

doi:10.3969/j.issn.1001-8352.2025.02.007

一种用于固体推进剂样品无机组分含量测定的绿色预处理技术*

程秋霞 薛小慧 李佳佳 张慧 廉建彪
山西北方兴安化学工业有限公司(山西太原,030008)

[摘要] 利用密闭红外加热消解技术与化学法吸收酸烟相结合的绿色预处理方法,对需测定无机组分含量的固体推进剂样品进行了湿法分解预处理,并吸收反应产生的有害酸烟。结果表明:红外加热硝化时,以电炉10%功率预热5 min后,以30%功率加热30 min,再以70%功率持续加热40 min,测得推进剂中燃烧催化剂的含量符合要求;当以电炉10%功率预热5 min后,以30%功率加热30 min,再以50%功率持续加热60 min,测得推进剂中炭黑的含量符合要求;用质量分数为30%的碱液进行两级吸收,实现了酸烟的零排放。该方法操作简单,准确度和精密度高,可用于固体推进剂无机组分含量测定过程中样品的预处理。

[关键词] 固体推进剂;酸烟;红外加热硝化;绿色预处理

[分类号] TQ560.7

A Green Pretreatment Technique for Determination of the Content of Inorganic Components in Solid Propellants

CHENG Qiuxia, XUE Xiaohui, LI Jiajia, ZHANG Hui, LIAN Jianbiao
Shanxi North Xing'an Chemical Industry Co., Ltd. (Shanxi Taiyuan, 030008)

[ABSTRACT] A green pretreatment method combining sealed infrared heating digestion technology with chemical absorption of acid fume was used to wet decompose and pretreat solid propellant samples that require determination of inorganic component content, and absorb harmful acid fume generated by the reaction. The results show that during infrared heating nitration, the content of combustion catalyst in the propellant meets the requirements by preheating for 5 min at 10% power of the electric furnace, heating for 30 min at 30% power, and then continuously heating for 40 min at 70% power. After preheating with an electric furnace at 10% power for 5 min, heating at 30% power for 30 min, and then continuously heating at 50% power for 60 min, the content of carbon black in the propellant meets the requirements. Zero emission of acid fume was achieved through two-stage absorption using alkaline solution with a mass fraction of 30%. The method is easy to operate, with high accuracy and precision, and can be used for sample pretreatment in the determination of inorganic component content in solid propellants.

[KEYWORDS] solid propellant; acid fume; infrared heating nitration; green pretreatment

0 引言

固体推进剂是一种具有特定性能的含能复合材料,是导弹、空间飞行器等各类固体发动机的动力源。按配方组成可分为复合推进剂、双基推进剂和改性双基推进剂等。改性双基推进剂在双基推进剂组分中加入了固体氧化剂、高能炸药、金属燃料等,以提高能量性能。固体推进剂的配方主要包括硝化

棉、含能增塑剂、化学安定剂、弹道稳定剂、燃烧催化剂。其中,燃烧催化剂和弹道稳定剂一般为无机组分,如铅盐、铜盐、炭黑等。随着科技的进步,对固体推进剂的品控愈发严格,要求精准测定无机组分的含量,这主要依赖于样品的预处理环节^[1-2]。

对固体推进剂无机组分含量的测定通常是依据GJB 770B—2005《火药试验方法》进行。先对样品进行炭化分解预处理^[3],再通过仪器法或化学法进行定量测定。测定金属催化剂的含量时,先采用高

