

红外辐射材料的比辐射率自动测量

徐世秋 陈诗伟 章卫祖

(中国科学院上海技术物理研究所)

摘要——本文详细描述了经改装的 IR-270 红外分光光度计的结构和主要部件。改装后的仪器用于测量红外辐射材料的比辐射率。用该仪器对发黑不锈钢和熔石英的比辐射率进行了测量和分析。对引起误差的诸因素进行了讨论。

一、引言

长波($\lambda > 3 \mu\text{m}$)红外辐射加热干燥已成为一项重要的节能措施，受到各界的重视。这一技术(俗称为远红外烘烤技术)最基本的一环是制造高效的“辐射加热器”。国内已有数十家工厂生产这类加热器。然而，辐射加热器材料的比辐射率测量还存在不少问题，不同实验室对同一样品测得的结果往往很不一致。

所谓“辐射加热器”，一般是在某种形状的基本材料表面喷涂一层高效的辐射涂层而形成的一种器件。基本加热后，其辐射本领就取决于这一涂层。基本的形状则根据需要设计，有平板状、管状、圆圈状等等。国内一般的测量方法，是让加热到某一温度的辐射加热器发出的热辐射，直接射到单色仪的入射狭缝上，进行辐射光谱测量。然后在相同条件下，测量同一温度的黑体的辐射光谱，把两者进行比较，求得辐射加热器的分谱比辐射率^[1]。这样的测量方法有着严重的缺点，首先在这两次测量之间，有着一定的时间间隔，测量条件不可能完全相同，这就会引进相当大的误差。其次，两次逐点测量，再逐点计算，也比较费时。最严重的缺点是：加热器表面的温度很难控制和测量。因为加热器表面暴露在外，其温度会因辐射而下降。而下降的程度与基本的材料、测试时的环境有关，很难控制，这就难以得到可重复的可靠结果。

解决样品表面温度下降的最好办法，是采用“旋转样品法”，即把涂层喷涂在圆筒形样品架的表面，或者把基本做成规定尺寸的圆筒形。样品放在带有辐射口的加热炉内。测量时，旋转样品，使达到辐射口部位的样品表面始终在变换。只要旋转速度足够快，到达辐射口的样品表面就能保持炉内的平衡温度。避免了静止的表面由于辐射损失而产生温度下降的问题。Clark 和 Moore^[2]曾对这一方法作了详细的研究。

本文所介绍的也是这一方法。将一架旧的日本岛津公司生产的 IR-270 双光束分光光

度计改装而成一台专用仪器。采用两个黑体炉和一个样品炉，它们的加热温度可在 600 K 到 1000 K 之间任意调节。这一温度范围是目前国内广泛使用的辐射加热器的工作温度范围。利用这套设备可以直接画出比辐射率的光谱分布曲线。

二、测量装置

比辐射率的测量，要求在完全相同的条件下，对被测样品与标准黑体的法向辐射功率进行测量，并获得其比值。

所谓完全相同的条件是指：(1) 黑体、样品炉的通光孔径相同；(2) 从黑体和样品炉到分光光度计入射狭缝的辐射光程要相等；(3) 黑体、样品炉的法向辐射全部充满反射镜，并分别会聚在光楔(W)和光梳(Tr)上。除这些条件外，在测量过程中还应保证：样品表面的温度均匀可靠，探测器所接受的辐射全部是样品或黑体发射的辐射，而没有来自其它表面的反射辐射或从其它物体透射过来的辐射。本装置就是按这些思想来设计和改装的。

1. 光学系统

具体光路见图 1，其中 A 为我们设计的光学系统， N_1 、 N_2 为两只标准黑体炉，C 为样品炉， M_2 、 M_4 为平面镜， M_4 是装在可转动的架子上， M_1 、 M_3 为凹面反射镜，使黑体炉 N_1 、 N_2 的辐射孔分别会聚在光楔 W 和光梳 Tr 上， C_1 为样品光束的光栏孔（这是平时测量透射率时放样品的地方）， C_2 为参考光束的光栏孔， C_1 、 C_2 两个光栏孔的大小应当相同，当平面镜 M_4 转到 M'_4 的位置时，样品炉的辐射通过光栏孔 C_1 ，会聚到光梳上。B 为红外分光光度计固有的装置，其中各符号具有通常的意义。

