

文章编号: 1001-9014(2010)05-0367-05

超高温 FT-IR 光谱发射率测量系统校准方法

王宗伟¹, 戴景民¹, 何小瓦², 杨春玲¹, 潘卫东¹

(1. 哈尔滨工业大学 电气工程及自动化学院, 黑龙江 哈尔滨 150001;

2. 航天材料及工艺研究所, 北京 100076)

摘要: 针对材料发射率数据日益增长的需求, 建立了超高温傅里叶变换 (FT) 光谱发射率测量系统. 为校准材料光谱发射率的测量结果, 建立了包含辐射热交换、固体热传导、辐射测温在内的发射率校准模型. 通过校准模型定量分析了试样辐射热损、厚度、热导率等因素引起的发射率测量误差. 结果表明, 这些因素均导致试样测量温度偏高, 而发射率测量结果偏低. 测量了真空环境下 2000℃ 时纯度为 99.99% 石墨的光谱发射率曲线. 采用模型校准后的发射率曲线与文献比较, 取得了比较一致的结果. 该方法在超高温发射率测量技术中可以有效地提高测量精度.

关键词: 光谱发射率; 热导率; 温度梯度; 真实温度; 傅立叶光谱仪

中图分类号: TP701 **文献标识码:** A

CALIBRATION OF FT-IR SPECTRAL EMISSIVITY MEASUREMENT AT ULTRA-HIGH TEMPERATURE

WANG Zongwei, DAI Jingmin, HE Xiaowa, YANG Chunling, PAN Weidong

(1. School of Electrical Engineering and Automation, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001;

2. Aerospace Research Institute of Material and Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract: To correct measurement errors in spectral emissivity measurement based on FT-IR in the vacuum ambient, the emissivity calibration model has been constructed, including radiation thermal losses, one-dimension heat transfer and radiation thermometry. The emissivity error has been quantitatively analyzed. The results show that the higher the sample temperature is, the lower is the value of the emissivity. This result is induced by thermal losses, material thermal conductivity and sample thickness. To reduce the error induced by these factors, the system should be calibrated. The calibrated spectral emissivity of high-purity graphite sample at 2000℃ agrees very well with the results reported by G. Neuer and G. Jaroma-Weikand.

Key words: Spectral emissivity; Thermal conductivity; Temperature gradient; True temperature; FT-IR

引言

随着材料科学及应用技术的发展, 人们需要认知新型材料光谱辐射特性, 比如气动加热过程中飞行器鼻锥和机翼前缘的热防护^[1], 太阳能利用集热管光谱选择性涂层集热效率^[2], 军事战争中导弹制导与飞机红外隐身^[3]等问题需要获取材料或涂层的高温光谱发射数据. 由于高温环境材料的宽光谱发射率测试尚有一些问题亟待解决, 国内外尚无超过 1500℃ 的宽谱发射率测量设备的文献 [4~6]. 在超高温情况 (1500~2400℃) 复杂结构的温度测试是一大难题, 采用接触式测量方法直接测量试样温

度有明显弊端, 如接触不牢靠、高温振荡和损耗老化等问题. 而试样温度的测量误差会给发射率测量结果带来较大误差, 从而失去发射率测试精度. 使用光学高温计能够很好地解决黑体温度的测量, 但只能准确测量试样的辐射亮温或色温, 获取试样前表面的真实温度十分困难. 另一个影响高温发射率测量精度的重要因素是, 由于固体材料表面的辐射功率与温度的四次方呈正比, 并且随着温度增高, 特别在超高温条件下, 试样表面的辐射热损较大. 这些在发射率测量技术中尚未引起足够的重视. 而对于低导热材料在轴向方向产生温度梯度, 也会对发射率测量结果贡献较大误差. 综合考虑以上情况, 课题组建

收稿日期: 2009-10-29 修回日期: 2010-03-21

基金项目: 国家自然科学基金 (60877065)

作者简介: 王宗伟 (1983-), 男, 黑龙江哈尔滨人, 哈尔滨工业大学博士研究生, 主要研究领域为材料热物性测试技术, E-mail: wzwbw@163

Received date: 2009-10-29 revised date: 2010-03-21

立了一套宽温 (100 ~ 2400℃) 宽谱 (2 ~ 25μm) 发射率测量装置, 集成真空、水冷、集总控制等功能. 并考虑到以上提及的几个重要的影响因素, 建立了完整的系统误差校准模型, 并定量讨论了各因素对测量结果的误差贡献.