* 收稿日期:2023-11-26

第一作者:程秋霞(1981—),女,工程师,主要从事发射药及固体推进剂的研究。E-mail:48219162@qq.com

氯酸炭化分解样品,使金属溶解在酸液中;再采用原子吸收光谱法进行定量测定。对于弹道稳定剂炭黑含量的测定,则先采用浓硝酸对样品进行炭化分解,然后通过过滤、干燥、恒重的方法定量测定。传统的炭化分解是将样品置于分解烧瓶或烧杯中,加入一定量的酸,并置于通风柜中的电炉上,低功率加热至试样分解;待棕烟全部逸出后,改用电炉的高功率,加热至近干或分析标准规定的量时,取下烧瓶或烧杯,待冷却后进行定量分析^[4]。采用电炉加热炭化样品的效果虽直观,但操作过程中产生的酸烟会腐蚀炭化通风柜和通风管道;并且,酸烟通过管道直接排到空气中,严重污染环境。此外,由于推进剂中引入了黑索今、奥克托今等含能炸药组分,使得炭化分解时酸的使用量增加且炭化时间延长,由此会产生更多的酸烟。不同于 GJB 770B—2005 方法,可采用高氯酸和硝酸炭化分解样品^[5-6]。刘红妮等^[7]采用高氯酸和硝酸炭化分解样品后,对原子吸收分光光度法测定某推进剂中铜含量的测量不确定度进行了评定。

目前,固体推进剂行业对质量和安全的要求越来越严格。电炉加热炭化分解技术存在效率低、处理时间长、控温困难等问题,已不能满足生产发展的需要。因此,急需开发一种新的技术,以保证快速和准确地分析样品,满足自动化及人机黑的安全处理要求,并能解决传统炭化分解中存在的酸烟污染问题,实现零排放的目标。雷蓓等^[8]采用硝酸消解与微波消解相结合的预处理方法,利用火焰原子吸收光谱仪测定了某推进剂中金属元素铅、铜和钙的含量。曹晔等^[9]建立了石墨炉原子吸收法测定肼类推进剂中锌、铁、铬、锰、铅、镍、铝、铜、钛等金属的含量,无需样品预处理,灵敏度高且快速、准确。

全自动智能凯氏定氮仪可用于军工行业的硝化棉含氮量的测定^[10-11]。在使用定氮仪测定之前,一般先采用自动消解仪完成样品前处理的硝化工作,此过程与实验室采用的炭化分解方法类似^[12-13],但安全性与自动化程度更高。自动消解仪的工作原理主要是利用红外辐射进行加热和分解有机物质^[14]。在红外辐射加热中,热源体的辐射强度一直是均匀的^[15],应用到红外消解设备中,能够通过调整功率更准确地控制消解时的温度变化,从而达到分析试验的预处理要求^[16-17]。目前的固体推进剂预处理技术不仅能大幅提高处理效率,而且能降低人为干预带来的误差,使测定结果更具重复性与可靠性。但是,没有考虑酸烟污染的问题。

结合固体推进剂易燃、易爆的特殊性质和传统

炭化分解技术存在的问题,将凯氏定氮法自动消解技术与化学法吸收酸烟相结合,提出了一种绿色、环保的固体推进剂炭化分解技术。

1 设备改型

为满足对加热方式、加热时间、爆炸风险、抗酸烟腐蚀等多方面的需求,采用凯氏定氮法自动消解技术中的 TTs 型 Gerhardt 红外加热硝化设备对固体推进剂样品进行预处理;并加装了涤气装置,吸收产生的酸烟。将改型后的红外加热硝化方法与电炉炭化分解方法的优、缺点进行对比,具体见表 1。

表 1 红外加热硝化与电炉炭化分解方法的对比

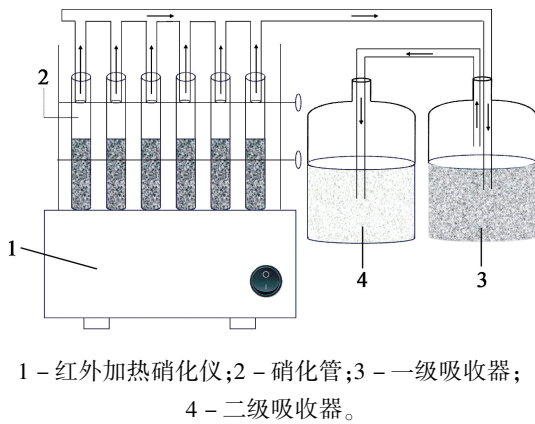
Tab. 1 Comparison of infrared heating nitration method and electric furnace carbonization and decomposition method