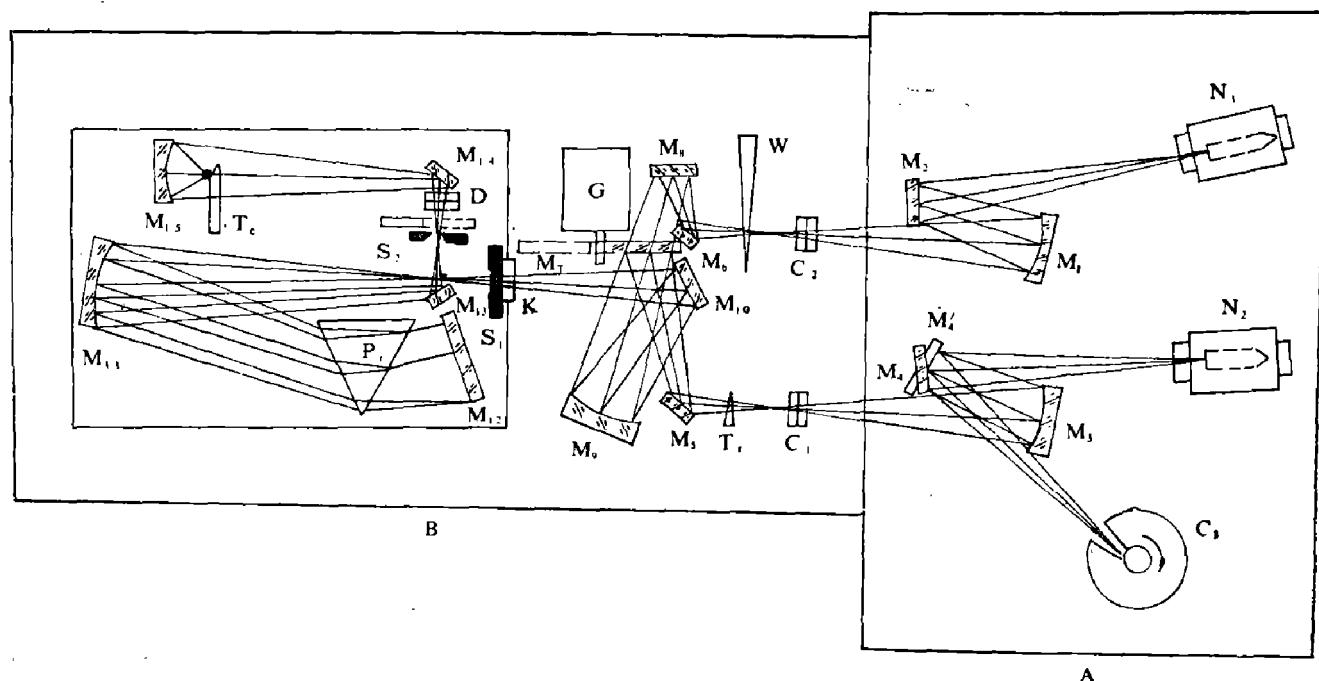


图 1 仪器的光路图

在用自己设计的光学系统代替红外分光光度计原有的红外光源光学系统后，需要进行光学系统的调试，并把两只标准黑体炉和样品炉调整到合适的位置。调试步骤是：把两只 6 V、15 W 的灯泡分别放在两只黑体腔内，根据腔内发射出来的灯泡光，调节 M_1 、 M_3 和 M_2 、 M_4 反射镜，使两只黑体的辐射孔分别在光楔(W)和光梳(Tr)上清晰地成象，然后再观察入

