

Západočeská univerzita v Plzni
Fakulta aplikovaných věd

MĚŘENÍ SPEKTRÁLNÍ EMISIVITY
VYSOKOTEPLOTNÍCH POVLAKŮ

Ing. Petra Vacíková

disertační práce

k získání akademického titulu doktor
v oboru Fyzika plazmatu a tenkých vrstev

Školitel: doc. Ing. Milan Honner, Ph.D.

Katedra: Katedra fyziky

Plzeň 2013

University of West Bohemia in Pilsen
Faculty of Applied Sciences

**MEASUREMENT OF SPECTRAL EMISSIVITY
OF HIGH-TEMPERATURE COATINGS**

Ing. Petra Vacíková

doctoral thesis
to obtain academic title doctor
in the field Plasma Physics and Physics of Thin Films

Supervisor: doc. Ing. Milan Honner, Ph.D.
Department: Department of Physics

Pilsen 2013

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě disertační práci zpracovanou na závěr studia na Fakultě aplikovaných věd Západočeské univerzity v Plzni ve spolupráci s odborem Termomechanika technologických procesů vysokoškolského ústavu Nové technologie - výzkumné centrum. Disertační práce byla řešena v rámci projektu Ministerstva průmyslu a obchodu ČR FR-TI1/273 a s využitím přístrojové techniky projektu CENTEM s registračním číslem CZ.1.05/2.1.00/03.0088, který je spolufinancován z ERDF v rámci programu MŠMT OP VaVpI.

Prohlašuji, že jsem předloženou disertační práci vypracovala samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, jejichž úplný seznam je její součástí.

V Plzni 20.3.2013

.....

Ing. Petra Vacíková

Poděkování

Na tomto místě bych ráda poděkovala doc. Ing. M. Honnerovi, Ph.D. za vedení práce, rady a zkušenosti, které mi pomohly při přípravě disertace. Děkuji rovněž vedoucímu Katedry fyziky Prof. RNDr. J. Vlčkovi, CSc. za všestrannou podporu během mého studia.

Díky patří také všem kolegům, zejména Ing. J. Martanovi, Ph.D., kteří mi byli nápomocni při řešení mnoha problémů a přispěli k tomu, že vznikla tato práce.

V neposlední řadě chci poděkovat svým rodičům za jejich velkou podporu během celého mého studia.

V Plzni 20.3.2013

OBSAH

Přehled značení	7
1 Úvod	9
2 Současný stav problematiky	11
2.1 Emisivita a její závislosti	11
2.2 Přehled metod měření emisivity	15
2.2.1 Kalorimetrické metody	15
2.2.2 Nepřímé metody	17
2.2.3 Přímé radiometrické metody	19
2.3 Metody měření spektrální směrové emisivity	20
2.3.1 Experimentální uspořádání metod	20
2.3.2 Referenční zdroje záření	22
2.3.3 Systém uchycení a ohřevu vzorků	23
2.3.4 Detekční systémy	27
2.3.5 Metody stanovení povrchové teploty	27
2.3.6 Měřené materiály	30
2.3.7 Vyhodnocení emisivity	31
3 Cíl disertační práce	37
4 Metody zpracování	38
4.1 Přehled činností	38
4.2 Detekční systém	41
4.2.1 Technické prostředky	41
4.2.2 Parametry detekčního systému	42
4.3 Referenční zdroj záření	43
4.3.1 Technické prostředky	43
4.3.2 Kalibrace referenčního zdroje záření	44
4.4 Metody stanovení povrchové teploty	49
4.4.1 Technické prostředky	49
4.4.2 Kalibrace termovizního systému	53
4.4.3 Výběr referenčního povlaku	59
4.4.4 Efektivní emisivita referenčních povlaků pro infradetektor	61
4.5 Systém uchycení a ohřevu vzorků	65

4.5.1	Technické prostředky	65
4.5.2	Optimalizace laserového ohřevu	70
4.6	Optická dráha.....	76
4.6.1	Apertury.....	77
4.6.2	Otočné parabolické zrcadlo	82
4.6.3	Velikost a poloha oblasti detekované spektrometrem	84
4.6.4	Motorizovaná clonka.....	87
4.6.5	Zakrytování optické dráhy.....	88
4.7	Metody měření a vyhodnocení emisivity.....	89
4.7.1	Vyhodnocení normálové spektrální emisivity povlaků přímou metodou	89
4.7.2	Vyhodnocení normálové spektrální emisivity povlaků využitím kalibrace měřicí aparatury	91
4.7.3	Výběr metody kalibrace měřicí aparatury	92
4.7.4	Ověření časové stability kalibrační procedury	97
4.7.5	Výběr metody vyhodnocení normálové spektrální emisivity.....	98
4.8	Nejistota normálové spektrální emisivity	101
4.8.1	Metoda výpočtu nejistoty normálové spektrální emisivity	101
4.8.2	Dílčí absolutní nejistoty normálové spektrální emisivity.....	103
4.8.3	Absolutní celková nejistota normálové spektrální emisivity	111
4.9	Použité postupy měření ve výzkumu povlaků	113
4.9.1	Ověření výsledků metody.....	113
4.9.2	Využití metody ve výzkumu vysokoteplotních povlaků.....	115
5	Výsledky.....	117
5.1	Měřicí aparatura.....	117
5.2	Metoda měření a vyhodnocení emisivity.....	121
5.3	Možnosti použití metody	125
5.4	Ověření výsledků metody	129
5.5	Využití metody ve výzkumu vysokoteplotních povlaků	130
6	Závěr.....	133
	Shrnutí	135
	Resumé.....	136
	Literatura	137
	Publikace autora.....	147

Přehled značení

Značení veličin

$\alpha_{\lambda, \theta, \varphi}$... spektrální směrová pohltivost (-)
ε resp. ε_{λ}	... celková hemisférická resp. spektrální hemisférická emisivita (-)
$\varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}$... celková směrová emisivita bez uvažování azimutální symetrie (-)
ε_b	... pásmová emisivita v operačním pásmu vlnových délek přístroje (-)
ε_n resp. $\varepsilon_{\lambda, n}$... celková resp. spektrální emisivita ve směru normály k povrchu (-)
$\varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}$... spektrální směrová emisivita bez uvažování azimutální symetrie (-)
ε_0	... celková hemisférická emisivita okolí (-)
$\hat{\varepsilon}$... efektivní emisivita v operačním pásmu vlnových délek přístroje (-)
$\hat{\varepsilon}^b$... efektivní emisivita laboratorního černého tělesa (-)
$\tilde{I}(x)$... detektorový komplexní signál s Fourierovou transformací na rozdíl optické dráhy x
φ	... normální fáze odezvy přístroje pro radianci ze zdroje
φ^0	... anomální fáze odezvy přístroje pro jeho vlastní radianci
κ	... tepelná vodivost ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
λ	... vlnová délka elektromagnetického záření (m)
λ_{max}	... vlnová délka maximální spektrální intenzity vyzařování při dané teplotě (m)
$\mu(x_i)$... absolutní kombinovaná standardní nejistota veličiny x_i
$\rho_{\lambda, \theta, \varphi}$... spektrální směrová odrazivost (-)
$\hat{\rho}^b$... efektivní odrazivost v operačním pásmu vlnových délek přístroje (-)
$\tau_{\lambda, \theta, \varphi}$... spektrální směrová propustnost (-)
$\xi(y_i)$... relativní kombinovaná standardní nejistota veličiny y_i (-)
ζ	... měrný elektrický odpor ($\Omega\cdot\text{m}$)
A	... plocha reálného tělesa (m^2)
A^B	... plocha otvoru kavity černého tělesa (m^2)
c	... měrná tepelná kapacita ($\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
d	... tloušťka (m)
D	... průměr (m)
F^{B-D}	... koeficient ozáření mezi černým tělesem a detektorem (-)
F^C	... koeficient ozáření mezi reálným tělesem a okolím (-)
F^D	... koeficient ozáření mezi reálným tělesem a detektorem (-)
I	... elektrický proud (A)
L resp. L^B	... radiance reálného resp. ideálního černého tělesa ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{sr}^{-1}$)
L^a_{λ}	... spektrální radiance spektrometru ($\text{W}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{sr}^{-1}$)
L^b	... radiance laboratorního černého tělesa ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{sr}^{-1}$)
L^b_{λ}	... spektrální radiance laboratorního černého tělesa ($\text{W}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{sr}^{-1}$)
L^C_{λ}	... spektrální radiance okolí ($\text{W}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{sr}^{-1}$)
L^o_{λ}	... spektrální radiance okolních objektů ($\text{W}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{sr}^{-1}$)
L_{λ} resp. L^B_{λ}	... spektrální radiance reálného resp. ideálního černého tělesa ($\text{W}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{sr}^{-1}$)
m	... hmotnost (kg)

PŘEHLED ZNAČENÍ

M resp. M^B	... intenzita vyzařování reálného resp. ideálního černého tělesa ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$)
M_λ resp. M_λ^B	... spektrální hustota intenzity vyzařování reálného resp. ideálního černého tělesa ($\text{W}\cdot\text{m}^{-3}$)
M^b	... intenzita vyzařování laboratorního černého tělesa ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$)
M_λ^b	... spektrální hustota intenzity vyzařování laboratorního černého tělesa ($\text{W}\cdot\text{m}^{-3}$)
P	... výkon (W)
q	... tepelný tok ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$)
R	... responzní funkce detekčního systému
s	... směrodatná odchylka
S_λ	... spektrální propustnost optiky přístroje (-)
T	... termodynamická teplota tělesa (K)
t	... čas (s)
T_0	... efektivní teplota okolí (K)
T^b	... skutečná teplota laboratorního černého tělesa (K)
T_{ref}	... referenční teplota ideálního černého tělesa (K)
T_s^b	... nastavená teplota laboratorního černého tělesa (K)
U	... elektrické napětí (V)
V_λ^b	... spektrální signál odpovídající radianci laboratorního černého tělesa (arb. j.)
V_λ resp. V_λ^B	... spektrální signál odpovídající radianci reálného resp. ideálního černého tělesa (V)

Konstanty

σ	... Stefanova – Boltzmannova konstanta, $\sigma = 5.6704 \cdot 10^{-8} \text{ (W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-4})$
B	... konstanta vyjadřující ztrátu tepla z povrchu reálného tělesa vedením a prouděním

Seznam zkratek

<i>arb . j</i>	... Arbitrární jednotka
<i>cond.</i>	... Přenos tepla vedením
<i>conv.</i>	... Přenos tepla prouděním
<i>ČMI</i>	... Český metrologický institut
<i>FTIR</i>	... infračervený spektrometr s Fourierovou transformací
<i>LNE</i>	... Laboratoire National d'Essais, Paris
<i>max</i>	... maximum
<i>NIST</i>	... National Institute of Standards and Technology
<i>OS</i>	... Signál objektu
<i>rad.</i>	... Přenos tepla sáláním

1 Úvod

Povlaky určené pro aplikace ve vysokoteplotních technologiích využívající přenos tepla záření jsou cílem současného výzkumu, protože nabízejí nové možnosti ve zvýšení účinnosti anebo spolehlivosti zařízení. Jedná se o aplikace v průmyslových pecích, spalovacích komorách nebo výměnících tepla. Povlaky nanesené na teplosměnné povrchy těchto zařízení musejí mít takové funkční vlastnosti, které zajistí v první řadě žádané zvýšení nebo snížení emise nebo pohlcení tepelného záření, ale budou přitom splňovat i další požadavky. Mezi tyto požadavky je možné řadit vysokou nebo naopak nízkou tepelnou vodivost, mechanickou odolnost proti proudícím médiím, odolnost proti vysokým teplotám a tepelným rázům, chemickou odolnost v prostředí spalin, apod.

Na výzkum a vývoj v této oblasti byl zaměřen projekt FR-TI1/273 "Výzkum a vývoj vysoceemisivních kompozitních povlaků pro vysokoteplotní aplikace", který byl realizován v letech 2009-2012 za finanční podpory z prostředků státního rozpočtu České Republiky prostřednictvím Ministerstva průmyslu a obchodu. Cílem toho projektu byl vývoj nových povlaků s vysokou emisivitou pro použití ve vysokoteplotních podmínkách různých tepelných zařízení, jako jsou například průmyslové pece, spalovací komory nebo výměníky tepla pro dosažení vyšší energetické účinnosti a ekonomiky provozu. Přínos aplikace povlaku má být docílen intenzivnějším vyzářením nebo pohlcením tepelného záření při stejné teplotě stěny díky vyšší emisivitě povlaku v porovnání s emisivitou obvykle používaného materiálu stěny pece nebo emisivitou povrchu ohříváných trubek ve výměníku. V případě spalin je proces složitější a přínosem má být, že povlakem upravený vnitřní povrch stěny pece pohltí více tepelného záření ze spalin a současně ho v jiném spektrálním rozložení vyzáří více na ohřívanou vsázku. Dílčím cílem projektu byl i výzkum a vývoj nových laboratorních metod pro měření optických a tepelných vlastností povlaků (totální a spektrální emisivita) až do vysokých teplot a metod pro zátěžové testy životnosti, které byly vyžadovány vývojem vysokoteplotních vysoceemisivních povlaků.

V návaznosti na výše uvedený projekt byla ve spolupráci Katedry fyziky Fakulty aplikovaných věd a odboru Termomechanika technologických procesů, vysokoškolského ústavu Nové technologie - výzkumné centrum Západočeské univerzity v Plzni řešena disertační práce zaměřená na vývoj nové laboratorní metody pro měření spektrální emisivity povlaků v pásmu vlnových délek infračerveného záření v rozsahu teplot odpovídajícím podmínkám použití těchto vysokoteplotních povlaků. Na rozdíl od měření objemových vzorků, pro které jsou různé metody v zahraničí již řadu let standardně používány, měření povlaků vyžaduje stále hledání nových přístupů a řešení zejména pro ohřev vzorků a měření povrchové teploty.

Práce na vývoji nové metody začaly analýzou současného stavu metod používaných k měření emisivity ve světě. Na základě této analýzy a vyhodnocení vhodnosti jednotlivých metod pro měření spektrální emisivity vysokoteplotních povlaků se pak pozornost v prvním kroku zaměřila na stanovení celkového uspořádání metody a definici požadavků na dílčí vývojové úkoly související s realizací jednotlivých částí metody. Další kroky se pak soustředily na jednotlivé části metody jako např. ohřev vzorků, měření povrchové teploty, optimalizaci optické dráhy, způsob vyhodnocení emisivity nebo stanovení nejistoty měření. Postup řešení jednotlivých částí metody byl přitom ovlivňován technickým vybavením, které bylo pro účely práce v danou dobu k dispozici, a požadavky na výstupy měření, tj. nutnost použít i částečně dokončenou metodu pro analýzy vyvíjených povlaků.

Výsledkem práce je jednak funkční vzorek nového zařízení pro měření spektrální emisivity povlaků a to včetně metodiky měření a vyhodnocení výsledků a jednak ověření použitelnosti tohoto zařízení ve výzkumu a vývoji vysokoteplotních povlaků.

2 Současný stav problematiky

2.1 Emisivita a její závislosti

Emisivita ε je radiometrická relativní veličina, která popisuje vyzařovací schopnosti povrchu reálného tělesa. Vyjadřuje poměr radiance povrchu reálného tělesa k radianci ideálního černého tělesa na shodné teplotě a za stejných geometrických a spektrálních podmínek. V případě ideálního černého tělesa nabývá emisivita hodnoty $\varepsilon = 1$, pro reálná tělesa se pohybuje v rozmezí $\varepsilon \in (0, 1)$.

Emisivita reálných těles závisí na:

- materiálu (kov, dielektrikum, polovodič, plast atd.);
- vlastnostech povrchu (teplota, chemické složení);
- stavu povrchu (drsnot povrchu, stupeň oxidace, mikrostruktura);
- vlnové délce;
- směru vyzařování;
- stupni polarizace.

Emisivita může nabývat rozdílných hodnot v závislosti na tom, zda je rozlišováno vyzařování povrchu reálných těles na dané vlnové délce, v úzkém rozsahu vlnových délek či celém spektru, v určitém směru nebo do celého poloprostoru. Rozeznávají jsou proto následující vlastnosti emisivity: spektrální směrová emisivita, spektrální hemisférická emisivita, celková směrová emisivita, celková hemisférická emisivita a pásmová emisivita. Efektivní emisivita je vztažena k zařízením, která slouží k detekci výše uvedených emisivit. Efektivní emisivitou je také označována emisivita laboratorního černého tělesa.

Spektrální směrová emisivita

Směrová spektrální emisivita povrchu reálného tělesa je definována jako poměr spektrální radiance L_λ povrchu reálného tělesa na vlnové délce λ ve směru polárního úhlu θ a azimutálního úhlu φ ke spektrální radianci ideálního černého tělesa L_λ^B o stejné teplotě a vlnové délce

$$\varepsilon_{\lambda,\theta,\varphi}(\lambda,\theta,\varphi,T) = \frac{L_\lambda(\lambda,\theta,\varphi,T)}{L_\lambda^B(\lambda,T)}. \quad (1)$$

Tato veličina závisí na vlnové délce, směru vyzařování a teplotě měřeného povrchu. Jedná se o základní veličinu tepelného záření, ze které mohou být odvozeny ostatní formy emisivity.

V případě, že měřený povrch je izotropní v azimutálním směru (opticky homogenní materiály s hladkým povrchem), a pro snímaný polární úhel platí, že $\theta \leq 15^\circ$ (úhel od normály), je spektrální směrová emisivita označována jako **spektrální normálová emisivita**

$$\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T) = \frac{L_\lambda(\lambda, \theta \leq 15^\circ, T)}{L_\lambda^B(\lambda, T)}. \quad (2)$$

Spektrální hemisférická emisivita

Spektrální hemisférická (poloprostorová) emisivita je definována jako poměr spektrální hustoty intenzity vyzařování reálného M_λ a ideálního černého tělesa M_λ^B o stejné teplotě a vlnové délce

$$\varepsilon_\lambda(\lambda, T) = \frac{M_\lambda(\lambda, T)}{M_\lambda^B(\lambda, T)}. \quad (3)$$

Tato veličina může být také vypočítána integrací spektrální směrové emisivity přes všechny směry vyzařování do hemisféry nad povrchem reálného tělesa

$$\varepsilon_\lambda(\lambda, T) = \int_{\varphi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi/2} \varepsilon_{\lambda,\theta,\varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) d\theta d\varphi. \quad (4)$$

Rovnice (4) udává vztah mezi spektrální hemisférickou a spektrální směrovou emisivitou reálného tělesa.

Hemisférická emisivita je průměrem přes všechny směry vyzařování povrchu vážené faktorem $\cos\theta$. V případě ideálně rozptylujícího povrchu reálného tělesa a uvažování azimutální izotropie povrchu je spektrální směrová emisivita nezávislá na směru záření a tedy platí, že $\varepsilon_\lambda = \varepsilon_{\lambda,\theta,\varphi}$.

Celková směrová emisivita

Celková (totální) směrová emisivita je definována poměrem radiance reálného tělesa L a radiance ideálního černého tělesa L^B na shodné teplotě

$$\varepsilon_{\theta,\varphi}(\theta, \varphi, T) = \frac{L(\theta, \varphi, T)}{L^B(T)} = \frac{\int_{\lambda=0}^{\infty} L_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T) d\lambda}{\int_{\lambda=0}^{\infty} L_\lambda^B(\lambda, T) d\lambda}, \quad (5)$$

kde spektrální hustota radiance ideálního černého tělesa L^B může být nahrazena vztahem

$$L^B(T) = \frac{\sigma T^4}{\pi} . \quad (6)$$

Celková směrová emisivita je vztažena ke spektrální směrové emisivitě integrací $\varepsilon_{\lambda,\theta,\varphi}$ přes všechny vlnové délky

$$\varepsilon_{\theta,\varphi}(\theta, \varphi, T) = \frac{\pi}{\sigma T^4} \int_{\lambda=0}^{\infty} \varepsilon_{\lambda,\theta,\varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) L_{\lambda}^B(\lambda, T) d\lambda . \quad (7)$$

Pro povrchy s azimutální symetrií a pro snímaný polární úhel $\theta \leq 15^\circ$ je celková emisivita ve směru normály k povrchu definována vztahem

$$\varepsilon_n(T) = \frac{L(\theta \leq 15^\circ, T)}{L^B(T)} = \frac{\int_{\lambda=0}^{\infty} L_{\lambda}(\lambda, \theta \leq 15^\circ, T) d\lambda}{\int_{\lambda=0}^{\infty} L_{\lambda}^B(\lambda, T) d\lambda} . \quad (8)$$

Celková hemisférická emisivita

Celková (totalní) hemisférická (poloprostorová) emisivita představuje vážený průměr přes všechny vlnové délky a směry vyzařování

$$\varepsilon(T) = \frac{M(T)}{M^B(T)} . \quad (9)$$

Pomocí známých hodnot spektrální směrové emisivity je tedy možné vypočítat celkovou hemisférickou emisivitu povrchu reálného tělesa integrací spektrální směrové emisivity přes všechny vlnové délky a směry vyzařování

$$\begin{aligned} \varepsilon(T) &= \int_{\varphi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi/2} \varepsilon_{\theta,\varphi}(\theta, \varphi, T) d\theta d\varphi \\ &= \frac{\pi}{\sigma T^4} \int_{\varphi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi/2} \left[\int_{\lambda=0}^{\infty} \varepsilon_{\lambda,\theta,\varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) L_{\lambda}^B(\lambda, T) d\lambda \right] d\theta d\varphi \end{aligned} \quad (10)$$

V případě, že povrch reálného tělesa je možné označit za izotropní v azimutálním směru, je možné vztah pro celkovou hemisférickou emisivitu přepsat do tvaru

$$\varepsilon(T) = \int_{\theta=0}^{\theta=\pi/2} \varepsilon(\theta, T) \sin 2\theta d\theta . \quad (11)$$

Pro stanovení celkových hodnot emisivit (směrové i hemisférické emisivity) obvykle postačuje provést integraci v pásmu vlnových délek $\lambda \in (0.5 \lambda_{max}, 5 \lambda_{max})$. V tomto rozsahu se nachází 95% celkové energie vyzářené povrchem tělesa. λ_{max} je vlnová délka

vyjadřující maximální spektrální intenzitu záření povrchu reálného tělesa a je určena Wienovým zákonem posunu.

Pásmová emisivita

Je dána poměrem intenzity vyzařování povrchu reálného tělesa a intenzity vyzařování ideálního černého tělesa na stejné teplotě v určitém pásmu vlnových délek. Vyjadřuje tedy vyzařovací schopnost zářiče ve spektrálním pásmu $\lambda \in (\lambda_1, \lambda_2)$. Matematicky je možné ji vyjádřit vztahem

$$\varepsilon_b(\lambda_1, \lambda_2, T) = \frac{M(\lambda_1, \lambda_2, T)}{M^B(\lambda_1, \lambda_2, T)}. \quad (12)$$

Obdobně jako celkovou hemisférickou emisivitu je možné i pásmovou emisivitu vypočítat integrací spektrální směrové emisivity pro všechny směry vyzařování, ale pouze v určitém pásmu vlnových délek

$$\varepsilon_b(\lambda_1, \lambda_2, T) = \frac{\pi}{\sigma T^4} \int_{\varphi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi/2} \left[\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) L_{\lambda}^B(\lambda, T) d\lambda \right] d\theta d\varphi. \quad (13)$$

Efektivní emisivita černého tělesa

Efektivní emisivita černého tělesa ε^b se vztahuje k laboratornímu černému tělesu. Udává rozdíly mezi radiačními charakteristikami laboratorního a ideálního černého tělesa, jedná se o skutečnou emisivitu laboratorního černého tělesa. Závisí na geometrickém tvaru, povrchové spektrální směrové emisivitě a rovnoměrnosti teploty kavity černého tělesa. V případě, že kavita laboratorního černého tělesa je neizotermická (reálné kavity jsou vždy neizotermické), je efektivní emisivita funkcí teploty (T_{ref}) vztážená k ideálnímu černému tělesu (rovnice 1). Může nabývat hodnot menších i větších než 1 v závislosti na T_{ref} [1].

Základní matematické definice jsou shodné s definicemi (1), (3), (5), (9), (12), veličiny vztahující se k reálnému tělesu $L_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T)$, $M_{\lambda}(\lambda, T)$, $L(\theta, \varphi, T)$, $M(T)$ a $M(\lambda_1, \lambda_2, T)$ jsou nahrazeny veličinami vztahujícími se k laboratornímu černému tělesu $L_{\lambda}^b(\lambda, \theta, \varphi, T)$, $M_{\lambda}^b(\lambda, T)$, $L^b(\theta, \varphi, T)$, $M^b(T)$ a $M^b(\lambda_1, \lambda_2, T)$.

Efektivní emisivita pro infradetektor

Efektivní emisivita pro infradetektor je váženým průměrem přes pásmo spektrální citlivosti přístroje. Platí-li, že relativní spektrální citlivost přístroje včetně spektrální propustnosti optiky S_{λ} je nenulová v pásmu vlnových délek přístroje $\lambda \in (\lambda_1, \lambda_2)$, pak efektivní emisivita je definována

$$\begin{aligned} \hat{\varepsilon}(\lambda_1, \lambda_2, T, S_\lambda) &= \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \varepsilon_\lambda(\lambda, T) L_\lambda^B(\lambda, T) S_\lambda d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_\lambda^B(\lambda, T) S_\lambda d\lambda} \\ &= \frac{\int_{\varphi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi/2} \left[\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) L_\lambda^B(\lambda, T) S_\lambda d\lambda \right] d\theta d\varphi}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_\lambda^B(\lambda, T) S_\lambda d\lambda} \end{aligned} \quad (14)$$

Pokud lze měřené těleso považovat za šedé těleso v pásmu spektrální citlivosti přístroje, pak $\hat{\varepsilon} = \varepsilon_\lambda$.

Podrobný popis emisivit a jejich vztahů k procesům záření je uveden například v [2-6].

2.2 Přehled metod měření emisivity

Metody měření emisivity je možné rozdělit na *kalorimetrické* a *radiometrické* nebo na *přímé* a *nepřímé*. Nepřímé metody jsou založené na měření jiné vlastnosti materiálu, pomocí které může být následně určena emisivita. Výběr vhodné metody závisí na několika faktorech, např. vlastnostech měřeného materiálu, požadovaném teplotním rozsahu, požadované měřené veličině či dostupnosti techniky. Měření mohou být směrové nebo hemisférické, spektrální nebo celkové emisivity; dále pak efektivní emisivity pro infradetektory.

2.2.1 Kalorimetrické metody

Princip kalorimetrických metod spočívá v zajištění definovaných podmínek ohřevu vzorku, případně chladnutí vzorku. Emisivita je vypočtena využitím bilančních rovnic tepelné rovnováhy. Vlastní měření může probíhat ve vakuu nebo za atmosférických podmínkách. Metody se obecně vyznačují měřením pouze celkové hemisférické emisivity či normálové emisivity na jedné vlnové délce, nepodávají tedy informaci o směrovém a spektrálním chování materiálu. V případě měření za atmosférických podmínek je nutná znalost tepelného toku ze vzorku způsobeného volným vedením. Výhodou těchto metod je především relativní jednoduchost.

Stacionární metoda využívá ohřev vzorku na požadovanou konstantní teplotu průchodem elektrického proudu přes vzorek či topné těleso [7, 8, 9], nebo laserovým paprskem dopadajícím na povrch vzorku [10]. V případě ohřevu vzorku průchodem

elektrického proudu je celková hemisférická emisivita vypočtena z rovnováhy mezi elektrickým ohřevem vzorku a tepelných ztrát z povrchu vzorku do okolí. Za předpokladu, že vzorek je umístěný ve vakuu a plocha komory je mnohem větší než povrch vzorku, je možné emisivitu stanovit

$$\varepsilon = \frac{\zeta \cdot I^2 - B(T - T_o)}{\sigma \cdot A(T^4 - T_o^4)}, \quad (15)$$

kde ζ je odpor materiálu vzorku nebo topného tělesa, I je žhavicí proud vzorku, ε a A resp. T je emisivita a plocha resp. teplota vzorku, T_o je teplota stěn komory, B je konstanta vyjadřující ztrátu tepla z povrchu vzorku vedením a prouděním a σ je Stefanova-Boltzmannova konstanta.

Při ohřevu vzorku laserovým paprskem je vyhodnocena normálová emisivita pro vlnovou délku laseru. Model pro výpočet emisivity vychází z aplikace rovnic přenosu tepla a započítává výkon laseru dodávaný do vzorku a geometrii experimentálního uspořádání.

Pulzní metoda [11-16] spočívá v pulzním ohřevu vzorku průchodem elektrického proudu ve velmi krátkém čase (~ 200 ms) a následném dosažení krátkého stacionárního stavu (~ 500 ms) na požadované teplotě. Emisivita je vypočtena z rovnováhy mezi dodávaným a vyzařovaným teplem použitím měřených veličin na základě Stefan-Boltzmannova zákona

$$\varepsilon = \frac{\Delta U \cdot I}{\sigma \cdot A(T^4 - T_o^4)}, \quad (16)$$

kde ΔU je pokles napětí průchodem přes vzorek, I je žhavicí proud vzorku, ε a A resp. T je emisivita a plocha resp. teplota vzorku, T_o je okolní teplota vzorku a σ je Stefan-Boltzmannova konstanta.

Metoda umožňuje stanovení teplotní závislosti (se zvyšující se stacionární teplotou) celkové hemisférické emisivity použitím série rychlých pulzních ohřevů.

Nestacionární metoda [17-21] využívá ohřevu vzorku na požadovanou ustálenou teplotu a jeho následné rychlé ochlazení. Ohřev vzorku může být zajištěn elektrickým odporem nebo vložením vzorku do pece, chladnutí vzorku je následně řešeno ukončením ohřevu nebo vyjmutím vzorku z pece do studeného prostředí. Emisivita je určena z průběhu chladnutí vzorku na základě zákona zachování tepelné energie (odvod tepla sáláním z povrchu vzorku je úměrný poklesu teploty vzorku).

Podmínkou využití této metody je v případě materiálů s nízkou tepelnou vodivostí znalost tepelné kapacity a tepelné vodivosti. Pro materiály s vysokou tepelnou vodivostí postačuje známá hodnota tepelné kapacity, emisivitu lze stanovit

$$\varepsilon = - \frac{m \cdot c \cdot \frac{dT}{dt}}{\sigma \cdot A (T^4 - T_o^4)}, \quad (17)$$

kde m je hmotnost a c a měrná tepelná kapacita vzorku.

2.2.2 Nepřímé metody

Nepřímé metody jsou založeny na měření spektrální směrové či spektrální hemisférické odrazivosti a propustnosti materiálů. V případě nepropustných materiálů je měřena pouze odrazivost povrchu. Emisivita je následně vypočtena podle Kirchhoffova zákona, který udává vztah mezi emitujícími a absorbujícími vlastnostmi materiálu

$$\alpha_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) = 1 - [\rho_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) + \tau_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T)], \quad (18)$$

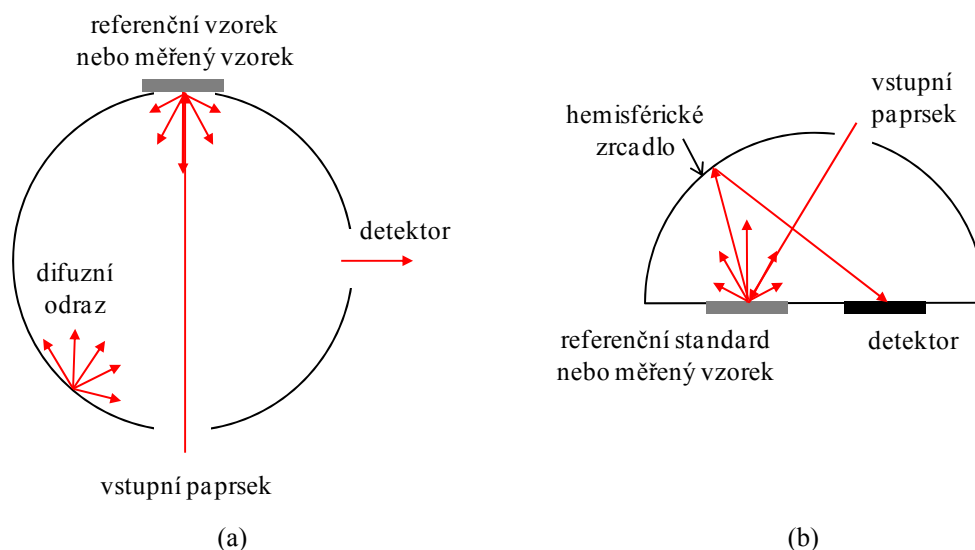
kde $\alpha_{\lambda, \theta, \varphi}$ je spektrální směrová pohltivost materiálu, $\rho_{\lambda, \theta, \varphi}$ resp. $\tau_{\lambda, \theta, \varphi}$ je spektrální směrová odrazivost resp. propustnost materiálu.

Kirchhoffův zákon je možné modifikovat v závislosti na měřené veličině. V případě termodynamické rovnováhy je pohlcená energie rovna vyzařované energii, množství pohlcené energie závisí na emisivitě materiálu.

Měření může probíhat za pokojové i zvýšené teploty vzorku využitím následujících technik:

- *Gonioreflektrometry* [22, 23]. Princip gonioreflektometrické techniky spočívá v dopadu záření na povrch vzorku z radičního zdroje pod pevným úhlem a detekci záření odraženého povrchem vzorku pod zvoleným úhlem (v polárním i azimutálním směru). Volba úhlu detekce je zajištěna pevnou pozicí vzorku a nastavením definované pozice detektoru. Gonioreflektrometry jsou postupně nahrazovány integrační sférou především z důvodu velké časové náročnosti měření a nižší přesnosti měření než při využití integrační sféry.
- *Integrační sféry*. Integrační sféra je nejčastěji používaným typem reflektometru. Vnitřní povrch sféry je opatřen povlakem (např. BaSO₄, Au), který zajišťuje vysokou jednotnou difúzní odrazivost sféry – blízkou Lambertovu odrazu. Podle konstrukce integrační sféry je možné měřit absolutní [24, 25] nebo relativní veličiny [24, 26, 27] v přímém [28-31] nebo nepřímém režimu [28, 32, 33]. V přímém režimu je vzorek ozařován přímo, detektor zachycuje záření odražené od povrchu

vzorku a sebrané integrační sférou. V nepřímém režimu nejprve dopadá záření na vnitřní povrch sféry, odkud je následně vzorek difúzně ozařován. Detektorem je tak zachyceno záření odražené přímo od povrchu vzorku. Relativní veličiny jsou měřeny proti referenci se známou difúzní odrazivostí, při měření absolutních veličin probíhá měření bez využití referenčního vzorku. Základní konfigurace integrační sféry pro měření relativní veličiny v přímém módu je uvedena na obr. 1a.



Obr. 1: *Nepřímé metody měření emisivity použitím (a) integrační sféry v přímém módu; (b) integračního zrcadlového reflektometru s hemisférickým zrcadlem.*

- *Integrační zrcadlové reflektometry* z důvodu vyšší odrazivosti a účinnosti v infračervené oblasti mohou nahradit integrační sféry. Používány jsou tři druhy integračních zrcadel – hemisférická [34-37], elipsoidní [34, 38] a paraboloidní [39]. Všechny integrační zrcadlové reflektometry pracují na shodném principu, bez rozdílu použitého zrcadla. Každé zrcadlo má dvě sdružená ohniska, v prvním je umístěný vzorek, ve druhém je umístěný detektor. Záření z radiálního zdroje dopadá na vzorek přes malý otvor v zrcadle. Veškeré záření odražené od povrchu vzorku je následně zrcadlem soustředěno na detektor. Směrová hemisférická odrazivost je stanovena postupným měřením vzorku a referenčního standardu. Princip integračního zrcadlového reflektometru s hemisférickým zrcadlem je uveden na obr. 1b. Nevýhody integračních zrcadlových reflektometrů spočívají v nižší citlivosti detektoru při dopadu záření pod velkým úhlem (kosinový efekt) a v použití detektoru s širokým zorným polem (obtížné zajištění paralelního svazku nebo malého průřezu odraženého záření pomocí zrcadla).

- *Černé reflektrometry.* Tento typ reflektometrů využívá černé okolí, do kterého je umístěn vzorek. Černým okolím může být černé těleso [40, 41] nebo schránka, jejíž vnitřní povrch má celkovou hemisférickou emisivitu blízkou 1 [42]. Černé okolí je zároveň zdrojem záření. Vzorek je držen na konstantní nízké teplotě, teplota okolí je držena na konstantní homogenní vysoké teplotě nebo může definovaně kolísat blízko pokojové teploty. Detektorem umístěným vně černého okolí je měřena spektrální hemisférická odrazivost vzorku.
- *Polarimetrická laserová technika* [29, 43]. Laserová polarimetrie je založena na zaostření laserového paprsku na povrch vzorku a následném měření změny polarizace odraženého laserového paprsku od povrchu vzorku. Vyhodnocenou veličinou je spektrální normálová odrazivost na vlnové délce použitého laseru.

2.2.3 Přímé radiometrické metody

Přímé radiometrické metody vycházejí z fyzikální definice emisivity. Jsou založeny na porovnání radiance povrchu reálného tělesa a referenčního tělesa na shodné teplotě, shodným detektorem a za stejných geometrických a spektrálních podmínek.

Referenčním tělesem může být laboratorní černé těleso [44-53] (komerční nebo vyvinuté v měřicí laboratoři), popř. jiný zdroj záření se známou, vysokou normálovou spektrální emisivitou [48, 54]. Radianci referenčního tělesa je možné měřit současně s radiancí povrchu vzorku na shodné teplotě, nebo využít referenčního tělesa jako kalibračního zdroje záření pro kalibraci příslušného detektoru, kdy je následně měřeno pouze vyzařování vzorku na známé teplotě.

Přímé radiometrické metody umožňují měření spektrální směrové emisivity [47, 48, 50, 55, 56] či spektrální hemisférické emisivity [57, 58] v širokém rozsahu vlnových délek nebo v úzkém spektrálním intervalu, dále celkové [54, 59] resp. pásmové [60-63] směrové emisivity. Směrová emisivita je stanovena pod pevným či proměnným úhlem. Všechny měřené veličiny je možné určit v závislosti na teplotě měřeného povrchu od -60°C do 2700°C.

Měřená veličina dále závisí na použitém detektoru. Spektrální emisivita v širokém rozsahu vlnových délek je měřena spektrometry (disperzní [64-69] nebo s Fourierovou transformací), spektrální emisivita v úzkém spektrálním intervalu či pásmová emisivita je stanovena pomocí selektivních detektorů [44, 46, 70-72] (úzkopásmové a širokopásmové bezkontaktní termometry, interferenční filtry), celkovou emisivitu je možné měřit použitím úhrnných detektorů [54] (např. termočlávková baterie).

Nevýhodou přímých radiometrických metod je nutnost zajištění shodné teploty vzorku a referenčního tělesa a homogenní povrchové teploty v celé detekované oblasti

povrchu vzorku, přesné měření povrchové teploty vzorku a v případě nekovových vzorků nulový teplotní gradient napříč tloušťkou vzorku (z důvodu hloubky vycházejícího detekovaného záření).

