

空气中 Al6061 氧化过程红外发射率特性研究

韦新风,张凯华,于坤

(河南师范大学 物理与材料科学学院,河南 新乡 453007)

摘 要:基于自主搭建的材料光谱发射率测量装置,分别对铝合金 6061 在 5 个温度点(623 K、673 K、723 K、773 K、823 K)测量氧化前后的发射率,分析了温度、波长、氧化时间、粗糙度对铝合金样品发射率的影响.实验结果表明:铝合金 6061 的发射率随波长的增加而降低,随温度的升高而增大,温度对发射率的影响程度在不同波长下是不同的.表面氧化会增加样品表面的粗糙度,从而造成发射率数值增加,氧化效应对发射率的影响程度在不同温度、波长下是不同的,氧化效应可使发射率最大增加 0.05(723 K 时).温度为 823 K 时,发射率随氧化时间的变化可用抛物线模型很好地拟合.

关键词:发射率;铝合金 6061;傅里叶红外光谱仪;热氧化

中图分类号:O432.1

文献标志码:A

铝合金 6061 具有密度低、强度高、抗腐蚀性强、可塑性高等卓越的特性,被广泛应用于航空航天、汽车工业、军械制造、核工业、船舶工业等领域^[1].在铝合金生产过程中精确地温度监控不仅有利于降低能耗,而且直接决定产品的质量^[2].目前,温度测量方法可分为接触式测温(如热电偶法)和非接触式测温(如辐射测温)两种.实际生产过程中对于快速移动的合金部件,传统的接触式测温方法显然满足不了要求^[3-5].辐射测温作为一种非接触式温度测量方法被广泛应用于铝合金生产过程中,而在辐射测温技术中发射率会对其测温精度产生很大的影响^[6].金属材料表面发射率受诸多因素的影响,如成分、温度、波长、表面氧化、粗糙度、表面形貌等^[7-10].

目前,常用的辐射测温仪器均需手动调节发射率来对亮温值进行修正.然而,手动输入的目标发射率经验值与实际值往往存在较大差别,发射率出现 0.01 的变化就可能带来高达 10 °C 的测温误差^[11-12].已报道的发射率研究多数是在惰性气体保护下进行^[13-14],与实际工业生产过程中合金所处环境不符,其得到的光谱发射率值是在理想状态下,不能满足实际测温的需求.铝合金生产过程通常暴露在空气中,表面氧化会对合金表面发射率产生较大影响,这给其温度测量带来很大的不确定性.因此研究铝合金在热氧化过程中发射率变化规律对于辐射测温精度的提高具有重要意义.

本研究利用自主搭建的材料光谱发射率测量装置对铝合金 6061 在波长 5~14 μm 范围内发射率数据进行测量.对样品在 623 K、673 K、723 K、773 K、823 K 5 个温度下氧化前和热氧化进程中发射率进行了对比研究,并系统地分析了温度、波长、氧化时间、粗糙度对发射率的影响.本研究丰富了铝合金 6061 发射率数据,对于辐射测温 and 传热计算等具有非常重要的实际意义,为利用辐射测温技术测量其表面温度提供了数据支撑.

1 实验装置及测量原理

1.1 实验装置

如图 1 所示,发射率测量装置主要包括:样品炉、黑体炉、光学反射系统和傅里叶红外光谱仪.为了减少背

收稿日期:2019-01-17;修回日期:2019-03-07.

基金项目:国家自然科学基金(U1804261)

作者简介:韦新风(1993-),男,河南周口人,河南师范大学硕士研究生,主要从事红外发射率测量技术的研究.

通信作者:于坤,E-mail:yukun@htu.edu.cn.

景辐射对测量结果的干扰,样品炉和黑体炉均置于水冷腔室中,腔内温度通过水冷循环控制在 298 K.样品炉采用电阻丝加热,PID装置对其进行温度控制(其控温精度可达 ± 0.1 K).样品腔内可充入惰性气体以防止样品表面氧化,样品表面温度可通过对称焊接在样品表面的 2 个 K 型热电偶来进行温度的实时监控,当两个热电偶温度达到稳定且