方法	优点	缺点
电炉炭化分解法	1) 样品剩余液体体积直观,消解速度快; 2) 硝化过程不产生废液	1) 明火加热不安全,酸烟腐蚀通风设施,直排污染环境,操作人员易吸入酸烟; 2) 炭化过程控温因人而异,易炭化不完全或将液体炭干,硝化过程复现性差; 3) 一次只能处理 1 批样品
红外加热硝化法	1) 样品不接触明火,无酸烟腐蚀,操作过程安全; 2) 按照设定程序加热,硝化过程重复性高; 3) 能同时处理 6 批样品	1) 剩余液体体积判断不直观,需重复试验确定加热程序; 2) 吸收酸烟的废液需集中处理

从表 1 中可以看出:从对环境的影响、人员的安全、样品分析效率和试验过程的准确性等角度来看,选择红外加热硝化的方式更加合适。

使用改型后的设备进行样品预处理,主要包含 2 个部分:硝化过程和酸烟吸收,如图 1 所示。

1) 硝化过程。采用红外加热的方式,用高氯酸或浓硝酸硝化样品,将推进剂中的有机物转化成氮氧化物、碳氧化物等,随着酸烟排出;酸烟是由酸蒸气和 水蒸气形成的细小雾滴,在硝化过程中,先用电炉低功率预热;待样品充分浸润时,转电炉中功率加热;硝化管内产生的棕烟由淡变浓、再缓慢变白,待棕烟完全逸出后,转电炉大功率加热保持微沸状态;



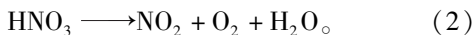
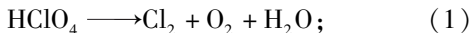
1 - 红外加热硝化仪; 2 - 硝化管; 3 - 一级吸收器;
4 - 二级吸收器。

图1 流程示意图

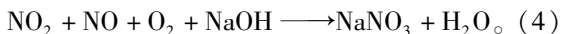
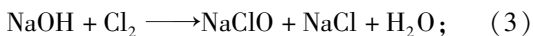
Fig.1 Schematic diagram of the process

至液体体积近干或至规定体积后,结束加热,冷却。

在开始硝化时,硝化管内会观察到棕烟由淡变浓。在常压、122 ℃时,硝酸 HNO_3 和水 H_2O 形成恒沸混合物,也可能观察到黄烟。这是因为含能物质或 HNO_3 分解生成 NO_2 , 少量的 NO_2 溶于浓酸中,显黄色。140 ℃左右时,会观察到硝化管口冒白烟,随着温度升高,白烟逐渐充满管内。达到 203 ℃时,高氯酸 HClO_4 和 H_2O 形成恒沸混合物,此时仅管口冒烟。恒沸化合物蒸发时,也伴随着 HClO_4 、 HNO_3 的分解,如式(1)、式(2)所示。硝化加热产生的有害气体和酸烟主要成分为 HNO_3 、 HClO_4 、 Cl_2 、 NO_x 。



2) 酸烟吸收。硝化加热产生的有害气体和酸烟经抽吸装置导入一级吸收器和二级吸收器。一、二级吸收器内均装有氢氧化钠 NaOH 溶液。一级吸收器主要用于吸收除酸烟颗粒以外的酸性气体,具体化学反应式为



产生的酸烟颗粒直径为 0.3 ~ 1.0 μm , 表面张力较大,不溶于 NaOH 溶液。所以,酸烟颗粒经一级吸收器之后不能被去除,仅是被浸湿,使自身颗粒直径变大。在二级吸收器内, NaOH 溶液与 HClO_4 或 HNO_3 发生酸碱中和反应。



2 试验部分

2.1 试剂与仪器

高氯酸溶液,体积比 $V(\text{高氯酸}) : V(\text{水}) = 2 :$

1; 浓硝酸。

容量瓶, 100 mL; 天平, 精度 0.000 2 g; 干燥器; 滤杯, G2、G4; 抽滤装置, 1 000 mL; 烘箱, 控温精度 $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$; TTS 型红外加热硝化仪和涤气装置, 带 12 支硝化管, 德国 Gerhardt; AAnalyst 400 型原子吸收分光光度计, 美国 PerkinElmer。

