

超高温3000℃热物理性能测试 中的红外测温计在线校准

In-Situ Calibration of Infrared Thermometers in Ultra-High Temperature 3000℃ Thermophysical Properties Measurements

摘要：本文将针对超高温3000℃热物性测试中红外测温仪的在线校准，提出了采用高温固定点的在线校准方法，介绍了用于超高温条件下的几种固定点，并针对典型超高温测试设备描述了具体固定点单元形式和校准实施方法。

一、在线校准的必要性

在超高温1500~3000℃范围内的材料热物理性能测试中，普遍使用非接触式红外测温仪进行样品温度测量。温度测量精度决定了热物性参数的测量准确性，所以红外测温仪要定期进行校准。但在实际使用中，校准过的红外测温仪还存在以下几方面因素对温度测量精度带来影响：

(1) 如在激光闪光法热扩散系数和热膨胀系数等测试设备中，测温仪一般直接测量样品表面温度，但往往测温仪的焦点位置并未与样品测温面重合，或测温仪的对准没有完全集中在样品上，而是部分聚焦在靠近样品周围的部分样品支架上，这些测温仪的轻微错位都会导致温度测量出现重大误差。

(2) 如在超高温下落式量热计比热容测试设备中，很多时候测温仪是对装有被测物的样品盒表面温度进行测量，样品盒的表面温度与内部被测样品的实际温度还有一定差别，测温仪获得的并不是样品的真实温度。

(3) 红外测温仪普遍对被测物表面的发射率比较敏感，如果没有进行特殊的黑体空腔处理，对于未知发射率表面的温度测量则很难测准。

(4) 超高温下的温度测量，红外测温仪一般需要透过加热炉光学观察窗和内部保护气体监测温度，光学窗口和气体的透射率通常是未知的，并且可能会随着加热炉使用过程中蒸发材料的沉积而演变。

由此可见，在实际应用中，为了保证温度测量的准确性，需要对红外测温仪进行现场校准，而不仅仅是将它们从实验装置中取出进行定期校准。

本文将针对超高温3000℃热物性测试中红外测温仪的在线校准，提出采用高温固定点的在线校准方法，还将介绍用于超高温条件下的几种固定点，并针对典型超高温测试设备说明具体固定点单元形式和校准实施方法。

二、高温固定点在线校准方法

高温固定点在线校准方法是一种典型的对比法，原理是基于准确已知被测样品温度来校准接触和非接触式测温仪。具体方法是按照被测样品的外形测试和外表材质制作固定点单元，然后将固定点单元作为被测样品进行升温 and 升降试验，通过对已知的固定点标准温度与测温仪的测量值进行对比，达到对红外测温仪进行校准的目的。

固定点是国际温标中规定的可复现的平衡温度，是纯物质的三相点、沸点和凝固点，固定点都是根据物质的相变过程实现的，所选用的固定点绝大部分都是纯物质的变相点。

ITS - 90温标在 - 189.3442℃ ~ 961.78℃温度范围共有九个定义固定点，分别为：纯银、纯铝、纯锌、纯锡、纯铟五个固定点，水、汞、氦三个三相固定点以及镓熔点。

高温固定点是一系列金属的碳共晶与碳包晶固定点，主要有Pd-C (1492℃)、Rh-C (1657℃)、Pt-C (1738℃)、Ru-C (1954℃)、Ir-C (2292℃)、Re-C (2474℃)、WC-C (2749℃)和HfC-C (3185℃)，由此可覆盖1500℃至3200℃范围内的红外测温仪在线校准。

三、高温固定点单元

固定点单元是一种样品尺寸大小的坩埚，坩埚内通过熔融灌装或直接镶入的方法植入了固定点材料。高温固定点单元要求满足以下几方面条件：

- (1) 耐高温，且高强度避免损坏；
- (2) 只有纯度最高的材料金属和石墨，不能有其他杂质；
- (3) 外形尺寸与被测样品一致，且密封严实避免熔液泄露；
- (4) 集成有黑体空腔，降低发射率影响；
- (5) 整体结构设计和布局要保证温度的均匀分布。

针对超高温热物性测试中的红外测温仪在线校准，需要根据相应的样品摆放形式和尺寸采用不同结构的固定点单元，如在各种超高温3000℃热物理性能测试设备中，样品的摆放主要有立式和卧式两种结构，那么就需要采用相应不同结构的高温固定点单元。

在很多超高温3000℃激光闪光法热扩散系数和下落式量热计比热容测试设备中，样品是立式摆放形式，红外测温仪一般从下至上或从上至下对样品的底部或顶部进行测温，相应的固定点单元结构如图1所示。固定点主体和端帽为高纯石墨，图中的多个长孔内浇灌固定点材料，或直接插入固定点材料细棒，图1(a)中左侧的黑体空腔朝向红外测温仪。