射狭缝(S_1)上的象，看这两个象是否重合。如不重合，则稍微移动黑体炉的位置或稍微转动 M_1 和 M_3 反射镜，直到样品光束的象和参考光束的象互相重合为止。把 M_4 反射镜旋转到 M'_4 位置，微调样品炉，使其辐射孔也成象在光梳(T_r)上，同时观察入射狭缝(S_1)上的象是否与参考光束中的象重合。经过反复调节，使参考光束中的黑体 N_1 的辐射孔象，样品光束中的黑体 N_2 的辐射孔象和样品炉的辐射孔象三者重合。这样就是最佳状态。其次调节100%旋钮，使记录笔达到100%的位置，记录其100%线，这说明样品光束和参考光束所通过的辐射能量是相等的。测量时只要把 M_4 反射镜转到 M'_4 ，使样品的辐射进入分光光度计中，这样记录下来的曲线，就是样品的比辐射率光谱分布曲线。

2. 样品炉的考虑

样品表面温度测量的精确与否，直接影响到所测的比辐射率 ϵ_λ 的准确度。我们采用旋转圆筒形样品法进行测量。使被测样品的表面温度与炉子内部的温度始终保持一致，后者代表了样品温度。旋转炉的设计如图2所示。样品(S)做成圆筒形(见图3)，用螺孔M固定在作为支架的氧化铝管上。氧化铝管下端装有滚珠轴承和旋转轮R，与马达 M_0 相接。因

此测量过程中，样品在不断地旋转着。经试验，旋转速度以250 rpm左右为最好。旋转速度过慢，测得的辐射功率有波动，速度太高，机械稳定性有问题。测量样品温度的热电偶放在圆筒形样品的中心。圆筒形样品之外套着绕有电炉丝的氧化铝管。为了更好地保温，样品到辐射口的距离保持80 mm，并装有水冷却套，防止其它辐射进入分光光度计中。采用这样的结构后，样品温度较稳定，测得的结果更能代表物体的表面性能。