2.3 Metody měření spektrální směrové emisivity

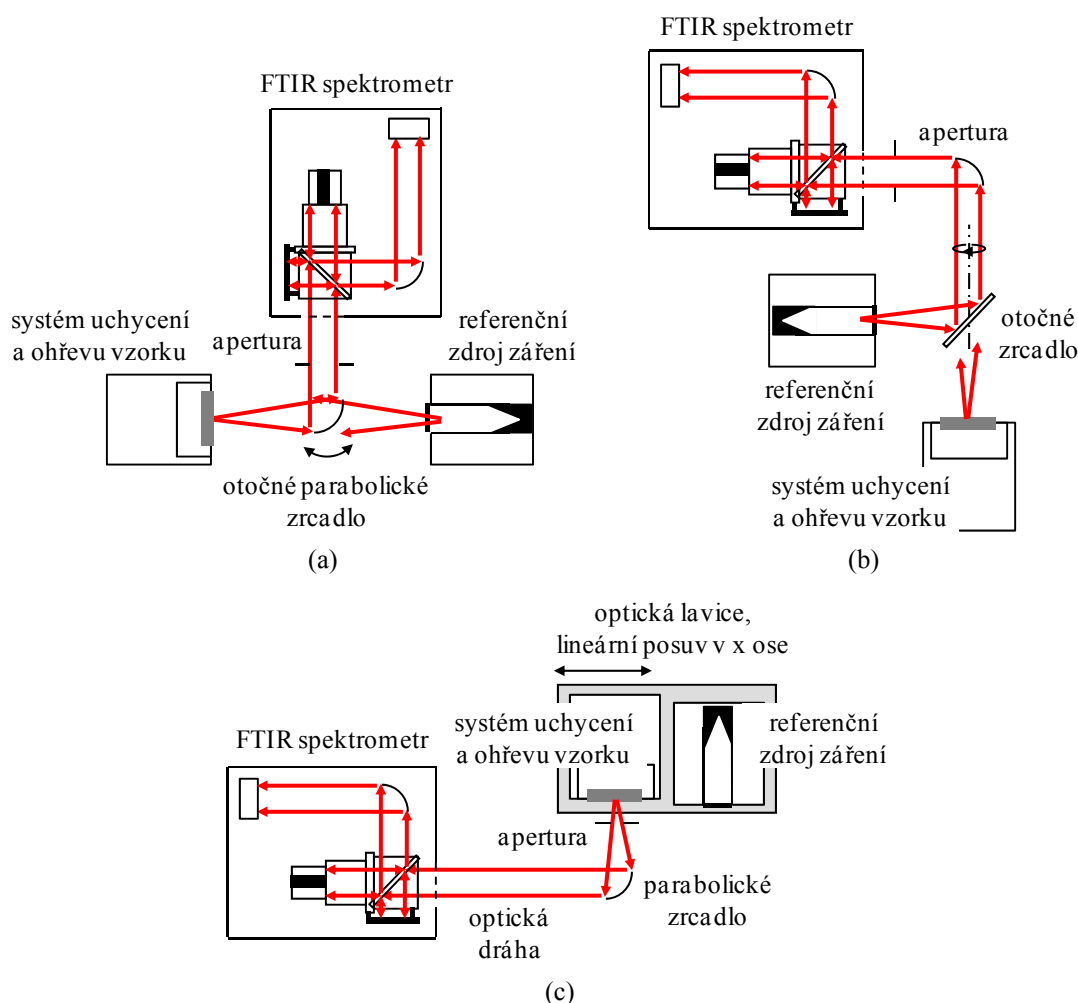
Podkapitola 2.3 je zaměřena na popis přímých radiometrických metod pro měření spektrální směrové emisivity. Uveden je přehled metod měření, popsána jsou rozdílná experimentální uspořádání, možné způsoby ohřevu měřených vzorků a stanovení jejich povrchové teploty.

2.3.1 Experimentální uspořádání metod

Měření spektrální směrové emisivity povrchu materiálů jsou prováděna využitím rozdílných experimentálních uspořádání. Koncepce uspořádání je dána materiálovým složením měřených vzorků, požadovaným rozsahem povrchových teplot vzorků a technickými možnostmi laboratorního pracoviště (použitý detekční systém, využití vakua či kontrolované atmosféry). Měřicí aparatury umožňují stanovit spektrální závislost směrové emisivity pod volitelným úhlem (0° až 80°), pevným úhlem od normály k povrchu, případně ve směru normály k povrchu.

Měřicí aparatury se skládají ze zdrojů záření – referenčního zdroje záření (může být i více) a měřeného vzorku, systému uchycení vzorku a ohřevu vzorku, systému stanovení povrchové teploty vzorku, detekčního systému (spektrometr) a optických komponent. Optické komponenty zahrnují zrcadla pro zajištění optické dráhy sbíraného záření, apertury pro vytyčení detekované oblasti povrchu vzorku, případně různá optická okna a čočky.

Referenční zdroj záření, měřený vzorek a detekční systém mohou být vůči sobě v rozdílném uspořádání (obr. 2). Nejčastějším uspořádáním je umístění zdrojů záření proti sobě [47-48, 50, 53, 55-56, 73-76] (obr. 2a), mezi oba zdroje je vloženo otočné zrcadlo (s krokovým motorem), které zajišťuje sběr záření střídavě z obou zdrojů. Dalšími možnostmi uspořádání je umístění radiačních zdrojů pod vzájemným úhlem 90° [45, 49, 77] (obr. 2b) nebo vedle sebe (obr. 2c). V případě vzájemné polohy pod úhlem 90° je střídavý sběr záření z obou zdrojů zajištěn otočným zrcadlem, při umístění zdrojů vedle sebe jsou zdroje uchyceny na optickou lavici [52, 78, 79] nebo lineární posuv v x-ové ose [51, 80]. Výběr požadovaného zdroje je poté umožněn pohybem zdrojů záření. Všechna tato uspořádání jsou optimalizována tak, že zajišťují shodnou optickou dráhu emitovaného záření ze všech použitých zdrojů.



Obr. 2: Rozdílná uspořádání měřicích aparatur (referenční zdroj záření, systém držáku a ohřevu vzorku, detekční systém) – zdroje záření (a) proti sobě; (b) pod vzájemným úhlem 90° ; (c) vedle sebe.

Měření spektrálního rozložení emisivity povrchu materiálu může probíhat ve vakuu nebo za atmosférických podmínek. Vakuované jsou celé měřicí aparatury (zdroje záření, systém uchycení vzorku a ohřevu vzorku, detekční systém, optická dráha emitovaného záření) [48, 49, 55, 75, 80], nebo jejich dílčí části [47, 50, 77, 78]. Nevakuované části měřicích aparatur (referenční zdroj záření, detekční systém) bývají čištěny N_2 . Výhoda využití vakuových systémů spočívá především v eliminaci atmosférických vlivů ve výsledném spektru vzorku (vodní páry a CO_2), snadnějším ohřevu vzorků do vysokých teplot (nad $1000^\circ C$) a dobré tepelné stabilitě systému. Při měření za atmosférických podmínek může být optická dráha záření uzavřena do optického boxu [52, 53, 56, 76, 79] nebo volně odkryta [45]. Optický box zajišťuje konstantní teplotu okolí (chlazení na konstantní, nejčastěji pokojovou teplotu) a zamezuje detekovat parazitické záření. Vnitřní povrchy vakuových komor a optických boxů bývají opatřeny černým povlakem s vysokou celkovou hemisférickou emisivitou pro potlačení násobných odrazů mezi povrchem měřeného vzorku a jeho okolím.

Některá experimentální uspořádání [48, 51] umožňují vykonávat měření buď s využitím vakuového systému, nebo v kontrolované atmosféře. Kontrolovaná atmosféra poskytuje možnost analýzy povrchu emisivity v závislosti na podmínkách okolí či studium vývoje stavu povrchu materiálu (např. oxidační proces).

2.3.2 Referenční zdroje záření

Nejčastěji využívanými referenčními zdroji záření pro měření spektrální směrové emisivity jsou laboratorní černá tělesa. Za vhodný referenční zdroj záření je možné považovat takové černé těleso, které se vyznačuje vysokou efektivní emisivitou kavity (ideálně nad 0.99) a rovnoměrným rozložením teploty kavity. Rozsah teplot černých těles musí odpovídat měřeným povrchovým teplotám vzorku. Černá tělesa používaná v přímých radiometrických metodách měření emisivity materiálu lze rozdělit do dvou základních skupin: samostatně stojící a integrovaná.

Samostatně stojící černá tělesa mohou být komerční nebo vyvinutá v měřicí laboratoři [47, 51, 81]. Měřicí aparatura může být vybavena jedním [45, 48, 52, 74, 76-79], dvěma [49, 53, 55, 56, 75, 80], popř. třemi [50] referenčními zdroji záření. Pokud je použito více černých těles, jsou uchycena na optické lavici nebo uspořádání aparatury umožňuje jejich výměnu. Používána jsou jak černá tělesa na jedné teplotě [55, 75, 77, 80], tak s možností volby teploty [47, 48, 50, 51, 55, 56, 75, 80, 82]. Konstrukce černých těles se liší průměrem, délkou a materiálem kavity, rozdílnými způsoby ohřevu kavity a regulací její teploty. Nejběžnější kavity černých těles jsou zhotoveny z keramiky [49, 78] či kovu [47, 55, 75, 82] (ocel, měď), pro zvýšení efektivní emisivity jsou často opatřeny černým povlakem s vysokou celkovou hemisférickou emisivitou [55, 75, 82] (např. Nippon Nova 500 Astroblack, Nextel Velvet). Efektivní emisivitu kavity lze také zvýšit mechanickou úpravou povrchu kavity (V drážky, mřížka) [47, 51]. Tvar kavity je nejčastěji válcový s kónusem na konci nebo čtvercového průřezu. Ohřev kavity na požadovanou homogenní konstantní teplotu je řešen elektricky nebo oběhem pracovní tekutiny [55, 75]. Teplota kavity je řízena odporovými teploměry nebo pyrometry [45, 50], popř. využitím Christiansenovy vlnové délky [49] (viz kapitola 2.3.5). Samostatně stojící černá tělesa se využívají pro sekvenční měření radiance vzorku a referenčního zdroje záření či pro stanovení emisivity využitím kalibrace měřicího systému.

Integrovaná černá tělesa jsou využívána zejména při vysokých teplotách, kdy měření a regulace teploty mohou být obtížné, a při krátkých vlnových délkách. Tato černá tělesa mohou být vytvořena přímo v objemu vzorku [56, 60] nebo vzorek může být vložen do kavity černého tělesa [45, 64, 83]. Využití integrovaných černých těles při měření spektrální směrové emisivity není časté.

2.3.3 Systém uchycení a ohřevu vzorků

Zvolený způsob ohřevu vzorků závisí na materiálu (elektrické a tepelné vodivosti vzorku) a požadovaném rozsahu povrchových teplot vzorku. Ohřev vzorků do vysokých teplot (až 2700°C) je možné zajistit použitím laseru [49, 77, 78], elektronového paprsku [84] nebo acetylenového hořáku [85], při požadavku nízkých povrchových teplot může být vzorek ohříván termostatickou kapalinou v kontaktu se vzorkem [55, 75]. Nízkoteplotní i vysokoteplotní spektrometrická měření emisivity umožňuje kontaktní [47-49, 51, 52, 80-82] nebo radiační [45, 50, 53, 74, 76] elektrický ohřev. V případě měření elektricky vodivých materiálů je možné vzorek ohřát průchodem elektrického proudu [46]. Podle typu zvoleného ohřevu se povrchová teplota vzorku pohybuje v rozmezí 0 až 2700°C.

Uchycení vzorků se liší pro jednotlivé měřicí aparatury a jsou přizpůsobeny použitému způsobu ohřevu. Umožňují uchytit vzorky rozdílných tloušťek (1 až 5 mm) kruhového, obdélníkového nebo čtvercového průřezu. Průměr kruhových vzorků se pohybuje od 10 do 250 mm, hrana vzorků ve tvaru čtverce od 8 do 25 mm. Některé způsoby uchycení vzorků umožňují uchytit vzorky rozdílného tvaru a tloušťky [48].

Systém uchycení a ohřevu vzorku je možné umístit do samostatné komory [47, 48, 56, 77, 81] (vakuum nebo kontrolovaná atmosféra, chlazená na konstantní teplotu, známá vysoká celková hemisférická emisivita vnitřní stěny komory) nebo opatřit radiačním štítem [45, 55, 75] pro zajištění kontroly vyzařování okolí a zamezení vzájemných odrazů mezi povrchem vzorku a jeho okolím.

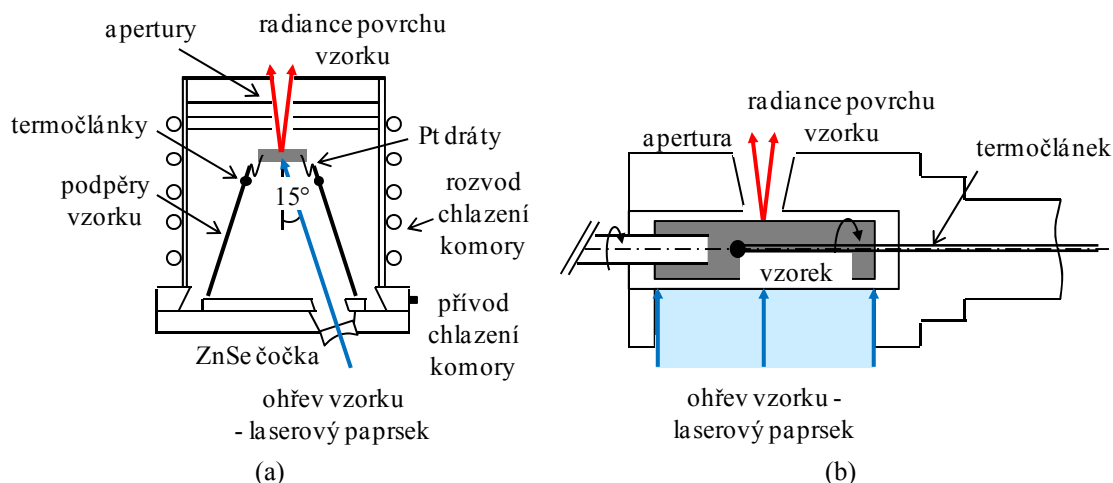
Systémy uchycení a ohřevu vzorků musí být konstruovány tak, aby povrchová teplota vzorku byla v měřené oblasti homogenní.

Vzhledem k rozmanitosti konstrukčních řešení systémů uchycení a ohřevu vzorků je dále uveden bližší popis konstrukčních celků pro rozdílné způsoby ohřevu vzorků.

Jeden ze systémů využívající *ohřev vzorku laserem* je zobrazen na obr. 3a a detailně popsán v [77]. Měřený vzorek je umístěn v samostatné vodou chlazené vakuované komoře, na jejíž dno jsou připevněny 4 podpěry. Vzorek je uchycený k horní části podpěr položením na hroty platinových drátů připevněným k podpěrám. Pro snížení záření emitovaného z horkých drátů jsou dráty umístěny blízko kraje vzorku. Pod zadní radiační stranou vzorku je na každé podpěře umístěn 1 termočlánek (ověření homogenity záření, detekce špatného zaměření paprsku laseru). Ohřev vzorku je zajištěn 50W CO₂ laserem o vlnové délce 10.6 μm. Laserový paprsek dopadá na zadní stranu vzorku přes ZnSe čočku umístěnou na dolní části komory vzorku. Pro snížení možného dopadu laserového záření do spektrometru laserový paprsek dopadá na zadní stranu vzorku pod úhlem 15° od normály. V horní části komory vzorku je umístěna série apertur pro definici zorného

2 SOUČASNÝ STAV PROBLEMATIKY

pole spektrometru na střed vzorku. Toto uspořádání umožňuje ohřev vzorků o průměru 38 mm a tloušťce 1 mm v rozsahu teplot 350 až 1700°C.

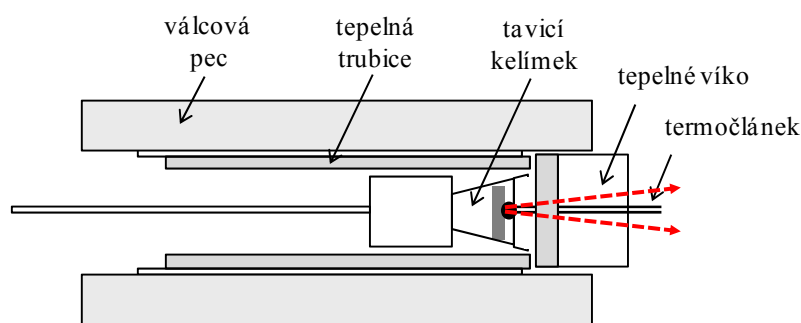


Obr. 3: Systémy uchycení a ohřevu vzorků – laserový ohřev pro (a) stacionární vzorek; (b) rotující vzorek.

Uspořádání zobrazené na obr. 3b a popsané v [49] využívá ohřev vzorku vysokovýkonným kontinuálním CO₂ laserem. Vzorek ve tvaru válce se otáčí kolem středové osy, část vzorku je vystavena laserovému paprsku, opačná část emituje záření detekované spektrometrem.

Výhodou laserového ohřevu je dosažení vysokých povrchových teplot vzorku bez ovlivnění detekovaného záření zářením ohříváče vzorku. Podmínkou využití laseru je pohltivost laserového záření měřeným materiálem na vlnové délce laseru a zaostření laserového paprsku na střed vzorku (teplotní gradient mezi středem a krajem vzorku).

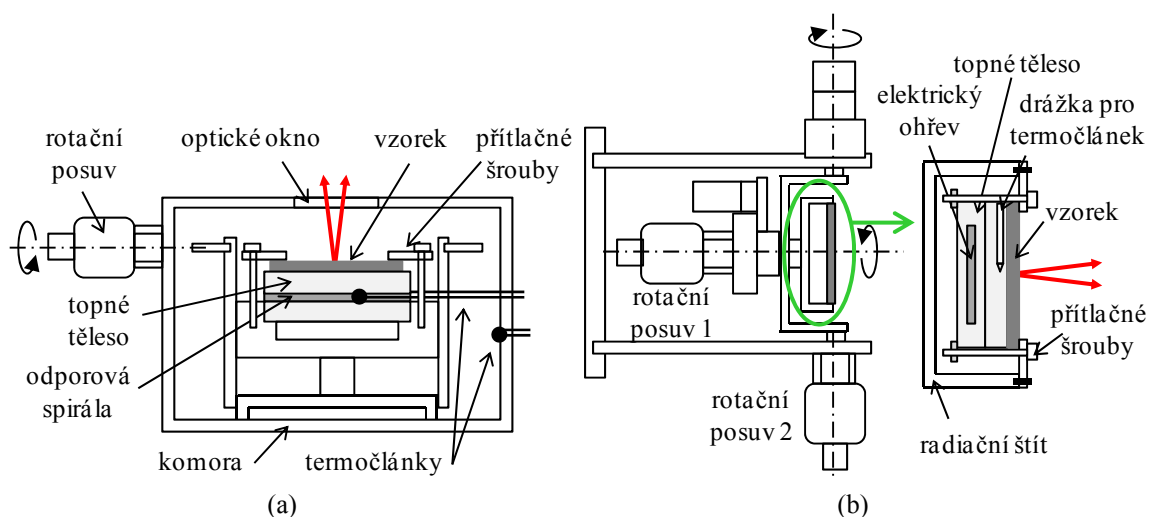
Jednou z možností *radiačního elektrického ohřevu* vzorku je použití topné pece [45]. Vzorek je vložen do tavicího kelímku (obr. 4) umístěného v tepelné trubici, která je ohřívána válcovou pecí. Čelo tepelné trubice a vzorku je v průběhu ohřevu zakryto tepelným víkem pro dosažení tepelné rovnováhy. Tepelné víko je vyrobené částečně z kovu a částečně ze žáruvzdorné cihly, kovová část je pokryta platinovou fólií (tepelný reflektor a ochrana před korozi). Měření vyzařování vzorku probíhá po odstranění tepelného víka. Výhodou tohoto uspořádání je umístění všech horkých povrchů pod tavicím kelímkem, tudíž nedochází k ovlivnění detekovaného záření zářením ohříváče vzorku.



Obr. 4: Příklad radičního elektrického ohřevu použitím topné válcové pece.

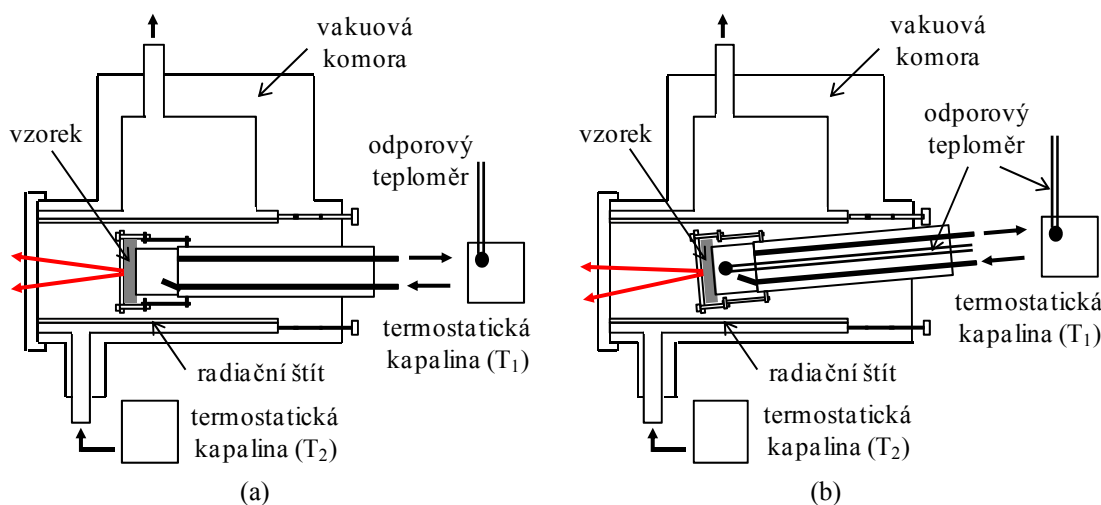
Kontaktní elektrický ohřev spočívá v přímém kontaktu měřeného vzorku s topným tělesem. Měřicí aparatura uvedená v [48] využívá k ohřevu vzorku odporovou spirálu vloženou mezi dva kovové pláty a přiloženou k zadní straně vzorku (obr. 5a). Vzorek je k topnému tělesu uchycen čtyřmi přitlačnými šrouby umístěnými po jeho obvodu. Teplota topného tělesa je měřena termočlánekem v kontaktu s odporovou spirálou a řízena PID regulátorem. Tento způsob ohřevu a uchycení vzorku umožňuje dosáhnout povrchové teploty vzorku až 770°C. Vzorek spolu s topným tělesem je poté uchycen k rotačnímu posuvu pro měření směrové spektrální emisivity. Celý systém uchycení a ohřevu vzorku je umístěn ve vodou chlazené komoře vyrobené z nerezové oceli. Vnitřní stěny komory jsou opatřeny povlakem s vysokou celkovou hemisférickou emisivitou, teplota vnitřní stěny je kontrolována termočlánekem. Komora umožňuje vložení rozdílných systémů uchycení vzorku pro vzorky rozdílného tvaru, velikosti a tloušťky. Pro měření vyzařování vzorku je možné plnit komoru rozdílnými plyny nebo využít vakuového systému. Průchod záření vzorku přes komoru je zajištěn použitím propustného optického okna.

Obdobný kontaktní elektrický ohřev a uchycení vzorku je používáno v [47]. Vzorek je použitím tepelně vodivé pasty a přitlačných cvoků uchycen k topnému tělesu, které je tvořeno dvěma měděnými pláty (obr. 5b). Do horního plátu je vyvrtána drážka pro měření teploty ohřivače použitím termočlánu, ve spodním plátu je umístěn elektrický ohřev (čtyři paralelně uspořádané cívky). Topné těleso se vzorkem je zakryto radičním štítem z nerezové oceli s nízkou emisivitou pro zajištění jednotného teplotního rozložení povrchu vzorku a pro snížení radiční výměny mezi stěnami na rozdílných teplotách. Přední strana vzorku je volně odkryta. Rotace vzorku ve dvou osách je umožněna připevněním systému uchycení vzorku na dva rotační posuvy (náklon vzorku pod azimutálním a polárním úhlem).



Obr. 5: Příklady systémů držáku vzorku a kontaktních elektrických ohřevů vzorku – (a) laboratoř Univerzity del País Vasco, Španělsko; (b) laboratoř Helmut - Schmidt University, Německo.

Zařízení umožňující ohřev vzorku termostatickou kapalinou je uvedeno v [55, 75]. Teplota vzorku je regulována kapalinou přivedenou k zadní straně vzorku. Teplota kapaliny je řízena oběhem termostatické lázně, jejíž teplota je kontrolována odporovým teploměrem. Povrch vzorku je obklopený termostatickým radiačním štítem s vysokou emisivitou umístěným nad vzorkem. Teplota štítu je stejně jako teplota vzorku řízena cirkulující termostatickou lázní. Celý systém uchycení a ohřevu vzorku je umístěný ve vakuové komoře, může umožňovat naklonění vzorku pod malým úhlem (5°) [75]. Tyto aparatury umožňují regulovat teplotu povrchu vzorku od pokojové teploty do 100°C . Systém uchycení vzorku a jeho ohřev termostatickou kapalinou je uveden na obr. 6a bez náklonu vzorku a na obr. 6b s náklonem vzorku.



Obr. 6: Systém uchycení vzorku a ohřevu termostatickou kapalinou – (a) bez náklonu vzorku; (b) s náklonem vzorku pod malým úhlem.

2.3.4 Detekční systémy

V metodách měření spektrální emisivity jsou jako detekční systémy používány spektrometry - disperzní nebo v současné době rozšířenější FTIR (Fourier Transform Infrared) spektrometry. FTIR spektrometry se vůči disperzním spektrometrům vyznačují především dobrým spektrálním rozlišením a přesností, vysokým výkonem, jednoduchou obsluhou, krátkým časem sběru dat v širokém spektrálním rozsahu a jednoduchou manipulací s daty. Měřený spektrální rozsah je omezený použitou optikou a vlastními detektory spektrometru, pohybuje se od 0.6 až do 1000 μm . Používané detektory mohou být nechlazené nebo chlazené tekutým dusíkem či heliem. Konkrétně jsou používány především MCT detektory [55, 56, 75, 77, 80], Si detektory [56, 80], pyroelektrické DTGS detektory [48, 50, 80-82] a InSb [80, 82] detektory. Podrobný soupis detektorů včetně rozsahu vlnových délek je uveden v [86]. Používané detekční systémy mohou být komerční (Perkin-Elmer, Bruker, Nicolet, Bomem) nebo vyvinuté v měřicí laboratoři [55, 75].

Podmínkou použití všech detekčních systémů pro záznam radiance povrchu materiálu je rozdílná teplota radiačního zdroje, detekčního systému a okolních objektů.

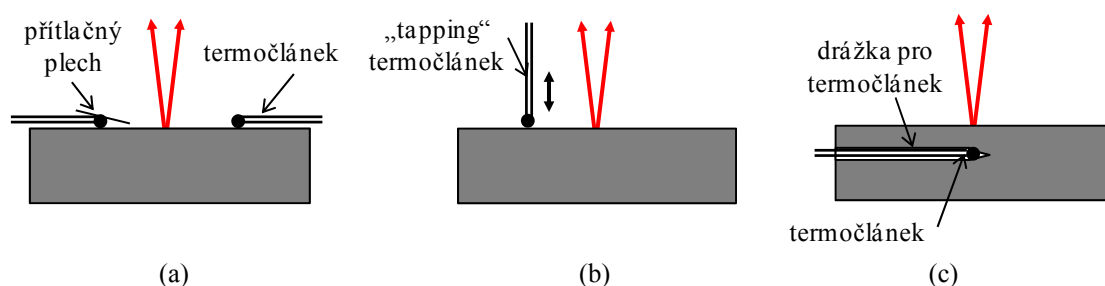
2.3.5 Metody stanovení povrchové teploty

Dle definice spektrální směrové emisivity (viz (1)) je tato veličina dána poměrem spektrální radiance reálného tělesa a ideálního černého tělesa o stejné teplotě a vlnové délce. Již malý rozdíl v povrchové teplotě reálného tělesa a radiační teplotě černého tělesa může způsobit chybu spektrální emisivity v řádu až několika desítek procent (dáno závislostí radiance povrchu reálného tělesa na čtvrté mocnině jeho teploty – viz vztahy (6,7)). Chyba v měření povrchové teploty 0.5°C při teplotě 100°C vede k chybě emisivity přibližně 1% [47]. Přesné stanovení povrchové teploty reálného tělesa je tedy důležité pro přesné měření radiačních vlastností povrchů.

Povrchovou teplotu měřeného vzorku je možné stanovit několika způsoby v závislosti na požadovaném rozsahu povrchových teplot, zvoleném způsobu ohřevu vzorku, uspořádání laboratorní aparatury a měřeném materiálu. Používány jsou kontaktní a bezkontaktní metody stanovení povrchové teploty či matematické modely.

Kontaktní metody spočívají v přímém kontaktu měřicího čidla (nejčastěji odporových teploměrů [74] nebo termočlánků [45, 48, 49, 80]) s měřeným vzorkem. Měřena může být teplota přední strany vzorku, teplota v objemu vzorku či teplota zadní strany vzorku. Teplotu přední strany vzorku je možné měřit kontinuálně (obr. 7a) jedním i více měřicími čidly pevně spojenými s měřeným povrchem [48, 74] nebo dynamicky (obr. 7b) opakovaným krátkým kontaktem měřicího čidla s povrchem vzorku („tapping“

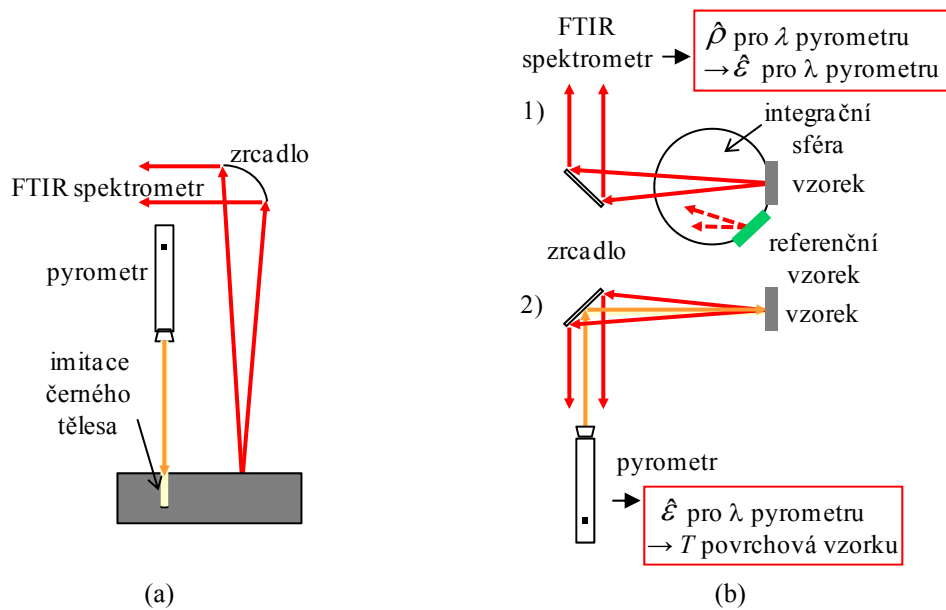
termočlánek) [45]. Způsob měření teploty přední strany povrchu vzorku musí být zajištěn tak, aby měřicí čidlo nezasahovalo do oblasti vzorku detekované měřicím systémem. Měření teploty v objemu vzorku [49, 80] je zajištěno umístěním měřicího čidla do drážky vytvořené v objemu vzorku (obr. 7c), vhodná je přesná definice pozice čidla. Povrchová teplota vzorku je poté považována za shodnou s měřenou teplotou (pro materiály s vysokou tepelnou vodivostí) [49, 80] nebo je stanovena matematickým modelem [49] na základě měřených teplot a rovnic tepelné rovnováhy na povrchu vzorku.



Obr. 7: Způsoby kontaktních metod měření teploty – (a) kontinuální měření teploty na povrchu vzorku; (b) dynamické měření teploty na povrchu vzorku; (c) kontinuální měření teploty v objemu vzorku.

Přímý dlouhodobý kontakt měřicího čidla a měřeného vzorku může ovlivňovat rozložení teploty vzorku a následně vést ke stanovení povrchové teploty s chybou v řádu až několik °C. Tomuto jevu lze předejít použitím termočláneků malých průměrů nebo dynamickým měřením povrchové teploty.

Bezkontaktní měření povrchové teploty je založeno na detekci vyzařování vzorku. Používány jsou bezdotykové měřicí senzory – pyrometry (jednobarvové i vícebarvové) [21, 50, 56, 77] a termovizní kamery [47, 48]. Termovizní kamera umožňuje na rozdíl od pyrometru kontrolovat homogenitu rozložení povrchové teploty. Tyto senzory neovlivňují měřenou teplotu, protože nejsou v kontaktu s měřeným povrchem. Pro správné stanovení povrchové teploty bezkontaktními metodami je nutná znalost emisivity měřeného materiálu pro vlnovou délku použitého měřicího senzoru. To lze řešit imitací černého tělesa v objemu vzorku [21, 56], zobrazeno na obr. 8a, použitím dvoubarvových pyrometrů [77] nebo měřením emisivity povrchu vzorku použitím jednobarvového pyrometru v kombinaci s integrační sférou (obr. 8b) a následném využití změřené hodnoty k měření povrchové teploty shodným senzorem při měření spektrální emisivity [50]. Pro polární dielektrické materiály (Al, Si, karbidy, nitridy) je možné teplotu stanovit optickým systémem na základě Christiansenovy vlnové délky [78, 87, 88] – vlnová délka, na které se materiál chová jako černé těleso a spektrometr je poté použit jako pyrometr.



Obr. 8: Příklady bezkontaktních metod měření teploty – využitím (a) pyrometru a imitace černého tělesa v objemu vzorku; (b) integrační sféry, FT spektrometru a jednobarvového pyrometru.

Matematické výpočty pro výpočet povrchové teploty vzorku vycházejí z rovnic tepelné rovnováhy na povrchu vzorku. Zahrnutý jsou tepelné toky z topného tělesa či média do vzorku (vedením, prouděním, sáláním) a tepelné ztráty z povrchu vzorku do okolí (sáláním, případně vedením a prouděním) v závislosti na podmínkách experimentu.

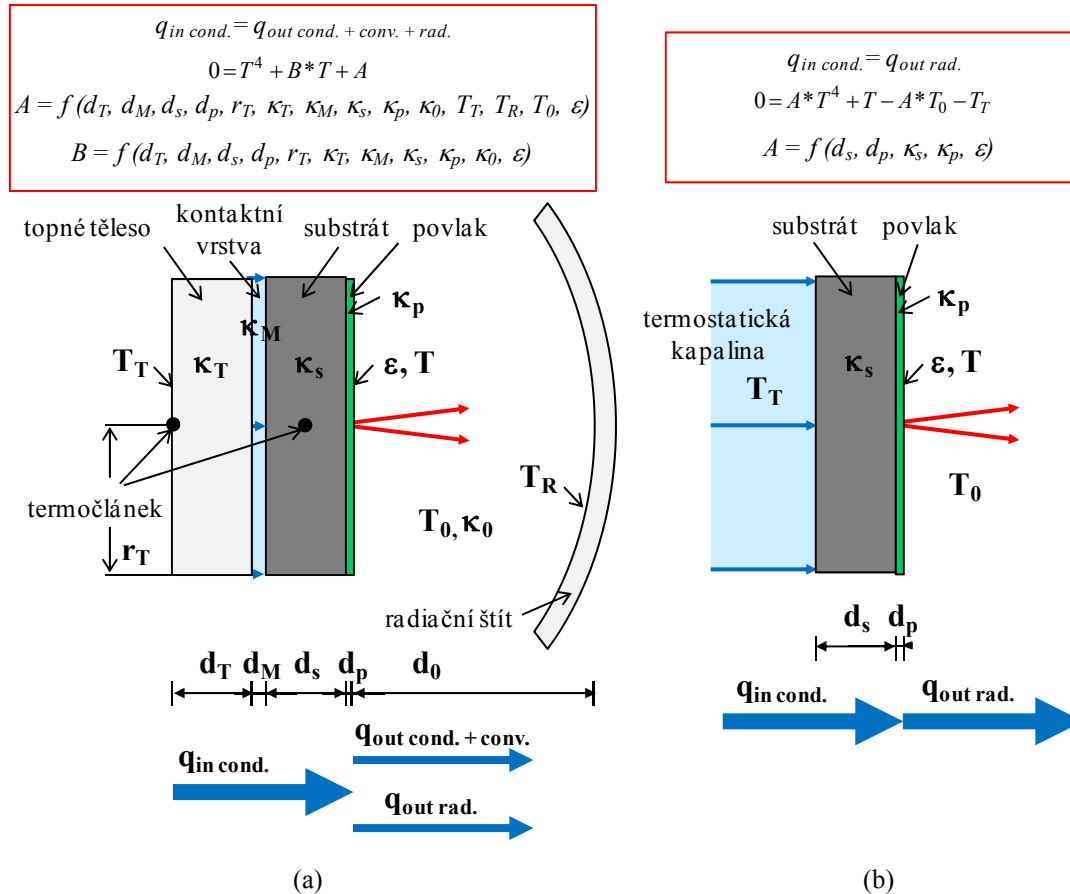
$$Q_{in\ cond.,\ conv.,\ rad.} = Q_{out\ cond.,\ conv.,\ rad.} \quad (19)$$

kde q_{in} značí tepelné toky do vzorku a q_{out} tepelné toky z povrchu vzorku.

V případě, že systém uchycení a ohřevu vzorku je umístěný ve vakuu, je možné tepelné ztráty z povrchu vzorku vedením a prouděním zanedbat.

Matematické modely pro výpočet povrchové teploty vzorku vyžadují znalost tepelné vodivosti a tloušťky měřeného vzorku, v případě měření povlaků tepelné vodivosti a tloušťky substrátu a měřeného povlaku, dále teploty topného tělesa či média, teploty okolí vzorku (okolního média, případně radiačního štítu) a celkovou hemisférickou emisivitu vzorku. Stanovena může být jedna hodnota povrchové teploty shodná pro celou plochu vzorku (předpoklad homogenního teplotního pole povrchu vzorku) [51, 55], nebo použitím matematické simulace vypočteno rozložení povrchové teploty na celé ploše vzorku (2D modely) [47]. Výhoda 2D modelů spočívá zejména u materiálů s nízkou tepelnou vodivostí ve znalosti homogenity teplotního pole povrchu vzorku a možnosti započítání případných teplotních odchylek v oblasti vzorku detekované měřicím systémem při měření směrové spektrální emisivity pod velkými polárními úhly (se zvyšujícím se úhlem vzorku se zvětšuje velikost detekované oblasti). Obr. 9a a 9b

zobrazují příklady matematických modelů pro výpočet povrchové teploty shodné pro celou plochu vzorku.



Obr. 9: Příklady matematických modelů pro výpočet povrchové teploty vzorku – pro ohřev vzorku (a) elektrickým topným tělesem přes kontaktní vrstvu; (b) termostatickou kapalinou.