1 测量原理及系统结构

影响材料发射率的因素很多, 比如物质组份、表面结构、表面粗糙度、表面化学变化等. 辐射能量比较法利用黑体作为辐射能量的参比基准, 具有基准精度高、易维护等优点; 红外傅里叶光谱仪辐射通量大, 信噪比高, 响应度高, 响应速度快, 且可测量较宽光谱辐射亮度. 结合以上优点, 建立的超高温真空环境红外光谱发射率测量系统原理如图 1 所示.

实物测量系统如图 2 所示, 主体结构包括黑体炉 A 试样室 A (1000 ~ 2400℃)、黑体炉 B 试样室 B (100 ~ 1000℃)、T 型恒温光路结构、傅里叶光谱仪 (1.28 ~ 28μm)、电气控制系统、水冷环节、真空环节、充气环节和测温部分等.

由于光谱仪响应的非线性误差在 0.5% 以内^[7], 假定光谱仪对入射辐射能量为线性响应. 光谱仪测得辐射能量根据公式 (1) 给出

$$S(\lambda) = R(\lambda) [L(\lambda) + I_b(\lambda)] \quad (1)$$

$S(\lambda)$ 光谱仪输出值, $R(\lambda)$ 系统光谱响应函数, $L(\lambda)$ 目标辐射亮度, $I_b(\lambda)$ 背景辐射亮度.

通过多点黑体定标法标定出 $R(\lambda)$ 与 $I_b(\lambda)$ ^[8], 根据发射率定义列出式 (2):

$$\epsilon(T, \lambda) = L_b(T, \lambda) / L_b(T, \lambda) \quad (2)$$

假设被测试样为朗伯辐射体, 试样前表面温度

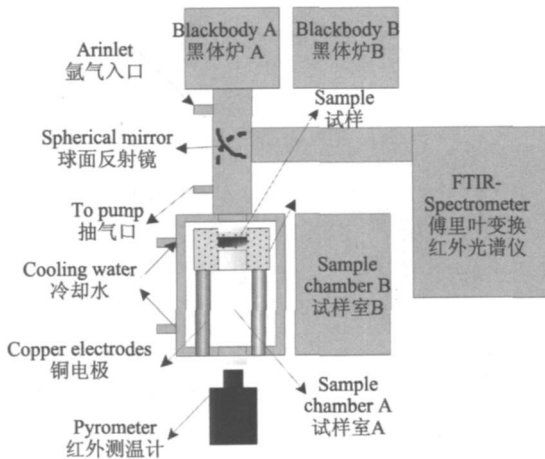


图 1 超高温光谱发射率测量原理图
Fig 1 Schematic diagram of ultra-high temperature spectral emissivity measurement

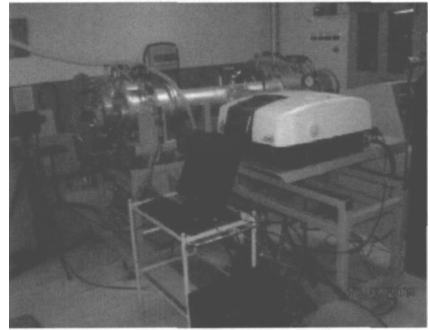


图 2 课题组研制的发射率测量系统
Fig 2 Emissivity measurement system developed by research team

测量误差为 ΔT 则发射率测量结果的衰减比 R 表述为公式 (3)

$$R = \epsilon' / \epsilon = \frac{\epsilon W_b (T - \Delta T, \lambda) / \pi L_b (T, \lambda)}{\epsilon W_b (T, \lambda) / \pi L_b (T, \lambda)} \quad (3)$$

式中 ϵ 为试样真实发射率, ϵ' 为由 ΔT 引起的发射率测量结果, W_b 为黑体辐射功率, L_b 为黑体辐射亮度.

