УДК. 536.521

Измерение коэффициента излучения полимерных композитных материалов

Канд. техн. наук **С. С. ПРОШКИН**
stach@mail.ru
Национальный минерально-сырьевой университет «Горный»
199106, Санкт-Петербург, Васильевский остров, 21-я линия, 2

Разработана методика и проведены серии экспериментов с целью измерения спектрального коэффициента излучения полимерных композитных радиопоглощающих материалов. В первом случае материал образцов — армирующее вещество — стеклоорганоткань в виде волокон толщиной 2,5 мм и мата толщиной 3,1 мм в виде рубленых стеклянных волокон. Другой тип материалов — полимерные нанопленки с нанесением покрытий из кобальта, железа или меди, толщиной от 0,124 до 0,135 мм. Показано, что интегральный коэффициент излучения, используемый при тепловизионных измерениях, не может считаться справочной характеристикой и должен быть заменен соответствующим спектральным коэффициентом. Приведены результаты экспериментов по измерению спектрального коэффициента излучения различных полимерных материалов в диапазоне длин волн от 2 до 22 мкм с помощью Фурье-спектрометра. Полученные результаты доказали эффективность и высокую чувствительность предложенного метода нахождения коэффициента излучения. На примере нанопленок показано, что спектральные и интегральные характеристики могут заметно различаться в зависимости от материала образца и условий проведения эксперимента.

Ключевые слова: тепловое излучение, тепловизор, коэффициент излучения.

Measurement of polymeric composite materials radiation coefficient

Ph. D. **S. S. PROSHKIN**
stach@mail.ru
National mineral resources university (university of Mines)
199106, St. Petersburg, Vasilyevsky Island, 21st line, 2

The article deals with experimental technique for measuring spectral radiation coefficient of polymer composite radar absorbing materials. Strengthening agent (organo sheet made of 2.5 mm thick glass fiber material and 3.1 mm thick chopped glass fiber felt) is selected as an experimental material. Another type of experimental material is polymer nanofilms with 0.124–0.135 mm thick cobalt, iron, or copper coating. Integral emissivity factor used for thermal imaging measurements is proved not to be considered as a reference characteristic and should be substituted by an appropriate spectral coefficient. The results of experiments for measuring radiation spectral emissivity factor of the different polymer materials in the range of waves from 2 to 22 μm with the help of Fourier-spectrometer are given. The results obtained proved the effectiveness and high sensitivity of the proposed method of spectral emissivity factor determination. Spectral and integration characteristics of nanofilms are shown to vary considerably depending on the sample material and conditions of the experiment.

Keywords: thermal radiation, thermal imager camera, radiation coefficient, emissivity factor.

В работе [1] были подробно рассмотрены факторы, влияющие на точность измерения температуры с использованием тепловизионной техники. При этом отмечалось, что все современные тепловизоры на основе измерения интегрального теплового потока Ф производят вычисление температуры по закону Стефана-Больцмана [2]

$$\Phi = \varepsilon_T \sigma T^4, \quad (1)$$

в который входит интегральный коэффициент излучения (черноты) ε_T. Коэффициент излучения ε_T является довольно значимой характеристикой в тепловых измерениях, и от того, правильно ли он задан в меню тепловизора перед началом работы, во многом зависят результаты измерения температуры.

Однако, во многих случаях возникает проблема, когда значение ε_T исследуемого объекта неизвестно или известно с очень большой погрешностью. В связи с этим, вводимое в тепловизор значение ε_T нередко содержит ошибки, что приводит к большим погрешностям при измерении температуры.

Поскольку коэффициент излучения зависит от значительного числа параметров, таких как: материал образца, температура, состояние излучающей поверхности и степени ее окисления, внешних факторов и т. д., для многих материалов необходимо проводить натурные исследования по определению величин их коэффициентов излучения.

Важно подчеркнуть, что в формуле (1) используется коэффициент излучения, применимый только для, так называемых, «серых» тел, у которых ε_T считается по-

стоянным во всем диапазоне длин волн. Однако более детальной характеристикой излучения тела является спектральный коэффициент излучения:

$$\varepsilon_\lambda = \frac{\Phi_\lambda}{\Phi_{0\lambda}}, \tag{2}$$

где $\Phi_\lambda = \frac{d\Phi}{d\lambda}$ и $\Phi_{0\lambda} = \frac{d\Phi_0}{d\lambda}$ — соответственно спектральные плотности потоков реального тела и абсолютно черного тела (АЧТ), т. е. потоки, отнесенные к элементарному диапазону длин волн.

