

总半球发射率测试方法 ASTM C835 在1000°C以上应用的高温局限性分析

Analysis of High Temperature Limitations of Total Hemispheric
Emissivity Test Method ASTM C835 Applied Above 1000°C



摘要：本文对目前国内外采用 ASTM C835 高温总半球发射率测试方法进行的研究报道进行了文献分析，分析目前造成在 1000°C 以上高温区间无法或很少进行总半球发射率测试的原因，并尝试找出解决方法或替代方案以实现高温范围内的准确测量，为今后高温总半球发射率测试方法的选择和测试设备设计提供参考。

1. 引言

总半球发射率是材料的重要热物理性能参数之一，代表着材料表面的热辐射能力，是研究热辐射测量、辐射传热以及热效率分析的重要基础物理性能数据。

总半球发射率的测试方法很多，但在高温条件下，经典的方式是直接通电量热法，相应的标准测试方法是 ASTM C835 “材料表面在 1400°C 高温范围内的总半球发射率标准测试方法”。

按照 ASTM C835 标准测试方法的设计，对于可直接通电加热的电导体材料，总半球发射率的最高测试温度可以达到 1400°C。但从目前国内外研究报道来看，采用这种方法进行的测试极少能达到如此高的温度，绝大多数报道的总半球发射率测试温度范围都在 1000°C 以下，这说明这种方法在高温范围内的应用具有一定的局限性。

本文将对目前国内外采用 ASTM C835 测试方法进行的研究报道进行文献分析，分析造成无法或很少在 1000°C 以上高温范围进行总半球发射率测试的原因，并尝试找出解决方法或替代方案，以实现高温范围内的准确测量，为高温总半球发射率测试方法的选择和测试设备设计提供参考。

2. 文献综述和分析

对于总半球发射率的测量，做为经典的测试方法，ASTM C835 的应用十分普遍，使用这种测试方法可以准确测量和评价服役中材料的高温热辐射性能。但我们在文献研究中发现，在 ASTM C835 的实际应用中很少有文献报道超过 1000°C 的测试数据。

首先我们分析了 ASTM C835 标准测试方法文本[1]的参考文献，其中引用了 Richmond 等人 1960 年对几种金属合金总半球发射率的测试研究报道[2]。在 Richmond 等人的报道中，总半球发射率的测试温度最高就达到 1000°C，如图 2-1 所示。

从图 2-1 所示的 NBS 测试结果中可以隐约看出总半球发射率值在 800~1000°C 区间内有个峰值。这种在 1000°C 附近发射率发生突变的原因，一直没看到有相关文献进行过分析报道，直到 2000 年 Greene 等人[3]针对发现的这种现象进行了专门的研究。

为了测试 Inconel 718 在不同表面状态下的高温总半球发射率，Greene 等人[3]采用了 S 型热电偶，但当样品表面温度超过 1000°C 时测量发射率遇到了困难。在高于 1000°C 后，S 型热电偶开始给出未知原因的异常读数，得到的发射率测量结果如图 2-2 所示。通过单独实验 Greene 等人研究了这种异常现象，在该实验中，将热电偶焊接到一小块 Inconel 718 上，然后缠绕在标准热电偶管上。将热电偶置于大气压下的熔炉中，并对两个测量温度进行比较，结果显示在图 2-3 中。第一次温度上升到 1000°C 时，温度异常首先出现在 1000°C；当温度升高到 1200°C 时，与标准校准热电偶的偏差恢复。偏差趋势随着重复的热循环而重复，如图 2-3 所示，由此显示了作为测量标准温度的函数的两个测量温度之间的差异，可以清楚地看到点焊热电偶的塞贝克系数异常，它在大约 1000°C 时具有最大影响。

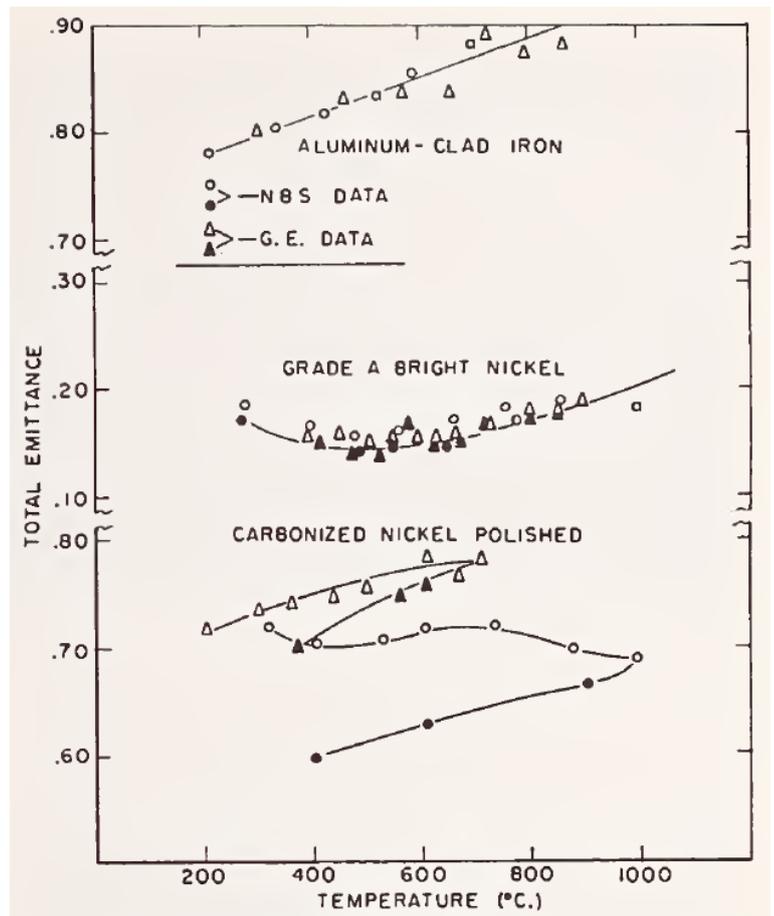


图 2-1 在美国国家标准局 (NBS) 和通用电气公司 (GE) 接收管部门对通用电气公司提供的金属板样品测量的结果[2]