依据公式 (3) 计算 1800 ~ 2400℃ 由不同的温度偏差 ΔT 所得发射率的衰减比 R 见图 3

可见, 在不同测试温度点处, 温度偏差 ΔT 越大, 引起的发射率测量结果越小, 所以这种系统偏差必须修正.

2 数学物理模型

由于采用热传导的加热方式对不同试样进行加热, 那么由于各种材料的热导率不同, 会导致试样前后表面之间的温度梯度产生差异. 其主要影响因素是试样材料和石墨加热器材料的在不同温度下的热导率. 试样加热结构的一维热传导辐射模型, 原理示

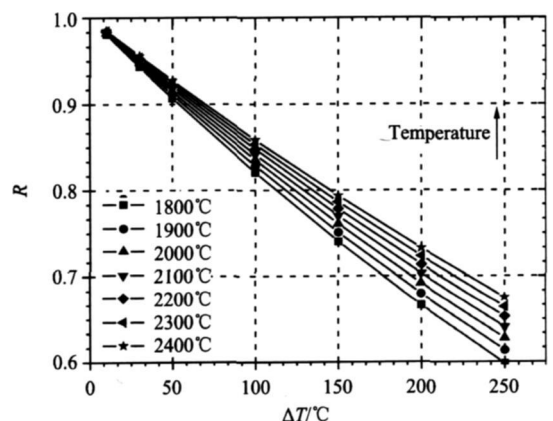


图 3 温度测量偏差引起发射率测量结果衰减比
Fig 3 Attenuation ratio of emissivity results caused by temperature measurement deviation

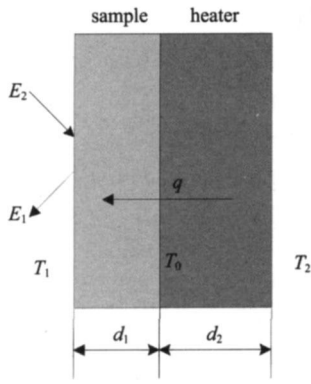


图 4 试样辐射和一维热传导模型
Fig 4 Sample radiation and one-dimensional heat transfer model

意如图 4 所示。

具体思想是由 T_2 到 T_1 的一维热流量,在试样前表面以辐射能 E_1 的形式损失掉,并且得到环境的辐射能补偿 E_2 . 分别对试样和加热器材料建立一维热传导方程:

$$\begin{cases} T_2 - T_0 = q \frac{d}{\kappa_2} \\ T_0 - T_1 = q \frac{d}{\kappa_1} \end{cases}, \quad (4)$$

q 为热流密度, T_0 为接触面的温度, T_1 为试样前表面温度, T_2 为加热器表面温度, κ_1 和 κ_2 分别为试样和石墨加热器的热导率, d 和 d_2 分别为试样和加热器轴向厚度。

根据 Stefan-Boltzmann 和 Kirchoff 定律,试样前表面辐射的功率 E_1 和背景对试样前表面的补偿辐射 E_2 可用式 (5) 给出:

$$\begin{cases} E_1 = \epsilon_1 \sigma T_1^4 \\ E_2 = \alpha_1 \sigma T_{amb}^4 = \epsilon_1 \sigma T_{amb}^4 \end{cases}, \quad (5)$$

T_{amb} 为背景温度, α_1 为试样表面的全吸收率, ϵ_1 为试样表面的全发射率。

根据公式 (4)、(5),可导出加热器背温 T_2 与试样前表面温度 T_1 的关系式,见式 (6) 所示。

$$T_2 = \frac{\epsilon_1 \sigma}{\kappa_1 \kappa_2} (d_1 \kappa_2 + d_2 \kappa_1) (T_1^4 - T_{amb}^4) + T_1 \quad (6)$$

