

基于集成黑体法 1 000~1 500℃ 石墨材料 高温红外光谱发射率测量

宋旭尧, 董伟*, 潘奕捷, 原遵东, 卢小丰

(中国计量科学研究院热工所, 北京 100029)

摘要:建立了基于集成黑体法的材料高温红外光谱发射率测量理论模型,重点讨论了不等温集成黑体空腔有效发射率、观测因子、样品材料外推温降因素的影响。基于集成黑体法搭建了以傅里叶红外光谱仪为红外辐射探测系统的高温红外光谱发射率测量装置。基于蒙特卡罗光线追迹法数值开展了集成黑体有效发射率数值模拟,并进行了实验验证。讨论了辐射源尺寸效应、光谱响应度线性度等非理想因素对集成黑体法高温光谱发射率测量的影响。开展了石墨材料在 1 000℃、1 300℃、1 500℃ 的红外光谱发射率实验研究,并与已公开发表的测量结果进行了比对。本文结果与文献数据优于 5% 的良好一致性,验证了集成黑体方法在高温发射率测量中的可行性。

关键词: 计量学; 红外光谱发射率; 集成黑体法; 高温; 傅里叶红外光谱仪; 石墨

中图分类号: TB942 **文献标识码:** A

The infrared spectral emissivity measurement of a graphite material in a high temperature range of 1000~1500℃ using integrated blackbody principle

SONG Xu-Yao, DONG Wei*, PAN Yi-Jie, YUAN Zun-Dong, LU Xiao-Feng

(Heat Division, National Institute of Metrology, Beijing 100029, China)

Abstract: A theoretical model of the infrared spectral emissivity measurement of materials using the integrated blackbody principle was established. The effects of the effective emissivity of the non-isothermal integrated blackbody cavity, the observation coefficient and the temperature drop during the sample material push-out were investigated. The device of the infrared spectral emissivity measurement using the integrated blackbody principle was set up which used a Fourier-Transform infrared spectrometer as the infrared radiation detection instrument. The effective emissivity of the integrated blackbody cavity was simulated using Monte-Carlo ray tracing method and the associated validation experiments were carried out. The effects of non-ideal factors, including the size-of-source effect and linearity of the spectral responsivity, on the infrared spectral emissivity measurement using the integrated blackbody principle were investigated. The experimental measurements of the infrared spectral emissivity of a graphite material were carried out at 1000℃, 1300℃ and 1500℃, respectively. The results in this article are in good agreement with the literature data better than 5%, which verifies the feasibility of the emissivity measurement method using the integrated blackbody principle at high temperatures.

Key words: metrology, infrared spectral emissivity, integrated blackbody principle, high-temperature, Fourier-Transform infrared spectrometer, graphite

PACS: 06. 20. -f, 44. 40. +a, 42. 79. -e

引言

在常温下进行材料的红外光谱发射率测量通

常采用基于基尔霍夫定律的间接法测量,如积分球反射计法。对于在高温下宽频谱范围上进行材料

收稿日期: 2020-06-23, 修回日期: 2020-08-30

基金项目: 国家自然科学基金(11772318)

Foundation items: Supported by National Natural Science Foundation of China (11772318)

作者简介 (Biography): 宋旭尧 (1989-), 男, 吉林长春人, 博士, 主要研究领域为材料红外辐射特性测量、光谱发射率测量. Email: songxuyao@126.com

*通讯作者 (Corresponding author): dongw@nim.ac.cn

Received date: 2020-06-23, Revised date: 2020-08-30

的红外光谱发射率测量,国际上目前比较公认的方法为基于发射率定义的直接法测量,即获得被测样品表面与参考黑体的亮度比。

随着航空技术的不断发展,高超声气动加热带来了“热障”问题,即飞行器在高超声速飞行过程中,被灼烧表面的温度上限可达1200℃以上^[1],这就意味着其红外辐射特征信号更加明显,使其更易被追踪和锁定。对于在高温环境下的红外辐射特性评价而言,国内外普遍依赖红外光谱发射率这一参数。在高于1000℃的高温区域,我国目前无法提供高温红外光谱发射率参数的有效溯源^[2]。对于高温下材料红外光谱发射率测量,主要面临三个共性难题:高温样品加热、空腔效应抑制和表面温度准确测量。

国内外的一些研究机构,如美国国家标准与技术研究院(NIST)^[3]、英国国家物理实验室(NPL)^[4]、NASA Langley研究中心^[5]、法国国家计量院(LNE)^[6]、德国联邦物理技术研究院(PTB)^[7],以及国内的南京航空航天大学(NUAA)^[8]、哈尔滨工业大学(HIT)^[9]、高超速空气动力所(HAI)^[10]等公开报道了部分研究成果,主要集中在测量方案和装置搭建,但在高温区的有效参考标准和国际比对验证鲜有报道。上述研究大多采用直接法的分立黑体方案,样品材料加热方式通常采用一维背热法或热管加热方法。一维背热加热样品的方法易使样品内部存在温度梯度,而热管加热样品方法需要考虑热管与样品耦合形成的空腔效应影响。上述方案的另一个难点在于样品材料表面真温测量,通常采用比色法、多光谱法等辐射测温法或接触测温法进行评估。采用辐射法测量样品表面温度需要准确预知材料在测量波段的发射率。采用接触法只能测量样品片背后一定深度下的温度,需要预知材料的导热系数、热扩散系数等高温热物性参数才能推算样品片表面真温。因此,在这两种方法中预估参数的偏差均对测量不确定度有一定的贡献,而且随着测量温度的升高,贡献量将进一步放大,是测量不确定度的主要贡献来源。

本文基于集成黑体法建立了在1000~1500℃的材料法向红外光谱发射率测量方法,对该方法中的集成黑体空腔有效发射率、样品表面温度瞬时温降等关键问题进行了评估和测量。该方法不需要另设参考黑体,有效回避了材料表面真温测量问题,且测量光路保持一致。在测量样品表面亮度时,样

品位于黑体腔口,有效抑制了空腔效应。通过大电流电极加热方式,实现了集成黑体的快速升温。同时搭建了以傅里叶红外光谱仪(FTIR)为探测单元的测量装置,波长范围覆盖3~14μm,并以石墨材料为例在文中对测量结果进行了报道,其测量不确定度优于5%($k=1$)。