2.2 试验过程

2.2.1 样品准备

按照 GJB 770B—2005 方法 101.1, 用刮刀将试样处理成花片状, 厚度应符合提取要求; 含黑索今的样品采用全量取样方法将花片直接刮至容器中。

2.2.2 样品红外加热硝化过程

将准备好的样品加入硝化管中, 倒入一定量的酸, 将硝化管放入硝化管架中。若一次处理的样品不够 6 批, 管架中其余位置放空硝化管, 以使设备自带的硝化管位置都被占用。这样做的目的是维持整个加热腔内的温度分布更均匀; 此外, 若有空置的位置, 可能导致局部温度偏低, 形成冷点, 不仅影响消解效率, 还可能造成样品间的结果差异。然后, 打开供水系统, 将硝化管架放入加热腔体中, 根据推进剂易燃、易爆的特点, 以电炉低功率预热、中功率加热缓慢分解、大功率加热浓缩酸液的加热方法设定程序, 进行样品预处理, 加热过程中剩余的硝化时间会显示在显示屏上。硝化完成后, 样品冷却至不再有酸烟逸出, 方可卸下硝化管。

推进剂中燃烧催化剂含量测定的炭化分解要求为: 取 0.2 g 推进剂, 置于硝化管中, 加入 10 mL 高氯酸, 加热消解试样, 当酸液剩余 2 ~ 3 mL 后, 定量测定^[18]。推进剂中炭黑含量测定的炭化分解要求为: 取 2 ~ 3 g 推进剂, 经乙醚在 G2 滤杯中提取后, 将残渣置于硝化管中, 加入 20 mL 浓硝酸, 加热至硝酸剩 10 mL 左右, 冷却并进行定量测定。

2.2.3 样品组分含量测定

推进剂中燃烧催化剂含量的测定(以某产品中铅盐和铜盐为代表): 将红外加热硝化后的样品完全转移至 100 mL 容量瓶中定容, 利用原子吸收分光光度计进行定量测定。

推进剂中炭黑含量测定: 将红外加热硝化后的样品, 加入 50 mL 热的蒸馏水, 缓慢转移、抽滤至已恒重的 G4 滤杯中; 多次以热蒸馏水洗涤硝化管, 将洗涤液一并倒入滤杯中抽滤, 用热蒸馏水洗涤滤杯, 直至用二苯胺-硫酸溶液检查不变色(即无硝酸根离子)为止; 将盛有炭黑的滤杯置于 110 ~ 120 ℃ 的烘箱中干燥 1 h, 取出滤杯, 置于干燥器中冷却至室温后称量; 以后, 每次干燥 30 min, 取出滤杯, 置于干燥

器中冷却至室温后称量,直至连续两次的质量差 $\leq 0.0005\text{ g}$,计算出炭黑含量。

3 结果与讨论

3.1 红外加热硝化参数确定

为了确定适宜的红外加热硝化的电炉功率参数,以推进剂中的燃烧催化剂和炭黑为研究对象,根

据样品定量预处理要求、酸烟现象和碱液吸收情况,结合推进剂电炉炭化分解经验,设定电炉低(10%)、中(30%)、高(70%)功率3阶段程序加热方式,进行样品预处理。设定了不同的硝化程序,对某推进剂样品进行测试,并与电炉炭化分解结果 $w_{\text{电}}$ 进行对照,试验结果见表2~表3。

由表2可知,采用电炉炭化加热的方法,测得的推进剂样品的铅盐质量分数为0.48%,铜盐质量分

表2 红外加热硝化参数对燃烧催化剂含量的影响

Tab.2 Influence of parameters of infrared heating nitration method on the content of combustion catalyst