采用光学测温的方法可以直接测量试样加热器背部的辐射亮温 T_b , 如果辐射亮温 T_L 时的试样辐射亮度直接与相同温度下的黑体辐射亮度作比较,那么一定会带来较大误差。考虑到石墨加热器的圆柱型空腔结构,并假设均匀镜漫反射腔体模型,利用蒙特卡罗法跟踪光束计算空腔有效发射率^[9],空腔有效发射率可用式 (7) 表述:

$$\epsilon_a = 1 - \rho_a = 1 - \sum_{i=1}^{\infty} F_i \rho^i, \quad (7)$$

F_i 为入射光线在逃逸出窗口之前,在腔体内 i 次镜漫反射的系数, ρ 为方向入射半球散射的反射率。

单色红外高温计测得的辐射亮温 T_L 与加热器背温 T_b 可用式 (8) 表述:

$$1/T_b - 1/T_L = \lambda \ln \epsilon_a / \xi, \quad (8)$$

联立公式 (6)、(7)、(8) 可导出单色红外高温计测得的辐射亮温 T_L 与试样前表面的真实温度 T_1 的方程:

$$\frac{\epsilon_1 \sigma}{\kappa_1 \kappa_2} (d_1 \kappa_2 + d_2 \kappa_1) (T_1^4 - T_{amb}^4) + T_1 = 1 / (1/T_L + \lambda \ln \epsilon_a / \xi) \quad (9)$$

3 计算结果与分析

试样真实温度修正模型的关键参数有石墨和试样材料的热导率,由于不良导热体的热导率比较小,会使前后表面产生较大的温度梯度。为分析比较不同材料的热导率引入的差异,引入三种常规材料:三氧化二铝、石墨和不锈钢材料。三种材料热导率随温度的变化规律^[10]如图 5 所示。三种材料的热导率随温度变化趋势有所不同,其中石墨的热导率较大,但随着温度的升高降幅也较大;三氧化二铝的热导率较低,变化趋势与石墨类似;而不锈钢热导率随温度变化趋势与之相反,这说明不同加热体和试样的热导率随温度变化有不同的变化趋势。

3.1 材料热导率及辐射热损对温度测量的影响

采用导热传热方式加热试样,由于试样加热方向存在热传导问题而产生的温度梯度,并且高温辐

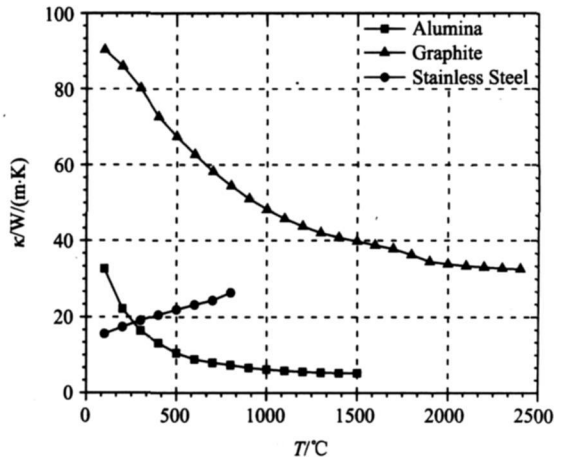


图 5 材料热导率与温度的关系曲线图
Fig 5 The relationship between material thermal conductivity and temperature

射会降低试样表面温度. 分析了各种材料试样测量温度曲线偏差, 计算参数为: 试样圆片, 厚度 $d = 2\text{mm}$; 直径 $\Phi = 36\text{mm}$; 加热器加热片厚度 $d_2 = 5\text{mm}$; 三氧化二铝、不锈钢和石墨的全发射率的估计值 ϵ_1 为 0.15 0.2 和 0.8 试样加热体的空腔有效发射率的计算参数腔长比为 $L/d = 1$; 镜漫反射率为 $\tau = 0.2$

将上述参数代入公式 (7) 和 (9), 得到试样前表面真实温度 T_1 和单色红外高温计测得的辐射亮温 T_L 的温度差 $T_1 - T_L$, 记为 DT_L , 温度差如图 6 所示. 从结果可以得到, 试样在室温至 700°C 温度范围内 DT_L 小于 10°C , 此时测温偏差对发射率的影响不大, 但是随着温度升高, DT_L 增加趋势愈来愈明显. 对于石墨试样, 当探测器测得辐射亮温为 2300°C 时, 根据计算结果试样前表面实际温度 T_1 只有 1800°C 左右, 这样的测温结果显然对发射率的测量结果有很大影响.