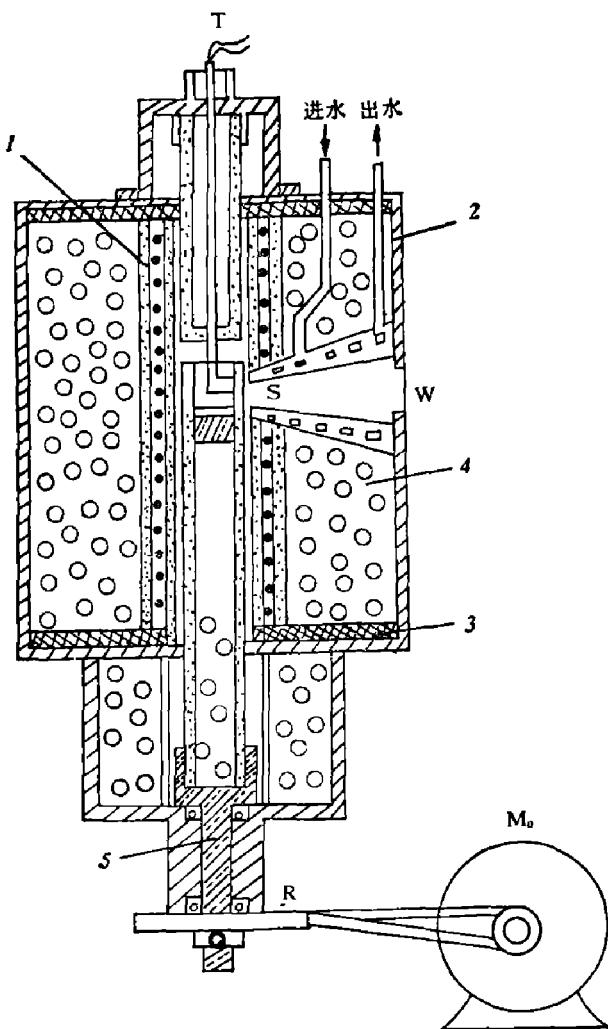


图2 样品炉

1—陶瓷管；2—45#钢；3—石棉板；4—保温材料；5—不锈钢

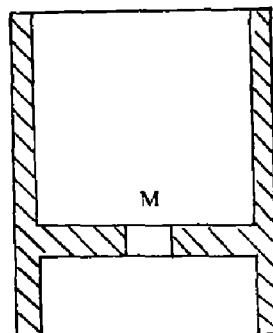


图3 样品

3. 黑体腔的设计和黑体炉

黑体有效发射率的大小与腔体形状的设计有关。但到目前为止，黑体的有效发射率都

是理论计算值，而没有实测值。虽然 R. P. Heinisch^[3]于 1970 年介绍了黑体腔法向发射率的测量方法，但他是从反射率的测量来计算其发射率的，由于反射信号很弱，准确度很难保证。因此我们还是以计算值为依据。

腔体发射率的计算方法很多，早在 1945 年，Gouffé A.^[4]就推导出一个近似计算公式，但直到 1975 年，R. E. Bedford^[5]还在研究对等温的和不等温的圆锥形、圆筒形、圆筒加圆锥等腔体的精确计算方法。

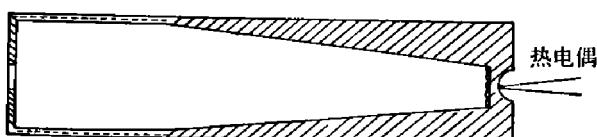


图 4 黑体腔形状

我们考虑的黑体腔形状如图 4 所示，它是带盖的。用不锈钢作材料，经喷砂和高温(约 900°C)热处理。材料的比辐射率假设为 0.80 (实测在 2.5~15 μm 之间为 0.85)。按 Bedford 的计算方法，计算得黑体腔的有效发射率 $\epsilon=0.998$ 。

为了尽量符合计算条件，黑体腔所在的区域应为等温区。我们用 DWT-702 型精密温度控制仪控制黑体的温度。经测量，等温区的变化在 ± 0.5 K 内，等温区的长度约 120 mm。

由于 IR-27C 红外分光光度计的狭缝是长方形的，因此黑体腔口也设计成长方形(20×5 mm²)，这样可以使进入分光光度计的能量达到最大。为了增加漫反射性能，将圆筒部分用 M23 车制成螺纹，腔底也车制成螺纹。另外，为了避免黑体炉周围辐射的影响，在辐射口前装有水冷却光栏。黑体炉的总图见图 5。