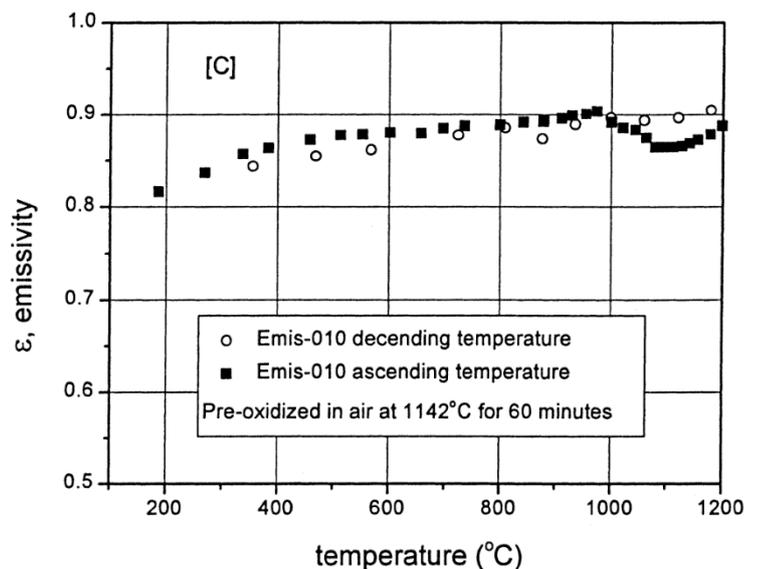


图 2-2 Inconel 718 的发射率测试结果[3]

由于真空条件下的这种异常总是出现在 1000°C 以上的温度，Greene 等人因此决定只

报告测量的发射率高达 1000°C 。另外 Greene 等人还认为对于其他热电偶类型、不同基材（如其他 Inconel 和不锈钢）、各种热电偶连接方法（即单独点焊线、相互点焊然后点焊到表面的导线），需要在氧化和惰性气氛中进行热循环，以帮助解释这种异常行为并提高对 1000°C 以上条件下热电偶行为的深入理解。

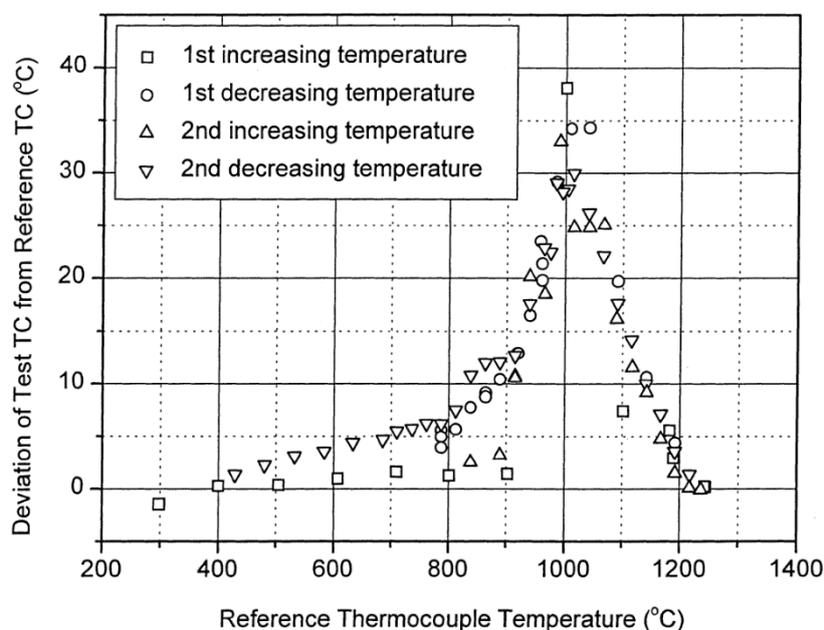
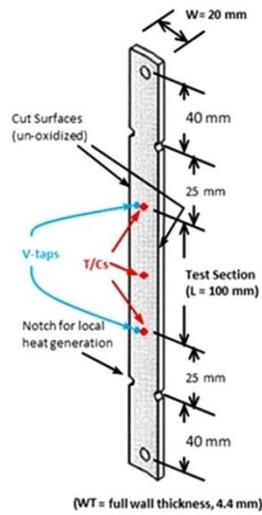


图 2-3 样品热电偶和参考热电偶之间的温差

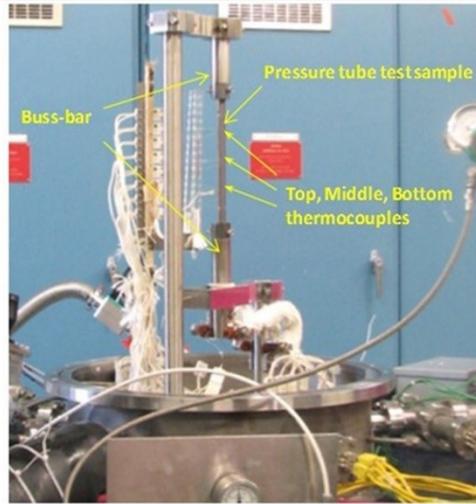
从 Greene 等人[3]的研究结果可以看出，在 1000°C 左右的温度测量中，通过点焊在被测样品上的热电偶获得的测温数据要比实际温度值高，如将此温度测量值代入测量公式，势必会得到比实际值偏小的总半球发射率，这就解释了在 1000°C 左右总半球发射率开始变小的现象。

尽管 Greene 等人[3]通过试验手段并解释了 ASTM C835 标准方法中采用样品上焊接热电偶进行测温过程中会在 1000°C 左右区间出现发射率测量结果异常现象，但并没有相应合理的解决办法，所以只能进行 1000°C 以下温度范围的发射率测量和报道。