Спектральный коэффициент излучения во многих случаях является более полезной характеристикой, чем интегральный коэффициент, поскольку излучение реальных тел заметно отличается от излучения АЧТ, как по спектральному составу, так и по величине.

Все перечисленные факторы привели к необходимости разработки методики и проведения серии экспериментов с целью измерения спектрального коэффициента излучения различных материалов.

Объектами исследования были выбраны образцы полимерных композитных радиопоглощающих материалов. В первом случае материал образцов представлял собой армирующее вещество — стеклоорганоткани в виде волокон и матом в виде рубленых стеклянных волокон. Образцы имели толщину 2,5 мм и 3,1 мм. Другой тип материалов представлял собой полимерные нанопленки с нанесением покрытий из кобальта, железа или меди. Толщина пленок лежала в диапазоне от 0,124 до 0,135 мм.

Экспериментальные измерения коэффициента ε_λ проводились с использованием фурье-спектрометра модели ФСМ-1202. Основным элементом оптической схемы Фурье-спектрометра является двулучевой интерферометр Майкельсона, состоящий из полупрозрачного светоделителя и двух плоских зеркал. Фурье-спектрометр позволяет получать информацию о спектральном составе ИК излучения и, следовательно, об оптических свойствах исследуемых образцов.

Для измерения спектрального коэффициента черноты при низких температурах использовался метод отражения. В основу данного метода для оптически непрозрачных материалов положено определение спектрального коэффициента отражения R_λ с последующим вычислением ε_λ на основании равенства, вытекающего из закона Кирхгофа [3–6]

$$R_\lambda + \varepsilon_\lambda + T_\lambda = 1. \tag{3}$$

С учетом непрозрачности тела, когда коэффициент пропускания $T_\lambda = 0$, формула (3) преобразуется к виду

$$\varepsilon_\lambda = 1 - R_\lambda. \tag{4}$$

Однако закон Кирхгофа, выраженный формулой (3), должен быть изменен в том случае, когда исследуемый образец обладает небольшой толщиной. В этом случае следует учесть возможное отражение излучения от двух поверхностей. С учетом сказанного формула (3), преобразуется к виду [7]

$$\varepsilon_\lambda = 1 - R_\lambda - T_\lambda + R_\lambda T_\lambda. \tag{5}$$

Таким образом, спектральный коэффициент излучения может быть вычислен по формулам (4) или (5) в случае предварительного измерения коэффициентов отражения и пропускания.

Хорошо известно, что коэффициент ε_λ может значительно изменяться при увеличении угла визирования, во многом это объясняется изменением коэффициента отражения от гладких поверхностей при изменении угла падения луча (когда можно пренебречь диффузным отражением). В оптике этот факт объясняется теорией Френеля, согласно, которой коэффициент отражения света на границе двух диэлектриков зависит от угла падения и поляризации падающего излучения и определяется формулами Френеля [3]:

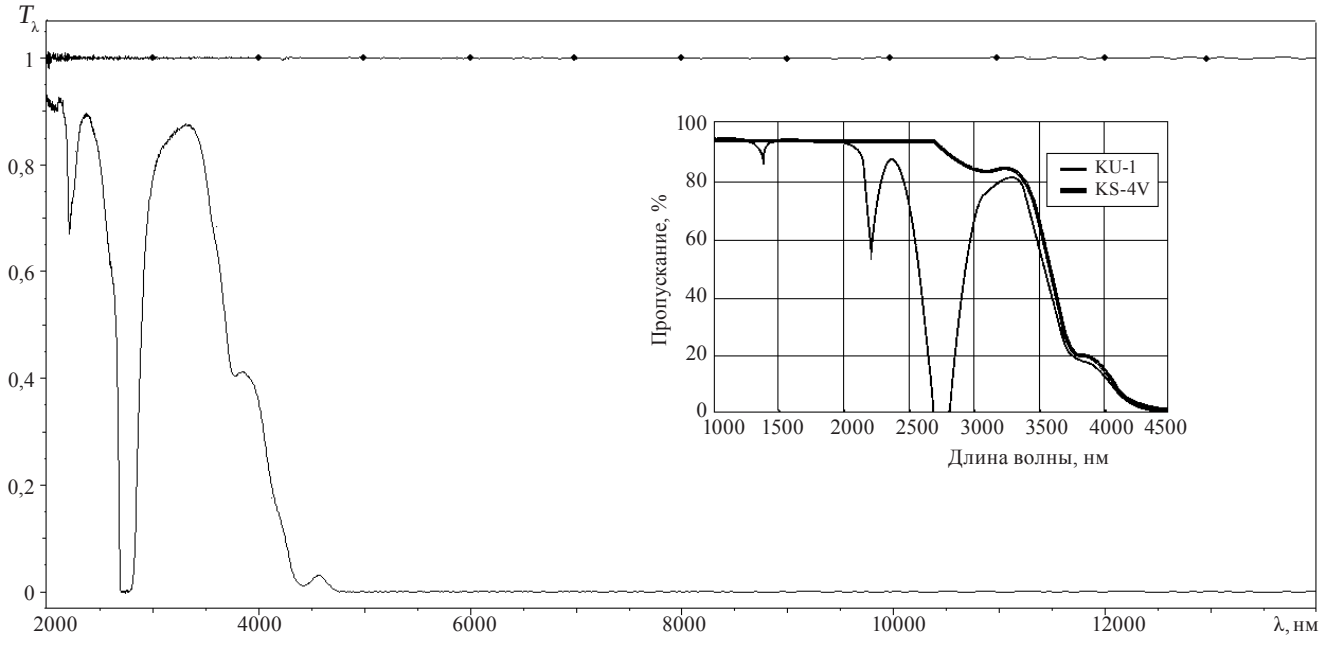

Рис. 1. Графики спектрального коэффициента пропускания кварцевых стекол и воздуха как функции длины волны в диапазоне от 2000 до 14000 нм

$$R_{\perp} = \left(\frac{E_{1\perp}}{E_{0\perp}}\right)^2 = \frac{\sin^2(\varphi-\psi)}{\sin^2(\varphi+\psi)};$$

$$R_{||} = \left(\frac{E_{1||}}{E_{0||}}\right)^2 = \frac{\mathrm{tg}^2(\varphi-\psi)}{\mathrm{tg}^2(\varphi+\psi)},$$

где φ — угол падения; ψ — угол преломления; E — напряженность электрической составляющей света (индекс 1 соответствует среде, в которую проникает волна; индекс 0 — среда, из которой падает волна на границу раздела). На основании анализа данных формул можно сделать вывод, что коэффициент отражения заметно возрастает при углах падения, превышающих 60º.

Поскольку формулы Френеля выводятся из самых общих законов электродинамики, полученные результаты могут применяться для излучения с любой диной волны и для границы раздела любых диэлектриков [9–10].

Чтобы учесть возможную угловую зависимость коэффициента отражения проводились эксперименты с использованием набора штатных приставок зеркального отражения, соответствующих фиксированным углам (10, 30, 45, 80º). Наличие таких приставок позволило измерить зависимость коэффициента отражения R_λ от угла визирования в различных диапазонах длин волн.

Используя, специальные держатели в Фурье-спектрометре, можно было проводить измерения коэффициента пропускания T_λ твердых образцов, имеющих форму плоскопараллельных пластин.

С целью проверки экспериментальных возможностей и разрешающей способности спектрометра ФСМ-1202, использовалось кварцевое стекло марки KU-1, для которого спектр пропускания хорошо известен.

На рис. 1 представлены полученный в эксперименте график пропускания кварцевого стекла KU-1 и эталонный график для двух кварцевых стекол марок KU-1 и KS-4V (во вкладке). Также приведен график пропускания воздуха T (λ), который строго равен 1.

В справочных данных указывается, что особо чистое оптическое кварцевое стекло марки KU-1 характеризуется интенсивным поглощением в диапазоне 2600…2800 нм, вследствие наличия группы OH в стекле [8]. Как следует из приведенных результатов, полученные значения спектрального коэффициента пропускания хорошо согласуются с эталонными значениями.

На рис. 2 показаны результаты измерения спектров отражения (при угле падения 10º), пропускания и спектральной степени черноты для кварцевого стекла KU-1. Спектральный коэффициент излучения рассчитан по формуле (4) и имеет ярко выраженный селективный характер. При этом коэффициент пропускания близок к 100% в коротковолновой части ИК спектра и уменьшается практически до нуля с увеличением длины волны, что соответствует характеристикам кварца как эталонного образца. Таким образом, представленные результаты наглядно доказывают метрологические возможности экспериментальной установки.

