

dr inż. Wojciech PAWŁOWSKI  
mgr inż. Anna ZALEWSKA  
Politechnika Warszawska  
Wydział Chemiczny  
Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych

## **BADANIA NAD USPRAWNIENIEM DZIAŁANIA DETEKTORA PAR MATERIAŁÓW WYBUCHOWYCH**

**Streszczenie:** Materiały wybuchowe (MW) ze względu na swoje właściwości, możliwość pozyskania oraz szeroki i specyficzny zakres zastosowania należą do grupy związków szczególnie interesujących przestępców. Ślady MW znajdujące się m.in. na odzieży, rękach, bagażach, przesyłkach pocztowych mogą być wykrywane za pomocą przenośnych detektorów par MW. Takim urządzeniem jest m.in. detektor MO-2M firmy Sibel Ltd. MO-2M pobierając pary z badanej powierzchni umożliwia detekcję trotylu, pentrytu, nitrogliceryny czy heksogenu. Obecnie dość często poruszonym zagadnieniem jest detekcja materiałów wybuchowych znajdujących się m.in. w różnego typu opakowaniach lub też pod warstwą ziemi. Jednym z tego typów zagadnień jest dość wczesne rozpoznawanie (wykrywanie) min. W celu prawidłowej pracy detektora konieczne było opracowanie skutecznej metody regeneracji kalibranta stosowanego w detektorze. Badania nad tym problemem znacznie przyczynią się do usprawnienia dalszych prac związanych z wykorzystaniem MO-2M.

## **THR STUDIES ON THE IMPROVEMENT OF WORKING OF EXPLOSIVES VAPOR DETECTOR**

**Abstract:** The explosive materials (EM) from the point of view of their properties, possibility of access and wide and specific range of application belong to the group of compounds especially interesting for criminals. The traces of EM occurring on e.g. clothing, hands, luggage, post packages may be detected by portable EM vapor detectors. Such device is e.g. MO-2M detector produced by Sibel Ltd. Company. MO-2M by collecting the vapors from over the examined surface enables detection of trinitrotoluene, pentaerythritol, nitroglycerine or hexogen. Actually the detection of explosives which occur on e.g. different types of packages or under the surface of the soil is a very often discussed issue. One of the most important problem is early identification (detection) of landmines. In order to achieve correct work of the detector it is necessary to devise the effective regeneration method of calibrant which is used in detector. The studies in this problem will significantly contribute to improvement of further works involved in utilization of MO-2M.

### **1. Wstęp**

MO-2M jest to przenośny, szybko działający detektor par materiałów wybuchowych, który został zbudowany w oparciu o najnowszą technologię wykorzystującą zasadę nieliniowej zależności ruchliwości jonów od natężenia pola elektrycznego (NZPI). Technologia ta pozwoliła na opracowanie i stworzenie nowego kompaktowego urządzenia charakteryzującego się wysoką czułością, a ponadto możliwym stało się pobieranie par MW w sposób ciągły w czasie rzeczywistym. Urządzenia tego typu zbudowane są w oparciu o

wzorzec wewnętrzny w postaci np. 2,4,6 trójnitrotoluenu, umożliwiającą dalszą analizę i identyfikację. Substancja wzorcowa jest osadzona i związana z podłożem odpowiednim lepiszczem.

Detektor MO-2M nie wymaga stosowania gazu nośnego, ani wstępnego kalibrowania. Przyrząd jest gotowy do pracy po 10 sekundach od momentu włączenia, czyli po automatycznym dostrojeniu się do warunków otoczenia. W trakcie pomiaru powietrze jest zasysane z powierzchni badanego obiektu przez dyszę wlotową aparatu. Pobieranie par (powietrza) możliwe jest dzięki wbudowanej pompie wirowej, która generuje strumień wirowy, umożliwiając badanie obiektów na odległość nawet do 10cm.