2.3.6 Měřené materiály

Laboratorní aparatury umožňují stanovit spektrální směrovou emisivitu pro materiály rozdílných vlastností. Měření mohou být vzorky z materiálů nepropustných, částečně propustných nebo s vysokou propustností, objemové vzorky nebo vzorky připravené depozicí vrstvy či povlaku na libovolný substrát, vzorky v pevném či tekutém stavu. Měřením objemových nepropustných materiálů se zabývá [47-50, 82, 89, 90], měření jsou především kovové vzorky v pevném stavu (nerezové oceli, 99,8% čisté a komerčně dostupné železo, slitiny na bázi niklu a kobaltu, mosazi). Měřenými objemovými částečně propustnými materiály jsou zejména objemové keramiky (vysokoteplotní keramiky na bázi ZrB_2 -SiC [76], SiC materiály [50, 53], dielektrické oxidy (SiO_2 , Al_2O_3 , MgO) [49, 55, 78], krystalický safír, křemenné sklo nebo korund [77]). Aparatura pro měření vysocepropustných materiálů s nízkou tepelnou vodivostí (KBO_2) v pevném i tekutém stavu je uvedena v [45]. Měřené nepropustné nebo částečně propustné vrstvy a

povlaky nanesené na substrát mohou být např. komerční vysoceemisivní povlaky nanesené na kovových substrátech [75, 81], vrstva zirkonu stabilizovaného yttriem nanesená na kovový substrát [88] nebo SiO₂ vrstva nanesená na Al substrátu [79].

2.3.7 Vyhodnocení emisivity

Směrová spektrální emisivita je teoreticky dána poměrem radiance reálného a ideálního černého tělesa. Skutečnou veličinou, která je detekována měřicím systémem, je však signál vycházející z reálného tělesa a referenčního zdroje záření (laboratorní černé těleso, jiný zdroj záření se známou, ideálně vysokou emisivitou). Teoretický vztah (1) směrové spektrální emisivity je tedy přepsán do tvaru

$$\varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) = \frac{V_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T)}{V_{\lambda}^B(\lambda, T)}. \quad (20)$$

Detekovaný spektrální signál přitom závisí na radianci reálného tělesa a referenčního zdroje záření.

V případě, že signál vycházející z reálného tělesa a referenčního zdroje záření je měřen v krátkém časovém intervalu, může být emisivita stanovena rovnicí (20) [45, 49, 50, 52, 74, 76-79, 91]. Nevýhodou této metody je zejména velká časová náročnost měření způsobená ustalováním referenčního zdroje záření na teplotu shodnou s povrchovou teplotou reálného tělesa.

Časovou náročnost měření je možné snížit kalibrační procedurou detekčního systému a následným započítáním kalibračních křivek do vztahu pro výpočet radiance reálného tělesa (27), která je jednou z veličin pro stanovení směrové spektrální emisivity [47, 48, 53, 55, 56, 77, 78, 82].

Cílem *kalibrace detekčního systému* je stanovit parametry matematického modelu, který popisuje spektrum jako funkci signálu detekovaného FTIR spektrometrem. Detekovaný spektrální signál vnějšího zdroje (měřený vzorek nebo referenční zdroj záření) je závislý na responzní funkci zařízení (spektrální odezva FTIR spektrometru spojená s vlastnostmi optických a elektrických komponent) a radianci okolí (vlastní záření detekčního systému a záření okolních objektů).

Pro kalibraci FTIR spektrometrů se používají tři základní kalibrační metody: metoda lineární regrese, dvou-teplotní kalibrační metoda a multi-teplotní kalibrační metoda. Všechny metody předpokládají lineární odezvu detekčního systému na dopadajícím záření.

Metoda lineární regrese [92] spočívá v měření spektrálního signálu referenčního zdroje záření odpovídajícího radianci kavity ustálené na určitých teplotách a

matematickém výpočtu spektrálního vyzařování podle Planckova zákona na shodných teplotách. Proložením měřených a vypočtených hodnot rovnicí lineární regrese je ze směrnice této křivky určena responzní funkce a z průsečíku s osou y vlastní záření spektrometru. Tuto metodu lze uplatnit pouze v případě, že responzní funkce spektrometru a záření okolí jsou nezávislé na teplotě měřeného vzorku. Výhodou této metody je její vysoká přesnost, nevýhodou nutnost použít více černých těles v případě krátkých stabilizačních časů, popř. dlouhé stabilizační časy v případě použití jednoho černého tělesa.

Nejčastěji používanou metodou kalibrace je dvou-teplotní metoda, která spočívá v měření spektrálního signálu černého tělesa [47, 48, 55, 56, 75, 77, 78, 93, 94] na dvou rozdílných teplotách. Předpokladem je, že laboratorní černé těleso svými vlastnostmi odpovídá ideálnímu černému tělesu. Signál získaný při měření referenčního zdroje záření na teplotách T_1 a T_2 , pro které platí, že $T_2 > T_1$, je dán matematickým modelem ve tvaru

$$V_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) = \tilde{T}(x) = R_{\lambda}(\lambda) \cdot A^B \cdot F^{B-D} \left\{ L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) + L_{\lambda}^C(\lambda) \exp[i\varphi^0(\lambda)] \right\} \exp[i\varphi(\lambda)], \quad (21a)$$

$$V_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) = \tilde{T}(x) = R_{\lambda}(\lambda) \cdot A^B \cdot F^{B-D} \left\{ L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) + L_{\lambda}^C(\lambda) \exp[i\varphi^0(\lambda)] \right\} \exp[i\varphi(\lambda)], \quad (21b)$$

kde $V_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1)$ a $V_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2)$ je signál odpovídající radianci referenčního zdroje záření na teplotě T_1 resp. T_2 , $\tilde{T}(x)$ je komplexní signál detektoru s Fourierovou transformací na rozdíl optické dráhy x , $R_{\lambda}(\lambda)$ je spektrální odezva přístroje spojená s vlastnostmi optických a elektrických komponent, A^B je plocha otvoru kavity černého tělesa, F^{B-D} je koeficient ozáření mezi černým tělesem a detektorem, $L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1)$ a $L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2)$ je radiance ideálního černého tělesa daná Planckovým zákonem na teplotě T_1 resp. T_2 referenčního zdroje záření, $L_{\lambda}^C(\lambda)$ je radiance okolí, $\varphi^0(\lambda)$ je anomální fáze přístroje, $\varphi(\lambda)$ je normální fáze přístroje.

Za předpokladu, že spektrometr je během jednoho měření stabilní, anomální fáze $\varphi^0(\lambda)$ může být potlačena rozdílem komplexních rovnic (21a) a (21b)

$$V_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) - V_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) = R_{\lambda}(\lambda) \cdot A^B \cdot F^{B-D} \left[L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) - L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) \right] \exp[i\varphi(\lambda)]. \quad (22)$$

Responzní funkce a záření okolí jsou poté dány vztahy

$$R_{\lambda}(\lambda) = \frac{V_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) - V_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1)}{L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) - L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1)} \cdot \frac{1}{A^B \cdot F^{B-D}}, \quad (23)$$

$$\begin{aligned} L_{\lambda}^C(\lambda) \exp[i\varphi^0(\lambda)] &= L_{\lambda}^a(\lambda) \exp[i\varphi^0(\lambda)] + L_{\lambda}^o(\lambda) \exp[i\varphi^0(\lambda)] = \\ &= \frac{V_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) \exp[-i\varphi(\lambda)]}{R_{\lambda}(\lambda) \cdot A^B \cdot F^{B-D}} - L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) = \frac{V_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) \exp[-i\varphi(\lambda)]}{R_{\lambda}(\lambda) \cdot A^B \cdot F^{B-D}} - L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) \end{aligned} \quad (24)$$

kde $L^a_\lambda(\lambda)$ je spektrální radiance spektrometru a $L^0_\lambda(\lambda)$ je spektrální radiance okolních objektů.

Tato metoda se vyznačuje dobrou přesností při použití velkého teplotního kroku a snadným použitím, vyžaduje využití dvou černých těles nebo dlouhých stabilizačních časů při použití jednoho černého tělesa. Jedno černé těleso lze nahradit referenčním zdrojem záření v podobě šedého tělesa o známé emisivitě a nízké teplotě [48, 92].

Multi-teplotní metoda [53, 82] je metoda obdobná dvou-teplotní metodě, místo měření spektrálního signálu černého tělesa na dvou teplotách je měřen spektrální signál černého tělesa na několika teplotách. Responzní funkce a radiance okolí jsou spočteny použitím metody nejmenších čtverců.

Radiance reálného tělesa L_λ se skládá z vlastní radiance povrchu a radiance okolí, která se od povrchu odráží. Závisí na celkové hemisférické emisivitě měřeného povrchu $\varepsilon(T)$. Spektrální signál reálného tělesa je obdobně jako pro referenční zdroj záření (černé těleso) dán vztahem

$$V_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T) = \tilde{T}(x) = R_\lambda(\lambda) \cdot A \cdot F^D \left\{ L_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T) + L_\lambda^C(\lambda) \exp[i\varphi^0(\lambda)] \right\} \exp[i\varphi(\lambda)], \quad (25)$$

kde $V_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T)$ je spektrální signál odpovídající radianci reálného tělesa na známé teplotě T , A je plocha záření reálného tělesa, F^D je koeficient ozáření mezi reálným tělesem a detektorem přístroje, $L_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T)$ je spektrální radiance reálného tělesa.

Responzní funkce detekčního systému a radiance okolí jsou dány kalibrací, při použití dvou-teplotní kalibrační metody jsou vypočteny podle vztahů (23) a (24). Za předpokladu stejné optické dráhy při měření spektrálního signálu reálného tělesa a referenčního zdroje záření ($A^B \cdot F^{B-D} = A \cdot F^D$) a stability spektrometru v průběhu jednoho měření je možné anomální fázi $\varphi^0(\lambda)$ potlačit rozdílem komplexních rovnic (25) a (21a)

$$V_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T) - V_\lambda^{B1}(\lambda, T_1) = R_\lambda(\lambda) \cdot A \cdot F^D \left[L_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T) - L_\lambda^{B1}(\lambda, T_1) \right] \exp[i\varphi(\lambda)]. \quad (26)$$

Spektrální radiance reálného tělesa je poté vypočtena poměrováním rovnice (22) a (26) podle vztahu

$$L_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T) = Re \left[\frac{V_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T) - V_\lambda^{B1}(\lambda, T_1)}{V_\lambda^{B2}(\lambda, T_2) - V_\lambda^{B1}(\lambda, T_1)} \right] \left[L_\lambda^{B2}(\lambda, T_2) - L_\lambda^{B1}(\lambda, T_1) \right] + L_\lambda^{B1}(\lambda, T_1). \quad (27)$$

Rovnice (27) umožňuje stanovit radianci reálného tělesa měřením signálu $V_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T)$, $V_\lambda^{B1}(\lambda, T_1)$ a $V_\lambda^{B2}(\lambda, T_2)$, nevypovídá však o výsledné emisivitě měřeného povrchu. Pro nalezení vzájemného vztahu mezi spektrální radiancí reálného tělesa a

spektrální směrovou emisivitou povrchu slouží několik metod [94], které se liší podle způsobu započítání radiancí dopadajících na povrch a následně odrážejících se od povrchu reálného tělesa. Všechny níže uvedené metody předpokládají, že měřená tělesa jsou nepropustná a uzavřená v komoře, dále uvažují, že všechny povrchy zahrnuté do výpočtu jsou isotermické, vyzařují a odrážejí difúzně.

Komplexní metoda stanovení směrové spektrální emisivity (metoda násobných odrazů) započítává vlastní radianci tělesa dopadající na detektor, odraz radiance tělesa od okolí (část radiance tělesa dopadající do okolí tělesa, odražená od okolí tělesa a dopadající zpátky na těleso) a radianci okolí tělesa odraženou od jeho povrchu (radiance okolí dopadající na reálné těleso a odražená tělesem). Odrazy mezi reálným tělesem a okolím jsou několikanásobné [94]. Započítání všech násobných odrazů do výsledné emisivity je obtížné, proto je tato metoda v praxi používána pouze ojediněle.

Modifikací komplexní metody je *metoda jednoho odrazu* [48], která nezahrnuje násobné odrazy mezi reálným tělesem a okolím (schematicky zobrazeno na obr. 10b). Do radiance reálného tělesa je zahrnuta pouze vlastní radiance tělesa a jeden odraz radiance okolí od povrchu reálného tělesa. Za předpokladu, že reálné těleso je nepropustné, je radiance povrchu spočtena

$$L_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T) = \varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) \cdot L_{\lambda}^B(\lambda, T) + (1 - \varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T)) \cdot \varepsilon_0(T_0) \cdot L_{\lambda}^B(\lambda, T_0) \cdot F^C, \quad (28)$$

Směrová spektrální emisivita reálného tělesa vyjádřená ze vztahu (28) je poté dána vztahem

$$\varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) = \frac{L_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T) - \varepsilon_0(T_0) \cdot L_{\lambda}^B(\lambda, T_0) \cdot F^C}{L_{\lambda}^B(\lambda, T) - \varepsilon_0(T_0) \cdot L_{\lambda}^B(\lambda, T_0) \cdot F^C}, \quad (29)$$

kde $\varepsilon_0(T_0)$ je celková hemisférická emisivita okolí reálného tělesa, F^C koeficient ozáření mezi reálným tělesem a okolím, L_{λ}^B spektrální radiance ideálního černého tělesa daná Planckovým zákonem na teplotě reálného tělesa nebo teplotě okolí, $L_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T)$ spektrální radiance reálného tělesa. Za předpokladu, že okolí obklopuje celý vzorek, je možné veličinu F^C položit rovno 1.

Metoda černého okolí (blacksur metoda) [55, 56, 95] uvažuje, že celková hemisférická emisivita okolí se blíží hodnotě 1 ($\varepsilon_0(T_0) \sim 1$). Radiance okolí reálného tělesa tedy odpovídá radianci ideálně černého tělesa. Zahrnut je také předpoklad nepropustnosti reálného tělesa a jednoho odrazu radiance okolí od povrchu reálného tělesa (obr. 10c). Vztah (28) pro radianci reálného tělesa je tedy zjednodušen na vztah (30) a spektrální směrová emisivita je následně dána vztahem (31)

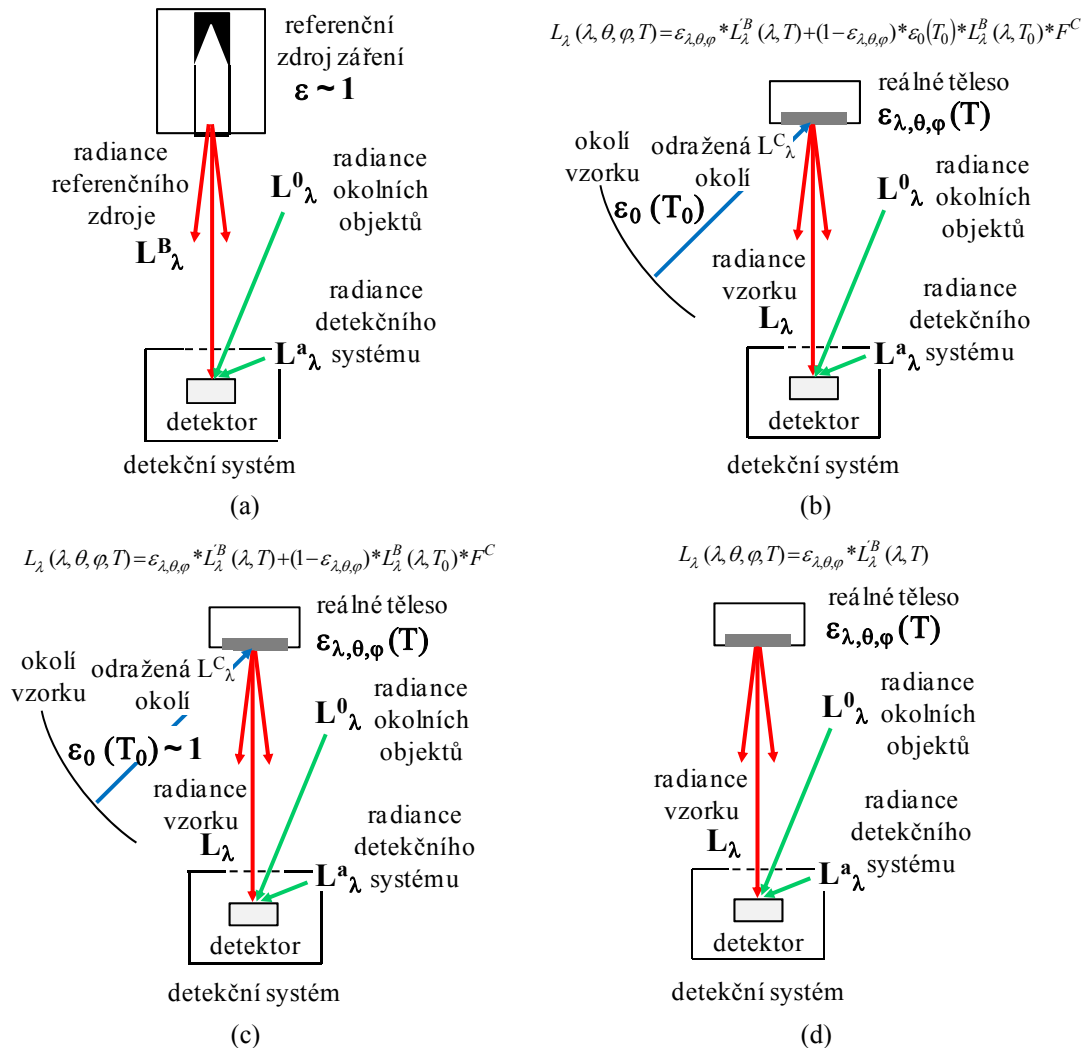
$$L_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T) = \varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) \cdot L_{\lambda}^B(\lambda, T) + (1 - \varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T)) \cdot L_{\lambda}^B(\lambda, T_0) \cdot F^C, \quad (30)$$

$$\varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) = \frac{L_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0) \cdot F^C}{L_{\lambda}^B(\lambda, T) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0) \cdot F^C}. \quad (31)$$

Nahrazením skutečné radiance reálného tělesa rovnicí (27) a dosazením dohoto vztahu do vztahu (31) je spektrální směrová emisivita rovna

$$\varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) = Re \left[\frac{V_{\lambda}(\lambda, \theta, \varphi, T) - V_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1)}{V_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) - V_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1)} \right] \cdot \frac{[L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) - L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1)]}{L_{\lambda}^B(\lambda, T) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0) \cdot F^C} + \frac{L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0) \cdot F^C}{L_{\lambda}^B(\lambda, T) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0) \cdot F^C}. \quad (32)$$

Za předpokladu, že okolí obklopuje celý vzorek, je možné veličinu F^C položit rovno 1.



Obr. 10: Schematické znázornění radiancí uvažovaných v jednotlivých metodách výpočtu emisivity – (a) vyzářování referenčního zdroje záření; vyzářování vzorku (b) metodou jednoho odrazu; (c) „blacksur“ metodou; (d) „nosur“ metodou.

Poslední metodou pro stanovení skutečné radiance je *metoda nosur* [96], která kromě hemisférické emisivity okolí $\varepsilon_0(T_0)$ zanedbává také odraz radiance okolí od povrchu reálného tělesa tzn., že do radiance reálného tělesa je započítána radiance okolí dopadající přímo na detektor spektrometru, vlastní radiance detekčního systému a vlastní radiance tělesa (obr. 10d). Radiance reálného tělesa je dána

$$L_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T) = \varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) \cdot L_\lambda^B(\lambda, T), \quad (33)$$

a spektrální směrová emisivita je poté vypočtena dle vztahu

$$\varepsilon_{\lambda, \theta, \varphi}(\lambda, \theta, \varphi, T) = \operatorname{Re} \left[\frac{V_\lambda(\lambda, \theta, \varphi, T) - V_\lambda^{BI}(\lambda, T_1)}{V_\lambda^{B2}(\lambda, T_2) - V_\lambda^{BI}(\lambda, T_1)} \right] \frac{[L_\lambda^{B2}(\lambda, T_2) - L_\lambda^{BI}(\lambda, T_1)]}{L_\lambda^B(\lambda, T)} + \frac{L_\lambda^{BI}(\lambda, T_1)}{L_\lambda^B(\lambda, T)}. \quad (34)$$

3 Cíl disertační práce

Cílem disertace je vývoj nové metody měření teplotní a spektrální závislosti emisivity vysoceemisivních vysokoteplotních povlaků pro energetiku pomocí FTIR spektrometru. Při vývoji metody je práce zaměřena především na zajištění vhodného ohřevu vzorků a měření jejich povrchové teploty. Po vyvinutí metody je práce zaměřena na fyzikální rozbor parametrů metody a aplikaci této metody pro studium vlastností povlaků. Jedná se zejména o následující úkoly:

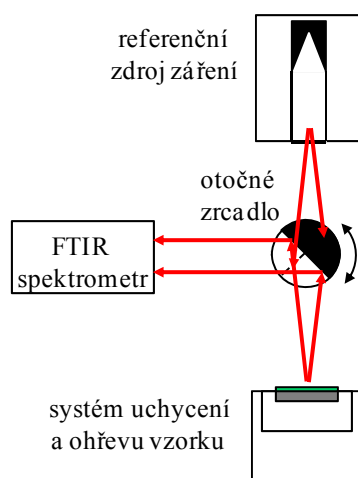
1. Návrh a ověření vhodné metody ohřevu vzorků s povlakem, který zajistí homogenitu teploty, časovou stabilitu a dostatečnou intenzitu pro dosažení vysokých povrchových teplot vzorku.
2. Návrh a ověření vhodné metody měření povrchové teploty na vzorcích s povlakem, který zajistí dostatečnou přesnost a možnost analyzovat i pásmovou emisivitu a časoprostorové změny emisivity.
3. Teoretická a experimentální analýza nejistoty metody měření normálové spektrální emisivity, objasnění vlivu jednotlivých fyzikálních parametrů a optimalizace experimentálního uspořádání metody.
4. Praktické ověření použitelnosti metody ztišování emisivity ve výzkumu vlastností vysoceemisivních vysokoteplotních povlaků pro energetiku.

4 Metody zpracování

Čtvrtá kapitola disertační práce představuje jednotlivé činnosti, které byly provedeny při vývoji metody pro měření normálové spektrální emisivity povlaků. Součástí kapitoly jsou také výsledky dílčích činností.

4.1 Přehled činností

Na základě analýzy současného stavu metod používaných k měření emisivity ve světě byla jako první krok řešení stanovena koncepce celkového uspořádání metody a definovány požadavky na dílčí vývojové úkoly související s realizací jednotlivých částí experimentálního uspořádání metody a postupů vyhodnocení emisivity. Zvoleno bylo uspořádání (viz obr. 11), v němž jsou referenční zdroj záření a ohříváný vzorek umístěny proti sobě. V polovině vzdálenosti mezi nimi je umístěno otočné zrcadlo, které umožňuje měnit optickou dráhu záření z referenčního zdroje a ze vzorku do externího portu spektrometru, který slouží k detekci spektrálního signálu radiance.



Obr. 11: Schéma výchozího uspořádání metody měření normálové spektrální emisivity povlaků.

V rámci vývoje metody měření emisivity byly následně řešeny tyto dílčí úkoly:

- volba detekčního systému (podrobnosti viz podkap. 4.2);
- volba referenčního zdroje záření a jeho kalibrace (podkap. 4.3);
- realizace vhodné metody měření povrchové teploty vzorků a její kalibrace (podkap. 4.4);
- realizace vhodné metody uchycení a vysokoteplotního ohřevu vzorků (podkap. 4.5);
- optimalizace optické dráhy záření z měřené oblasti na detektor (podkap. 4.6);

- realizace vhodné metody měření signálů a matematických postupů vyhodnocení emisivity (podkap. 4.7);
- analýza nejistoty výsledné spektrální emisivity povlaku (podkap. 4.8).

Postup řešení jednotlivých částí metody byl přitom ovlivňován technickým vybavením, které bylo pro účely práce v danou dobu k dispozici, a požadavky na výstupy měření, tj. nutnost použít i částečně dokončenou metodu pro analýzy vyvíjených povlaků.

Volba detekčního systému spočívala ve výběru vhodného FTIR spektrometru, specifikaci jeho uspořádání a parametrů měření pro prováděné emisní experimenty.

Volba referenčního zdroje záření a jeho kalibrace zahrnovala topnou desku a později laboratorní černé těleso, u kterého byla experimentálně zjišťována odchylka skutečné teploty ve středu kavity od nastavené hodnoty, homogenita teplotního pole kavity, časová stabilita teploty kavity v režimu ustálení a efektivní emisivita kavity.

Realizace vhodné metody měření povrchové teploty vzorků a její kalibrace spočívala nejdříve v teoretické a praktické analýze různých způsobů měření povrchové teploty (kontaktní, bezkontaktní, využití Christiansenovy vlnové délky). Všechny tři uvedené způsoby následně našly v metodě měření emisivity své uplatnění. Hlavní používanou metodou je přitom bezkontaktní metoda založená na kombinaci využití termovizní kamery a referenčního povlaku. Provedena byla kalibrace, která sestávala z ověření teplotních, úhlových, prostorových a časových charakteristik použitého termovizního systému. Referenční povlak byl vybrán z několika dostupných vysokoteplotních materiálů ve formě aerosolu. Na vzorcích těchto povlaků byla následně stanovena efektivní emisivita odpovídající použitému termoviznímu systému a způsobu měření vzorků (časový průběh teploty).

Realizace vhodné metody uchycení a vysokoteplotního ohřevu vzorků zahrnovala sestavení několika vývojových verzí konvenčního elektrického ohřevu (pec s topnými spirálami pro ohřev disků, kelímková pec pro ohřev disků a kelímková pec pro ohřev válečků, bloková pec), u nichž byly prakticky ověřovány jejich možnosti v ohřevu vzorků. Následně se pozornost výzkumu zaměřila na testy laserových systémů pro ohřev vzorku. Výsledkem je realizace laserového ohřevu zadní strany vzorků využívající výkonný vláknový laser v kombinaci se skenovací hlavou. U tohoto způsobu ohřevu byla potom provedena jeho optimalizace, která spočívala v nalezení vhodného časoprostorového pohybu paprsku po vzorku a použitého výkonu laserového zdroje pro dosažení maximální homogenity teplotního pole přední strany vzorku.

Optimalizace optické dráhy záření z měřené oblasti na detektor sestávala především z výběru vhodných optomechanických komponent a jejich přesného umístění do měřicí

aparatury. Jednalo se o apertury (poloha a průměr) a otočné zrcadlo (poloha a natočení), které definují oblasti na vzorku a v kavitě laboratorního černého tělesa (tj. referenčního zdroje záření), ze kterých dopadá záření na detektor spektrometru. Po provedené optimalizaci optické dráhy byla experimentálně stanovena poloha a velikost oblastí na povrchu vzorku měřené spektrometrem (místo sběru radiance), která je na vzorku vyznačena instalovanými trasovacími lasery. Další činnosti se pak zaměřily na zajištění bezpečnosti a snížení nejistoty použití vyvíjené měřicí metody, jednalo se o zakrytování optické dráhy, instalaci teplotních čidel a motorizované clonky.

Realizace vhodné metody měření signálů a matematických postupů vyhodnocení emisivity spočívala v naprogramování několika možných výpočtů výsledné spektrální emisivity povlaku z naměřených spektrálních signálů vzorku a laboratorního černého tělesa a jim příslušných postupů měření. Realizováno bylo vyhodnocení přímou metodou, základní a modifikovanou dvou-teplotní metodou využívající kalibrace měřicí aparatury a následné ověření časové stability kalibrační procedury.

Analýza nejistoty výsledné spektrální emisivity povlaku byla provedena pro výsledné experimentální uspořádání metody a postup vyhodnocení emisivity. Zahrnuje analýzu vlivu dílčích nejistot měřeného signálu, teploty vzorku a laboratorního černého tělesa, teploty okolí, efektivní emisivity laboratorního černého tělesa a celkové hemisférické emisivity okolí, které v sobě zahrnují další podnejistoty stanovení parametrů fyzikálních procesů účastnících se měření a vyhodnocení emisivity povlaku.

Výsledkem výše uvedených prací je funkční vzorek nového zařízení pro měření spektrální emisivity povlaků (viz podkap. 5.1) a to včetně metodiky měření a vyhodnocení výsledků (viz podkap. 5.2).

Postup ověření použitelnosti aparatury pro měření spektrální emisivity vysokoteplotních vysoceemisivních povlaků spočíval v následujících činnostech:

- měření normálové spektrální emisivity povlaku DupliColor 800°C v Laboratoire National d'Essais (LNE) ve Francii pro teploty 100°C, 300°C, 500°C a 600°C ve spektrálním rozsahu 1.5 až 15 μm pro vybrané vlnové délky;
- měření normálové spektrální emisivity povlaku DupliColor 800°C v ZČU pro teploty 400°C až 900°C s teplotním krokem 100°C ve spektrálním rozsahu až 1.37 μm – 28 μm ;
- porovnání výsledků emisivity měřené v LNE a ZČU ve shodném teplotním (500°C a 600°C) a spektrálním (1.67 μm až 15 μm) rozsahu.

Podrobnosti o použitých postupech měření jsou uvedeny v podkap. 4.9, výsledky pak v podkap. 5.5.

4.2 Detekční systém

4.2.1 Technické prostředky

Pro detekci spektrálního signálu odpovídajícímu radianci povrchu měřeného vzorku či radianci referenčního zdroje záření byl zvolen *FTIR spektrometr Nicolet 6700* společnosti Thermo Fisher Scientific (obr. 12a).



Obr. 12: *FTIR spektrometr Nicolet 6700* – (a) konfigurace; (b) vnitřní uspořádání.

Tento přístroj je vybaven dvěma vnitřními zdroji záření – jedním pro viditelnou oblast spektra a druhým pro infračervenou oblast spektra, k nim odpovídajícími detektory a děliči paprsku. Jejich vhodnou kombinací je možné měřit optické vlastnosti materiálů za pokojové teploty v rozsahu vlnových délek 0.37 μm až 28.5 μm . Referenční He-Ne laser umožňuje automatickou optimalizaci optické dráhy přístroje.

Tab. 1: *Technická specifikace FTIR spektrometru Nicolet 6700.*

Zdroje záření	wolfram – halogenový zdroj (0.36 – 5 μm) vzduchem chlazený EverGlo (1.04 – 500 μm)
Děliče paprsku	křemen (0.36 – 3.6 μm) Ge/KBr (1.28 – 28.5 μm)
Detektory	Si/Quartz (0.37 – 1.16 μm) DTGS/KBr (0.8 – 28.5 μm)
Rozsah vlnových délek	0.37 – 28.5 μm
Rychlost lineárního skenu	0.158 – 6.33 $\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$ (2.5 – 80 kHz) uživatelsky volitelné
Spektrální rozlišení	0.1 cm^{-1}
Přesnost vlnových délek	0.01 cm^{-1}
Referenční laser	He-Ne laser (vlnová délka 0.633 μm)

Spektrometr je dále vybaven vnitřním vyjímatelným zrcadlem a externím portem, které umožňují nahradit vnitřní zdroje záření vnějšími zdroji (vzorek a referenční zdroj) a

následně detekovat spektrální signál odpovídající jejich radianci. Rozsah vlnových délek přístroje pro emisní experimenty závisí především na teplotě vnějšího zdroje záření (např. 400°C odpovídá rozsah vlnových délek 2.5 – 28.5 μm , teplotě 1000°C odpovídá rozsah vlnových délek 1.37 – 28.5 μm).

Vnitřní uspořádání spektrometru je zobrazeno na obr. 12b, technická specifikace spektrometru Nicolet 6700 je uvedena v tab. 1.

4.2.2 Parametry detekčního systému

Detekce emisních spekter zdrojů záření se neobejde bez nastavení parametrů měření a justáže detekčního systému. Spektrometr Nicolet 6700 vyžaduje zejména definici počtu skenů, spektrálního rozlišení, rychlosti lineárního skenu a zesílení signálu na detektoru, umožňuje výběr detektorů, děličů paprsků, zdrojů záření a rozsahu vlnových délek. Nastavení podmínek měření ovlivňuje poměr signál/šum v měřených spektrech a rychlost měření. Zdroj záření, dělič paprsku a detektor byly zvoleny s ohledem na rozsah vlnových délek, který vychází z teploty vnějšího zdroje záření. Ostatní parametry přístroje jsou shodné s parametry používanými pro měření spektrální propustnosti materiálů ve shodném spektrálním rozsahu. Zvolené parametry měření jsou uvedeny v tab. 2.

Tab. 2: Parametry FTIR spektrometru Nicolet 6700 zvolené pro emisní experimenty.

Zdroj záření	vypnutý – nahrazen vnějšími zdroji
Dělič paprsku	Ge/KBr (1.28 – 28.5 μm)
Detektor	DTGS/KBr (0.8 – 28.5 μm)
Rozsah vlnových délek	v závislosti na teplotě vnějšího zdroje, max. 1,37 – 25 μm
Počet skenů	32
Spektrální rozlišení	8 cm^{-1}
Rychlost lineárního skenu	0.6329 $\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$
Zesílení signálu na detektoru	1

Justáž detekčního systému zajišťuje, aby na detektor spektrometru dopadalo co nejvíce energie, tj. poměr signál/šum byl co největší. Princip justáže spočívá v zajištění na sebe kolmých paprsků v interferometru, čehož je u přístroje Nicolet 6700 dosaženo nastavením osy pevného zrcadla interferometru. Justáž je doporučeno provádět tehdy, dochází-li k teplotním změnám či vibracím detekčního systému. S přihlédnutím ke změnám radiance obou zdrojů záření v závislosti na teplotě kavity a povrchu vzorku je justáž přístroje prováděna vždy před detekcí spektrálních signálů zdrojů záření při změně jejich teploty.

4.3 Referenční zdroj záření

Referenční zdroj záření byl vybrán podle dostupnosti a požadavků, které jsou na něj kladeny pro jeho využití jako části experimentálního uspořádání pro měření emisivity. Jedná se zejména o teplotní rozsah minimálně 400 až 1000°C, přesnost nastavení teploty minimálně $\pm 1^\circ\text{C}$, teplotní stabilitu minimálně $\pm 0.2^\circ\text{C}$, rychlost ohřevu od pokojové teploty do teploty maximální 2 h, efektivní emisivitu kavity minimálně 0.99 v celém teplotním a spektrálním rozsahu, maximální hmotnost 20 kg. Po výběru vhodného referenčního zdroje záření následovala jeho kalibrace.

4.3.1 Technické prostředky

Jako referenční zdroj záření byla nejprve použita *topná deska SH 15* (obr. 13a) s neznámou předpokládanou vysokou celkovou hemisférickou emisivitou. Desku bylo možné ohřát na maximální povrchovou teplotu 550°C, teplota byla regulována změnou výkonu pomocí externího zdroje a měřena kontaktním dotykovým teploměrem.



Obr. 13: Referenční zdroje záření – (a) topná deska SH 15; (b) komerční černé těleso BB-4A-230.

Topná deska byla později z důvodu obtížné regulace a měření povrchové teploty, nízkého teplotního rozsahu a především neznámé emisivity povrchu nahrazena *komerčním laboratorním černým tělesem BB-4A-230* (obr. 13b) od společnosti Omega. Tento zdroj záření pracuje v rozsahu teplot 100 až 982°C, teplotní rozsah tedy odpovídá požadovanému rozsahu pro měření spektrální emisivity vzorku. Teplota kavity je měřena kalibrovaným termočlánkem typu K a regulována integrovaným PID regulátorem. Výrobce udává vysokou efektivní emisivitu 0.99. Podrobná technická specifikace je uvedena v tab. 3.

Tab. 3: *Technická specifikace laboratorního černého tělesa BB-4A-230.*

Teplotní rozsah	100 – 982°C
Přesnost nastavení teploty	± 1°C
Teplotní stabilita	± 0.15°C nebo méně
Rychlost ohřevu	1 hodina od pokojové teploty do 982°C
Efektivní emisivita kavity	0.99
Průměr kavity	22 mm
Hmotnost	15 kg
Rozměry	190 x 410 x 264 mm

4.3.2 Kalibrace referenčního zdroje záření

Laboratorní černé těleso BB-4A-230 vybrané jako referenční zdroj záření pro využití ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity je kalibrované výrobcem v National Institute of Standards and Technology v USA (NIST) na třech kalibračních bodech. Podrobné informace o kalibraci však nejsou výrobcem poskytnuty. Výrobce dále udává efektivní emisivitu 0.99, neuvádí však její závislost na teplotě a vlnové délce. Uvedena není také homogenita teplotního rozložení kavity v závislosti na teplotě.

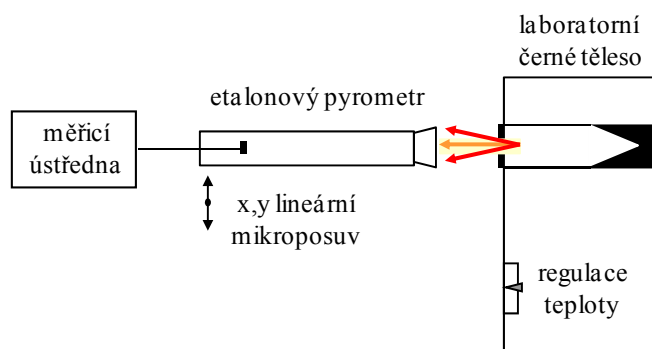
Stanovením teplotní odchylky nastavené teploty vůči skutečné teplotě kavity, ověřením homogenity teplotního rozložení kavity, teplotní stability a efektivní emisivity laboratorního černého tělesa a následným započtením kalibračních křivek při nastavení teploty kavity dojde ke zlepšení přesnosti měření normálové spektrální emisivity měřeného vzorku v závislosti na teplotě.

Kalibrace laboratorního černého tělesa BB-4A-230 byla provedena v Českém metrologickém institutu, oblastním inspektorátu Praha v Oddělení primární metrologie tepelně-technických veličin. *Požadavky pro kalibraci* byly následující:

- stanovit středovou teplotní odchylku nastavené teploty kavity laboratorního černého tělesa vůči skutečné teplotě v závislosti na teplotě – předpokládaná oblast detekovaná spektrometrem odpovídá středu kavity laboratorního černého tělesa, nutné pro započítání skutečné teploty kavity při spektrometrickém záznamu jeho signálu;
- změřit homogenitu teplotního rozložení kavity laboratorního černého tělesa – pro započtení nejistoty teploty kavity v oblasti detekované spektrometrem mimo střed kavity a pro kalibraci systému pro bezkontaktní měření povrchové teploty vzorku;
- ověřit teplotní stabilitu laboratorního černého tělesa udávanou výrobcem – pro případné započtení teplotních odchylek kavity do měřené (zobrazované) teploty kavity v závislosti na čase;

- ověřit efektivní emisivitu laboratorního černého tělesa udávanou výrobcem – pro stanovení součinnového koeficientu při výpočtu normálové spektrální emisivity vzorku.

Laboratorní černé těleso (referenční zdroj záření) bylo kalibrované pro teploty 150°C a 200°C až 900°C s teplotním krokem 100°C. Kalibrace byla provedena etalonovým pyrometrem Heitronics s teplotním rozsahem -50°C až +1000°C ve dvou spektrálních rozsazích. Rozsahem č. I (rozsah vlnových délek 8 až 14 μm) byly měřeny teploty kavity do 200°C ze vzdálenosti 420 mm, rozsahem č. II (vlnová délka 3.9 μm) teploty od 200°C do 900°C ze vzdálenosti 390 mm. Záznam teplot probíhal po 10 minutovém ustálení teploty kavity na požadované hodnotě (zobrazovaná teplota je konstantní). Průměr měřicího spotu 5 mm byl při měření oběma rozsahy pyrometru. Pyrometr byl uchycený na lineární mikroposuv XY, který umožňoval ověření homogenity teplotního rozložení kavity. Schéma experimentálního uspořádání je uvedeno na obr. 14.



