

基于 Ar 发射光谱的感应等离子体球化高温流场温度测量研究

曾 徽, 欧东斌

中国航天空气动力技术研究院电弧等离子应用装备北京市重点实验室, 北京 100074

摘 要 感应等离子体可通过纯净、热等离子体的焦耳加热作用, 实现不规则粉末颗粒的球化, 感应等离子体球化在航空航天领域具有广阔的应用前景。气流温度是感应等离子体球化制粉的关键参数, 等离子体发生器内高温流场温度的空间分布测量为感应等离子体制粉研究和相关工艺改进优化提供了定量依据。在传统接触式测量手段难以应用于感应等离子体高温流场测量的背景下, 该研究发展了非接触式的发射光谱诊断技术, 开展对 100kW 高频感应等离子体发生器制备球形钛粉过程中高温等离子体气流的诊断。通过测量氩气(Ar)在高温下的发射光谱谱线, 结合电动位移扫描技术, 获得了等离子体发生器内某一截面温度的径向空间分布。研究表明: 感应等离子体发生器内径向气流温度的变化呈现马鞍形的变化趋势, 不送粉条件下高温流场待测横截面的中心位置有一个低温区, 温度在 $(10\ 120 \pm 240)$ K, 气流最大温度值的区域位于测量横截面圆心的两侧, 靠近趋肤层的位置, 两侧最大温度值分别为 $(10\ 500 \pm 240)$ 和 $(10\ 620 \pm 240)$ K; 相比于不送粉条件, 送入钛粉后感应等离子体发生器内高温流场内温度出现明显变化, 钛粉送入区域下方出现一个明显的倒三角的低温区, 送粉与不送粉下圆心低温区的温差在 500 K 左右, 趋肤层最大温度区的温差在 400 K 左右, 显示了颗粒送入被加热的过程中, 附近气流温度也随之出现下降。发展的测量技术为定量了解感应等离子体球化流场温度二维空间分布提供了成熟的非接触式光谱测试手段。

关键词 发射光谱; 感应等离子体; 温度测量

中图分类号: O657.31

文献标识码: A

DOI: 10.3964/j.issn.1000-0593(2020)06-1685-05

引 言

高频感应等离子体可以产生化学纯净、无污染的高温(8 000~12 000 K)、低速($5 \sim 20 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$)流场, 不规则的微米量级粉末颗粒在热等离子体的加热作用下, 表面熔融并在表面张力作用下形成球形液滴, 之后迅速冷却凝固, 从而获得致密、流动性良好、高纯度的球形颗粒^[1], 高频感应等离子体发生器的长时间工作特性(以小时计)也利于粉末球化的大规模生产。感应等离子体球化制粉在 3D 打印、热喷涂等技术方面具有广阔的应用前景, 目前航空航天和工业冶金领域对于钛粉、钨粉、钨粉等金属粉球化有大量的需求, 感应等离子体球化粉末的研究得到了国内外研究人员的重点关注^[2-4]。在等离子体球化粉末过程中, 最重要的过程是通过热等离子体焦耳加热作用于不规则粉末颗粒, 因此等离子体发生器内气流温度是感应等离子体制备球形粉末的关键参数, 流场内气流温度的空间分布测量为评估和优化等离子体球化制粉工艺提供了直接定量依据。在实验测量方面, 由于感应

等离子体发生器内的高温(8 000~12 000 K)环境, 传统接触式测量手段无法应用于对流场内气流温度的诊断。目前以原子发射光谱技术、激光吸收光谱技术为代表的非接触式光谱诊断技术是国内外高温燃烧诊断技术的重要发展方向, 是进行感应等离子体高温流场测量的理想手段^[5]。

国内外在光谱诊断高温流场研究方面进行了数十年的研究, Stanford 大学的 Hanson 等在超燃冲压发动机、等离子体发生器以及激波管等设备的流场诊断方面上进行了系统、细致的研究工作^[6-8]。德国 Stuttgart 大学的 Stefan, Loehle 等在发射光谱、吸收光谱诊断等离子体流场方面获得了大量的研究成果^[9-11]。本研究应用发射光谱技术, 开展对 100 kW 高频感应等离子体发生器高温流场的诊断, 获得了等离子体发生器内某一截面气流温度的径向空间分布测量结果, 并进一步研究了有无送粉条件下感应等离子体发生器内流场温度的变化和差异。实际温度测量结果与国内外相关数值研究进行对比, 获得了良好的一致性。该研究结果对改进、优化制粉工艺中等离子体发生器电参数、气参数以及粉末送粉量等参数提供了直接的定量依据。