System autokalibracji, w który wyposażony jest przyrząd umożliwia stałe dostrojenie parametrów systemu analizującego do panujących warunków atmosferycznych. Ponadto MO-2M jest prosty w eksploatacji i nie wymaga dodatkowego specjalnego operatora.

## 2. Technologia NZPI

Technologia NZPI, czyli Nelinejnaja Zavisimost' Podvizhnosti Ionov - Nieliniowa Zależność Ruchliwości Jonów - od natężenia pola elektrycznego nie jest odzwierciedleniem klasycznej technologii IMS.

Ruch jonów w polu elektrycznym można opisać wektorowo za pomocą równania [1]:

$$\overline{V}_i = \overline{K}_i \cdot E$$

gdzie:

$V_i$  – szybkość ruchu jonu wewnątrz rurki dryfu,

$K_i$  – ruchliwość i-tego jonu,

$E$  – natężenie pola elektrycznego.

Rozpatrując przypadek dużych wartości natężenia pola elektrycznego ( $E$ ) okazuje się, że  $K_i$  (ruchliwość jonu  $i$ ) staje się zależne od  $E$ , co można opisać w następujący sposób:

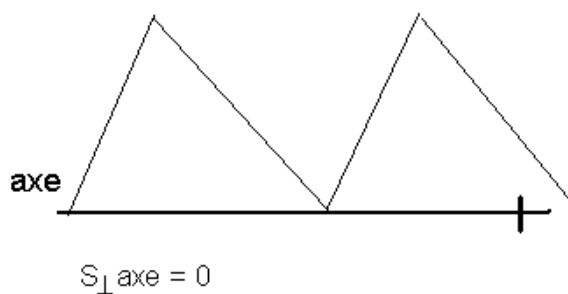
$$K = K_0 + (K_1 E^2 + K_2 E^4 + \dots)$$

W powyższym równaniu zostały uwzględnione dodatkowe człony, poprawki tzw. człony nieliniowe dodane do  $K_0$  ( $K_0$  – zredukowana ruchliwość jonów), które zależą przede wszystkim od charakteru jonu. Przyczyną nieliniowej zależności ruchliwości jonów ( $K$ ) od natężenia pola elektrycznego ( $E$ ) są m.in. takie czynniki jak: rozmieszczenie ładunku, geometria molekularna, moment dipolowy, które zaczynają wywierać wpływ dopiero przy stosowaniu dużych pól, tak jak ma to miejsce w metodzie NZPI. Ruchliwość jonów może zatem fluktuować w zależności od wartości  $E$  z powodu bardzo różnych  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_i$  (w powyższym równaniu) dla różnych molekuł, nawet gdy wartość  $K_0$  jest jednakowa.

Tak więc metoda NZPI charakteryzuje się następującymi właściwościami, zależnościami:

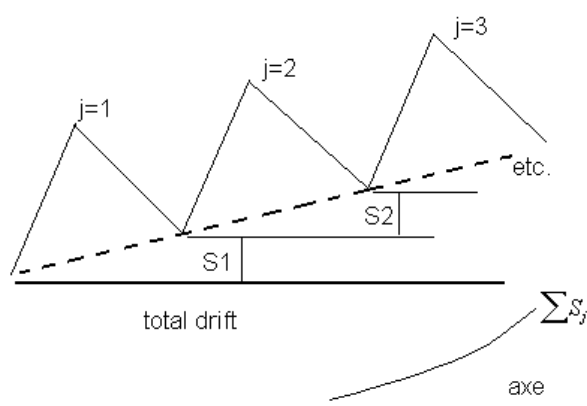
- kierunek dryfu jonów do kolektora i kierunek pola elektrycznego rozdzielającego są różne. Ruch jonów jest wypadkową pola i strumienia gazów.
- Przyczyną ruchu jonów do kolektora jest przepompowywany (przetłaczany) analizowany gazowy strumień.
- Wykorzystywane napięcie nie jest stałe, a zmienne i asymetryczne o amplitudzie 16-18 kV/cm.

