

doi: 10.7690/bgzdh.2021.05.009

火炸药近红外水分检测方法

张向南, 胥 健, 岳 显

(中国兵器装备集团自动化研究所有限公司智能制造事业部, 四川 绵阳 621000)

摘要: 为解决火炸药水分检测中取标准样品困难、检测精度低等问题, 设计一种火炸药近红外水分检测方法。通过对比分析 3 种标准取样方法, 建立一种烘箱并逐次烘干法, 并结合近红外水分检测原理, 对影响检测精度的主要因素进行分析, 建立了一种标定修正的方法。实验结果表明: 该方法可以实现火炸药含量较小时高精度检测, 具有一定的实用参考价值。

关键词: 水分检测; 火炸药; 近红外

中图分类号: TJ56 **文献标志码:** A

Near Infrared Moisture Detection Method of Explosives

Zhang Xiangnan, Xu Jian, Yue Xian

(Department of Intelligent Manufacture, Automation Research Institute Co., Ltd.
of China South Industries Group Corporation, Mianyang 621000, China)

Abstract: In order to solve the problems of difficulty in taking standard samples and low detection accuracy in explosive moisture detection, the near infrared moisture detection method for explosives is designed. By comparing and analyzing three standard sampling methods, an oven drying method is established. Combined with the principle of near infrared moisture detection, the main factors which affecting the detection accuracy are analyzed, the calibration correction method is established. The experimental results show that the method can achieve high precision detection when the content of explosives is small, and has certain practical reference value.

Keywords: moisture detection; explosives; near infrared

0 引言

在传统火炸药工艺干燥工序中, 水分含量是确保产品质量的重要指标。水分含量检测通常采用抽检方式, 在生产现场取一定量的药粉随机抽取, 采用烘干称重法, 因分析滞后而影响产品的质量。近红外技术是非破坏性、非接触式的实时检测技术。国内对近红外检测技术研究较多, 但在高危火炸药领域的研究应用较少。国内在热脱水硝化棉的含水量近红外在线检测研究^[1]中发现, 近红外水分仪器在线动态测量范围为 0%~2%时, 误差最大不超过 0.2%, 多次平均误差为 0.08%, 可见其稳定性无法实现 0.1%以下的微量水分的精确测量^[2]。

笔者基于近红外水分检测原理设计在线水分检测装置, 应用在火炸药连续干燥工序中, 通过对多种取样方式的分析对比, 得到较优的取样方法, 经过反复实验, 得到最佳标定修正方法, 提高了检测精度。

1 近红外水分检测原理

水分子不是静止的, 当遇到特定的能量带时会

振动。水分子中束缚 2 个氢原子与氧原子的键会伸展、收缩或以其他形态扭曲, 需要外来的能量引起这些振动, 需要的能量遍及整个电磁光谱的特定波段。在整个光谱的不同部位, 有一些吸收波段十分强烈, 也有一些十分微弱。在光谱的近红外部位, 该等波段对于水分子特别强烈, 如图 1 中 NIR 特定波长的近红外线(特定测量波段 1 940 nm)。在特定波长下, 反射回去的近红外线能量和物料中水分子吸收的近红外线能量成反比, 根据能量的损失量计算出被测物料的含水率^[3]。

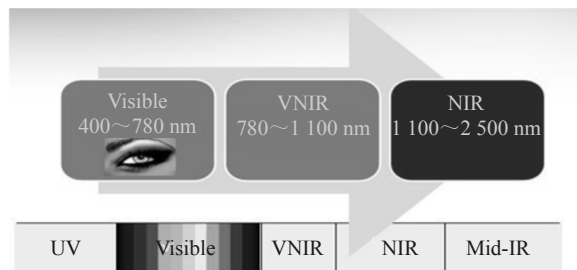


图 1 光谱中的近红外线

以某种炸药产品为例, 其主要组分为硝化甘油、硝酸铵及水。如图 2 所示, 对这 3 种组分吸收近红

收稿日期: 2021-01-07; 修回日期: 2021-02-25

作者简介: 张向南(1986—), 女, 吉林人, 硕士, 工程师, 从事计算机技术与应用研究。E-mail: Zhangxiangnan0335@163.com。

外光的程度进行对比分析,可以看出:硝化甘油及硝酸铵在近红外光线波长 1 940 nm 波段时,其吸光度在 10%,而水的吸光度达到 65%以上,远高于硝化甘油和硝酸铵的吸光度^[4]。

