

文章编号:1001-9014(2007)02-0149-04

基于傅里叶红外光谱仪的光谱发射率测量装置的研制

王新北, 萧鹏, 戴景民
(哈尔滨工业大学, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘要:基于傅里叶红外光谱仪成功研制了固体材料光谱发射率测量装置,它由一个试样加热炉、一个参考黑体炉、水浴环境腔体及真空系统等组成,可以实现 $100\sim 1500^{\circ}\text{C}$ 及光谱 $0.66\sim 25\mu\text{m}$ 范围内固体材料光谱发射率测量.参考黑体用于对系统的标定,水浴环境腔体和真空系统用来消除环境和大气的影响.装置调试后对某种航天用材料做了测试实验,得到了很有规律的结果.估计了系统的不确定度:发射率不确定度小于 2.27% ($3\delta, \varepsilon=0.9$), 6.80% ($3\delta, \varepsilon=0.3$).

关键词:傅里叶红外光谱仪;光谱发射率;温度
中图分类号:0522+.2 **文献标识码:**A

DEVELOPMENT OF SPECTRAL EMISSIVITY MEASUREMENT SYSTEM BASED ON FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROMETER (FTIR)

WANG Xin-Bei, XIAO Peng, DAI Jing-Min
(Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

Abstract: Based on a Fourier transform infrared (FTIR) spectrometer, a new apparatus to measure spectral emissivity of solid materials was constructed with a specimen heating furnace and a reference blackbody cavity and a vacuum chamber cooled by water bath system. The measurements can be done in the spectral range from $0.66\mu\text{m}$ to $25\mu\text{m}$ and in the temperature range from 100°C to 1500°C . The reference blackbody cavity was employed to calibrate the system and the vacuum cooling water bath system was used to decrease the influence of surroundings. Some experiments were done for two surfaces of a material. The uncertainties are evaluated to be better than 2.27% ($3\delta, \varepsilon=0.9$) and 6.8% ($3\delta, \varepsilon=0.3$).

Key words: Fourier transform infrared spectrometer (FTIR); spectral emissivity; temperature

引言

发射率(也称辐射率、黑度系数等)是表征物质表面辐射本领的物理量,是一项重要的热物性参数,在很多领域中都有重要的作用和意义.

在军事预警、制导和隐身等国防领域中,导弹喷焰、蒙皮的光谱发射率的认知,是预警、制导和隐身前提和关键.而目标发射率数据获得,是遥感、辐射测温的基础,直接决定了测量的不确定度,具有重要意义和应用价值.

物体表面的发射率,不是物质的本征参数,它不仅与物质组份有关,而且与物体的表面条件(粗糙度)有关,同时还与物体的温度和考察的波长等有

关.因此发射率是以上诸多因素的多元函数,所以在实际的测量中有较多的影响因素,一直是较难和较热的研究课题.

关于发射率测量技术的研究可以追溯到二十世纪30年代,七十多年来,各国学者^[1-5]提出各种发射率测量方法和装置,对各种物质的辐射特性作了大量测定工作,有关数据已经汇编成册供使用者查阅.但是由于材料发射率与材料组份、表面状况及所处的温度和考察的波长有关,所以建立完备的发射率数据库是不可能的,而且测量的精度和重复性都不尽人意.特别是军事、国防、材料科学及能源领域的快速发展,现有的数据库无法满足需求,迫切需要建立精确快速的发射率测量装置,对这些材料进行

收稿日期:2006-07-17,修回日期:2006-10-14

基金项目:国家自然科学基金(50336010)资助项目

作者简介:王新北(1965-),男,辽宁新民人,博士,主要研究方向为热物性测试.

Received date: 2006-07-17, revised date: 2006-10-14

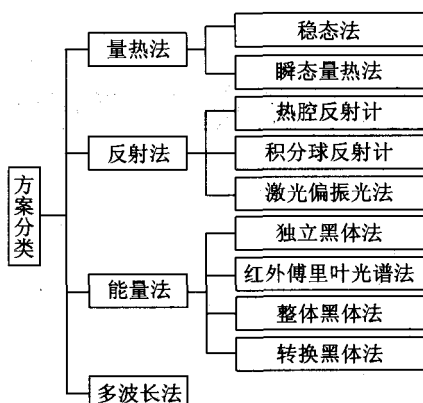


图1 发射率测量方法分类

Fig. 1 Classification of emissivity measurement methods

测量.