W przypadku niskich wartości natężenia pola elektrycznego (IMS) ruch jonów odbywa się wzdłuż osi rurki dryfu, co przedstawia schematycznie rys.1:



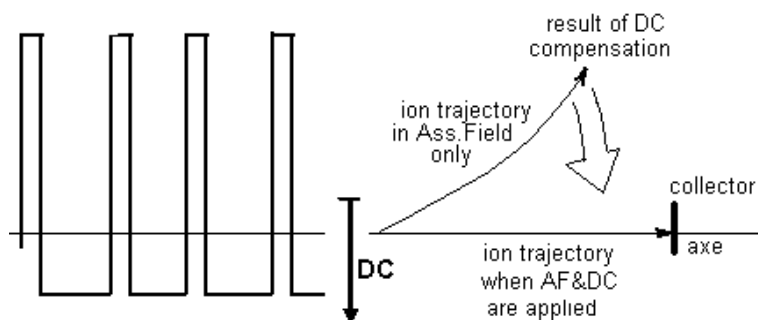
**Rys.1 Trajektoria dryfu jonów przy niskim polu elektrycznym**

Rozpatrując pola o wysokich wartościach natężenia trajektoria dryfu jonów jest nieco inna. Jony nie poruszają się osiowo, a coraz bardziej odbiegają od osi rurki i poruszają się w stronę ścianki (Rys.2) [1].



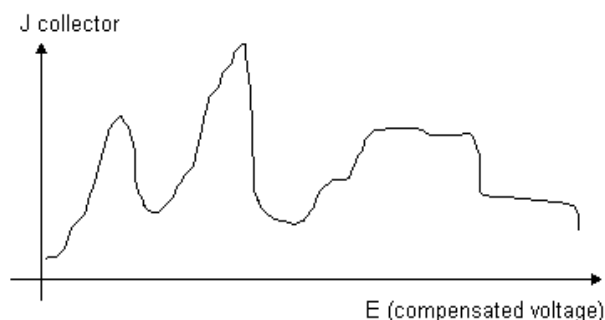
**Rys.2 Trajektoria dryfu jonów przy dużych wartościach natężenia pola elektrycznego**

W celu przeprowadzenia pomiaru należy zmusić jony do poruszania do kolektora, co jest realizowane za pomocą stałego napięcia kompensującego (DC) (Rys.3).



**Rys.3 Schemat dryfu jonu po przyłożeniu napięcia kompensującego**

Dzięki technologii NZPI za pomocą detektora MO-2M otrzymywane są widma zwane jonogramami, przedstawiające zależność prądu jonowego od napięcia kompensującego (Rys.4).



**Rys.4 Przykład typowego jonogramu**

Podsumowując można powiedzieć, że technologia NZPI oparta na różnej zależności ruchliwości jonów ( $K$ ) od natężenia pola elektrycznego ( $E$ ), a nie tylko na różnych wartościach  $K$  dla różnych jonów (klasyczny IMS), umożliwiła opracowanie nowego typu detektora gazów – detektora materiałów wybuchowych.

### 3. Kalibracja detektora

W detektorze MO-2M istnieją dwa kanały: kanał repera oraz kanał analityczny. W kanale repera umieszczony jest „standard wewnętrzny” (SW), który umożliwia uwzględnienie czynników wpływających na położenie linii na jonogramie, a zatem czynników wpływających na rozdzielanie i identyfikację MW. Jako SW stosowany jest trotyl, a rejestracja położenia jego pików przebiega następująco [2]:

- a) początkowo – w reżimie *Kalibracja*,
- b) we wszystkich cyklach pomiarowych – w reżimie *Autokalibracja*.

Uzyskana informacja stanowi podstawę dla stworzenia sygnałów sterujących warunkami zbierania danych w kanale pomiarowym (analitycznym).