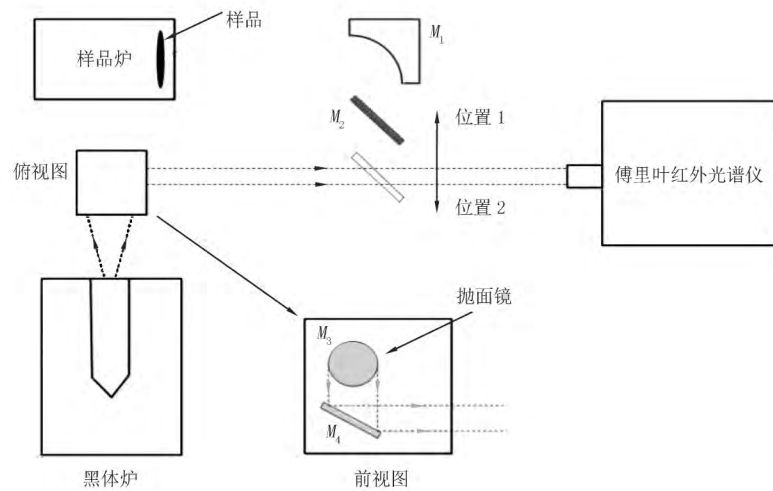


图1 光谱发射率测量装置原理图

Fig.1 The schematic diagram of the spectral emissivity measuring device

差值小于 0.1 K 时视为样品表面达到热稳定状态.黑体炉(IR-563)其工作温度范围是 323~1 323 K,腔体有效发射率大于 0.99.傅里叶红外光谱仪(Bruker 70 V)采用 KBr 和 DLATGS 作为其分束器和探测器,其探测波长范围 1.3~27 μm .光学反射系统主要由表面镀金的两个有效焦距为 250 mm 的 90°离轴抛物面镜(M_1 , M_3)和 2 个平面镜(M_2 , M_4)组成.其中 M_2 被安装在电动平台上,其可在电脑的控制下在位置 1 和位置 2 之间移动.当 M_2 位于位置 1 时,傅里叶红外光谱仪将会接收到来自黑体炉的辐射信号,当 M_2 被移动到位置 2 时,傅里叶红外光谱仪将会接收到经镜 M_1 和 M_2 反射的样品表面的辐射信号^[15].

1.2 测量原理

基于本套发射率测量装置,傅里叶红外光谱仪探测到的样品表面信号^[16]

$$S_s = R(\lambda)[\epsilon_s L_{\text{planck}}(T_s) + (1 - \epsilon_s)L_{\text{planck}}(T_{\text{sur}})] + S_{\text{background}}, \quad (1)$$

式中, $R(\lambda)$ 为探测器的响应函数、 $S_{\text{background}}$ 为背景辐射强度,二者可由双温黑体法校准程序得出. ϵ_s 为样品表面发射率, $L_{\text{planck}}(T_s)$ 和 $L_{\text{planck}}(T_{\text{sur}})$ 分别代表温度为 T_s 和 T_{sur} 时的黑体辐射强度,可由普朗克公式计算得出.当测量黑体时,傅里叶红外光谱仪探测到的信号

$$S_b = R(\lambda)L_{\text{planck}}(T_s) + S_{\text{background}}, \quad (2)$$

由此样品光谱发射率

$$\epsilon_s = \frac{S_s - S_{\text{background}} - R(\lambda)L_{\text{planck}}(T_{\text{sur}})}{R(\lambda)[L_{\text{planck}}(T_s) - L_{\text{planck}}(T_{\text{sur}})]}. \quad (3)$$

2 实验过程

本研究中采用直径 13 mm、厚度 3 mm 的圆柱状铝合金 6061 作为测量样品,样品成分见表 1.每个样品表面均用目数为 400、800、1 200、1 500 的碳化硅砂纸依次打磨,然后用酒精和丙酮来清除表面油污,并用粗糙度测试仪(TIME 3221)测量样品表面粗糙度,见表 2.样品氧化前的表面均方根粗糙度参数 R_a 为 $0.067 \pm 0.002 \mu\text{m}$.

表 1 Al 6061 成分

Tab.1 Composition of the aluminum alloy 6061

元素	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Al
质量分数/%	0.4~0.8	0.7	0.15~0.4	0.15	0.8~1.2	0.04~0.35	0.25	≥ 96.15

表 2 样品氧化前后表面粗糙度

Tab.2 Summary table of surface roughness values before and after oxidation

样品	R_q	R_t	R_z	R_a
未氧化样品	0.015	0.019	0.053	0.067
623 K 氧化 4 h	0.198	0.207	1.293	1.699
673 K 氧化 4 h	0.213	0.261	1.272	1.739
723 K 氧化 4 h	0.221	0.268	1.281	1.749
773 K 氧化 4 h	0.236	0.312	1.803	3.348
823 K 氧化 4 h	0.313	0.457	2.806	4.871

3 结果与讨论

为得到样品氧化前的发射率数据,加热过程中样品腔内充满高纯氩气(99.999 3%)以防止样品表面氧化.实验分别在 623 K、673 K、723 K、773 K、823 K 5 个温度点下测得样品未氧化时光谱发射率数据后,往样品腔中均匀通入空气让样品氧化,并每隔 10 min 测量一次发射率数据.为增加实验测量数据的可信度,每个温度点下测量 3 次求得平均值作为最终实验结果.图 2 展示的是样品在 5 个温度下热氧化过程中发射率随波长变化曲线图.

