

基于激光旋转加热的非导电材料高温光谱发射率测试方法与装置

孙红胜^{1,2}, 梁新刚¹, 马维刚¹, 张宇峰³, 邱超², 马越岗²

1. 清华大学航天航空学院, 北京 100084

2. 北京振兴计量测试研究所, 北京 100074

3. 渤海大学, 辽宁 锦州 121013

摘要 光谱发射率是表征材料热物理性能的重要参数。对于非导电材料的高温光谱发射率测试, 一般采用高温加热炉加热或辐射加热的方式来进行发射率测试, 存在的问题是采用高温石墨炉加热时, 样品可能会与高温石墨发生化学反应, 从而破坏材料原有物性; 采用辐射加热, 一般是单向静止加热, 会存在样品温场梯度非均匀分布的问题。基于激光旋转加热和样品/黑体整体一体化设计, 提出了一种“样品动中测”的非导电材料高温光谱发射率测试新方法, 建立了相应的测量模型, 突破了传统的“样品静中测”的局限, 样品与参考黑体共形一体化设计, 采用微区域光谱辐射成像方法, 同时测量参考黑体和样品的光谱辐射能量与温度。建立了激光旋转加热状态下的热传导方程, 对典型样品材料的温度分布进行了仿真计算, 结果表明旋转样品温场分布较为均匀, 分析了温场分布与红外光谱发射率测量误差间的关系, 给出了适用于本测试方法的材料的热导率下限值。基于该方法, 搭建了相应的测量装置, 对典型材料碳化硅在 1 000 K 时的光谱发射率进行了测试, 在 4 μm 处对各个典型高温温度点的光谱发射率进行了测试, 得到了碳化硅材料在红外波段的光谱发射率波长变化和温度变化规律特性。与国外的测量结果进行了比对, 结果较为一致, 验证了激光旋转加热光谱发射率测试方法的可行性。采用此方法, 不破坏样品本身的理化特性, 样品加热升温速度快, 测量温度范围上限高, 有效减小了激光静止单向加热带来的温度不均匀性, 可同时测量出样品和参考黑体的光谱辐射亮度及温度, 无需另外再设计标准高温黑体, 解决了现有非导电材料高温光谱发射率测试中非均匀加热和辐射能量同步比对测量的问题, 可应用于多种非导电材料高温光谱发射率的测试。

关键词 非导电; 高温; 光谱发射率; 测试; 激光旋转; 整体黑体法

中图分类号: O433.1 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2022)01-0310-06

引言

高速飞行器需优选出高发射率的热防护材料, 以保证飞行器工作安全^[1]。高温导电材料发射率测试, 已有相关研究^[2]。热防护材料大部分为非导电, 对于非导电材料的高温发射率测试, 目前尚无相关标准方法。

国内外针对非导电材料的高温光谱发射率研究了一系列的测试方法^[3], 主要包括能量比较法和反射法。加热原理主要包括传导和辐射加热^[4-7]。传导加热, 即石墨炉加热方式, 在高温下石墨挥发容易与被测材料发生化学反应, 影响材料本身的物性。采用电子束、激光加热方法可有效解决材料物性改变的问题, 但在加热均匀性方面, 由于样品静止和辐射热流单向性^[8], 产生温度梯度带来温场不均匀的问题, 需设

计新的测试方法来解决。此外, 在以上测量方法中, 都需要另构建一个标准高温黑体, 装置较为复杂; 样品和黑体辐射能量测量为分时切换测量^[9-10], 样品温度稳定性会引入一定的测量误差。

1 测试原理及测量模型

1.1 基于激光加热的高温光谱发射率测试原理

测试原理如图 1 所示。

采用高功率连续激光器, 均匀整形后照射到旋转的样品腔侧面。样品上表面设计有一个深孔腔, 作为参考黑体。样品被加热后, 通过圆柱上方的成像光谱仪同时测量圆柱上方环形面区域和黑体空腔的光谱辐射亮度, 利用比较法得到样品光谱发射率。采用此方法可以实现发射率比对测量的同时

