

文章编号 1004-924X(2016)01-0059-06

低温状态下的材料法向发射率测量

袁林光, 薛战理, 李宏光, 李涛, 杨鸿儒*

(西安应用光学研究所 国防科技工业光学一级计量站, 陕西 西安 710065)

摘要:研究了在 $-60\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下准确测量材料法向发射率的方法。基于发射率定义建立了材料法向发射率测量模型。为屏蔽环境杂散辐射与大气吸收的影响,利用真空液氮背景通道搭建了低温状态下材料发射率测量装置。测量了氧化铜与高发射率陶瓷两种样品的法向发射率随温度、波长的变化情况。结果表明:两种样品的法向光谱发射率均随波长增加而降低;随温度的升高,氧化铜样品法向积分发射率稳定为 0.850 ± 0.012 ,陶瓷样品的法向积分发射率降低了 0.124 。最后,实现了低温状态下红外光谱辐射的高精度采集,对低温状态下材料法向光谱发射率测量结果的不确定度进行了评定,得到的结果显示其相对扩展不确定度小于 6.0% 。

关键词:材料发射率测量;低温测量;法向发射率;真空液氮背景通道;测量不确定度

中图分类号: TB302; TN219 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20162401.0059

Measurement of normal emissivity of materials at low temperature

YUAN Lin-guang, XUE Zhan-li, LI Hong-guang, LI Tao, YANG Hong-ru*

(Primary Optical Metrology Station of Science Technology and Industry for National Defence,
Xi'an Institute of Applied Optics, Xi'an 710065, China)

* Corresponding author, E-mail: ehyang@126.com

Abstract: The measuring methods for normal emissivities of materials at $-60\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ was explored. To achieve accurate measurement of normal emissivity of materials at temperature range of $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, a measurement model of normal emissivity of materials was established based on the emissivity definition. To shield the effects of environment stray radiation and atmospheric absorption, a measurement facility of the materials at low temperature was built by utilizing a vacuum and liquid nitrogen background channel. The normal emissivities of two samples (copper oxide and high emissivity ceramic) were measured by this facility. The results show that normal spectral emissivities of two samples decrease with wavelengths. Moreover, with temperature increasing, the normal integral emissivity of the copper oxide keeps stable at the range of 0.850 ± 0.012 and that of the high emissivity ceramic reduces by 0.124 . Finally, the infrared spectral irradiation was acquired in higher precision at a lower temperature condition, the measurement uncertainty of normal spectral emissivities of materials at low temperature was analyzed. The results show that the relative expanded uncertainty is less than 6.0% .

Key words: material emissivity measurement; low temperature measurement; normal emissivity; vacuum and liquid nitrogen background channel; measurement uncertainty

收稿日期: 2015-10-20; 修订日期: 2015-12-07.

基金项目: 十二五总装预研项目 (No. 62201050103)

1 引言

材料发射率是描述物体热辐射特性的重要参数,主要用于红外辐射特性测试、红外隐身评估等研究^[1]。伴随以军事国防技术为代表的诸多行业对材料发射率测量温度的宽范围需求,特别是卫星遥感、深空探测等领域在获取低温状态下材料法向发射率数据方面的迫切需求,低温状态下材料法向发射率的研究和测量具有重要的意义和应用价值^[2-3]。

经过几十年的发展,材料发射率测量取得了瞩目的研究成果,但测量温度范围集中在中、高温段,而 50 °C 以下的温度范围则较少涉及^[4-5]。Worthing 等人提出了灯丝加热法测量材料发射率,可测温度为 -50~1 000 °C,但无法测量光谱或定向发射率^[6]。日本国家计量研究所(NRIJ)研制了基于傅里叶变换红外光谱仪的发射率测量装置,其测量温度下限仅为 -20 °C^[7]。2003 年,我国建立了材料涂层发射率计量标准,测量温度为 -50~427 °C,但由于引入了低发射率朗伯参考辐射体,测量不确定度高达 10%^[8]。

本文从发射率定义出发建立了材料法向发射率测量模型并搭建了低温状态下材料发射率测量装置。该装置采用真空液氮背景通道屏蔽环境杂散辐射与大气吸收,配置了液氮参考黑体,利用镀高反射率金膜的斩波器将材料样品(或标准黑体)和液氮参考黑体的辐射交替透射和反射进入探测系统,实现了低温状态下红外光谱辐射的高精度采集。