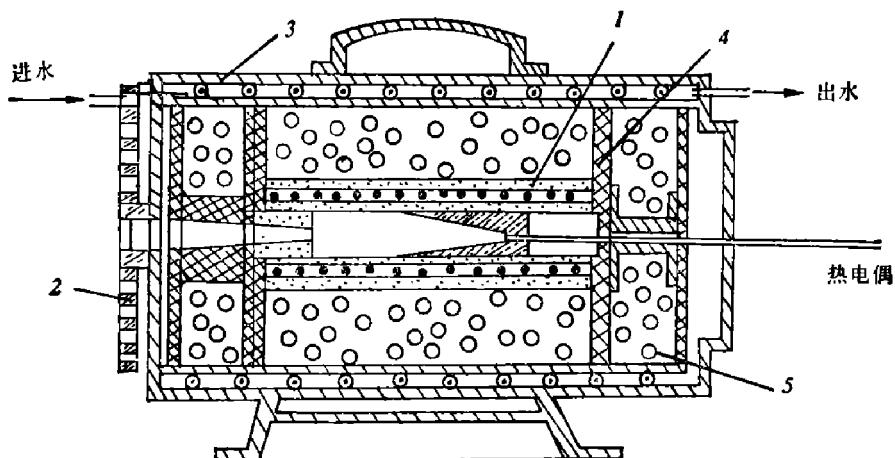


图 5 黑体炉
1—氧化铝管；2—不锈钢；3—45# 钢；4—石棉板；5—硅酸铝纤维

三、仪器性能测试

由于本仪器是用 IR-27C 红外分光光度计改装而成，接收器也改用本所研制的热释电探测器，因此有必要重新检测该仪器的性能。

1. 分辨率测试

以聚苯乙烯为标准样品，两只相同温度的黑体炉作为标准辐射源，测量其透射光谱，结果见图 6。从图 6 可看到，经改装后，仪器性能保持原来水平。

2. 线性度测试

将两只温度相同的黑体炉作为标准辐射源，以自制的透过率校正盘（见图 7）安装在测

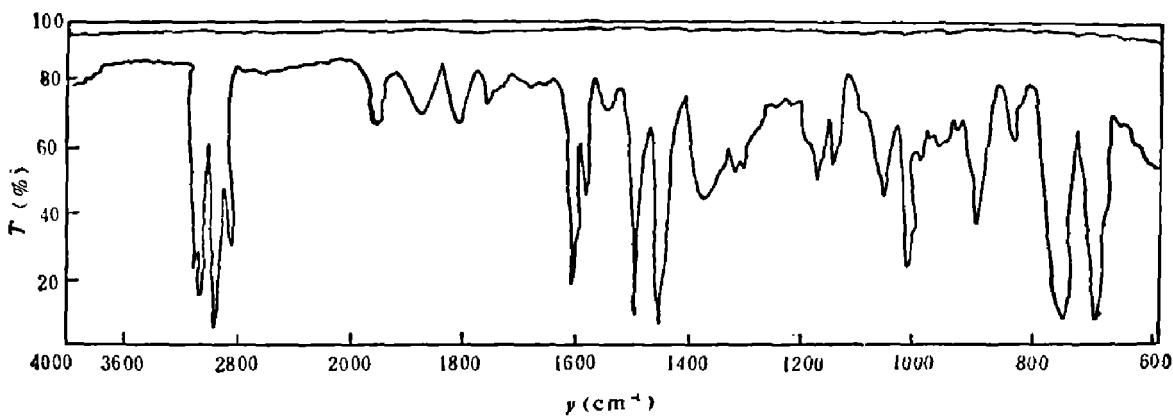


图 6 100% 线和聚苯乙烯透过率曲线

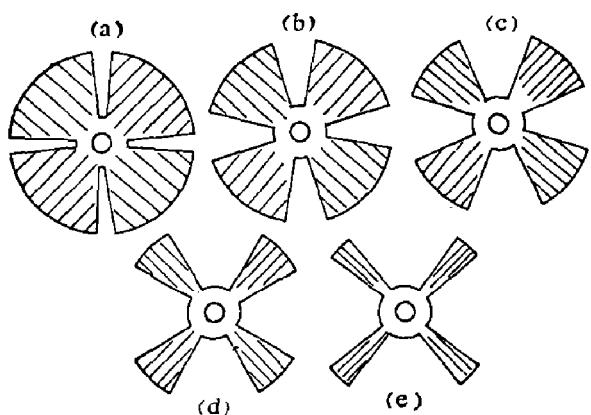


图 7 不同透过率的校正盘

(a) $T=10\%$ (b) $T=30\%$ (c) $T=50\%$
 (d) $T=70\%$ (e) $T=90\%$

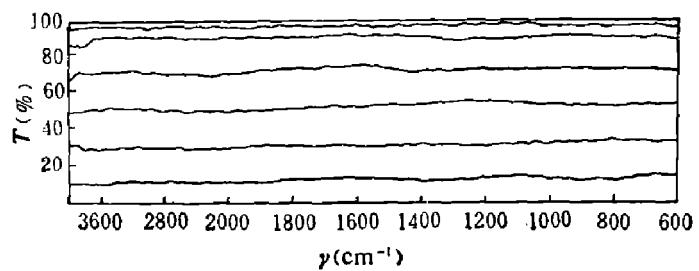


图 8 仪器的线性度测试曲线

试光路中, 测量不同透过率曲线。测量时使用的调制频率在 400 Hz 以上, 这样对仪器使用的调制频率为(13 Hz)没有影响。我们对透过率 $T=10\%, 30\%, 50\%, 70\%, 90\%$ 进行了测量, 所得的曲线如图 8 所示。从图 8 来看, 仪器的线性度在 $\pm 1\%$ 之内, 与原指标相同。