收稿日期: 2020-08-12, 修订日期: 2020-12-05

基金项目: 国家自然科学基金项目(61575029)资助

作者简介: 孙红胜, 1980 年生, 清华大学航天航空学院博士研究生

e-mail: whbqc2003@126.com

性，减小测量误差。

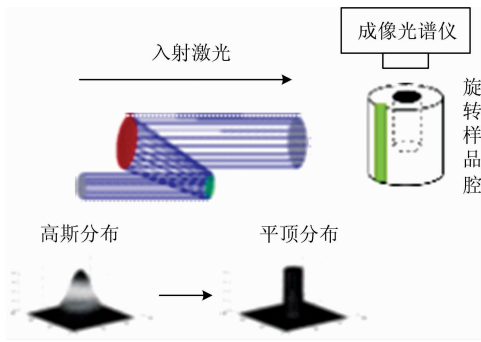


图 1 基于激光旋转加热的测试原理图
Fig. 1 Schematic diagram of measurement based on laser rotation heating

1.2 光谱发射率测量模型

参考黑体空腔的发射率受材料发射率、空腔几何形状等因素影响，黑体空腔的发射率为：

$$\epsilon_{\text{blackbody}}(\lambda, T) = \frac{\epsilon_0 \left[1 + (1 - \epsilon_0) \left(\frac{A}{S_1} - \left(\frac{R1}{L} \right)^2 \right) \right]}{\epsilon_0 \left(1 - \frac{A}{S_1} \right) + \frac{A}{S_1}} \quad (1)$$

式(1)中， ϵ_0 为样品的发射率， A 为圆柱开口面积， S_1 为样品圆柱内表面面积， $R1$ 为腔开口半径， L 为腔长。则样品法向光谱发射率为

$$\epsilon_\lambda = \frac{L_{\text{sample}}(\lambda, T)}{L_{\text{blackbody}}(\lambda, T) / \epsilon_{\text{blackbody}}(\lambda, T)} \quad (2)$$

式(2)中， $L_{\text{sample}}(\lambda, T)$ 为样品法向光谱辐亮度， $L_{\text{blackbody}}(\lambda, T)$ 为黑体空腔光谱辐亮度。

2 高温光谱发射率测试装置设计

2.1 测试装置设计

基于激光旋转加热的高温光谱发射率设计方案如图 2 所示，装置主要由激光整形系统、样品旋转及真空仓系统、微区成像光谱仪等组成。

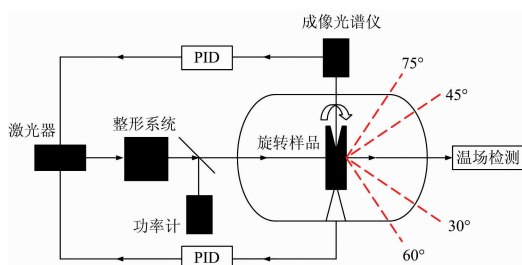


图 2 高温光谱发射率测量装置设计方案
Fig. 2 Design scheme of high temperature spectral emissivity measurement device

激光器采用 3 000 W 的大功率 CO₂ 连续激光，经光束整形匀化后，扩束成一个矩形均匀光束。样品放置在一个恒温制冷的真空仓中，真空仓上开有多光谱光学窗口，矩形光束通过窗口照射到被测样品的侧面，被测样品通过一个两点接

触的夹具放置在转台上，由转台带动圆柱样品围绕圆柱中心进行匀速旋转。

2.2 非切换光谱辐射显微成像测量系统设计

进行光谱辐射测量时，测量区域为 $\phi 2$ mm 的黑体空腔和圆环形样品区域，使用普通成像光谱仪测量，测量区所占像素较小，分辨率不够。设计显微光谱成像辐射测量系统，放大被测目标在成像光谱仪上成像所占的视场，实时测量出被测目标的光谱辐射能量和温场，设计原理图如图 3 所示。通过红外成像光谱仪进行测量，可实现样品和黑体光谱辐射的非切换测量，提高测量准确度。成像光谱仪的成像距离为 725 mm，观测的目标区域直径为 12 mm，光谱分辨率为 100 nm，成像分辨率为 640×480。