1 集成黑体法发射率测量理论

集成黑体法是基于积分黑体理论^[11],即建立在当黑体空腔特征尺寸(腔径比)达到一定值后黑体空腔材料的发射率对黑体发射率影响非常小的理论基础。积分黑体理论由Vader等^[12]于1986年提出,基于黑体空腔积分发射率计算理论可以计算出,将满足一定发射率条件的样品置入到大深径比的腔体内,该腔体可以被认为是发射率接近于1的模拟黑体。1994年,美国宾夕法尼亚州立大学的Modest等^[13]首次提出了基于该理论的直接法高温光谱发射率测量方案并搭建了测量装置,测量温度范围覆盖773~1273K。2004年至2010年,德国斯图加特大学空间技术研究所的Herdrich等^[14]在等离子风动的研究中设计并搭建一套基于集成黑体法的热防护材料发射率测量装置并采用窄带高温计作为亮度测量装置。本文是在上述研究的基础上,搭建了基于集成黑体法的高温红外光谱发射率测量装置,并在理论和方法上进行了优化,提出了样品飞行温降评估方法,并通过FTIR快速扫描技术实现了在3~14μm上的光谱发射率测量。

当样品材料放置于腔底,其与高发射率黑体腔侧壁耦合形成了发射率近似为1的集成黑体,如图1(a)所示,有效光谱辐射亮度 L_b 为,

$$L_b(\lambda, T_b) = k_b \varepsilon_b(\lambda, T_b) L_p(\lambda, T_b) + L_{env}(\lambda, T_{env}), \quad (1)$$

式中, λ 为波长, T_b 为集成黑体真温, k_b 为测量集成黑体时的观测因子, ε_b 为集成黑体有效光谱发射率, L_p 为理想黑体光谱辐射亮度, L_{env} 为环境背景辐射亮度, T_{env} 为环境背景温度。

当样品材料位于腔口时,如图1(b)所示,其自身的光谱辐射亮度 L_s 为,

$$L_s(\lambda, T_s) = k_s \varepsilon_s(\lambda, T_s) L_p(\lambda, T_s) + L_{env}(\lambda, T_{env}), \quad (2)$$

式中, T_s 为样品表面真温, k_s 为测量样品材料时的观测因子, ε_s 为样品测量的有效光谱发射率。将式(1)和式(2)联立,即可得到样品材料的光谱发射率为,

$$\varepsilon_s(\lambda, T_s) = \varepsilon_b(\lambda, T_b) \frac{k_b L_s(\lambda, T_s) - L_{env}(\lambda, T_{env}) L_p(\lambda, T_b)}{k_s L_b(\lambda, T_b) - L_{env}(\lambda, T_{env}) L_p(\lambda, T_s)}, \quad (3)$$

其中,观测因子 k_b 和 k_s 与光学系统有关, k_b/k_s 可通过辐射源尺寸效应(Size-of-Source Effect, SSE)^[15]对其进行评估。

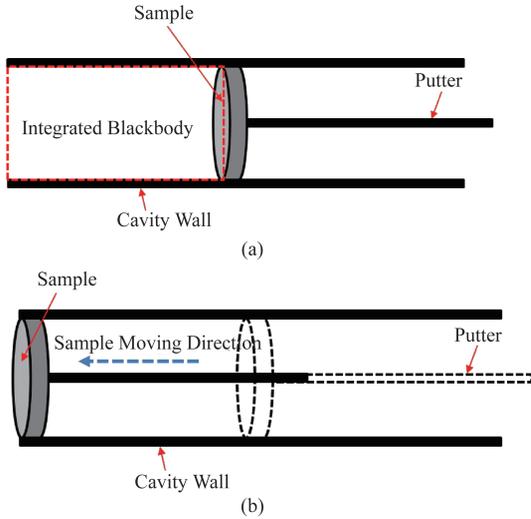


图1 集成黑体法原理 (a)位于腔底的样品与腔壁耦合形成集成黑体, (b)样品从腔底移至腔口

Fig. 1 Schematic of the integrated blackbody principle (a) An integrated blackbody formed by a sample on the cavity bottom coupled with the cavity wall, (b) a sample moved from the bottom to the mouth of the cavity

FTIR的光谱输出 S 为一无量纲值,可通过FTIR直接输出获得, S 关于 L 的定义为^[16],

$$S(\lambda, T) = R(\lambda, T)L(\lambda, T) + R(\lambda, T_{env})L_{env}(\lambda, T_{env}), \quad (4)$$

式中, R 为光谱响应度。在1 000℃以上, L_{env} 均低于 L_b 和 L_s 且相差几个数量级,因此可忽略。

将式(4)代入式(3),

$$\varepsilon_s(\lambda, T_s) = \varepsilon_b(\lambda, T_b) \frac{k_b R(\lambda, T_b) S_s(\lambda, T_s) L_p(\lambda, T_b)}{k_s R(\lambda, T_s) S_b(\lambda, T_b) L_p(\lambda, T_s)}, \quad (5)$$

其中,由于 R 在宽频谱、宽动态辐射亮度范围内较难定量测量,因此 $R(\lambda, T_b)/R(\lambda, T_s)$ 可通过探测系统的光谱响应度线性度^[17]进行评估。设,

$$K = \frac{k_b}{k_s}, \quad (6)$$

$$\text{Ratio} = \frac{R(\lambda, T_b) S_s(\lambda, T_s)}{R(\lambda, T_s) S_b(\lambda, T_b)}, \quad (7)$$

$$C(\lambda, T_b, T_s) = \frac{L_p(\lambda, T_b)}{L_p(\lambda, T_s)}, \quad (8)$$

式中, C 定义为动态温降修正因子。

根据在1 000~1 500℃温度范围内采用在短波上的辐射法测量亮度温度方式,普朗克公式中的

$\exp(c_2/\lambda T)$ 远大于1,相差5个数量级以上,因此, L_p 可通过普朗克公式的维恩近似形式进行求解^[18],表示为,

$$L_p(\lambda, T) = \frac{c_1}{\lambda^5} \frac{1}{\exp(\frac{c_2}{\lambda T}) - 1} \approx \frac{c_1}{\lambda^5} \frac{1}{\exp(\frac{c_2}{\lambda T})}, \quad (9)$$