2 低温状态下材料法向发射率测量数学模型

法向光谱发射率定义为物体在法向的光谱辐射亮度与同温度下黑体的法向光谱辐射亮度之比。法向积分发射率定义为物体在某光谱范围内的法向总辐射亮度与同温度下黑体的法向总辐射亮度之比。

由于样品与标准黑体放置在真空环境,无大气红外辐射吸收效应,因此被探测系统接收的材料样品(或标准黑体)辐射包括辐射源自身辐射与反射环境辐射两部分。温度稳定在 T_s 的样品的

法向有效辐射亮度为^[9]:

$$L_1(\lambda, T_s) = \epsilon_s(\lambda, T_s)L_b(\lambda, T_s) + [1 - \epsilon_s(\lambda, T_s)]L_b(\lambda, T_a). \quad (1)$$

同理,温度稳定在与样品相同温度 T_s 的标准黑体的法向有效辐射亮度为:

$$L_2(\lambda, T_s) = \epsilon_b(\lambda, T_s)L_b(\lambda, T_s) + [1 - \epsilon_b(\lambda, T_s)]L_b(\lambda, T_a), \quad (2)$$

式中: $\epsilon_s(\lambda, T_s)$ 为样品的光谱发射率, $\epsilon_b(\lambda, T_s)$ 为标准黑体的光谱发射率, $L_b(\lambda, T_s)$ 为波长为 λ 和温度为 T_s 的情况下理想黑体的光谱辐射亮度, $L_b(\lambda, T_a)$ 为同一波长下温度为 T_a 的真空液氮背景通道内壁的光谱辐射亮度。其中 T_a 与液氮温度相等, $T_a = 77 \text{ K}$ 。

由于需要测量微弱低温红外辐射信号,必须最大限度消除环境背景的干扰,为此引入液氮参考黑体。斩波器反射液氮参考黑体辐射的有效辐射亮度为:

$$L_z = L_b(\lambda, T_0), \quad (3)$$

式中: $L_b(\lambda, T_0)$ 为温度为 T_0 的液氮参考黑体的光谱辐射亮度, $T_0 = T_a = 77 \text{ K}$ 。

光路经斩波器调制后,探测系统的锁相放大器输出电压值,用以表征材料样品(或标准黑体)法向有效辐射亮度与斩波器反射液氮参考黑体辐射亮度的差。则测量样品时,锁相放大器的输出电压值为:

$$V_s = K \int_{\lambda - \frac{\Delta\lambda}{2}}^{\lambda + \frac{\Delta\lambda}{2}} R(\lambda) \{L_1(\lambda, T_s) - L_b(\lambda, T_0)\} d\lambda. \quad (4)$$

同理,测量标准黑体时,锁相放大器的输出电压值为:

$$V_b = K \int_{\lambda - \frac{\Delta\lambda}{2}}^{\lambda + \frac{\Delta\lambda}{2}} R(\lambda) \{L_2(\lambda, T_s) - L_b(\lambda, T_0)\} d\lambda. \quad (5)$$

由光谱发射率定义可得样品的法向光谱发射率为:

$$\epsilon_s(\lambda, T_s) = \epsilon_b(\lambda, T_b) \frac{V_s}{V_b}. \quad (6)$$

探测系统采用的是光谱响应为 6~14 μm 的液氮制冷 Bolometer 探测器,它在不同波长处的光谱响应度相等,则样品在 6~14 μm 的法向积分发射率为:

$$\epsilon_s = \epsilon_b \frac{V_1}{V_2}, \quad (7)$$

式中: V_1 为 CVF 滤光片在零位测量样品时锁相放大器的输出电压值, V_2 为测量标准黑体时锁相放大器的输出电压值。

3 低温状态下材料法向发射率测量装置

低温状态下材料法向发射率测量装置由样品加热炉、标准黑体、液氮参考黑体、光路转换机构、斩波器、真空液氮背景通道、真空组件及探测系统等组成,测量装置示意图及实物分别如图 1、图 2 所示。其中,标准黑体的温度为 $-70\sim 60\text{ }^\circ\text{C}$;光谱分光机构采用 CVF 滤光片,CVF 旋转一周即可扫描整个波长为 $2.1\sim 14.5\ \mu\text{m}$ 内的光束;镀高反射率金膜的斩波器法线与主光路成 45° 夹角;上方垂直于主光路安置液氮参考黑体,作为背景辐射源,极大增强了低温红外辐射信号的探测能力。