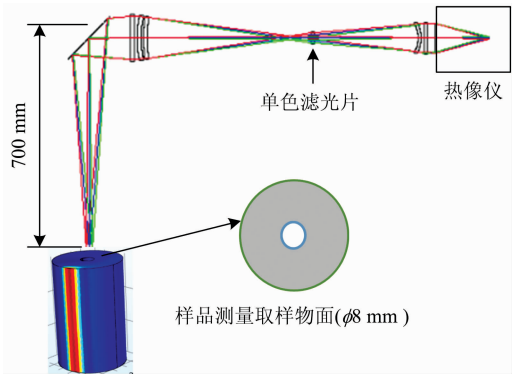


图 3 样品光谱辐射与温场显微成像测量系统设计图
Fig. 3 Design drawing of sample spectral radiation and temperature field microscopic imaging measurement system

3 样品温度场分布对光谱发射率测量结果影响分析

3.1 激光加热旋转样品温度场计算

基于激光旋转加热法测量样品光谱发射率，样品温场均匀性对测量结果影响较大。利用热力学传导定律，建立相应的热动态传输微分方程，激光加热旋转样品传热方程为

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \lambda r \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \varphi} \left(\gamma \frac{\partial T}{\partial \varphi} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad (3)$$

忽略对流和边界导热，则边界条件为

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial r} = -F + \epsilon_\alpha (T^4 - T_a^4) \quad (4)$$

$$T|_{r=R} = T_0 \quad (5)$$

圆柱外表面激光照射的功率密度为

$$F = P_0 (1 - \epsilon_\lambda) \left[u(t - t') - u \left(t - t' - \frac{\Delta s}{\omega R} \right) \right] \quad (6)$$

$$t' = \frac{\varphi + \text{int} \left(\frac{\omega t}{2\pi} \right) 2\pi}{\omega} \quad (7)$$

式中， ρ 为密度， c 为比热容， λ 为热导率， ϵ 为材料半球发射率， T_a 为真空仓环境温度， T_0 为外表面初始温度， P_0 为激光功率密度， ϵ_λ 为材料在激光波长 λ 处的法向发射率， $u(t - t')$ 为阶跃函数， Δs 为长方形光斑照射宽度， ω 为圆柱旋转的角速度， R 为圆柱截面半径， $\text{int} \left(\frac{\omega t}{2\pi} \right)$ 为对 $\frac{\omega t}{2\pi}$ 取整。

3.2 激光照射下样品温度场仿真计算结果

选择典型材料碳化硅,对激光旋转照射样品进入稳态后的温度场进行仿真,仿真计算的基准温度点为 1 100 K,结果如图 4。

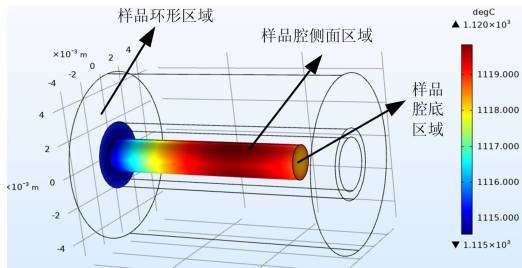


图 4 碳化硅样品进入稳态后的温场分布图

Fig. 4 Temperature field distribution diagram of the silicon carbide sample after entering the steady state

可以看出,进入稳态后,圆环区和黑体空腔温度差较小。碳化硅热导率为 $148 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$,莫来石陶瓷热导率为 $4.9 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$,两种典型样品在 1 100 K 的温度分布见表 1 和表 2。

表 1 碳化硅样品测量相关区域温度分布表

Table 1 Temperature distribution table of the silicon carbide sample relevant area measurement