收稿日期: 2019-05-16, 修订日期: 2019-09-18

基金项目: 国家自然科学基金项目(11802299)资助

作者简介: 曾 徽, 1989 年生, 中国航天空气动力技术研究院工程师

e-mail: zenghuiked@outlook.com

1 发射光谱测温原理

原子发射光谱的辐射强度可表示为

$$I = \frac{1}{4\pi} A_{ul} h_{ul} \nu_{ul} n_u$$

其中, A_{ul} 为谱线的爱因斯坦发射系数(s^{-1}); h_{ul} 为普朗克常数(Js); ν_{ul} 为谱线跃迁的频率(cm^{-1}); n_u 为谱线高能级粒子数密度(cm^{-3}), 其中“ u ”表示高能级, “ l ”表示低能级。高频感应等离子体发生器内流场为低速气流($5 \sim 20 m \cdot s^{-1}$), 高温气流满足局部热化学平衡假设, 高能级粒子数密度与总粒子数密度之间满足 Maxwell-Boltzmann 分布

$$n_u = n_0 \frac{g_u}{Q(T)} \exp\left(-\frac{E_u}{kT}\right)$$

式中, n_0 为总粒子数密度(cm^{-3}); g_u 为高能级电子简并度; $Q(T)$ 为配分函数, 对于本实验中的试验介质氩气, 当温度 $T < 14\ 000\ K$, 其配分函数 $Q(T)$ 近似等于 1, k 为玻尔兹曼常数($J \cdot K^{-1}$), E_u 为高能级能量(cm^{-1}), 则

$$\log\left(\frac{I_{\lambda}}{g_u A}\right) = -\frac{1}{kT} E_u + \text{Constant}$$

研究通过同时采集感应等离子体试验介质 Ar 在不同能级 E_u 的谱线, 通过 Boltzmann 法画图, 进行线性拟合后得到斜率, 即可以得到感应等离子体的温度。Ar 谱线选择的原则包括: (1) 高信噪比, 基于现有试验工况和光谱采集设备, 可以有效分辨 Ar 的原子谱线信号; (2) 高测温灵敏度, 基于 Boltzmann 画图测温法要实现高灵敏度、精确的温度测量, 要求所选谱线具有较宽的高能级能量; (3) 谱线相互独立, 所选 Ar 谱线要求相互独立, 没有发生互相干扰, 同时要避免其他组分谱线的影响, 因此选择了氩气在 $640 \sim 780\ nm$ 范围内的 15 条谱线, 具体的氩气光谱参数见表 1。

表 1 Ar 谱线光谱参数

Table 1 Fundamental spectroscopic data for argon lines

序号	波长 λ/nm	高能级能量 E/eV	gA/cm^{-1}
1	641.66	14.84	5.80×10^6
2	675.28	14.74	9.65×10^6
3	687.13	14.71	8.34×10^6
4	693.77	14.69	3.08×10^6
5	696.54	13.33	1.92×10^7
6	703.03	14.84	1.34×10^7
7	706.72	13.30	1.90×10^7
8	714.70	13.28	1.88×10^6
9	727.29	13.33	5.49×10^6
10	737.21	14.76	1.70×10^7
11	738.40	13.30	4.24×10^7
12	750.39	13.48	4.45×10^7
13	751.47	13.27	4.02×10^7
14	763.51	13.17	1.22×10^8
15	772.40	13.24	1.03×10^7