方案	硝化参数			剩余体积/mL	试验现象	$w/\%$		$w_{\text{电}}/\%$	
	程序	加热功率/%	加热时间/min			铅盐	铜盐	铅盐	铜盐
I	1 [#]	10	2		未出现棕烟				
	2 [#]	30	15		2 min 后出现棕烟	0.30	0.22	0.48	0.32
	3 [#]	70	30	4~5	酸烟由浓变淡				
II	1 [#]	10	2		未出现棕烟				
	2 [#]	30	15		2 min 后出现棕烟	0.40	0.27	0.48	0.32
	3 [#]	70	40	2~3	酸烟由浓变淡				
III	1 [#]	10	5		开始出现棕烟				
	2 [#]	30	30		20 min 后酸烟变淡	0.43	0.30	0.48	0.32
	3 [#]	70	30	3~4	未见明显棕烟				
IV	1 [#]	10	5		开始出现棕烟				
	2 [#]	30	30		20 min 后酸烟变淡	0.47	0.32	0.48	0.32
	3 [#]	70	40	1~2	未见明显棕烟				

表3 红外加热硝化参数对炭黑含量的影响

Tab.3 Influence of parameters of infrared heating nitration method on the content of carbon black

方案	硝化参数			剩余体积/mL	试验现象	$w/\%$	$w_{\text{电}}/\%$
	程序	加热功率/%	加热时间/min				
I	1 [#]	10	5		开始出现棕烟		
	2 [#]	30	30		20 min 后酸烟变淡, 30 min 后酸烟全部逸出	1.09	0.83
	3 [#]	50	40	12~13	未见明显棕烟		
II	1 [#]	10	5		开始出现棕烟		
	2 [#]	30	30		20 min 后酸烟变淡, 30 min 后酸烟全部逸出	0.85	0.83
	3 [#]	50	60	7~8	未见明显棕烟		
III	1 [#]	10	5		开始出现棕烟		
	2 [#]	30	30		20 min 后酸烟变淡, 30 min 后酸烟全部逸出	0.72	0.83
	3 [#]	70	40	8~9	未见明显棕烟		
IV	1 [#]	10	5		开始出现棕烟		
	2 [#]	30	30		20 min 后酸烟变淡, 30 min 后酸烟全部逸出	0.56	0.83
	3 [#]	70	60	3~4	未见明显棕烟		

数为0.32%。对于燃烧催化剂的测定,方案I、II、III测定的铅盐、铜盐的含量偏低,不符合红外消解的结果与传统电炉炭化结果分析误差的允许范围($\leq 0.05\%$)^[19]。而方案IV测定的铅盐质量分数为0.47%,铜盐质量分数为0.32%。因此,燃烧催化剂的测定采用方案IV的参数。方案I、II、III红外消解造成测定结果偏低,主要是因为:电炉低功率(10%)加热2 min,预热不充分,未观察到棕烟逸出,样品内部达不到充分氧化所需的高温,铅盐、铜盐无法转换成可测定的形式;电炉中功率(30%)加热时间不够,对于某些难分解的有机铅、铜化合物分解不充分,会导致测定结果偏低;电炉高功率(70%)加热时间短,酸液浓缩时长较短,剩余液体量不符合定量需求,测得的结果也偏低。

由表3可知,采用电炉炭化加热的方法测得的推进剂样品的炭黑质量分数为0.83%。对于炭黑的测定,方案I、III、IV测定的炭黑含量不符合红外消解的结果与传统电炉炭化结果分析误差的允许范围($\leq 0.10\%$)^[19]。电炉低、中功率的加热参数按照炭黑的参数设定,高功率加热时间较短时,炭化不完全,导致过滤出的炭黑混入其他杂质,从而结果偏高;高功率加热温度太高时,部分炭黑无法凝聚,导致颗粒小的炭黑被过滤掉,造成结果偏低。而方案II测定的炭黑质量分数为0.85%,炭黑的测定采用方案II的参数。