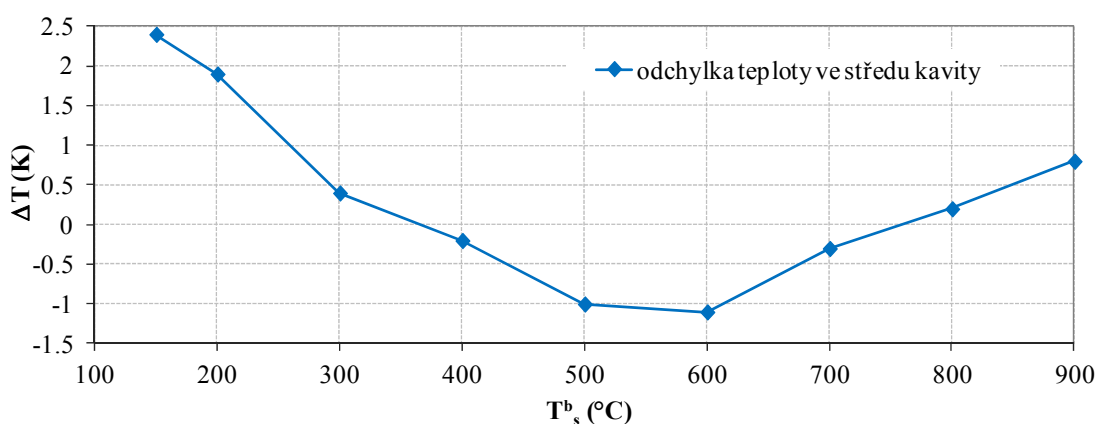
Obr. 14: Schematické uspořádání aparatury pro kalibraci referenčního zdroje záření BB-4A-230.

Odchylka teploty ve středu kavity byla měřena pro teploty 150°C, 200°C až 900°C s teplotním krokem 100°C. Pyrometr byl zaostřen na střed kavity laboratorního černého tělesa. Kalibrace byla provedena s emisivitou etalonového pyrometru nastavenou na hodnotu 0.99. Měřené teploty byly zaznamenány ihned po 10 minutovém ustálení teploty na požadované hodnotě. Rozdíl teplot mezi nastavenou a měřenou hodnotou je číselně uveden v tab. 4, graficky na obr. 15. Uvedená nejistota kalibrace v tab. 4 je součinem standardní nejistoty měření a koeficientu k , který odpovídá pravděpodobnosti pokrytí přibližně 95%, což pro normální rozdělení odpovídá koeficientu rozšíření $k = 2$. Standardní nejistota měření byla určena v souladu s [97].

4 METODY ZPRACOVÁNÍ

Tab. 4: Odchylka teploty ve středu kavity laboratorního černého tělesa BB-4A-230 a nejistota kalibrace.

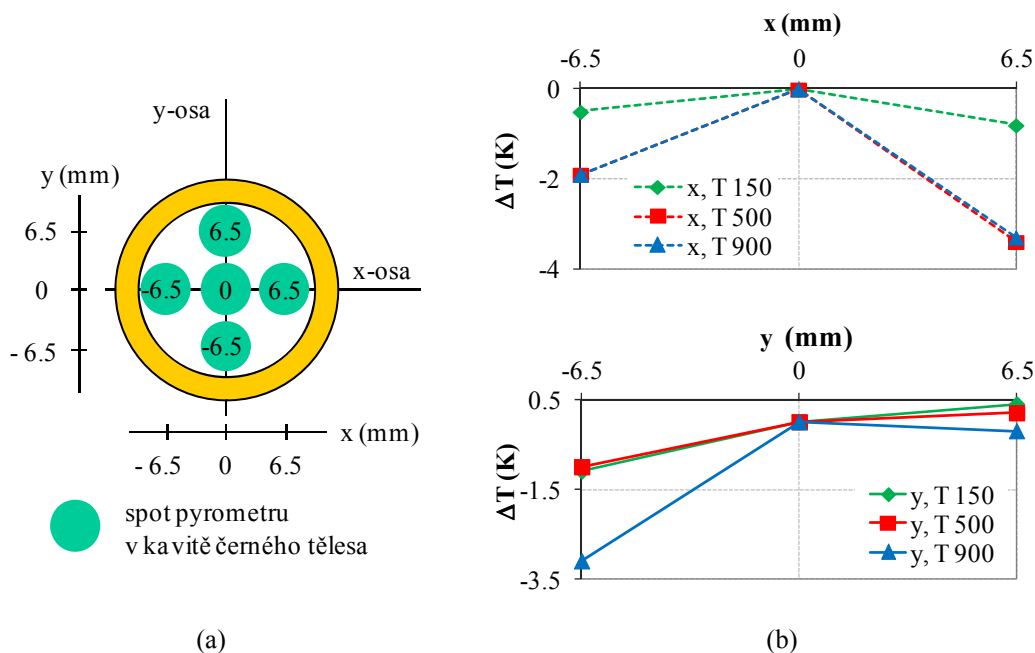
Nastavená teplota kavity (°C)	Teplota kavity měřená etalonovým pyrometrem (°C)	ΔT (K)	Absolutní nejistota kalibrace (K)
150	152.4	2.4	0.6
200	201.9	1.9	0.7
300	300.4	0.4	0.6
400	399.8	-0.2	0.7
500	499.0	-1.0	0.9
600	598.9	-1.1	1.1
700	699.7	-0.3	1.3
800	800.2	0.2	1.5
900	900.8	0.8	0.7



Obr. 15: : Rozdíl mezi nastavenou teplotou kavity laboratorního černého tělesa T_s^b a měřenou teplotou kavity T^b pomocí etalonového pyrometru zaostřeného na střed kavity.

Z naměřených odchylek teploty ve středu kavity je patrné, že rozdíl mezi nastavenou a skutečnou hodnotou se pro některé teploty pohybuje v řádu jednotek K. Tyto rozdíly je tedy nutné započítat při záznamu spektrálního signálu odpovídajícímu radianci laboratorního černého tělesa ustáleného na požadované teplotě (k nastavované teplotě je třeba připočítat teplotní odchylku).

Homogenita teplotního rozložení kavity byla měřena pouze pro teploty 150°C, 500°C a 900°C. Pro teploty 200°C až 400°C a 600°C až 800°C s teplotním krokem 100°C byly teploty dopočteny lineární aproximací. Záznam teplot pyrometrem probíhal po 10 minutovém ustálení teploty na požadované hodnotě s emisivitou nastavenou na hodnotu 0.99 ve třech rozdílných místech kavity – střed kavity, -6.5 mm a +6.5 mm od středu kavity v x a y ose (obr. 16a). Výsledky kalibrace vztažené ke středu kavity jsou zobrazeny na obr. 16b.

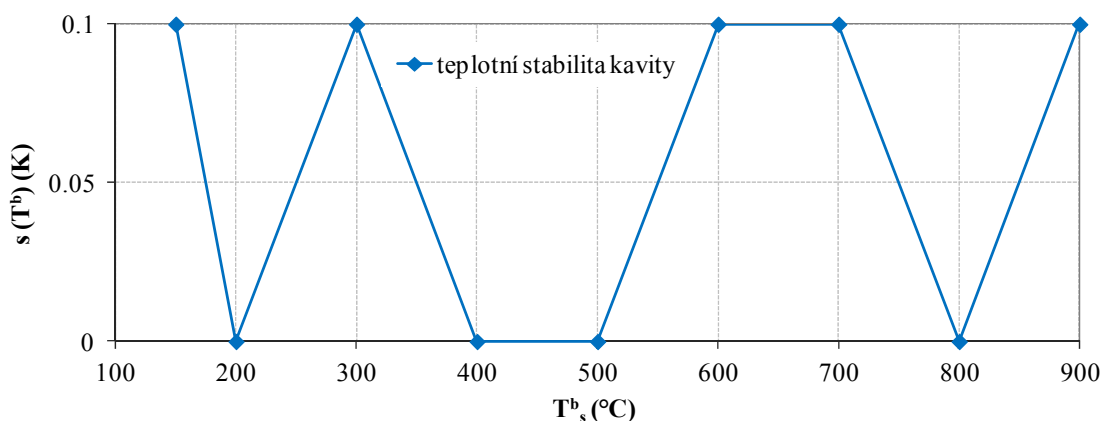


Obr. 16: Homogenita teplotního rozložení kavity laboratorního černého tělesa – (a) pozice spotu kalibračního pyrometru v x a y ose kavity; (b) rozdíl mezi nastavenou teplotou T^s a měřenou teplotou kavity T^b pomocí etalonového pyrometru zaostřeného na různá místa kavity.

Z naměřených odchylek teploty v různých místech kavity je patrné, že rozdíl mezi teplotou měřenou ve středu kavity a krajem kavity se pohybuje v řádu jednotek K. Kavita je tedy teplotně nehomogenní. Nehomogenní rozložení teploty kavity je třeba započítat do nejistoty teploty laboratorního černého tělesa v oblasti detekované spektrometrem (nepřesnost zaostření detekované oblasti spektrometrem mimo střed kavity) a do kalibrace systému pro bezkontaktní měření povrchové teploty vzorku (kap. 4.4.2).

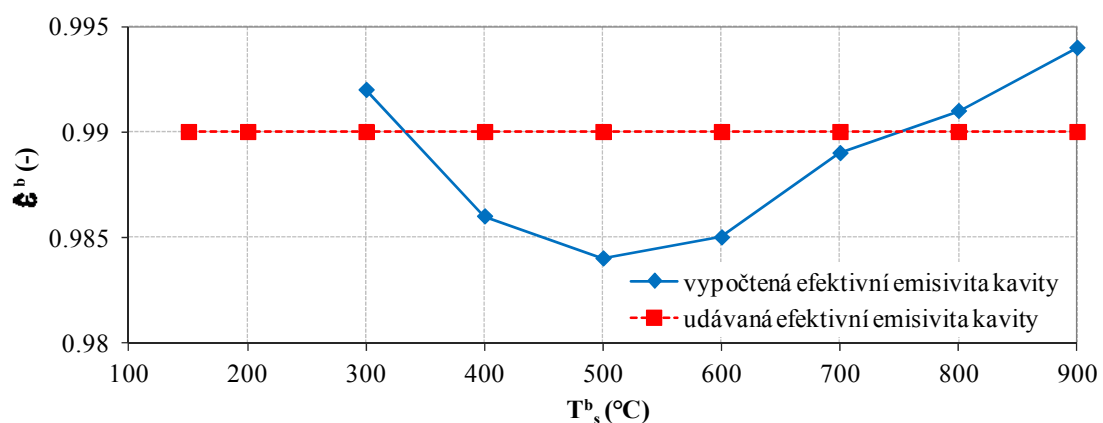
Teplotní stabilita kavity laboratorního černého tělesa byla měřena pro stanovení teplotních odchylek v době, kdy teplota kavity je považována za ustálenou (zobrazovaná teplota je konstantní), během níž probíhá příprava a následný spektrometrický záznam signálu z laboratorního černého tělesa. Kalibrace byla provedena pro teploty kavity 150°C , 200°C až 900°C s teplotním krokem 100°C , pyrometr byl zaostřen na střed kavity. Teploty byly zaznamenávány s emisivitou pyrometru 0.99 po dobu 30 minut s časovou periodou 1s na všech výše uvedených teplotách. Teplotní stabilita byla následně vyhodnocena z naměřených dat jako výběrová směrodatná odchylka. Stabilita teploty kavity laboratorního černého tělesa v závislosti na teplotě kavity je uvedena na obr. 17.

Z průběhu odchylky teploty v závislosti na čase a teplotě vyplývá, že teplotní stabilita laboratorního černého tělesa se pohybuje v rozmezí od 0 K do 0.1 K. Zvolený referenční zdroj záření lze považovat v závislosti na čase za teplotně stabilní. Změřená teplotní stabilita odpovídá teplotní stabilitě udávané výrobcem (viz tab. 3).



Obr. 17: Teplotní stabilita kavity laboratorního černého tělesa vyhodnocená z teplot naměřených etalonovým pyrometrem jako výběrová směrodatná odchylka.

Efektivní emisivita kavity ε^b laboratorního černého tělesa (= součinný koeficient při výpočtu spektrální emisivity vzorku) byla zjišťována pro teploty kavity 300°C až 900°C s teplotním krokem 100°C. Pyrometr byl zaostřen na střed kavity, měřené teploty byly odečítány po 10 minutovém ustálení teploty na požadované hodnotě s emisivitou pyrometru nastavenou na hodnotu 1. Za skutečnou teplotu je považována teplota nastavená. Efektivní emisivita kavity byla spočtena s nejistotou 0.007. Vypočtené hodnoty efektivní emisivity kavity v závislosti na teplotě jsou uvedeny na obr. 18.



Obr. 18: Porovnání vypočtené efektivní emisivity kavity laboratorního černého tělesa podle přepočteního vztahu ČMI a efektivní udávané výrobce v závislosti na nastavené teplotě kavity laboratorního černého tělesa.

Vypočtená efektivní emisivita kavity laboratorního černého tělesa se pohybuje od 0.984 do 0.992, vykazuje závislost na teplotě. Tvar křivky vypočtené emisivity v závislosti na teplotě odpovídá tvaru křivky pro teplotní odchylku měřenou ve středu kavity (obr. 15). Změřené rozdíly teploty mezi nastavenou a skutečnou hodnotou mohou tedy být způsobeny nikoli rozdílem teploty, ale rozdílnou efektivní emisivitou kavity

laboratorního černého tělesa oproti udávané hodnotě 0.99. Při měření spektrálního signálu radiance laboratorního černého tělesa je tedy nutné pracovat buď s odchylkami teploty, nebo s vypočtenou efektivní emisivitou kavity (součinný koeficient ε^b). Pro výpočet spektrální emisivity vzorku byl zvolen první z výše uvedených způsobů, tj. do nastavené teploty laboratorního černého tělesa je započtena příslušná odchylka teploty ve středu kavity a je použit součinný koeficient $\varepsilon^b = 0.99$.

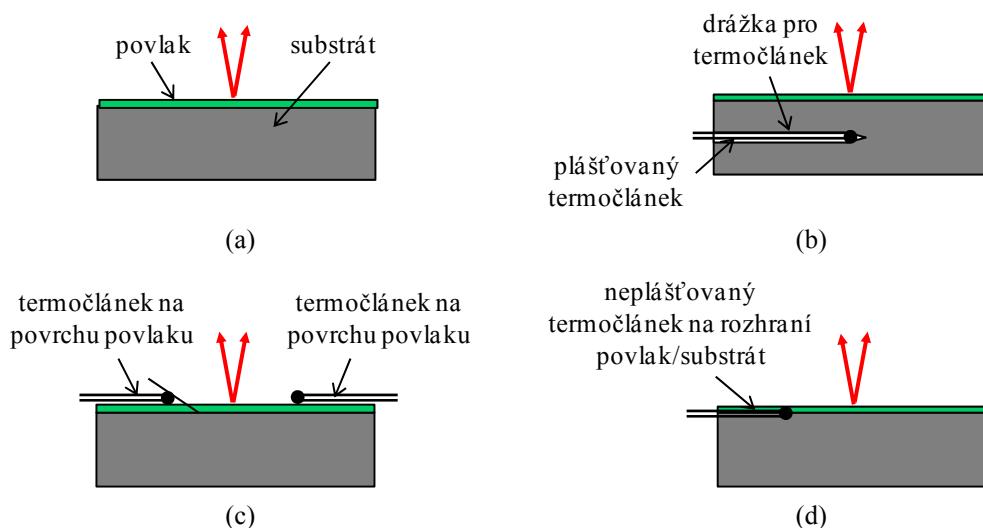
4.4 Metody stanovení povrchové teploty

Přesné stanovení povrchové teploty měřeného vzorku je ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity klíčové. Stanovená teplota ovlivňuje jak hodnotu celkové emisivity, tak spektrální rozložení emisivity (projev posunu spektrálního rozložení – maxima – intenzity záření v závislosti na teplotě). Základním požadavkem, který je potřeba v maximální možné míře splnit, je určit časový průběh teploty povrchu analyzovaného vzorku v oblasti detekované měřicím systémem. Prověřovány byly možnosti využití kontaktního a bezkontaktního způsobu měření povrchové teploty či použití Christiansenovy vlnové délky, neboť každý ze způsobů má své výhody a je potenciálně použitelný pro měření normálové spektrální emisivity (samostatně, popř. ve vzájemné kombinaci).

4.4.1 Technické prostředky

Ze způsobů *kontaktního měření* povrchové teploty povlaků byla teoreticky analyzována možnost využití termočlánků. Analýza byla provedena pro využití na vzorcích tvořených z kovového disku (substrát), na jehož povrchu byl aplikován měřený povlak (obr. 19a). V úvahu bylo vzato několik možností stanovení povrchové teploty vzorků, které se liší umístěním termočlánků na/ve vzorku.

Nejprve byla vzata v úvahu možnost umístění plášťovaného termočlánku do drážky vytvořené v *objemu vzorku* (obr. 19b). Výhoda tohoto umístění spočívá především v dobrém kontaktu měřicího čidla s měřeným vzorkem, nevýhodou je vytvoření drážky do každého vzorku v přesně definované pozici. Měřena není přímo povrchová teplota vzorku, ale teplota v objemu vzorku. Pro přesné stanovení povrchové teploty je třeba znalost tepelné vodivosti a tloušťky substrátu a povlaku. Na základě znalostí těchto vlastností je možné využitím matematického modelu a rovnic přenosu tepla dopočítat povrchovou teplotu vzorku. Využití tohoto způsobu měření povrchové teploty je při měření povlaků ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity nevyhovující, protože nebývá známa tloušťka a tepelná vodivost analyzovaného povlaku.



Obr. 19: Způsoby kontaktního měření povrchové teploty povlaků – (a) na uvažovaném vzorku; (b) plášťovaným termočlánekem umístěným do drážky v objemu substrátu; (c) plášťovaným nebo neplášťovaným termočlánekem umístěným na povrchu povlaku; (d) neplášťovaným termočlánekem přivařeným na rozhraní povlak/substrát.

Další možností stanovení povrchové teploty vzorků povlaků je umístění plášťovaného či neplášťovaného termočláneku na povrch vzorku (obr. 19c). Vzorek není třeba žádným způsobem upravovat a stejné čidlo je možné použít pro více vzorků. Projevují se zde ale problémy s uchycením a kontaktem měřicího čidla s povrchem vzorku – špatný kontakt měřicího čidla způsobuje chybu v měření povrchové teploty. Měření povrchové teploty pomocí termočláneků upevněných na povrch povlaku není vhodné pro využití ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity. Termočlánek není možné připevnit na povlak tak, aby měřená povrchová teplota byla dostatečně přesná.

Poslední analyzovanou možností měření povrchové teploty povlaků bylo přivaření neplášťovaného termočláneku na rozhraní povlak/kovový substrát (obr. 19d). Tento způsob obdobně jako první možnost vyžaduje pro přesné stanovení povrchové teploty využití matematického modelu a tudíž znalost tloušťky a tepelné vodivosti měřeného povlaku (většinou neznámé). Na druhou stranu se tato možnost stanovení povrchové teploty vyznačuje dobrým kontaktem měřicího čidla a známou polohou měřicího konce. Tento způsob je možné využít při měření pásmové emisivity referenčního povlaku (ve skutečnosti se jedná o efektivní emisivitu pro infradetektor) používaného pro stanovení povrchové teploty vzorku bezkontaktními metodami při měření normálové spektrální emisivity (viz část 4.4.4). Pásmová emisivita referenčního povlaku stanovená metodou známé teploty měřené na rozhraní povlak/substrát [98] je stanovená s určitou chybou, kterou je ale možné při aplikaci vždy stejné tloušťky referenčního povlaku zanedbat (místo měření teploty na rozhraní povlak/substrát odpovídá místu detekce spektrálního

signálu analyzovaného povlaku spektrometrem – obr. 20b) nebo využít matematický model k přepočtení teploty na rozhraní na teplotu na povrchu.

Obecně, využití termočlánku pro přesné stanovení povrchové teploty vzorku vyžaduje kalibraci použitého čidla, vhodnou volbu průměru termočlánku (minimální odvod tepla z povrchu vzorku termočlánkovým drátem) a umístění čidla mimo oblast vzorku detekovanou měřicím systémem. Termočlánkem tedy není možné snímat teplotu povrchu v místě, ve kterém je detekován spektrální signál radiance povrchu vzorku spektrometrem.

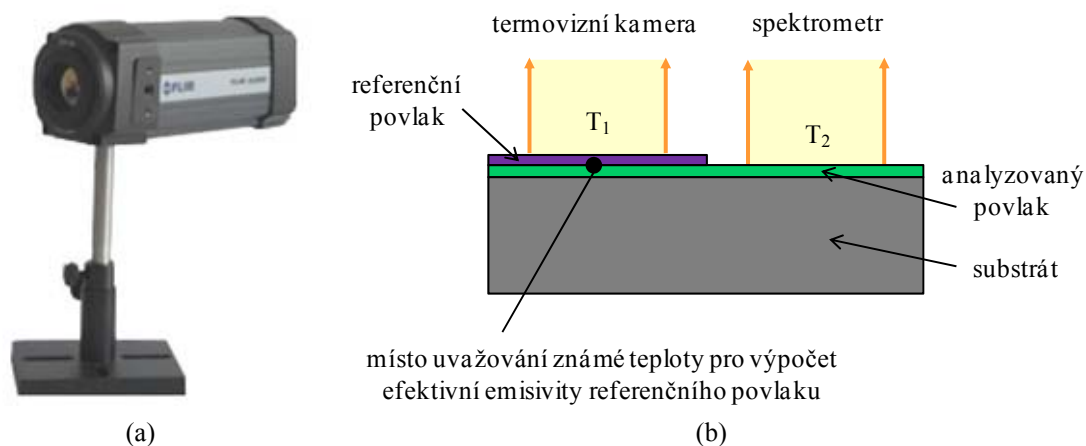
Z *bezkontaktních způsobů* měření povrchové teploty povlaků byla prověřena možnost využití termovizní kamery. Z technicky dostupných prostředků byla zvolena *termovizní kamera A320* společnosti FLIR (obr. 20a). Technická specifikace je uvedena v tab. 5. Kamera umožňuje, na rozdíl od lokálního měření teploty vzorku použitím termočlánku, sledování rozložení povrchové teploty, definici prostorové oblasti (plocha vložené analýzy odpovídá oblasti detekované spektrometrem) a tudíž záznam teploty přímo v místě detekovaném měřicím systémem.

Tab. 5: *Technická specifikace termovizní kamery A320.*

Rozsah měřených teplot	-20 až 1200°C (rozsahy: R1 -20 až 120°C, R2 0 až 350°C, R3 200 až 1200°C)
Přesnost měření	± 2 %
Teplotní citlivost	< 0.05 °C
Zorné pole (H x V)	25° x 18.8°
Typ detektoru	FPA, nechlazený mikrobolometr 320 x 240 pixelů
Spektrální rozsah	7.5 až 13 μm
Záznam	PC s frekvencí 9 Hz či 30 Hz podle typu připojení
Hmotnost	0.7 kg
Rozměry	170 x 70 x 70 mm

Neznámá efektivní emisivita měřeného povrchu pro pásmo vybrané termovizní kamery byla řešena aplikací referenčního povlaku se známou efektivní emisivitou v pásmu termovizní kamery 7.5 až 13 μm na polovinu měřeného vzorku (obr. 20b). Aplikovaný referenční povlak ovlivňuje povrchovou teplotu analyzovaného povlaku – povrchová teplota měřená na referenčním povlaku se liší od povrchové teploty určené na analyzovaném povlaku (způsobeno teplotním spádem a rozdílnými celkovými hemisférickými emisivitami analyzovaného a referenčního povrchu). Efektivní emisivita referenčního povlaku je však stanovena pro teplotu měřenou termočlánkem na rozhraní povlak/substrát. Chyba teploty při měření efektivní emisivity odpovídá chybě teploty

při záznamu spektrálního signálu radiance analyzovaného povlaku – měřená povrchová teplota na referenčním povlaku tedy odpovídá povrchové teplotě na analyzovaném povlaku. Výběr vhodného referenčního povlaku a měření jeho optických vlastností je uvedeno v části 4.4.3 a části 4.4.4.



Obr. 20: (a) Termovizní kamera A320; (b) princip bezkontaktního měření povrchové teploty analyzovaného povlaku.

Z výše uvedeného způsobu měření povrchové teploty vzorků také plyne výsledná velikost vzorku. Vzorek musí být dostatečně velký tak, aby bylo možné aplikovat na $\frac{1}{2}$ referenční povlak a na tuto plochu vložit analýzu pro stanovení povrchové teploty. Druhá polovina vzorku (analyzovaný povlak) musí být větší než oblast analyzovaná detekčním systémem. Zároveň je rozměr vzorku omezen pro dosažení homogenní povrchové teploty minimálně 1000°C . Po zvážení výše uvedených požadavků byl zvolen vzorek o průměru 25 mm.

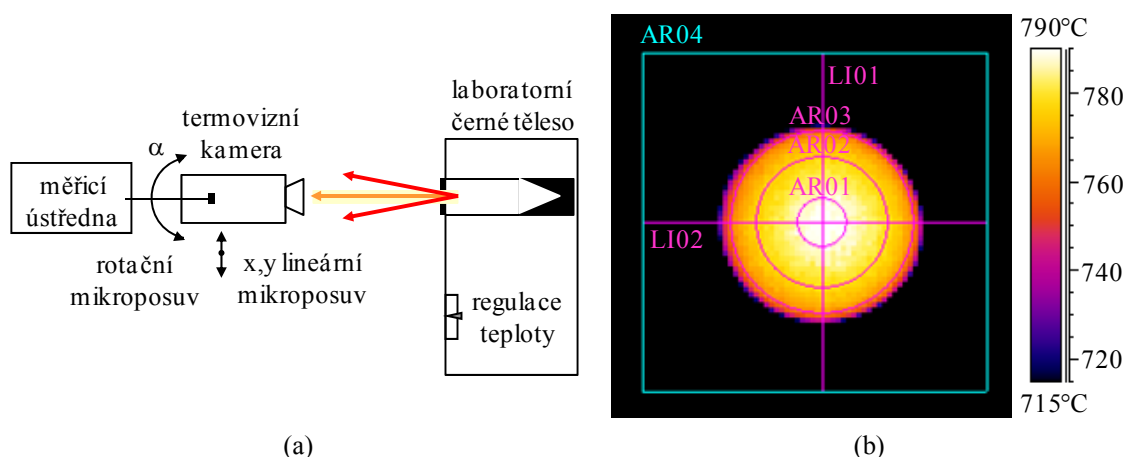
V případě, že měřený povlak (referenční či analyzovaný) spadá do skupiny polárních dielektrických materiálů, je možné spolu s kontaktními či bezkontaktními metodami měření povrchové teploty vzorku použít *Christiansenovu vlnovou délku*. Tato metoda spočívá v měření spektrálního signálu povlaku použitím metody měření normálové spektrální emisivity. Ze změřené radiance je poté změnou teploty spektrální radiance ideálního černého tělesa dané Planckovým zákonem pro měřený vzorek vyhodnocena normálová spektrální emisivita tak, aby emisivita na Christiansenově vlnové délce byla rovna 1. Využití Christiansenovy vlnové délky pro měření povrchové teploty povlaku je možné použít až po dokončení vyvíjené metody měření spektrální emisivity, protože správně detekované spektrum je klíčové pro využití Christiansenova jevu pro zjištění povrchové teploty vzorku.

4.4.2 Kalibrace termovizního systému

Rozdíl mezi skutečnou a měřenou povrchovou teplotou vzorku v řádu jednotek K výrazně ovlivňuje přesnost měření normálové spektrální emisivity. Výrobce termovizního systému udává přesnost měření $\pm 2 \%$ z měřené teploty. Rozdíl skutečné a měřené teploty způsobený pouze přesností měřicího zařízení tak může na 1000°C být až 20°C , nejistota v normálové spektrální emisivitě pak může být až v řádu desítek %. Přesnost termovizní kamery udávaná výrobcem je proto nedostatečná pro využití ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity. Zlepšení přesnosti měření povrchové teploty vzorku a tudíž snížení nejistoty stanovení emisivity je možné dosáhnout kalibrací termovizního systému. Za tímto účelem byla *provedena*:

- základní kalibrace – přesnost termovizního systému stanovená na střed pole mikrobolometrických detektorů (odchylka termovizní kamery ve středu zorného pole), předpoklad zobrazení vzorku ve středu zorného pole kamery;
- úhlová kalibrace – detekční citlivost jednotlivých článků mikrobolometrického detektoru při průchodu záření optikou kamery pod úhlem, předpoklad snímání povrchové teploty vzorku pod úhlem 20° ;
- XY kalibrace – detekční citlivost jednotlivých článků maticového mikrobolometrického detektoru v přímém dopadu záření, pro případné zobrazení vzorku mimo střed zorného pole kamery;
- časová kalibrace – přesnost termovizního systému v závislosti na délce snímání teploty, zajištění včasné rekalibrace (vnitřní kalibrace systému) termovizní kamery, pro dlouhodobý záznam povrchové teploty vzorku.

Termovizní kamera A320 byla kalibrována pomocí zkalibrovaného zdroje záření – laboratorního černého tělesa Omega BB-4A-230 (kalibrační křivky započteny do kalibrace termovizního systému) pomocí experimentálního uspořádání zobrazeného na obr. 21a. Termovizní kamera byla pro lepší manipulaci a stabilizaci systému připevněna na lineárním XY a úhlovém mikroposuvu uchycenému k optické desce. Střed zorného pole kamery byl zaměřen na střed kavity zdroje záření, vzdálenost mezi objektivem kamery a zdrojem záření byla 36.5 cm , emisivita pro termovizní kameru byla nastavena na emisivitu kavity 0.99 . Kalibrace byla provedena pro teploty zdroje záření 100°C až 900°C s teplotním krokem 100°C , rozsahy kamery byly nastaveny podle měřené teploty (teplota kavity 100°C měřena s rozsahy R1, R2, R3, teplota kavity 200°C a 300°C měřena rozsahy R2 a R3, teplota kavity 400°C až 900°C měřena rozsahem R3).

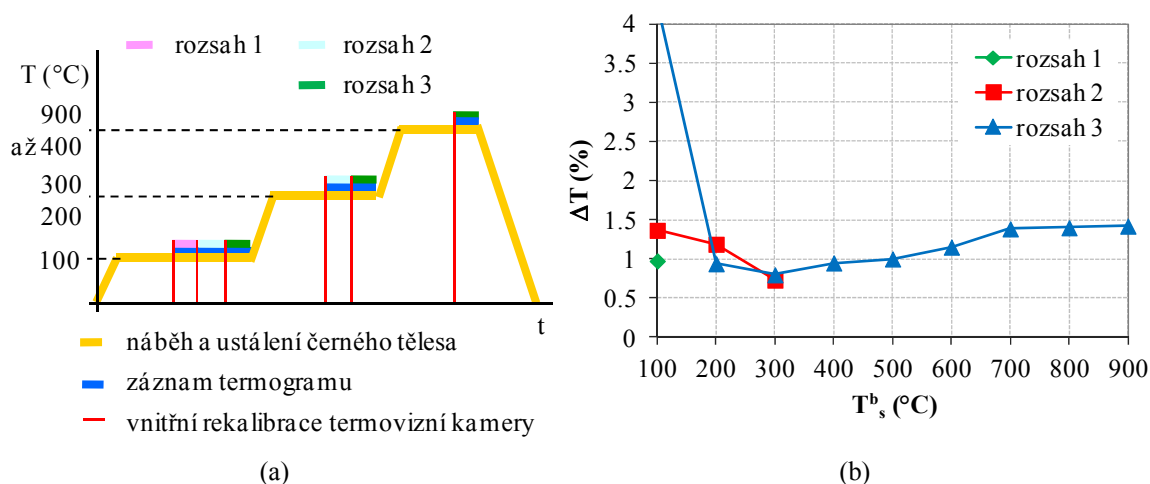


Obr. 21: (a) Schematické uspořádání aparatury pro kalibraci termovizní kamery A320; (b) ukázka analýz vložených do termogramu pro vyhodnocení kalibračních křivek termovizní kamery.

Vyhodnocení kalibračních křivek termovizní kamery bylo provedeno z termogramu zaznamenaného po 10 minutovém ustálení teploty kavity na požadované teplotě (zobrazovaná teplota je konstantní). Hodnotícím kritériem pro výpočet odchylky mezi nastavenou teplotou kavity a měřenou teplotou termovizním systémem (rozdíl mezi skutečnou a měřenou teplotou) byly průměrné teploty vyhodnocené z kruhových analýz AR01, AR02, AR03 (obr. 21b) vložených do termogramu.

Při základní kalibraci termovizního systému termovizní kamera směřovala kolmo do kavity zdroje záření. Teplota zdroje záření byla nejprve nastavena na hodnotu 100°C. Po dostatečném ustálení na této teplotě byly termovizí zaznamenány termogramy postupně pro všechny rozsahy kamery. Poté byla teplota zdroje zvýšena o teplotní krok 100°C a byl proveden záznam termogramů. Před zaznamenáním každého termogramu byla provedena vnitřní recalibrace termovizní kamery. Tento kalibrační postup byl opakován až do teploty 900°C (obr. 22a). Teplotní odchylka termovize byla stanovena vůči skutečné (kalibrované) teplotě zdroje záření. Výsledné kalibrační křivky pro analýzu AR01 a všechny použité rozsahy kamery jsou uvedeny na obr. 22b.

Z uvedených kalibračních křivek je patrné, že teplotní odchylka použité termovizní kamery A320 v základním uspořádání se pro všechny rozsahy pohybuje v rozpětí uváděném výrobcem $\pm 2\%$, maximálně však činí 1.5%. Při nízkých teplotách zdroje záření tato chyba odpovídá maximálně 5 K, na teplotě 900°C téměř 13 K. Zjištěnou nepřesnost měření povrchové teploty termovizní kamerou je proto při měření povrchové teploty vzorku ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity potřeba započítat.



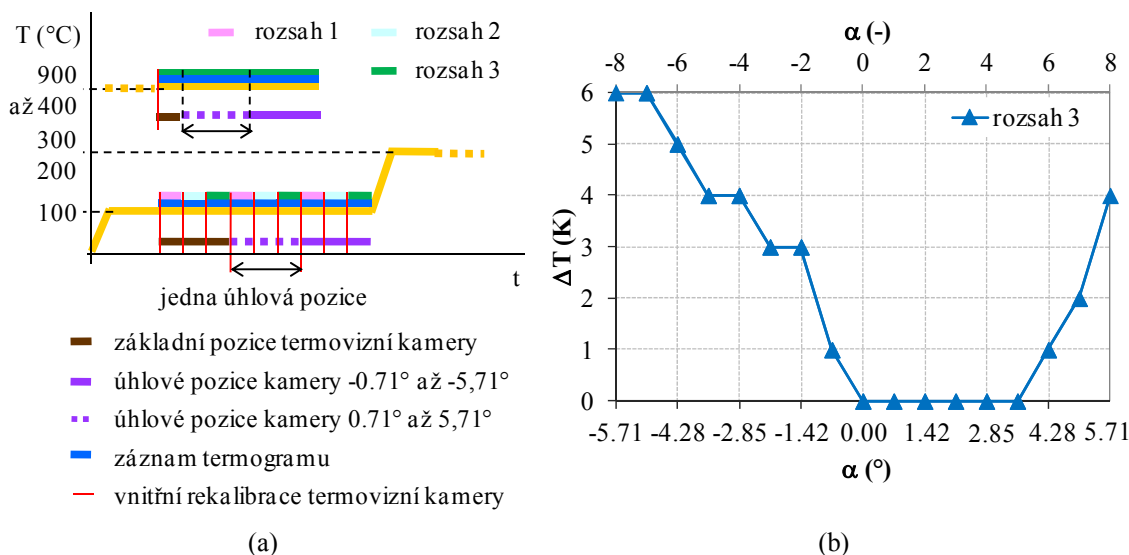
Obr. 22: (a) Schematické zobrazení postupu základní kalibrace termovizní kamery; (b) rozdíl mezi skutečnou teplotou kavity T^b zdroje záření a teplotou měřenou termovizní kamerou ve středu kavity zdroje záření (analýza AR01) vůči nastavené teplotě kavity T_s^b pro všechny teplotní rozsahy termovizní kamery.

Pro kalibraci rozsahu 3 (200°C až 1200°C) termovizní kamery na teplotě zdroje záření 100°C je rozdíl mezi měřenou a skutečnou hodnotou větší než 4 %. Použitý rozsah kamery však neodpovídal teplotě zdroje. Z tohoto výsledku je patrné, že pro přesné bezkontaktní měření povrchové teploty je třeba vždy použít vhodný teplotní rozsah kamery.

Úhlová kalibrace spočívala v záznamu ustálené teploty zdroje záření termovizní kamerou, která byla vůči zdroji záření natočena pod definovaným úhlem α . Úhlová pozice byla zajištěna uchycením kamery na úhlový mikroposuv. Celkem bylo měřeno 8 úhlových pozic pro odklon kamery v jednom směru, pozice odpovídají úhlům 0 až $\pm 5.71^\circ$ od středové (základní) pozice kamery. Kalibrační proces započal umístěním kamery do základní pozice a ustálením zdroje záření na teplotě 100°C. Teplota kavity byla poté měřena všemi rozsahy termovizní kamery, následovala změna úhlové pozice kamery. Před zaznamenáním každého termogramu byla provedena vnitřní recalibrace termovizní kamery. Po záznamu termogramů pro všechny úhlové pozice kamery byla teplota zdroje záření nastavena na vyšší požadovanou teplotu a kamera opět umístěna do základní pozice. Měření se opakovalo až do teploty zdroje záření 900°C (obr. 23a). Zjištěný teplotní rozdíl mezi skutečnou teplotou zdroje záření a teplotou změřenou termovizní kamerou ve středu kavity je pro teplotu zdroje záření 900°C a třetí teplotní rozsah termovize uveden na obr. 23b.

Odchylka mezi skutečnou a měřenou teplotou zdroje záření závisí na úhlu snímání kamery. Pro odklon termovizní kamery do 4° od základní pozice není prokázána změna v přesnosti kamery. Při odklonu kamery nad 4° se projevuje rozdíl v měřené teplotě až 6 K, dochází tedy ke změně detekce tepelného toku dopadajícího na detektor termovizní

kamery. Obdobné teplotní odchylky dopadu záření pod úhlem vykazují i ostatní měřené rozsahy a jim příslušné teploty. Z úhlové kalibrace je tedy patrné, že do stanovení povrchové teploty vzorků ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity je třeba zahrnout teplotní odchylku pro daný úhel snímání kamery.