位置	温度/°C
黑体空腔腔底最大温度	1 118.8
黑体空腔腔底最小温度	1 114.1
黑体空腔腔底平均温度	1 116.5
黑体空腔腔底腔内侧最大温度	1 121.8
黑体空腔腔底腔内侧最小温度	1 112.5
黑体空腔腔底腔内侧平均温度	1 117.5
样品环形区最大温度 (环外直径 10 mm 内直径 2 mm)	1 115.1
样品环形区最小温度 (环外直径 10 mm 内直径 2 mm)	1 111.5
样品环形区平均温度 (环外直径 10 mm 内直径 2 mm)	1 113.8

表 2 莫来石陶瓷样品测量相关区域温度分布表

Table 2 Temperature distribution table of the mullite ceramics sample relevant area measurement

位置	温度/°C
黑体空腔腔底最大温度	1 086.4
黑体空腔腔底最小温度	1 071.7
黑体空腔腔底平均温度	1 078.4
黑体空腔腔底腔内侧最大温度	1 103.3
黑体空腔腔底腔内侧最小温度	1 027.4
黑体空腔腔底腔内侧平均温度	1 083.6
样品环形区最大温度 (环外直径 10 mm 内直径 2 mm)	1 081.7
样品环形区最小温度 (环外直径 10 mm 内直径 2 mm)	1 036.0
样品环形区平均温度 (环外直径 10 mm 内直径 2 mm)	1 060.9

可以看出,黑体腔的温度分布较为均匀,可作为标准黑体空腔,环形区域与黑体空腔的平均温度相差很小,对碳化硅材料,平均温度最大相差不到 5 K;对莫来石陶瓷材料,平均温度最大相差约为 20 K。

从以上分析可看出,样品的温场不均匀性主要受材料的热导率影响,热导率越大,样品温场均匀性越好,热导率越小,样品温场非均匀性越大。

3.3 不等温对光谱发射率测量结果影响分析

测量时,取样品环形区和黑体空腔区平均光谱辐射亮度作为测量模型中的光谱辐射亮度输入,因此可对样品温度分布进行简化处理,以空腔和环形区平均温度表示两个区域的温度。定义样品环形区域和黑体空腔不等温引入的光谱发射率测量绝对误差为

$$\Delta \epsilon = | \epsilon'_{\lambda} - \epsilon_{\lambda}(T_0) | \quad (8)$$

式(8)中, ϵ'_{λ} 为材料在某个波长点的光谱发射率测量结果, $\epsilon_{\lambda}(T_0)$ 为材料 T_0 温度时在某个波长点的光谱发射率值。

假设非导电材料在 4 和 10 μm 的光谱发射率都为 0.8 (非金属材料一般的光谱发射率较高),样品黑体空腔的温度为 1 100 °C,样品环形区域与黑体空腔的温度相差为 ΔT ,则由圆柱样品上方表面环形区域和黑体空腔的不等温引入的光谱发射率测量绝对误差曲线如图 5 所示。

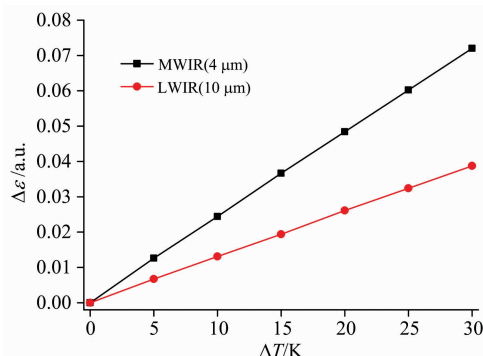


图 5 样品不等温引入的光谱发射率测量误差

Fig. 5 Spectral emissivity measurement error introduced by sample unequal temperature

从图 5 可看出,测量误差与温差成线性正比关系,长波波段的测量误差小于中波波波段。

对于极低热导率材料,样品温场均匀性变差,黑体空腔发射率也会变化,需对光谱发射率测量结果进行修正,修正准确度存在较大不确定性。为保证测量准确度,一般要求测量材料的热导率大于 $10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 。