根据不同的测试原理,通常将发射率测量方法分为:量热法、反射率法、辐射能量法和多波长测量法等,方法的分类图如图1所示.

在能量法研究方面有代表性的工作有:

1984年刘宝明等人^[6]采用分光光度计研制成功了发射率测量装置,波长范围:2.5~25 μm ;温度范围:400~1000 $^{\circ}\text{C}$;精度:3~5%,测量时间(不含加热时间):几min.

2000年J. Ishii和A. Ono^[7]基于傅里叶红外光谱仪研制成功了低温光谱发射率测量装置.采用了一个简单的Michelson干涉仪,光谱范围:5~12 μm ,温度范围:-20~100 $^{\circ}\text{C}$,测量的不确定度1%~3%,测量时间:几s.

2005年作者^[8]等采用傅里叶光谱仪研制成功了粒子辐射测量装置,装置中采用了日本JASCO的FT/IR-660型光谱仪,光谱范围0.66~25 μm ,温度范围100~1500 $^{\circ}\text{C}$,可以测量粒子的发射率和粒子透过率等参数.

在这一工作基础上,本文研制了固体材料光谱发射率测量装置,推导了环境补偿算法,对某航天用材料的光谱发射率进行了测量,估算了测量的不确定度.

1 仪器的描述

系统组成如图2所示,由傅里叶红外光谱仪、试样加热炉、参考黑体炉、水浴环境腔体与真空系统等组成.

光谱仪主要技术指标:(1)波数范围:15000~3500 cm^{-1} ;(2)分辨率:0.022nm~40nm;(3)信噪比:25,000:1;(4)扫描频率:20Hz.

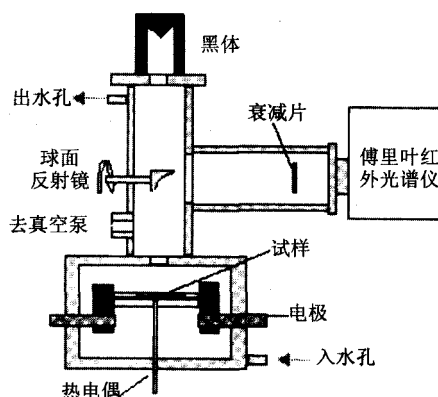


图2 发射率测量系统示意图

Fig. 2 Diagram of emissivity measurement system

试样加热炉是本文设计难点,通过大量实验,我们最终采用了钨板直接加热方案,即采用薄钨板(宽50mm,长250mm,厚0.3mm)作为加热体,钨板上均匀地钻上小孔来增加加热体电阻,钨板加热体的两侧由耐火材料保温并起支撑作用.测温采用了铂铑-铂热电偶温度传感器,加热电源采用了可控大功率低压直流电源(电流0~1000A,电压:0~30V)与智能PID控制器AL808构成自动控制系统,温度控制的不确定度为1 $^{\circ}\text{C}$.试样为圆盘形,直径为30mm,厚度1~5mm.

参考黑体炉的加热体为SiC(碳化硅)管,黑体空腔是圆筒-内凸锥形(顶角120 $^{\circ}$)腔型结构,空腔直径为50mm,腔长为250mm,开口为50mm,腔体内壁涂高温黑体涂料,材料发射率在0.9以上,空腔的有效发射率估计在0.9995以上.测温传感器也采用铂铑-铂热电偶,温度控制器为AL808智能PID控制器,控温不确定度为1 $^{\circ}\text{C}$.由于参考黑体也要工作在真空环境下,所以需要密封,我们对其进行密封设计.

在红外波段,环境的辐射会引起光谱仪较大的输出,如果不能对环境进行控制和补偿,测量将无法进行.为此我们建立了水浴环境腔体,以确保光谱仪的辐射入射通道内壁温度恒定,这样即可通过第3节中2次测量法将环境影响消除.水浴环境腔体的温度由一恒温循环水浴(可制冷)控制,温度控制在20 $^{\circ}\text{C}$,温度不确定度为0.5 $^{\circ}\text{C}$.