式中, c_1 为第一辐射常数, c_2 为第二辐射常数。采用普朗克公式的维恩近似形式对于本文温度测量带来的偏差不超过0.001%量级,因此可忽略。

将式(9)代入式(8),

$$C(\lambda, T_b, T_s) = \exp\left[-\frac{c_2}{\lambda} \left(\frac{1}{T_b} - \frac{1}{T_s}\right)\right], \quad (10)$$

其中, T_s 可通过测量样品材料从腔底移动到腔口的动态温降 ΔT 计算获得,因此回避了在传统发射率测量方法中样品表面真温测量的难题。式(10)即可表示为,

$$C(\lambda, T_b, \Delta T) = \exp\left[-\frac{c_2}{\lambda} \left(\frac{1}{T_b} - \frac{1}{T_b - \Delta T}\right)\right]. \quad (11)$$

式(3)可简化并得到基于集成黑体法的样品材料红外光谱发射率测量数学模型,

$$\varepsilon_s(\lambda, T_s) = \varepsilon_b \cdot K \cdot \text{Ratio} \cdot C(\lambda, T_b, \Delta T). \quad (12)$$

2 集成黑体有效发射率的评估和验证

基于蒙特卡洛(Monte-Carlo)光线追迹法对集成黑体空腔进行等温腔和不等温的发射率数值模拟。在追迹方法上,逆向光线追迹比正向光线追迹具有采样率大幅降低的优势。等温集成黑体空腔有效发射率数值模拟表达式为^[19],

$$\varepsilon_b(\lambda) = 1 - \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \sum_{k=1}^M \rho(\lambda)^k, \quad (13)$$

式中, N 为光线追迹总数, M 是第个 i 支追迹轨迹中的反射次数, ρ 为空腔壁反射率。根据黑体总辐射亮度以及集成黑体腔底样品材料和腔壁的双向反射分布,不等温集成黑体空腔有效发射率数值模拟表达式可表示为^[20],

$$\varepsilon_b(\lambda, T) = \frac{\varepsilon(\lambda)}{N} \exp\left(\frac{c_2}{\lambda T}\right) \sum_{i=1}^N \sum_{k=1}^M \rho^{k-1} \exp\left(-\frac{c_2}{\lambda T_k}\right). \quad (14)$$

本文所使用的集成黑体腔尺寸为腔底直径,即样品材料直径39 mm,腔深170 mm,开展了以发射率 $\varepsilon=0.9$ 的材料为底与发射率 $\varepsilon=0.8$ 的腔壁耦合形成的集成黑体等温腔和不等温腔有效发射率数值模拟,追迹 10^6 条光束。不等温腔的数值模拟结果以在黑体腔名义温度1 000℃的条件下为例给出。通

过线性光电基准辐射温度计(LP4)扫描测量腔底、腔壁表面的亮温温场分布,如图2所示,并根据预估的腔底、腔壁材料发射率反演其表面真温,代入式(14),得到数值模拟结果。基于LP4测量得到亮度温度必定低于真温,但又同时存在与腔内深处其他位置反射辐射耦合现象,形成复杂辐射特征,因此只作为反射分布边界条件。由于黑体光谱发射率对波长具有较弱选择性,因此可近似认为在当前波长下得到的数值模拟结果即为黑体全频谱发射率。

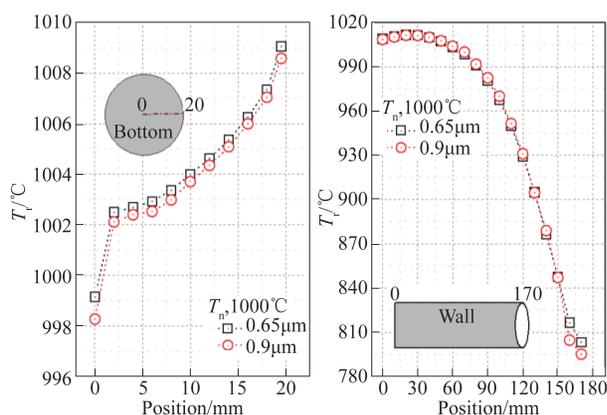


图2 名义温度1000℃的集成黑体空腔亮温温场分布
Fig. 2 Distributions of the radiance temperature of the integrated blackbody cavity at a nominal temperature of 1000℃

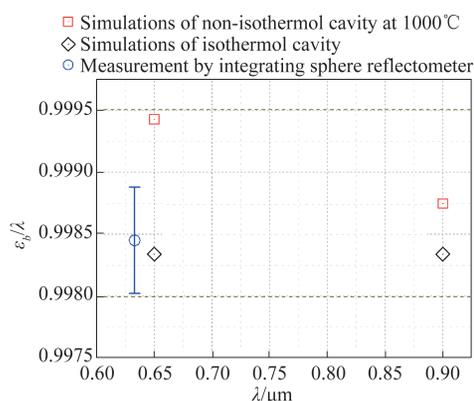


图3 集成黑体空腔有效发射率数值模拟结果和实验验证结果
Fig. 3 Simulation and validation results of the effective emissivity of the integrated blackbody

同时,对于集成黑体腔发射率数值模拟结果基于积分球反射计法在室温条件下进行了验证实验,室温下集成黑体可认为是等温腔,且有效发射率可表示为^[21],

$$\varepsilon_b(\lambda) = 1 - \rho_b(\lambda) = 1 - \frac{V_b(\lambda) - V_{\text{env}}(\lambda)}{V_c(\lambda) - V_{\text{env}}(\lambda)} \rho_c(\lambda), \quad (15)$$

式中, V_b 为测量集成黑体的输出信号, V_{env} 为测量环境辐射的输出信号, V_c 为测量标准灰板的输出信号, ρ_c 为标准灰板反射率。集成黑体腔壁材料为碳-碳复合材料($\varepsilon \approx 0.8$),腔底材料为某石墨($\varepsilon \approx 0.9$),光源为波长0.633 μm的氦氖激光器。数值模拟结果与验证实验结果如图3所示,验证实验的测量不确定度优于 5×10^{-4} 。数值模拟结果与实验验证结果具有良好一致性,偏差优于0.1%,集成黑体发射率优于0.998。

