

磷光测温技术的初步实验研究

李飞, 余西龙, 林鑫, 张少华, 张新宇

中国科学院力学研究所, 高温气体动力学国家重点实验室, 北京海淀区 100190

摘要: 超燃冲压发动机的热防护研究, 需要燃烧室内壁面温度分布的动态测量。传统热电偶等测温技术, 难以满足上述要求, 需发展其他诊断手段。磷光测温技术是一种具有高测量精度的新型、半侵入式二维壁温测量技术。以 ZnS:Ag 磷光粉为研究对象, 测量了其在紫外激发(365nm)条件下的常温和变温光谱(300-600K)。光谱分析表明 458nm/497nm 强度比和两波段的绝对强度, 均能用于温度诊断。利用中心波长为 458nm 和 497nm 的窄带滤光片、1X4 成像光纤和一台 CCD 组成初步磷光测温系统。在马弗炉中标定了磷光强度、强度比(458/497)的温度变化曲线(300-770K)。最后开展验证试验, 结果表明该系统能够捕捉金属壁面温度分布的时间变化信息。完善磷光测温技术, 将能够在超燃热防护研究和高焓风洞的模型表面测温等方面发挥重要作用。

关键词 磷光测温技术, 超燃冲压发动机, 温度分布

1. 引言

超燃热防护研究对于表面测温提出了很高的需求。特别是针对燃烧室内壁面, 如凹腔和支板等复杂外形结构, 需要动态的二维温度分布诊断, 其测量难度可想而知。传统的方法多是利用热电偶技术, 设法实现面内多点布置, 以期得到温度分布。但这一方法对于尖点等高热流局部区域往往难以测量, 且其频率响应较低。基于黑体(灰体)辐射的面测温技术, 属于完全非接触测量, 频响较高, 但对较低的温度往往无能为力(一般 $T < 800\text{K}$), 并且其很容易受到火焰中碳颗粒发光的影响^[1]。因此, 需要发展适于超燃应用的新型表面测温技术。

磷光测温技术是随着新型稀土荧光材料的发展, 而逐渐发展出的新型光谱测温技术。固体材料的磷光/荧光光谱产生机理十分复杂, 目前尚无完善的理论支撑对其进行定量的计算。测温技术中使用的磷光粉都属于短寿命磷光/荧光粉, 其磷光衰减寿命大约 100nm-1ms。较短的衰减寿命, 既能增加单位时间内探测到的光强度, 又能排除燃烧发光等其他光辐射对测量的干扰^[2]。

磷光测温技术有三种具体实现方法: 根据磷光绝对强度与温度的定量关系; 磷光的光谱分布随温度的偏移关系; 磷光寿命随温度变

化, 这一方法多用于单点测量, 二维测量时需要超高速相机, 成本极高。

国外对于磷光测温技术进行了系统的研究, 特别是近十年来, 对众多磷光/荧光粉的寿命、强度和强度比都进行了细致的测量, 如 YAG:Dy^[3-4], YAG:Tb^[5-6], La₂O₂S:Eu^[7-8], BAM^[9-11], ZnS:Ag^[12]等等, 这些雄厚的技术基础必能推动磷光技术的广泛应用。目前国外的相关研究重点多放于特殊场合的应用技术和新型磷光粉的研发和测试。但值得强调的是, 磷光光谱会随着磷光材料的掺杂浓度不同, 制备方法不同而改变。因此文献中的研究结果, 仅能作为参考, 无法直接借用。国内方面, 山东大学的白书战与英国 Brunel University 大学的研究人员合作, 将 YAG:Dy 材料喷入内燃机, 用于内燃机中燃烧气体的二维温度分布测量^[13], 该工作对于低速内流燃气温度测量有重要借鉴意义。特别值得一提的是, 2012 年, 中国空气动力研究与发展中心超高声速研究所利用磷光热图技术在 $\phi 0.6$ 米激波风洞顺利完成某型号测热试验, 这也是国内首次将磷光热图技术作为主要测试手段成功应用于型号试验^[14]。

本研究的目的是, 以较为常见和简单的磷光材料 ZnS:Ag 入手, 从材料制备、表征到标定光强、光强比, 再到涂层喷涂技术, 成像测量系统研制, 数据处理方法研究等, 全面掌握