W reżimie kalibracji urządzenie rejestruje krzywą prądu jonowego w kanale repera i „poszukuje” sygnału dla TNT, co jest realizowane poprzez skanowanie napięcia kompensacyjnego w początkowych parametrach napięcia asymetrycznego. Następnie po określeniu położenia sygnału dla TNT dobierane są parametry napięcia asymetrycznego tak, aby położeniu pików przyjęło standardową dla urządzenia wartość.

Standard wewnętrzny został tak skonstruowany, aby zapewnić dostatecznie wysoką intensywność pików TNT umożliwiając jego wykrycie, co znacznie skraca czas procesu kalibracji. Istnieją dwa przypadki, kiedy kalibracja nie będzie realizowana [2]:

- 1) intensywność pików niższa od określonego (niezbędnego) poziomu: niska temperatura otoczenia ( $<5^{\circ}\text{C}$ ) lub też wyczerpanie się źródła par TNT,
- 2) obecność w analizowanej atmosferze innych materiałów wybuchowych o wysokiej koncentracji, których intensywność pików może przewyższać intensywność SW.

### 4. Dobór lepszycza dla trotylowego kalibranta w detektorze MO-2M

Badania przeprowadzono w celu określenia możliwości uzyskania zadowalającego poziomu par trotylu zawieszzonego w lepszyczu.

### 1. Główne etapy badań:

- a) wybór odpowiedniego lepiszcza jako warstwy nośnej dla TNT (zastosowano metylocelulozę (MetC) i parafinę o nazwie „Capielex”),
- b) dobór stężenia metylocelulozy i parafiny,
- c) określenie odpowiedniego stosunku stechiometrycznego trotylu do lepiszcza,
- d) przeprowadzenie szeregu prób związanych z opracowaniem odpowiedniej metodyki wykonania próbek.

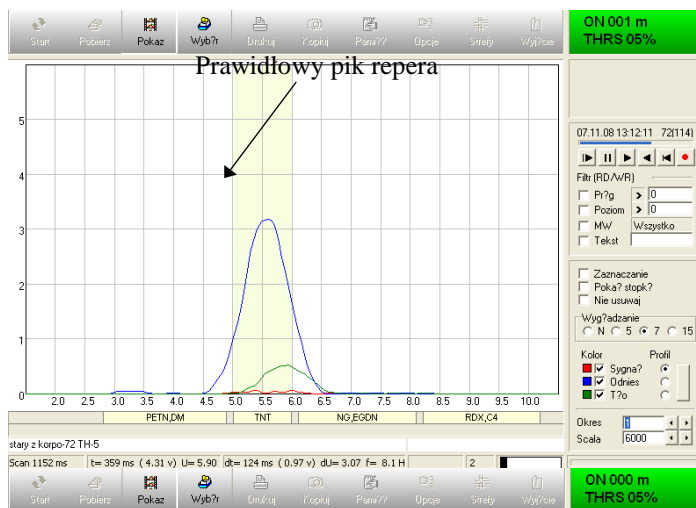
### 2. Przygotowanie próbek:

- 1) sporządzenie acetonowego roztworu TNT (dla MetC) o stężeniu 20 mg/ml lub rozpuszczenie TNT w toluenie w przypadku parafiny.
- 2) Postępowanie dla metylocelulozy:
  - do zlewki z wodą destylowaną dodano acetonowy roztwór TNT.
  - mieszając na mieszadle magnetycznym do sporządzanego roztworu dodano metylocelulozę.
  - otrzymany roztwór mieszano za pomocą mieszadła magnetycznego przez określony czas.
  - siateczkę repera (reper - standard wewnętrzny, kalibrant) zanurzone w zawiesinie TNT w polimerowym lepiszczu, a następnie umieszczono w rurce (Rys. 5) i:
    - a) pozostawiono do wyschnięcia w temp. pokojowej,
    - b) wygrzewano w temperaturze 85°C.