近二十多年来，在采用 ASTM C835 标准方法进行的测试研究报道中，基本没有看到温度要超过 1000°C 以上进行测试的尝试。最典型的是加拿大核试验室的 Fong 等人[4]采用最新电子自动化技术在 2015 年完成搭建了直接通电法总半球发射率测试装置，如图 2-4 所示。从文献报道可以推测，这是目前国际上最新搭建的测量装置，此装置的测试过程完全自动化并控制测量准确，整个测试过程非常漂亮，如图 2-5 所示，但最高温度也只能达到 1000°C 的测试能力，如图 2-6 所示。



(a) Test Specimen



(b) Bell-jar Apparatus

图 2-4 (a) 压力管发射率测试样品的配置, (b) 钟罩型发射率仪器底部照片

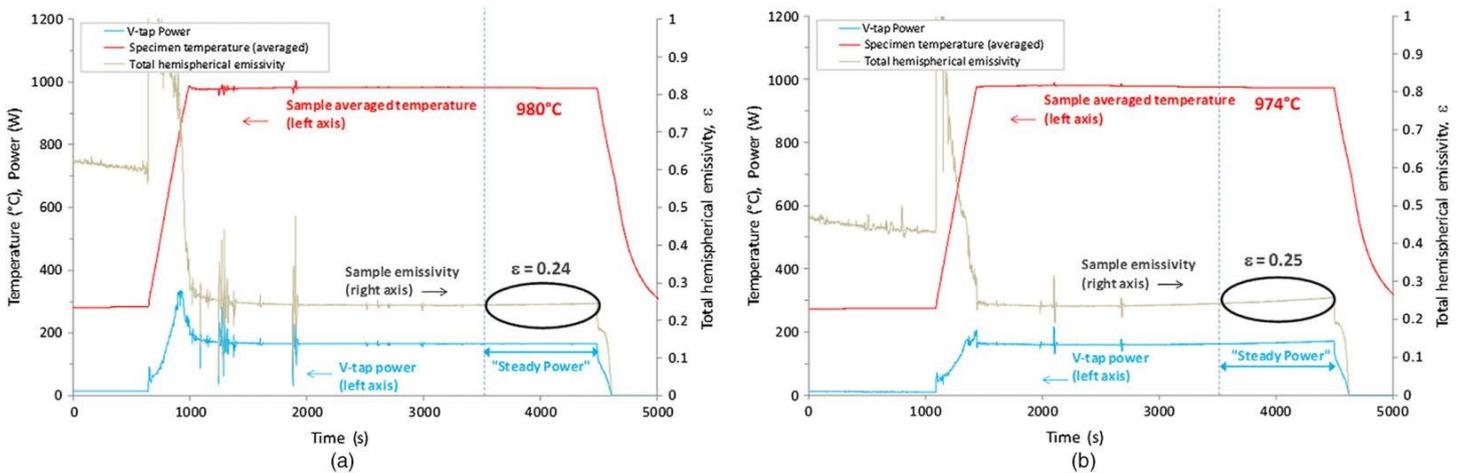


图 2-5 1000°C下的压力管发射率测试过程; (a) 预氧化表面和 (b) 未氧化表面

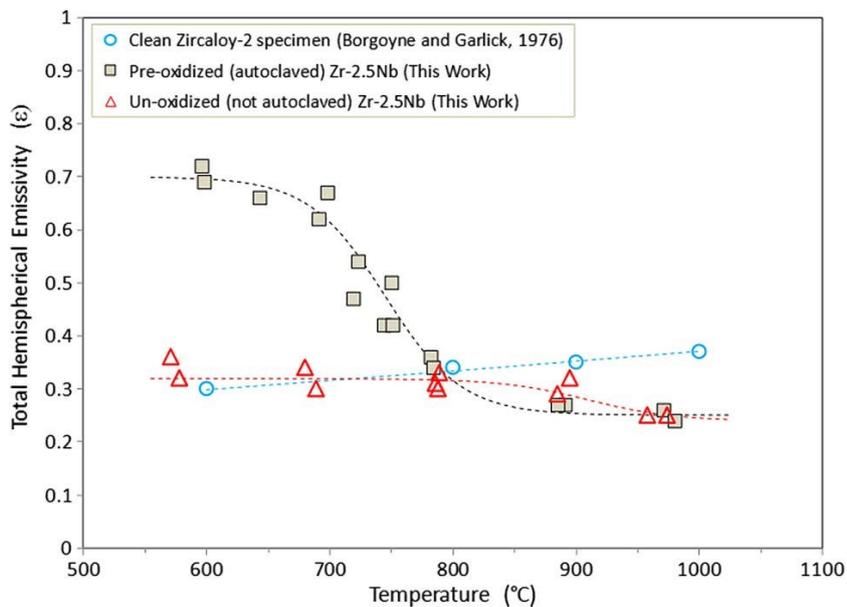


图 2-6 在 600°C至 1000°C范围内测量的预氧化和未氧化压力管样品的总半球发射率值

通过报道文献分析, 近十几年来, 采用 ASTM C835 标准方法进行各种材料发射率测试和研究比较活跃的机构, 主要是中国清华大学的符泰然团队和美国密苏里大学的汤普森团队。清华大学符泰然团队在 2010 年就开始对 ASTM C835 方法进行研究和研制了相应的测试设备, 并发布了很多文献报道[5][6], 但所报道的发射率测试温度最高也只能达到 1000°C , 对温度高于 1000°C 的测试只字未提。