3.2 试样真温测量结果对发射率测量结果的影响

试样加热器由于结构的特殊性, 温度测量精度较难保障, 那么, 温度测量偏差 DT 导致发射率测量偏差 $\Delta\epsilon$ 是需要考虑的问题, 两者关系可用式 (10) 表述^[7].

$$\frac{\Delta\epsilon}{\epsilon} = \left| \frac{\xi/\lambda T}{\exp(-\xi/\lambda T) - 1} \right| \frac{\Delta T}{T} \quad (10)$$

根据式 (10) 可以估算产生一定测温偏差时, 某一温度下发射率测量结果的偏差. 通过前面的分析得知, 由于试样前表面的辐射功率与温度的四次方呈正比, 并且由于材料热导率的原因, 通过建立石墨加热器和试样的热平衡方程得知, 在高温情况下, 试

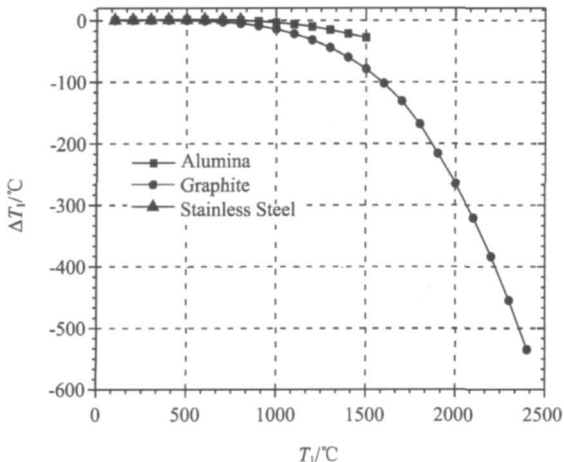


图 6 热平衡状态时试样真温与测量温差的关系
Fig 6 The relationship between sample temperature and measurement temperature difference at thermal balance

样前表面和加热器背面之间的温度梯度较大. 那么, 为了观察 100°C 至 2400°C 情况几种试样由于上述原因导致发射率测量结果的偏差, 通过计算公式 (9)、(10), 得到各温度下发射率测量偏差, 见图 7 所示. 从图中可以看到, 发射率测量偏差的绝对值随温度增高而变大, 特别是在超高温条件下, 这种现象尤为明显.

3.3 高温石墨试样的温度及发射率校准

石墨材料因优良的高温烧蚀及辐射特性, 是航天领域常用的基础材料之一. 下面针对石墨材料高温情况下的发射率校准问题, 进行简要的探讨.

从图 6 和图 7 中发现, 由于石墨可以加热到较高温度, 但高温情况下, 石墨试样的发射率测量偏差较大, 且分析了产生这种现象的原因. 除了试样辐射功率与温度的四次方呈正比和材料热导率的影响, 还有一个重要的因素就是试样的厚度, 由于热导率的存在, 导致试样越厚温度差越大. 下面定量分析试样厚度导致发射率测量结果的偏差.

将已知参数代入公式 (9) 并计算试样在四个厚度条件下的温差曲线 $T_1 - T_L$, 记为 DT_L , 计算结果如图 8 所示. 比较图 8 的四条曲线, 可见真温与辐射亮温的差值的绝对值 $|T_1 - T_L|$ 随温度升高而增大, 且测量辐射亮温 T_L 大于试样真温 T_1 . 试样表面真温越高, $T_1 - T_L$ 增加趋势愈大. 石墨试样厚度越大, $T_1 - T_L$ 越大, 考虑试样机械强度和不透明性, 试样厚度宜选取 $1 \sim 2\text{mm}$.