На рис. 3 приведена спектрограмма коэффициента пропускания T (λ) как функция длины волны для образца стеклоорганоткани. Данная спектрограмма получена усреднением десяти экспериментально полученных спектрограмм в воспроизводимых условиях с помощью стандартной процедуры программы *FSpec*. Данная программа является штатным интерфейсом для Фурье-спектрометра ФСМ-1202. Из диаграммы видно, что спектр обладает заметным «шумом», выражающимся наличием значительного числа узких спектральных полос на фоне монотонно меняющейся гладкой характеристики. Происхождение данных пиков может быть объяснено целым рядом причин [11–14].

Все исследованные образцы обладали ярко выраженной неоднородностью и анизотропией своих структурных свойств по толщине. Поскольку излучение источника ИК-излучения (галогенная лампа) фокусируется на образце в пятно размером 2×1,5 мм², то возможной неоднородностью структурных свойств образца по площади пятна фокусировки пренебречь нельзя. Это может приводить к изменению условий прохождения луча сквозь образец и, например, приводить к его диффузному отражению.

Другая причина возникновения указанных спектральных линий может быть объяснена с позиций химико-структурного анализа. Например, легко заметить наличие в представленном графике узкой спектральной линии с центром в районе 4,2…4,4 мкм. Вероятнее всего, она возникает как результат резонансного поглощения и переизлучения молекулами углекислого газа, которые всегда присутствуют в воздухе, окружающем исследуемый образец. Хорошо известно, что при длине волны 4,26

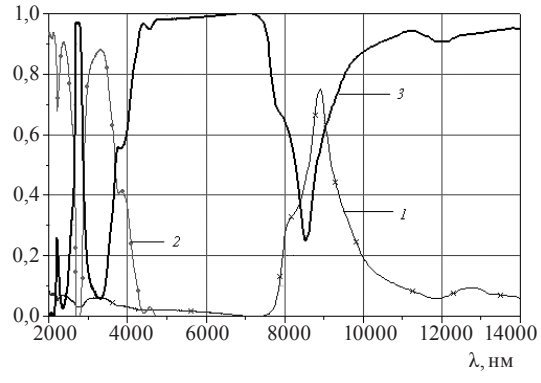

Рис. 2. Спектральные характистики стекла KU-1: 1 — коэффициент отражения R_λ при угле падения 10º; 2 — коэффициент пропускания T_λ; 3 — спектральный коэффициент черноты ε_λ

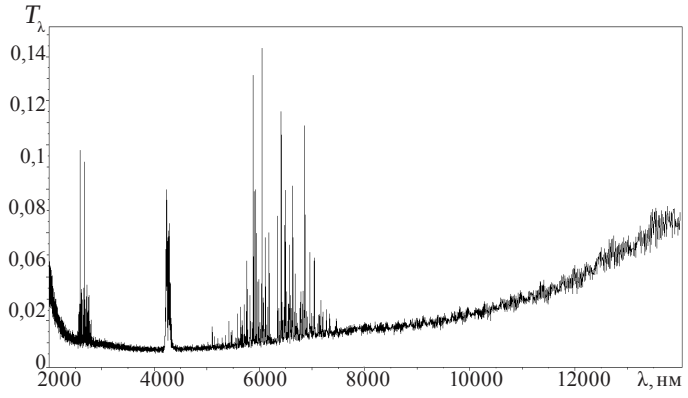

Рис. 3. Коэффициент пропускания образца стеклоорганоткани толщиной 2,5 мм

мкм у молекулы CO_2 наблюдается интенсивное колебание, связанное с ассиметричным растяжением молекулы [7].

Таким образом, с целью уменьшения «шумности» спектрограмм, для вычисления спектрального коэффициента черноты образцов проводилась следующая предварительная процедура. Полученные экспериментально спектрограммы пропускания и отражения для всех исследованных углов сохранялись в виде электронных таблиц в программе Excel Microsoft Office. Затем весь исследованный диапазон длин волн разбивался на отрезки по 0,25 мкм и «вручную» из таблицы удалялись «лишние» данные. По полученной выборке с помощью стандартной процедуры программы Excel производился окончательный расчет коэффициента черноты, при этом использовалась как формула (4), так и формула (5).