密苏里大学汤普森团队 2010 年前就进行了 ASTM C835 方法研究, 同样也研制了相应的测试设备, 如图 2-7 和图 2-8 所示。

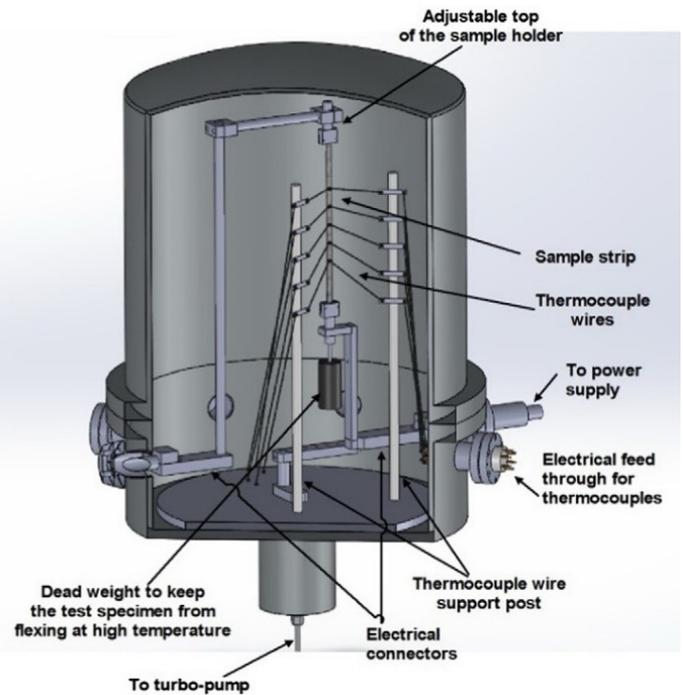


图 2-7 密苏里大学量热法总半球发射率测试系统钟罩内部结构图



图 2-8 密苏里大学量热法总半球发射率测试系统

从密苏里大学近十多年来发表的文献中, 可以看到他们经常会发布一些超过 1000°C 的发射率测试结果或其他文献数据, 而且在测试过程中全部都采用了 K 型热电偶进行样品表面温度测量, 本身也没想采用 S 型热电偶进行更高温度的发射率测量。如在 2010 年的文献中[7], 介绍了超高温反应堆系统潜在结构材料总半球形发射率的测试结果, 如图

2-9 所示。从图中可以看出，密苏里大学的测试并未超过 1000°C，但用来对比的文献数据则最高温度达到了近 1200°C，并且温度在 1000°C 附近时发射率有明显的异常波动。

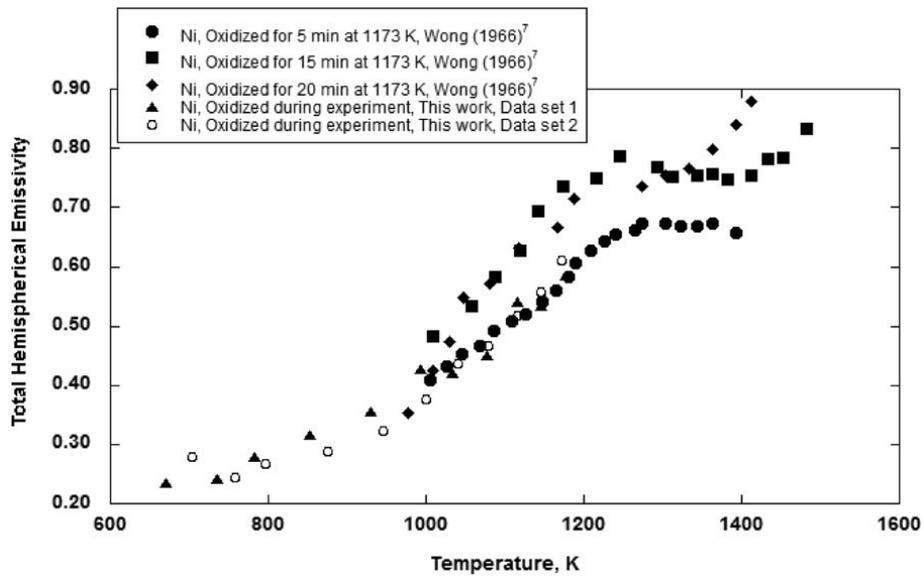


图 2-9 氧化镍发射率测试数据（三角形和空心圆）与其他文献数据的比较

在密苏里大学 2012 年的文献中[8]，介绍了 Hastelloy 总半球形发射率的测试结果，如图 2-10 所示。从图中可以看出，测试结果在 1000°C 附近波动明显。

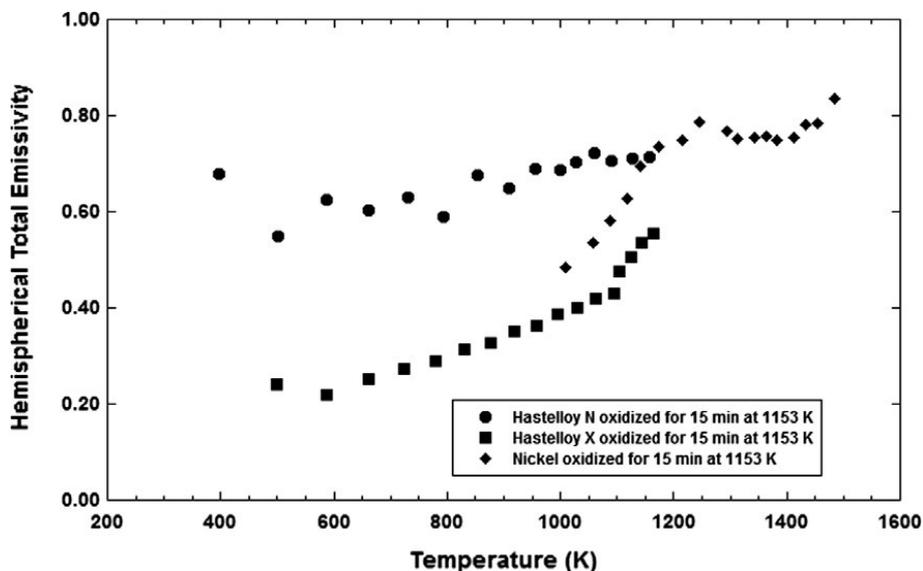


图 2-10 纯镍、Hastelloy N 和 Hastelloy X 样品在 1153K 空气中氧化 15 分钟后的发射率测试结果比较

在密苏里大学 2012 年的文献中[9]，介绍了 Haynes 230 总半球形发射率的测试结果，如图 2-11 所示。从图中可以看出，测试结果同样在 1000°C 附近有明显的下降。

