

生物材料紫外红外复合消光性能测试

顾有林^{1,2}, 曹光华^{1,2}, 胡以华^{1,2}, 陈曦^{1,2}, 赵欣颖^{1,2}, 黄宝锬^{1,2}

- (1. 国防科技大学 脉冲功率激光技术国家重点实验室, 安徽 合肥 230037;
2. 电子制约技术安徽省重点实验室, 安徽 合肥 230037)

摘要: 针对目前消光材料实验室动态测试的现状和不足, 提出了基于单光路实现生物材料紫外、红外复合消光性能的测试装置和方法。设计和制作了生物材料紫外、红外复合消光性能的测试装置, 利用上述装置测试了真菌 LZ0926 孢子, 得到了烟幕箱自制生物材料烟幕的紫外、红外波段平均透过率及质量浓度分别为 29.597%、14.514%、0.389 g/m³, 通过数据处理系统得到了生物材料紫外、红外波段平均质量消光系数分别为 0.794 75 m²/g, 1.241 59 m²/g。实验结果表明: 该装置成功地利用单光路实现了生物材料的紫外、红外波段的复合消光性能测试, 进一步丰富了生物材料多波段消光性能的测试手段。

关键词: 生物材料; 复合消光; 单光路; 透过率; 质量消光系数

中图分类号: O433.1 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3788/IRLA201847.0321003

Measurement of ultraviolet and infrared composite extinction performance of biological materials

Gu Youlin^{1,2}, Cao Guanghua^{1,2}, Hu Yihua^{1,2}, Chen Xi^{1,2}, Zhao Xinying^{1,2}, Huang Baokun^{1,2}

- (1. State Key Laboratory of Pulsed Power Laser Technology, National University of Defense Technology, Hefei 230037, China;
2. Key Laboratory of Electronic Restriction of Anhui Province, Hefei 230037, China)

Abstract: Aiming at current conditions and shortages of laboratory dynamic experiment of extinction materials, test device and method, which was used to test composite extinction performance of biological materials in ultraviolet and infrared band, was presented based on single optical path. The device mentioned above was designed and made, transmittance of ultraviolet and infrared band, and mass concentration of self-made biological materials smoke in the smoke box were respectively 29.597%, 14.514%, and 0.389 g/m³. Average mass extinction coefficient of biological material in ultraviolet and infrared band were respectively 0.794 75 m²/g, 1.241 59 m²/g based on data processing system. Experimental result shows that the designed device is used to test composite extinction performance of biological materials in ultraviolet and infrared band based on single optical path successfully, and enriches test methods of multiband extinction performance of biological materials further.

Key words: biological materials; composite extinction; single optical path; transmittance; mass extinction coefficient

收稿日期: 2017-10-20; 修订日期: 2017-11-30

基金项目: 国家自然科学基金(60908033, 61271353); 安徽省自然科学基金(1408085MKL47)

作者简介: 顾有林(1974-), 男, 副教授, 硕士生导师, 博士, 主要从事空间光电信息处理方面的研究。Email: ylg0912@163.com

0 引言

传统的无机消光材料被广泛应用于航天、医药、军事等各个领域,但由于其制作成本高、消光对象单一、持续时间短、环境危害大等不足,在一定程度上制约了其长远发展。随着经济和社会的发展,对具有多波段电磁衰减能力而且环境友好型的消光材料需求十分紧迫。

随着生物材料消光性能研究的逐步深入,生物材料已经表现出形态多样化、粒径分布广、质量密度低、具有多波段消光性能的特点,并将成为比较有潜力的消光材料^[1-14]。作为研制消光材料一个重要的组成部分,材料消光性能测试方法和手段显得十分重要,目前国内外相关人员进行了广泛的研究。P.S Tuminello^[15]等人通过测量光通过枯草芽孢杆菌溶液的透过率,根据郎伯-比尔定律计算出枯草芽孢杆菌 0.2~2.5 μm 波段的消光截面。冯明春^[16]等人通过傅里叶变换技术测量了两种不同浓度下枯草芽孢杆菌的红外透过率谱,然后计算出 6~16 μm 波段枯草芽孢杆菌的消光系数。在光学透过率的测量上,德国联邦物理技术研究院(PTB)^[17]采用单光束方法建立了光束形状发生改变的光学系统透过率测量装置,通过测量不放样品时和放置样品后探测到的功率比值来确定透过率。美国国家标准与技术研究院(NIST)^[18]建立的近红外光学材料透过率测量装置采用双光路法,单色平行光源被分成两路,一路光照射样品,一路为参考光束,利用快门选择光束来实现比较测量。陈立学^[19]采用回反射法测试复杂红外系统的透过率。上述方法局限于一次测量单波段透过率,而且有的方法要求材料可溶于水。真菌 LZ0926 孢子不溶于水,另外,若分波段单独测量真菌 LZ0926 孢子,即使两次喷洒的材料质量一样,也不能完全保证烟幕箱中材料浓度完全一样,实际上很难达到完全一样,因此采用上述方法并不能达到实际的需求。