Результаты расчета коэффициента черноты для образца стеклоорганоткани показаны на рис. 4. На этом рисунке введены следующие символьные обозначения: «E для 10°» — коэффициент черноты, рассчитанный по формуле (4) для угла отражения 10°; «E для 10° с отраж.» — коэффициент черноты, рассчитанный по формуле (5) для угла отражения 10°. Аналогичные символические обозначения используются для других углов отражения.

Представленные результаты показывают, что при углах визирования от 10 до 45° коэффициент черноты меняется крайне незначительно (в пределах не более 2%) и в среднем близок к 0,94. При угле визирования 80° коэффициент черноты изменяется почти в два раза по сравнению с малыми углами. Кроме этого, при малых углах визирования расчет коэффициента черноты по формулам (1) и (2) практически не дает заметного различия (порядка 1,5%). При угле 80° и диапазоне длин волн 10…14 мкм расчет по формулам (1) и (2) приводит к расхождению в полученных результатах порядка 6…7%.

Другая особенность коэффициента черноты заключается в том, что он крайне незначительно зависит от длины волны. Так, при угле визирования 10° полный интервал изменения коэффициента черноты составляет от 0,89 при 13…14 мкм до 0,95 при 3…5 мкм. По указанной причине интегральный коэффициент для подобных образцов может быть вычислен с помощью обычного математического усреднения.

Как и в случае коэффициента пропускания, в графике спектрального коэффициента черноты при длинах волн 4,25 мкм наблюдается узкий спектральный пик, объясняющийся резонансным поглощением молекулами углекислого газа.

Теперь рассмотрим результаты исследования второго типа образцов в виде полимерных нанопленок толщиной 0,124 и 0,135 мм. Оказалось, что коэффициенты пропускания данных образцов крайне слабо отличаются друг от друга в диапазоне длин волн 2…8 мкм. Однако в области длин волн 12…14 мкм эти различия становятся более заметными.

С помощью методики, рассмотренной выше, был вычислен спектральный коэффициент черноты для образца полимерной нанаопленки толщиной 0,125 мм (рис. 5). Обозначения графиков аналогичны тем, которые использовались для образцов стеклоорганоткани.

Представленные графики показывают, что характер зависимостей спектрального коэффициента черноты нанопленок демонстрирует схожее поведение с образцами стеклоорганоткани. Также, легко заметить, что численные значения этого коэффициента для обоих типов образцов имеют близкие значения около 0,9…0,95 в зависимости от диапазона длин волн.

В экспериментах исследовались нанопленки, представляющие собой тонкие образцы с ярко выраженной волоконной структурой. Это обстоятельство и малая толщина образцов усиливали влияние анизотропии структуры образцов по площади поперечного сечения луча ИК-излучения.

Также изучались спектрограммы нанопленок с добавлением кобальта и железа. На рис. 6 приведены графики зависимости коэффициента пропускания образцов нанопленки с добавлением Co и с добавлением Fe в диапазоне длин волн от 2 до 22 мкм. В отличие от образцов стеклоорганоткани, рассмотренных ранее, нанопленки демонстрируют более сложную спектральную зависимость с ярко выраженными полосами поглощения. Так, для данных образцов сравнительно узкие полосы поглощения