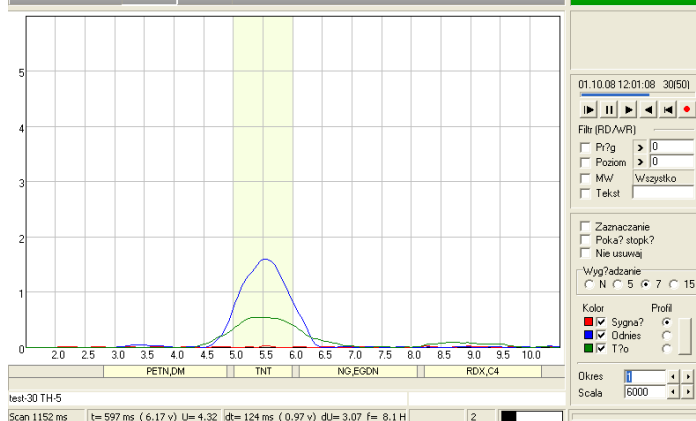


**Rys.5 Siateczka i rurka repera**

- 3) Postępowanie w przypadku parafiny:
  - do zlewki z roztworem TNT w toluenie, dodano heksanu,
  - mieszając na mieszadle magnetycznym do sporządzanego roztworu dodano parafinę Capielex, a następnie postępowano analogicznie jak dla MetC.
- 4) Zdolność do parowania TNT znajdującego się w lepiszczu badano za pomocą detektora MO-2M na podstawie porównania piku wzorca wewnętrznego (TNT) pochodzącego od repera. Prawidłowy i nieprawidłowy jonogram przedstawiono na rys. 6 i 7.