3.2 碱液浓度与使用周期确定

根据环保要求,利用酸碱中和原理对试验中产生的酸烟进行过滤、吸收。吸收酸烟的碱液为NaOH水溶液。配置不同浓度的碱液,在硝化试验中观察一级和二级吸收器中气泡鼓泡和硝化管内酸烟滞留情况,判断碱液对酸烟的吸收效果;按照每天分析5批燃烧催化剂和5批炭黑的量进行消解试验,通过测定吸收碱液的pH,确定碱液的更换频率。具体结果见表4。

分析表4数据可知:当碱液浓度太高时,鼓泡速

度慢,有酸烟滞留在硝化管中;当碱液浓度较低时,更换频率太快,较多废液需要集中处理,不满足环保要求。碱液质量分数按照30%配制比较合理,气泡鼓泡速度适中,且酸烟排烟通畅,对酸烟的吸收效果好;一级吸收碱液10 d更换,二级吸收碱液15 d更换,频率适中。实际使用过程中应根据样品量调整碱液的更换频率。

3.3 样品重复性试验

利用2种推进剂样品,采用3.1和3.2中确定的红外加热硝化参数及碱液浓度,测定其中的燃烧催化剂及炭黑含量,进行重复性试验,结果见表5。

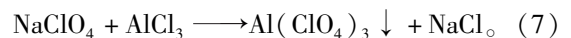
从表5可看出,采用3.1和3.2中确定的红外加热硝化参数及碱液浓度,测得的2种样品的催化剂及炭黑含量,相对标准偏差较小,精密度高;与传统电炉炭化分解的测定结果相比,在分析误差允许范围内^[19],准确度高。

3.4 废液处理

随着NaOH溶液对有害气体和酸烟吸收时间的增长,碱液中NaClO、NaClO₄和NaNO₃的含量增多,碱性逐渐降低。当pH \approx 8时,对酸烟的吸收能力减弱,需更换吸收的碱液,并对产生的废液进行处理。

一级吸收器内,废液的成分主要包括NaOH、NaClO、NaNO₃。将此废液加热至80℃以上进行浓缩。浓缩过程中,NaClO分解成NaCl和NaClO₃,NaCl可采用结晶析出并过滤除去,过滤后的碱液碱性增加。可以重复使用,继续吸收有害气体,直至废液中的NaClO₃、NaNO₃达到饱和。在20~25℃条件下,从废液中结晶析出并过滤除去。该工艺简单,易于操作,而且碱液的循环使用大大降低了有害气体以及废水的处理成本,经济可行。

二级吸收器中废液的主要成分为NaClO₄、NaNO₃。处理废液中的NaClO₄时,将pH调节至9左右,加入AlCl₃混凝剂进行混凝沉淀:



过滤后的溶液采用浓缩、结晶的方法去除

表4 碱液浓度和使用时间对酸烟吸收效果的影响

Tab.4 Influence of alkaline concentration and usage time on the absorption of acid fume

$w(\text{NaOH})/\%$	一级吸收碱液		二级吸收碱液		气泡鼓泡速度/ (个 \cdot s ⁻¹)	现象
	使用时间/d	最终 pH	使用时间/d	最终 pH		
10	4	8	7	8	4.0	酸烟排烟通畅
20	7	8	11	8	4.0	酸烟排烟通畅
30	10	8	15	8	3.0	酸烟排烟通畅
40					0.5	有酸烟滞留在加热硝化管中

表 5 推进剂样品中的燃烧催化剂及炭黑含量

Tab. 5 Content of combustion catalyst and carbon black in propellant samples

测定次数	样品 1 [#]			样品 2 [#]			%
	w(铅盐)	w(铜盐)	w(炭黑)	w(铅盐)	w(铜盐)	w(炭黑)	
1	2.77	0.95	0.83	3.72	0.64	0.63	
2	2.74	0.92	0.85	3.75	0.62	0.59	
3	2.74	0.92	0.85	3.72	0.62	0.63	
4	2.76	0.93	0.82	3.76	0.64	0.61	
5	2.75	0.94	0.88	3.74	0.62	0.60	
6	2.75	0.93	0.86	3.73	0.61	0.60	
平均	2.75	0.93	0.85	3.74	0.63	0.61	
极差	0.03	0.03	0.06	0.04	0.03	0.04	
相对标准偏差 D_{RS}	0.42	1.25	2.52	0.44	1.96	2.74	
电炉炭化分解法结果	2.78	0.93	0.81	3.75	0.60	0.60	
2 种方法误差	0.03	0	0.04	0.01	0.03	0.01	