目前未见利用烟幕箱进行单光路的紫外、红外复合消光性能动态测试的公开报道,文中利用课题组制备的真菌 LZ0926 孢子,考虑同种材料的不同波段透过率测试要保持相同状态,采用了基于镀膜分光镜实现单光路紫外、红外波段复合消光性能测试装置的设计,并利用它成功地进行了紫外、红外波段复合消光性能动态测试。

1 生物材料制备与测试系统设计

1.1 样品制备

生物材料由课题组经“物料配制→消毒→接种→大型发酵罐发酵→菌种收集→真空冷冻机干燥→样品筛过筛”流程制备出真菌 LZ0926 孢子^[5,11]。制备过程中发酵罐发酵后的菌种用无菌水进行洗涤,洗涤下的真菌孢子悬液经冷冻离心机 12 000 rpm 离心 5 min,取沉淀,洗涤,继续离心取沉淀,至上清液清澈,达到菌种收集的目的。收集到的真菌孢子经过真空冷冻机干燥、超声破碎仪分散以及样品筛筛选等材料处理阶段得到符合消光要求的生物材料 LZ0926。

测试用生物材料存放于干燥皿中,干燥皿中加入吸水硅胶使生物材料处于干燥状态,室温下保存。

1.2 测试系统设计

为实现对生物材料的红外紫外复合消光特性的测试,设计出一种用于生物材料的红外紫外复合消光性能测试系统,该系统由烟幕箱、喷洒装置、测试装置以及排烟装置构成。其组成如图 1 所示。

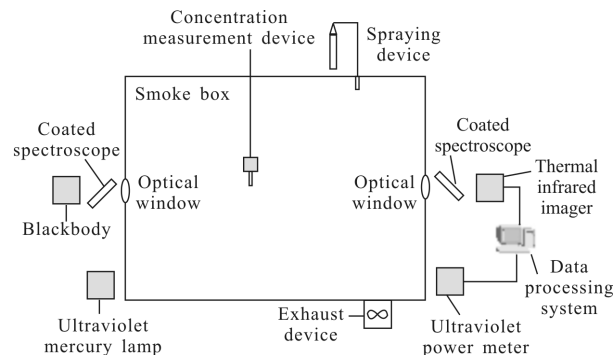


图 1 生物材料复合消光性能测试装置

Fig.1 Composite extinction performance test device of biological materials

烟幕箱的规格是 4 m×3 m×2.4 m,用于提供空间以完成生物材料消光性能测试,在烟幕箱长度方向两侧分别开设两个等高的圆形测试窗口,分别称为第一光学窗口和第二光学窗口,烟幕箱内部涂上黑色哑光漆。

喷洒装置由高压氮气瓶、导管以及喷头组成,喷头设置在烟幕箱内。喷洒装置专用于生物材料的喷洒和烟幕生成,针对生物材料具有一定粘性的特点,采用内部具有压缩氮气可调的高压气瓶,通过高压

将待测试生物材料在烟幕箱内喷洒开形成烟幕。

测试装置由 LS1250-100 型黑体、SC7300 型中红外热像仪、紫外汞灯、紫外功率计、两个镀膜分光镜以及 LB-120F 型浓度抽样仪等构成。各测试仪器位置关系描述如下:黑体、紫外汞灯分别为红外热像仪和紫外功率计提供辐射源,位于烟幕箱第一光学窗口左侧,在黑体和第一光学窗口之间设置第一镀膜分光镜,镜面与光轴呈 45° 夹角,紫外光源的光源出口正对第一镀膜分光镜;红外热像仪、紫外功率计位于烟幕箱第二光学窗口,在红外热像仪和第二光学窗口之间设置第二镀膜分光镜,镜面与光轴呈 135° 夹角,紫外功率计的光源入口正对第二镀膜分光镜,浓度抽样仪由抽气泵和采样头组成,位于烟幕箱内靠近光路的位置悬置用于采集生物材料质量浓度,红外热像仪与紫外功率计的信号输出端均与数据处理计算机的信号输入端相连。