磷光测温技术。为下一步针对超燃试验台和其他高超设备，研究不同磷光材料的磷光特性和测量技术应用打下基础。

2. 磷光光谱

与合作单位共同研制了 ZnS:Ag 材料，其形状为白色粉末，粒径约为 10 μ m。在材料制备和表征之后，需对该磷光粉的磷光光谱进行定量测量，研究能将 ZnS:Ag 激发出磷光的光波长范围；激发出的磷光光谱特征和相对强度分布，这两点对于测量系统设计至关重要。

图 1 为 ZnS:Ag 的常温光谱。黑色实线为能够激发磷光的激发光的光谱分布，其范围约 220-410nm，其相对强度代表着同样激发光强的激发磷光效率。可见较高效率的激发光范围约 270-380nm，属于紫外光范围。利用这个近紫外范围内的光源照射到磷光粉表面，能产生强烈磷光。红色虚线为激发光 318nm 下的常温磷光光谱，可见其光谱范围约 425-520nm，峰值约 450nm。因此磷光属于典型的蓝光范围，这能体现 ZnS:Ag 磷光测温的优势。因为，碳氢燃料燃烧中的主要发光来自于碳颗粒和燃烧腔体壁面的黑体发光。黑体发光的主要特征就是随着温度的增加，辐射能增加，且辐射峰值光谱向短波移动。在燃烧温度 2000-3000 K 的温度范围内，黑体的可见和近红外发光极强，选择更短的蓝光磷光能够有效的减弱黑体发光的影响，提高测量灵敏度。

图 2 为 ZnS:Ag 的变温光谱，数据由稳态磷光光谱仪测得，温度范围为 298-623K。由图可见，不同温度下的磷光光谱的结构相同，但磷光强度随温度的增加下降，磷光的峰值强度也是如此，且随温度向短波移动。

在寿命、绝对强度和相对强度三个磷光测温实现方式上，寿命方法多用于单点测量；绝对强度法需要对测量系统的每个组员(透镜、窗口、相机)等等进行细致的标定。这两种方法均不适合于复杂应用场合，环境适用性不佳。因此，本文选择强度比的测温方案。