同样，在 2015 年的文献中，介绍了 Inconel 718 在不同热处理后的发射率测试结果，

如图 2-12 所示。从图中可以看出，测试结果同样在 1000°C 附近有明显波动，但这其中的波动部分原因也可能是氧化层在 1000°C 附近的变化所引起。

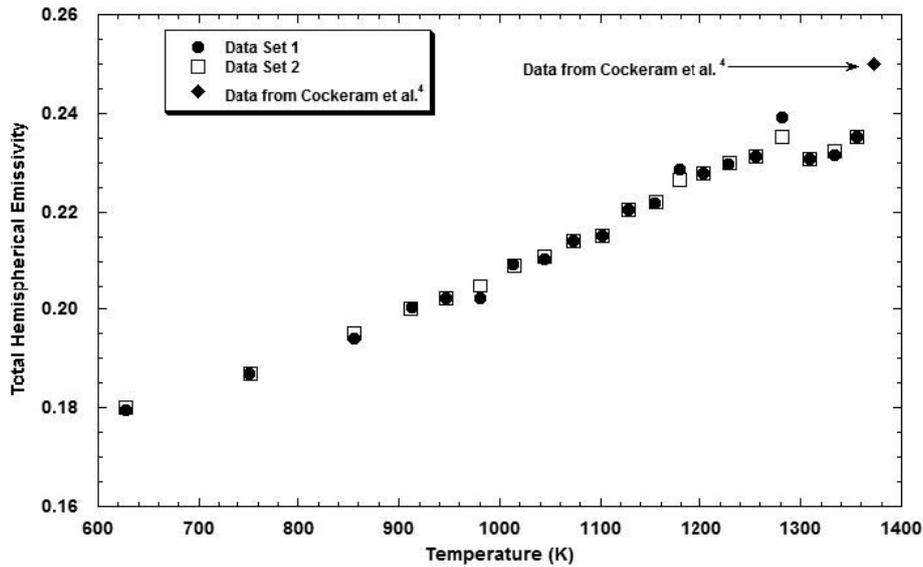


图 2-11 原始状态 Haynes 230 发射率测试结果和相似实验条件下两个不同测试数据

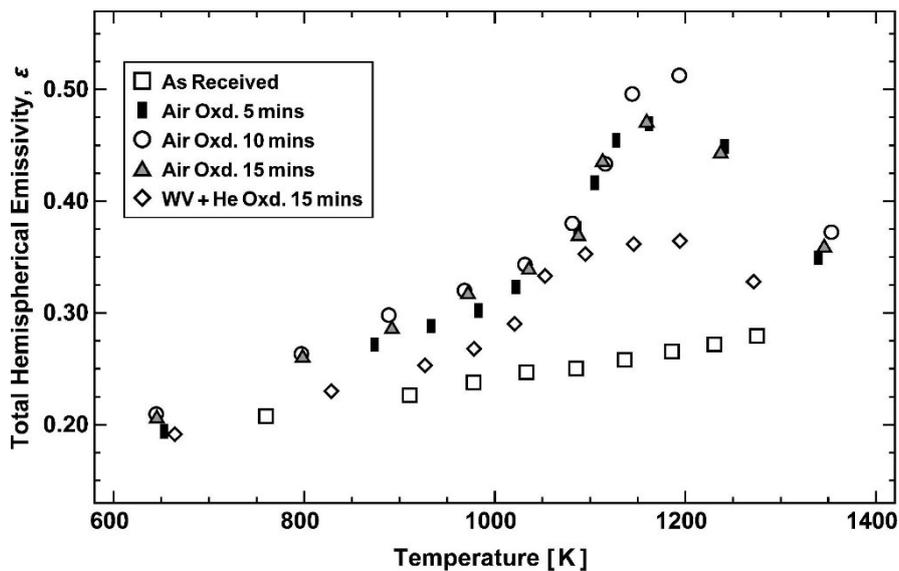


图 2-12 不同热处理状态的 Inconel 718 发射率测试结果

有关 1000°C 后的高温区域测试过程中发射率的异常现象，密苏里大学在之前的文献报道中从未提起，发射率测试温度范围大多也没有超过 1000°C。但在 2016 年发布的文献中[11]，介绍了 91 级 A387 合金发射率测量结果在 827°C 左右达到峰值，并随着温度进一步升高而逐步减小，如图 2-13 所示，而且这种随温度逐步减小的现象，也发生在进行过喷砂和氧化处理后的 91 级 A387 合金测试过程中。这种在 827°C 左右就开始出现异常的现象确实少见，所以文章作者也声明造成这种下降的原因尚不清楚，需进一步调查。