排烟装置安装在烟幕箱顶部,与外部的大型抽气泵相连,用于实验后快速排尽剩余样品。

2 实验原理和测试方法

2.1 实验原理

第一镀膜分光镜和第二镀膜分光镜都具有透过红外光、反射紫外光的特性,所以由黑体辐射所发出的红外光和紫外光源所发出的紫外光经第一镀膜分光镜之后实现光路复合进入烟幕箱中,黑体、镀膜分光镜和红外热像仪处于同一光轴上,复合光束由第一光学窗口进入烟幕箱之后,在烟幕箱中沿光轴方向传播,再由第二光学窗口到达第二镀膜分光镜,紫外光被反射进入紫外功率计,红外光透射进入红外热像仪,实现光束分离,由红外热像仪所测得的黑体红外热像和紫外功率计所测得的紫外光源的功率求出生物材料的红外透过率和紫外透过率;由浓度测定装置测出生物材料的质量浓度,通过生物材料的质量浓度和红外、紫外透过率即可得到其红外、紫外波段质量消光系数。

2.2 质量浓度和透过率测试方法

实验前,称量适量的生物颗粒,置于喷洒装置内,将用于浓度抽样仪的滤膜用天平称量并记录结果,具体动态实验时分两步:第一步打开测试系统,不打开喷洒装置,分别测量紫外功率计接收到的紫外光功率、红外热像仪测量的图像灰度值,并输出至

数据处理系统;第二步打开喷洒装置,用 10 个标准大气压压力的氮气将喷头中的生物材料瞬间喷出,待生物材料在烟幕箱内扩散均匀后,用浓度抽样仪采样生物材料浓度、用紫外功率计测量接收到的紫外光功率以及红外热像仪测量黑体辐射通过生物烟幕的辐射灰度值图像,再次输出至数据处理系统,利用相关算法计算生物烟幕质量浓度 c 、紫外和红外波段的透过率。

生物材料质量浓度的计算公式为:

$$c = \frac{m_2 - m_1}{Q \times t} \quad (1)$$

式中: m_2 为采样后滤膜质量; m_1 为采样前滤膜质量; Q 为采样流量; t 为采样时间。

生物材料紫外透过率 τ_1 的计算公式如下:

$$\tau_1 = \frac{p_1(t)}{p_2(t)} \times 100\% \quad (2)$$

式中: $p_1(t)$ 为施放生物材料后,紫外功率计接收到的穿过生物烟幕的紫外光功率; $p_2(t)$ 为施放生物材料前,紫外功率计接收到的紫外光功率。

生物材料红外透过率 τ_2 的计算公式如下:

$$\tau_2 = \frac{h_0(t) - h_1(t)}{h_0 - h_1} \times 100\% \quad (3)$$

式中: $h_0(t)$ 为释放生物材料后黑体热像随时间 t 变化的灰度值; $h_1(t)$ 为释放生物材料后烟幕箱中大气随时间 t 变化的灰度值; h_0 为释放生物材料前黑体热像的灰度值; h_1 为释放生物材料前烟幕箱中大气的灰度值。

因此,由红外热像仪所采集到的红外热像图和紫外功率计所采集到的紫外功率数据可得到生物气溶胶的红外透过率和紫外透过率。

基于测量得到的生物烟幕质量浓度和红外、紫外透过率,可计算出生物烟幕的紫外、红外波段的紫外质量消光系数,其计算公式为:

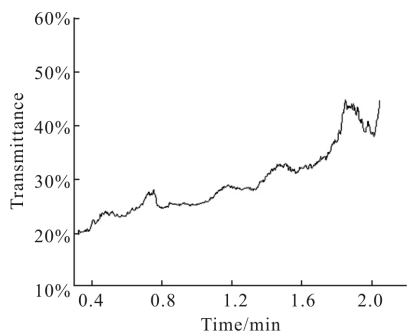
$$\alpha = \frac{1}{cL} \ln \frac{1}{\tau} \quad (4)$$