3 实验系统

集成黑体法红外光谱发射率测量装置原理如图4所示,主要包括以Thermal Gauge变温黑体炉为加热装置的集成黑体辐射源子系统、以FTIR为探测单元的红外辐射探测子系统、放置于水冷杂散辐射屏蔽仓的以镀金凹面镜为主镜、镀金椭球离轴镜为次镜的红外光学子系统、通过精密高速直线电机推动样品的快速移动子系统。集成黑体辐射源子系统为该装置的核心子系统。变温黑体炉加热部件为石墨圆柱通腔,通过低电压(满载电压24 V)、强电流(满载电流2000 A)实现快速升温(上限3000℃,升温速率3℃/s,控温精度0.1℃),腔内径40 mm,有效总长340 mm。样品材料位于石墨通腔中心,即距腔口170 mm,样品材料与石墨通腔形成集成黑体空腔,经实验测量在1500℃时30 min内的控温稳定性优于1℃。样品材料后部连接一石墨推杆,推杆另一端连接至高速直线电机。高速直线电机定位精度0.01 mm,样品材料从石墨通腔中心外推至腔口的极限运动时间为147 ms。FTIR由德国Bruker公司生产,使用DTGS探测器,加载快速测量模块,扫描频率60 kHz。通过拆分干涉仪双向双边运动得到的干涉谱,再对其进行傅里叶变换得到光谱,该方法可有效提高在极短时间内获得的输出光谱次数,在150 ms内可获得超过10次的输出光谱。

4 实验结果与讨论

4.1 石墨高温红外光谱发射率测量结果

本文在集成黑体名义温度1000℃、1300℃、1500℃测量了某石墨材料在3~14 μm范围内的红外光谱发射率,FTIR的光谱输出以集成黑体名义温度1000℃为例,如图5(a)所示,集成黑体和某石墨材料在1000℃、1300℃、1500℃测量状态时的有效光谱如图5(b)所示,光谱发射率测量结果如图6所示。由于我国在1000℃以上红外光谱发射率测

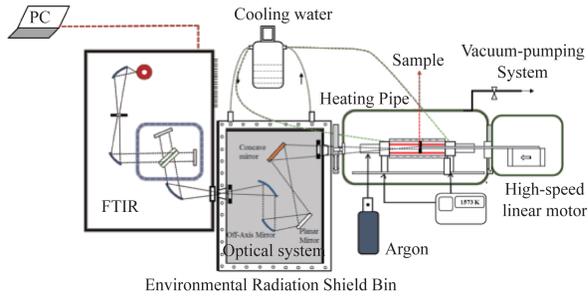


图4 集成黑体法发射率测量装置原理

Fig. 4 Schematic of the emissivity measurement device using the integrated blackbody principle

量尚未建立相应的国家计量标准,因此对于测量结果缺乏有效溯源和比对。

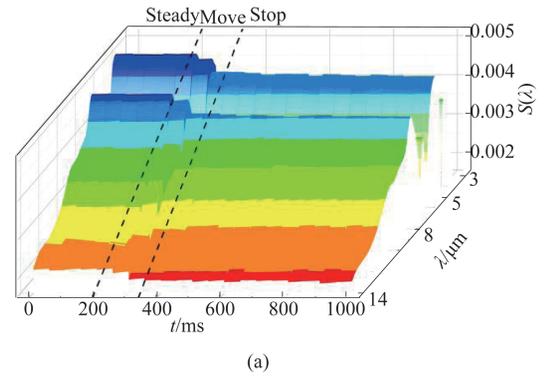
在中国计量科学研究院(NIM),通过辐射法^[22]在1 000 °C、1 300 °C、1 500 °C在0.9 μm上和室温下的3~14 μm波段上的积分球反射计法对本文得到测量结果进行了实验验证和比对。同时,与部分国内外公开发表的测量结果,包括斯图加特大学核技术与能源系统研究所(IKE)^[23]在1 000 °C的测量结果($u=3\% \sim 6\%$, $k=1$, $\lambda \geq 2 \mu\text{m}$)、PTB^[7]在700~1 500 °C范围内1.064 μm波长上的测量结果($u=5\%$, $k=1$)、HAI^[10]在1350 °C的测量结果以及NU-AA^[8]在1 000~1 450 °C范围内测量结果($u < 3\%$, $k=1$)进行了比对,如图6所示。在短波附近($\lambda \leq 4 \mu\text{m}$),本文报道的实验结果与比对实验结果以及以上公开发表的结果的偏差均小于5%。由于不同的石墨材料自身发射率存在偏差,因此对于该测量结果认为比较理想并可以接受。

4.2 讨论

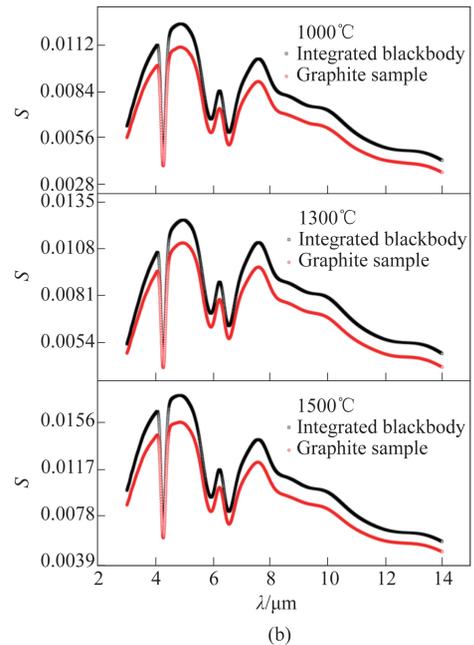
4.2.1 动态温降测量

在集成黑体法红外光谱发射率测量中,样品材料需要从空腔中心外推至腔口,尽管通过高速直线电机将样品运动时间控制在150 ms之内,但样品材料表面真温依然必定存在温降。样品材料表面温降是该测量方法中测量不确定度的重要贡献量,同时,根据式(11),通过对温降的测量也回避了样品表面真温测量这一难题。基于假设样品材料外推过程中忽略对流换热且空腔内为稳态且整个测量过程电加热输入功率保持不变,建立样品材料在空腔内的换热物理模型,如图7所示, r 为样品材料半径, l 为集成黑体腔长。