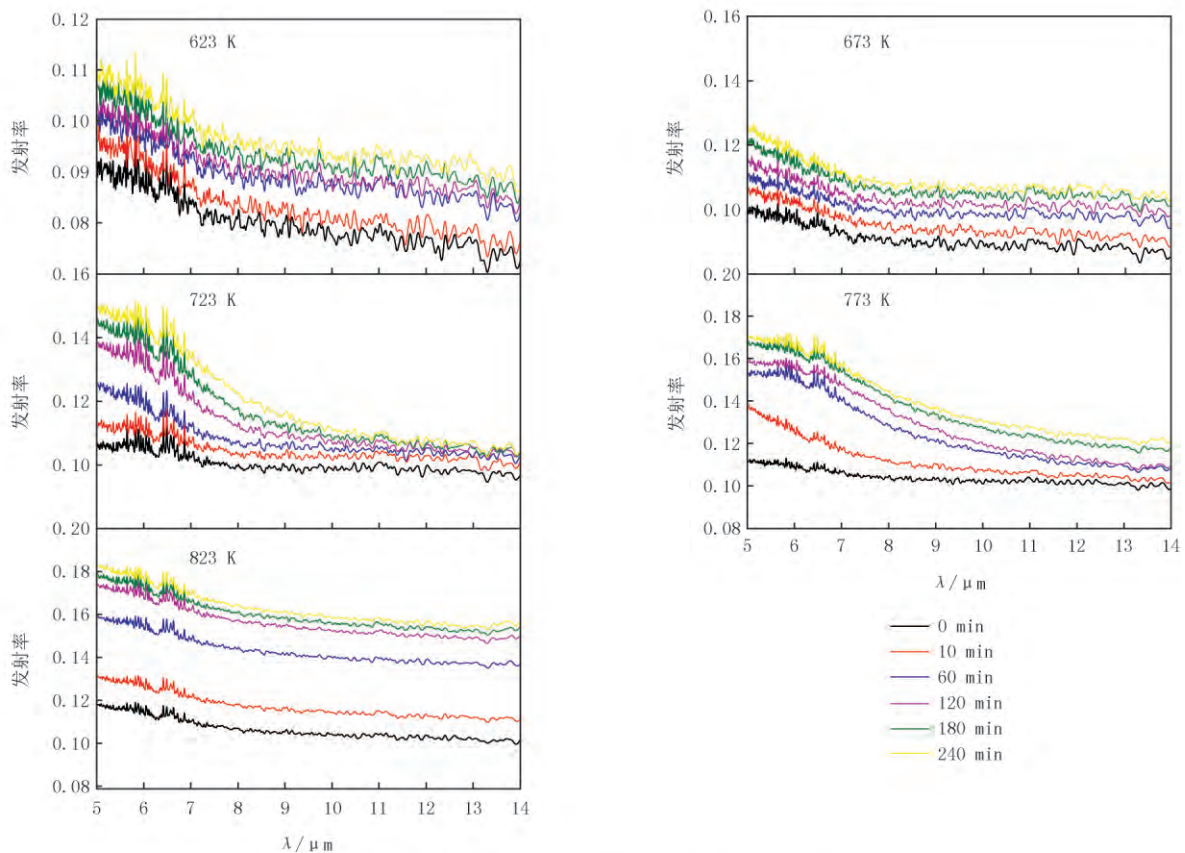


图 2 铝合金 6061 不同温度热氧化进程中发射率随波长变化规律

Fig.2 The change of emissivity with wavelength during thermal oxidation of aluminum alloy 6061 at different temperatures

如图 2 所示,样品在氧化前后发射率值在整体上均随温度的升高而增加,随波长的增大而减小.这一规律和大多数金属发射率变化趋势相同.氧化前,样品温度从 623 K 升高到 723 K,同一波长下发射率的最大增加值可以达到 0.02,表明在采用辐射测温技术时应充分考虑温度和波长变化对发射率的影响.从整体发射