式中: α 为生物材料相应波段的质量消光系数; τ 为生物材料相应波段的透过率; c 为生物材料的质量浓度; L 为光程。

3 实验数据与分析

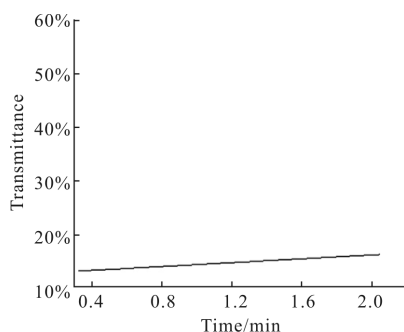
基于上述质量浓度测试方法测得真菌 LZ0926 孢子的质量浓度为 0.389 g/m³。由透过率测试方法

可得真菌 LZ0926 孢子的紫外、红外波段透过率如图 2 所示,在给定的测试时间内,真菌 LZ0926 孢子的紫外、红外波段平均透过率分别为 29.597%、14.514%。



(a) 紫外波段

(a) Ultraviolet waveband



(b) 中红外波段

(b) Mid-infrared waveband

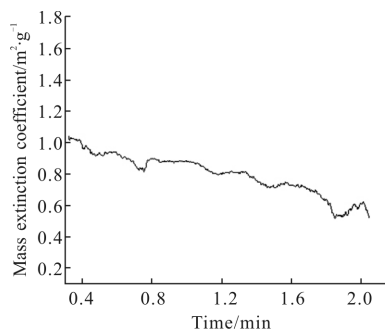
图 2 真菌 LZ0926 孢子透过率

Fig.2 Transmittance of Fungi LZ0926 spores

由图 2 可知,真菌 LZ0926 孢子的紫外透过率呈起伏变化,整体趋势随时间增加而递增,变化幅度较大;其红外透过率呈近似线性上升,随着时间的增加而单调递增,但是增加的幅度很小。将实验测量得到的真菌 LZ0926 孢子质量浓度、紫外透过率和红外透过率代入公式(4),可计算出其质量消光系数,如图 3 所示。

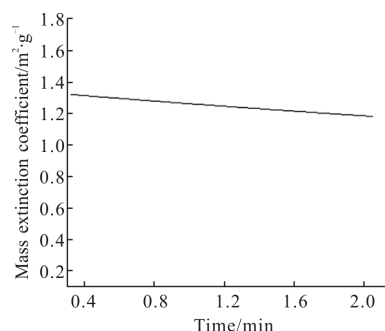
由图 3 可知,真菌 LZ0926 孢子紫外质量消光系数呈起伏变化,整体随时间增加而下降,且变化幅度较大,其紫外波段平均质量消光系数为 $0.79475 \text{ m}^2/\text{g}$;其红外消光系数呈近似线性下降,在给定的时间内幅度变化很小,其红外波段平均质量消光系数为 $1.24159 \text{ m}^2/\text{g}$ 。由参考文献[12]可知,真菌 LZ0926 孢子红外波段消光性能优于四种常见的无机非金属材料。由图 3(b)可知,红外波段质量消光系数在给定的

测试时间内下降很缓慢,可判断该生物材料具有较好的滞空特性。



(a) 紫外波段

(a) Ultraviolet waveband



(b) 中红外波段

(b) Mid-infrared waveband

图 3 真菌 LZ0926 孢子质量消光系数

Fig.3 Mass extinction coefficient of Fungi LZ0926 spores

真菌 LZ0926 孢子紫外与红外透过率为真菌孢子喷洒形成均匀烟幕后开始测试。实验数据说明,随着时间的增加,生物材料烟幕浓度随时间逐渐减小,紫外与红外波段的透过率逐步增加,紫外透过率增加速度比红外透过率大;紫外与红外波段的质量消光系数逐步降低,紫外波段的质量消光系数下降的更快。该生物材料紫外红外复合消光测试装置成功实现了生物材料的质量浓度采样、紫外与红外波段的透过率测量,并且在数据处理系统的支持下完成生物材料的紫外、红外波段的质量消光系数计算,为未来生物材料的复合波段消光性能测试提供了方向。

4 结论

由紫外红外复合消光性能测试装置测试可知,真菌 LZ0926 孢子在紫外、红外波段平均质量消光系数分别为 0.79475 、 $1.24159 \text{ m}^2/\text{g}$ 。数据表明自制的真