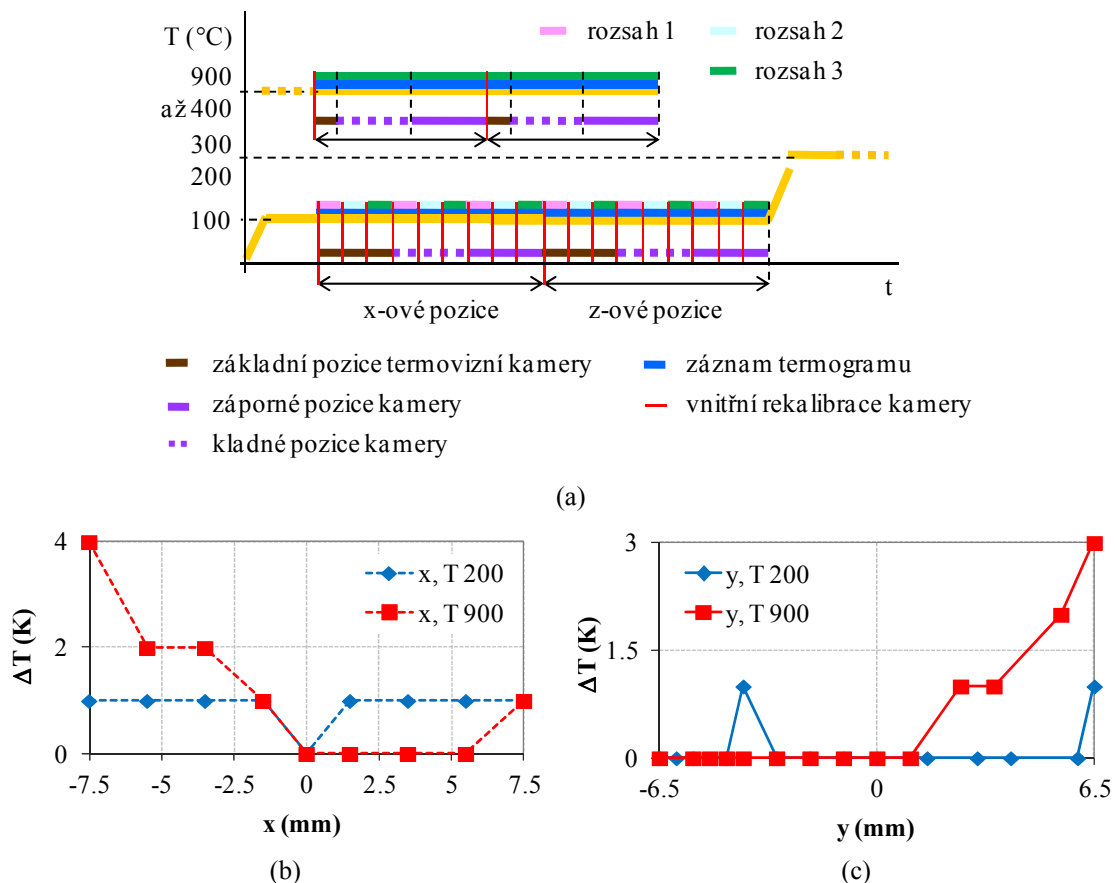


Obr. 23: (a) Schematické zobrazení postupu úhlové kalibrace termovizní kamery; (b) rozdíl mezi skutečnou teplotou kavity T^b zdroje záření a teplotou měřenou termovizní kamerou ve středu kavity (analýza AR01) vůči úhlové pozici termovizní kamery α pro teplotu zdroje záření 900°C a třetí teplotní rozsah termovizní kamery.

Z uvedených výsledků úhlové kalibrace je také zřejmé, že zvolená základní pozice kamery pravděpodobně neodpovídá kolmému pohledu, kolmý pohled odpovídá pozici 1.8° . Měření by správně mělo probíhat v rozsahu $\pm 2^\circ$ od kolmého pohledu.

XY kalibrace termovizní kamery spočívá ve stanovení detekční citlivosti jednotlivých článků mikrobolometrického detektoru v přímém dopadu záření. Posun kamery v x a y ose byl umožněn jejím uchycením na lineární XY mikroposuv. Pohybem kamery v obou směrech byla měněna pozice zdroje záření k základní pozici kamery. Ve směru osy x byla kamera postupně umístěna v kladném i záporném směru do 4 pozic, které odpovídají pozicím 0 ± 7.5 mm. V y -ose byla v kladném směru měřena teplota kavity zdroje záření v 5 pozicích, v záporném směru v 8 pozicích, pro oba směry byl celkový posun 0 ± 6.5 mm. Pozici $[0,0]$ odpovídá základní pozice kamery. Kalibrace probíhala od teploty zdroje nastavené na 100°C . Na této teplotě byly postupně zaznamenávány termogramy nejprve v x -ose v kladném a záporném směru, následně v y -ose v kladném a záporném směru. V jedné pozici byla postupně kalibrována kamera pro všechny možné rozsahy. Po změření všech pozic byla kamera vrácena do základní pozice a byla zvýšena teplota zdroje záření na vyšší hodnotu. Před zaznamenáním každého termogramu byla provedena vnitřní recalibrace termovizní kamery. Postup kalibrace je zobrazen

na obr. 24a. Výsledné teplotní odchylky mezi teplotou naměřenou v základní pozici a v dalších pozicích kamery jsou pro rozsah 3 a dvě teploty zdroje záření zobrazeny na obr. 24b a 24c.

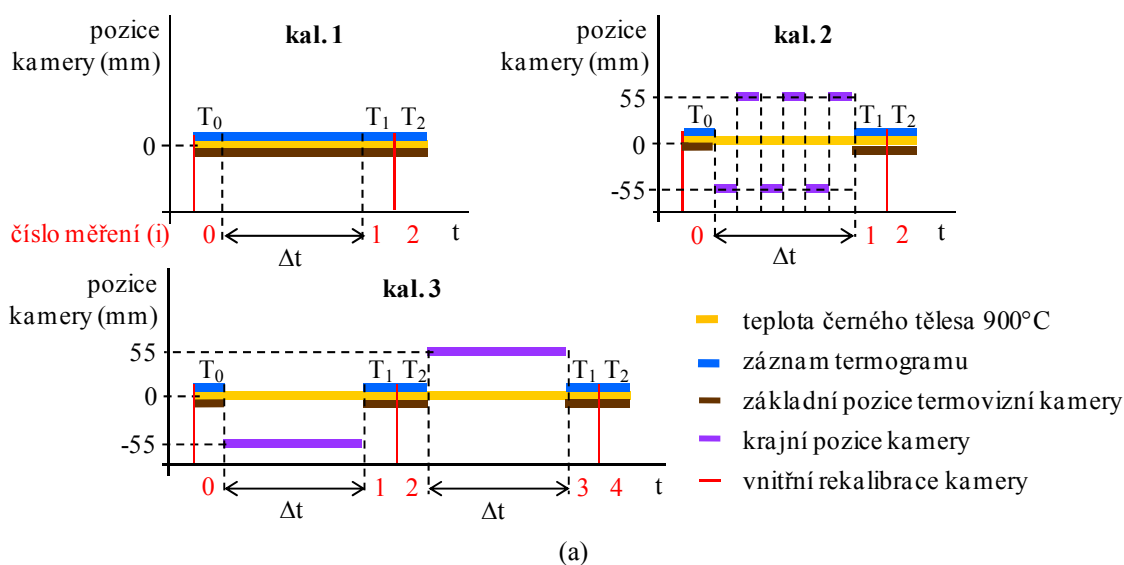


Obr. 24: (a) Schematické zobrazení postupu XY kalibrace termovizní kamery; (b), (c) rozdíl mezi teplotami měřenými termovizní kamerou v základní pozici a ostatních XY pozicích pro teplotní rozsah 3 a teplotu zdroje záření 200°C a 900°C – teplotní odchylka termovizní kamery (b) v x-ose; (c) v y-ose.

Pro teplotu zdroje záření 200°C a rozsah termovize 3 vykazuje kamera shodnou citlivost článků mikrobolometrického detektoru v XY měřeném rozsahu. Stejný teplotní trend prokazuje i rozsah 1 (100°C) a rozsah 2 (100°C až 300°C). Pro tuto teplotu je tedy možné měřený vzorek umístit v libovolné pozici zorného pole kamery. Na teplotě zdroje záření 900°C se však projevuje závislost odchylky na pozici kamery v řádu jednotek K. Tento jev pravděpodobně souvisí s optickou dráhou snímaného záření dopadajícího na detektor kamery (podobně jako při úhlové kalibraci kamery). Obdobné výsledky jsou dosaženy i pro teploty zdroje záření 400°C až 800°C .

Na základě uvedených výsledků kalibrace by při bezkontaktním měření povrchové teploty vzorku pomocí termovize měla být vždy používána ta část detektoru, která byla zkalibrována (ideálně střed zorného pole).

Časová kalibrace byla provedena pouze pro teplotu zdroje záření 900°C rozsahem kamery 3 (200°C až 1200°C). Kamera byla uchycena na lineárním X posuvu, který umožňoval polohovat kameru do krajní pozice (± 55 mm od základní pozice), ve které nebyla v zorném poli kamery zobrazena kavita zdroje záření – simulace teplotních změn na povrchu vzorku. Postupně byly provedeny 3 dílčí časové kalibrace – kal. 1, kal. 2, kal. 3 (obr.25a). Mezi záznamy některých termogramů byl dodržován časový interval Δt 15 minut (měření číslo 1 a 3), ostatní termogramy byly zaznamenány ihned po rekalibraci kamery (měření číslo 0, 2 a 4). Výsledky všech dílčích kalibrací jsou zobrazeny na obr. 25b.



Obr. 25: (a) Schematické zobrazení postupů časových kalibrací termovizní kamery; (b) změna teploty měřené termovizní kamerou v průběhu časových kalibrací, $\Delta T = T_i - T_0$.

Z dílčí kalibrace 1 (kamera stále v základní pozici) je patrné, že nedochází ke změně teploty měřené termovizí během časového záznamu. Při dlouhodobém snímání ustáleného teplotního pole pro přesné stanovení povrchové teploty vzorku je tedy

možné využít automatické vnitřní recalibrace termovizní kamery v časovém intervalu Δt 13 minut. Dílčí kalibrace 2 a 3 simulující postupné či rychlé změny povrchové teploty vzorku ukazují teplotní odchylku vypočtenou z teplot měřených před a po vnitřní recalibraci kamery až 2 K. Automatickou vnitřní recalibraci kamery není možné při teplotních změnách vzorku použít, po ustálení teploty vzorku je třeba provést ruční recalibraci.

Přesné měření povrchové teploty vzorku pomocí použité termovizní kamery A320 ve vysokoteplotní metodě měření spektrální emisivity tedy vyžaduje umístit kameru tak, aby měřený vzorek byl ve středu zorného pole kamery, započítat teplotní odchylky zjištěné kalibrací pro danou úhlovou a lineární (XY) pozici kamery a zajistit pravidelnou vnitřní recalibraci kamery.

4.4.3 Výběr referenčního povlaku

Použití bezkontaktního způsobu měření povrchové teploty povlaku pomocí termovizního systému vyžaduje úpravu části povrchu vzorku referenčním povlakem. *Požadavky* kladené na referenční povlak jsou následující:

- vysoká efektivní emisivita pro termovizní kameru (pásmo vlnových délek 7.5 až 13 μm) – pro snížení nejistoty měření povrchové teploty;
- teplotní odolnost v pásmu teplot emisních experimentů (minimálně do teploty 1000°C);
- nulová propustnost pro pásmo termovizní kamery – pro zamezení vlivu měřeného povlaku na měřenou teplotu referenčního povlaku;
- snadná a opakovatelná aplikace na povrch měřených vzorků – pro jednoduchou přípravu vzorků a zajištění shodné efektivní emisivity referenčního povlaku;
- minimální tloušťka aplikovaného povlaku a maximální tepelná vodivost – pro snížení vlivu aplikace referenčního povlaku na měření povrchové teploty analyzovaného povlaku;
- nízká cena, snadná dostupnost.

Na základě požadavků kladených na referenční povlak byl proveden výběr vhodných referenčních povlaků dostupných trhu. V úvahu byly vzaty:

- ThermaSpray 500 – bílý (výrobce Kurt Vogelsang GmbH, Německo), povlak se známou efektivní emisivitou 0.97 pro termovizní kameru v pásmu 7.5 až 13 μm , teplotní odolnost 500°C;

- ThermaSpray 800 – černý (výrobce Kurt Vogelsang GmbH, Německo), povlak se známou efektivní emisivitou 0.96 pro termovizní kameru v pásmu 7.5 až 13 μm , teplotní odolnost 800°C;
- DupliColor 800°C – černý (výrobce MOTIP DUPLI GmbH, Německo), není uvedena efektivní emisivita v pásmu termovizní kamery, teplotní odolnost 800°C;
- DupliColor 800°C – stříbrný (výrobce MOTIP DUPLI GmbH, Německo), není uvedena efektivní emisivita v pásmu termovizní kamery, teplotní odolnost 800°C;
- ZYP Coating – Cr_2O_3 (výrobce ZYP Coatings, Inc., USA), není uvedena efektivní emisivita v pásmu termovizní kamery, teplotní odolnost 1200°C;
- ZYP Coating – CeO_2 (výrobce ZYP Coatings, Inc., USA), není uvedena efektivní emisivita v pásmu termovizní kamery, teplotní odolnost 1600°C.

Všechny výše uvedené povlaky jsou ve formě aerosolu.

ThermaSpray 500 a 800, stejně jako černý a stříbrný povlak Dupli Color 800°C nesplňují dle výrobce požadavek teplotní odolnosti do teploty minimálně 1000°C. Požadovanou teplotní odolnost splňují pouze povlaky ZYP Coating Cr_2O_3 a CeO_2 , které dle výrobce mohou být dlouhodobě zatěžovány až do teploty 1200°C, resp. 1600°C. Jejich nevýhodou je však obtížná dostupnost a vysoká cena (nutnost dovozu přímo od výrobce z USA). Obtížná je i dostupnost povlaků ThermaSpray 500 a 800 (dlouhé čekací lhůty pokud není zboží skladem). Běžně dostupnými povlaky jsou pouze povlaky DupliColor 800°C.

Dalším kritériem pro výběr povlaku byla jeho snadná a opakovatelná aplikace na povrch měřených vzorků. Po opakovaných zkušebních testech nanesení povlaku ZYP Coating CeO_2 se tento povlak ukázal jako nevyhovující, nebylo možné zajistit vždy stejný povrch povlaku.

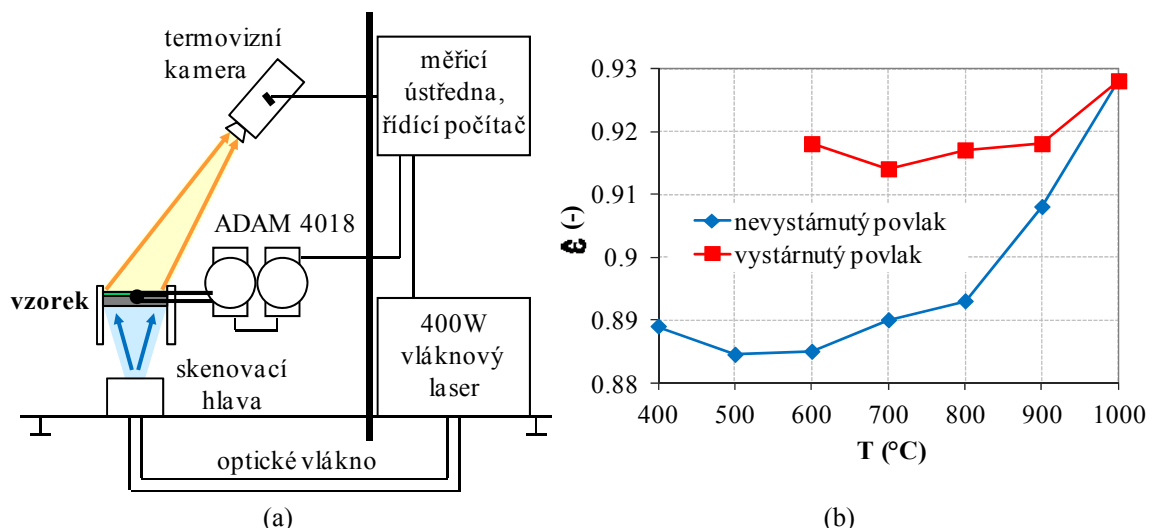
Za vhodný povlak pro bližší analýzu byl na základě výše uvedených skutečností zvolen povlak ZYP Coating Cr_2O_3 , který kromě vysoké ceny, obtížné dostupnosti a neznámé efektivní emisivity pro termovizní kameru splňuje všechny požadavky. Neznalost efektivní emisivity pro termovizní kameru byla řešena měřením této veličiny s různým teplotním zatěžováním povlaku (část 4.4.4). Až po prokázání vysoké efektivní emisivity byl tento povlak zvolen jako referenční.

Dalším blíže analyzovaným povlakem byl černý povlak DupliColor 800°C. Důvodem pro bližší analýzu je snaha nahradit obtížně dostupný a drahý povlak ZYP Coating Cr_2O_3 dostupnějším a levnějším řešením. Efektivní emisivita pro termovizní kameru není výrobcem uvedena, předpokládá se vysoká hodnota efektivní emisivity, která byla ověřena pro různé teplotní zatěžování povlaku.

4.4.4 Efektivní emisivita referenčních povlaků pro infradetektor

Podrobná analýza efektivní emisivity referenčních povlaků pro termovizní kameru pracující v pásmu vlnových délek 7.5 až 13 μm v různém režimu teplotní zátěže je důležitá pro přesné stanovení povrchové teploty vzorků. Určení této hodnoty výrazně ovlivňuje výsledky spektrometrického měření normálové emisivity analyzovaných vzorků, zejména pokud se u referenčního povlaku projevují časové nebo teplotní změny a tyto změny nejsou při měření uvažovány.

Efektivní emisivita referenčního povlaku *ZYP Coating Cr₂O₃* byla měřena na vzorku tvořeném kovovým substrátem ve tvaru disku o průměru 25 mm a tloušťce 5 mm, na jehož povrchu byl nanesen referenční povlak. Na rozhraní povlak/substrát byl přivařen neplášťovaný termočlánek typu K. Takto připravený vzorek byl upnut do pouzdra z tepelně izolačního materiálu a následně uchycen na optickou desku pomocí optomechanických komponent. Ohřev vzorku byl realizován 400W vláknovým laserem se skenovací hlavou, povrchová teplota vzorku se pohybovala v rozsahu 400°C až 1000°C. Podrobný popis parametrů laserového ohřevu je uveden v části 4.5.2 na straně 73. Teplota vzorku byla během celého měření snímána termočlánekem na rozhraní povlak/substrát a termovizní kamerou umístěnou ve stejné pozici jako v metodě měření normálové spektrální emisivity. Schéma experimentálního uspořádání je zobrazeno na obr. 26a.



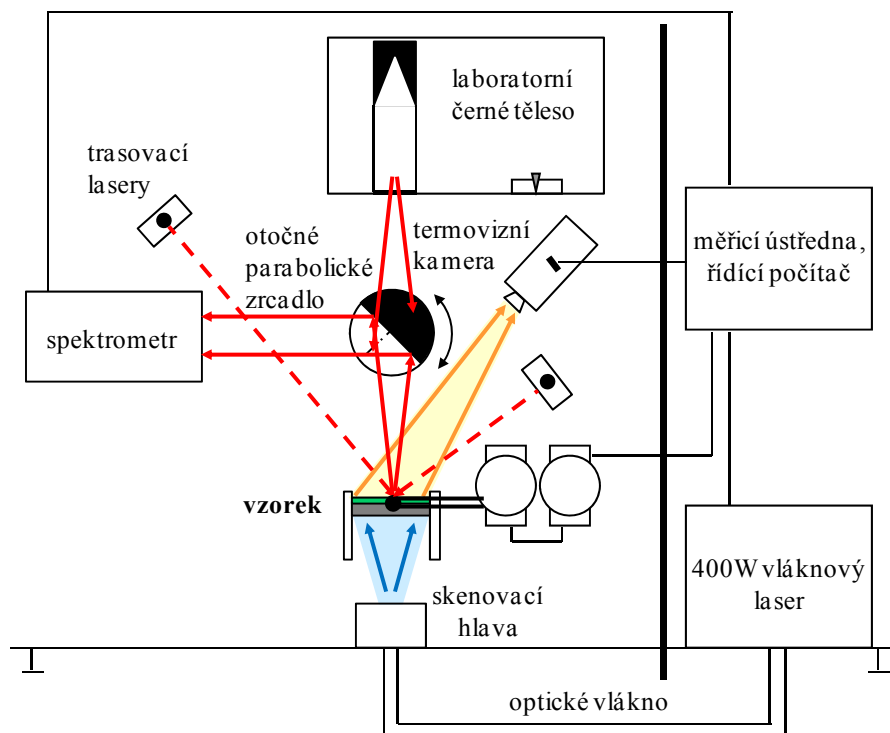
Obr. 26: (a) Schematické uspořádání aparatury pro měření efektivní emisivity referenčního povlaku *ZYP Coating Cr₂O₃*; (b) efektivní emisivita povlaku *ZYP Coating Cr₂O₃* v závislosti na povrchové teplotě vzorku pro termovizní kameru FLIR A320.

Efektivní emisivita referenčního povlaku byla určena z teploty měřené po dostatečném časovém ustálení vzorku na požadované teplotě (povrchová teplota je konstantní) metodou známé teploty. Do vyhodnocení emisivity byly zahrnuty kalibrační křivky termovizní kamery.

Teplotní zatěžování bylo provedeno ve stejném časovém a teplotním režimu, jaký se předpokládá pro měření teplotních závislostí vzorků analyzovaných povlaků. Vzorky byly postupně ohřívány od teploty 400°C do teploty 1000°C s teplotním krokem 100°C (nevystárnutý povlak). Po vychladnutí na pokojovou teplotu byl tentýž vzorek ohříván podobným teplotním režimem, od teploty 600°C do 1000°C s teplotním krokem opět 100°C (vystárnutý povlak). Důvodem opakování měření byla analýza změny efektivní emisivity referenčního povlaku pro případné opakované měření spektrální emisivity analyzovaných povlaků. Výsledné efektivní emisivity nevystárnutého a vystárnutého povlaku ZYP Coating Cr₂O₃ jsou uvedeny na obr. 26b.

Efektivní emisivita nevystárnutého povlaku ZYP Coating Cr₂O₃ se pohybuje v závislosti na teplotě od hodnoty 0.89 do hodnoty 0.94, v teplotním rozsahu 400°C až 600°C je téměř konstantní, nad teplotu 600°C se zvyšující se teplotou roste. Naopak, efektivní emisivita vystárnutého povlaku vykazuje až do teploty 900°C pouze slabou závislost na teplotě (hodnota emisivity se pohybuje kolem 0.918), pouze pro teplotu 1000°C roste na hodnotu 0.928. Z výsledků tedy vyplývá, že emisivita povlaku ZYP Coating Cr₂O₃ je pro oba teplotní režimy relativně vysoká a tento referenční povlak je možné použít ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity pro stanovení povrchové teploty vzorku. Při vyhodnocení teploty vzorku je však nutné respektovat teplotní závislost efektivní emisivity referenčního povlaku pro daný teplotní režim analyzovaného povlaku.

Efektivní emisivita *referenčního povlaku DupliColor 800°C* byla stanovena až po optimalizaci optické dráhy a dokončení metodiky vyhodnocení normálové spektrální emisivity vysokoteplotní metodou. Použito bylo experimentální uspořádání obdobné k uspořádání pro měření efektivní emisivity povlaku ZYP Coating Cr₂O₃, bylo pouze doplněné o FTIR spektrometr a referenční zdroj záření (laboratorní černé těleso (obr. 27). Toto rozšíření umožnilo po ustálení na požadované teplotě (teplota měřená termočlánkem přivařeným na rozhraní povlak/substrát) záznam signálu povrchu vzorku v závislosti na vlnové délce. Spektrální signál povrchu vzorku byl spektrometrem zaznamenáván z oblasti mezi přivařenými měřicími konci termočlánku.

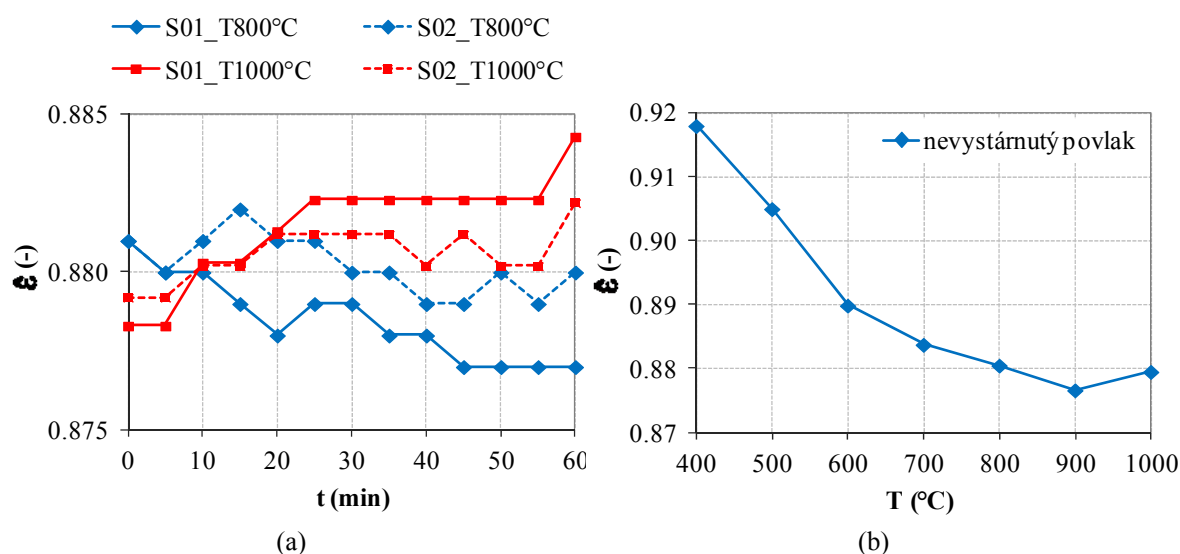


Obr. 27: Schematické uspořádání aparatury pro měření efektivní emisivity referenčního povlaku DupliColor 800°C.

Použitím metodiky vyhodnocení normálové spektrální emisivity (podkapitola 5.2) pomocí teploty naměřené termočlánkem je spočtena emisivita referenčního povlaku v závislosti na vlnové délce ve směru normály k povrchu. Vyhodnocené spektrum ukazuje na chování povlaku jako polárního dielektrického materiálu – ve spektru se vyskytuje Christiansenova vlnová délka kolem 8 μm v závislosti na teplotě povlaku. Na této vlnové délce je však emisivita vyhodnocená pro teplotu měřenou termočlánkem na rozhraní vrstva/substrát vyšší než 1. To svědčí o nepřesném měření teploty vzorku – teplota měřená termočlánkem je proto považována pouze za teplotu orientační. Skutečná povrchová teplota je stanovena posunem spektrální křivky normálové emisivity tak, aby hodnota emisivity referenčního povlaku na Christiansenově vlnové délce byla rovna 1. Posun spektrální křivky je dosažen zadáním radiance ideálního černého tělesa, dané Planckovým zákonem vypočtené pro teplotu změřenou termočlánkem, do metodiky vyhodnocení normálové spektrální emisivity. Efektivní emisivita referenčního povlaku DupliColor 800°C pro termovizní kameru je vyhodnocena metodou známé teploty pro teplotu skutečnou, stanovenou při posunu křivky normálové spektrální emisivity. Do vyhodnocení efektivní emisivity referenčního povlaku byly opět zahrnuty kalibrační křivky termovizní kamery.

Teplotní zatěžování bylo provedeno pro různé časové a teplotní režimy. Důvodem byl předpoklad nahrazení povlaku ZYP Coating Cr_2O_3 povlakem DupliColor 800°C a jeho

následně využití pro stanovení povrchové teploty vzorků. Základním režimem zatěžování byl opět ohřev nevystárnutých vzorků od teploty 400°C do teploty 1000°C s teplotním krokem 100°C. Měření bylo provedeno na 2 vzorcích vždy po ustálení povlaku na požadované teplotě. Současně byly zaznamenávány teploty měřené termočlánkem na rozhraní povlak/substrát, teplotní pole povrchu vzorku termovizní kamerou a signál povrchu vzorku spektrometrem. Časový interval mezi jednotlivými záznamy činil 5 minut, záznam na jedné teplotě probíhal 60 minut od ustálení. Vyhodnocován byl časový průběh efektivní emisivity referenčního povlaku na každé ustálené teplotě (obr. 28a) a celková efektivní emisivita referenčního povlaku. Celková efektivní emisivita v základním režimu byla stanovena jako průměr efektivních emisivit z 2 měřených vzorků, zahrnuty byly pouze emisivity zaznamenané do 15 minut po ustálení povlaku na požadované teplotě (obr. 28b). Současně se základním režimem byla také testována teplotní odolnost referenčního povlaku nad hodnotu udávanou výrobcem – 800°C.



Obr. 28: (a) Efektivní emisivita povlaku DupliColor 800°C v závislosti na délce ustálení povrchové teploty vzorku; (b) celková efektivní emisivita povlaku DupliColor 800°C v závislosti na povrchové teplotě vzorku.

Celková efektivní emisivita nevystárnutého povlaku DupliColor 800°C se pohybuje pro teploty od 400°C do 900 °C v rozsahu 0.92 až 0.88, se zvyšující se teplotou vzorku klesá. Povlak je možné v tomto teplotním intervalu považovat z časového hlediska za stabilní. Změna efektivní emisivity povlaku v čase se projevuje zejména pro teplotu 1000°C, povlak je tedy možné nad teplotu 900°C považovat za nestabilní. Efektivní emisivita povlaku se s časem ustálení nejprve zvyšuje, po 25 minutách ustálení zůstává konstantní. Celková efektivní emisivita povlaku DupliColor 800°C je poměrně vysoká,

tento referenční povlak je možné použít ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity pro stanovení povrchové teploty vzorku. Při vyhodnocení teploty vzorku je nutné pro teplotu do 900°C respektovat teplotní závislost efektivní emisivity referenčního povlaku pro daný teplotní režim analyzovaného povlaku, nad 900°C zahrnout ještě časovou nestabilitu referenčního povlaku.

Další režimy teplotního zatěžování povlaku spočívaly v testování povlaku s rozdílnou časovou historií, analyzováno bylo především chování povlaku pro různé stupně a postupy teplotního vystárnutí. Podrobný popis režimů a výsledky efektivních emisivit jsou uvedeny v [LIX].

4.5 Systém uchycení a ohřevu vzorků

Vývoj systému uchycení a ohřevu vzorků byl koncipován tak, aby výsledný systém splnil požadavky pro měření normálové spektrální emisivity povlaků do vysokých teplot. Požadavky jsou následující: široký rozsah povrchových teplot vzorku (minimálně 400°C až 1000°C), minimální doba náběhu na požadovanou teplotu, minimální rozkmit teplot v ustáleném stavu, zajištění homogenní povrchové teploty vzorku, minimální emise tepelného záření do okolí, snadná manipulace se vzorky, uzpůsobení systému experimentálního uspořádání metody (omezené vnější rozměry zařízení), možnost uplatnění vhodných metod měření povrchové teploty. Každý systém uchycení a ohřevu vzorků byl testován, jak splňuje požadavky z hlediska dosažení maximální povrchové teploty vzorku, rychlosti náběhu na požadovanou teplotu a rozložení teplot na povrchu vzorku po ustálení na požadované teplotě.

Část 4.5.1 popisuje postupný vývoj systému uchycení ohřevu vzorků, uvedeny jsou výhody a nevýhody jednotlivých zařízení. V části 4.5.2 je popsána optimalizace vybraného systému.

4.5.1 Technické prostředky

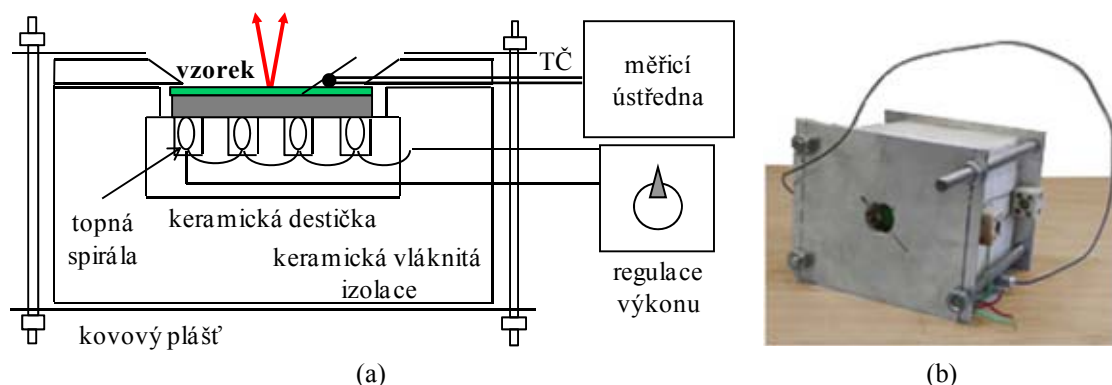
Pro ohřev vzorků byly postupně realizovány nejprve konvenční systémy založené na radiačním ohřevu vzorků v elektrické peci. Později bylo od těchto systémů odstoupeno a byly nahrazeny laserovými systémy založenými na bezkontaktním ohřevu vzorků výkonným laserovým svazkem. Uchycení vzorků bylo vždy přizpůsobeno použitému systému ohřevu.

První konvenční systém pro ohřev vzorků byl realizován pomocí komerční *topné desky SH 15*. Tato deska byla využita současně pro ohřev vzorků a jako referenční zdroj záření (kap. 4.3.1). Měřenými vzorky byly povlaky nanesené na ocelový substrát (průměr 25 mm, tloušťka 5 mm) volně položené na povrchu topné desky. Povrchová teplota

vzorků se odvíjela od regulované teploty topné desky, maximální dosažená povrchová teplota vzorků se pohybovala kolem 500°C. Výhodou tohoto způsobu ohřevu je jednoduchá manipulace se vzorky a možnost ohřevu několika vzorků současně, nevýhody spočívají především v pomalé rychlosti ohřevu a obtížné regulaci povrchové teploty vzorku na požadovanou hodnotu, nízkém teplotním rozsahu povrchových teplot vzorku a obtížného zajištění vždy shodné pozice vzorku a oblasti detekované spektrometrem.

Další vyvíjené konvenční systémy ohřevu vzorku byly zaměřeny na dosažení vysoké povrchové teploty (minimálně 1000°C). Vyvinuta byla *pec s topnými spirálami pro ohřev disků*, *kelímková pec pro ohřev disků* a *kelímková pec pro ohřev válečků*. Tyto pece umožňují ohřev povlaků nanesených na substrát buď ve tvaru disku (průměr 25 mm, tloušťka 5 mm) nebo ve tvaru válečku (průměr 25 mm, délka 100 mm).

Základem *pece s topnými spirálami* (obr. 29) je topná spirála vložená do drážek keramické destičky. Měřený vzorek ve tvaru disku, který je tvořený povlakem naneseným na kovový substrát, je v přímém kontaktu s keramickou destičkou. Topný element spolu se vzorkem je vložený do keramické vláknité izolace pro snížení tepelných ztrát. Uchycení vzorku je zajištěno po jeho obvodu přiložením vláknité izolace tak, aby čelní plocha vzorku byla volně odkryta. Systém uchycení a ohřevu vzorků je pak opatřen kovovým pláštěm. Požadovaná povrchová teplota vzorku je dosažena regulací výkonu dodaného do topného elementu. Tento systém ohřevu sice splňuje požadavek rychlosti ohřevu vzorku na vysokou povrchovou teplotu (až 1100°C), ale z důvodu obtížné manipulace s měřeným vzorkem (zakládání, vyjímání) a vysoké poruchovosti (přilnutí vzorku k topnému elementu při ohřevu nad 800°C) byl nahrazen kelímkovou pecí pro ohřev disků.

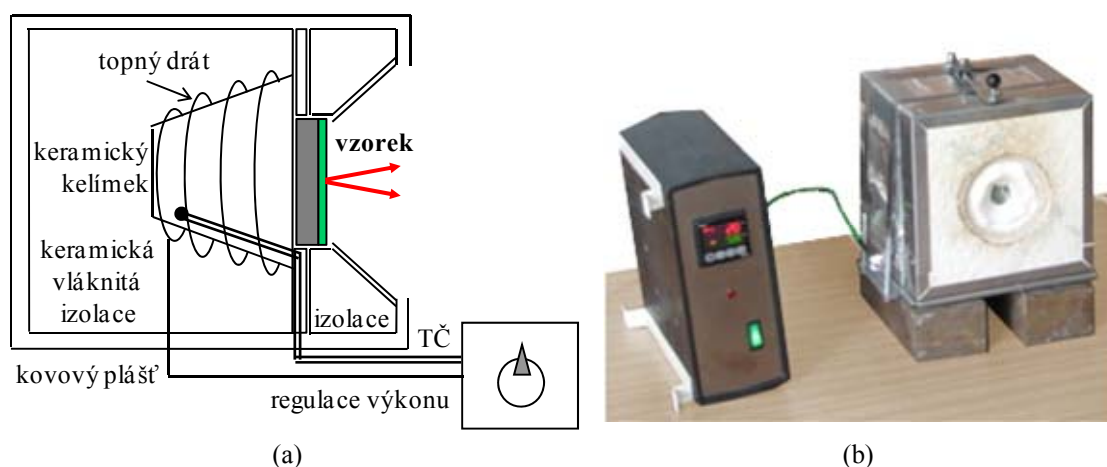


Obr. 29: Pec s topnými spirálami – (a) schematické zobrazení; (b) fotografie.

Kelímková pec pro ohřev disků (obr. 30) je zhotovena z topného drátu ovinutého kolem keramického kelímku, který tvoří komoru pece. Topný element je vložený

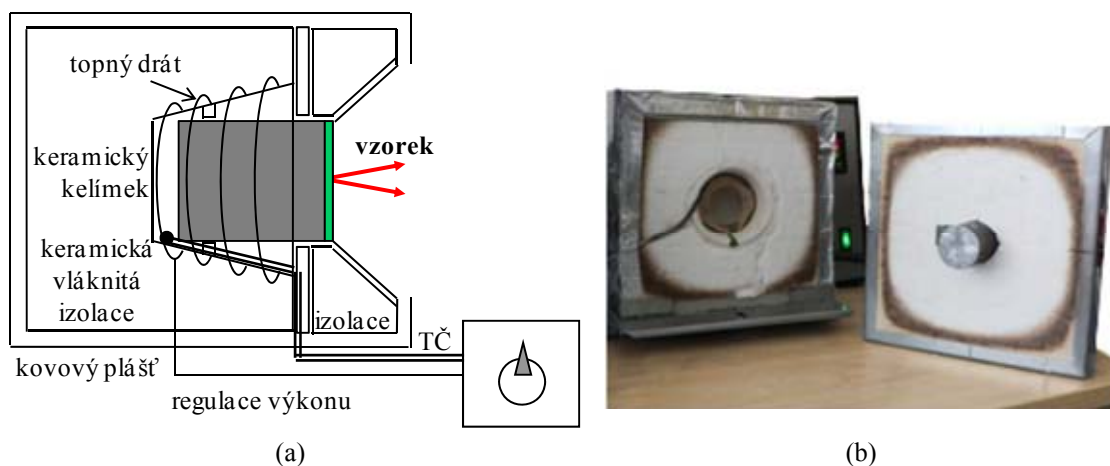
4 METODY ZPRACOVÁNÍ

do keramické vláknité izolace. Vzorek tvořený povlakem naneseným na ocelový substrát je umístěn v otvoru odnímatelného čelního panelu z vláknité keramické izolace. Ohřev vzorku je zajištěn radiací topného elementu. Výhodou tohoto topného systému je především snadná manipulace se vzorkem, zásadní nevýhoda spočívá v nízké maximální povrchové teplotě vzorku (650°C – důsledek přibližně stejné plochy povrchu vzorku, která je ohřívána a ochlazována). Tato pec nesplňuje požadavek ohřevu vzorku do teploty minimálně 1000°C , proto není vhodná pro využití ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity.



Obr. 30: Kelímková pec pro ohřev disků – (a) schematické zobrazení; (b) fotografie.

Kelímková pec pro ohřev válečků (obr. 31) je obměnou kelímkové pece pro ohřev disků. Keramický kelímek a čelní panel z vláknité keramické izolace jsou uzpůsobeny ohřevu ocelového vzorku ve tvaru válečku, na jehož čelní stranu je nanesený povlak.