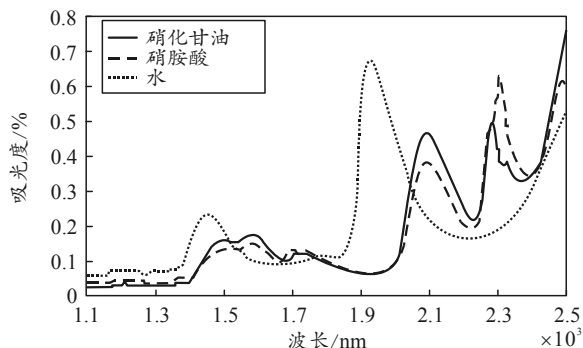


图2 波长与吸光度关系曲线

水分含量检测原理如图3所示。

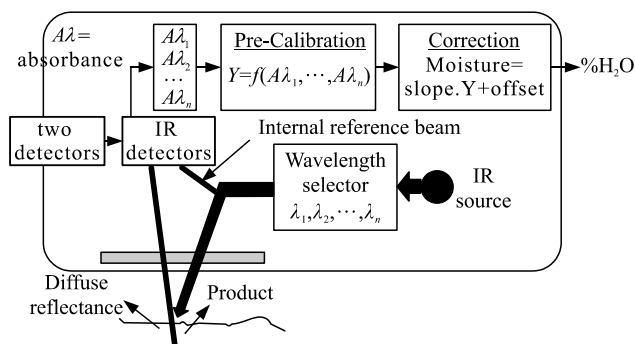


图3 水分含量检测原理

红外光源通过波长选择器,选择合适的波长 λ_n 的近红外光,照射在炸药药粒表面,一部分被炸药组分中水分子吸收;另一部分反射至红外探测器检测,其间存在光损:部分被药粒漫反射损失,部分被炸药除水分子外的化学组分吸收。标定校准得到特定波长吸光度与水分含量间关系: $Y=f(A\lambda_1, A\lambda_2, \dots, A\lambda_n)$ 。其中,吸光度 $=A\lambda$ (比例常数 \times 特定近红外波长),水分含量 $=\text{slop} \times Y + \text{offset}$;因此,近红外水分探测器检测的关键在于标定校准函数的选取,以及水分含量 slop 斜率和 offset 偏移量的设置^[5]。

根据检测原理分析影响检测精度因素如下:

- 1) 当药粉表面不平整,起伏较大时,增大了药粒的漫反射,将增加近红外光的损失。
- 2) 外界日光干扰将改变光源投射光的能量和吸光度。
- 3) 水分探测器与药粉物料的高度。
- 4) 深色药粉吸光度要比浅色药粉高,损失比浅色药粉多,即检测精度与药粉颜色有关。
- 5) 探测器标定校准曲线的选取。当选取的标准

样本越精确,得到的 Y 值曲线越精确。

为解决以上问题,笔者研制了一种如图4所示的水分自动检测装置,总体结构主要集成了近红外水分检测仪、取样机械臂及气动传动系统、计算机工作站及自动控制系统、防爆控制箱、机架、护罩等软硬件设备。

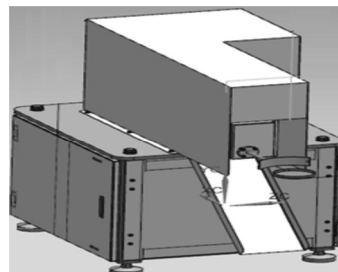


图4 水分检测装置结构

设计接料刮料机构解决药粉不平整问题,减少漫反射带来近红外光的损失。接料圆盘检测位置两侧设计不锈钢护板,用以遮挡外界日光,减弱日光干扰,同时具有一定粉尘防护功能。

2 标准样本取样方法对比

探测器检测精度取决于样本的精确度,基于火炸药生产厂家现有条件^[6],采用烘干称重方法获取标准样本。实施应用中,烘干称重取样时间较长,1 h 得到一种样本。按照危险品管理规定,生产现场炸药取药量被限定,且标定过程需 5 种样本以上,不同时刻环境吸收空气中水含量不同,增加了取样难度^[7-8]。基于此种情况,笔者经过大量实验,总结 5 种取样方法,对比分析如下:

1) 加水搅拌法。

取样步骤:取样炸药药粉 100 g,水分含量约 0.03%,加入水搅拌,烘箱烘干 1 h 得到的样品。

存在问题:发现样品一致性差,即一份样品中一部分药粉湿度偏高,另一部分药粉湿度偏低,湿度偏差小于 1%。

存在现象:利用水分仪检测同一样本,翻动药粉后得到的水分含量偏差较大。

原因:加水搅拌方式并不能完全使物料充分吸收水分,部分药粉吸收多,部分药粉吸收少。

测试结论:该方法不能用于检测。

2) 原线取样(测试 1)。

取样步骤:取未经任何处理的炸药药粉 100 g,水分含量 10%左右,将 20 g 加入烘箱,烘 1 h,原药粉含水量为 10.94%;同时将 80 g 加入烘箱,烘 1 h,原药粉含水量为 10.95%。烘完后,取 80 g 测

试, 测试后将样本 80 g 加入烘箱, 烘 1 h, 原药粉含水量为 0.6%; 同时将 20 g 加入烘箱, 烘 1 h, 原药粉含水量为 0.03%。

存在现象: 利用水分仪检测 20 g 和 80 g 2 类样本, 在标定校准曲线时, 无法得到最优曲线。

存在问题: 不同药量药粉同时烘 1 h, 计算得到水分含量值偏差较大。

测试结论: 不同质量的药粉, 不宜用以检测。

3) 原线取样(测试 2)。

取样步骤: 取未经过任何处理的炸药药粉 200 g, 水分含量 10% 左右, 取 30 g 测试样 1 送至水分探测仪进行检测。

同时取 30.000 2 g, 烘 1 h, 失水 2.695 g, 水分值 = $100 \times 2.695 / 30.000 = 8.983\%$, 测试样 1 含水量为 8.98%。该品为测试样 2。

同时取 30.000 1 g, 烘 2 h, 失水 2.756 8 g, 水分值 = $100 \times (2.7568 - 2.695) / (30.0001 - 2.695) = 0.226\%$, 测试样 2 含水量为 0.226%。该品为测试样 3。

同时取 30.000 5 g, 烘 3 h, 失水 2.773 0 g, 水分值 = $100 \times (2.7730 - 2.7568) / (30.0005 - 2.7568) = 0.059\%$, 测试样 3 含水量为 0.059%。该品为测试样 4。

对测试样 4, 烘 1 h, 计算得到测试样 4 水分含量为 0.042%, 烘后样品为测试样 5。

对测试样 5, 烘 1 h, 计算得到测试样 5 水分含量为 0.038%。

测试结论: 上述样品满足取样要求。最终得到 5 组水分含量的标准样品。测试样 1 含水量 8.98%, 测试样 2 含水量 0.226%, 测试样 3 含水量 0.059%, 测试样 4 含水量 0.042%, 测试样 5 含水量 0.038%。

3 标准样本标定过程

如图 5 所示, 近红外水分检测仪为德国 RGI XIR4-WS21, 仪表的标定软件 XIR NIR V1.10。

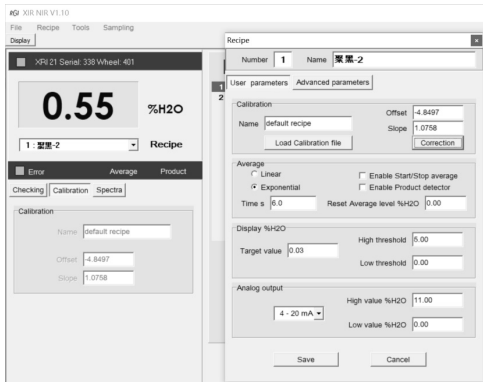


图 5 XIR NIR 配方设置

以测试样 2(0.226%)和测试样 5(0.038%)为样本进行标定。将 30 g 含水量为 0.226%样品通过原型玻璃器皿放入药勺内, 使得样品厚度和药勺厚度相同(模拟生产时药粉铺满整个药勺)。放入器皿后显示值不停变化, 当处于稳定时, 点击 StartSampling 按钮进行采样, 进度条完成后, 点击 Save 保持此次样本, 填写 Sample name 样本名称和 Moisture 样本已知的水分含量, 建议样本名称按照图 6 所示命名规则, 0.04-1, 0.04-2, 0.04-3, 0.04-4 代表样本每翻动 1 次待指示值稳定后连续采 4 次样, 建议每种样品翻动 4 次以上, 即每种样品至少 16 次采样。