通过计算公式 (9) 和 (10), 将试样四种厚度 d 代入方程, 解得发射率偏差 $\Delta\epsilon$ 与试样前表面真温 T_1 的关系曲线如图 9 所示, 在 $T_1 = 2400^\circ\text{C}$ 时, 7mm 试样厚度, 发射率的测量偏差竟达到 25%, 而 $T_1 =$

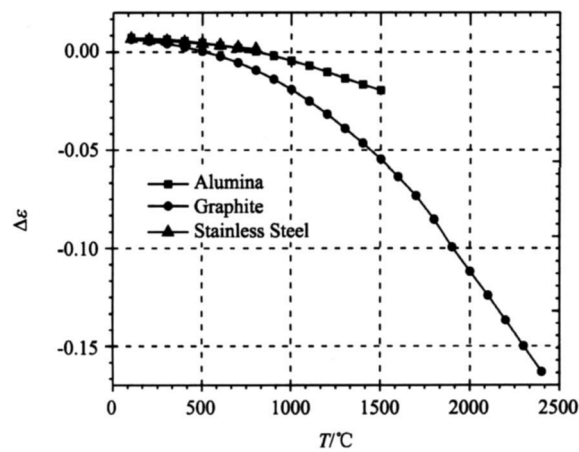


图 7 3 种试样在各温度的发射率测量偏差
Fig 7 Emissivity deviation of three samples at different temperature

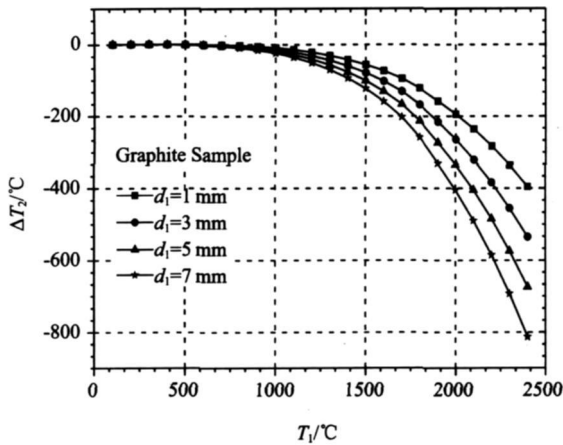


图8 石墨试样不同厚度温差测量结果

Fig. 8 Temperature deviation results of graphite samples at different thickness

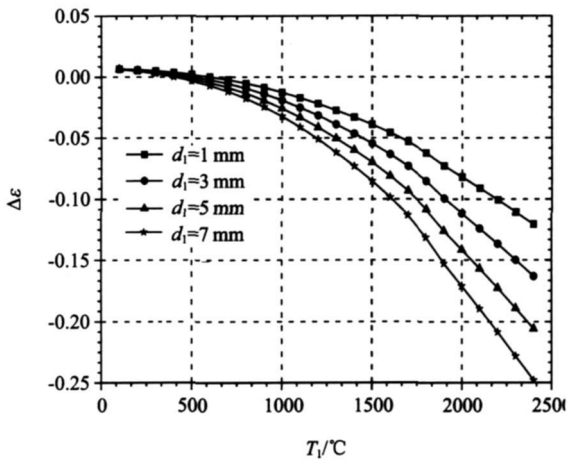


图9 发射率测量结果与试样厚度的关系

Fig. 9 The relationship between emissivity results and sample thickness

2400℃时, 1 mm试样厚度测量偏差也在 12%左右, 所以减小试样厚度只能起到一部分作用. 要得到高精度发射率测量结果, 必须采用校准模型进行修正.

针对高纯石墨材料, 采用文中所述超高温 FT-IR 光谱发射率测量系统测量了高纯石墨材料在真空、超高温条件下的光谱发射率曲线. 并采用发射率校准模型校准了石墨试样 2000℃的光谱发射率曲线, 得到的数据如图 10 所示, 并与 G. Neuer 的高温石墨发射率数据^[1]进行对比, 取得了比较一致的结果.