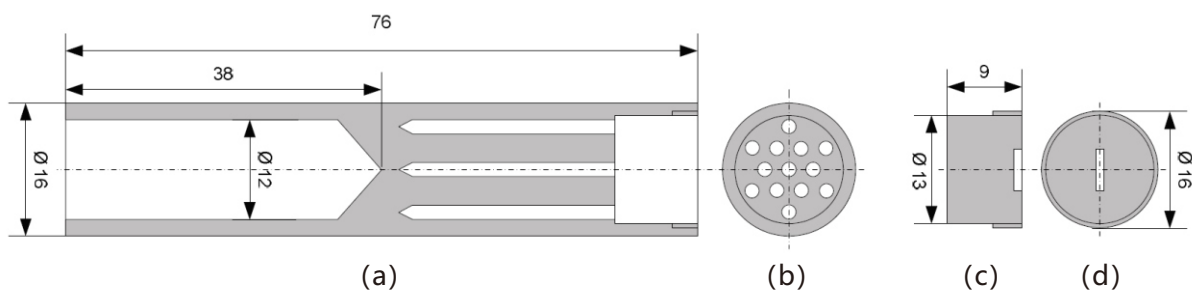


图1 立式结构高温固定点单元：(a) 主体剖面图；(b) 主体顶视图；(c) 端帽剖面图；(d) 端帽顶视图

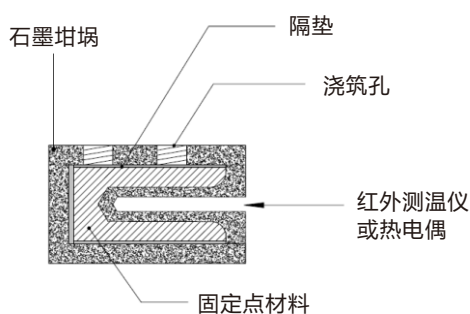


图2 卧式结构高温固定点单元

对于一些样品是卧式摆放形式的超高温3000℃热物性测试设备，如热辐射性能以及顶杆式和光学热膨胀仪，红外测温仪或高温热电偶一般在样品的水平方向上进行测温，相应的固定点单元结构如图2所示，固定点材料一般是直接熔灌入石墨坩埚内。图中的黑体孔对准红外测温仪，也可以插入被校热电偶。

三、采用固定点在线校准过程

在超高温热物性测试设备中采用固定点进行红外测温仪或热电偶在线校准的过程，首先是确定需要校准的温度测量范围，并选择不同的标准温度固定点单元尽可能的覆盖此温度范围，然后分别采用相应的固定点单元单独进行校准。

在每个固定点单元校准时，首先是用固定点单元代替被测样品，然后以低速率加热至固定点温度 10°C 以上并恒温，恒温一段时间后再以低速进行降温。在整个升降温过程中被校温度计连续测量温度，并将测量值随时间的变化曲线识别固定点单元的相变温度。图3示出了温度计测量纯铜固定点熔化和凝固过程的原始温度变化曲线。

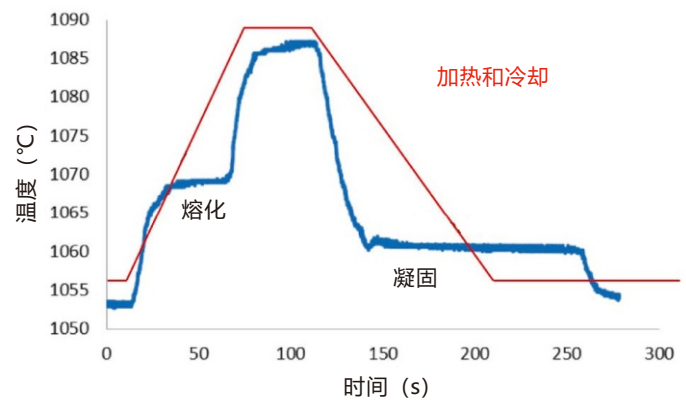


图3 采用纯铜固定点单元在线校准升降温过程

得到随时间变化的原始温度变化曲线后，对原始曲线进行一阶微分和二阶微分处理得到相应的微分曲线。根据一阶微分曲线中的极大值点可确定第一起始点和第一终止点，根据二阶微分曲线可确定第二起始点和第二终止点。基于得到的四个温度位置点，可最终确定原始温度变化曲线中在此加热速率下固定点单元熔化温度的测量值，此测量值与固定点标准值相差就是校准值。

为了减小升降温速率对校准精度的影响，可采用不同升降温速度进行更精确的校准，即采用不同的加热冷却速率进行加热冷却，得到不同速率下的校准值（测温仪误差），将此温度误差外推至加热或冷却速率为零的情况。

四、总结

综上所述，高温固定点技术可为各种超高温 3000°C 热物理性能测试设备中的温度测量提供全温区范围内的准确校准，而且高温固定点技术具有良好的重复性、再现性和长期稳定性，并可溯源到国际温标，由此彻底解决了超高温热物性测试中一直困扰着的温度测量准确性评估难题，为材料高温热物理性能准确测量提供了可靠的技术保障。