨烯粉体在3~5 μm的平均质量消光系数分别为0.84、0.57 m²·g⁻¹和1.32 m²·g⁻¹,在8~14 μm的平均质量消光系数分别为0.81、0.54 m²·g⁻¹和1.09 m²·g⁻¹。可见,三维石墨烯粉体在中远红外波段具有较好的红外消光性能,优于复合石墨和800目

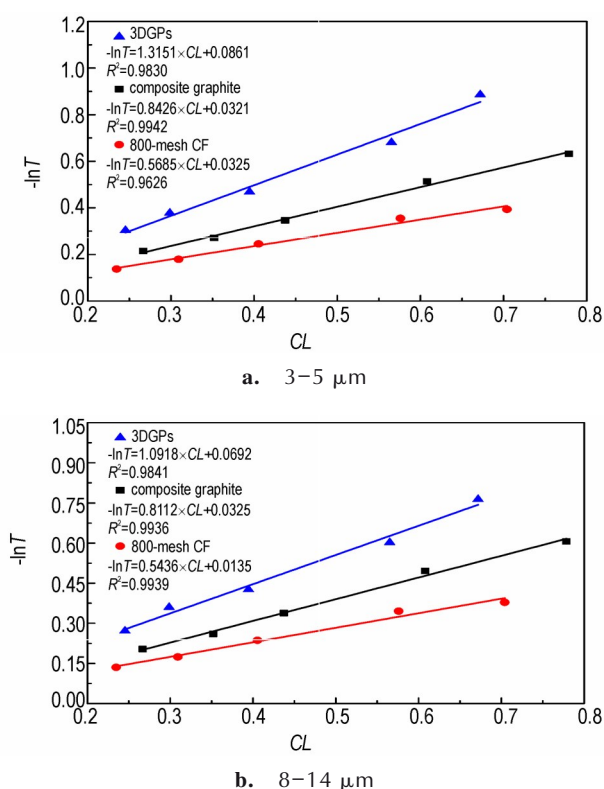


图3 3种材料质量消光系数线性拟合曲线

Fig.3 Linear fitting curve of mass extinction coefficient of materials

碳纤维,主要是因为三维石墨烯具有更大的比表面积、更小的表观密度和更好的流散性能。

3 结论

(1)采用热化学沉积法在炭黑基底上生长垂直石墨烯,得到了三维石墨烯粉体。三维石墨烯在一定程度上解决了二维石墨烯易团聚的问题,但其流散性能仍不能很好地满足军事烟幕的使用要求,有待进一步改善。

(2)对于3~5 μm 红外波段,三维石墨烯粉体、复合石墨和800目碳纤维的平均质量消光系数分别为1.32、0.84 $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ 和0.57 $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$;对于8~14 μm 红外波段,三维石墨烯粉体、复合石墨和800目碳纤维的平均质量消光系数分别为1.09、0.81 $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ 和0.54 $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ 。可见,三维石墨烯粉体的消光性能优于传统碳材料烟幕,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] 宗思光,曹水,邓银港. 岸海要地防空激光威胁环境及对抗方法

[J]. 激光与红外, 2017, 47(11): 1416-1421.

ZONG Si-guang, CAO Shui, DENG Yin-gang. Laser threaten environment and countermeasure for the port wharf's air defense[J]. *Laser & Infrared*, 2017, 47(11): 1416-1421.

[2] KROME U D, SCHULZ E. Pyrotechnic smoke for camouflage purpose: DE4337071[P], 1993.

[3] 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.

[4] WALIMBE P, CHAUDHARI M. State-of-the-art advancements in studies and applications of graphene: A comprehensive review[J]. *Materials Today Sustainability*, 2019, 6(C): 100026.

[5] OLABI A G, ABDELKAREEM M A, WILBERFORCE T, et al. Application of graphene in energy storage device-A review[J]. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2021, 135.

[6] JIANG M, DING Y, XU L, et al. Application of graphene in electrical resistance electromagnetic shielding fabric[J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2021, 1790(1): 012079(4pp).

[7] 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.

[8] LEE C, WEI X, KYSAR J W, et al. Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene[J]. *Science*, 2008, 321(5887): 385-388.

[9] VICKERY J L, PATIL A J, MANN S. Fabrication of graphene-polymer nanocomposites with higher-order three-dimensional architectures[J]. *Advanced Materials*, 2010, 21(21): 2180-2184.