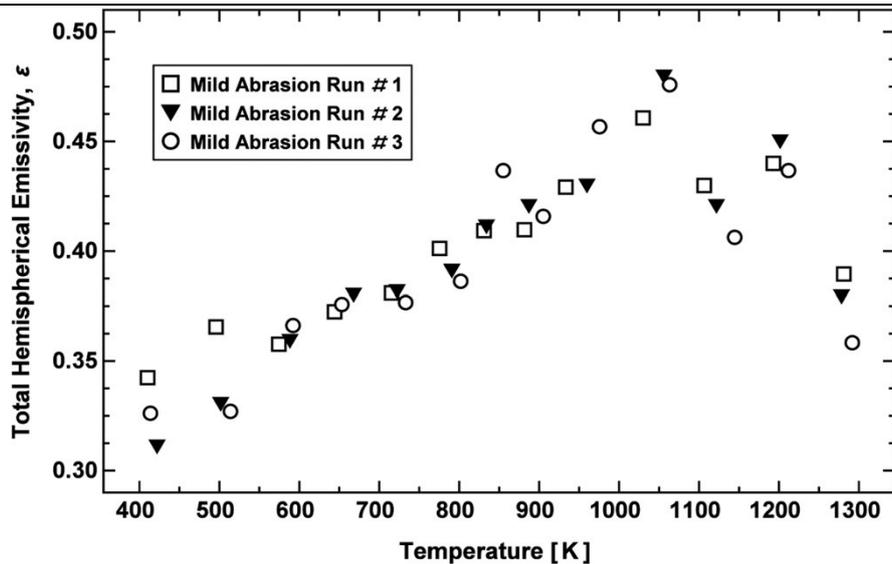


图 2-13 轻度打磨的 91 级 A387 合金的总半球发射率

在随后两年发表的文献[12]和博士论文[13]中，密苏里大学还是采用了 K 型热电偶对几种典型合金材料进行了全半球发射率测试，在文献综述中提到了 1000K 后发射率有明显的降低现象，测试结果也再现了这种现象，但都没再提及这种反常现象和原因。但在对高温反应堆系统结构材料发射率的长期预测中[14]，首先报道了对合金 718 进行的额外测量和短期氧化研究结果，以确定氧化合金 718 中发射率下降的原因。图 2-14 显示了合金 718 在空气中氧化 10 分钟处理后的四种不同样品的发射率，每次测试都在 1200K 峰值发射率附近的温度下终止。使用 SEM-EDS 检查样品没有发现表面形态和成分的任何变化来解释氧化合金 718 的行为，由此在随后的长期氧化研究结果中就没再出现 1200K 以后的结果。

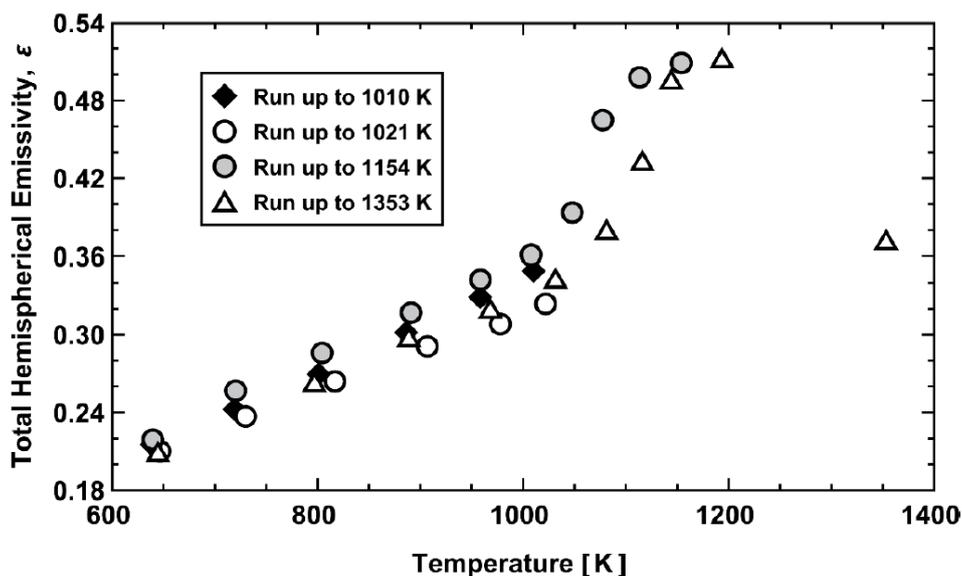


图 2-14 合金 718 在空气中氧化长达 10 分钟的总半球发射率

在密苏里大学随后几年发表的新材料发射率测试研究报告中[15][16]，再也没有出现超过 1000°C 的实验数据。

从上述文献分析可知，目前国内外绝大多数研究机构对 1000°C 以上高温发射率中存在的异常现象都没有很好的解决办法，测试结果自然也不能做为准确数据得到应用，但在实际工程应用中还是迫切需要这些高温数据。

美国桑迪亚国家实验室的辐射热测试组 (RHTC) 多年来一直从事对各种材料在高温热环境下的热辐射性能进行研究，主要测试和研究的材料包括 Inconel600、SS304、17-4PH SS、碳化硅和铝合金。在总半球发射率的温度依赖性研究方面，他们外协了美国历史悠久的热物性研究实验室 (TPRL)，委托 TPRL 采用他们特有的高温多参数热物性测试设备对典型材料进行了高温总半球向发射率的测试[17][18]。

TPRL 的高温多参数热物性测试设备可用于测量材料的多个热物理性能，包括热导率、热扩散率、比热、热膨胀、电阻率、发射率、焓、半球总发射率、Wiedemann-Franz-Lorenz 比、汤姆逊系数、塞贝克系数、珀尔帖系数和理查森系数。设备中使用的样品要求是棒状电导体材料，金属、合金和石墨材料已使用该设备进行了广泛的测量。使用热电偶进行温度测量，可以在室温至约 1000°C 范围内测量大多数这些特性。然而，该装置主要是一种高温 (>1000°C) 设备，使用光学高温计进行温度测定，该设备结构如图 2-15 所示。