另外,由于水蒸气、CO₂等气体,在2.7 μm ,4.3 μm 及5~7 μm 等几个波段内存在严重的吸收,使得测量在上述波段内无法得到有用的数据.又考虑到加热体在高温下的氧化,使其寿命大大减小,为此设计了真空系统,使试样加热炉、参考黑体炉都处

于真空容器中。

由于系统工作在 $0.66 \sim 25 \mu\text{m}$ 的光谱范围内,聚光系统只能采用反射式系统,考虑到无特殊的成像要求,采用了单球面反射式聚光系统,球面镜的直径为 1000mm ,口径为 50mm ,焦距为 500mm ,目标的直径为 30mm ,物距 550mm ,像距为 600mm ,相面尺寸大约为 50mm (光谱仪的入瞳 50mm)。

2 标定与环境补偿方法

假设傅里叶红外光谱仪对入射的光谱辐射响应是线性的,当测量温度为 T 的试样时,在波长 λ 处光谱仪的输出为 $S(\lambda)$:

$$S(\lambda) = R(\lambda) \cdot [G_1 \cdot L(\lambda, T) + G_2 \cdot L_0(\lambda, T_0)] \quad (1)$$

式(1)中 G_1, G_2 分别为试样和背景的几何因子,是由光路几何关系决定的; $R(\lambda)$ 为光谱仪光谱响应函数,是光谱仪光学系统的透过率和探测器的光谱响应率的乘积; $L(\lambda, T)$ 是试样的光谱辐射亮度; $L_0(\lambda, T_0)$ 为背景的辐射亮度。

标定的目的是确定 $G_1 \cdot R(\lambda)$ 和 $G_2 \cdot R(\lambda) \cdot L_0(\lambda, T)$ 的值,将参考黑体设定在不同的 2 个温度 T_1 和 T_2 ,则光谱仪的相应输出分别为 $S_1(\lambda)$ 和 $S_2(\lambda)$,可以得到下面 2 个等式

$$S_1(\lambda) = R(\lambda) \cdot [G_1 \cdot L_b(\lambda, T_1) + G_2 \cdot L_0(\lambda, T_0)] \quad (2)$$

$$S_2(\lambda) = R(\lambda) \cdot [G_1 \cdot L_b(\lambda, T_2) + G_2 \cdot L_0(\lambda, T_0)] \quad (3)$$

在这里 $L_b(\lambda, T)$ 是黑体的光谱辐射亮度.由方程式(2)和式(3)可以解出

$$G_1 \cdot R(\lambda) = \frac{S_2(\lambda) - S_1(\lambda)}{L_b(\lambda, T_2) - L_b(\lambda, T_1)} \quad (4)$$

$$S_0 = G_2 \cdot R(\lambda) \cdot L_0(\lambda, T_0) \\ = S_1(\lambda) - \frac{(S_2(\lambda) - S_1(\lambda)) \cdot L_b(\lambda, T_1)}{L_b(\lambda, T_2) - L_b(\lambda, T_1)} \quad (5)$$

在测量时,光谱仪器分别测量被测试样和与试样温度完全相同的黑体的辐射,可以得到输出光谱曲线 $S_s(\lambda)$ 和 $S_b(\lambda)$

$$S_s(\lambda) = R(\lambda) \cdot [G_1 \cdot L_s(\lambda, T) + G_2 \cdot L_0(\lambda, T_0)] \quad ,$$

$$S_b(\lambda) = R(\lambda) \cdot [G_1 \cdot L_b(\lambda, T) + G_2 \cdot L_0(\lambda, T_0)] \quad ,$$

进一步可得

$$L_s(\lambda, T) = \frac{S_s(\lambda)}{G_1 \cdot R(\lambda)} - \frac{G_2}{G_1} \cdot L_0(\lambda, T_0) \quad (6)$$

$$L_b(\lambda, T) = \frac{S_b(\lambda)}{G_1 \cdot R(\lambda)} - \frac{G_2}{G_1} \cdot L_0(\lambda, T_0) \quad (7)$$

可以得到试样的光谱发射率分布曲线 $\varepsilon(\lambda)$

$$\varepsilon(\lambda) = \frac{L_s(\lambda, T)}{L_b(\lambda, T)} = \frac{S_s(\lambda, T) - S_0}{S_b(\lambda, T) - S_0} \quad (8)$$