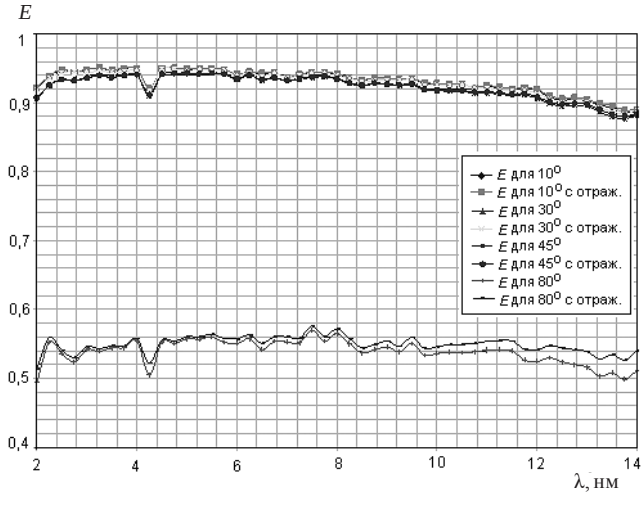

Рис. 4. Коэффициент черноты для образца стеклоорганоткани толщиной 2,5 мм

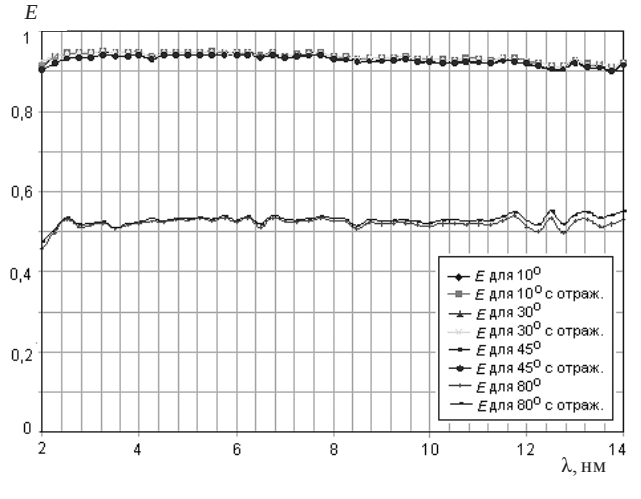

Рис. 5. Спектральный коэффициент черноты для нанопленки толщиной 0,125 мм

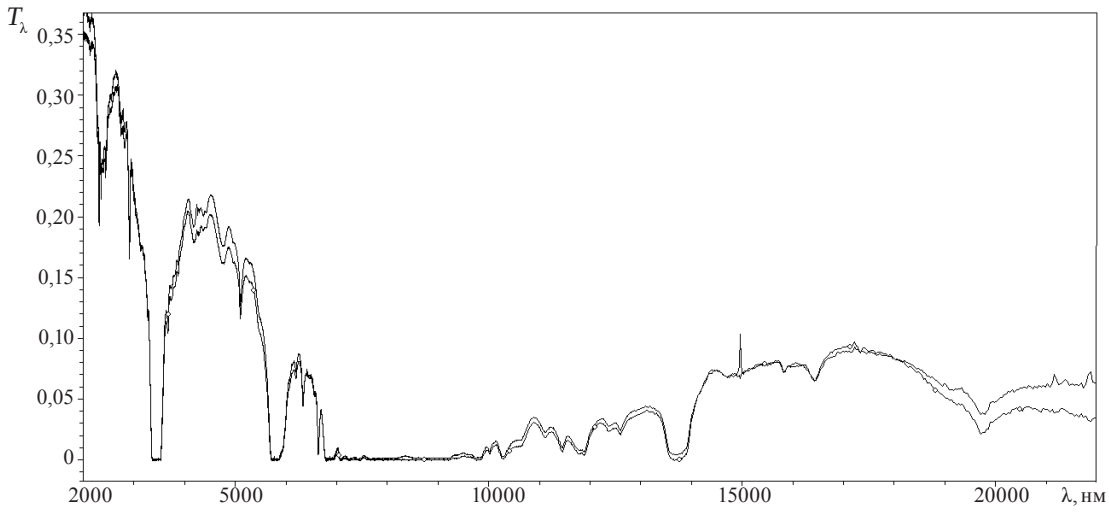

Рис. 6. Коэффициент пропускания нанопленок с добавлением Co и Fe

наблюдаются при длинах волн: 3,4; 5,8; 13,75 мкм. Также в спектре присутствует широкая полоса поглощения в диапазоне длин волн от 6,78 до 9,83 мкм. Кроме того, коэффициент пропускания пленок при малых длинах волн достигает 35% и в рассматриваемом диапазоне длин волн в среднем изменяется на порядок.

Аналогичная селективность спектра пропускания рассматриваемых образцов проявляется и в спектрах отражения для всех измеренных углов визирования (10, 30, 45 и 80°).

При расчете спектрального коэффициента черноты рассматриваемых образцов использовалась та же методика, что и для образцов стеклоорганоткани. Рассмотренные особенности спектров пропускания и отражения приводят к тому, что коэффициент черноты нанопленок обладает сложной спектральной зависимостью с ярко выраженными особенностями (рис. 7).