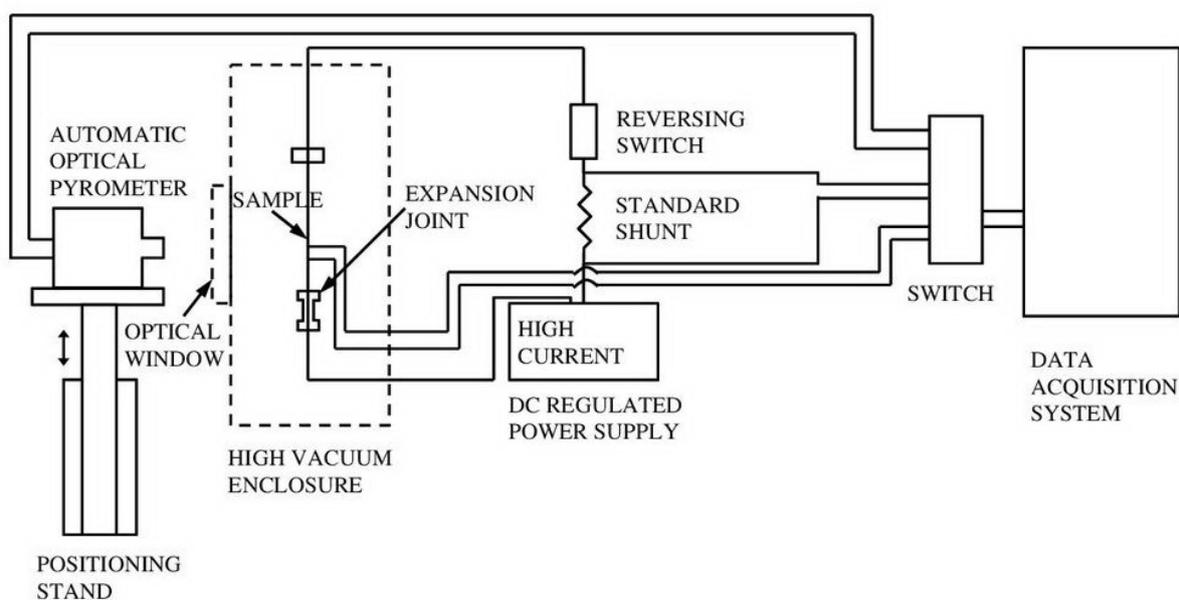


图 2-15 TPRL 高温多参数热物性测量设备结构示意图

TPRL 的高温多参数热物性测试设备对总半球发射率的测试，采用是 ASTM C835 方

法，但高温温度测量采用的则是非接触式光学高温计。在对 Inconel 600 热电偶护套材料的发射率测试中，进行了各种预先热处理，样品 A 在稀薄火焰中在 1400°C 下加热 4 小时，样品 B 在 1050°C 的浓火焰中加热 4 小时。样品 C 和 D 在空气中分别在 1100°C 下电加热 4 小时和 5 分钟。样品 E 做为参考样品，由原始的 Inconel 600 热电偶护套材料组成，没有氧化，也就是说，由于测量是在高真空下进行的，所以参考样品在测量过程中表面没有氧化。整个测试过程的温度至少达到了 1071°C，最高达到了 1181°C，测试结果数据和图形描述如图 2-16 和图 2-17 所示。

Sample A		Sample B		Sample C		Sample D		Sample E	
T (°C)	ϵ								
295	0.69	284	0.713	300	0.858	309	0.59	338	0.3
406	0.715	403	0.742	386	0.867	408	0.62	484	0.345
511	0.738	504	0.764	459	0.875	493	0.65	544	0.367
606	0.755	596	0.782	533	0.884	559	0.674	600	0.378
679	0.773	673	0.801	602	0.887	625	0.694	653	0.387
752	0.785	746	0.812	664	0.895	687	0.71	701	0.4
818	0.802	813	0.822	724	0.899	745	0.727	747	0.41
882	0.814	876	0.832	782	0.904	798	0.733	812	0.424
937	0.826	936	0.841	837	0.907	851	0.744	867	0.445
996	0.833	990	0.857	888	0.912	900	0.756	918	0.475
1045	0.848	1044	0.867	935	0.914	950	0.762	973	0.506
1092	0.862	1090	0.878	985	0.921	992	0.78	1012	0.52
1107	0.87	1125	0.889	1030	0.923	1032	0.792	1082	0.546
1043	0.858	1059	0.866	1071	0.929	1106	0.821	1159	0.572
993	0.828	937	0.838	927	0.924	1141	0.835	1058	0.523
818	0.803	816	0.813	829	0.903	1181	0.85	924	0.494
678	0.77	677	0.789	727	0.892	1025	0.805	780	0.439
518	0.73	513	0.75	608	0.881	892	0.776	654	0.386
314	0.674	313	0.702	467	0.863	677	0.707	556	0.342
				305	0.846	452	0.63	344	0.283

图 2-16 作为不同温度和表面处理状态下的 Inconel 600 总半球发射率测试结果[17][18]

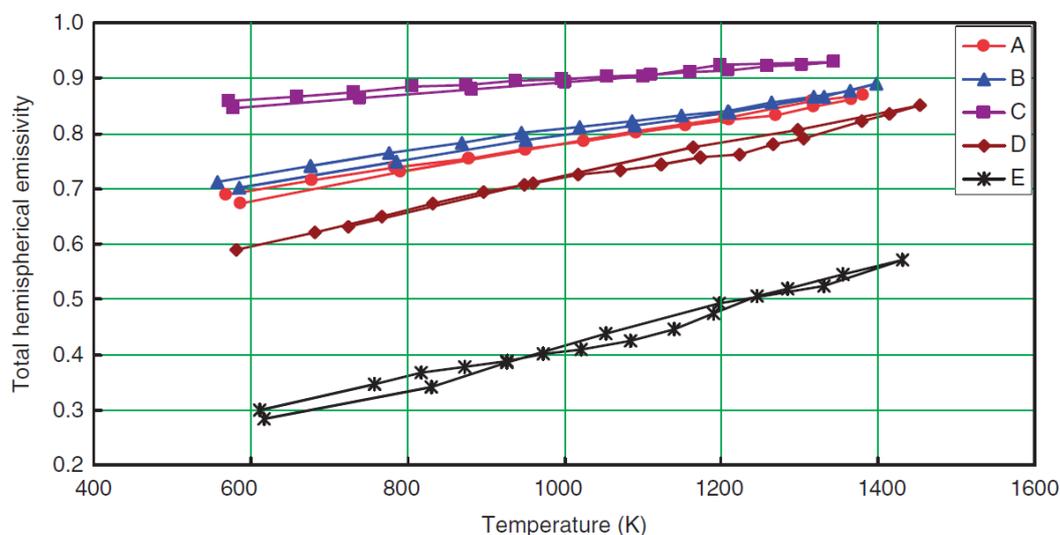


图 2-17 不同表面状态和温度下的 Inconel 600 总半球发射率

从上述 TPRL 公布的测试结果可以看出,无论在任何表面状态下,发射率随温度的变化基本都是一个接近线性的单调上升变化趋势,并未出现其他实验室采用热电偶测温所出现的 1000°C附近的发射率异常波动现象。

3. 总结

通过上述 ASTM C835 标准测试方法应用的研究报道分析,可以得出以下结论:

(1) 在测试过程中,如果在通电加热样品上直接焊接热电偶进行温度测量,由于在高温区间样品材料会出现塞贝克系数异常而导致发射率测量结果反而会随着温度上升而下降。如果采用非接触测温方式,则没有这种现象。这说明接触式热电偶测温会对高温发射率测量结果带来了很大影响,很多时候往往会得到相反的结果。

(2) 热电偶测温方式往往适用低于 1000°C温度区间的发射率,但在通电样品上焊接多只热电偶往往又会在温度测量准确性上带来较大误差,这是因为多只热电偶通过导电样品形成了短路。

(3) 采用非接触式光学高温计进行温度测量,尽管测量温度区间可以实现很宽泛的范围,但光学高温计自身也涉及到一个发射率参数问题,样品发射率在不同温度下的改变也会影响测温精度,除非使用温度测量与发射率无关的多光谱红外测温仪器,而这种多光谱测温仪器的测量准确性还需要进一步考核和研究。

(4) 由以上结论可以看出,无论采用热电偶还是采用光学高温计,都会带来不可知的测量误差,区别是热电偶带来的发射率误差是方向性的,而光学高温计的误差则是幅值大小方面的。目前最大的问题是还没有很好的技术手段来解决这些误差影响因素,而这些问题在很大程度上限制了 ASTM C835 标准测试方法在高温发射率测试方面的应用。

(5) 鉴于 ASTM C835 标准测试方法在高温总半球发射率测试方面所面临的无解问题,但还要进行各种材料高温发射率的准确测量,因此我们建议采用另一种间接通电加热的量热法测量高温半球向发射率。这种测试方法与 ASTM C835 方法的主要却别是样品加热方式,在这种测试方法中,两片薄被测样品将薄发热体夹持在中间,发热体通电加热来间接加热被测样品,而温度测量则采用独立的铠装热电偶,由此避免样品高温段塞贝克系数异常和焊接质量对温度测量的影响,又可以规避样品上直接焊接热电偶经常带来高温易脱落造成试验失败的现象。

4. 参考文献

- [1] ASTM C835-06(2020), Standard Test Method for Total Hemispherical Emittance of Surfaces up to 1400 °C , ASTM International, West Conshohocken, PA, 2020, www.astm.org.
- [2] Richmond, J. C., and Harrison, W. N., "Equipment and Procedures for Evaluation of Total Hemispherical Emittance," American Ceramic Society Bulletin, Vol 39, No. 11, Nov. 5, 1960.
- [3] Greene G A, Finfrock C C, Irvine Jr T F. Total hemispherical emissivity of oxidized Inconel 718 in the temperature range 300~1000 C[J]. Experimental Thermal and Fluid Science, 2000, 22 (3-4) : 145-153.
- [4] Fong R W L, Paine M, Nitheanandan T. Total hemispherical emissivity of pre-oxidized and un-oxidized Zr-2.5 Nb pressure-tube materials at 600 C to 1000 C under vacuum[J]. CNL Nuclear Review, 2016, 5 (1) : 85-93.
- [5] T. R. Fu, P. Tan and C. H. Pang, "A steady-state measurement system for total hemispherical emissivity," Measurement Science and Technology, vol. 23, no. 2, p. 10, 2012.
- [6] T. R. Fu, et al., "Total hemispherical radiation properties of oxidized nickel at high temperatures," Corrosion Science, vol. 83, pp. 272-280, 2014.
- [7] Maynard R K, Ghosh T K, Tompson R V, et al. Total hemispherical emissivity of potential structural materials for very high temperature reactor systems: Hastelloy X[J]. Nuclear technology, 2010, 172 (1) : 88-100.
- [8] A. J. Gordon, et al., "Hemispherical total emissivity of Hastelloy N with different surface conditions," Journal of Nuclear Materials, vol. 426, no. 1, pp. 85-95, 2012.
- [9] R. K. Maynard, et al., "Hemispherical Total Emissivity of Potential Structural Materials for Very High Temperature Reactor Systems: Haynes 230," Nuclear Technology, vol. 179, no. 3, pp. 429-438, 2012.
- [10] B. P. Keller, et al., "Total hemispherical emissivity of Inconel 718," Nuclear Engineering and Design, vol. 287, pp. 11-18, 2015.
- [11] C. B. Azmeh, et al., "Total Hemispherical Emissivity of Grade 91 Ferritic Alloy with Various Surface Conditions," Nuclear Technology, vol. 195, no. 1, pp. 87-97, 2016.
- [12] T. S. Hunnewell, et al., "total Hemispherical Emissivity of SS 316L with Simulated Very High Temperature Reactor Surface Conditions," Nuclear Technology, vol. 198, no. 3, pp. 293-305, 2017.
- [13] Al Zubaidi F. Total Hemispherical Emissivity of Reactor Pressure Vessel Candidate Materials: SS 316 L, SA 508, and A 387 Grade 91[D]. University of Missouri-Columbia,

2018.

- [14] Tompson Jr R V, Ghosh T K, Loyalka S K, et al. Long-term Prediction of Emissivity of Structural materials for High Temperature Reactor Systems[R]. Univ. of Missouri, Columbia, MO (United States) , 2018.
- [15] Walton K L, Maynard R K, Ghosh T K, et al. Total Hemispherical Emissivity of Potential Structural Materials for Very High Temperature Reactor Systems: Alloy 617[J]. Nuclear Technology, 2019, 205 (5) : 684-693.
- [16] Al Zubaidi F N, Walton K L, Tompson R V, et al. Emissivity of Grade 91 ferritic steel: additional measurements on role of surface conditions and oxidation[J]. Nuclear Technology, 2021, 207 (8) : 1257-1269.
- [17] J. Gembarovic, "Total Hemispherical Emissivity of Thermocouple Sheaths, in A Report~Sandia National Laboratories," Thermophysical Properties Research Laboratory, Inc., West Lafayette, IN, 2005.
- [18] A. L. Brundage, et al., "Thermocouple Response in Fires, Part 1: Considerations in Flame Temperature Measurements by a Thermocouple," Journal of Fire Sciences, vol. 29, no. 3, pp. 195-211, 2011.