Line	Date/Time	Sample name	Moisture	Filter 1	Filter 2	Filter 3	Filter 4	Temp	Energy
1	20190320 14:49:30	0.04-1	0.04	1.00000	0.87409	0.83011	0.83824	0.0	2244.8
2	20190320 14:49:52	0.04-2	0.04	1.00000	0.87407	0.82991	0.83848	0.0	2244.7
3	20190320 14:50:19	0.04-3	0.04	1.00000	0.87401	0.82989	0.83848	0.0	2244.4
4	20190320 14:50:33	0.04-4	0.04	1.00000	0.87415	0.82989	0.83855	0.0	2244.4
5	20190320 14:51:19	0.04-1	0.04	1.00000	0.87328	0.82850	0.83743	0.0	2201.6
6	20190320 14:51:30	0.04-2	0.04	1.00000	0.87316	0.82825	0.83730	0.0	2201.6
7	20190320 14:51:42	0.04-3	0.04	1.00000	0.87304	0.82817	0.83735	0.0	2201.4
8	20190320 14:51:59	0.04-4	0.04	1.00000	0.87308	0.82821	0.83742	0.0	2201.4
9	20190320 14:52:37	0.04-1	0.04	1.00000	0.87319	0.83145	0.83868	0.0	2241.0
10	20190320 14:52:52	0.04-2	0.04	1.00000	0.87546	0.83182	0.84015	0.0	2241.6
11	20190320 14:53:03	0.04-3	0.04	1.00000	0.87511	0.83128	0.83993	0.0	2240.7
12	20190320 14:53:14	0.04-4	0.04	1.00000	0.87508	0.83118	0.83984	0.0	2240.5
13	20190320 14:53:53	0.04-1	0.04	1.00000	0.87341	0.82811	0.83782	0.0	2206.4
14	20190320 14:54:38	0.04-2	0.04	1.00000	0.87335	0.82850	0.83785	0.0	2206.0
15	20190320 14:55:04	0.04-3	0.04	1.00000	0.87329	0.82863	0.83811	0.0	2206.1
16	20190320 14:55:22	0.04-4	0.04	1.00000	0.87329	0.82837	0.83793	0.0	2206.5
17	20190320 14:57:04	0.04-1	0.04	1.00000	0.87389	0.82919	0.83841	0.0	2203.8
18	20190320 14:57:17	0.04-2	0.04	1.00000	0.87396	0.82915	0.83848	0.0	2203.8

图 6 XIR NIR 采样标定

标定注意事项:

- 1) 标定过程样本需一致性好, 不得出现同一份样本 Energy(代表探头反射光的能量)偏差较大现象。一般情况 Energy 越大水分含量值越小。
- 2) 标定过程样本需多次翻动, 使得该类样品均接受到采样。
- 3) 标定过程样本需铺满药勺(光斑完全铺满)。
- 4) 标定过程探头需吹气降温, 不宜长时间过热产生温漂影响标定。

XIR NIR 校准修正图如图 7 所示。

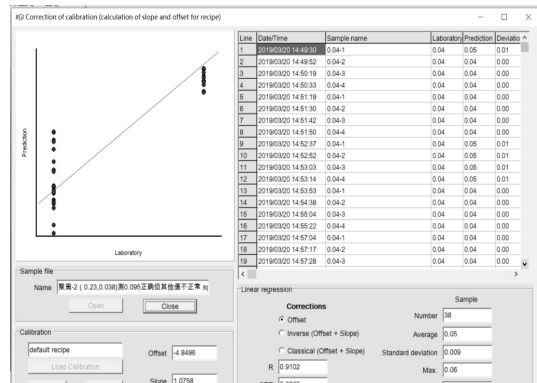


图 7 XIR NIR 校准修正

Recipe-Edit-Recipe-Calibration-Correction-Open-采样样本文件导入, 上述曲线 X 轴表示样品已

知水分值，Y 轴表示系统预测的水分值。通过选择 Offset/Inverse/Classical 项选择拟合较好的曲线，点击 Save 按钮保存。

拟合曲线的选取：如图 7 所示，数据表中 Laboratory 为样品值，Prediction 为预测值，Deviation 为偏差值。查看该偏差值，当数据表各项 Deviation 偏差值均小于等于 0.02，则该曲线为最佳曲线；若 50%的 Deviation 偏差值大于等于 0.02，建议重新采样标定。