样品材料从腔中心位置(Center)外推至腔口位置(Mouth)的过程被离散为 n 个等面积圆环,腔口处的边界层被等效为室温黑体。根据热力学辐射换



(a)



(b)

图5 集成黑体和石墨材料的光谱输出 (a)集成黑体名义温度1 000 °C时石墨材料光谱发射率测量过程中的光谱输出, (b)集成黑体和石墨材料在名义温度1 000 °C、1 300 °C、1 500 °C测量状态时的有效光谱输出

Fig. 5 The spectral outputs of the integrated blackbody and the graphite material (a) The spectral outputs during the spectral emissivity measurement of a graphite material at a nominal temperature of 1 000 °C of the integrated blackbody, (b) The effective spectral outputs of the integrated blackbody and the graphite material in the measurement state at the nominal temperatures of 1 000 °C, 1 300 °C and 1 500 °C

热理论,可得到样片材料处于任意离散圆环位置时与腔体内表面的辐射换热量,根据其输出辐射量与输入辐射量的差求解换热流量 Φ_i ,表示为,

$$\Phi_i = A_{\text{rad}} (\varepsilon_s \sigma T_s^4 - \sum_{i=2}^n F_{1-i} J_i) \quad (16)$$

式中, A_{rad} 为换热面积, ε_s 为样品材料发射率, σ 为黑体辐射常数, F 为角系数, J 为有效辐射能量。根据热流量定义和热容计算公式, Φ_i 可表示为,

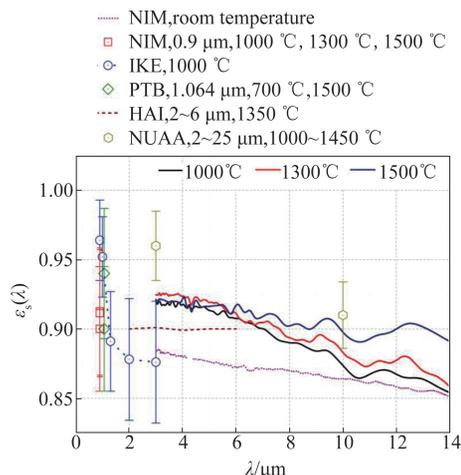


图6 石墨材料红外光谱发射率测量及比对结果
Fig. 6 The measurement and comparison results of the infrared spectral emissivity of graphite

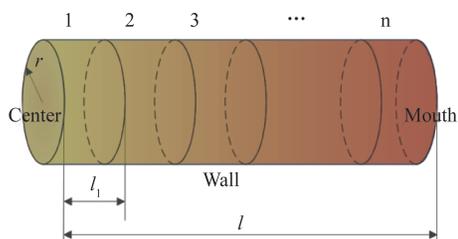


图7 样品材料表面换热模型
Fig. 7 Heat transfer model of a sample surface

$$\Phi_i = \frac{dQ_i}{dt} = mC_{pi} \frac{dT_i}{dt} \quad (17)$$

式中, Q 为热量, t 为导热时间, m 为质量, C_p 为热容。那么样品材料通过任意圆环的温降为,

$$\Delta T_i = \frac{dT_i}{dt} \Delta t_i = \frac{A_{rad}(\varepsilon_s \sigma T_{si}^4 - \sum_{i=2}^n F_{1-i} J_i)}{mC_{pi}(T_{si})} \Delta t_i \quad (18)$$

因此, 样品材料从腔中心外推至腔口的总温降即为,

$$\Delta T_{total} = \sum_i \Delta T_i \quad (19)$$

然而观察式(18)可知, 该温降求解方法需要预估样品材料发射率, 且对于任何样品材料的发射率测量均需要获得其通过腔内不同位置时的温度, 因此对其进行简化。当假定离散圆环数量仅为 1 时, 样品材料仅与室温黑体进行辐射换热, 式(18)即为,

$$\Delta T_{total} = \frac{dT}{dt} t_l = \frac{A_{rad} \varepsilon_s \sigma T_s^4}{mC_p(T_s)} t_l \quad (20)$$

式中, t_l 为样品从腔中心外推至腔口的时间。假设样品材料在外推抵至腔口后的 200 ms 内, 其换热物

理模型与外推过程相同, 且亮温温降等于真温温降, 建立样品材料极限温降评估方法, 即以样品材料到达腔口后 200 ms 内的亮温下降斜率作为极限温降斜率 dT_l/dt , 以外推时间为温降时间 t , 根据式(20)评估极限温降。由于真实温降值小于极限温降值, 极限温降认为是真实温降的最大值。本文以某石墨样品材料为例, 通过 LP4 测量亮温, 在 0.65 μm 和 0.9 μm 波长上评估了极限温降, 如图 8 所示。根据极限温降测量结果, 在集成黑体名义温度 1 000 °C 时, 样品材料外推过程中的动态温降对发射率测量不确定度贡献优于 2%, 在 1 500 °C 时, 对测量不确定度的贡献优于 4.5%。将在 0.65 μm 上的极限温降测量结果代入式(11), 得到该石墨样品材料在 1 000 °C、1 300 °C 和 1 500 °C 的动态温降修正因子 C , $C(T_b=1\ 000\ ^\circ\text{C})=1.017$, $C(T_b=1\ 300\ ^\circ\text{C})=1.028$, $C(T_b=1\ 500\ ^\circ\text{C})=1.036$ 。

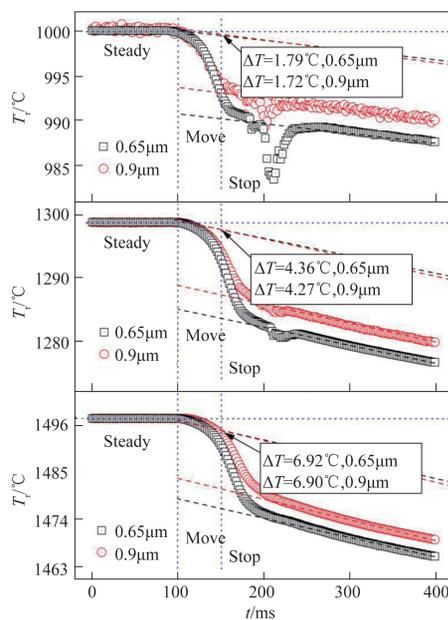


图8 石墨材料极限温降评估
Fig. 8 The maximum temperature drop evaluations of a graphite material