四、误差分析

1. 仪器误差

由于本装置是用红外分光光度计改装而成的, 所以除红外分光光度计原有 ± 0.01 的测量误差之外, 还必须考虑其它因素所引起的误差。

(1) 转换光学系统镜面对误差的影响

光学系统中的反射镜一般都镀铝, 并加 SiO 保护膜, 而 SiO 保护膜对波长 $8 \sim 10 \mu\text{m}$ 的辐射有吸收。我们在自制的红外高反射率测量仪(其精度为 $\pm 0.1\%$)上对铝反射镜进行了测量, 测得在 $8 \sim 10 \mu\text{m}$ 之间, SiO 膜最多使铝的反射率降低 0.01, 对双光束仪器来说, 可以互相抵消, 不影响测量结果。

(2) 样品周围的辐射和反射对误差的影响

样品炉辐射口通水冷却, 是为了减少来自样品之外的辐射进入测试光路。但是样品表面与加热炉管壁之间存在着一定的间隔, 炉壁的辐射不可避免地照射到样品表面上, 然后被

样品表面反射进入测试光路,使测试光路中的能量相应地增加,测得结果偏大。这间隔距离的大小对测量结果所引起的误差,在参考文献[2]中已做了试验,结论是:样品周围的辐射和反射所产生的误差不大于 $+0.02$ 。我们没有做这方面的实验,但在测量时,尽量使样品的外径与炉管的内径靠近,以降低这方面的影响。估计误差不会大于 $+0.02$ 。

(3) 两光束间温度不相等对误差的影响

测量材料的比辐射率的前提之一,是要求在参考光束中黑体炉的温度和样品光束中样品炉的温度完全相等。但实际工作中,由于控温的精度限制($\pm 0.5\text{ K}$),测量温度的误差等

不可能完全相同。我们曾把样品炉的温度有意识地降低,测量不锈钢高温发黑后的比辐射率,结果如图9所示。当样品温度为823 K(比黑体温度差3 K)时,在波长 $2.5\sim 5\mu\text{m}$ 处,比辐射率变化最大有 ± 0.02 ,而长波方面变化不大。如按普朗克公式来计算,当温度为773 K,

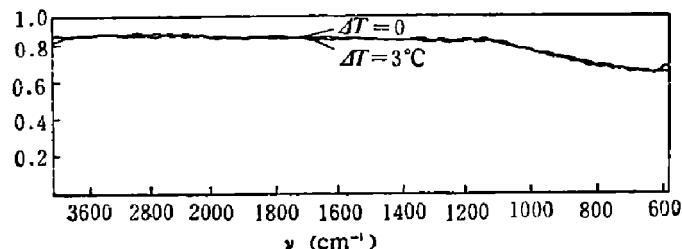


图9 两光束间温度不等时 ϵ 的测试曲线

温差 $\Delta T=2\text{ K}$ 和 3 K 时,其比辐射率变化(以 $\Delta\epsilon$ 表示),如表1所示。

表1 两光束间温度不等时比辐射率变化

| $\lambda(\mu\text{m})$ | 2.5 | 3.0 | 3.5 | 4.0 | 4.5 | 5.0 |
|------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $\Delta T(\text{K})$ | | | | | | |
| 3 | 0.025 | 0.021 | 0.018 | 0.015 | 0.014 | 0.013 |
| 2 | 0.016 | 0.014 | 0.012 | 0.010 | 0.010 | 0.008 |

从测量结果(图9)来看,虽然测得的是综合效果,但与理论计算值(表1)基本相符。

综合上述的分析讨论,总的仪器误差不大于 $+0.04$,不小于 -0.02 。

2. 测量方法引进的误差

(1) 对经过喷砂和高温发黑处理的不锈钢,在旋转加热和不旋转加热情况下,分别进行了测试,结果见图10的曲线1和2(测试温度 $T=600^\circ\text{C}$)。