菌 LZ0926 孢子在紫外、红外波段均具有一定的消光能力, 尤其红外波段的消光性能还优于常见的无机非金属材料。经过研究发现真菌 LZ0926 孢子采用适当的方法储藏 5 年仍具有较好的活性。生物材料具有生产周期短、生产成本低、生产过程无毒、对环境友好、储藏时间长等特点, 具有较好的应用前景, 基于单光路的复合消光性能测试装置在生物材料多波段复合消光性能测试的成功, 可为研制具有较强的多波段电磁衰减生物材料提供测试手段, 对于丰富生物材料多波段消光性能测试方法具有重要的意义。

参考文献:

- [1] Ross K F A, Eve Billing. The water and solid content of living bacterial spores and vegetative cells as indicated by refractive index measurement [J]. *J Gen Microbiol*, 1997, 16: 418-425.
- [2] Gurton K P, Ligon D A, Kvilashvili R. Measured infrared spectral extinction for aerosolized bacillus subtilis var. niger endospores from 3 to 13 μm [J]. *Appl Opt*, 2001, 40(15): 4443-4448.
- [3] Wang Peng, Liu Hongxia, Zhao Yizheng, et al. Electromagnetic attenuation characteristics of microbial materials in the infrared band[J]. *Applied Spectroscopy*, 2016, 70(9): 1456-1463.
- [4] Sun Dajuan, Hu Yihua, Gu Youlin, et al. Determination and model construction of microbes' complex refractive index in far infrared band[J]. *Acta Phys Sin*, 2013, 62(9): 094218. (in Chinese)
- [5] Li Le, Hu Yihua, Gu Youlin, et al. Infrared extinction performance of Aspergillus niger spores [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2014, 43(7): 2175-2179. (in Chinese)
- [6] Li Le, Hu Yihua, Gu Youlin, et al. Measurement and analysis on complex refraction indices of pear pollen in infrared band [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2015, 35(1): 89-92. (in Chinese)
- [7] Gu Youlin, Wang Cheng, Yang Li, et al. Infrared extinction before and after aspergillus niger spores inactivation [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2015, 44(1): 36-41. (in Chinese)
- [8] Zhao Xinying, Hu Yihua, Gu Youlin, et al. Transmittance of laser in the microorganism aggregated particle swarm [J]. *Acta Optica Sinica*, 2015, 35(6): 0616001. (in Chinese)
- [9] Zhao Xinying, Hu Yihua, Gu Youlin, et al. The infrared spectral transmittance of aspergillus niger spore aggregated particle swarm[C]//SPIE, 2015, 9678: 967817.
- [10] Li Le, Hu Yihua, Gu Youlin, et al. Measurement and analysis on optical characteristics of aspergillus oryzae spores in infrared band[C]//SPIE, 2015, 9677: 96772H.
- [11] Li Le, Hu Yihua, Wang Xiao, et al. Diffusion characteristics of biological extinction material [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2017, 46(6): 0621001. (in Chinese)
- [12] Li Le, Hu Yihua, Gu Youlin, et al. Infrared extinction performance of biological materials [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2017, 37(11): 3430-3434. (in Chinese)
- [13] Lan Tiange, Xiong Wei, Fang Yonghua, et al. Study on passive detection of biological aerosol with Fourier-Transform Infrared spectroscopic technique [J]. *Acta Optica Sinica*, 2010, 30(6): 1656-1661. (in Chinese)
- [14] Zou Bingfang, Zhang Yinchao. Multi-wavelength fluorescence lidar detection of bioaerosols [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2006, 35(S3): 262-267. (in Chinese)
- [15] Tuminello P S, Arakawa E T, Khare B N, et al. Optical properties of bacillus subtilis spores from 0.2-2.5 μm [J]. *Appl Opt*, 1957, 36(3): 2818-2824.
- [16] Feng Mingchun, Xu Liang, Gao Minguang, et al. Optical properties research of Bacillus subtilis subtilis spores by Fourier transform infrared spectroscopy [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2012, 32(12): 3193-3196. (in Chinese)
- [17] Raine K W, Penfold A B. An instrument for measuring the thermal coefficient of refractive index in the infrared [J]. *J Phys E: Sci Instrum*, 1985, 18: 593-597.
- [18] Kutsay O M, Gontar A G, Novikov N V, et al. Diamond-like carbon films in multilayered interference coatings for IR optical elements [J]. *Diamond and Related Materials*, 2001, 10: 1846-1849.
- [19] Chen Lixue. A testing method of the transmissivity of complex IR system[J]. *Applied Optics*, 1999, 20(4): 19-22. (in Chinese)