4.2.2 红外光学系统 SSE

假设集成黑体和样品材料的辐射亮度相同, 即二者具有相等有效发射率, 当样品材料从腔中心外推至腔口时, 由于测量光路保持一致, 有效测量面积发生了改变, 可引起 FTIR 的光谱输出变化, 在辐射测量中这种变化可视为 SSE 的影响, 是式(12)中 K 的主要贡献量。SSE 来源于目标辐射的衍射和散射、光学系统的不完美和光学畸变等影响。本文基

于直接法^[24]在以腔口直径 65 mm 的热管黑体(腔口均匀性 < 0.6 °C)为辐射源,在 1 000 °C 对红外光学系统的 SSE 进行了测量,表示为,

$$\text{SSE}(d, d_r, \lambda, T) = \frac{S(d, \lambda, T) - S(d_r, \lambda, T_{\text{env}})}{S(d_r, \lambda, T) - S(d_r, \lambda, T_{\text{env}})}, \quad (21)$$

式中, d 为被测辐射源直径, d_r 为参考辐射源直径。以 3~5 μm 和 8~14 μm 波长范围内整数波长点上的测量结果为例给出 SSE, 如图 9 所示。在实际发射率测量中, 样品材料从腔中心外推至腔口的过程中, 有效测量面积直径变化范围在 20~25 mm 之间, 并以其作为边界条件, 通过 SSE 评估得到的 K 为,

$$K = \frac{\int_{\lambda=3\mu\text{m}}^{\lambda=14\mu\text{m}} \text{SSE}(d_{b,r} = 25\text{mm}) d\lambda}{\int_{\lambda=3\mu\text{m}}^{\lambda=14\mu\text{m}} \text{SSE}(d_{s,r} = 20\text{mm}) d\lambda} \approx 1.001. \quad (22)$$

那么红外光学系统的 SSE 对发射率测量不确定度的贡献为 0.05%。

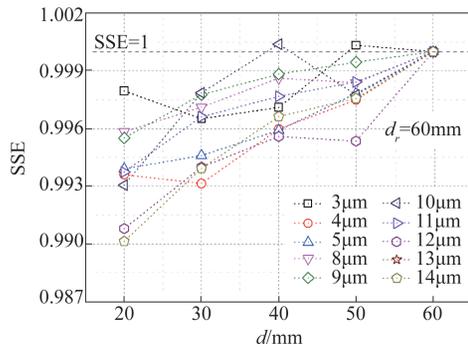


图9 SSE测量结果

Fig. 9 Results of the SSE measurements

4.2.3 红外探测系统光谱响应度线性度

当探测系统的光谱响应度呈现线性响应特征时, 式(5)中的 $R(\lambda, T_b)/R(\lambda, T_s)=1$, 即通过 FTIR 直接得到的样品材料与集成黑体的光谱输出信号比即为二者光谱辐射亮度比。然而, 由于探测器及关联放大电路存在非理想特性^[17], 即光谱探测系统的光谱响应存在非线性, $R(\lambda, T_b)/R(\lambda, T_s)$ 必定不等于 1。 $R(\lambda, T_b)/R(\lambda, T_s)$ 即可表示为该装置的光谱响应度相对线性度偏差。本文通过光通量倍增原理的双光阑法^[25]测量了 FTIR 红外辐射探测子系统的光谱响应度线性度 LN , 可表示为,

$$LN(\lambda) = \frac{R_{AB}(\lambda)\phi_{AB}(\lambda)}{R_A(\lambda)\phi_A(\lambda) + R_B(\lambda)\phi_B(\lambda)} = \frac{S_{AB}(\lambda) - S_{\text{env}}(\lambda)}{[S_A(\lambda) - S_{\text{env}}(\lambda)] + [S_B(\lambda) - S_{\text{env}}(\lambda)]}, \quad (23)$$

式中, R_{AB} 、 ϕ_{AB} 、 S_{AB} 为双光阑全开时的光谱响应度、光谱辐射通量、光谱输出信号, R_A 、 ϕ_A 、 S_A 为左侧光阑开、右侧光阑闭时的光谱响应度、光谱辐射通量、光谱输出信号, R_B 、 ϕ_B 、 S_B 为左侧光阑闭、右侧光阑开时的光谱响应度、光谱辐射通量、光谱输出信号, S_{env} 为环境杂散辐射光谱输出信号。以接近 3~5 μm 和 8~14 μm 的大气窗口中心波长的 3.9 μm 和 10.6 μm 处为例在 200~1 000 °C 给出 LN 测量结果及测量不确定度, 如图 10 所示。光谱响应度线性度修正因子 ILN 基于递推公式求解, 表示为^[26],

$$ILN_i(\lambda) = \prod_{n=1}^i LN_n(\lambda), \quad (24)$$

其结果与不确定度如图 11 所示。分别根据在 3.9 μm 和 10.6 μm 处的 ILN 估计在 3~5 μm 和 8~14 μm 范围内的 $R(\lambda, T_b)/R(\lambda, T_s)$ 。当集成黑体在名义温度 1 000 °C 时, 光谱响应度线性度对发射率测量不确定度的贡献小于 0.5%。