率变化曲线可以看出,温度越高发射率曲线的波动越小,温度较低时发射率的波动较大.这是由于温度越高光谱仪探测器的信噪比也越高.发射率数值在 $5\sim 7\ \mu\text{m}$ 波长范围内出现较剧烈的震荡行为.原因是在波长较短时整套发射率测量装置的信噪比较低^[17],且装置的测量不确定度在短波长时要大于较长波长^[18].发射率曲线在波长为 $6.3\ \mu\text{m}$ 附近出现一个明显的吸收峰.这是空气中二氧化碳和水蒸气的吸收作用造成的.因此在运用辐射测温技术测量铝合金6061表面温度时应尽量避开大气强吸收波段.在温度为 $723\ \text{K}$ 和 $773\ \text{K}$ 时样品表面发射率值在短波长处受氧化效应的影响较大,尤其在 $723\ \text{K}$ 的高温下短波长处发射率增加更大,其发射率增加量最大可以达到 0.05 .为了更直观地展示这一变化,图3给出5个不同波长下铝合金6061发射率随氧化时间变化的折线图.

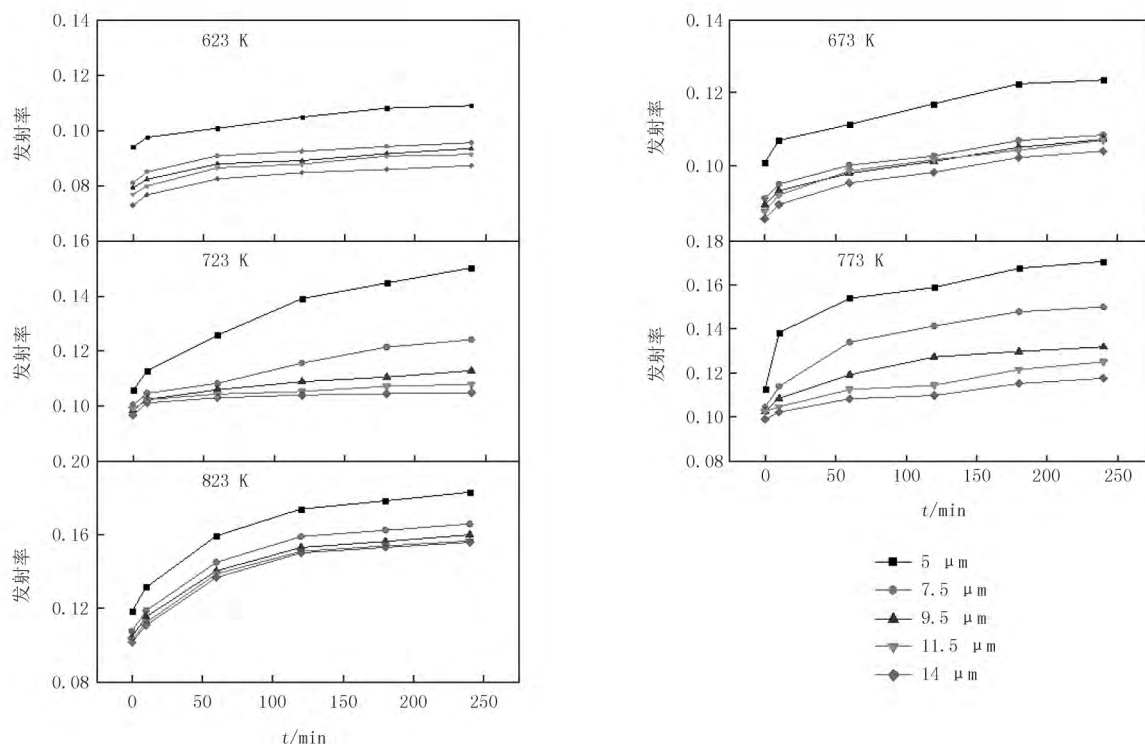


图3 样品发射率在不同波长下随氧化时间变化

Fig.3 The sample emissivity changes with oxidation time at different wavelengths

如图3所示,样品光谱发射率值随氧化时间的增加速率在氧化前 $10\ \text{min}$ 是最大的,这是因为 $10\ \text{min}$ 氧化速率较高,生成的氧化物速率也较高引起的.波长为 $5\ \mu\text{m}$ 温度为 $623\ \text{K}$ 和 $673\ \text{K}$ 时,氧化时间从 $10\sim 180\ \text{min}$ 内发射率随氧化时间几乎呈直线型增加,但是随着氧化时间的持续,发射率增加速率逐渐减小.这是因为在样品表面会形成一层氧化膜,随着氧化时间的持续氧化膜厚度增加到一定程度将会阻止样品进一步发生氧化.当样品表面生成的氧化膜阻止内部样品继续氧化时,表面氧化膜厚度不再增加,样品的红外热辐射特性也趋于稳定,导致发射率数值不再增加.当在 $673\ \text{K}$ 氧化过程中,波长为 $9.5\ \mu\text{m}$ 和 $11.5\ \mu\text{m}$ 时发射率出现交叉情况,出现这一现象原因可能是因为干涉效应的出现^[15].