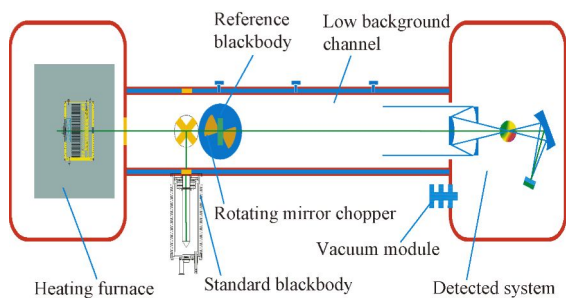


图 1 低温状态下材料法向发射率测量装置示意图

Fig. 1 Overview of measurement facility for normal emissivity of materials at low temperatures



图 2 低温状态下材料法向发射率测量装置实物图

Fig. 2 Picture of measurement facility for normal emissivity of materials at low temperatures

真空液氮背景通道是该装置区别于中高温材料发射率测量装置的明显标志。通过真空组件中的机械泵与分子泵的两重抽真空,使样品真空舱、

低背景通道和辐射计舱的真空度稳定在 10^{-2} Pa 数量级,同时向通道灌注液氮用于屏蔽杂散辐射与大气吸收^[10]。

低温样品加热炉结构与面源黑体结构类似,辐射本体采用具有优良导热性能的材料铜。由于辐射体的有效辐射尺寸为 $100\text{ mm}\times 100\text{ mm}$,为了保证对诸如 $50\text{ mm}\times 50\text{ mm}$ 小尺寸样品的有效夹持,利用极坐标系定位方式设计了如图 3 所示的样品夹具。4 个夹具采用互相垂直的布置方式安置在样品加热炉外壳的不同方位,夹具通过径向和角度的调节来实现样品的精密夹持。

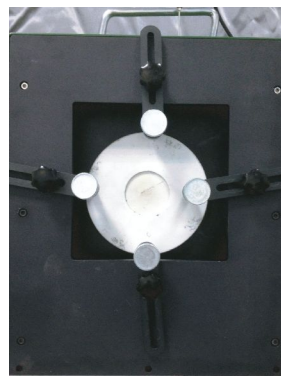


图 3 低温样品加热炉

Fig. 3 Heating furnace for low temperature sample

4 低温状态下材料法向发射率测量实验与不确定度评定

在实验室条件(温度为 $(20\pm 2)\text{ }^\circ\text{C}$,相对湿度为 $65\%\pm 15\%$)下对不同材料样品的法向光谱发射率和积分发射率进行测量,分析材料法向发射率随波长、温度的变化情况。实验分别测量了 2 种样品:一种为氧化铜样品,另一种为高发射率陶瓷样品。

4.1 氧化铜样品的法向发射率测量

将紫铜基底在空气中 $250\text{ }^\circ\text{C}$ 加热半小时,待铜表面完全氧化成黑色氧化铜时制备成氧化铜样品。氧化铜的样品直径为 80 mm ,厚度为 20 mm ,在样品侧面开孔并插入一只经过校准的铂电阻温度计测量样品温度。在材料法向发射率测量装置上分别测量 $-60\sim 50\text{ }^\circ\text{C}$ 温度内,不同温度点对应氧化铜样品和标准黑体的电压信号,各波长点测量 5 次取平均值,由式(6)计算得到氧化铜样品的法向光谱发射率,结果如图 4 所示。

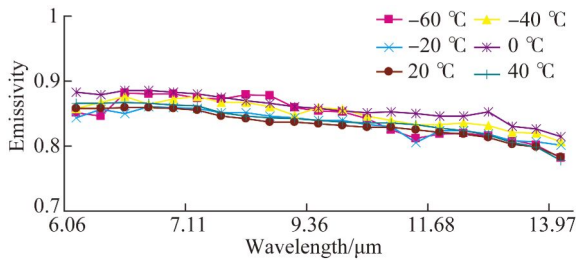


图 4 氧化铜样品法向光谱发射率测量结果

Fig. 4 Results of normal spectral emissivity of copper oxide sample

由测量结果可以看出,黑色氧化铜材料的法向光谱发射率随波长的增加而降低,但随温度的变化不明显,其最小值为 0.777,最大值为 0.883;在 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,由于信噪比相对较低,所以发射率的变化幅度较大。

将 CVF 滤光片转动至“零点”,此时红外辐射全波段透过,测得氧化铜样品在 $6\sim 14\text{ }\mu\text{m}$ 的法向积分发射率随温度的变化如图 5 所示。