式(8)即为计算光谱发射率的公式。

3 实验与结果分析

系统研制成功后,首先对测量装置进行了标定,标定的方法是:将球面反射镜,旋转到朝向黑体方向,启动真空泵,环境水浴的温度设定在 20°C ,设定黑体温度为 400°C . 40min 后,黑体温度,环境水浴温度已经稳定,关闭真空泵,启动光谱仪,记录其输出曲线.之后,重新启动真空泵,设定黑体温度在 700°C 再经过 40min 左右,黑体的温度已经稳定,关闭真空泵,重复上面的测量,得到了光谱仪的第二条输出曲线.采用第 3 节式(4)和式(5),可以计算每个波长下 $G_1 \cdot R(\lambda)$ 及 $G_2 \cdot R(\lambda) \cdot L_0(\lambda, T)$.

完成上述标定后,受某航天材料研究所的委托,对他们提供的某航天用材料(氧化和未氧化)做了光谱发射率测量实验,试样为片状试样(不是很规则,大于直径 30mm ,厚度均匀为 5mm).实验步骤如下:启动真空泵和环境水浴,设定试样和黑体相同,分别在 100°C , 500°C , 800°C , 1200°C 和 1500°C ,并分别记录光谱仪测量试样和黑体的输出曲线.根据第 3 节公式(8),就可计算出不同温度下的材料光谱发射率曲线.对 2 种材料表面测量结果分别绘于图 3 和图 4.

图 3 和图 4 中曲线表明:(1)该材料氧化后,发射率有较大的提高;(2)随着试样温度的增加,对 2 种表面的光谱发射率有下降趋势;(3)对于 2 种表面,不同的温度,都有波长增加发射率测增加的趋势;(4)在某些波长上,光谱发射率曲线有明显的波动;(5)在 $5 \sim 7 \mu\text{m}$ 波段范围内有一定的波动,是因为真空设备抽的不够,由大气的吸收而引起的。

4 不确定度分析

影响系统不确定度主要因素有:试样、黑体及环境黑体的温度;黑体空腔发射率;光谱仪非线性 and 噪声。

温度的不确定度包括:试样温度不确定度 1°C (测量、控制及非均匀性),温度为 100°C 时,相对不确定度为 0.25% , 800°C 时,相对不确定度为 0.09% ;黑体温度的不确定度 1°C , 100°C 时,相对不确定度 0.25% , 800°C 时,相对不确定度 0.09% ;环境水浴温度控制的不确定度 0.5°C , 20°C 时相对不确定度 0.17% 。

参考黑体空腔有效发射率不确定度估计为: 0.0001 ,相对不确定度 0.01% 。

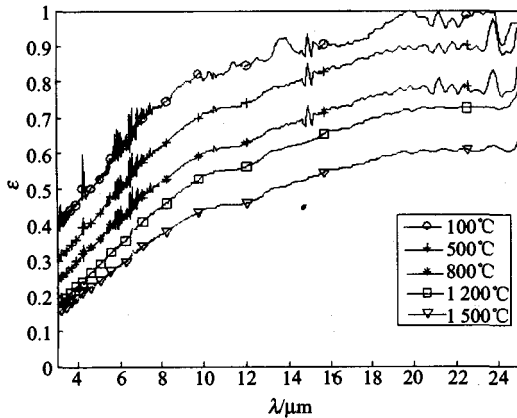


图3 材料光谱发射率

Fig. 3 Measurement result of emmissivity of a material

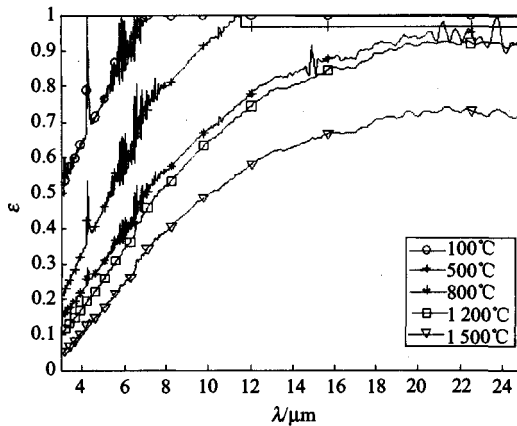


图4 材料(氧化)光谱发射率

Fig. 4 Measurement result of emmissivity of an oxide material

考虑 FTIR 光谱仪的辐射测量上不确定度的主要来源是光谱响应非线性和测量噪声. 本文参照了厂家给出的最大数据: 非线性为 0.39%, 曲线的噪声估计 0.40%.