2 实验部分

2.1 高频感应等离子体发生器

图 1 给出了感应等离子体发生器球化系统发射光谱测温系统的示意图。高频感应等离子体发生器的主要结构是在垂直放置的石英管外边套一个水冷铜管绕制的线圈, 高频电流通过线圈所产生的磁场与放电管中的等离子体相耦合, 通过氩气击穿起弧, 线圈中流过的激发电流产生的交变磁场所感应的交变电场, 对进入等离子体发生器内的试验介质进行加热, 产生热等离子体。本研究中感应等离子体发生器采用氩气为试验介质, 高纯氩气分三路进入石英管内: G1 为外环保护气, 主要用于气冷保护石英管; G2 为内环工作气; G3 为载气, 将钛粉颗粒经送粉枪送入石英管内高温流场, 不规则钛粉在高温热等离子体的加热作用下形成规则球形的粉末。试验中石英管内高温流场的待测横截面位于送粉枪正下方 $20\ mm$ 处的轴向圆截面, 石英管内高温流场的辐射发光通过辐射采集镜头(LDM-9811, Gigahertz-Optik)获得, 该镜头可实现对高温流场辐射发光的空间点分辨测量, 本实验条件下聚焦点的光斑直径为 $1\ mm$, 利用该装置可获得高温流场待测横截面内单点位置的辐射发光。辐射发光经 VIS-NIR 多模光纤传输给光纤光谱仪(HR2000, Ocean Optics)进行波长分辨, 获得目标组分 Ar 在 $600 \sim 800\ nm$ 波长范围内的发射光谱谱线, 为了捕捉石英管内感应等离子体流场参数的变化, 光谱仪的采集周期时间设定为 $8\ ms$, 是目前本实验所采用光纤光谱仪的最大时间分辨能力。同时, 利用氢灯光源标定光谱仪的分辨率, $\Delta\lambda = 0.17\ nm$ 。该光谱测量系统的波长及强度响应系数在试验前利用一台钨灯标准光源(Oriel 63945, Newport)进行标定。为了获得待测横截面上径向的空间分布, 将该套光学聚焦系统安装在电动位移扫描台(KSA800, Zolix), 试验过程中可以远程控制电动位移机构的扫描速度和距离, 对高温流场待测横截面进行来回的扫描, 从而获得石英管内等离子体流场辐射光谱的径向空间分布。

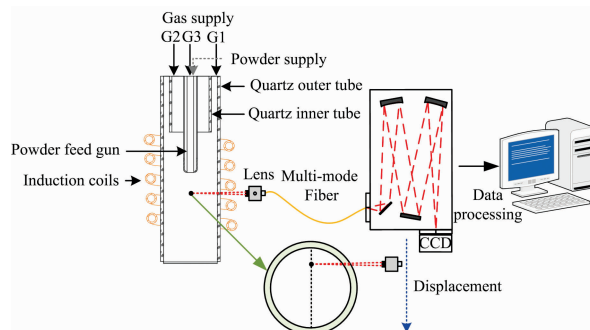


图 1 发射光谱测温系统光学布置图

Fig. 1 Schematic of OES sensor and associated apparatus

2.2 数据处理

图 2(a) 给出了利用光谱仪获得的 Ar 等离子体在 $600 \sim 800\ nm$ 波长范围内的发射光谱图。从图中可以看出 Ar 谱线在高能级激发能量较低($4p-4s$)时可以获得较高的发射谱线

信号, 其信噪比最高可达 400, 而对于高能级激发能量较高 ($5p-4s$) 时, Ar 发射谱线的信号强度较低, 但其信噪比最低仍可达 6 左右, 可以保证提取光谱信号的有效。分析 Ar 在 600~800 nm 波长范围内的发射谱线, 本研究选取了 15 组 Ar 不同高能级激发能力的谱线, 用于测量是石英管内感应等离子体高温流场的温度。图 2(b) 基于氩气等离子体的 15 组发射光谱谱线, 利用 Boltzmann 画图法给出了石英管内待测横截面内某点的气流温度的拟合情况。基于测量值与高能级能量进行线性拟合获得气流温度, 气流温度值为 10 090 K, 线性拟合偏差引起的温度偏差为 ± 240 K, 显示出良好的测温准确度。