4 结论

通过建立光谱发射率校准模型, 分析了超高温真空环境基于 FT-IR 发射率测量误差产生的主要因

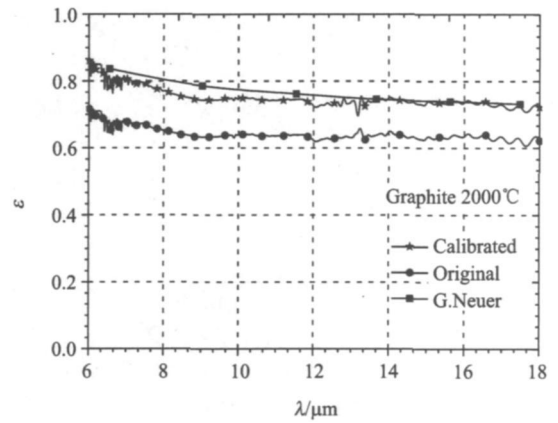


图 10 石墨在 2000℃的发射率校正结果与文献数据对比
Fig. 10 The comparison of calibrated graphite emissivity results and reference data at 2000℃

素, 得到以下结论:

(1) 1000℃以上的高温发射率测试, 需要考虑高发射率材料的辐射热损, 较大的温度梯度会导致实测温度偏高, 而发射率计算结果偏低, 这一情况在高温区愈加明显.

(2) 石墨材料随温度升高, 热导率下降较明显, 导致高温区测得温差较大, 使发射率测量值偏小.

(3) 由于材料热导率的存在, 试样厚度增大导致温差增大, 考虑到试样机械强度、热变形和不透明性, 选择薄试样会减小发射率测量误差.

REFERENCES

- [1] SAVINO R, SIEFANO FUMOM D, PATERNA D, et al. Aerothermodynamic study of UHTC-based thermal protection systems [J]. *Aerospace Science and Technology* 2005, 9 (2): 151-160
- [2] TAZAMA M, GANG XU, TANEMURA S. Spectral selective radiating materials for direct radiative heating [J]. *Solar Energy Materials & Solar Cells* 2004, 84(1): 459-466
- [3] XIA Xin-Lin, AI Qing, REN De-Peng. Analysis on the transient temperature fields for infrared radiation of aircraft skin [J]. *Infrared Millim. Waves* (夏新林, 艾青, 任德鹏. 飞机蒙皮红外辐射的瞬态温度场分析. *红外与毫米波学报*) 2007, 26(3): 174-177
- [4] MONTE C, GUTSCHWAGER B, MOROZOVA S P. Radiation thermometry and emissivity measurements under vacuum at the PTB [J]. *Int. J. Thermophys.* 2009, 30(1): 203-219
- [5] OERTEL H, BAUER W. Facility for the measurement of spectral emissivities of bright metals in the temperature range from 200 to 1200°C [J]. *High Temperatures High Pressures* 1998, 30(5): 531-536
- [6] MARKHAM J R, KINSELLA K, CARANGELO R M, et al. A bench top FT-IR based instrument for simultaneously measuring surface spectral emittance and temperature [J]. *Rev. Sci. Instrum.* 1993, 64: 2515-2522

(下转 388 页)

表 3 文献[2]提出的 CVA方法和本文方法的变化检测精度比较

Table 3 Comparison of detection precision obtained by the CVA technique in the reference [2] and the Proposed approach

方法	总错误像元数	误检率	漏检率	正确检测率
文献[2]方法	9120	5.73%	19.45%	86.45%
本文方法	5682	8.29%	5.86%	91.56%

位到前后两时相原始影像上,可分别得到前后时相非变化区域和变化区域分布情况,如图 3(a)至(d)所示。比较发现,图 3(a)与(b)中非黑色像元区域,两幅影像的光谱颜色非常相似,可认为前后时相地物的属性没有发生变化;(c)与(d)中的非黑色像元区域,两幅影像上的光谱颜色分布不同,有效地反映了地物的变化。

最后将本文方法与 CVA方法的实验结果进行了比较。表 3为文献[2]提出的基于 CVA分析的多波段变化检测方法和本文方法的检测结果的精度比较。从中可见,本方法的检测性能要优于文献[2]的方法,其中总错误像元数下降了 3438个,正确检测率高出了 5.11%。