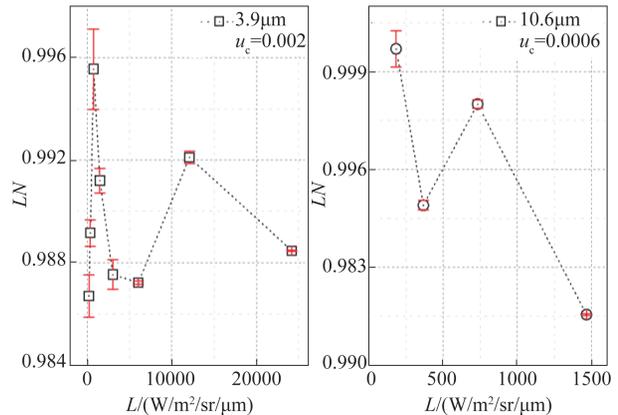


图10 光谱响应度线性度测量结果

Fig. 10 Results of the linearity of the spectral responsivity

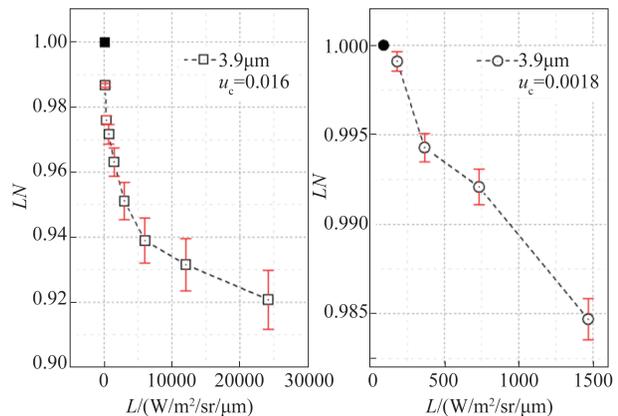


图11 光谱响应度线性度修正因子

Fig. 11 Linearity correction coefficients of the spectral responsivity

4.2.4 石墨高温红外光谱发射率测量不确定度

根据式(12),基于集成黑体法的材料红外光谱发射率的测量不确定度主要来源为:集成黑体有效发射率 ε_b 、观测因子比 K 、集成黑体-样品亮度比 Ratio、飞行动态温降修正因子 C 。相应的不确定度传递数学模型可简单表示为:

$$u_{\varepsilon_s} = \sqrt{\left(\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial \varepsilon_b} u_{\varepsilon_b}\right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial K} u_K\right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial \text{Ratio}} u_{\text{Ratio}}\right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial C} u_C\right)^2} \quad (25)$$

基于集成黑体法的该石墨材料测量不确定度评定方法如表1所示,其中各不确定度分量 u_{ε_b} 基于式(14)、 u_K 基于式(22)、 u_{Ratio} 基于式(7)、 u_C 基于式

表1 基于集成黑体法的材料红外光谱发射率测量不确定度来源及评定方法

Table 1 Uncertainties and evaluation methods of the materials infrared spectral emissivity measurements using integrated blackbody principle

不确定度主项	不确定度子项	评定方法
集成黑体发射率 u_{ε_b}	集成黑体温场	A
	集成控温稳定性	A
	腔体材料辐射特性	B
观测因子比 u_K	辐射源尺寸效应	B
	距离效应	B
集成黑体-样品亮度比 u_{Ratio}	光谱亮度比测量重复性	A
	FTIR 响应度非线性	B
	FTIR 噪声	B
	FTIR 波数准确性	B
	FTIR 波数重复性	B
	FTIR 短期稳定性	B
	环境杂散辐射	A
飞行动态温降修正因子 u_C	LP4 波长准确性	B
	LP4 滤波片带宽	B
	LP4 量程系数	B
	LP4 噪声	B
	LP4 辐射源尺寸效应	B
	LP4 短期稳定性	B
	LP4 非线性	B
	示值精度	B
	样品在腔底控温精度	A
	飞行温降	A
	样品定位精度	B
控温重复性	A	

(11)进行评价。其中,A类不确定度通过多次测量值的标准偏差获得,B类不确定度通过实验仪器设备检定校准获得。

基于上述评价方法,对于被测石墨材料的测量不确定度进行了评定,不确定度评价结果如表2所示。

根据上述讨论结果,1 000 °C时,石墨材料测量不确定度为 2.82%($k=1$)。1 300 °C时,测量不确定度为 3.69%($k=1$),1 500 °C时,测量不确定度为 4.75%($k=1$)。

5 结论

本文建立基于集成黑体法的高温红外光谱发射率测量方法,并搭建了国内首套基于该方法的适用于 1 000 °C 以上的红外光谱发射率测量装置,且波长范围可覆盖 3~14 μm 。该方法通过样品材料温降评估可以有效回避在传统的发射率测量方法中样品材料表面真温测量的难题。实验测量了该装置的非理想因素对于发射率测量的影响并进行了相关修正。文中报道了某石墨材料在 1 000 °C、1 300 °C、1 500 °C 的红外光谱发射率测量结果,测量不确定度优于 5%。通过实验验证和与公开发表的数据比对对文中报道的实验结果进行了支撑,比对结果的偏差均优于 5%,并证明了基于集成黑体法测量红外光谱发射率的可靠性。

References

- [1] Venkatapathy E, Laub B, Hartman G, *et al.* Thermal protection system development, testing, and qualification for atmospheric probes and sample return missions examples for Saturn, Titan and Stardust-type sample return [J]. *Advances in Space Research*, 2009, **44**(1): 138-150.
- [2] Pan Y J, Dong W, Lin H. Progress on spectral emittance measurements at temperature over 1000 °C [C]. Proc. of the 7th National Academic Conference on Temperature Measurement and Control, 2015: 105-113.
- [3] Hanssen L, Mekhontsev S, Khromchenko V. Infrared spectral emissivity characterization facility at NIST [J]. *Proc. of SPIE*, 2004, **5404**: 1-12.
- [4] Zhang B, Redgrove J, Clark J. New apparatus for measurement of the spectral, angular, and total emissivity of solids [J]. *High Temperature-High Press*, 2003/2004, **35/36**: 289-302.
- [5] Ohlhorst C, Vaughn W, Daryabeigi K, *et al.* Emissivity results on high temperature coatings for refractory composite materials [C]. Proc. of the 17th International Expansion Symposium, 2007: 24-27.
- [6] Hay B, Hameury J, Fleurence N, *et al.* New facilities for the measurements of high-temperature thermophysical properties at LNE [J]. *Int. J. Thermophys.*, 2014, **35**(9-

表 2 石墨材料红外光谱发射率测量不确定度

Table 2 Summary of measurement uncertainties of the infrared spectral emissivity of the graphite material