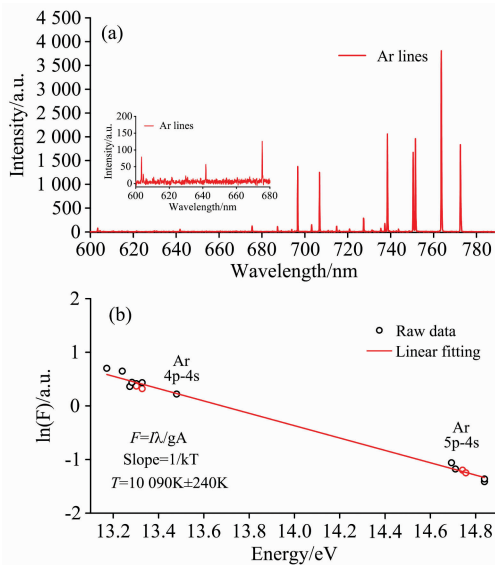


图 2 Ar 发射光谱测温

(a): 600~800 nm 波长范围内的典型发射光谱图;

(b): Ar 谱线玻尔兹曼画图

Fig. 2 OES for temperature measurements

(a): A typical emission spectrum in the range of 600~800 nm from the argon plasma; (b): Boltzmann plot for Ar lines

3 结果与讨论

基于光学发射光谱技术和电动位移扫描测量, 图 3 给出了石英管内感应等离子体待测横截面内 Ar 在波长 $\lambda = 773.5$ nm 的光谱辐射强度的径向分布。电动位移机构的扫描区域从石英管外一侧扫描石英管外另一侧, 覆盖整个感应等离子体高温流场。无送粉时等离子体流场的辐射发光呈现径向中心区发光强度低, 之后向两侧增加, 在离中心轴 ± 10 mm 半径附近时达到最大值, 之后辐射强度值迅速减少, 辐射强度值在靠近石英管内壁时有一个明显的变化。同时, 图 3 给出了石英管内送粉和不送粉两种工况下辐射强度的分布特性, 可以看到, 相比于无送粉时的纯氩气流场, 送粉条件下待测截面中心区的辐射光谱强度出现明显下降, 送粉对辐射强度的影响逐渐向两侧径向延伸, 在离中心轴 ± 15 mm 半径后基本没有影响, 此区域基本为内环工作气覆盖的区域, 说明不规则钛粉颗粒主要在此区域内被感应等离子体加热作

用。

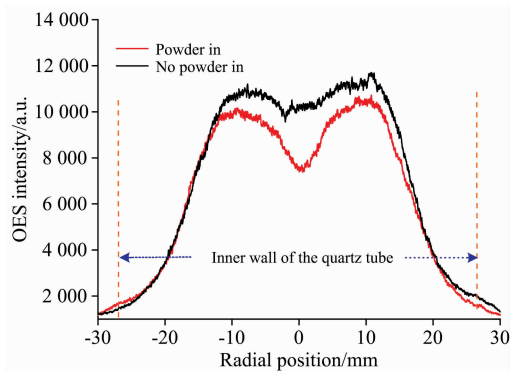


图 3 有无送粉条件下发射光谱强度径向分布, $\lambda = 772.40$ nm

Fig. 3 Radial distribution of OES intensity under conditions with powder in and no powder in, $\lambda = 772.40$ nm

图 4 给出了感应等离子体待测横截面内气流温度的径向分布, 气流温度的变化呈现出与辐射光谱空间分布类似的趋势: 径向中心区域的温度低, 靠近中心区域两侧的区域为最高温度区 ($r = \pm 10$ mm), 之后等离子体气流的温度向两侧迅速下降。不送粉条件下, 径向中心区域低温区的温度在 10 110~10 170 K, 温度测量偏差为 240 K; 两侧最高温度区域的最大温度值分别为 $(10\ 500 \pm 240)$ 和 $(10\ 620 \pm 240)$ K, 靠近石英管内壁时, 气流温度下降至 8 600~8 700 K, 分析感应等离子体径向温度分布的特征, 其原因在于由于趋肤效应, 径向 ($r = \pm 10$ mm) 的位置为等离子体放电的主要区域, 感应等离子体焦耳加热集中在此, 形成了两侧的等离子体高温区。对比相关数值研究结果^[12], 本研究测量获得的温度径向空间变化趋势和测量值均具有良好的一致性。