每个样品测试结束后在氩气的保护下自然冷却至室温,并用粗糙度测试仪测得样品粗糙度值汇总在表2中.通过测量结果发现经过 $4\ \text{h}$ 的氧化后样品表面粗糙度值均有所增加,且氧化进程中加热温度越高增加量就越大.样品表面粗糙度增加将会导致表面反射率变小、吸收率变大,根据基尔霍夫及能量守恒定律处于热平衡状态的物体其吸收率等于发射率,因此样品表面的发射率将会变大.表明氧化物的形成使得样品表面微观形貌发生变化,导致样品表面粗糙度增加进而导致发射率增加.样品表面粗糙度增加也是发射率增加的一个重要原因^[19-21].

在温度为 $823\ \text{K}$ 氧化时,发射率随氧化时间的变化可以用抛物线模型很好地拟合出来.拟合公式

$$\varepsilon^2 = p_1 t. \quad (4)$$

表 3 给出了样品在 823 K 发射率随氧化时间的拟合参数,其中 R_{MSE} 为均方根误差, R 为相关系数.由表 3 可知,相关系数均大于 0.948 74.这表明该抛物线模型较好地拟合出了发射率随氧化时间的变化规律.

表 3 样品在 823 K 氧化过程中发射率随氧化时间拟合参数
Tab.3 Fitting parameters of sample emissivity with oxidation time during the oxidation process of 823 K

$\lambda/\mu\text{m}$	p_1	R_{MSE}	R
5	0.000 18	0.011 68	0.948 74
7.5	0.000 15	0.009 68	0.958 28
9.5	0.000 14	0.009 11	0.959 29
11.5	0.000 13	0.008 82	0.959 62
14	0.000 12	0.008 58	0.964 65

实验测试结果表明:温度和氧化效应对发射率的影响程度在不同的波长和不同加热时间均是有很大不同的.对于采用单波长辐射测温技术测量铝合金 6061 表面温度时应充分考虑这一影响,否则在实际辐射测温过程中将会产生较大的测量误差.

4 结 论

通过对铝合金 6061 在空气中氧化前后发射率数据的测量,研究了温度、波长、氧化时间及粗糙度对光谱发射率的影响.研究表明:在 623 K、673 K、723 K、773 K、823 K 温度点氧化前后发射率均随温度的升高而增大,随波长的增加而减小.表面氧化对发射率有很大的影响,可使发射率最大增加 0.05,氧化效应在不同温度下对不同波长的影响程度不同,样品在 823 K 氧化过程中其发射率数值可很好地用抛物线模型进行拟合.表面氧化导致样品表面粗糙度增加.这也是氧化导致发射率数值增加的一个重要原因.铝合金 6061 实时热氧化过程中光谱发射率的测量结果对于采用辐射测温技术测量其表面温度提供了新的实验数据,为工业生产提供了数据支撑.