Из графиков на рис. 7 видно, что значения коэффициентов черноты изменяются в очень большом диапазоне. Например, для образца с добавлением Fe при угле наблюдения 10° коэффициент черноты равен 0,566 при 2 мкм, что соответствует минимальному значению, и равен 0,984 при 7,75 мкм, что соответствует максимуму. Зависимость от угла визирования коэффициента черноты для данных образцов гораздо менее выражена, чем для стеклопластиков.

Как следует из представленных результатов расчета, для образцов нанопленок интегральный коэффициент черноты теряет смысл, поскольку в спектральном диапазоне наблюдаются ярко выраженные особенности в виде отдельных полос. Для корректной интерпретации указанных особенностей спектров необходимо проведение дополнительных экспериментов для чистых полимерных пленок без добавок.

Приведенные выше результаты наглядно доказывают эффективность и высокую чувствительность экспериментального метода нахождения коэффициента черноты с помощью Фурье-спектрометра. При этом следует особо подчеркнуть, что данный метод позволяет вычислять именно спектральный коэффициент черноты, в отличие от методов с использованием тепловизионных приемни-

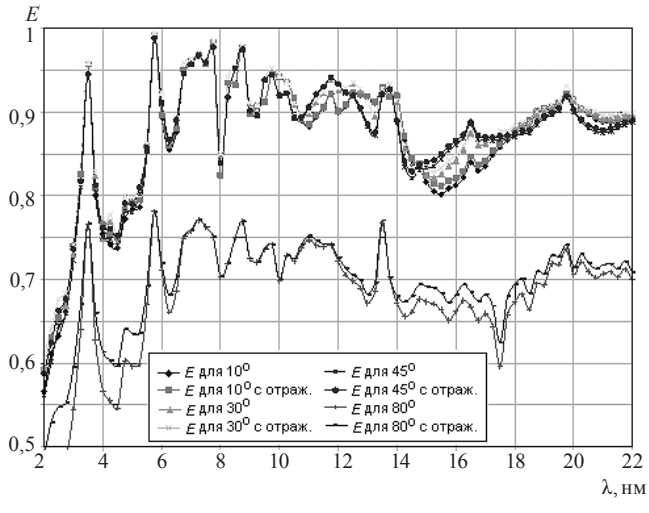

Рис. 7. Спектральный коэффициент черноты нанопленки с добавлением Fe

ков, в которых можно определить только интегральный коэффициент черноты. На примере изученных нанопленок было показано, насколько спектральные и интегральные характеристики могут заметно различаться в зависимости от материала образца и условий проведения эксперимента.

Список литературы

1. *Прошкин С. С.* К вопросу о точности измерения температуры с помощью тепловизора // Вестник международной академии холода. 2014. № 1. с. 51–54.
2. *Михеев М. А., Михеева И. М.* Основы теплопередачи. — М.: Энергия, 1977. 344 с.
3. *Новицкий Л. А., Степанов Б. М.* Оптические свойства материалов при низких температурах. — М.: Машиностроение, 1980. 224 с.
4. *Li Z. L., Becker F., Stoll M. P., Wan Z. M.* Evaluation of six methods for extracting relative emissivity spectral from thermal infrared images // Remote Sensing of environment. 1999. Vol. 69. pp. 197–214.
5. *Khlevnoy B.* Determination of the temperatures of Metal-Carbon Eutectic Fixed-Points by Different Detectors from VNIIOFI,

NPL and PTB // 8th International Symposium on thermal measurement in Industry and Science. Berlin. Germany. 2001. Vol. 2. pp. 845–850.
6. *Магунов А. Н.* Спектральная пирометрия. — М.: Физматлит, 2012. 248 с.
7. Инфракрасная термография в энергетике. Афонин А. В. и др. Под ред. Ньюпорта Р. К., Таджибаева А. И.. т. 1. Основы инфракрасной термографии. — СПб.: СПЭИПК, 2000. 240 с.
8. *Курбатова Н. А.*, *Троценко Д. П.* Методика калибровки тепловых излучателей для определения характеристик оптико-электронных приборов. Сборник трудов конференции молодых ученых. — СПб: ЛИТМО, 2009. Вып. 3. С. 254–259.
9. *D. P. Dewitt, Gene D. Nutter.* Theory and practice of radiation thermometry. New York, John Wiley & Sons. 1988. pp. 21–89.
10. *Nerry F., Labed J., Stoll M. P.* Emissivity signatures in the thermal infrared band for remote sensing: calibration procedure and method of measurement // Applied Optics. 1988. Vol. 27. pp. 758–764.
11. *Battuello M., Clausen S., Hameury J., Bloembergen P.* The Spectral Emissivity of Surface Layers currently applied in Blackbody radiations covering the Spectral range from 0,9 to 20 micron — An International comparison // TEMPMEKO'99 Proceedings. 1999. pp. 601–606.
12. *Свет Д. Я.* Оптические методы измерения истинных температур. — М.: Наука, 1982. 296 с.
13. *Русин С. П.* Об определении температуры непрозрачных материалов по спектральному максимуму теплового излучения // Теплофизика высоких температур. 2014. Т. 52. № 5. С. 698–703.
14. *Фрунзе А. В.* О необходимости первичного эталона излучательной способности // Метрология. 2012. № 6. С. 22–27.