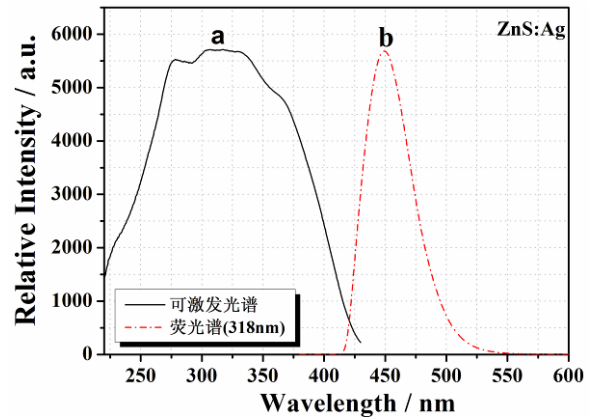


图 1. ZnS:Ag 常温磷光光谱

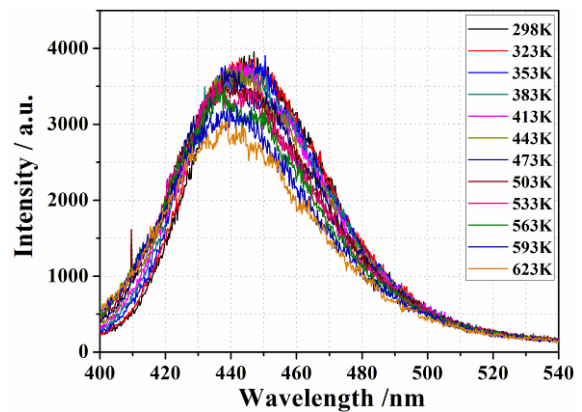


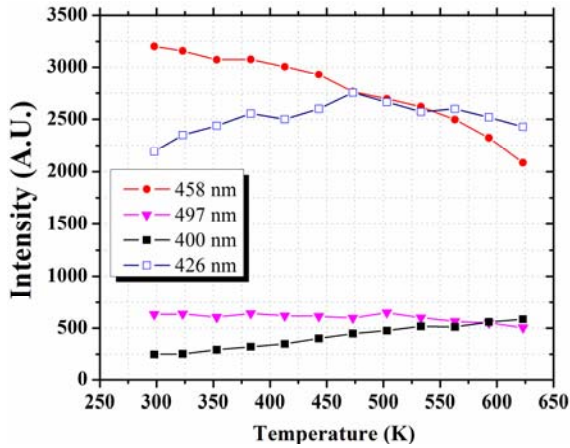
图 2. ZnS:Ag 变温磷光光谱

3. 试验系统简介

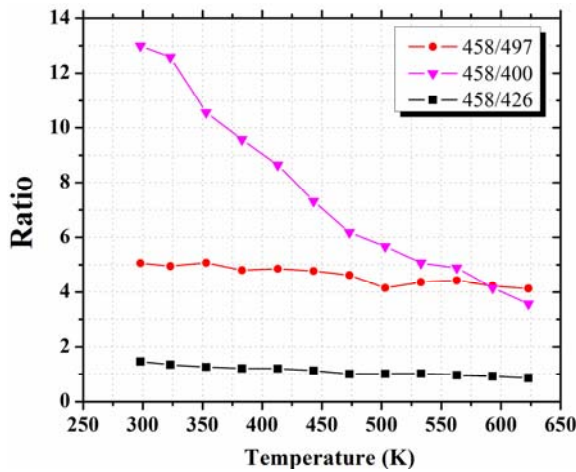
二维温度分布测量需要成像 CCD 和滤光片的组合，因此选择合适的滤光片波长是磷光测温技术的关键之一。选择滤光波长时，需要综合考虑不同波长的磷光效率，即其他可能的发光干扰，这主要指的是燃烧发光中化学发光的影响。针对图 2 的变温光谱，本文对四个波长进行分析：458nm，497nm，400nm，426nm，滤光片半宽都定为 10nm。对图 2 的数据进行窄波段分析，即可得到图 3，不同波长的磷光光强随温度的变化，和图 4：磷光强度比随温度的变化。

由图 3 可见，458nm 和 426nm 的磷光强度最强，497nm 和 400nm 的磷光仅为前两者的 1/5。458nm 磷光强度随温度增加逐渐减小，426nm 则先增加后减小，400nm 则逐渐增加。497nm 变化不明显。由图 4 可见，458/400 强度

比与温度的变化最为剧烈，理论上最适于强度比测温。458/497、458/426 强度比也随温度逐渐减小。



(a)



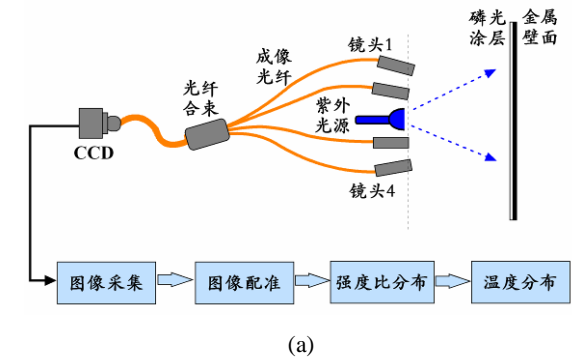
(b)

图 3. 不同波长的磷光强度(a)和磷光强度比(b)随温度的变化曲线

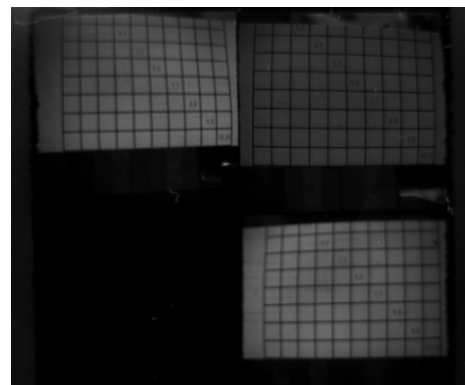
为此，我们设计一套 4 波长(458nm, 497nm, 400nm, 426nm)成像系统，用于拍摄磷光强度二维分布。系统示意图如图 4(a)所示。使用 3W-365nm 的直流紫外灯作为激发光源。该系统的核心部件为 1x4 成像光纤，它能够四个镜头(四个视角)的像一同成在一个 CCD 靶面上。这虽然降低了每幅图像的分辨率，但极大的简化了成像系统，降低了成本，减少了部分标定环节，适于复杂试验台中的应用，提高了测量系统的环境适用性。