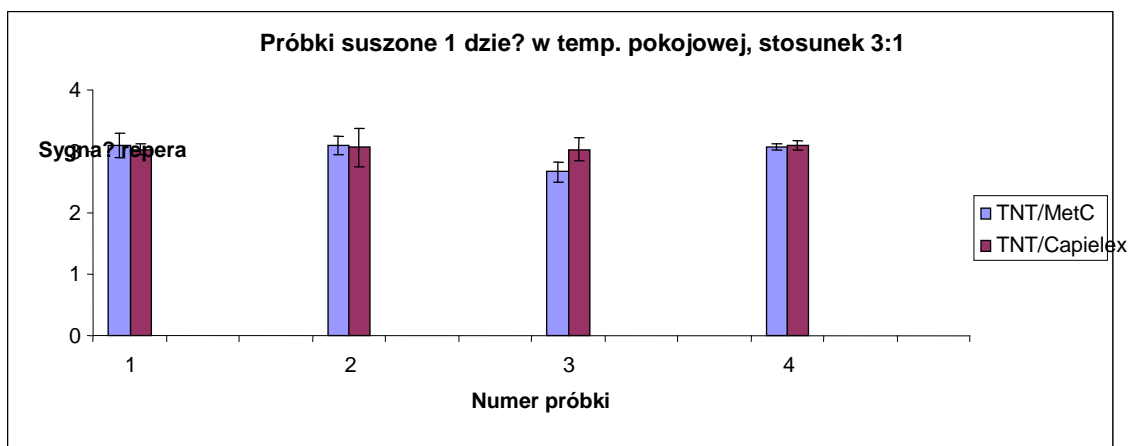


**Rys.6 Prawidłowy jonogram repera**



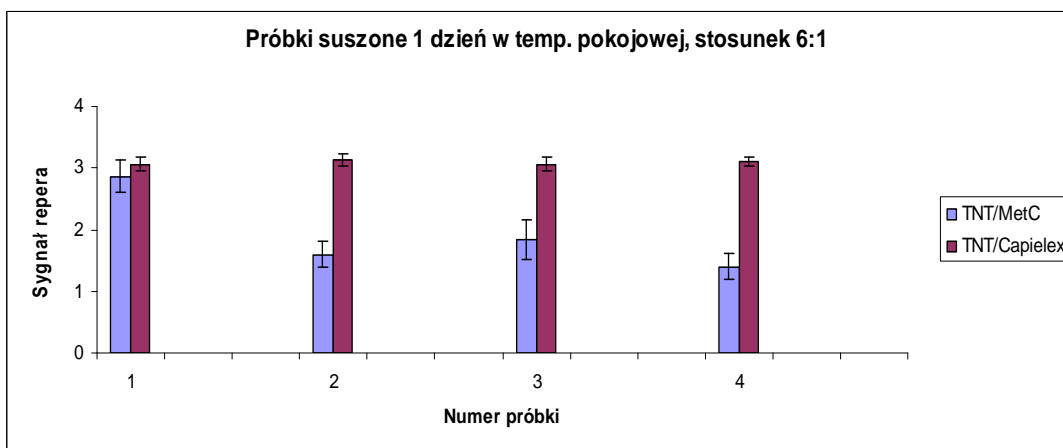
**Rys.7 Nieprawidłowy jonogram repera**

Otrzymane wyniki zestawiono w tabelach i przedstawiono za pomocą wykresów: 1, 2, 3, 4 odzwierciedlających zależność otrzymanego sygnału repera dla próbek wykonanych przy użyciu dwóch różnych lepiszczy i zastosowaniu różnej metodyki badań.



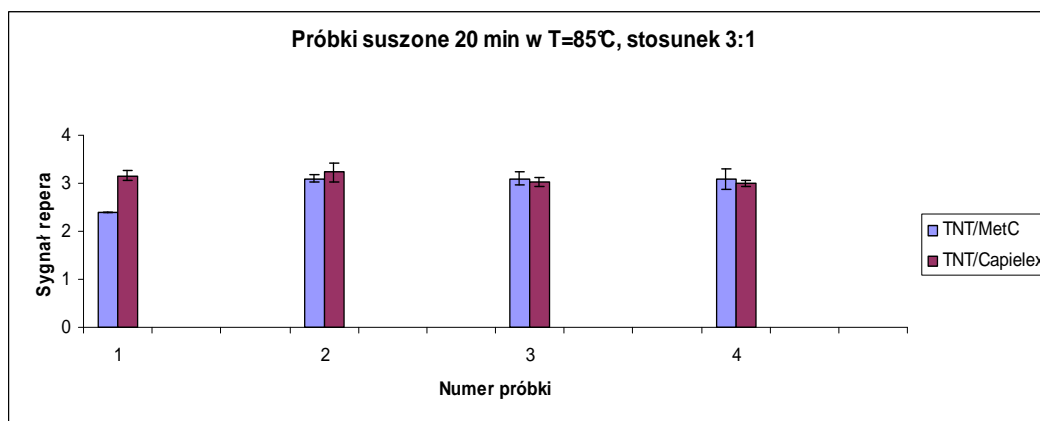
**Wykres 1: Sygnał TNT dla próbek suszonych 1 dzień w temp. pokojowej, przy stosunku TNT/lepiszcze 3:1**

Analizując powyższy wykres można zauważyć, że przy stosunku stechiometrycznym TNT/lepiszcze 3:1 i zastosowaniu suszenia w temperaturze pokojowej, bardziej powtarzalne wyniki otrzymano w przypadku użycia parafiny (Capielex).



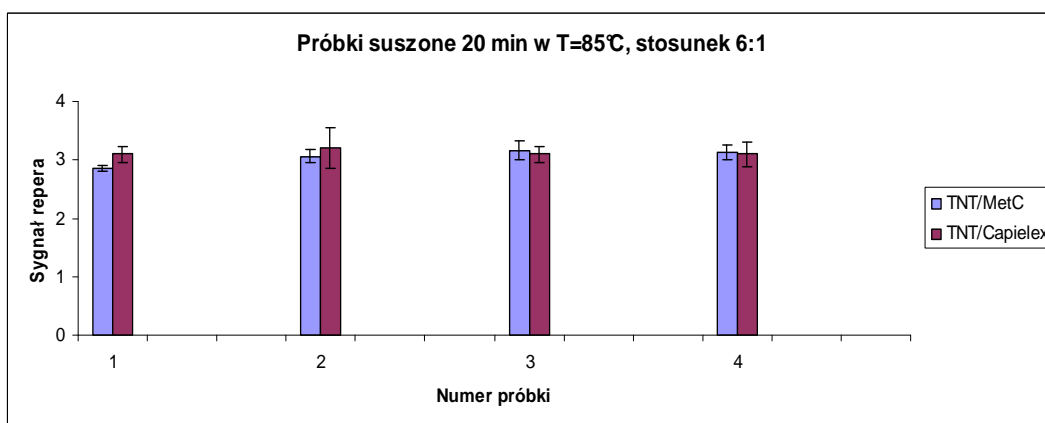
**Wykres 2: Sygnał TNT dla próbek suszonych 1 dzień w temp. pokojowej, przy stosunku TNT/lepiszcze 6:1**