从以上实验比较结果可看到,本文提出的变化检测方法在总体检测效果和检测速度两方面都具优势。

4 结论

提出了一种基于快速 EM算法和模糊融合的多波段遥感影像无监督变化检测方法。该方法首先提出了一种快速 EM算法对各波段差值差异影像进行变化分类参数估计,获取变化分类阈值和变化信息,然后引入模糊集理论以克服遥感影像变化分类的不确定性和变化信息的分散性,用于各波段变化信息的模糊融合和判决,最终生成变化检测图。本文方法创新之处主要体现在以下 3个方面:(1)将影像差值法扩展到了多波段变化检测应用中;(2)提出的

快速 EM算法有效地解决了传统 EM算法收敛速度缓慢和估计出现较大偏差而影响最终变化检测精度的问题;(3)实现了对多波段变化信息的有效集中和准确提取。通过对真实的多时相多波段遥感影像数据集的实验,验证了所提出的变化检测方法的可行性和有效性。

REFERENCES

- [1] Singh A. Digital change detection techniques using remote sensed data. *J. International Journal of Remote Sensing* 1989 **10**(6): 989—1003
- [2] Bruzzone L, Prieto D F. Automatic analysis of the difference image for unsupervised change detection. *J. IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing* 2000 **38**(3): 1171—1182
- [3] Bazi Y, Bruzzone L, Melegni F. An unsupervised approach based on generalized Gaussian model to automatic change detection in multi temporal SAR images. *J. IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing* 2005 **43**(4): 874—887
- [4] Chen J, Gong P, He C Y, et al. Land use/land cover change detection using improved change vector analysis. *J. Photogrammetric Engineering and Remote Sensing* 2003 **69**(4): 369—379
- [5] Bruzzone L, Prieto D F. An adaptive semi-parametric and context based approach to unsupervised change detection in multi temporal remote sensing images. *J. IEEE Transactions on Image Processing* 2002 **11**(4): 452—466
- [6] Chen F, Luo L, Jin Y Q. Automatic analysis of change detection of multi temporal ERS-2 SAR images by using wavelet threshold EM and MRF algorithm. *J. Progress in Natural Science* 2004 **14**(3): 269—275
- [7] SHENG Hui, LIAO Ming-Sheng, ZHANG Lu. Determination of threshold in change detection based on canonical correlation analysis. *J. Journal of Remote Sensing*(盛辉,廖明生,张路.基于典型相关分析的变化检测中变化阈值的确定. *遥感学报*) 2004 **8**(5): 451—457
- [8] Gopal S, Woodcock C. Theory and methods for accuracy assessment of thematic maps using fuzzy sets. *J. Photogrammetric Engineering and Remote Sensing* 1994 **60**(2): 181—188
- [9] Orlando J T, Rui S. Image Segmentation by histogram thresholding using fuzzy sets. *J. IEEE Transactions on Image Processing* 2002 **11**(12): 1457—1465
- [9] Ono A. Calculation of directional emissivities of cavities by the Monte Carlo method. *J. J Opt Soc Am*, 1980 **70**(5): 547—554
- [10] HO C Y, POWELL R W, LILEY P E. Thermal conductivity of the Elements. *J. J Phys Chem Ref Data* 1972 **1**(2): 284—418
- [11] NEUER G, JAROMA-WEILAND G. Spectral and total emissivity of high-temperature materials. *J. Int J Thermophys*, 1998 **19**(3): 917—929

(上接 371页)

- [7] ISHII J, ONO A. Uncertainty estimation for emissivity measurements near room temperature with a Fourier transform spectrometer. *J. Measurement Science and Technology* 2001 **12**: 2103—2112
- [8] HUANG Ye, FANG Yong-Hua, XUN Yu-Lang, et al. Calibration method of infrared spectrum radiometer at various temperatures and background temperature adjustment. *J. Infrared Millim Waves*(黄烨,方勇华,荀毓龙,等.红外光谱多点定标方法及环境温度校正. *红外与毫米波学报*) 2004 **23**(2): 131—134