4 高温材料光谱发射率测试试验

4.1 法向光谱发射率测试试验

搭建的基于激光旋转加热的非导电材料高温光谱发射率测量装置如图 6 所示。测量装置主要由高功率连续激光器、整形系统、真空样品仓和红外成像光谱辐射计组成。

选择测试对象为碳化硅材料,在 1 000 K 温度下进行几个典型光谱点的法向光谱发射率的测量;同时在 4 μm 处,

对样品温度在 600~2 100 K 时进行法向光谱发射率测量，得到样品发射率与温度的关系，测量结果如图 7 所示。

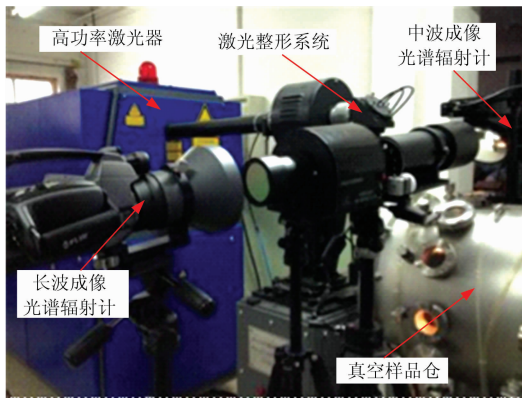


图 6 基于激光加热的高温光谱发射率测试装置图
Fig. 6 Diagram of high-temperature spectral emissivity measurement device based on laser heating

将碳化硅材料光谱发射率测量结果与美国 NASA 同类材料的测量数据进行了比对，比对结果如图 8 所表示，可以看出，光谱发射率测量结果基本相同，验证了基于激光旋转加热的非导电高温材料光谱发射率测量方法的正确可行性。

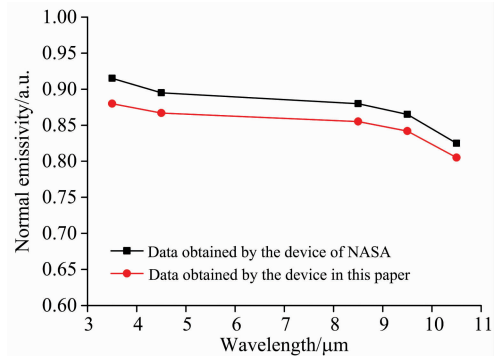


图 8 碳化硅法向光谱发射率测量结果比对(1 000 K)
Fig. 8 Comparison of measurement results of silicon carbide normal spectral emissivity (1 000 K)

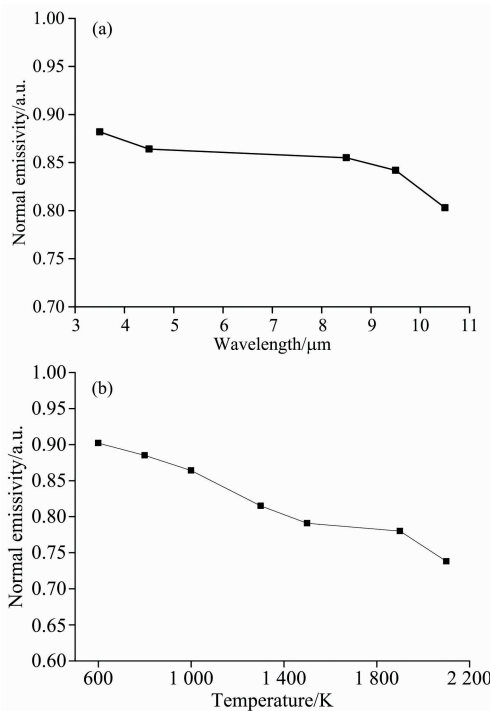


图 7 碳化硅高温法向光谱发射率测量结果
(a): 典型光谱点的法向光谱发射率(1 000 K);
(b): 典型温度点的法向光谱发射率(4 μm)