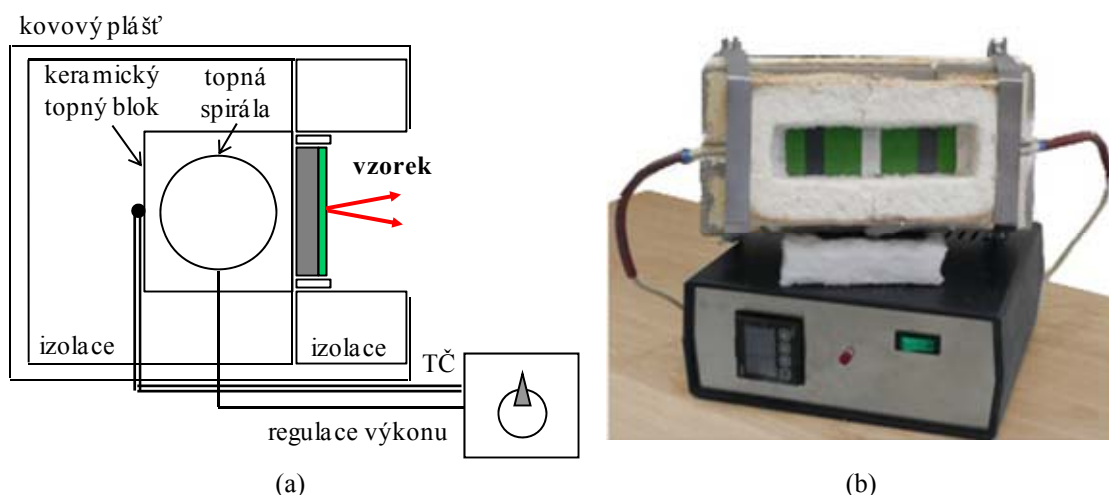


Obr. 31: Kelímková pec pro ohřev válečků – (a) schematické zobrazení; (b) fotografie.

4 METODY ZPRACOVÁNÍ

Nahrazení disku válečkem umožnilo dosáhnout povrchové teploty vzorku až 800°C (zvětšení plochy ohřevu vzorku v porovnání s plochou ochlazování). Takto konstruovaný systém uchycení a ohřevu vzorků je možné využít ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity povlaků při ohřevu vzorku do teploty 800°C.

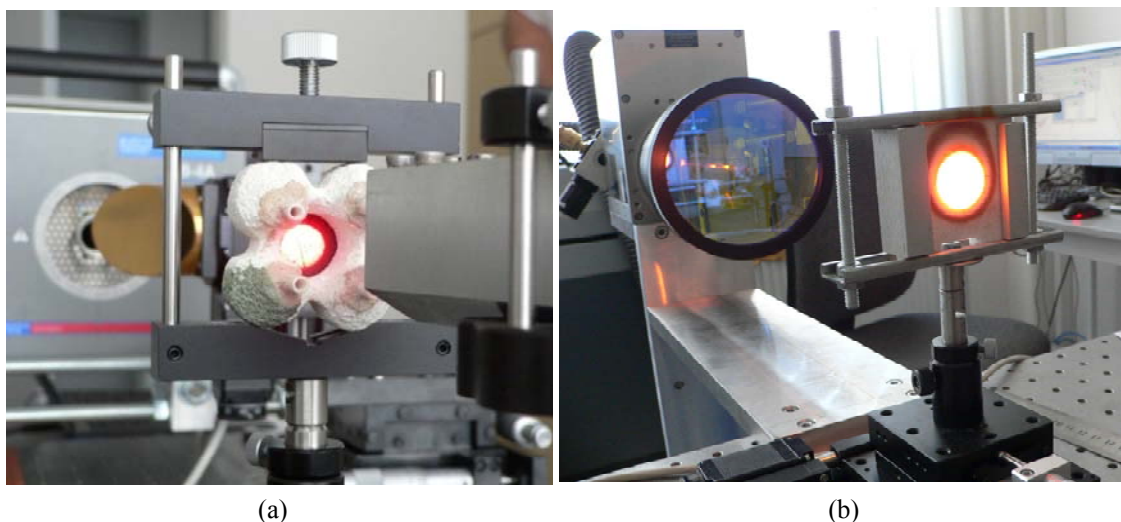
Posledním vyvinutým konvenčním systémem ohřevu vzorků je *bloková pec* tvořená keramickým topným blokem, do jehož objemu je pomocí keramické pasty uchycena topná spirála. Topný blok je poté vložen do keramické izolace tak, aby čelní plocha bloku byla volně odkryta. Na čelní plochu bloku jsou položeny vzorky ve tvaru disku (průměr 25 mm, tloušťka 5 mm), na jejichž povrch je nanesen povlak. Vzorky jsou pomocí keramické izolace přitisknuty k topnému bloku (obr. 32a).



Obr. 32: Bloková pec – (a) schematické zobrazení se vzorkem přitisknutým k topnému bloku pomocí keramické izolace; (b) fotografie s analyzovanými povlaky aplikovanými na čelo topného bloku pece.

Současně je možné měřit až 4 rozdílné povlaky. V této konfiguraci maximální povrchová teplota vzorků dosahuje hodnoty 750°C. Teplota topného tělesa je měřena kalibrovaným termočlánkem typu K umístěným na zadní straně bloku, regulace teploty je zajištěna PID regulátorem. Měření normálové spektrální emisivity povlaků za teploty až 1200°C je možné dosáhnout aplikováním povlaků přímo na čelo topného bloku (obr. 32b). Výhodou je měření normálové spektrální emisivity současně až 8 povlaků, nevýhodou přímé aplikace je výroba nového topného tělesa po nanesení povlaků na všechny strany bloku a ověřování homogenity teplotního pole povrchu topného bloku vždy pro nový blok. Tento způsob ohřevu povlaků do teploty až 1200°C je vhodný pro využití ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity.

Pro testování ohřevu vzorků laserovými systémy byly vzaty v úvahu *40W kontinuální diodový laser svedený do vlákna* od firmy Coherent (vlnová délka 810 nm), *4 kW kontinuální přímý diodový laser* od firmy Coherent (vlnová délka 805 ± 10 nm) a *400W kontinuální vláknový laser* od firmy Jenoptik (vlnová délka 1070 ± 10 nm). Vzorek zhotovený z kovového disku o průměru 25 mm a tloušťce 5 mm s naneseným povlakem na čelní straně byl uchycen do pouzdra z keramické izolace. Tento systém uchycení vzorku byl připevněn na lineární XY mikroposuv tak, aby bylo možné zajistit ohřev vzorku laserovým paprskem zaostřeným na střed zadní strany vzorku (obr. 33a). Výhodou všech výše uvedených laserových systémů testovaných pro ohřev vzorku je jednoduchá manipulace se vzorky a jejich rychlý ohřev na požadovanou teplotu.



Obr. 33: Ohřev vzorků laserovými systémy – (a) laserový paprsek zaostřený na střed zadní strany vzorku; (b) ohřev zadní strany vzorku pomocí 400W vláknového laseru a skenovací hlavy.

Při testovacích ohřevech bylo zjištěno, že 40 W diodový laser svedený do vlákna není vhodné zařízení pro ohřev vzorků ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity, protože nespĺňuje požadavky z hlediska dostatečného výkonu (maximální dosažená povrchová teplota vzorku 450°C). 4 kW přímý diodový laser také není vhodný pro ohřev vzorků, protože jej nelze trvale umístit k FTIR spektrometru.

400W vláknový laser umožňuje jednoduchou regulací výkonu dosáhnout povrchových teplot vzorku 400°C až 1200°C a je možné jej umístit k vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity. Obdobně jako u předchozích typů laserů není možné dosáhnout pouhým zaměřením laserového svazku na střed zadní strany vzorku homogenního teplotního pole čelní strany vzorku.

Homogenního teplotního pole čelní strany vzorku v požadovaném teplotním rozsahu je možné dosáhnout 400W vláknovým laserem v kombinaci se skenovací hlavou

(*HurryScan20* od společnosti SCANLAB) (obr. 33b). Technická specifikace obou zařízení je uvedena v tab. 6. Skenovací hlava umožňuje vhodným nastavením parametrů prostorového a časového průběhu laserového paprsku po zadní straně vzorku dosáhnout dostatečného homogenního teplotního pole čelní strany vzorku. Podrobný popis optimalizace laserového ohřevu je uveden v části 4.5.2. Tento způsob ohřevu spolu s uchycením vzorku z keramické izolace, umístěném na lineárním XZ mikroposuvu, splňuje všechny výše uvedené požadavky. Byl proto zvolen za optimální systém pro využití ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity.

Tab. 6: *Technická specifikace 400W vláknového laseru a skenovací hlavy.*

400W vláknový laser Jenoptic	
Výkon	10 – 400 W
Vlnová délka	1070 ± 10 nm
Délka optického vlákna	6 m
Vnější průměr optického vlákna	7.5 ± 1 mm
Průměr laserového svazku na výstupu z kolimátoru	5 ± 0.7 mm
Kvalita svazku	0.37 mm . mrad
Stabilita výkonu	± 1%
Provozní režim	kontinuální nebo modulovaný s délkou pulzu min. 1 μs a frekvencí až 100 kHz
Hmotnost	< 45 kg
Rozměry	507 x 482.6 x 221.4 mm
Chlazení	vodou
Skenovací hlava SCANLAB	
Velikost vstupní apertury	20 mm
Fokusační vzdálenost	330 mm
Průměr laserového svazku v místě zaostření	cca 40 μm
Velikost skenovacího pole	235 x 235 mm
Hmotnost	5.8 kg
Chlazení	vzduchem

4.5.2 Optimalizace laserového ohřevu

Kombinací 400W vláknového laseru a skenovací hlavy je možné vhodnou volbou výkonu laseru a procesu skenování dosáhnout všech požadavků kladených na ohřev vzorků ve vysokoteplotní metodě měření normálové spektrální emisivity (zejména homogenního teplotního pole čelní strany vzorku v širokém rozsahu povrchových teplot 400°C až 1000°C).

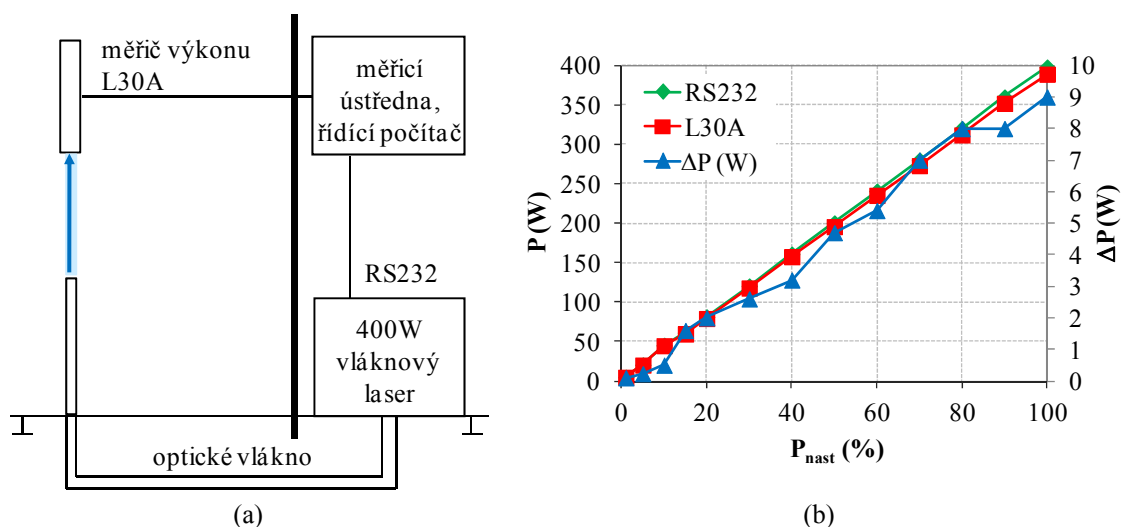
Optimalizace tohoto způsobu ohřevu spočívá v:

- kalibraci výkonu laseru – nastavení vhodného výkonu laseru pro ohřev vzorku na požadovanou teplotu;

- nalezení vhodné kombinace geometrických objektů a jejich parametrů pro proces skenování (tvar, rozměry, skenovací rychlost, počet opakování, výkon laseru) – zajištění homogenního teplotního pole čelní strany vzorku v závislosti na teplotě.

Výsledkem optimalizace je pak homogenní teplotní pole čelního povrchu vzorku a ohřev vzorku v rozsahu teplot 400°C až 1000°C.

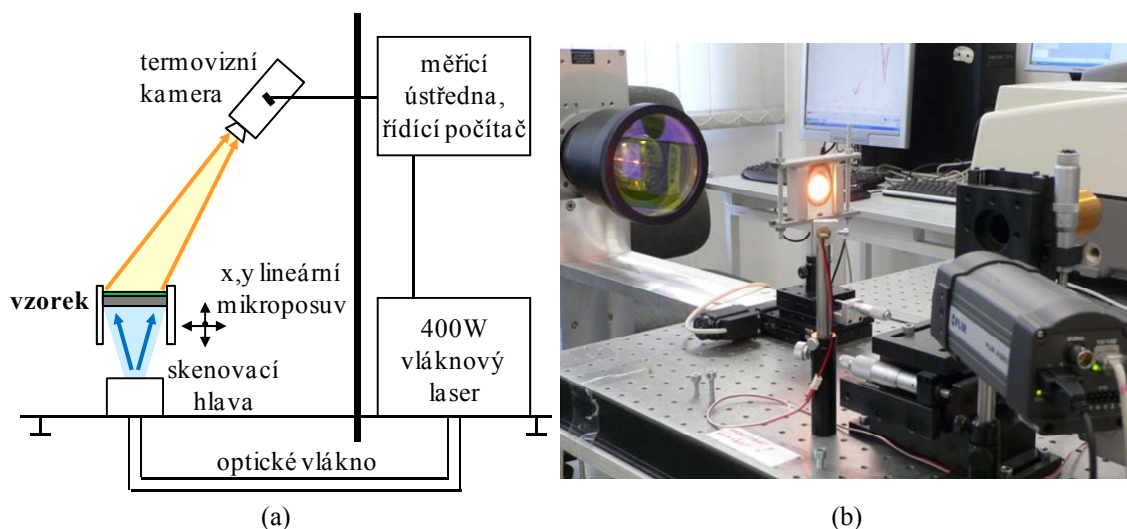
Kalibrace výkonu laseru byla provedena pomocí experimentálního uspořádání zobrazeného na obr. 34a. Výkon vláknového laseru byl monitorován dvěma způsoby – vlastním měřením výkonu laseru (výstup vnitřní zpětnovazební smyčky laseru – přes port RS232, hodnota odpovídá nastavené hodnotě výkonu) a na výstupu z optického vlákna tepelnou hlavou pro měření výkonu Ophir L30A s děličem svazku (odrazivost děliče 6.593% na vlnové délce laseru 1070 nm). Výkon naměřený tepelnou hlavou je považován za skutečný výkon laseru. Výkonnostní křivky naměřené oběma způsoby a rozdíl mezi křivkami jsou ukázány na obr. 34b.



Obr. 34: Kalibrace výkonu 400W kontinuálního vláknového laseru – (a) schematické uspořádání aparatury pro kalibraci; (b) závislost výstupního výkonu laseru P na nastaveném výkonu laseru P_{nast} , $\Delta P = P_{nast} - P$.

Výkony naměřené laserem a tepelnou hlavou vykazují lineární závislost. Do hodnoty nastaveného výkonu 50% jsou závislosti nastaveného a skutečného výkonu téměř totožné, nad nastavenou hodnotu výkonu 50% se liší v řádu jednotek W. Rozdíl mezi nastaveným a měřeným výkonem je možné považovat za zanedbatelný. Vhodným procentuálním nastavením výkonu laseru je tedy možné zajistit požadovanou teplotu povrchu vzorku.

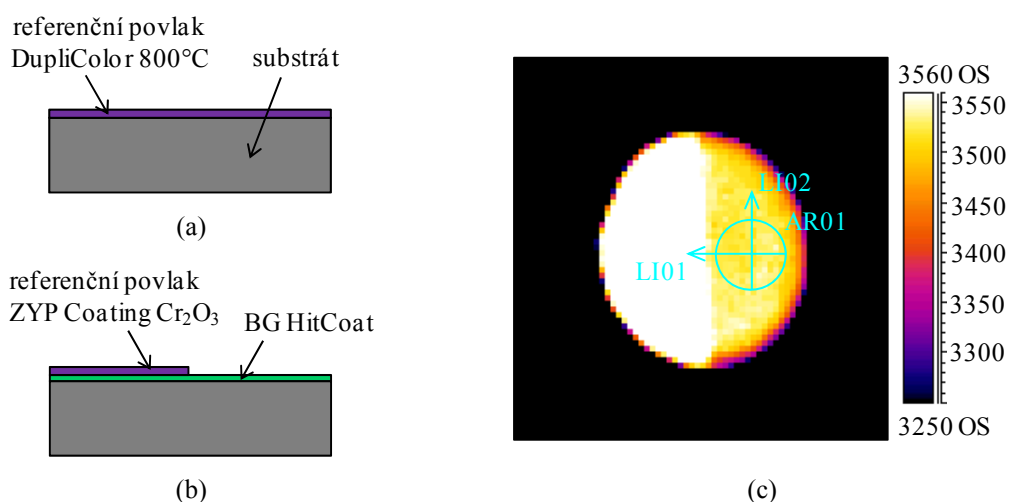
Nalezení vhodné kombinace geometrických objektů a jejich parametrů pro proces skenování byla provedena na aparatuře zobrazené na obr. 35. Kovový vzorek ve tvaru disku je umístěn do pouzdra z keramické izolace. Tento způsob uchycení je z důvodu nastavení přesné pozice vzorku spojen s optickou deskou pomocí lineárního XZ mikroposuvu a dalších optomechanických komponent. Ohřev vzorku je zajištěn prostorovým a časovým průběhem laserového paprsku po zadní straně vzorku.



Obr. 35: Měřicí aparatura pro optimalizaci laserového ohřevu vzorku pomocí 400W kontinuálního vláknového laseru – (a) schematické uspořádání; (b) fotografie.

Z důvodu snadnějšího zajištění homogenního ohřevu čelní strany vzorku je vzorek umístěn za ohniskovou rovinou skenovací hlavy (400 mm), dosaženo je tak průměru laserového spotu 5 mm. Pomocí termovizní kamery je měřeno teplotní pole čelní strany vzorku. Homogenita teplotního pole je zjišťována z analýz vložených do termogramu zaznamenaného po ustálení vzorku na požadované teplotě, která je dosažena regulací výkonu laseru.

Optimalizace laserového ohřevu pomocí 400W vláknového laseru a skenovací hlavy byla provedena na vzorcích o průměru 25 mm a tloušťce 5 mm (finální rozměr vzorků), čelní strana vzorků byla opatřena po celé ploše černým povlakem DupliColor 800°C (obr. 36a), případně vysoceemisivním kompozitním povlakem BG HitCoat (výrobce BG SYS HT, s.r.o., ČR) v kombinaci s povlakem ZYP Coating Cr_2O_3 naneseným na polovinu vzorku (obr. 36b). Zkušební vzorky připravené druhým způsobem odpovídají vzorkům následně používaným pro měření normálové spektrální emisivity.



Obr. 36: Schematické zobrazení vzorků použitých pro optimalizaci jejich laserového ohřevu – (a) vzorek s povlakem DupliColor 800°C aplikovaným po celé ploše substrátu; (b) vzorek opatřený povlakem BG HitCoat v kombinaci s povlakem ZYP Coating Cr₂O₃. (c) Ukázka analýz vložených do termogramu pro nalezení vhodného ohřevu vzorku pomocí 400W kontinuálního vláknového laseru a skenovací hlavy.

Ohřev zadní strany vzorku byl zajištěn trasováním laserové stopy s rozdílnou rychlostí skenování po různých geometrických objektech, jejich přehled je uveden v tab. 7. Vhodný ohřev vzorku byl vybrán pomocí analýz vložených do termogramu vzorku – kruhová oblast (průměr kruhové plochy odpovídá velikosti oblasti detekované spektrometrem), svislá a vodorovná linie v kruhové oblasti (obr. 36c). Hodnocena je průměrná teplota v kruhové oblasti, rozdíl mezi maximální a minimální teplotou v kruhové oblasti a kolísání teploty na svislé a vodorovné linii. Emisivita povrchu vzorku byla nastavena na orientační hodnotu 0.95.

Tab. 7: Přehled použitých způsobů trasování laserové stopy v optimalizaci laserového ohřevu vzorku.

Geometrický objekt a jeho parametry	Schematické znázornění
<p><i>Kříž</i></p> <p>Rozměry: 20 x 20 mm</p> <p>Rychlost skenování: 2500 mm.s⁻¹</p> <p>Výkon laseru: 10 % až 80 %</p>	
<p><i>Obdélník</i></p> <p>Rozměry: 15 x 7.5 mm</p> <p>Rychlost skenování: 2500 mm.s⁻¹</p> <p>Výkon laseru: 10 % až 80 %</p>	
<p><i>Mezikruží</i></p> <p>Rozměry: průměr vnitřní krunice 6 mm průměr vnější kružnice 15 mm</p> <p>Rychlost skenování: 2500 mm.s⁻¹</p> <p>Výkon laseru: 10 % až 80 %</p>	

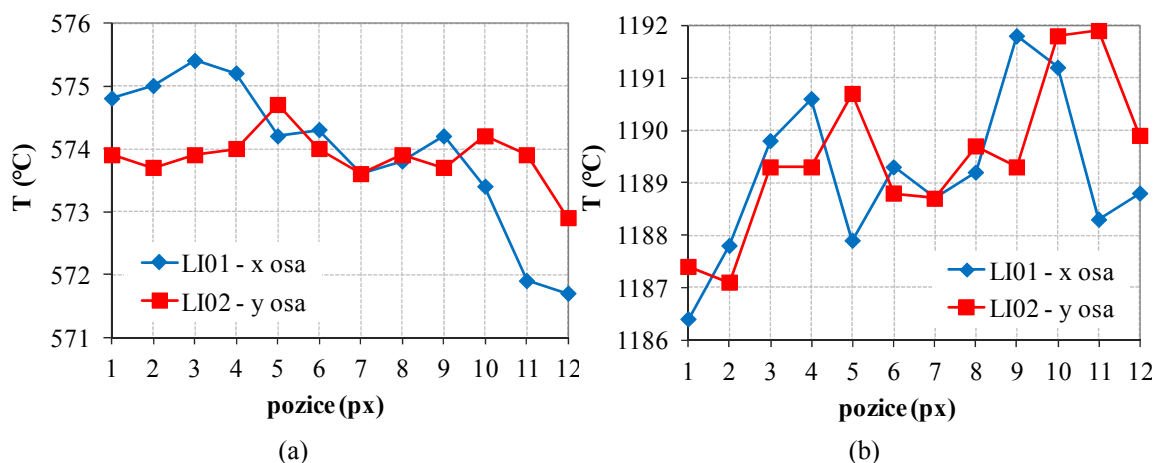
4 METODY ZPRACOVÁNÍ

<p><i>Kružnice</i></p> <p>Průměr kružnice: 12 mm, 15 mm, 16.5 mm, 17.5 mm, 18 mm</p> <p>Rychlost skenování: 2500 mm.s⁻¹</p> <p>Výkon laseru: 20 %</p>	
<p><i>Kružnice</i></p> <p>Průměr kružnice: 17.5 mm</p> <p>Rychlost skenování: 2500 mm.s⁻¹</p> <p>Výkon laseru: 10 % až 80 %</p>	
<p><i>Soustředné kružnice</i></p> <p>Počet a rozměry: 1–13.5 mm; 2–12/8.7 mm; 3–21/17.4/13.8 mm; 4–21/17.4/13.8/10.2 mm</p> <p>Rychlost skenování: 2500 mm.s⁻¹</p> <p>Výkon laseru: 10 %</p>	
<p><i>Soustředné kružnice</i></p> <p>Počet: 4</p> <p>Rozměry: 21/17.4/13.8/10.2 mm</p> <p>Rychlosti skenování: 2500 mm.s⁻¹</p> <p>900/ 2250/ 2500/5000 mm.s⁻¹</p> <p>900/ 2500/ 2250/5000 mm.s⁻¹</p> <p>800/1800/2500/6000 mm.s⁻¹</p> <p>1600 (2x za sebou)/1800/2500/6000 mm.s⁻¹</p> <p>1600 (3x za sebou)/1800/2500/6000 mm.s⁻¹</p> <p>1500 (4x za sebou)/1800/2500/6000 mm.s⁻¹</p> <p>1200 (2x za sebou)/1800/2500/6000 mm.s⁻¹</p> <p>Výkon laseru: 10 %</p>	
<p><i>Soustředné kružnice</i></p> <p>Počet: 4</p> <p>Rozměry: 21/17.4/13.8/10.2 mm</p> <p>Rychlosti skenování: 1600 (2x za sebou)/1800/2500/6000 mm.s⁻¹</p> <p>Výkon laseru: 10 % až 70 %</p>	

Příklad výstupů posledního způsobu ohřevu vzorku použitím čtyř soustředných kružnic rozdílných rozměrů a rychlostí skenování je pro vodorovnou a svislou linii a různé výkony laseru uveden na obr. 37. Výsledky průměrné teploty v kruhové analýze včetně rozdílu mezi maximální a minimální teplotou jsou uvedeny v tab. 8.

Tab. 8: Průměrné teploty na povrchu vzorku v kruhové analýze po dosažení ustálené teploty, rozdíl mezi maximální a minimální teplotou. Vše v závislosti na výkonu laseru.

Výkon laseru (%)	Průměrná teplota (°C)	ΔT (K)
10	574	5
20	770	7
40	988	7
70	1189	11



Obr. 37: Průběhy teplot na vodorovné a svislé linii z termogramu zaznamenaném při ohřevu vzorku (kompozitní povlak BG HitCoat v kombinaci s povlakem ZYP Coating Cr_2O_3 naneseným na polovinu vzorku) 400W kontinuálním vláknovým laserem v kombinaci se skenovací hlavou při výkonu laseru nastaveném – (a) na 10%; (b) na 70%.

Teplotní profil linií je téměř konstantní, odchylka v teplotě činní maximálně ± 2 K. Rozdíl teplot mezi maximální a minimální hodnotou v kruhové analýze je při výkonu laseru 70% až 11 K, při výkonu laseru 10 % činní pouze 5 K. Uvedené teplotní rozdíly mohou být způsobeny nejen zvoleným ohřevem, ale také prostorově nehomogenní efektivní emisivitou (tloušťkou/vodivostí) povlaku. Tento způsob ohřevu kovového vzorku ve tvaru disku o průměru 25 mm a tloušťce 5 mm opatřeným po celé ploše vysoceemisivním kompozitním povlakem BG HitCoat v kombinaci s referenčním povlakem ZYP Coating Cr_2O_3 naneseným na polovinu vzorku vykazuje nejlepší výsledky ze zkoušených laserových ohřevů, homogenitu povrchové teploty je možné považovat za dostatečnou.

Výsledný způsob ohřevu vzorků ve vysokoteplotní metodě měření spektrální emisivity je tedy následující:

- čtyři soustředné kružnice o průměru 21 mm, 17.4 mm, 13.8 mm a 10.2 mm;
- skenovací rychlost jednotlivých kružnic $1600 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ (2x za sebou), $1800 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, $2500 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, $6000 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$;
- střed soustředných kružnic odpovídá středu zadní strany vzorku;
- výkon laseru shodný pro všechny geometrické objekty;
- dosažení požadované teploty vzorku pouze nastavením procentuálního výkonu laseru (10 % až 80 %).

Nečistoty vznikající v průběhu experimentu při ohřevu vzorku do vysokých teplot (zápach způsobený vytvrzování povlaků a případné prachové částice) jsou filtrovány

filtrační jednotkou N3 od společnosti Nederman (obr. 38), která je napojena na optický box (viz část 4.6.5) pomocí FX odsávacího ramena. Připojení a výkon filtrační jednotky jsou zvoleny tak, aby odsávání nečistot z optického boxu neovlivňovalo rozložení teploty na povrchu vzorku.



Obr. 38: *Filtrační jednotka N3 od společnosti Nederman s FX odsávacím ramenem.*

4.6 Optická dráha

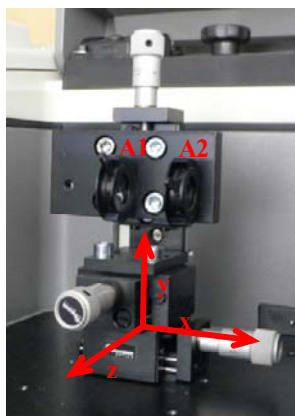
Optickou dráhou experimentálního uspořádání vysokoteplotní metody pro měření normálové spektrální emisivity povlaků je myšlena dráha, kterou radiance zdroje záření (vzorek či laboratorní černé těleso) prochází přes měřicí aparaturu na detektor FTIR spektrometru. Vzhledem k definici emisivity (poměr radiance povrchu vzorku a radiance referenčního zdroje záření na shodné teplotě a za stejných geometrických a spektrálních podmínek) je třeba zajistit shodnou optickou dráhu pro oba zdroje záření. Zajištění shodné optické dráhy je dosaženo vhodným nastavením optických, optomechanických a topných komponent tak, aby signál odpovídající radianci zdrojů záření detekovaný spektrometrem byl maximální a zároveň byla potlačena radiance okolních objektů.

Optimalizace optické dráhy spočívala zejména ve výběru vhodných komponent a jejich následném přesném umístění do měřicí aparatury, definici oblasti vzorku detekované spektrometrem a zakrytování optické dráhy. Z optických a optomechanických komponent se jednalo zejména o umístění otočného parabolického zrcadla mezi zdroje záření, umístění a nastavení průměru apertur, umístění motorizované clonky pro zabránění průniku radiance ze zdrojů záření do spektrometru v době jejich ohřevu a ustalování na požadované teplotě.

Optimalizace optické dráhy byla provedena s využitím nekalibrovaného laboratorního černého tělesa (referenčního zdroje záření).

4.6.1 Apertury

Apertury jsou do optické dráhy měřicí aparatury vloženy pro definici velikosti oblasti detekované spektrometrem v kavitě laboratorního černého tělesa a na povrchu vzorku, definici prostorového úhlu sběru radiance zdrojů záření a potlačení radiance dopadající na detektor spektrometru z okolí parabolických zrcadel. Pro zajištění výše uvedeného byl proveden výběr apertur, určen jejich počet a přesné pozice v měřicí aparatuře a nastaveny vhodné průměry apertur.



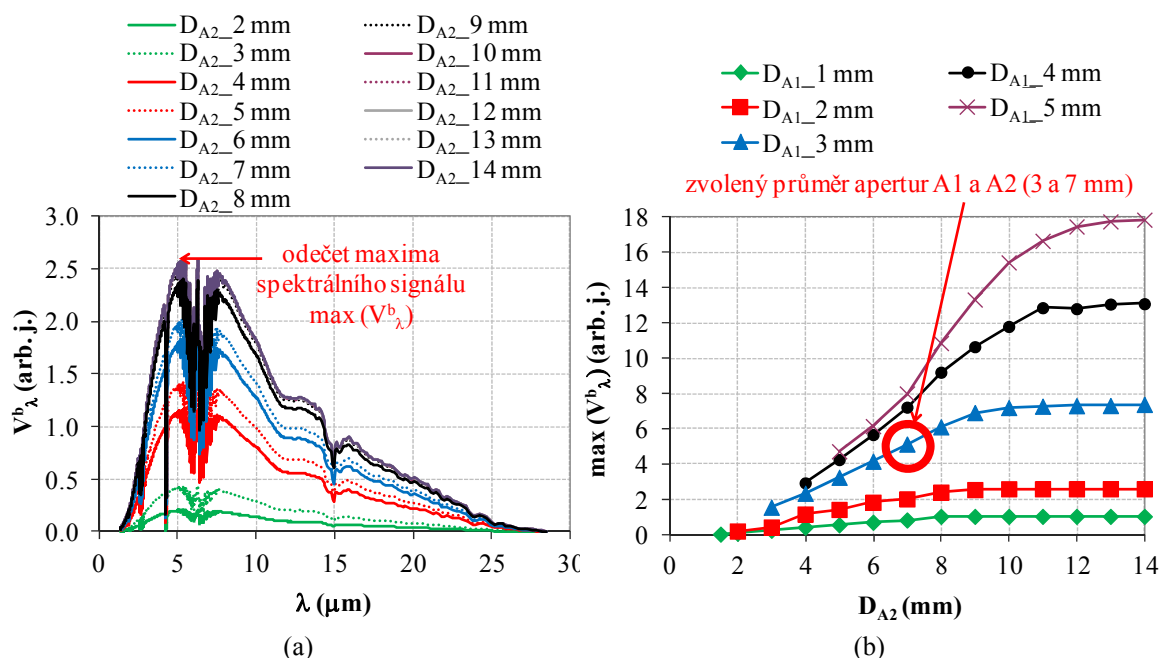
Obr. 39: Apertury A1 a A2 umístěné ve vzorkovém prostoru spektrometru.

Byly zvoleny 2 apertury s volitelným průměrem 1 mm až 14 mm vložené do vzorkového prostoru spektrometru. Tyto apertury jsou uchyceny na společném lineárním XYZ mikroposuvu a optické lavici, vzdáleny jsou od sebe vždy 32 mm (obr. 39). Apertura umístěná blíže detektoru spektrometru je označena jako A1, apertura umístěná dále od detektoru spektrometru jako A2.

Pro definování *umístění apertur* ve vzorkovém prostoru spektrometru byla apertura A1 otevřena na průměr 1 mm, apertura A2 na průměr 14 mm. Pomocí lineárního XYZ mikroposuvu byla postupně měněna pozice apertur. Poloha v y-ose a z-ose byla určena prosvícením apertur pomocí laseru, jehož záření dopadalo přes apertury na detektor spektrometru. Sledováno bylo umístění a tvar laserového spotu na detektoru. Výsledná pozice byla nastavena tak, aby laserové záření dopadalo na střed detektoru (osa středů apertur je shodná s osou parabolických zrcadel spektrometru, tj. středem optické dráhy). Pro nastavení pozice v x-ose byl použit vnitřní zdroj spektrometru. Pozice apertur A1 a A2 byla nastavena umístěním apertury A1 do ohniska zrcadla spektrometru.

Otevření apertur bylo řešeno po nastavení jejich pozice. Pro postupně definované průměry apertury A1 (postupně 1, 2, 3, 4 a 5 mm) a A2 (1 až 14 mm) byl detektorem spektrometru pomocí otočného parabolického zrcadla zaznamenáván spektrální signál laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotě 900°C (obr. 40a).

Otočné zrcadlo bylo uchyceno pomocí lineárního XYZ mikroposuvu k optické desce ve vzdálenosti 37.1 cm od spektrometru, otáčení zrcadla bylo zajištěno 360° rotačním posunem. Střed parabolického zrcadla odpovídal středu externího portu spektrometru. Zrcadlem byla sbírána radiance ze středu kavity laboratorního černého tělesa. Po odečtení maximální hodnoty ze zaznamenaného spektrálního signálu byly zvoleny průměry apertur umístěných ve vzorkovém prostoru spektrometru (obr. 40b).

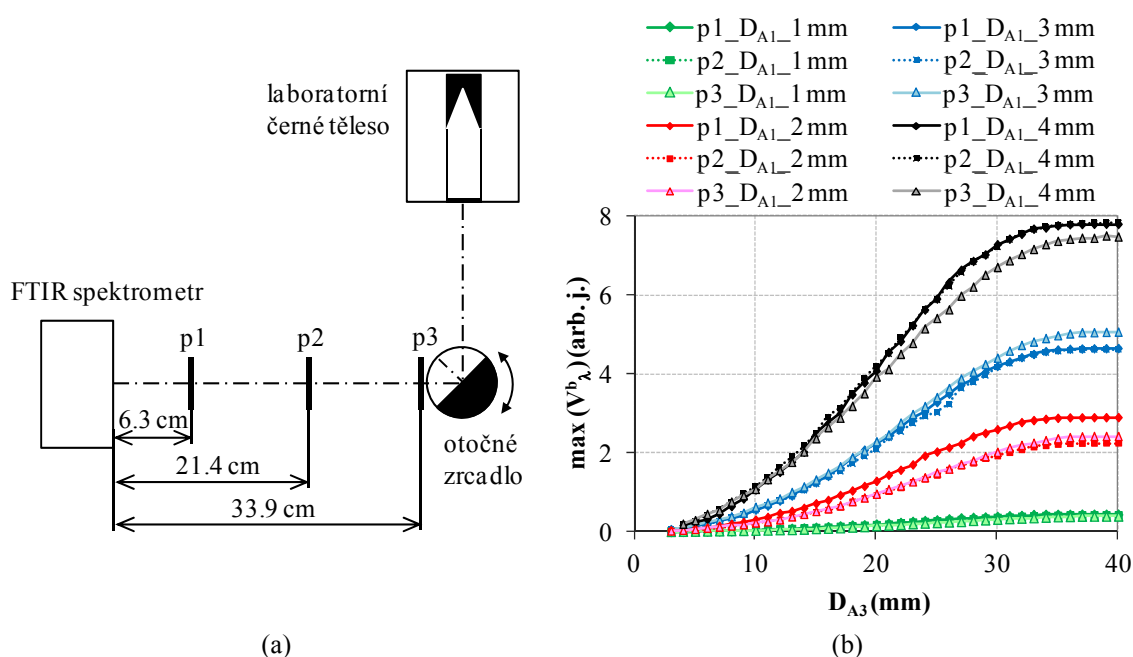


Obr. 40: Definice otevření (průměrů) apertur A1 a A2 umístěných ve vzorkovém prostoru spektrometru – (a) spektrální signál laboratorního černého tělesa V_{λ}^b pro průměr apertury A1 2 mm a průměry apertury A2 2 až 14 mm; (b) závislost maxima spektrálního signálu V_{λ}^b na průměru apertury A2 pro průměry apertury A1 1 až 5 mm.