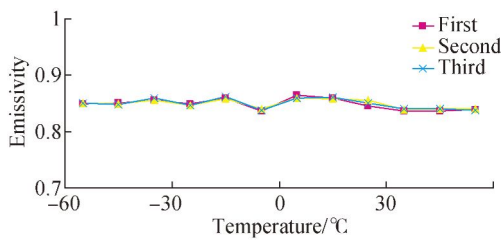


图 5 氧化铜样品法向积分发射率测量结果

Fig. 5 Results of normal integral emissivity of copper oxide sample

由测量结果可以看出,黑色氧化铜材料的法向积分发射率随温度在 0.850 附近波动,但稳定在偏差为 0.012 的范围内。

4.2 陶瓷样品的法向发射率测量

对直径为 50 mm,厚度为 25 mm 的高发射率陶瓷样品进行了测量。在 $-60\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的法向光谱发射率和 $6\sim 14\text{ }\mu\text{m}$ 的法向积分发射率分别见图 6 和图 7。

由测量结果可以看出,高发射率陶瓷样品材料的光谱发射率随温度的升高呈现降低的趋势,其最小值为 0.852,最大值为 0.976,且相比氧化铜样品,高发射率陶瓷样品材料的光谱发射率随波长的增大虽然整体上呈现降低趋势,但部分波段存在增大现象。

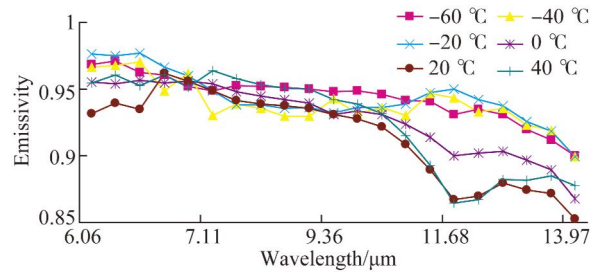


图 6 陶瓷样品法向光谱发射率测量结果

Fig. 6 Results of normal spectral emissivity of ceramic sample

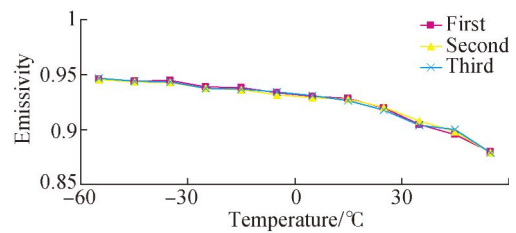


图 7 陶瓷样品法向积分发射率测量结果

Fig. 7 Results of normal integral emissivity of ceramic sample

由测量结果可以看出,陶瓷样品的法向积分发射率随温度升高降低了 0.124,这与已有理论“在可见光下呈现白色的非金属表面,其发射率会随温度升高而减小^[11]”相吻合。

4.3 材料法向光谱发射率测量的不确定度评定

由于 V_s 与 V_b 输入量相关,记 $M = \frac{V_s}{V_b}$,则由式(6)可得材料法向光谱发射率测量的不确定度 $u_c(\epsilon_s)$ 满足:

$$\frac{u_c^2(\epsilon_s)}{\epsilon_s^2} = \frac{u_c^2(\epsilon_b)}{\epsilon_b^2} + \frac{u_c^2(M)}{M^2}, \quad (8)$$

式中:标准黑体发射率 $\epsilon_b = 0.997 \pm 0.001$,则标准黑体发射率不准引起的相对不确定度为 0.05%;影响 M 的不确定度因素主要包括标准黑体温度误差、样品材料温度测量误差、红外探测系统测量误差、冷背景环境辐射与波长测量误差,且各输入量互不相关,均按照 B 类不确定度进行评定。

材料法向光谱发射率 A 类不确定度在不同温度、不同波长均不同,根据低温条件下材料发射率测量方案,经过大量实验得到测量重复性引入的测量不确定度均优于 1.5%,所以在不确定度评定时 A 类不确定度取值为 1.5%。低温状态下材料法向光谱发射率的不确定度分析详见表 1。

表1 低温状态下材料法向光谱发射率的不确定度分析

Tab.1 Uncertainty of evaluation measurement of normal spectral emissivity of materials at low temperatures

Uncertainty of component	Standard uncertainty/%	Category
Uncertainty of standard blackbody emissivity	0.05	B
Uncertainty of temperature of standard blackbody	0.5	B
Uncertainty of temperature of samples	1.8	B
Uncertainty in measurement of infrared detected system	2.0	B
Uncertainty of environmental radiation	0.5	B
Uncertainty of wavelength measurement	0.5	B
Uncertainty caused by measurement repeatability	1.5	A
Synthetic standard uncertainty	2.9	
Expanded uncertainty($k=2$)	6	