不确定度主项	不确定度子项	$u(1\ 000\ ^\circ\text{C})$	$u(1\ 300\ ^\circ\text{C})$	$u(1\ 500\ ^\circ\text{C})$
		$l(\%)$	$l(\%)$	$l(\%)$
集成黑体发射率 u_{ε_b}	集成黑体温场	2.1	1.5	0.6
	集成黑体短期控温稳定性	0.01	0.01	0.01
	腔体材料辐射特性	0.1	0.1	0.1
观测因子比 u_k	辐射源尺寸效应	0.05	0.06	0.08
	距离效应	可忽略	可忽略	可忽略
集成黑体-样品亮度比 u_{Ratio}	光谱亮度比测量重复性	0.2	0.3	0.6
	FTIR 响应度非线性	0.5	0.5	0.6
	FTIR 噪声	0.01	0.01	0.01
	FTIR 波数准确性	0.01	0.01	0.01
	FTIR 波数重复性	0.0003	0.0003	0.0003
	FTIR 短期稳定性	可忽略	可忽略	可忽略
	环境杂散辐射	0.001	0.001	0.001
	飞行动态温降修正因子 u_c	LP4 波长准确性	可忽略	可忽略
LP4 滤波片带宽	可忽略	可忽略	可忽略	
LP4 量程系数	0.02	0.03	0.04	
LP4 噪声	0.01	0.02	0.02	
LP4 辐射源尺寸效应	0.06	0.08	0.12	
LP4 短期稳定性	0.1	0.13	0.17	
LP4 非线性	可忽略	可忽略	可忽略	
示值精度	可忽略	可忽略	可忽略	
样品在腔底控温精度	0.1	0.1	0.2	
飞行温降	1.79	3.32	4.61	
样品定位精度	0.002	0.002	0.002	
控温重复性	0.01	0.01	0.01	
合成不确定度 $u_{\varepsilon_k} l(\%), k=1$		2.82	3.69	4.75

10):1712-1724.

- [7] Krenek S, Gilbers D, Anhalt K, *et al.* A dynamic method to measure emissivity at high temperatures [J]. *Int. J. Thermophys.*, 2015, **36**(8):1713-1725.
- [8] Ren D, Tan H, Xuan Y, *et al.* Apparatus for measuring spectral emissivity of solid materials at elevated temperatures [J]. *Int. J. Thermophys.*, 2016, **37**(51):1-20.
- [9] Dai J, Wang X, Yuan G. Fourier transform spectrometer for spectral emissivity measurement in the temperature range between 60 and 1500°C [C]. 7th International Symposium on Measurement Technology and Intelligent Instruments, Journal of Physics: Conference Series 13, 2005: 63-66.
- [10] Wang H, Chen D, Wang G, *et al.* Measurement technology for material emissivity under high temperature dynamic heating conditions [J]. *Measurement*, 2013, **46**: 4023-4031.
- [11] Chen N, Chu Z, Chen H. Precise calculation of the inte-

grated emissivity of baffled blackbody cavities [J]. *Metrologia*, 1980, **16**(2):69-72.

- [12] Vader D T, Viskanta R, Incropera F P. Design and testing of a high-temperature emissometer for porous and particulate dielectrics [J]. *Review of Scientific Instruments*, 1986, **57**(1):87-93.
- [13] Postlethwait M A, Sikka K K, Modest M F, *et al.* High-temperature, normal spectral emittance of silicon carbide based materials [J]. *Journal of thermophysics and heat transfer*, 1994, **8**(3):412-418.
- [14] Massuti-Ballester B, Pagan A S, Herdrich G. Determination of total and spectral emissivity of space relevant materials [R]. Lisbon: 8th European Symposium on Aerothermodynamics for Space Vehicles, At IST Congress Centre, 2015.
- [15] Ishii J, Ono A. Uncertainty estimation for emissivity measurements near room temperature with a Fourier transform spectrometer [J]. *Meas. Sci. Technol.*, 2001, **12**(12):

- 2103-2112.
- [16] SONG Xu-Yao, DUANMU Qing-Duo, DONG Wei, *et al.* Piecewise linear calibration of Fourier spectral measurement system responsivity based on the high temperature blackbody [J]. *Infrared and Laser Engineering* (宋旭尧, 端木庆铎, 董伟, 等。基于高温黑体的傅里叶光谱测量系统响应度分段线性标定。《红外与激光工程》), 2019, **48**(7):0718002.
- [17] Yuan Z, Zhang J, Zhao J, *et al.* Linearity study of a spectral emissivity measurement facility [J]. *Int. J. Thermophys.*, 2009, **30**(1):227-235.
- [18] Zhang Z M, Tsai B K, Machin G. *Radiometric temperature measurements 1. Fundamentals* [M]. Press in Elsevier Academic, 2010.
- [19] FANG Qian-Qian, FANG Wei, WANG Kai. Calculation of effective emissivity of blackbody cavities by Monte-Carlo method [J]. *Chinese Optics* (方茜茜, 方伟, 王凯。蒙特-卡罗法计算黑体空腔有效发射率。《中国光学》), 2012, **5**(2):167-173.
- [20] Prokhorov A, Hanssen L. Effective emissivity of a cylindrical cavity with an inclined bottom: II. Non-isothermal cavity [J]. *Metrologia*, 2010, **47**: 33-46.
- [21] SHAO Chun-Teng, HUAN Ke-Wei, LI Zhi-Bin, *et al.* Research on integrated blackbody emissivity measurement based on laser integral sphere reflectometry [J]. *Acta. Metrol.Sin.*, (邵春滕, 宦克为, 李志彬, 等。基于激光积分球反射计的集成黑体发射率测量研究。《计量学报》), 2019, **40**(3): 427-431.
- [22] Pan Y, Dong W, Lin H, *et al.* High temperature spectral emissivity measurement using integral blackbody method [J]. *Proc. of SPIE*, 2016, **10157**: 1015730.
- [23] Neuer G, Jaroma-Weiland G. Spectral and total emissivity of high-temperature materials [J]. *Int. J. Thermophys.*, 1998, **19**(3): 917-929.
- [24] Bloembergen P, Duan Y, Bosma R, *et al.* The characterization of radiation thermometers subject to the size-of-source effect [C]. Proc. of TEMPMEKO, 1996: 261-266.
- [25] Theocharous E. Absolute linearity measurements on a PbS detector in the infrared [J]. *Applied Optics*, 2006, **45**(11): 2381-2386.
- [26] LIU Hui, CHEN Hong-Yao, SI Xiao-Long, *et al.* Linear calibration of wide dynamic range response of silicon detectors based on double LEDs light source integrating sphere [J]. *Acta. Opt. Sin.* (刘辉, 陈洪耀, 司孝龙, 等。基于双LED光源积分球的硅探测器宽动态范围响应线性标校。《光学学报》), 2017, **37**(9): 0904002.