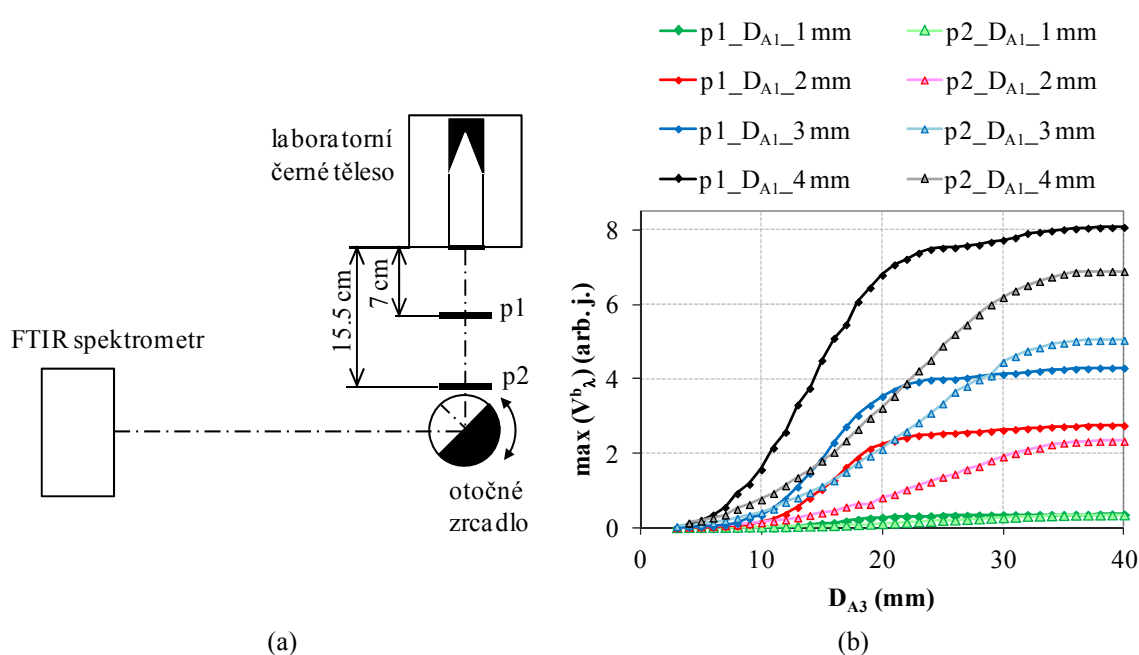
Z průběhu maximálních hodnot spektrálního signálu odečtených pro různé průměry apertur A1 a A2 je patrné, že při zvětšování průměru apertury A2 detekovaný spektrální signál roste až do určité meze, poté zůstává konstantní, tj. spot laserového záření překračuje detekční plochu detektoru. Pro malé průměry apertury A1 je signál detekovaný spektrometrem velmi nízký, což ovlivňuje poměr signál/šum ve výsledné normálové spektrální závislosti emisivity. Nastavením velkého průměru apertury A1 se zvětší zdrojová oblast záření, ale sníží se poměr signál/šum. S přihlédnutím k poměru signál/šum a intenzitě signálu na detektoru byly pro měření spektrální emisivity povlaku

zvoleny průměry apertur $A1/A2 - 3/7$ mm. Velikost detekované oblasti v kavitě laboratorního černého tělesa a na povrchu vzorku je přesně definována v části 4.6.3.

Pro objasnění vlivu okolí na spektrometrická měření byla k aperturám ve vzorkovém prostoru spektrometru přidána apertura $A3$ s volitelným průměrem 2.5 mm až 50 mm. Tato apertura byla umístěna v optické dráze radiance zdroje záření vně spektrometru v rozdílných pozicích mezi otočné parabolické zrcadlo a spektrometr (obr. 41a) nebo otočné parabolické zrcadlo a laboratorní černé těleso (obr. 42a). Laboratorní černé těleso, otočné parabolické zrcadlo a apertury $A1$ a $A2$ ve vzorkovém prostoru spektrometru byly umístěny ve stejné pozici jako při definování průměru apertur. Střed vnější apertury odpovídal středu externího portu spektrometru. Detektorem spektrometru byl zaznamenáván spektrální signál laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotě 900°C pro rozdílné otevření apertury $A1$ (postupně 1, 2, 3 a 4 mm) a $A3$ (2.5 až 40 mm) a pevné otevření apertury $A2$ na 14 mm. Vliv okolí na spektrometrická měření byl sledován z charakteru průběhů maximálních hodnot odečtených ze změřených spektrálních signálů pro různé kombinace průměrů apertur $A1$ a $A3$ a rozdílné pozice apertury $A3$ (obr. 41b a 42b).



Obr. 41: (a) Umístění apertury $A3$ v rozdílných pozicích vně spektrometru mezi otočné parabolické zrcadlo a spektrometr; (b) závislost maxima spektrální signálu V_{λ}^b na průměru apertury $A3$ umístěnou mezi otočné parabolické zrcadlo a spektrometr.



Obr. 42: (a) Umístění apertury A3 v rozdílných pozicích vně spektrometru mezi otočné parabolické zrcadlo a laboratorní černé těleso; (b) závislost maxima spektrální signálu V_λ^b na průměru apertury A3 umístěnou mezi otočné parabolické zrcadlo a laboratorní černé těleso.

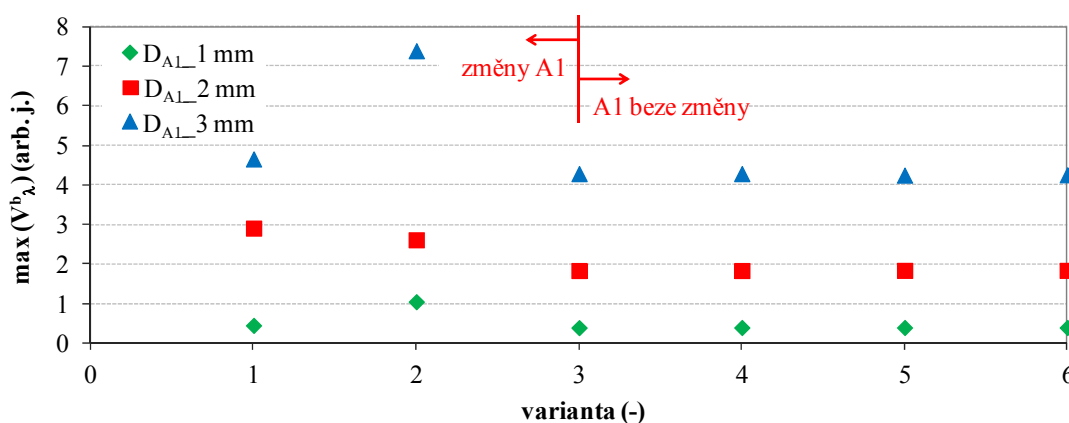
Malý rozdíl v průběhu maximálních hodnot zaznamenaného spektrálního signálu laboratorního černého tělesa se projevuje při umístění apertury A3 do pozice 1 mezi otočné parabolické zrcadlo a laboratorní černé těleso při otevření apertury A1 na 4 mm. Vzhledem k tomu, že zvolené průměry apertur ve vzorkovém prostoru spektrometru jsou A1/A2 – 3/7 mm, případný vliv okolí je potlačen těmito aperturami. Umístěním apertury A3 v různých pozicích vně spektrometru a změnou jejího průměru je prokázáno, že okolí nemá na spektrometrická měření vliv.

Porovnání maximálních hodnot signálů odečtených ze spektra laboratorního černého tělesa pro měření pouze s aperturami A1 a A2 ve vzorkovém prostoru spektrometru (obr. 40b) a měření s přídatnou aperturou A3 vně spektrometru (obr. 42b) vykazuje výrazné rozdíly (maximální hodnota signálu bez přídatné apertury je až dvojnásobná). Tyto rozdíly mohou být způsobeny vložením apertury A3 do optické dráhy nebo ne zcela přesně opakovaným nastavením průměru apertury A1. Pro potvrzení jedné z výše uvedených možností bylo provedeno upřesňující měření – pro stejný průměr a pozici apertury A1 (postupně 1, 2 a 3 mm) byl zaznamenáván spektrální signál laboratorního černého tělesa s aperturami A2 a A3 otevřenými na maximum nebo vyjmutými. Varianty apertur A2 a A3 jsou uvedeny v tab. 9. Apertura A3 byla vždy umístěna mezi spektrometr a otočné parabolické zrcadlo ve vzdálenosti 6.3 cm od spektrometru. Odečtené maximální hodnoty změřených signálů jsou uvedeny na obr. 43.

4 METODY ZPRACOVÁNÍ

Tab. 9: Přehled variant vzájemného porovnání spektrálního signálu s rozdílným nastavením apertur A2 a A3 pro ověření vlivu přídavné apertury A3, x značí vyjmutou aperturu.

Varianta →	1	2	3	4	5	6
Apertury ↓						
D_{A2}	max	max	max	max	x	x
D_{A3}	40 mm	x	max	x	x	max



Obr. 43: Maximum spektrální signálu V_{λ}^b pro rozdílné varianty nastavení apertur A2 a A3.

Postupným umístěním apertur A2 a A3 do optické dráhy radiance laboratorního černého tělesa při zajištění shodného průměru apertur A1, A2 a A3 nevykazují maximální hodnoty detekovaného spektrálního signálu žádnou změnu. Přidání apertury A3 vně spektrometru pravděpodobně neovlivňuje radianci dopadající za zdroje na detektor. Rozdíly maximálních hodnot v obr. 40b a 42b jsou tedy způsobeny pravděpodobně nepřesným opakovaným nastavováním průměrů apertur A1 a A2 (apertury nemají stupnici otevření). Z toho plyne, že při měření spektrální emisivity pomocí FTIR spektrometru je třeba zajistit vždy shodné nastavení apertur ve vzorkovém prostoru spektrometru při detekci spektrálních signálů z obou zdrojů záření (vzorek a laboratorní černé těleso).

Výsledkem tedy je, že do optické dráhy radiance zdrojů záření jsou v měřicí aparatuře ve vzorkovém prostoru spektrometru vloženy 2 apertury uchycené na společném lineárním XYZ mikroposuvu a optické lavici. Apertury jsou od sebe vždy vzdáleny 32 mm. Při měření spektrálního signálu zdrojů záření je průměr apertury blíže k detektoru nastaven (A1) na 3 mm, průměr apertury dále od detektoru (A2) na 7 mm. Lineární XYZ mikroposuv je nastaven do pozic $x = 5.25$, $y = 5.47$, $z = 9.54$ mm. V průběhu měření je třeba zajistit vždy shodné nastavení apertur pro oba zdroje záření.

4.6.2 Otočné parabolické zrcadlo

Otočné parabolické zrcadlo zajišťuje sběr radiance z laboratorního černého tělesa nebo z povrchu vzorku a následně soustřeďuje sebrané záření do spektrometru. V měřicí aparatuře je vloženo do optické dráhy radiance mezi oba zdroje záření vně spektrometru. Pozici zrcadla je třeba optimalizovat z hlediska jeho umístění, současně jak vůči spektrometru (externímu portu), tak vůči zdrojům záření.

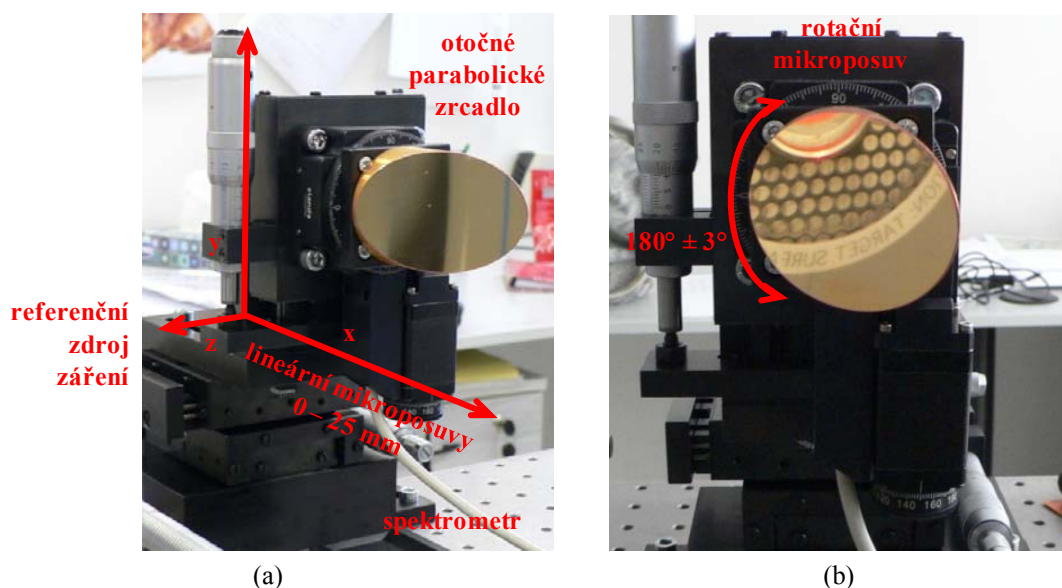
Vybráno bylo parabolické zrcadlo od společnosti Kugler GmbH o průměru 49.5 mm, fokusační vzdáleností 30 cm (dostatečná vzdálenost pro sběr radiance zdrojů záření na vysokých teplotách bez nutnosti chlazení zrcadla), které je opatřeno HG povlakem. Přesná pozice zrcadla je nastavována pomocí lineárního XYZ mikroposuvu (rozsah 0 až 25 mm) uchyceného na optickou desku, otáčení je zajištěno rotačním mikroposuvem (0° až 360°).

Optimalizace polohy zrcadla vůči spektrometru spočívala v umístění zrcadla do osy optické dráhy spektrometru a definování výchozí vzdálenosti mezi zrcadlem a spektrometrem. Zrcadlo bylo z důvodu rovnoběžného svazku radiance zdrojů záření umístěno od spektrometru co nejdále – do vzdálenosti 37.1 cm, střed parabolického zrcadla odpovídal středu externího portu spektrometru.

Optimalizace polohy zrcadla vůči zdrojům záření vychází z polohy zrcadla vůči spektrometru – umístěním zrcadla v určité vzdálenosti od spektrometru a na střed externího portu spektrometru ovlivňuje umístění zdrojů záření – pozici v y-ose (výška) a jejich vzdálenost od spektrometru. Nejprve byla definována pozice laboratorního černého tělesa, po optimalizaci vzájemné polohy otočného parabolického zrcadla a černého tělesa byla definována vzájemná poloha zrcadla a vzorku.

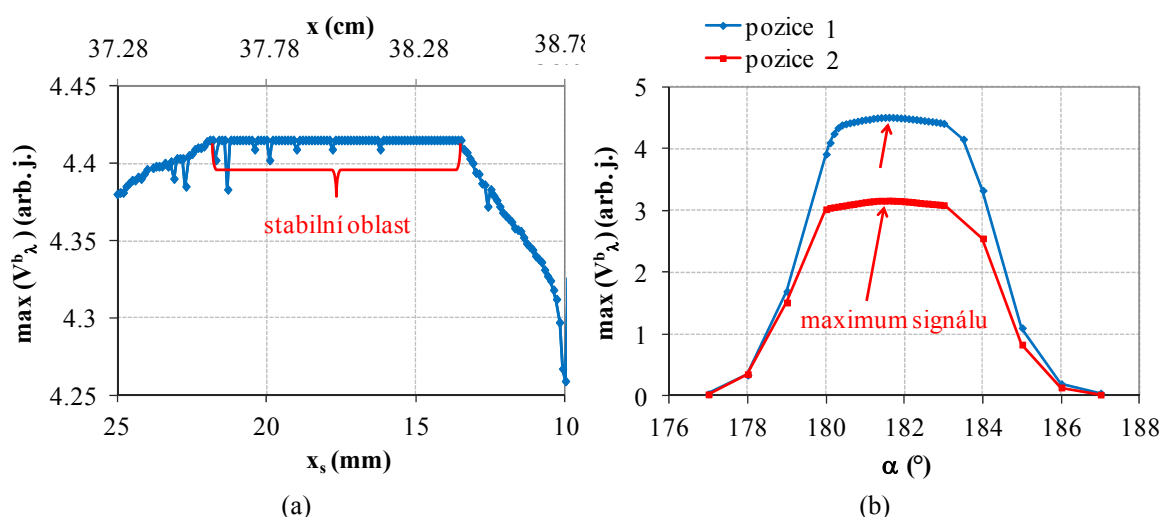
Laboratorní černé těleso bylo umístěno tak, aby střed kavity odpovídal středu otočného parabolického zrcadla pro přímý sběr záření (úhel 180°) a byla respektována fokusační vzdálenost zrcadla (oblast detekovaná spektrometrem je vzata z hloubky kavity 11.4 cm). Pro výše určená umístění laboratorního černého tělesa, otočného parabolického zrcadla a spektrometru bylo provedeno ověření vzájemných středových pozic.

Spektrometr a laboratorní černé těleso byly zajištěny v daných polohách, průměr a pozice apertur ve vzorkovém prostoru spektrometru byly nastaveny na definované hodnoty. Detektorem spektrometru byl zaznamenáván spektrální signál laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotě 900°C v rozdílných místech kavity, což bylo dosaženo změnou úhlové pozice rotačního mikroposuvu parabolického zrcadla v rozsahu úhlů $180^\circ \pm 3^\circ$ a následným pohybem lineárního mikroposuvu zrcadla vůči spektrometru (x-osa) v rozsahu 0 mm až 25 mm (obr. 44).



Obr. 44: Otočné parabolické zrcadlo umístěné – (a) na lineárním mikroposuvu; (b) na rotačním mikroposuvu.

Pro nově sledovanou vzdálenost zrcadla a spektrometru (X lineární mikroposuv) bylo provedeno ověření vzájemné polohy laboratorního černého tělesa a otočného parabolického zrcadla (úhel mikroposuvu). Hodnotícím kritériem byl průběh maximálních hodnot odečtených ze spektrálního signálu detekovaného spektrometrem pro různé pozice zrcadla (obr. 45). Toto kritérium předpokládá, že maximální hodnota odečtená ze spektrálního signálu odpovídá maximální teplotě laboratorního černého tělesa ve středu kavity.



Obr. 45: Vzájemná pozice laboratorního černého tělesa, otočného parabolického zrcadla a spektrometru – (a) závislost maxima spektrálního signálu černého tělesa na pozici X lineárního mikroposuvu x_s a skutečné pozici otočného zrcadla x – lineární pozice zrcadla vůči černému tělesu a spektrometru; (b) závislost maxima spektrálního signálu černého tělesa na úhlové pozici otočného zrcadla – úhlová pozice zrcadla vůči černému tělesu.

Rozdílným pozicím (lineárním i úhlovým) parabolického zrcadla vůči kavitě laboratorního černého tělesa odpovídají rozdílné maximální hodnoty spektrálního signálu. Maximum neodpovídá předpokládané úhlové pozici zrcadla 180° a výchozí vzdálenosti parabolického zrcadla a spektrometru 37.1 cm. Maximum je odečteno na úhlové pozici 181.5° a vzdálenosti parabolického zrcadla a spektrometru 37.99 cm (odpovídající pozice X lineárního mikroposuvu 17.9 mm). Vzdálenost parabolického zrcadla a spektrometru byla definována na střed konstantních maximálních hodnot spektrálního signálu odečtených pro různé vzdálenosti zrcadla vůči spektrometru.

Výsledná optická dráha radiance zdrojů záření v aparatuře pro měření normálové spektrální emisivity povlaků je optimalizována definováním vzájemných pozic zdrojů záření, otočného parabolického zrcadla a spektrometru. Zrcadlo je umístěné ve vzdálenosti 37.99 cm od spektrometru, střed parabolického zrcadla odpovídá středu externího portu spektrometru. Přesná pozice parabolického zrcadla je dosažena nastavením XYZ lineárního mikroposuvu do pozice $x = 17.9$ mm, pozice v ostatních směrech jsou $y = 10.21$ mm a $z = 18.23$ mm.

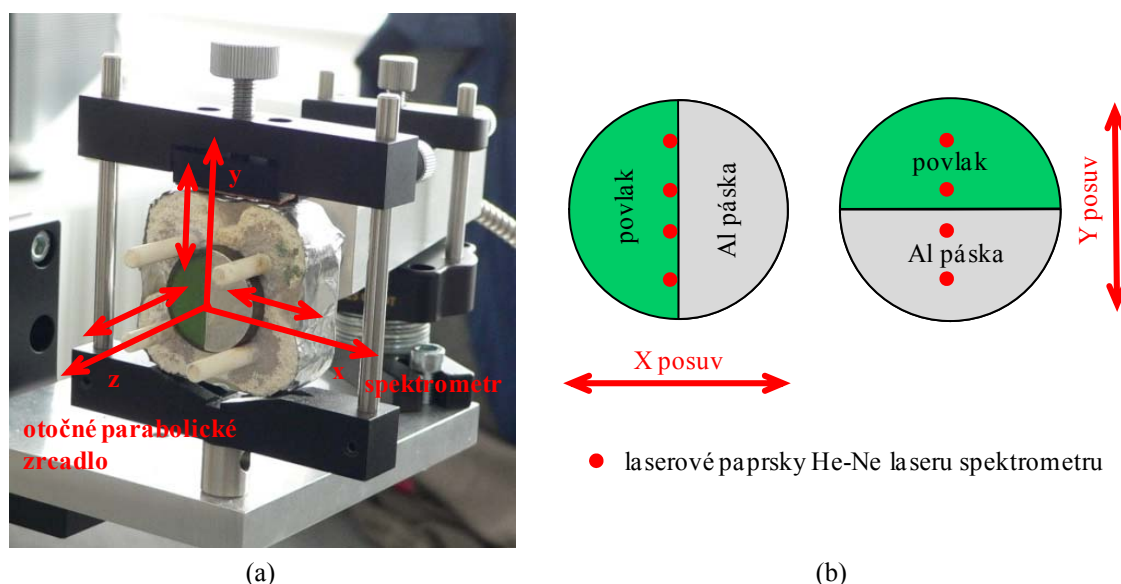
Střed kavity laboratorního černého tělesa odpovídá středu externího portu spektrometru. Radiance je sbírána pomocí parabolického zrcadla pod úhlem 181.5° při zachování fokusační vzdálenosti zrcadla 30 cm, tj. z hloubky kavity 11.4 cm. Radiance vzorku je sbírána pod úhlem -1.5° z důvodu zajištění shodné polarizace radiance obou zdrojů záření, respektována je fokusační vzdálenost zrcadla 30 cm.

4.6.3 Velikost a poloha oblasti detekované spektrometrem

Velikost oblasti detekované spektrometrem je ovlivněna průměrem apertury (3 mm) umístěné ve vzorkovém prostoru spektrometru blíže k detektoru, apertura však sama o sobě nedefinuje konkrétní hodnoty velikosti spotu. Poloha oblasti detekované spektrometrem je dána vzájemnou pozicí zdroje záření, otočného parabolického zrcadla a spektrometru. Při zachování shodné optické dráhy pro oba zdroje záření (vzájemná pozice zrcadla a spektrometru, úhlová pozice a fokusační vzdálenost parabolického zrcadla) je místo sběru radiance z povrchu vzorku dáno jeho přesnou polohou a velikostí. Kombinací polohování vzorku vůči otočnému parabolickému zrcadlu a spektrometru při respektování shodné optické dráhy a znalosti velikosti a polohy oblasti detekované spektrometrem na povrchu vzorku je zajištěn objektivní spektrometrický záznam signálu povrchu vzorku. Je proto nutné provést specifikaci místa sběru radiance na povrchu vzorku. Toto je nutné také s ohledem na přesné vložení plošné analýzy pro bezkontaktní

měření povrchové teploty povlaku a započítání správné povrchové teploty do následného výpočtu normálové spektrální emisivity.

K analýze velikosti a polohy oblasti detekované spektrometrem na povrchu vzorku byl využit vzorek ve tvaru disku o průměru 25 mm a tloušťce 5 mm, jehož čelní strana byla po celé ploše opatřena vysoceemisivním kompozitním povlakem BG HitCoat a z 1/2 také hliníkovou páskou s vysokou odrazivostí. Vzorek byl umístěn v pouzdře z keramické izolace na lineárním XYZ mikroposuvu, který umožňoval změnu pozice vzorku ve všech osách v rozmezí 0 mm až 25 mm (obr. 46a). Ohřev vzorku byl zajištěn kontinuálním diodovým laserem svedeným do vlákna o použitém výkonu 20W, jehož paprsek byl zaostřen na střed zadní strany vzorku. Tímto ohřevem bylo dosaženo povrchové teploty vzorku přibližně 370°C.

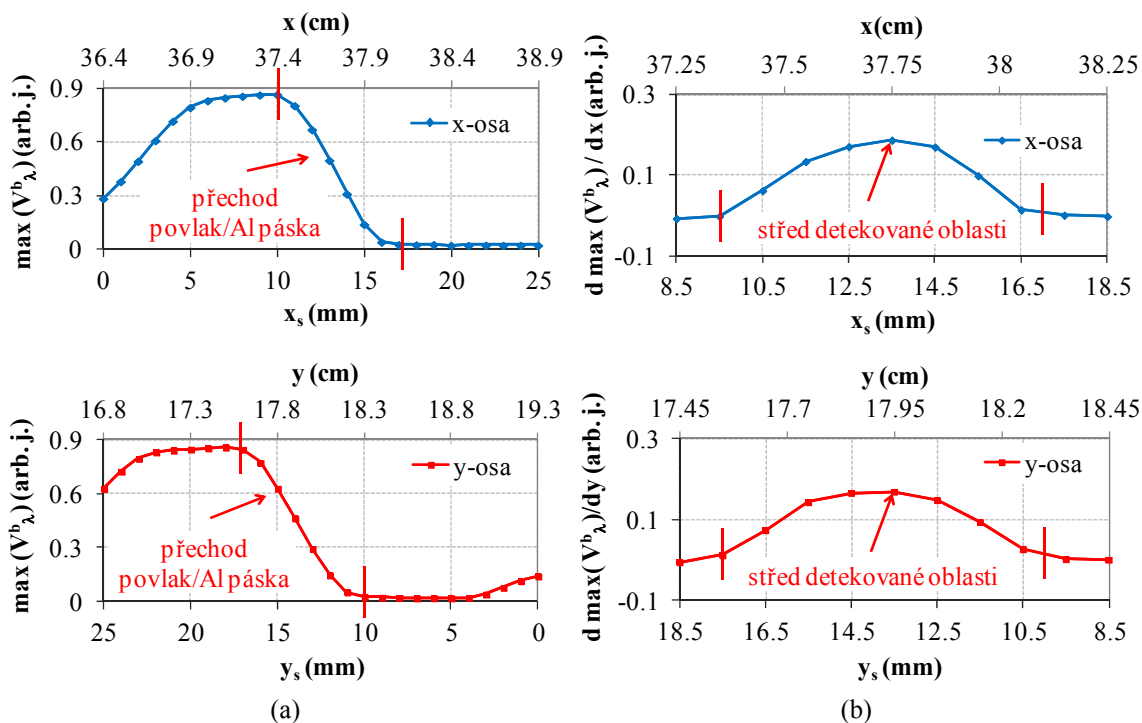


Obr. 46: Vzorek k analýze velikosti a polohy oblasti detekované spektrometrem – (a) uchycení vzorku v držáku z keramické izolace na lineárním XYZ mikroposuvu; (b) umístění hliníkové pásky na povrchu vzorku při jeho posuvu v x a y ose.

Princip definice místa (velikost a poloha) sběru radiance na povrchu vzorku spočívá v postupném polohování vzorku pomocí mikroposuvu nejprve v x-ose (v y-ose odpovídal střed vzorku středu externího portu spektrometru) a následně v y-ose při zachování shodné optické dráhy s optickou dráhou radiance laboratorního černého tělesa. Při polohování vzorku se liší umístění hliníkové pásky na vzorku – při specifikaci místa sběru v x-ose byla páska na vzorku umístěna svisle, v y-ose pak vodorovně (obr. 46b). Spektrometrem je postupně zaznamenáván signál odpovídající radianci na rozdílných místech povrchu vzorku. Ze spektrálních signálů pro známé pozice vzorku jsou odečteny maximální hodnoty přes celý rozsah vlnových délek (obr. 47a). Postupný růst

maximálních hodnot spektrálního signálu odpovídá postupnému zásahu oblasti detekované spektrometrem do plochy vysoceemisivního kompozitního povlaku, záznam konstantních maximálních hodnot je způsoben detekováním signálu pouze z povlaku a pokles maximálních hodnot signálu až na téměř nulové hodnoty je způsoben postupným zásahem oblasti detekované spektrometrem do místa vzorku s připevněnou hliníkovou páskou. Důvodem tohoto průběhu jsou rozdílné emisivity a teploty keramické izolace systému uchycení vzorku, vysoceemisivního povlaku a vysoceodrazivé hliníkové pásky.

Derivací maxima signálu (viz křivky na obr. 47a) podle osy x nebo osy y , se získají křivky uvedené na obr. 47b. Nulové hodnoty na těchto křivkách znamenají, že spektrometrem je detekována radiance pouze z části vzorku s povlakem nebo z části vzorku s hliníkovou páskou. V případě, že oblast detekovaná spektrometrem postupně přechází z části vzorku s povlakem do části vzorku s hliníkovou páskou (detekce radiance současně z obou částí vzorku) jsou hodnoty křivek nenulové. Právě tato část křivky specifikuje velikost detekované oblasti. Hodnotícím kritériem pro definici velikosti detekované oblasti je nulová hranice derivace maximálních hodnot spektrálního signálu – místo sběru záření těsně před začátkem při ukončení zásahu do části vzorku s připevněnou hliníkovou páskou.



Obr. 47: Definice velikosti a polohy sběru radiance na povrchu vzorku – (a) závislost maxima spektrálního signálu pro různá místa povrchu vzorku na pozici X či Y lineárního mikroposuvu x_s či y_s a skutečné pozici vzorku, vyznačen je přechod oblasti detekované spektrometrem z části vzorku s povlakem do části vzorku s hliníkovou páskou; (b) závislost odečtených rozdílů maximálních hodnot spektrálního signálu na pozici X či Y lineárního mikroposuvu x_s či y_s a skutečné pozici vzorku, vyznačena je určená velikost oblasti detekované spektrometrem v x a y ose.

Pro průměr apertur ve vzorkovém prostoru spektrometru 3 mm a 7 mm je velikost oblasti detekované spektrometrem specifikována na 7 mm, předpokládán je kruhový tvar oblasti (dáno kruhovým tvarem apertur). Střed pozice oblasti detekované spektrometrem je definován jako maximální hodnota derivace maximálního signálu detekovaného spektrometrem ve směru posunu vzorku (obr. 47b). Výsledná pozice je uvedena na obr. 48 žlutě, zobrazené červené spoty přísluší laserovým paprskům He-Ne laseru spektrometru dopadajících na povrch vzorku z externího portu.

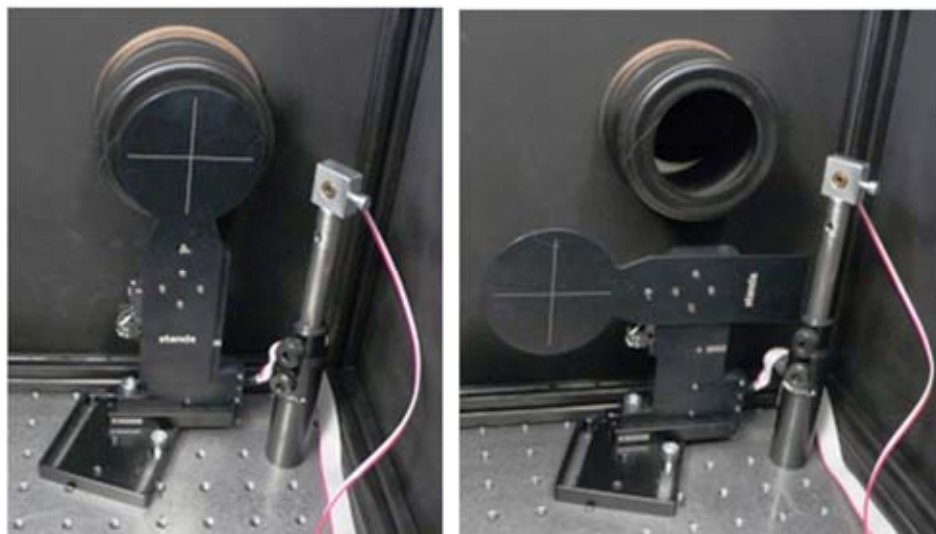


Obr. 48: *Poloha a velikost oblasti definované spektrometrem na povrchu vzorku (vyznačeno žlutě).*

Určený střed pozice odpovídá konkrétní poloze vzorku, která se však může pro jiný vzorek lišit. Opakovatelnost polohy detekované oblasti je zajištěna dvěma přidavnými trasovacími lasery, jejich paprsky jsou zaměřeny do oblasti povrchu vzorku detekované spektrometrem tak, aby pro definovanou fokusační vzdálenost zrcadla byly v plném překryvu. Velikost laserových paprsků odpovídá velikosti oblasti detekované spektrometrem.

4.6.4 Motorizovaná clonka

Do optické dráhy radiance zdrojů záření byla před externí port spektrometru umístěna *motorizovaná clonka 8MDS* od společnosti Standa o průměru 70 mm (obr. 49). Clonku je možné umístit do pozice 0° (zakrytý externí port) nebo 90° (otevřený externí port). Externí port je zakrytý v době, kdy probíhá náběh a ustálení zdroje záření na požadované teplotě a nedochází k detekci spektrálního signálu. Zakrytím externího portu je zajištěna konstantní vnitřní teplota spektrometru v průběhu měření a je dosaženo zvýšení životnosti optických částí spektrometru (dělič paprsků, zrcadla).



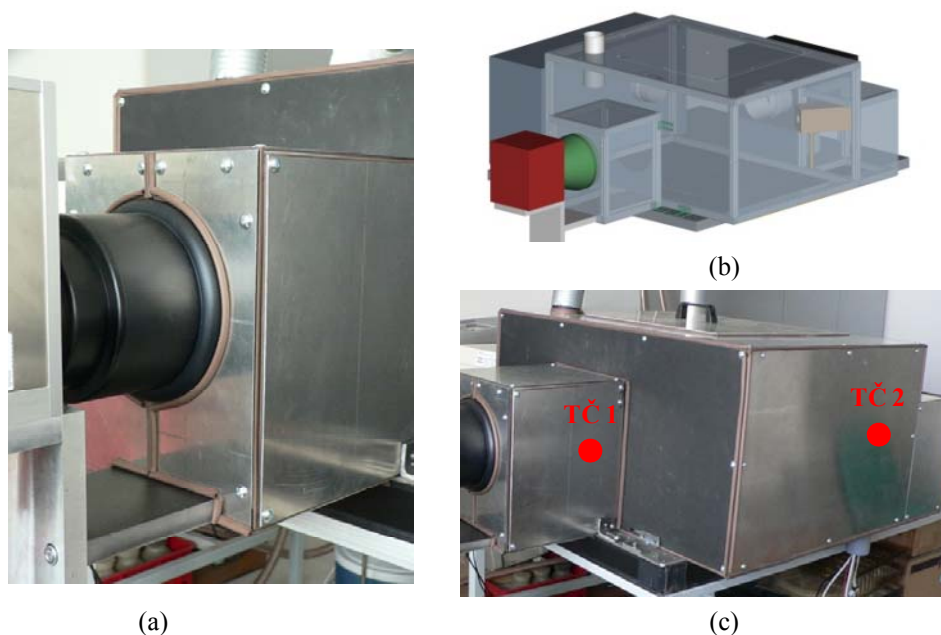
Obr. 49: Motorizovaná clonka umístěná před externím portem spektrometru.

4.6.5 Zakrytování optické dráhy

Po definování pozice a průměrů apertur ve vzorkovém prostoru spektrometru, vzájemném umístění zdrojů záření, otočného parabolického zrcadla a spektrometru, definování místa sběru záření z povrchu vzorku a umístění motorizované clonky před externí port spektrometru byla celá optická dráha vně spektrometru umístěna do optického boxu (obr. 50a, 50b). Hlavními důvody instalace boxu bylo zajištění homogenního okolí zdrojů záření (zabránění dopadu záření na povrch vzorku z externích zdrojů) a zvýšení bezpečnosti práce obsluhy pracoviště (izolace laserového záření uvnitř boxu a ochrana před popálením obsluhy od vzorku držného na vysoké teplotě).

Konstrukce boxu je tvořená systémem hliníkových profilů, na které je uchyceno opláštění z duralu o tloušťce 2 mm. Vnitřní stěny opláštění jsou opatřeny černým povlakem DupliColor 800°C s vysokou celkovou hemisférickou emisivitou pro zabránění násobných odrazů radiance vzorku od stěn boxu na povrch vzorku. Spoje opláštění jsou z důvodu izolace laserového záření uvnitř boxu utěsněny pryžovým těsněním o šířce 9 mm.

Teplota boxu je kontrolována ve dvou místech (obr. 50c) – v blízkosti skenovací hlavy laseru pro ohřev vzorku a v místě mezi vzorkem a termovizní kamerou. K měření jsou použity nepláštěvané kalibrované termočlánky typu K připevněné na vnitřní stěnu boxu pomocí přítlačného plechu. Průběh teploty je zaznamenáván moduly Adam 4018. Kontrola teploty boxu předchází přehřátí elektrických součástí umístěných uvnitř boxu, teplota měřená termočlánkem umístěným mezi vzorkem a termovizní kamerou v průběhu měření radiance vzorku je započtena do výpočtu normálové spektrální emisivity.



Obr. 50: Optický box pro zakrytování optické dráhy – (a) detailní fotografie opláštění skenovací hlavy laseru pro ohřev vzorku ; (b) návrh optického boxu; (c) celková fotografie boxu s vyznačenými termočlánky připevněnými na vnitřní stěnu boxu v blízkosti skenovací hlavy laseru pro ohřev vzorku (TČ1) a v místě mezi vzorkem a termovizní kamerou (TČ2).

4.7 Metody měření a vyhodnocení emisivity

Optimalizované experimentální uspořádání metody měření normálové spektrální emisivity povlaků umožňuje detekci signálu odpovídajícímu spektrální radianci z definované oblasti kavity laboratorního černého tělesa a povrchu vzorku s analyzovaným povlakem, které jsou ustáleny na požadovaných teplotách. Zaznamenané signály samy o sobě neudávají normálovou spektrální emisivitu povlaku, je však možné ji z měřených signálů vypočítat. Analýza rozdílných způsobů započtení signálů do výpočtu spektrální emisivity povlaků je podrobně popsána v části 2.3.7. V následujících kapitolách je uveden sled kroků záznamu spektrálních signálů ze zdrojů záření a vývoj uplatnění analyzovaných způsobů započtení měřených signálů do výpočtu normálové spektrální emisivity povlaků.

4.7.1 Vyhodnocení normálové spektrální emisivity povlaků přímou metodou

Vyhodnocení přímou metodou je založeno na postupné detekci spektrálního signálu z referenčního zdroje záření (laboratorního černého tělesa) a z povrchu vzorku ustálených na shodné teplotě v krátkém časovém intervalu. Základní myšlenka přímé metody vychází ze vztahu (20), ve kterém je směrová spektrální emisivita analyzovaného povlaku dána poměrem spektrálního signálu z povrchu vzorku a referenčního zdroje záření na shodné teplotě a za stejných geometrických a spektrálních podmínek. Vztah (20) udává

výpočet emisivity pro případ, kdy je měřen pouze 1 spektrální signál z každého zdroje záření.

Výše uvedený způsob výpočtu směrové spektrální emisivity byl přizpůsoben výpočtu normálové spektrální emisivity pro povrch s azimutální symetrií, použití laboratorního černého tělesa jako referenčního zdroje záření s udávanou efektivní emisivitou kavity $\varepsilon^b = 0.99$ a posloupnosti měření spektrálních signálů zdrojů záření v optimalizovaném experimentálním uspořádání. Posloupnost měření signálů po ustálení zdrojů záření na požadované teplotě je následující:

- 1x detekce spektrálního signálu laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotě blízké povrchové teplotě vzorku $V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1)$;
- 5x opakovaná detekce spektrálního signálu z povrchu vzorku ustáleného na požadované teplotě $V_{\lambda i}(\lambda, T)$;
- 1x opětovná detekce spektrálního signálu laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotě blízké povrchové teplotě vzorku $V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2)$.