NaNO₃、NaCl。

4 结论

1) 红外加热硝化程序, 进行燃烧催化剂含量测定时, 方案 IV 中, 第一阶段, 以电炉功率 10% 预热 5 min, 开始出现棕烟; 第二阶段, 升高功率至 30%, 加热 30 min 至棕烟全部逸出; 第三阶段, 升高电炉功率至 70%, 加热 40 min, 浓缩酸液; 进行炭黑含量的测定时, 方案 II 中, 第三阶段升高电炉功率至 50%, 加热 60 min, 浓缩酸液。采用此硝化程序, 测得的铅盐、铜盐、炭黑含量符合红外消解的结果与传统电炉炭化结果分析误差的允许范围。

2) 碱液质量分数按照 30% 配置。其中, 一级吸收碱液 10 d 更换; 二级 15 d 更换。实际使用过程中, 应根据样品情况对碱液更换频率进行调整, 以有效吸收加热逸出的有害气体和酸烟。

3) 采用自动红外加热消解技术与化学法吸收酸烟相结合的固体推进剂样品无机组分的绿色预处理方法, 可避免加热过程中酸烟排放腐蚀通风设施, 减少酸烟对操作人员的伤害, 达到酸烟零排放目的。

参 考 文 献

[1] 卢业友, 杨芬, 闵欣. 化学分析中试验样品的预处理技术研究进展[J]. 广州化工, 2016, 44(14): 30-32.

LU Y Y, YANG F, MIN X. Research progress on pre-treatment technology of test sample in chemical analysis [J]. Guangzhou Chemical Industry, 2016, 44(14): 30-32.

[2] 寇宗燕. 分析样品预处理技术的动态和发展趋势[J]. 甘肃教育学院学报(自然科学版), 1993(1): 58-70.

[3] 吕勇, 王莹. ICP-AES 微量元素预处理样品方法的总结[J]. 辽宁化工, 2016, 45(11): 1462-1464.

LÜ Y, WANG Y. Summary of sample pretreatment methods for determining trace elements by ICP-AES [J]. Liaoning Chemical Industry, 2016, 45(11): 1462-1464.

[4] 中国兵器工业集团公司. 火药试验方法: GJB 770B—2005 [S]. 北京: 国防科工委军标发行部, 2005.

China North Industries Group Co., Ltd. Test methods of propellants: GJB 770B—2005 [S]. Beijing: Armament Standard Press of Commission of Science Technology and Industry for National Defence, 2005.

[5] 于新杰, 杨毅, 李丽霞. 纳米 CuO 在固体推进剂中分散性的表征研究 [C]//江苏省颗粒学会 2010 年学术年会暨江苏省应用化学、生物颗粒学与粉体领域学术研讨会论文集. 泰州, 2010: 171-177.

YU X J, YANG Y, LI L X. Characterization of the nano-CuO dispersibility in the solid propellant [C]// Proceedings of the 2010 Annual Meeting of Jiangsu Particle Society and Jiangsu Provincial Symposium on Applied Chemistry, Bio-Particle Science and Powder Field. Taizhou, 2010: 171-177.

[6] 刘月娥. 纳米 CuO 在复合推进剂中的分散性研究 [D]. 南京: 南京理工大学, 2009.