拍摄效果(网格标尺)如图 4(b)所示，左上

角为 458nm 成像，右上角为 497nm 成像，左下角为 400nm 成像，右下角为 426nm 成像。由于成像光纤为普通光纤，其在短波(400nm)的透过率明显低于 500nm 处。在系统设计中，需要 CCD 拍摄，CCD 的量子效率与波长也相关，普通工业相机一般 550nm 处最高，在 400nm 附近很小：约为 500nm 处的 1/3-1/5。现有系统中的各透镜也为普通镜头，在 400nm 处的透过率也偏低。因此，综合考虑上述因素，整个成像系统在 400nm 的响应效率远远低于 497nm 处，426nm 也较低。因此，在最终的数据处理中，应以信噪比较高的 458nm 和 497nm 双波长计算强度比。



(a)



(b)

图 4. 测量系统示意图

4. 标定

实现定量测量的最关键步骤是定量标定。这包括两部分，一是 CCD 强度响应标定；另一部分是不同波长的磷光辐射强度与温度的标定。

4.1 CCD 响应标定

CCD 响应标定的其实是，标定 CCD 输出

的信号(Counts)与入射光强的定量关系。因为,参与数据处理的是 CCD 的输出数据,而实际的磷光辐射强度、强度比是强度信息,两者必须定量关联。

图 5. 为 CCD 响应标定曲线和拟合曲线。可见,两者近似二次多项式分布,但在小 Count 处出现明显的偏离。图 5(b)为拟合偏移量与 Count 的关系曲线。可见,整体偏移量小于 4%,在低 Count(<10)的时候出现较大偏移。因此应该在数据处理中应设置阈值,避免这种小 Count,即低信噪比数据的运算。

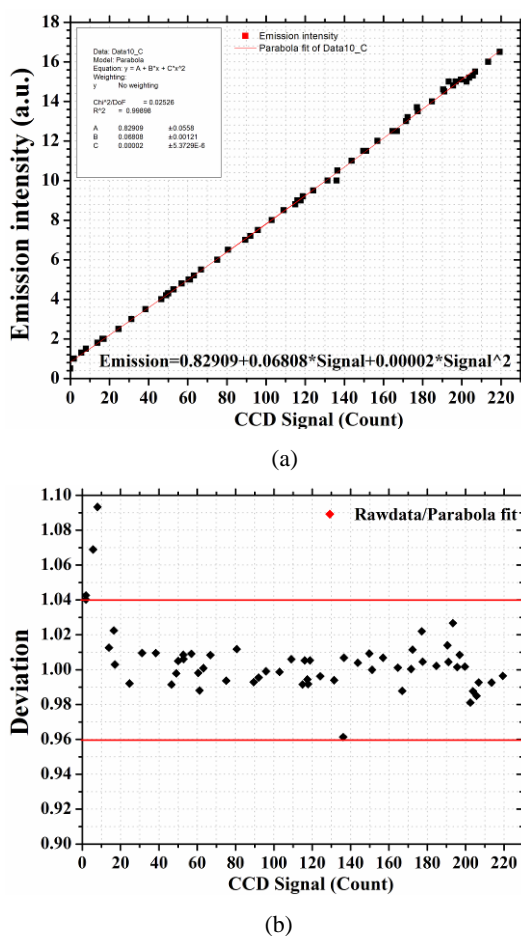


图 5. CCD 响应标定曲线:CCD 信号与强度关系(a);多项式拟合偏差(b).

4.2 磷光的温度响应曲线标定

由于尚无完善的理论和计算方法,必须通过标定试验获得磷光强度和强度比随温度的变化曲线。这种标定实质上是对整个成像系统进行标定。将光纤透过率、镜头透过率等耦合为整体参数进行统一标定。图 6 为标定结果,其

中图 6(a)为强度标定数据,图 6(b)为强度比(458nm/497nm-10nm)随温度的标定曲线。由图可见,强度随温度近似线性变化,强度比近似三次多项式变化。有了强度比标定曲线,能够将成像拍摄的不同波长磷光强度二维分布,计算出强度比分布,进而推导出温度分布。