参考文献:

- [1] HANSEN L, MEKHONTSER S. Infrared spectral emissivity characterization facility at NIST [J]. *Radiation Thermometry and Calibration*, 2004, 10:1117-1124.
- [2] 王自荣,孙晓泉.光电隐身性能的特征概述[J]. *激光与红外*, 2005, 35(1): 11-14.
- WANG Z R, SUN X Q. Summary on property characterizations of electro-optic camouflage [J]. *Laser & Infrared*, 2005, 35(1): 11-14. (in Chinese)
- [3] WRIGHT D, GREGO L. *Physics of Space Security* [M]. American Academy of Arts & Sciences, 2005.
- [4] 戴景民,宋扬,王宗伟.光谱发射率测量技术[J]. *红外与激光工程*, 2009, 38(4): 710-715.
- DAI J M, SONG Y, WANG Z W. Review of spectral emissivity measurement [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2009, 38(4): 710-715. (in Chinese)
- [5] 万玉柱. 基于真空条件下的材料发射率测试方案设计[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学, 2008.
- WAN Y ZH. *Material Emissivity Testing Based on Vacuum Environment* [D]. Harbin: Harbin In-

5 结 论

本文通过采用真空液氮背景通道屏蔽环境杂散辐射与大气吸收的方法建立了一60~50℃的材料发射率测量模型,并搭建了低温状态下材料发射率测量装置。在装置上测量得到样品法向发射率随温度、波长的变化情况,并对材料法向光谱发射率进行了不确定度评定,测量结果的相对扩展不确定度小于6.0%,实现了低温状态下材料法向发射率的精确测量。

由于在测试时使用接触式测温方式测量样品厚度中心部位的温度,用以代替样品的表面温度,两者之间存在一定温差,在今后研究中将对该温差对测量的影响进行定量分析与实验研究;同时还需要完善发射率测量装置,使它能够测量更低温度和更多种类的材料,并将低温状态材料发射率的不确定度降至4%以内。

stitute of Technology, 2008. (in Chinese)

- [6] HENDERSON J R. Remote measurement of ground temperature and emissivity[J]. *SPIE*, 1994, 2269: 610-621.
- [7] ISHII J, ONO A. Uncertainty estimation for emissivity measurements near room temperature with a Fourier transforms spectrometer [J]. *Meas. Sci. and Tech.*, 2001, 12: 2103-2112.
- [8] GJB5023. 2-2003. 材料涂层反射率和发射率测试方法第2部分:发射率[S]. 北京:总装备部军标出版发行部, 2003:1-5.
- GJB5023. 2-2003. The method of measuring reflectivity and emissivity for material and coating Part 2: Emissivity [S]. Beijing: The General Armament Department of the Army Publishing Department, 2003:1-5. (in Chinese)
- [9] 李希明,李文军,顾喆涵,等. 在中低温条件下环境辐射对光谱发射率测量的影响[J]. *计量学报*, 2014, 35(1): 10-12.
- LI X M, LI W J, GU ZH H, et al.. Effect on environment radiation in measurements for spectral emissivity at medium and low temperatures [J]. *Acta Metrologi-*

ca Sinica, 2014, 35(1):10-12 (in Chinese)

- [10] 李宏光, 杨鸿儒, 薛战理, 等. 窄带光谱滤光法探测低温黑体太赫兹辐射[J]. *光学精密工程*, 2013, 21(6):1410-1416.

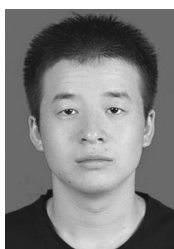
LI H G, YANG H R, XUE ZH L, *et al.*. Tera-hertz radiation detection of low temperature black-body based on narrow band spectral filter method [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2013, 21(6):1410-

1416. (in Chinese)

- [11] 王新北. 基于傅里叶红外光谱仪的材料光谱发射率测量测量技术的研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2007.

WANG X B. *Study on Measurement of Spectral Emissivity of Materials Based on Fourier Infra-red Spectrometer* [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2007. (in Chinese)

作者简介:



袁林光(1990—), 男, 陕西澄城人, 硕士, 主要从事光谱光度与辐射度计量测试技术的研究。E-mail: 19900601@mail.nwpu.edu.cn

通讯作者:



杨鸿儒(1962—), 男, 陕西户县人, 教授, 博士生导师, 主要从事激光探测及辐射度计量测试方面的研究。E-mail: ehryang@126.com

(本栏目编辑: 曹 金)