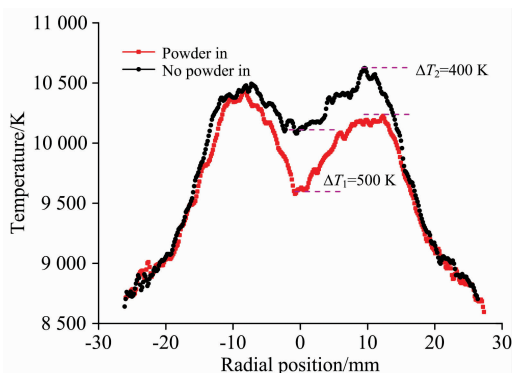


图 4 有无送粉条件下 Ar 感应等离子体温度径向分布

Fig. 4 Temperature radial distribution of argon plasma under powder-in and no powder-in conditions

相比于不送粉条件, 送入钛粉后高温流场气流温度分布特征出现明显差异: 钛粉送入区域下面出现一个明显的倒三角的低温区, 送粉与不送粉下圆心低温区的温差在 500 K 左右, 趋肤层最大温度区的温差在 400 K 左右。在从趋肤层到石英管内壁面的区域, 送粉对流场气流温度的影响逐渐减少, 此区域内送粉和不送粉两种工况下气流温度没有显著差异。此外, 值得注意的是, 钛粉颗粒送粉对趋肤层两侧高温

区的影响不同: 右侧高温区气流温度在送粉后出现了明显的下降, 而左侧高温区气流温度被整体拉低程度要更低。分析造成这种差异的原因, 可能是送入钛粉和内环旋气相互作用引起钛粉颗粒分布不均匀造成的, 内环工作气以单一方向旋进, 带动送入的钛粉颗粒运动, 因此对于某一个轴向横截面, 钛粉的分布总是不均匀的, 本研究中待测位置横截面, 可以判断钛粉颗粒主要集中在从径向中心区域至右侧趋肤层的区域。

4 结 论

基于发射光谱技术和位移扫描技术, 对感应等离子体发生器球化钛粉颗粒过程中高温流场温度进行了实时诊断测量, 获得了待测横截面内气流温度的径向空间分布。获得如下结论:

(1) 感应等离子体高温流场的温度呈现马鞍形的变化趋势, 径向中心区存在一个低温区, 等离子体最高温度位于待

测横截面中心两侧趋肤层的区域;

(2) 针对石英管内感应等离子体无送粉和送粉条件两种情况, 研究了两种工况下高温气流温度的变化情况: 有送粉条件下气流径向中心区和两侧趋肤层最大温度区的温度被明显拉低, 最大温度分别为 500 和 400 K, 送粉对石英管内感应等离子体高温流场的影响从中心径向区域逐渐向两侧扩展。

本研究工作利用光学诊断技术获得感应等离子体制备球化粉末过程中等离子体高温流场的径向分布, 该结果与相关数值计算进行对比, 获得了良好的一致性, 该诊断方法可为进一步了解感应等离子体工作特性和球化制粉工艺的改进优化提供直接依据。下一步的工作可从两方面展开: 一方面, 利用电动位移扫描技术和发射光谱技术进一步获得感应等离子体球化制粉过程中流场轴向、径向温度的空间分布; 另一方面, 结合窄线宽、可调谐原子激光吸收光谱技术同时对感应等离子体发生器内流场进行诊断, 获得精细化的流场温度和粒子密度的空间分布信息。

References

- [1] Boulos M I. IEEE Transactions on Plasma Science, 1991, 19(6): 1078.
- [2] Jiang X L. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2006, 16(1): 13.
- [3] Kumar S, Selvarajan V. Computational Materials Science, 2006, 36(4): 451.
- [4] GU Zhong-tao, et al(古忠涛, 等). Powder Metallurgy Technology(粉末冶金技术), 2010, 28(2): 120.
- [5] Hanson R K, Spearrin R M, Goldenstein C S. Case Studies: Molecular Spectroscopy, in Spectroscopy and Optical Diagnostics for Gases. Springer, 2016. 227.
- [6] Hanson R K. Proceedings of the Combustion Institute, 2011, 33(1): 1.
- [7] Nations M. Laser-Based Diagnostics of Electronically Excited Oxygen Atoms at Extreme Temperatures, Stanford University, 2016.
- [8] Schultz I A, et al. Journal of Propulsion and Power, 2014, 30(6): 1595.
- [9] Loehle S, et al. Echelle Spectroscopy for High Enthalpy Flow Diagnostics. in 46th AIAA Thermophysics Conference. American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2016.
- [10] Hermann T, et al. Journal of Thermophysics and Heat Transfer, 2016, 30(3): 673.
- [11] Hermann T, Loehle S. Tomographic Optical Emission Spectroscopy for Plasma Wind Tunnel Testing. in 32nd AIAA Aerodynamic Measurement Technology and Ground Testing Conference, American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2016.
- [12] Tong J B, Lu X, Liu C C, et al. Applied Thermal Engineering, 2016, 100: 1198.