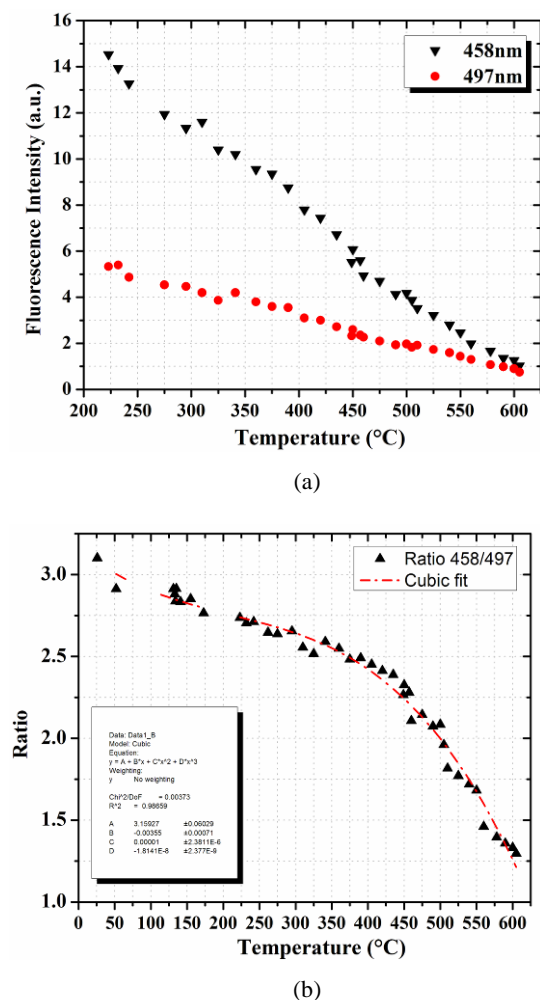


图 6. 磷光强度(a)和强度比(b)的温度变化标定曲线

5.初步结果

为验证测量系统的能力,开展了初步的验证试验。试验是在薄钢板表面喷涂 100um 厚度的 ZnS:Ag 涂层,具体方法为用高温胶将粉末混匀后喷涂到干净表面。涂层干透后,即可进行试验。使用打火机在钢板背后加热钢板,拍摄正面的涂层区域的时变的温度分布。该初步试验总计 11.25s: 0s 开始采集; 2.5s 时打火机点火; 9.0s 打火机熄灭; 11.25s 停止采集。

为展示测量结果，选取 A 和 B 两点，A 点靠近火焰外焰，B 点稍稍远离火焰。试验数据如图 7 所示，A 和 B 两点的磷光强度(图 7(a))、强度比(图 7(b))和温度(图 7(c))随时间变化。