参 考 文 献

- [1] 刘静安,谢水生.铝合金材料的应用与技术开发[M].北京:冶金工业出版社,2004.
- [2] 张凯华,于坤,刘玉芳,等.大气环境中 Al5052 光谱发射率研究[J].河南师范大学学报(自然科学版),2014,42(1):36-40.
- [3] 孙晓刚,李云红.红外热像仪测温技术发展综述[J].激光与红外,2008,38(2):101-104.
- [4] 戴景民.辐射测温的发展与展望[J].自动化技术与应用,2004,23(3):1-7.
- [5] 张飞麟,陈少康,于坤,等.3 种碳钢的光谱发射率对比研究[J].河南师范大学学报(自然科学版),2017,45(4):47-52.
- [6] Luchi T, Furukawa T. Some considerations for a method that simultaneously measures the temperature and emissivity of a metal in a high temperature furnace[J]. Review of Scientific Instruments, 2004, 75(12): 5326-5332.
- [7] Cao G, Weber S J, Martin S O, et al. Spectral emissivity measurements of candidate materials for very high temperature reactors[J]. Nuclear Engineering and Design, 2012, 251(699): 78-83.
- [8] Schmidt V, Meitzner S, Sandring H, et al. Automatic emissivity measurement setup for industrial radiation thermometry[J]. AIP Conference Proceedings, 2003, 684(1): 723-728.
- [9] Sade S, Katzir A. Spectral emissivity and temperature measurements of selective bodies using multiband fiber-optic radiometry[J]. Journal of Applied Physics, 2004, 96(6): 3507-3513.
- [10] Pierre T, Remy B, Degiovanni A, et al. Microscale temperature measurement by the multispectral and statistic method in the ultraviolet-visible wavelengths[J]. Journal of Applied Physics, 2008, 103(3): 034904.
- [11] Kong B, Li T, Eri Q, et al. Normal spectral emissivity measurement on five aeronautical alloys[J]. Journal of Alloys & Compounds, 2017, 703: 125-138.
- [12] Watanabe M, Adachi M, Fukuyama H, et al. Normal spectral emissivity and heat capacity at constant pressure of Fe-Ni melts[J]. Journal of Materials Science, 2017, 52(16): 9850-9858.
- [13] Wang Z W, Dai J M, He X W, et al. Calibration of FTIR spectral emissivity measurement at ultra-high temperature[J]. Journal of Infrared & Millimeter Waves, 2010, 29(5): 367-371.

- [14] Bauer W, Moldenhauer A. Device for spectral emissivity measurements of ceramics using a FT-IR spectrometer[J]. Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering, 2004, 5532: 340-351.
- [15] Zhang Feng, Yu Kun, Zhang Kaihua, et al. An emissivity measurement apparatus for near infrared spectrum[J]. Infrared Physics and Technology, 2015, 73: 275-280.
- [16] Ren D, Tan H, Xuan Y, et al. Apparatus for measuring spectral emissivity of solid materials at elevated temperatures[J]. International Journal of Thermophysics, 2016, 37(5): 51.
- [17] Wen C D. Study of steel emissivity characteristics and application of multispectral radiation thermometry (MRT)[J]. Mater Eng Perform, 2011, 20(2): 289-297.
- [18] Zhang F, Yu K, Zhang K, et al. Infrared spectral emissivity property of pure titanium in the 473-1035 K temperature range[J]. Appl Spectrosc, 2016, 70(10): 1717-1725.
- [19] Wen C D, Mudawar I. Emissivity characteristics of roughened aluminum alloy surfaces and assessment of multispectral radiation thermometry (MRT) emissivity models[J]. International Journal of Heat & Mass Transfer, 2004, 48(7): 1316-1329.
- [20] Otsuka A, Hosono K, Tanaka R, et al. A survey of hemispherical total emissivity of the refractory metals in practical use[J]. Energy, 2005, 30(2/3/4): 535-543.
- [21] Wang P, Xie Z, Meng H J, et al. Effects of the temperature and roughness on the metal emissivity[C]//The 27th Chinese Control and Decision Conference. [S.l.]: [s.n.], 2015: 6197-6200.

Investigation on infrared emissivity characteristics of aluminum alloy 6061 oxidation process in air

Wei Xinfeng, Zhang Kaihua, Yu Kun

(College of Physics & Materials Science, Henan Normal University, Xinxiang 453007, China)

Abstract: Based on the self-build spectral emissivity measurement device, the spectral emissivity of aluminum alloy 6061 before and after oxidation was measured at five temperatures (623 K, 673 K, 723 K, 773 K, 823 K), and the influence of temperature, wavelength, oxidation time and roughness on the emissivity of the samples was analyzed. The experimental results show that the emissivity of aluminum alloy 6061 decreases with the increasing of wavelength and increases as temperature rises, the influence of temperature on emissivity varies at different wavelengths. The surface oxidation will increase the roughness of the sample surface, resulting in the increase of emissivity value. The degree of oxidation effect on emissivity is different at different temperature and wavelength. The oxidation effect can increase the emissivity maximal by 0.05 (723 K). The change of emissivity with oxidation time can be well fitted by parabolic model when the temperature is 823 K.

Keywords: emissivity; aluminum alloy 6061; fourier infrared spectroscopy; thermal oxidation process

[责任编辑 杨浦 王凤产]