Kolejnym etapem badań było zwiększenie ilości dodawanego TNT. Okazało się, że operując stosunkiem 6:1, przy zachowaniu wcześniejszej metodyki badań, otrzymano znaczne odchylenie sygnału dla metylocelulozy w poszczególnych próbkach względem parafiny (Wykres 2).



**Wykres 3: Sygnał TNT dla próbek suszonych 20 min w temp. 85°C, przy stosunku TNT/lepiszcze 3:1**

Wykres 3 przedstawia otrzymane rezultaty badań przy zastosowaniu suszenia w temperaturze 85°C i stosunku stechiometrycznym 3:1. W przypadku parafiny wyniki charakteryzują się dobrą powtarzalnością, jednakże otrzymywany sygnał repera dla metylocelulozy w niektórych próbkach odbiega od pozostałych.



**Wykres 4: Sygnał TNT dla próbek suszonych 20 min w temp. 85°C, przy stosunku TNT/lepiszczu 6:1**

Końcowym etapem badań było sprawdzenie sygnałów repera przy zastosowaniu wygrzewania w 85°C i stosunku 6 do 1. Można powiedzieć, że otrzymane rezultaty są zadowalające, ponieważ istnieje powtarzalność pomiarów zarówno dla parafiny jak i metylocelulozy, a ponadto wyniki dla dwóch różnych lepiszczy tylko nieznacznie od siebie odbiegają.

Można przypuszczać, że przy mniejszym poziomie lepiszcza powierzchnia parowania trotylu jest większa, ponieważ kryształki TNT nie przylegają do siebie tak bardzo, jak przy zwiększonej ilości substancji wiążącej (Rys. 8 i 9).



**Rys.8 Roztwór TNT w MetC w stosunku 3:1**



**Rys.9 Roztwór TNT w MetC w stosunku 6:1**

Temperatura powyżej topnienia trotylu zwiększa zdolność parowania TNT znajdującego się w lepiszczu poprzez prawdopodobne pęknięcie cienkich powłoczek lepiszcza okalającego trotylowe kryształki.

## 5. Podsumowanie i wnioski

Przeprowadzone pomiary wykazały, że lepiszczem wykazującym wyższy stopień parowania TNT jest parafina „Capielex”, która także jest lepszym środkiem wiążącym trotyl.

Dobrano stężenie roztworu lepiszcza, które wyniosło 0,5%, a także ustalono, że lepsze parowanie kalibranta jest przy stosunku 6:1 TNT/lepiszczu dla próbek ogrzewanych w temperaturze 85°C przez 20 min.



Przeprowadzone badania umożliwiły opracowanie najskuteczniejszej metody trwałego nanoszenia związków chemicznych (kalibrantów) na reper, a więc otworzyły drogę do dalszych prac związanych z rozszerzeniem skali wykrywanych MW przez detektor.

## **Literatura**

- [1] Materiały wewnętrzne firmy SIBEL Ltd.: „MO-2M przenośny detektor par substancji wybuchowych. Fizyczne podstawy technologii NZPI.”
- [2] Materiały wewnętrzne firmy SIBEL Ltd.: „Porównanie wymagań stawianych przenośnym i stacjonarnym urządzeniom.”