Fig. 7 Measurement results of silicon carbide high temperature normal spectral emissivity

(a): Normal spectral emissivity of typical spectral points (1 000 K);
(b): Normal spectral emissivity of typical temperature points (4 μm)

对碳化硅 1 000 K 时的光谱发射率测量结果数据进行了拟合，拟合结果如式(9)所示

$$\epsilon(\lambda) = -0.0034\lambda^2 + 0.0025\lambda + 0.879 \quad (9)$$

从测量结果及拟合数据可以看出：

(1)碳化硅光谱发射率与波长呈二阶非线性关系，其加热试验中的表面测温可以采用四个波长及以上的非线性发射率模型多波长测温方法。

(2)碳化硅在红外波段的光谱发射率随波长变大而变小，随温度升高而变小。

5 结 论

基于激光旋转加热的“样品动中测”高温光谱发射率测试方法，突破了传统的“样品静中测”的局限，不改变样品物性，同时减小了激光静止单向加热带来的温度不均匀性。

对样品激光加热温场分布及引入的光谱发射率测量误差进行了仿真计算，表明在中波波段样品引入的测量误差较长波波段更大，同时材料的热导率越高，测量的准确度越高。进行了典型非导电材料碳化硅不同温度不同光谱下的高温法向光谱发射率测试，与国外的测量结果较为一致，验证了激光旋转加热测试方法的正确性。建立了碳化硅材料在红外波段的光谱发射率模型，与波长呈二阶非线性关系。与传统的高温炉加热、辐射加热发射率测量方法相比，本文中的方法具有加热速度快、不破坏样品物性、装置集成度高等优点，但对极低热导率材料需进行发射率测量修正。后续将在进一步提高样品温场均匀性方面开展改进优化研究工作。

References

- [1] Tao X, Zhang L Y, Ma X H, et al. *Ceramics International*, 2017, 43(16): 14292.
- [2] Watanabe H, Matsumoto T. *Review of Scientific Instruments*, 2005, 76: 043904.
- [3] LIU Bo, ZHENG Wei, LI Hai-yang(刘 波, 郑 伟, 李海洋). *Infrared Technology(红外技术)*, 2018, 40(8): 725.
- [4] Cai J, Yang Y J, Liao L, et al. *International Journal of Thermophysics*, 2015, 36: 3288.
- [5] Adibekyan A, Monte C, Kehrt M, et al. *International Journal of Thermophysics*, 2015, 36: 283.
- [6] Švantner M, Honnerová P, Vesely Z. *Infrared Physics & Technology*, 2016, 74: 63.
- [7] Vuelban E M, Girard F, Battuello M, et al. *International Journal of Thermophysics*, 2015, 36: 1545.
- [8] Vesely Z, Honnerová P, Martan J, et al. *Infrared Physics & Technology*, 2015, 71: 217.
- [9] YU Kun, SHI Rui-tao, ZHANG Hui-yan, et al(于 坤, 石瑞涛, 张会燕, 等). *Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析)*, 2020, 40(1): 107.
- [10] Kong B, Li T, Eri Q. *Applied Thermal Engineering*, 2017, 113: 20.

Method and Device for Measuring High-Temperature Spectral Emissivity of Non-Conductive Materials Based on Laser Rotation Heating

SUN Hong-sheng^{1, 2}, LIANG Xin-gang¹, MA Wei-gang¹, ZHANG Yu-feng³, QIU Chao², MA Yue-gang²