Temperature Measurements of Inductively Coupled Plasma Spheroidization by Using Argon Emission Spectroscopy

ZENG Hui, OU Dong-bin

Beijing Key Laboratory of Arc Plasma Application Equipment, China Academy of Aerospace Aerodynamics, Beijing 100074, China

Abstract Inductively coupled plasma (ICP) reactor is able to generate pure thermal plasma and realize sphericalization process of irregular powder particles by joule heating, demonstrating great application prospect in the aerospace industry. Gas temperature is a crucial parameter for inductively coupled plasma spheroidization. Spatial resolved temperature measurement of the high-temperature flow field in the plasma reactor provide quantitatively basis and evidence for theoretical study of plasma spheroidization and industrial methodology optimization. It leads to research gap in flow diagnostics for high-temperature inductively plasma flow owing to the inapplicability of conventional diagnostic techniques. This paper presents in-situ and non-intrusive diagnostics for argon plasma flow in the inductively coupled plasma spheroidization based on optical emission spectroscopy. Spatial-resolved gas

temperature in the radial coordinate was measured at a cross section under the powder feed gun by combining argon emission spectroscopy and electric-driving scanning technique. The measured results show that gas temperatures in the radial coordinate showed a saddle-shape trend under no powder-in conditions and the temperature value in the center was $(10\ 120 \pm 240)$ K, while the maximum temperature zone was positioned close to the core with specific values of $(10\ 500 \pm 240)$ and $(10\ 620 \pm 240)$ K, respectively. There existed obvious temperature difference at the measured cross section under powder-in and no powder-in conditions. A maximum temperature difference under the two conditions was observed to be nearly 500 K and 400 K in the core and the maximum temperature zone respectively, indicating temperature drop of plasma flow when the injected particles were heated. The developed technique in this paper provide a mature method to quantitatively understand the two-dimensional spatial distribution of gas temperature in the inductively plasma spheroidization reactor.

Keywords Emission spectroscopy; Inductively coupled plasma; Temperature measurements

(Received May 16, 2019; accepted Sep. 18, 2019)

(上接 1684 页)

4.3 会议住宿

会议酒店:

1. 世外桃源酒店

地址: 四川省成都市武侯区科华北路 69 号

酒店房间价格: 标间 620 元/间天; 大床房 560 元/间天

2. 科华苑宾馆

地址: 四川省成都市武侯区科华北路 141 号

酒店房间价格: 标间 360 元/间天; 大床房 470 元/间天

由于会议期间住宿相对紧张, 涉及到房间预定、会议安排等因素, 务请各位专家、同学在截止日期前注册, 只有在收到注册费后, 才会进行会议相关安排, 务请体谅与协助。

五、会议组织机构

大会组委会人员组成请见如下链接: http://www.sinospectroscopy.org.cn/meeting/extend.php?mid=24&body_id=12

学术委员会人员组成见如下链接: http://www.sinospectroscopy.org.cn/meeting/extend.php?mid=24&body_id=13

有关会议的邀请报告、住房信息、交通路线、稿件编号等信息敬请登录会议主页查询。

六、组委会和会务组联系方式

组委会:

吴兰: 13688385033 Email: wulan@scu.edu.cn

会务组:

注册&住宿: 张亮 15902844473 Email: zhang.liang@scu.edu.cn

报告&论文: 李成辉 18980877825 Email: atcpubs@scu.edu.cn

厂商联络: 王香凤 13520034335 Email: xiangfeng@bnu.edu.cn

七、支持媒体

会议官网: 光谱网(<http://www.sinospectroscopy.org.cn>)

会议各类信息发布以光谱网信息为准。

主办单位:

中国光学学会

中国化学会

中国光学学会光谱专业委员会

承办单位:

四川大学分析测试中心

中国光学学会光谱专业委员会

四川大学分析测试中心

2019 年 11 月 18 日