从图上明显地看到,样品的旋转和不旋转对测量结果影响极大,这充分说明样品静止不动时,辐射表面长期面向室温,由于辐射损失,导致温度下降,因而使测得的比辐射率降低。而旋转法使

辐射表面始终保持在样品炉内温度,避免了这个问题,因而可以得到可靠的比辐射率数据。

(2) 测量了石英的比辐射率曲线,如图11曲线1所示。图11曲线2为石英的反射率曲线。在 1100 cm^{-1} ($9.09\mu\text{m}$)处的比辐射率降低,显然是由于反射率增大所致。在 $4000\sim 2400\text{ cm}^{-1}$ 处比辐射率的逐渐增加,恰巧是石英透射性能逐渐下降之所在。这一范围内可能

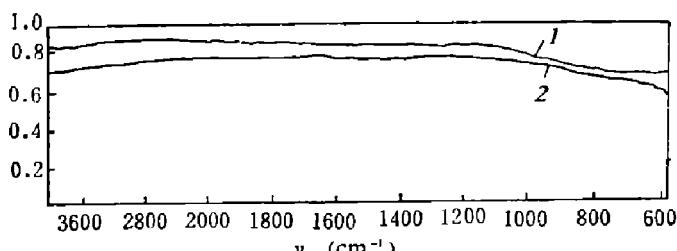


图10 样品的测试曲线

1—旋转加热; 2—不旋转加热

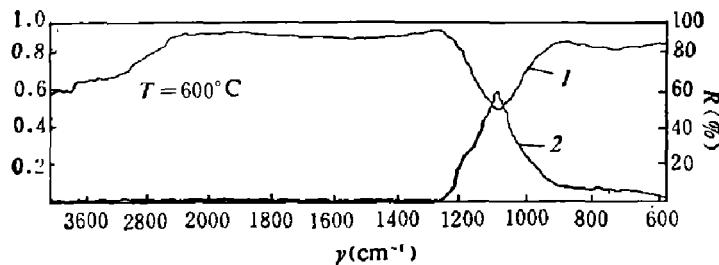


图 11 石英玻璃的测试曲线

1—辐射特性；2—反射特性

由于炉壁的辐射透过样品而进入测试光路，对比辐射率有所贡献。所以如果样品本身有透射性能的话，则必须加厚样品的厚度，使炉壁的辐射不能透过样品进入测试光路，否则会引起误差。

五、结 论

1. 把测量吸收、透射和反射的红外分光光度计改装为测量辐射的仪器是完全可行的。我们现有仪器的波长范围为 $2.5\sim 15\mu\text{m}$ ，如有更长波长范围的红外分光光度计，同样可以改装，测量的波长范围将可更长。

2. 采用“旋转样品加热法”，解决了静止样品表面温度下降的问题。只要样品转速选择合适，就可使样品表面温度始终与炉内温度保持一致。测量结果就比较可靠。

参 考 文 献

- [1] 上海技术物理所 840 组, 红外物理与技术, (1978), 2:41.
- [2] Clark Howard E. & Moore Dwight G., *J. Research N. B. S.*, **70A** (1963), 393.
- [3] Heinisch R. P. & Schmidt R. N., *Appl. Opt.*, **9**(1970), 1920
- [4] Gouffé A., *Rev. Optique*, **24**(1945), 1.
- [5] Bedford R. E., *J. Opt. Soc. Amer.*, **65**(1975), 565.

AUTOMATIC MEASUREMENT OF EMISSIVITY FOR INFRARED RADIATING MATERIALS

XU SHIQIU, CHEN SHIWEI, ZHANG WEIZU
(Shanghai Institute of Technical Physics, Academia Sinica)

ABSTRACT

An old IR-27C infrared spectrophotometer is modified to measure the emissivity of radiating materials which are used in the infrared heating and drying technique. The constructions of the whole equipment and several important parts are described in detail. The performance of the equipment is illustrated by measuring the emissivity of blackened stainless steel and fused quartz. Some factors which cause the errors are discussed.