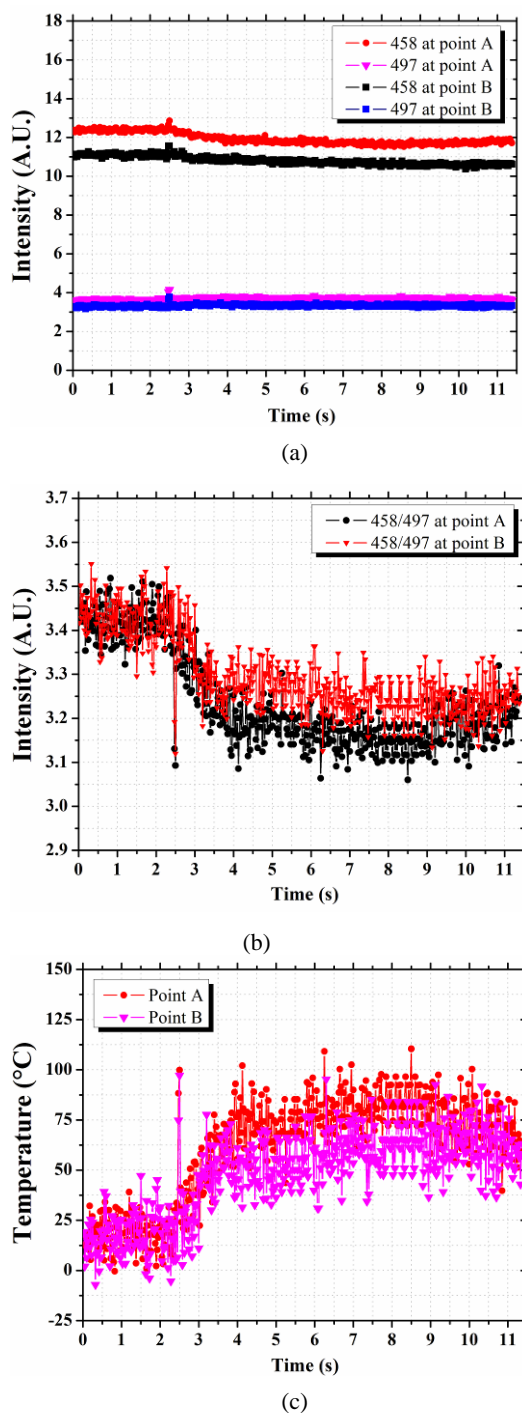


图 7. A、B 两点的磷光强度(a); 强度比(b)和温度(c)随时间的变化图

由图 7(b)，清晰可辨强度比变化。2.5s 强度比下降，到 4.0s 逐渐趋于稳定，10.0s 左右开

始逐渐增加。由强度比得到的温度数据更能清晰的反映这一现象。A 点的最大温度约为 75 °C，B 点约为 60°C。可见测量系统能够清晰的反映两点的温度不同。表明，该磷光系统能捕捉室温 20° 到 70° 这段较小的温度变化。由 6(b)可见，ZnS:Ag 的测温范围约为室温至 600 °C，且在 300°C 以下，强度比随温度变化较缓慢，在 300°C 至 600°C，强度比变化较为剧烈。因此，高温下的测温灵敏度要远大于低温。于是，该测量系统的低温鉴别能力，能够说明它对于稍高温度的测量效果将会更佳。

图 8 展示了，二维温度分布随时间的变化。可清晰的看到火焰区域(中间竖条纹)的温度变化，随时间的增加，火焰点火后，中间部位(加热区)温度增加，点火熄灭后，温度下降，远离火焰的区域则温度变化不剧烈。

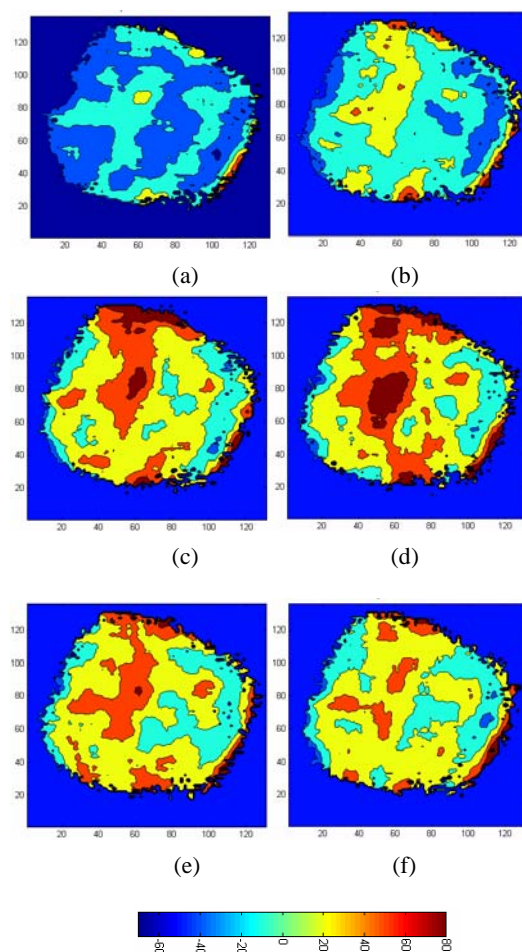


图 8. 温度二维分布的时间变化序列

(a)t=0.5s;(b)=3.0s; (c)=5.5s;
(d)t=8.0s;(e)=10.5s; (f)=11.25s;

6. 小结

研究基于强度比方法的二维磷光测温技术; 研制基于 1x4 成像光纤的多波长磷光测温系统。初步验证试验表明, 系统具有较佳动态、二维温度分布测量能力。

(1)标定了 ZnS:Ag 磷光粉的常温和变温光谱。分析表明, 该磷光粉的蓝光磷光适于燃烧环境中的应用。

(2)选择 458/497nm 的强度比作为测温依据, 设计了光纤成像系统, 仅使用一个 CCD 可对四个波长同时成像, 系统具有极强的应用潜力。

(3)标定 CCD 响应和磷光-温度曲线, 能够将成像拍摄到的不同波长光强分布, 演算出温度分布。

该初步系统能够实现 20Hz 的测量频率, 若更换激发光源和 CCD, 能够将频率提高的数百 Hz。磷光强度与激发光强近似成正比, 因此, 为了提高信噪比, 应设法增加激发光强, 使用短波脉冲激光是最佳选择。