[10] SUN Z, FANG S, HU YH. 3D graphene materials: From understanding to design and synthesis control[J]. *Chemical Reviews*, 2020.

[11] JI X, MU Y, LIANG J, et al. High yield production of 3D graphene powders by thermal chemical vapor deposition and application as highly efficient conductive additive of lithium ion battery electrodes[J]. *Carbon*, 2021, 176(28).

[12] CARR E. Evaluating flow properties of solids[J]. *Chemical Engineering Jpn*, 1965, 18(2): 163-168.

[13] FAIL SULTANOV, CHINGIS DAULBAYEV, BAGLAN BAKBOLAT, et al. Advances of 3D graphene and its composites in the field of microwave absorption[J]. *Advances in Colloid and Interface Science*, 2020, 285.

[14] JI X, ZHANG, Yunlong, MO Yangcheng, et al. Porous composites of vertical graphene sheets and Fe_3O_4 nanorods grown on Fe/ Fe_3C particle embedded graphene-structured carbon walls for highly efficient microwave absorption[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, 905.

[15] 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*, 2015, 23(12): 1217-1220.

[16] 孙悦悦,王玄玉,董文杰,等. 碳纤维粒子尺度对红外/毫米波复合干扰性能研究[J]. 红外与激光工程, 2022, 51(3): 177-183.

- SUN Yue-yue, WANG Xuan-yu, DONG Wen-jie, et al. Study on the influence of Carbon Fiber's particle size on infrared/millimeter wave interference performance[J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2022, 51(3): 177-183.
- [17] LI X S, CAI W W, AN J H, et al. Large-area synthesis of high-quality and uniform graphene films on copper foils [J]. *Science*, 2009, 324: 1312.
- [18] TUINSTRA F, KOENIG J L. Raman spectrum of graphite [J]. *J. Chem. Phys.*, 1970, 53(3): 1126.
- [19] 刘盼盼, 李汉超, 杨林, 等. 退火温度对金属催化四面体非晶碳转变为石墨烯过程的影响 [J]. *材料研究学报*, 2018, 32(5): 341-347.
- LIU Pan-pan, LI Han-chao, YANG Lin, et al. Influence of annealing temperature on the metal-catalyzed crystallization of tetrahedral amorphous carbon to graphene [J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2018, 32(5): 341-347.
- [20] CANÇADO L G, TAKAI K, ENOKI T. General equation for the determination of the crystallite size L_a of nanographite by Raman spectroscopy [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2006, 88(16): 163106.
- [21] WARREN B E. X-Ray diffraction in random layer lattices [J]. *Physical Review*, 1941, 59(9).
- [22] 蒋云, 代晓东, 刘青海, 等. 超细粉体发烟剂流散性改性 [J]. *中国粉体技术*, 2019, 25(5): 33-38.
- JIANG Yun, DAI Xiao-dong, LIU Qing-hai, et al. Improving flowability and floodability of ultrafine powder smoke agent [J]. *China Powder Science and Technology*, 2019, 25(5): 33-38.

Preparation of Three-Dimensional Graphene Powders and Its Infrared Extinction Properties

LI Hui-ying¹, WANG Xuan-yu¹, LIU Zhi-long¹, SUN Shu-bao², WEI Qing-lian¹

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

Abstract: In order to explore the infrared extinction properties of three-dimensional graphene, three-dimensional (3D) graphene powders were prepared by thermochemical deposition method. The morphological and structural characteristics of the three-dimensional graphene powder were confirmed by electron microscopy and X-ray diffractometer, and the dispersion properties were tested by using a comprehensive powder characteristic tester. Then the infrared extinction properties of three-dimensional graphene were tested by using smoke chamber test, and compared with the extinction properties of composite graphite and carbon fiber under the same test conditions. The results show that the infrared extinction performance of three-dimensional graphene is excellent. The average mass extinction coefficients are about $1.32 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ and $1.09 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ in the infrared wavelength range of 3-5 μm and 8-14 μm , respectively. Compared with composite graphite and carbon fiber, the average mass extinction coefficients of 3-5 μm are improved by 57% and 132%, respectively. And the average mass extinction coefficients of 8-14 μm are improved by 35% and 102%, respectively. It can be seen that 3D graphene shows better infrared extinction ability.

Key words: three-dimensional graphene; powder materials; dispersion properties; infrared interference; mass extinction coefficient

CLC number: TJ53

Document code: A

DOI: 10.11943/CJEM2022119

(责编:姜梅)