- [7] 刘红妮, 罗红艳, 胡玲, 等. 原子吸收法测定某推进剂中铜含量的不确定度评定[J]. 化学分析计量, 2013, 22(4): 87-89.
LIU H N, LUO H Y, HU L, et al. Evaluation of uncertainty of the determination of copper content in propellant by atomic absorption spectrophotometry [J]. Chemical analysis and meterage, 2013, 22(4): 87-89.
- [8] 雷蓓, 张敏. 微波消解-火焰原子吸收光谱法测定某推进剂中 Pb、Cu 和 Ca 元素含量[J]. 含能材料, 2006, 14(2): 99-101.
LEI P, ZHANG M. Determination of lead, copper and calcium in propellant by flame atomic absorption spectrometry with microwave assisted digestion [J]. Chinese Journal of Energetic Materials, 2006, 14(2): 99-101.
- [9] 曹晔, 李志鲲, 秘秀丽, 等. 石墨炉原子吸收法测定肼类推进剂中九种金属杂质[J]. 分析试验室, 2002, 21(6): 18-20.
CAO Y, LI Z K, MI X L, et al. Determination of nine metal impurity in the propellant of hydrazine compounds by graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2002, 21(6): 18-20.
- [10] 宋小云. 凯氏法测定土壤全氮的方法改进[J]. 环境与发展, 2019, 31(8): 120-121.
SONG X Y. Improvement of the method for determination of total nitrogen in soil by Kjeldahl method [J]. Environment and Development, 2019, 31(8): 120-121.
- [11] 王宝童, 张勇杰. K9840 自动凯氏定氮仪测定生物膜蛋白质含量[J]. 当代化工, 2022, 51(7): 1756-1760.
WANG B T, ZHANG Y J. Determination of protein content in biological membrane by K9840 automatic Kjeldahl nitrogen determination apparatus [J]. Contemporary Chemical Industry, 2022, 51(7): 1756-1760.
- [12] 李朝英, 郑路. 2 种消解仪不同消解条件对凯氏定氮法测定结果的影响[J]. 西北农业学报, 2019, 28(9): 1485-1491.
LI Z Y, ZHENG L. Effect of different digestion conditions of two kinds of digestion instruments on the determination results of Kjeldahl method [J]. Acta Agriculturae Boreali-Occidentalis Sinica, 2019, 28(9): 1485-1491.
- [13] 颜常盛. 凯氏定氮法测定豆类粗蛋白含量的消解条件探究[J]. 世界核地质科学, 2020, 37(2): 131-135.
YAN C S. Study on the digestion conditions of crude protein content in legumes by Kay type nitrogen [J]. World Nuclear Geoscience, 2020, 37(2): 131-135.
- [14] 李工一, 秦伟, 葛世名. 红外加热 30 年[J]. 红外技术, 2003, 25(6): 73.
- [15] 谷励. 红外辐射加热技术优化应用的研究[C]//第十三届全国红外加热暨红外医学发展研讨会论文及论文摘要集. 北京: 科学出版社, 2011: 34-37.
- [16] 谢连宏. 食品中铅的红外消解-氢化物发生-原子吸收光谱测定法[J]. 环境与健康杂志, 2007, 24(11): 919-920.
XIE L H. Determination of lead in food by infrared digestion-hydride generation-atomic absorption spectrometry [J]. Journal of Environment and Health, 2007, 24(11): 919-920.
- [17] 魏松丽, 黄纪念, 张丽霞, 等. 基于主成分分析的红外预处理温度对花生油香气成分的影响[J]. 食品科技, 2022, 47(12): 149-155.
WEI S L, HUANG J N, ZHANG L X, et al. Effect of infrared pretreatment temperature on the aroma composition of peanut oil based on principal component analysis [J]. Food Science and Technology, 2022, 47(12): 149-155.
- [18] 马勤, 陆嘉星, 张贵荣. 原子吸收光谱的样品前处理方法进展[J]. 化学世界, 2007, 48(7): 431-436.
MA Q, LU J X, ZHANG G R. The development of sample preparation method in atomic absorption spectrometry [J]. Chemical World, 2007, 48(7): 431-436.
- [19] 张皋. 火炸药理化分析[M]. 北京: 中国兵器工业集团公司质量安全部, 2005.
ZHANG G. Physical and chemical analysis of pyrotechnics [M]. Beijing: Quality and Safety Department of China North Industry Group Co., Ltd., 2005.