7. 参考文献

- Childs, P.R.N, Greenwood J.R, and Long C.A., Review of temperature measurement. Review of scientific instruments, 71(8):2959-2978, 2000.
- Sarner G., Richter M., and Alden M., Investigations of blue emitting phosphors for thermometry, Meas. Sci. Technol. 19:1-9, 2008.
- Cates M.R., Allison S.W., Jaiswal L., et.al. YAG:Dy and YAG:Tm fluorescence to 1700_C. In: ISA, 49th international instrumentation symposium, 4-8 May 2003.
- Feist J.P., Heyes A.L., Choy K.L., et.al. Phosphor thermometry for high temperature gas turbine applications, In: Proceedings of IEEE, 6.1-6.7, 1999.
- Feist J.P., Heyes A.L., Seefelt S.. Thermographic phosphor thermometry for film cooling studies in gas turbine combustors. Proc Inst Mech Eng A J Power Energy 217:193-200, 2003.
- Zhou J.G., Zhao F.Y., Wang X., et.al. Template synthesis and luminescent properties of nano-sized YAG:Tb phosphors, J Lumin, 119:237-241, 2006.
- Husberg T., Girja S., Denbratt I., et.al. Piston temperature measurements by use of thermographic phosphors and thermocouples in a heavy-duty Diesel engine run under partly premixed conditions. SAE Technical Paper, 2005-01-1646; 2005.
- Omrane A., Juhlin G., Ossler F., et.al. Temperature measurements of single droplets by use of laser-induced phosphorescence. Appl Opt, 43:3523-3529, 2004.
- Jeon B.S., Hong G.Y., Yoo Y.K., et.al. Spherical BaMgAl10O17:Eu2+ phosphor prepared by aerosol pyrolysis technique for PDP applications. J Electrochem Soc, 148:128-131, 2001.
- Turos-Matysiak R., Grinberg M., Wang J.W., et.al. Luminescence of BAM under high pressure: the Eu2+ sites. J Lumin, 122:107-109, 2007.
- Linden J., Knappe C., Richter M., et al. Precision in 2D temperature measurements using the thermographic phosphor BAM, Meas. Sci. Technol. 23:1-9, 2012.
- Shionoya S., Yamamoto H., Yen W.M., Phosphor handbook. In: The CRC Press laser and optical science and technology series. 2nd ed. Boca Raton FL: CRC Press/Taylor and Francis, 1051 p. 2007.
- 白书战, Zhao H., 李国祥, 基于激光诱导磷光测试技术的发动机缸内燃烧温度测试, 红外与激光工程, 41(3):617-621, 2012.
- 毕志献, 韩曙光, 伍超华, 等, 磷光热图测热技术研究, 实验流体力学, 27(3):87-92, 2013.

EXPERIMENTAL STUDY ON THERMOGRAPHIC PHOSPHORS

LI Fei, YU Xilong, LIN Xin, ZHANG Shaohua, CHANG Xinyu

Key Laboratory of High Temperature Gas Dynamics, Institute of Mechanics, C A S, No.15 Beisihuanxi Road, Beijing 100190, China

Abstract: Thermal protection of scramjet requires the dynamic measurement of temperature distribution. Conventional methods, such as thermocouple, could not meet this requirement. Thus, some other new technology is needed. Thermographic phosphor is a novel and accurate diagnostic for 2-D wall temperature in despite of its partly intrusive characteristic. ZnS:Ag phosphor is studied in current work. Spectra at various temperatures were measured using 365nm excited wavelength. It showed that the emission ratio of two wavelengths, 458nm and 497nm, could be used to deduce temperature. Primary phosphor-thermometry system was constructed using two narrow-band filters centered at 458 and 497nm, one 1x4 imaging fiber and one CCD.

The relationship between phosphorescence intensity/ratio and temperature was calibrated in a muffle furnace at 300-770K temperature range. A verification experiment was implemented, and the temperature distribution of a steel-sheet was measured. Advancing this technology can benefit our future investigation about scramjet thermal-protection and surface temperature measure of a model in high enthalpy tunnel.

Key words: thermographic phosphor, Scramjet, temperature distribution