References

1. Proshkin S. S. The problem of the accuracy of temperature measuring by means of a thermographic camera. *Vestnik mezhdunarodnoi akademii kholoda.* 2014. No 1. p. 51 54. (in Russian)
2. Mikheev M. A., Mikheeva I. M. Heat transfer bases. Moscow: Energy, 1977. 344 p. (in Russian)
3. Novitskii L. A., Stepanov B. M. Optical properties of materials at low temperatures. Moscow: Mashinostroenie, 1980. 224 p. (in Russian)
4. Li Z. L., Becker F., Stoll M. P., Wan Z. M. Evaluation of six methods for extracting relative emissivity spectral from thermal infrared images. *Remote Sensing of environment.* 1999. Vol. 69. pp. 197–214.
5. Khlevnoy B. Determination of the temperatures of Metal-Carbon Eutectic Fixed-Points by Different Detectors from VNIIOFI, NPL and PTB. 8th International Symposium on thermal measurement in Industry and Science. Berlin. Germany. 2001. Vol. 2. pp. 845–850.
6. Magunov A. N. Spectral pyrometry. Moscow: Fizmatlit, 2012. 248 p. (in Russian)
7. Infrared termografiya in an energy drink. Afonin A. B. ets. Pod red. N'yuporta R. K., Tadzhibaeva A. I. Vol. 1. Bases of an infrared termografiya. St.-Petersburg. 2000. 240 p. (in Russian)
8. Kurbatova N. A., Trotsenko D. P. Technique of calibration of thermal radiators for definition of characteristics of optical-electronic devices. Collection of works of conference of young scientists. St.-Petersburg: LITMO, 2009. Vol. 3. p. 254–259. (in Russian)
9. D. P. Dewitt, Gene D. Nutter. Theory and practice of radiation thermometry. New York, John Wiley & Sons. 1988. pp. 21–89.
10. Nerry F., Labed J., Stoll M. P. Emissivity signatures in the thermal infrared band for remote sensing: calibration procedure and method of measurement. *Applied Optics.* 1988. Vol. 27. pp. 758–764.
11. Battuello M., Clausen S., Hameury J., Bloembergen P. The Spectral Emissivity of Surface Layers currently applied in Blackbody radiations covering the Spectral range from 0,9 to 20 micron — An International comparison. *TEMPMEKO'99 Proceedings.* 1999. pp. 601–606.
12. Svet D. Ya. Optical methods of measurement of true temperatures. Moscow: Nauka, 1982. 296 p. (in Russian)
13. Rusin S. P. About determination of temperature of opaque materials on a spectral maximum of thermal radiation. *Teplofizika vysokikh temperatur.* 2014. Vol. 52. No 5. p. 698–703. (in Russian)
14. Frunze A. V. About need of primary standard of radiating ability. *Metrologiya.* 2012. No 6. p. 22 27. (in Russian)

Статья поступила в редакцию 03.06.2015

Интернет-газета Холодильщик.RU
www.holodilshchik.ru
Свидетельство о регистрации СМИ Эл № ФС 77-20452 от 22 марта 2005 года
ПЕРВАЯ В РОССИИ ИНТЕРНЕТ-ГАЗЕТА ПО ХОЛОДИЛЬНОЙ И БЛИЗКОЙ ЕЙ ТЕМАТИКЕ
http://www.holodilshchik.ru (http://холодильщик.рф)
e-mail: info@holodilshchik.ru