表 1 近红外检测结果记录

测试次数	标定范围	烘箱法检测值	装置显示值	偏差	测试次数	标定范围	烘箱法检测值	装置显示值	偏差
1	0.040~0.230	0.226	0.22	-0.01	1	0.038~0.060	0.042	0.05	0.01
2	0.040~0.230	0.226	0.21	-0.02	2	0.038~0.060	0.042	0.05	0.01
3	0.040~0.230	0.226	0.21	-0.02	3	0.038~0.060	0.042	0.06	0.02
4	0.040~0.230	0.226	0.21	-0.02	4	0.038~0.060	0.042	0.05	0.01
1	0.040~0.230	0.095	0.10	0.01	1	0.038~0.060	0.038	0.04	0
2	0.040~0.230	0.095	0.11	0.02	2	0.038~0.060	0.038	0.05	0.01
3	0.040~0.230	0.095	0.09	-0.01	3	0.038~0.060	0.038	0.04	0
4	0.040~0.230	0.095	0.10	0.01	4	0.038~0.060	0.038	0.04	0
1	0.040~0.230	0.059	0.08	0.02	1	0.042~0.059	0.059	0.06	0
2	0.040~0.230	0.059	0.09	0.03	2	0.042~0.059	0.059	0.05	-0.01
3	0.040~0.230	0.059	0.09	0.03	3	0.042~0.059	0.059	0.06	0
4	0.040~0.230	0.059	0.10	0.04	4	0.042~0.059	0.059	0.05	-0.01
1	0.040~0.230	0.038	0.04	0	1	0.042~0.059	0.042	0.04	0
2	0.040~0.230	0.038	0.05	0.01	2	0.042~0.059	0.042	0.04	0
3	0.040~0.230	0.038	0.04	0	3	0.042~0.059	0.042	0.04	0
4	0.040~0.230	0.038	0.06	0.02	4	0.042~0.059	0.042	0.04	0
1	0.038~0.060	0.059	0.06	0	1	0.042~0.059	0.038	0.03	-0.01
2	0.038~0.060	0.059	0.07	0.01	2	0.042~0.059	0.038	0.03	-0.01
3	0.038~0.060	0.059	0.06	0	3	0.042~0.059	0.038	0.04	0
4	0.038~0.060	0.059	0.07	0.01	4	0.042~0.059	0.038	0.03	-0.01

通过测试验证可以看出：当标定范围偏差为 0.040~0.230 时，测试值偏差较大；当标定范围偏差为 0.038~0.060 时，测试值偏差较小；当标定范围偏差为 0.042~0.059 时，测试值偏差更小。由此可得：当水分含量在 0.038~0.060 范围及 0.042~0.059 范围时，得到的测量精度小于等于 0.02%，满足技术指标要求。通过本次实验可得到水分含量小于等于 0.1%、标定范围偏差小于等于 0.02 范围时，检测精度可达到 0.02%。

5 结束语

通过近红外水分检测原理分析可知，该方法在检测过程中，药粉表面需平整，以减少漫反射损失，尽量避免外界日光干扰，取标准样本的精确度对最终检测精度影响较大。经过大量实验，总结出烘箱法的取样过程满足检测精度要求：当取样标定的范围很小时，取样标定后的检测结果比较理想，检测精度小于等于 0.02%。该研究对近红外水分检测方

4 应用结果

结合上节烘箱的逐次烘干，得到 5 组水分含量数据表明，测试样 1 含水量 8.98%，经过近红外水分检测装置复测，使得偏差大于 0.2，而除去该测试样，得到以下结果。

按药粉测量指标要求，合格品小于 0.1%，不合格品等于 0.1%，针对不同标定范围，采用烘箱法得到的标准值，与近红外水分检测对比分析，测试结果如表 1。

法在火炸药行业的应用具有指导意义。

参考文献：

- [1] 刘锡朋, 汪炼, 王国英. 热脱水纤维素硝化脂含水量近红外在线自动检测[J]. 兵工自动化, 2010, 29(6): 85-86, 96.
- [2] 巩军, 余咸早, 胥健. 一种在线微量水分检测自动检测装置[J]. 兵工自动化, 2019, 38(8): 69-73.
- [3] 董守龙, 任芊, 黄友之. 近红外光谱分析技术的发展与应用[J]. 化工生产与技术, 2015, 8(6): 42-44.
- [4] 郝建亮. 火药微量水分在线检测系统的设计[D]. 太原: 中北大学, 2014: 32-38.
- [5] 范丛山. 基于近红外光谱的小麦水分检测仪设计[J]. 电子器件, 2019, 42(2): 525-529.
- [6] 王子焯, 李定刚, 张瀚铭. 火炸药行业装药装配产线物料管理系统[J]. 兵工自动化, 2020, 39(12): 89-92.
- [7] 吕刚, 王鹏, 陶成龙, 等. 弹药加工高精密度机构设计与应用[J]. 兵工自动化, 2020, 39(12): 17-20.
- [8] 齐铭, 肖勇, 黄求安, 等. 炸药共晶工程自动化的几种方法[J]. 兵工自动化, 2020, 39(2): 66-67.