在 100°C 时, 组合

$$\Delta \varepsilon = \sqrt{0.25^2 + 0.25^2 + 0.17^2 + 0.01^2 + 0.39^2 + 0.40^2} = 0.68$$

在 800°C 时, 组合

$$\Delta \varepsilon = \sqrt{0.09^2 + 0.09^2 + 0.17^2 + 0.01^2 + 0.39^2 + 0.40^2} = 0.60$$

则光谱发射率的相对不确定度为: 2.27% ($\varepsilon = 0.9, K = 3, 100^\circ\text{C}$), 6.80% ($\varepsilon = 0.3, K = 3, 100^\circ\text{C}$); 2.00% ($\varepsilon = 0.9, K = 3, 800^\circ\text{C}$), 6.00% ($\varepsilon = 0.3, K = 3$).

从计算结果来看, 光谱仪的非线性和噪声对发射率的不确定度影响较大, 在下一步的深入研究中需要很好控制和修正.

5 结语

经过一年多的研制和实验工作, 最终研制成功了光谱发射率测量装置, 它可以在较宽温度范围内和宽的光谱范围内对固体材料的光谱发射率进行较精确、快速的测量.

在研制初期, 没有采用环境水浴, 测量的结果没有规律, 经过理论分析和实验研究发现: 背景环境辐射的影响是巨大的, 必须将其消除, 而消除的前提是它的温度恒定. 因此, 我们设计了环境腔体, 将整个光路内壁用冷却水恒温, 并采用 2 次标定的方法来消除环境辐射影响, 实验结果表明具有较好的效果.

更深入的研究包括: (1) 温度范围的拓展, 下限可以拓展到 -20°C , 上限到 2000°C 以上; (2) 灵活结构设计, 设计成积木式的, 方便的组合, 满足不同的用户需求; (3) 不确定度进一步控制; (4) 各种材料测量实验, 建立光谱发射率数据库. 深入的实验研究工作将在下一篇论文中阐述.

REFERENCES

- [1] Cezairliyan A, McClure J, Laylor R. Thermophysical measurements on 90Ti-6Al-4V alloy above 1450K using a transient (subsecond) technique[J]. *Journal of Research of the National Bureau of Standards, Section A, Physics and Chemistry*, 1977, **81**(3): 251—256.
- [2] Righini F, Roberts R B, Rosso A. Measurement of thermophysical properties by a pulse-heating method: niobium in the range 1000—2500K[J]. *International Journal of Thermophysics*, 1985, **6**(6): 681—693.
- [3] Kaschnitz E, Pottlacher G, Jaeger H. New microsecond pulse-heating system to investigate thermophysical properties of solid and liquid metals[J]. *International Journal of Thermophysics*, 1992, **13**(4): 699—710.
- [4] Dai J M, Fan Y, Chu Z X. Development of a millisecond pulse-heating apparatus[J]. *International Journal of Thermophysics*, 2002, **23**(5): 1401—1405.
- [5] DAI Jing-Min, LU Xiao-Dong, CHU Zai-Xiang, et al. Development of multi-point multi-wavelength pyrometer with a synchronous DAS[J]. *J. Infrared Millim. Waves* (戴景民, 卢小冬, 褚载祥, 等. 具有同步数据采集系统的多点多波长高温计的研制. *红外与毫米波学报*), 2000, **19**(1): 62—66.
- [6] Liu Baoming, Chu Zaixiang. Effect of deviation of cavity temperature and wall emissivity on accuracy of material emissivity measurement[C]. 10th European Conference on Thermophysical Properties, Yugoslavia: Dubrovnik, July 26-30, 1986; 22—26.
- [7] Ishii J, Ono A. Fourier transform spectrometer for thermal-infrared emissivity measurements near room temperatures[C]. proceedings of SPIE, 2000, **4103**:126—132.
- [8] Dai J M, Liu X D. Equipment for the spectral characterization of high-temperature particles[J]. *International Journal of Thermophysics*, 2005, **26**(4):1207—1213.