1. School of Aerospace, Tsinghua University, Beijing 100084, China

2. Beijing Zhenxing Institute of Metrology and Measurement, Beijing 100074, China

3. Bohai University, Jinzhou 121013, China

Abstract Emissivity is an important parameter to characterize the thermophysical properties of materials. For non-conductive materials, high-temperature furnace heating or radiant heating is generally used in emissivity measurement. The problem in high-temperature furnace heating method is that tested materials may chemically react with the material of the heating container, thereby destroying the original characteristics of the materials. There will be problems of non-uniform heating of samples in the radiant heating method. The tested materials are usually heated unidirectionally and still in the radiant heating method, so there will be samples non-uniform distribution of sample temperature gradient. Based on laser rotating heating and sample/black body integrated design, this paper proposes a new method. The samples are spinning while measuring, measuring the emissivity of non-conductive materials at high temperature, and establishing a corresponding measurement model. This method break through the limitations of traditional measurement methods, in which the samples are still while measuring. The sample and black body are designed integrally, and the micro-area spectral radiation imaging method is adopted to measure the spectral radiation energy and temperature of the black reference body and the sample at the same time. The heat conduction equation under the laser rotating heating state is established, and the temperature distribution of typical sample materials is simulated. The results show that the temperature field distribution of the rotating sample is relatively uniform. The relationship between the temperature field distribution and the infrared spectral emissivity measurement error is analyzed. The lower limit of the material thermal conductivity applicable to this test method is shown. Based on this method, a corresponding measurement device was built to test the spectral emissivity of a typical material silicon carbide at 1 000 K. The spectral emissivity of each specific high-temperature point was tested at 4 μm , and the silicon carbide material was measured at The characteristics of the spectral emissivity wavelength change and temperature change rule characteristics of the infrared band. The results are compared with the foreign measurement results, and the results are relatively consistent, which verifies the feasibility of the laser rotating heating spectral emissivity test method. The characteristics of the spectral emissivity wavelength change and temperature change rule characteristics of the silicon carbide material in the infrared band are obtained. The results are compared with the foreign measurement results, and the results are relatively consistent, which verifies the feasibility of the laser rotating heating spectral emissivity test method. With this method, the physical and chemical characteristics of the sample are not destroyed, the sample heats up quickly, the temperature field in the measurement area is uniform, the upper limit of the measurement temperature range is high, and the temperature unevenness caused by the laser static and unidirectional heating is reduced effectively. The sample's temperature and spectral radiation energy can be measured at the same time, so the standard high temperature black

body does not need to be designed separately. This method solves the existing high-temperature non-uniform heating and radiant energy synchronous comparison measurement in non-conductive materials emissivity measurement. It can be applied to measure the high-temperature spectral emissivity of various non-conductive materials.

Keywords Non-conductive; High temperature; Spectral emissivity; Measurement; Laser rotation; Entirety black body method

(Received Aug. 12, 2020; accepted Dec. 5, 2020)

期刊引证信息快报

据中国科学技术信息研究所 2021 年 12 月 27 日发布: 物理类(41 种期刊)

光谱学与光谱分析					
影响因子		总被引频次		综合评价总分	
排名	数值	排名	数值	排名	数值
6	0.954	3	4 812	1	72.9

据中国科学技术信息研究所 2021 年 12 月 27 日发布: 化学类(40 种期刊)

光谱学与光谱分析					
影响因子		总被引频次		综合评价总分	
排名	数值	排名	数值	排名	数值
13	0.954	1	4 812	1	70.9

据中国知网(CNKI) 2021 年 11 月 20 日发布: 物理类(48 种期刊)

光谱学与光谱分析								
影响因子		总被引频次		影响力指数		总下载量		分区
排名	数值	排名	数值	排名	CI 值	排名	数值	
7	1.516	2	10 207	2	912.131	2	40.77 万次	Q1

据中国知网(CNKI) 2021 年 11 月 20 日发布: 化学类(50 种期刊)

光谱学与光谱分析								
影响因子		总被引频次		影响力指数		总下载量		分区
排名	数值	排名	数值	排名	CI 值	排名	数值	
12	1.516	1	10 207	1	985.534	1	40.77 万次	Q1

▲2021 年入选“中国科技核心期刊(中国科技论文统计源期刊)”。

▲2021 年入选“世界期刊影响力指数(WJCI)报告(2020 STM)”。

▲2021 年入选“2021 中国最具国际影响力学术期刊”。