Normálová spektrální emisivita povlaku $\varepsilon_{\lambda, n}(\lambda, T)$ je vyhodnocena z měřených signálů podle vztahu (35) obecně jako průměr z n poměrů měřených spektrálních signálů povrchu vzorku a laboratorního černého tělesa

$$\varepsilon_{\lambda, n}(\lambda, T) = \frac{1}{2n} \left(\sum_{i=1}^n \frac{\varepsilon^b \cdot V_{\lambda i}(\lambda, T)}{V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1)} + \sum_{i=1}^n \frac{\varepsilon^b \cdot V_{\lambda i}(\lambda, T)}{V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2)} \right), \quad (35)$$

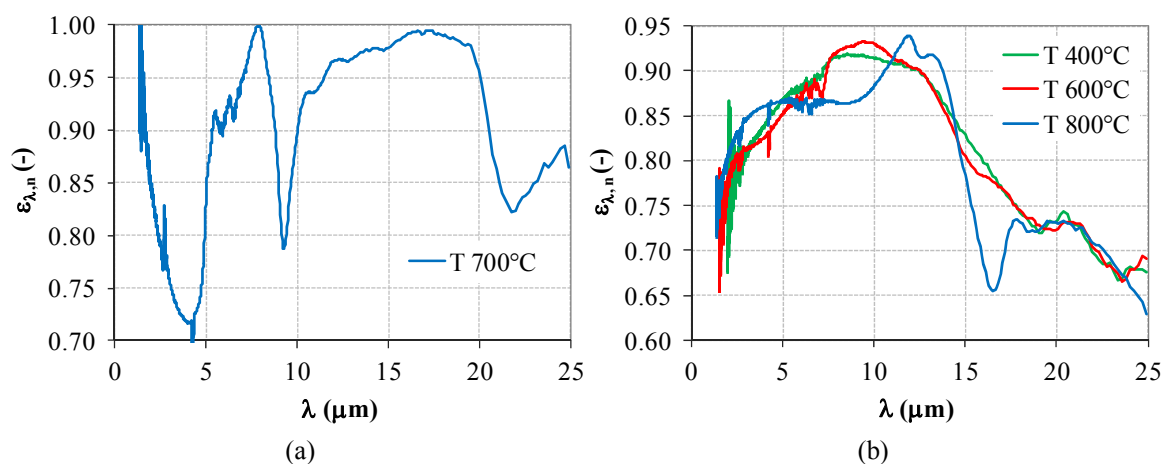
kde $V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1)$ a $V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2)$ jsou spektrální signály z laboratorního černého tělesa detekované před záznamem a po záznamu spektrálního signálu povrchu vzorku, T je průměrná měřená povrchová teplota vzorku během spektrometrického záznamu, ε^b je součinný koeficient resp. efektivní emisivita kavity laboratorního černého tělesa a n je celkový počet měřených signálů vzorku.

Důvodem opakování měření signálu z laboratorního černého tělesa před a po záznamu signálu z povrchu vzorku je omezená možnost přesného nastavení teploty černého tělesa – možnost regulace teploty pouze v jednotkách °C. Teplotou laboratorního černého tělesa blízkou povrchové teplotě vzorku je tedy myšlena teplota nastavená co nejbližše měřené povrchové teplotě vzorku, maximální rozdíl mezi skutečnou povrchovou teplotou vzorku a nastavenou teplotou černého tělesa činí tedy ± 0.5 K. Za povrchovou teplotu vzorku je považována teplota spočtená jako průměr z průběhu teplot zaznamenaných během spektrometrického měření.

Násobná detekce signálu z povrchu vzorku je provedena z důvodu kolísání ustálené povrchové teploty vzorku v řádu desetin K. Opakováním záznamu signálu a následným

poměrováním dílčích signálů povrchu vzorku vůči dílčím signálům laboratorního černého tělesa ustáleném na teplotě blízké povrchové teplotě vzorku je vliv kolísání ustálení povrchové teploty vzorku potlačen.

Normálová spektrální emisivita vypočtená přímou metodou je pro referenční povlak DupliColor 800°C ustálený na povrchové teplotě 700°C uvedena na obr. 51a, pro povlak značený jako S01 ustálený na povrchových teplotách 400°C, 600°C a 800°C uvedena na obr. 51b.



Obr. 51: Normálová spektrální emisivita povlaků vypočtená přímou metodou – (a) DupliColor 800°C; (b) povlak S01.

Nevýhodou této metody je zejména velká časová náročnost měření způsobená ustalováním laboratorního černého tělesa na teplotu blízkou povrchové teplotě vzorku.

4.7.2 Vyhodnocení normálové spektrální emisivity povlaků využitím kalibrace měřicí aparatury

Vyhodnocení emisivity využitím kalibrace měřicí aparatury je založeno na detekci spektrálních signálů z laboratorního černého tělesa ustáleného na různých teplotách (minimálně dvou) před vlastním záznamem spektrálního signálu z povrchu vzorku ustáleného na teplotě spadající do intervalu teplot pro předem měřené spektrální signály černého tělesa (ze spektrálních signálů černého tělesa a spektrálního signálu povrchu vzorku je metodami výpočtu určena normálová spektrální emisivita povlaku).

Tímto způsobem je možné snížit časovou náročnost experimentu. Při jeho využití je však nutné dlouhodobě zajistit shodné spektrální a geometrické podmínky měření při detekci spektrálních signálů z obou zdrojů záření a definovat vhodnou metodu kalibrace měřicí aparatury, uvažovat správné radiance dopadající na povrch a následně se odrážejících od povrchu vzorku a vybrat vhodný vztah pro započtení radiancí povrchu

vzorku do spektrální emisivity. Podrobná analýza kalibračních metod, radiancí ovlivňujících detekovaný spektrální signál z povrchu vzorku a způsobů započtení spektrální radiance povrchu vzorku do výpočtu spektrální emisivity je uvedena v části 2.3.7.

Další části uvádějí postup výběru kalibrační metody měřicí aparatury a metody pro výpočet normálové spektrální emisivity, uvedeno je také ověření časové stability kalibrační procedury.

4.7.3 Výběr metody kalibrace měřicí aparatury

Výběr metody kalibrace měřicí aparatury vychází z analýzy kalibračních metod uvedených v části 2.3.7. Jedná se o metodu lineární regrese, dvou-teplotní a multi-teplotní metodu. Analyzované metody kalibrace se liší počtem měřených signálů laboratorního černého tělesa ustáleného na určitém počtu teplot a způsobem započtení změřených spektrálních signálů do responzní funkce spektrometru a radiance okolí. Základním předpokladem všech kalibračních metod, který je splněn použitím DTGS/KBr detektoru spektrometru, je lineární odezva detekčního systému.

Dvou-teplotní kalibrační metoda byla vybrána pro výše optimalizované experimentální uspořádání měřicí aparatury z důvodu známého matematického modelu, vysoké přesnosti a nízké časové náročnosti. Spočívá v měření spektrálního signálu ideálního černého tělesa na dvou rozdílných teplotách T_1^b a T_2^b s velkým teplotním krokem. V aparatuře pro měření normálové spektrální emisivity povlaků je ideální černé těleso nahrazeno laboratorním černým tělesem Omega BB-4A-230 s udávanou efektivní emisivitou kavity $\varepsilon^b = 0.99$. Teploty laboratorního černého tělesa byly s ohledem na měřený rozsah povrchových teplot vzorků (400°C až 1000°C) a teplotní rozsah vybraného černého tělesa zvoleny na 300°C a 900°C. Zadávané teploty byly upraveny s ohledem na kalibrační křivky černého tělesa (část 4.3.2).

Protože má použité černé těleso emisivitu < 1 , byl matematický model spektrálních signálů radiancí kavity na dané teplotě rozšířen právě o uváděnou hodnotu efektivní emisivity ε^b (celková hemisférická emisivita). Ve skutečnosti by vztahy pro spektrální signály laboratorního černého tělesa měly být rozšířeny o spektrální efektivní emisivitu, její hodnota je však neznámá. Při zanedbání koeficientu ozáření mezi černým tělesem a detektorem F^{B-D} a plochy otvoru kavity laboratorního černého tělesa A^B je možné spektrální signály přepsat do tvaru

$$V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1) = \tilde{I}(x) = R_{\lambda}(\lambda) \cdot \left\{ \varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) + L_{\lambda}^C(\lambda) \exp[i\varphi^0(\lambda)] \right\} \exp[i\varphi(\lambda)], \quad (36a)$$

$$V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2) = \tilde{I}(x) = R_{\lambda}(\lambda) \cdot \left\{ \varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) + L_{\lambda}^C(\lambda) \exp[i\varphi^0(\lambda)] \right\} \exp[i\varphi(\lambda)], \quad (36b)$$

Obdobně jako vztahy (36a) a (36b) pro spektrální signály laboratorního černého tělesa jsou upraveny i vztahy pro výpočet responzní funkce spektrometru a radiance okolí

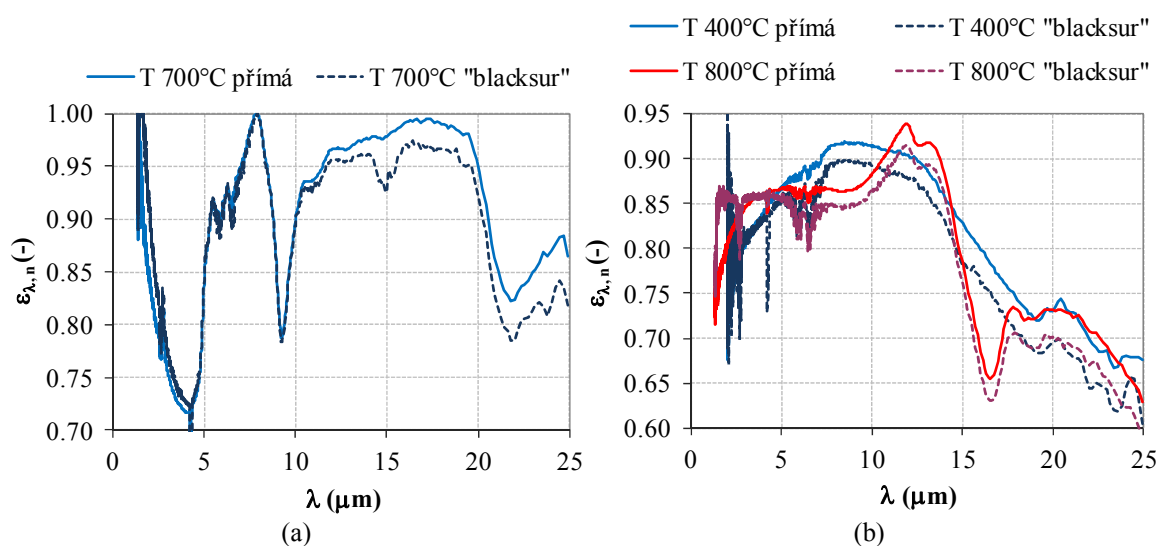
$$R_{\lambda}(\lambda) = \frac{V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2) - V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1)}{\varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) - \varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1)}, \quad (37)$$

$$\begin{aligned} L_{\lambda}^C(\lambda) \exp[i\varphi^0(\lambda)] &= \frac{V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2) \exp[-i\varphi^0(\lambda)]}{R_{\lambda}(\lambda)} - \varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) = \\ &= \frac{V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1) \exp[-i\varphi^0(\lambda)]}{R_{\lambda}(\lambda)} - \varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) \end{aligned} \quad (38)$$

Použití definované dvou-teplotní kalibrační metody ($\varepsilon^b = 0.99$, $T_1^b = 300^{\circ}\text{C}$, $T_2^b = 900^{\circ}\text{C}$) bylo ověřeno výpočtem normálové spektrální emisivity referenčního povlaku DupliColor 800°C pro teplotu 700°C a povlaku S01 pro teploty 400°C a 800°C metodou černého okolí se započtením jednoho odrazu radiance povlaku od jeho okolí a porovnáním spočtených normálových spektrálních emisivit s emisivitami vypočtenými přímou metodou. Vztah (32) pro výpočet směrové spektrální emisivity povlaku metodou černého okolí byl upraven pro výpočet normálové spektrální emisivity povlaku a rozšířen o celkovou hemisférickou efektivní emisivitu laboratorního černého tělesa ε^b . Obdobně jako ve vztahu (35) je započítána opakovaná detekce spektrálního signálu z povrchu vzorku. Výsledný vztah je

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T) &= Re \left[\frac{\left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_{i\lambda}(\lambda, T) \right) - V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1)}{V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2) - V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1)} \right] \cdot \\ &\cdot \frac{\left[\varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) - \varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) \right]}{L_{\lambda}^B(\lambda, T) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0)} + \frac{\varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_1) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0)}{L_{\lambda}^B(\lambda, T) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0)} \end{aligned} \quad (39)$$

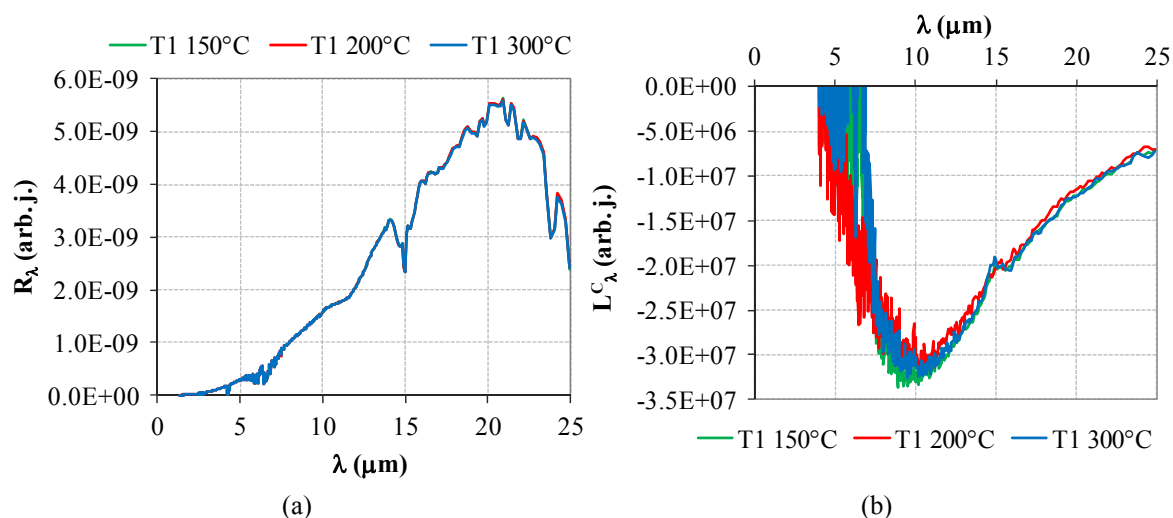
Vztah (39) uvažuje povrch s azimutální symetrií, předpokládá shodnou optickou dráhu radiance obou zdrojů záření a obklopení celého vzorku jeho okolím ($F^C \sim 1$). Podmínka použití metody černého okolí pro výpočet normálové spektrální emisivity povlaků ($\varepsilon_0(T_0) \sim 1$) byla splněna vložением optické dráhy záření do optického boxu, jehož vnitřní stěny jsou opatřeny černým povlakem DupliColor 800°C . Výsledky normálové spektrální emisivity spočtené přímou metodou a metodou černého okolí s využitím kalibrace spektrometru jsou pro povlak DupliColor 800°C uvedeny na obr. 52a, pro povlak S01 na obr. 52b.



Obr. 52: Porovnání normálové spektrální emisivity povlaků vypočtené přímou metodou a metodou černého okolí s využitím dvou-teplotní kalibrace spektrometru – (a) DupliColor 800°C; (b) povlak S01.

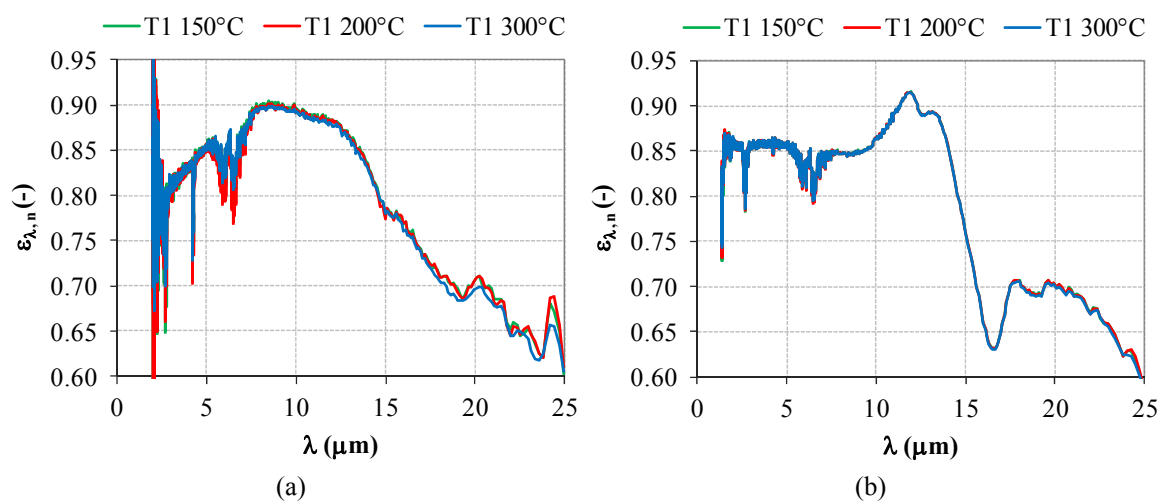
Porovnání vypočtených normálových spektrálních emisivit přímou metodou a metodou černého okolí s využitím předem měřených spektrálních signálů laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotách 300°C a 900°C pro oba měřené povlaky nevykazuje dobrou shodu. Rozdíly ve spektrálních závislostech normálové emisivity jsou patrné zejména na krátkých vlnových délkách pod 5 μm , liší se v závislosti na povrchové teplotě vzorku – se zvyšující se povrchovou teplotou vzorku se zvětšují rozdíly mezi emisivitami povlaků vyhodnocenými oběma metodami. Pro vzorek značený jako S01 a jeho povrchovou teplotu 800°C činí rozdíl mezi oběma emisivitami na vlnové délce 1.35 μm až 10%. Rozdílné spektrální závislosti normálové emisivity povlaků svědčí o nevhodné volbě teplotního intervalu laboratorního černého tělesa či nevhodném výběru kalibrační metody měřicí aparatury.

Vliv zvětšení intervalu teplot byl analyzován tak, že teplota laboratorního černého tělesa T_1^b byla snížena na hodnoty 200°C a 150°C. Teplota T_2^b byla ponechána na hodnotě 900°C. Větší teplotní interval není možné z důvodu omezeného teplotního rozsahu černého tělesa použít. Ze změřených spektrálních signálů radianční kavity na teplotách T_1^b a T_2^b byly podle vztahů (37) a (38) spočteny kalibrační křivky spektrometru a podle vztahu (39) normálová spektrální emisivita povlaku S01 pro povrchové teploty vzorku 400°C a 800°C. Vypočtená responzní funkce spektrometru a radianční okolí jsou uvedeny na obr. 53, normálová spektrální emisivita povlaku S01 na obr. 54.



Obr. 53: (a) Responzní funkce spektrometru R_λ ; (b) radiance okolí L_λ^C ; vypočtené pomocí dvou-teplotní kalibrační metody s rozdílným intervalem teplot referenčního zdroje záření.

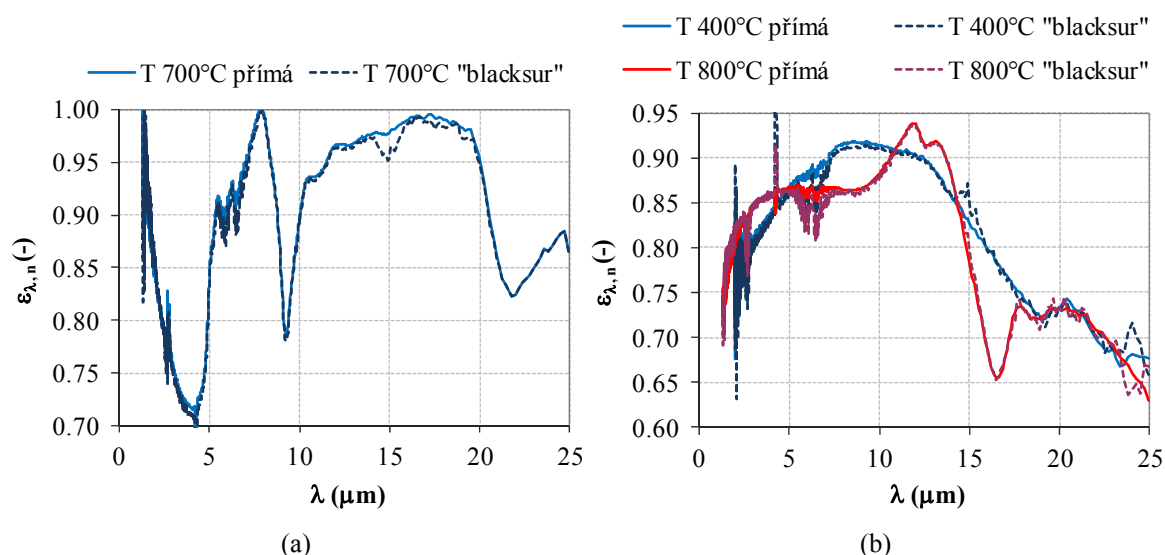
Responzní funkce spektrometru nevykazuje zvětšením intervalu teplot T^b žádné změny, nepatrné rozdíly jsou znatelné pouze pro spektrální křivky radiance okolí pod vlnovou délkou $15 \mu\text{m}$. Po započtení spektrálních signálů radiance kavity pro rozdílné teploty T^b_1 (150°C , 200°C a 300°C) není patrný vliv změny intervalu teplot laboratorního černého tělesa na vypočtenou normálovou spektrální emisivitu povlaku. Normálová spektrální emisivita povlaku vypočtená metodou černého okolí je tedy stále odlišná od emisivity spočtené přímou metodou. Z tohoto srovnání je patrné, že rozdíly v emisivitě povlaku nejsou způsobeny zvoleným teplotním intervalem, ale pravděpodobně nevhodným prvotním výběrem kalibrační metody měřicí aparatury.



Obr. 54: Normálová spektrální emisivita povlaku S01 vypočtená metodou černého okolí s využitím kalibrace spektrometru s rozdílným intervalem teplot referenčního zdroje záření – (a) pro povrchovou teplotu vzorku 400°C ; (b) pro povrchovou teplotu vzorku 800°C .

Modifikovaná dvou-teplotní kalibrační metoda byla navržena jako další metoda pro kalibraci měřicí aparatury. Její princip je shodný se základní dvou-teplotní metodou, spočívá v měření spektrálního signálu laboratorního černého tělesa ustáleného na rozdílných teplotách kavity. Spektrální signály však nejsou měřeny pouze pro dvě teploty T^b_1 a T^b_2 s velkým teplotním krokem, ale měřeno je několik spektrálních signálů pro více teplot T^b_j s malým teplotním krokem – teploty kavity byly definovány na 350°C až 950°C s teplotním krokem 100°C. Zvolené teploty a jim příslušný teplotní krok vycházejí z teplotního režimu ohřevu vzorku (postupný ohřev od teploty 400°C do 1000°C s teplotním krokem 100°C) a z teplotního rozsahu laboratorního černého tělesa (100°C až 982°C) a jsou vztaženy k povrchové teplotě vzorku – měřená povrchová teplota vzorku spadá do dílčího intervalu teplot kalibrace měřicí aparatury. Výpočet normálové spektrální emisivity využitím modifikované dvou-teplotní kalibrační metody je možné z důvodu teplotního rozsahu černého tělesa využít pouze pro povrchové teploty vzorku do 900°C. Nad tuto teplotu je třeba emisivitu povlaku stanovit přímou metodou podle vztahu (35).

Responzní funkce spektrometru a radiance okolí jsou spočteny dle vztahu (37) a (38) pro každou povrchovou teplotu vzorku, resp. pro každý interval teplot laboratorního černého tělesa. Do vztahu pro výpočet normálové spektrální emisivity povlaku (vztah (39)) jsou zahrnuty spektrální signály radiance černého tělesa ustáleného na teplotách příslušného teplotního intervalu odpovídajícímu povrchové teplotě vzorku.



Obr. 55: Porovnání normálové spektrální emisivity povlaků vypočtené přímou metodou a metodou černého okolí s využitím modifikované dvou-teplotní kalibrace spektrometru – (a) DupliColor 800°C; (b) povlak S01.

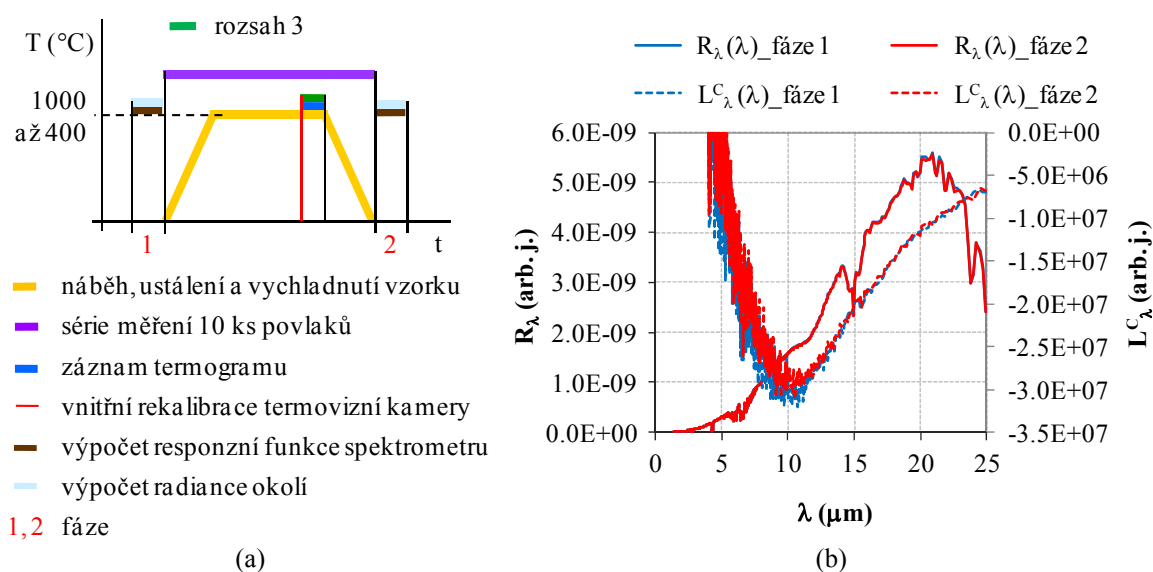
Použití modifikované dvou-teplotní metody bylo ověřeno shodným způsobem jako u základní dvou-teplotní metody – porovnáním normálových spektrálních emisivit vyhodnocených přímou metodou a metodou černého okolí se započtením jednoho odrazu radiance vzorku od jeho okolí pro referenční povlak DupliColor 800°C ustálený na teplotě 700°C a povlak S01 ustálený na teplotách 400°C a 800°C. Výsledky jsou uvedeny na obr. 55 a vykazují obdobné chování pro oba měřené povlaky.

Rozdíly ve spektrech normálové emisivity vypočtených oběma metodami činí maximálně 0.1%. Nepřesnosti v pásmech vlnových délek 2.5 μm až 2.95 μm , 4.17 μm až 4.5 μm , 4.8 μm až 8 μm a 13.2 μm až 17.2 μm jsou spojeny se změnami atmosférických podmínek měření – rozdílnou koncentrací CO_2 a vodní páry v atmosféře. Modifikovanou dvou-teplotní kalibrační metodu měřicí aparatury je na základě výše uvedených výsledků možné aplikovat pro výpočet normálové spektrální emisivity povlaků.

4.7.4 Ověření časové stability kalibrační procedury

Po výběru metody kalibrační procedury měřicí aparatury byla prověřena časová stabilita responzní funkce spektrometru a radiance okolí, které vypovídají o stabilitě spektrálních podmínek měření. Jejich změna ovlivňuje detekci spektrálních signálů ze zdrojů záření, ze kterých je následně vypočtena normálová spektrální emisivita povlaku. Shodné spektrální podmínky měření mohou být zajištěny záznamem spektrálních signálů radiance laboratorního černého tělesa ustáleného na několika teplotách před detekcí spektrálních signálů z povrchu každého vzorku pro daný teplotní režim. Tento způsob zajištění shodných podmínek měření není možné z důvodu časové náročnosti modifikované dvou-teplotní kalibrační metody měřicí aparatury realizovat. Řešením je optimalizace četnosti kalibrační procedury tak, aby byly zajištěny shodné spektrální podmínky měření spektrálních signálů obou zdrojů záření, tj. ověřit časovou stabilitu kalibrační procedury a definovat její četnost.

Ověření časové stability kalibrační procedury bylo provedeno výpočtem kalibračních křivek měřicí aparatury modifikovanou dvou-teplotní metodou před zahájením a po dokončení měření série spektrálních signálů 10 ks povlaků s rozdílnou spektrální emisivitou v rozsahu teplot 400°C až 1000°C s teplotním krokem 100°C (obr. 56a). Kalibrace aparatury modifikovanou dvou-teplotní metodou byla provedena při pokojové teplotě vzorku pro teploty laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotě 350°C až 950°C s teplotním krokem 100°C. Příklad vypočtené responzní funkce spektrometru a radiance okolí v závislosti na vlnové délce pro teploty laboratorního černého tělesa 650°C a 750°C před (fáze 1 na obr. 56a) a po dokončení (fáze 2 na obr. 56a) série měření spektrálních signálů všech vzorků jsou uvedeny na obr. 56b.



Obr. 56: Ověření časové stability kalibrační procedury – (a) schematické zobrazení postupu měření; (b) vypočtené responzní funkce spektrometru R_λ a radiance okolí L^C_λ (teploty laboratorního černého tělesa $T_1 = 650^\circ\text{C}$ a $T_2 = 750^\circ\text{C}$).

Spektrální závislosti responzní funkce spektrometru a radiance okolí pro teplotu kavity 650°C a 750°C nevykazují časové změny. Obdobná shoda kalibračních křivek je dosažena i pro další dvojice teplot T^b . V průběhu měření spektrálních signálů povlaků s rozdílnou spektrální emisivitou tedy nedochází ke změně spektrálních podmínek měření. Kalibraci měřicí aparatury není nutné vykonávat před detekcí spektrálních signálů z povrchu každého vzorku pro daný teplotní režim. Četnost kalibrační procedury je možné snížit časovou prodlevou, která by neměla překročit výše ověřenou časovou stabilitu kalibračních parametrů. Při požadavku prodloužení časové prodlevy kalibrace by bylo nutné opět ověřit časovou stabilitu spektrálních podmínek měření.

4.7.5 Výběr metody vyhodnocení normálové spektrální emisivity

Podobně jako výběr kalibrační metody měřicí aparatury i výběr metody výpočtu normálové spektrální emisivity povlaku vycházel z analýzy rozdílných metod výpočtu uvedených v části 2.3.7. Jedná se o metodu násobných odrazů, metodu jednoho odrazu, metodu černého okolí („blacksur“) a „nosur“ metodu. Analyzované metody výpočtu emisivity se liší způsobem započítání radiancí dopadajících na povrch a následně se odrážejících od povrchu analyzovaného vzorku.

Výsledná normálová spektrální emisivita povlaku je kromě metody výpočtu ovlivněna i zvolenou kalibrační procedurou měřicí aparatury. Vybraná modifikovaná dvou-teplotní kalibrační metoda byla ověřena výpočtem emisivity povlaku DupliColor 800°C a povlaku S01 pomocí metody černého okolí podle vztahu (39). Tato metoda uvažuje pouze jeden odraz radiance povrchu vzorku od jeho okolí a zanedbává celkovou hemisférickou

emisivitu okolí ($\varepsilon_0(T_0) \sim 1$). Cílem výběru metody výpočtu normálové spektrální emisivity povlaku je ověřit, zda jiné metody neposkytují přesnější výsledky (metoda násobných odrazů, metoda jednoho odrazu) nebo zda jednodušší metody výpočtu („nosur“ metoda) nejsou pro výpočet normálové spektrální emisivity povlaků dostačující.

Vztah pro výpočet normálové spektrální emisivity povlaků metodou černého okolí byl shodný se vztahem (39), vztahy pro výpočet normálové spektrální emisivity ostatními metodami s využitím kalibrace měřicí aparatury byly upraveny ze vztahů pro výpočet směrové spektrální emisivity povlaků (vztah (29) pro metodu jednoho odrazu a vztah (34) pro „nosur“ metodu a rozšířeny o celkovou hemisférickou efektivní emisivitu laboratorního černého tělesa ε^b .

Vztah pro výpočet normálové spektrální emisivity metodou jednoho odrazu je definován

$$\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T) = Re \left[\frac{\left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_{i\lambda}(\lambda, T) \right) - V_{\lambda}^{bl}(\lambda, T_1)}{V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2) - V_{\lambda}^{bl}(\lambda, T_1)} \right] \cdot \left[\frac{\varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) - \varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{Bl}(\lambda, T_1)}{L_{\lambda}^B(\lambda, T) - \varepsilon_0(T_0) \cdot L_{\lambda}^B(\lambda, T_0)} + \frac{\varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{Bl}(\lambda, T_1) - \varepsilon_0(T_0) \cdot L_{\lambda}^B(\lambda, T_0)}{L_{\lambda}^B(\lambda, T) - \varepsilon_0(T_0) \cdot L_{\lambda}^B(\lambda, T_0)} \right], \quad (40)$$

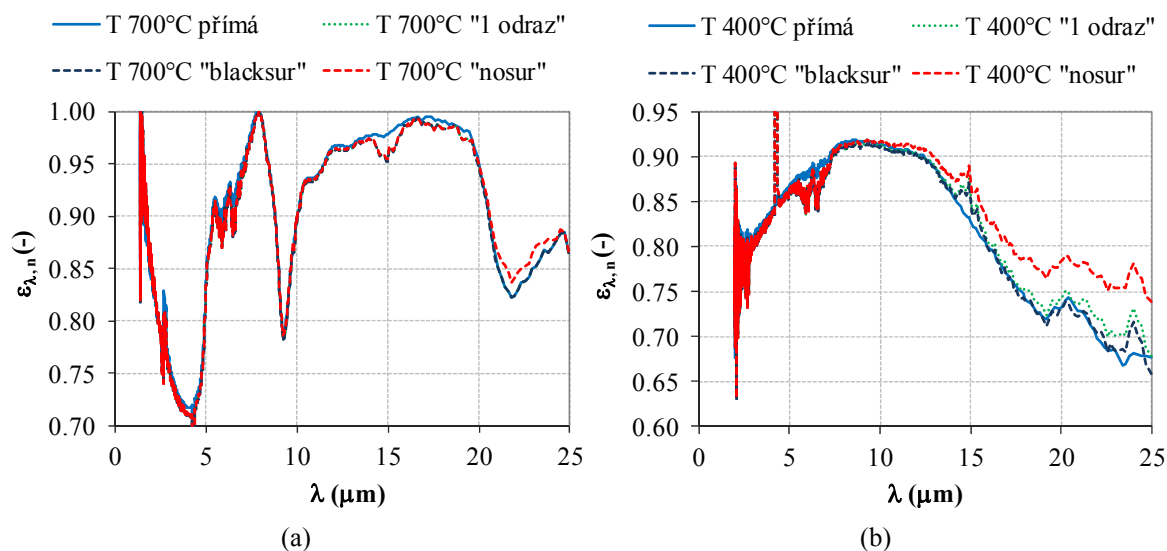
normálová spektrální emisivita povlaku metodou „nosur“ byla vypočtena dle vztahu

$$\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T) = Re \left[\frac{\left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_{i\lambda}(\lambda, T) \right) - V_{\lambda}^{bl}(\lambda, T_1)}{V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2) - V_{\lambda}^{bl}(\lambda, T_1)} \right] \cdot \left[\frac{\varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_2) - \varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{Bl}(\lambda, T_1)}{L_{\lambda}^B(\lambda, T)} + \frac{\varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{Bl}(\lambda, T_1)}{L_{\lambda}^B(\lambda, T)} \right]. \quad (41)$$

Do všech vztahů je započtena násobná detekce spektrálního signálu z povrchu vzorku, uvažován je povrch s azimutální symetrií, je zanedbán koeficient ozáření mezi černým tělesem a detektorem F^{B-D} a plocha otvoru kavity laboratorního černého tělesa A^B a je předpokládána shodná optická dráha radiance obou zdrojů záření. Celková hemisférická emisivita okolí $\varepsilon_0(T_0)$ zadávaná do vztahu (40) byla zvolena 0.7. Výpočet emisivity metodou násobných odrazů nebyl uvažován z důvodu neznalosti všech násobných odrazů radiance povrchu vzorku a okolí vzorku, které mohou ovlivňovat detekovaný spektrální signál povrchu vzorku.

Výsledky normálových spektrálních emisivit spočtených přímou metodou a rozdílnými metodami s využitím kalibrace spektrometru jsou pro referenční povlak

DupliColor 800°C uvedeny na obr. 57a pro povrchovou teplotu 700°C, pro povlak S01 ustálený na povrchové teplotě 400°C na obr. 57b.



Obr. 57: Porovnání normálové spektrální emisivity povlaků vypočtené přímou metodou a metodami s využitím modifikované dvou-teplotní kalibrace spektrometru (metodou černého okolí, metodou jednoho odrazu a „nosur“ metodou) – (a) DupliColor 800°C; (b) povlak S01.

Porovnání vypočtených normálových spektrálních emisivit při využití modifikované dvou-teplotní kalibrační procedury a přímé metody výpočtu, metody jednoho odrazu a metody černého okolí vykazuje obdobné výsledky pro oba měřené povlaky – přímou metodu výpočtu je možné nahradit metodou jednoho odrazu i metodou černého okolí s využitím předem měřených spektrálních intervalů signálů laboratorního černého tělesa odpovídajících povrchové teplotě vzorku. Započtení celkové hemisférické emisivity okolí 0.7 nemá vliv na normálovou spektrální emisivitu vysoceemisivních povlaků. Nepřesnosti v pásmech vlnových délek 2.5 μm až 2.95 μm , 4.17 μm až 4.5 μm , 4.8 μm až 8 μm a 13.2 μm až 17.2 μm jsou spojeny se změnami atmosférických podmínek měření – rozdílnou koncentrací CO_2 a vodní páry v atmosféře. „Nosur“ metoda a „simple“ metoda jsou metody nevhodné pro přesný výpočet normálové spektrální emisivity povlaků – normálová spektrální emisivita vypočtená těmito metodami se liší pro vlnové délky nad 15 μm až o 5% v porovnání s normálovou spektrální emisivitou spočtenou přímou metodou či metodou jednoho odrazu nebo černého okolí.

Zvolená metoda pro výpočet normálové spektrální emisivity povlaků je tedy metoda černého okolí. Metodu jednoho odrazu je sice možné pro výpočet emisivity využít (shodné výsledky s metodou černého okolí), ale tato metoda nebude z důvodu složitějšího výpočtu používána. Metodou „nosur“ není možné emisivitu povlaku vyhodnotit z důvodu nepřesných výsledků.

4.8 Nejistota normálové spektrální emisivity

Z detekovaného spektrálního signálu odpovídajícímu radianci povrchu vzorku ustáleném na požadované teplotě a spektrálních signálů odpovídajícím radiancím laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotách příslušných k povrchové teplotě vzorku je pomocí metody černého okolí vypočtena normálová spektrální emisivita povlaku. Výsledná spektrální křivka emisivity je zatížena určitou nejistotou, která vychází z používané měřicí aparatury, zvoleného postupu měření a způsobu vyhodnocení emisivity. Tato podkapitola je zaměřena na odhad celkové nejistoty normálové spektrální emisivity povlaků, uvedena je použitá metoda výpočtu nejistoty, stručný rozbor dílčích zdrojů nejistoty a příklad vypočtené celkové nejistoty vybraného povlaku.

4.8.1 Metoda výpočtu nejistoty normálové spektrální emisivity

Normálová spektrální emisivita povlaků je pro povrchovou teplotu vzorku 400°C až 900°C vypočtena podle vztahu (39), který závisí na měřeném spektrálním signálu z povrchu vzorku $V_\lambda(\lambda, T)$, dvou měřených spektrálních signálech laboratorního černého tělesa $V_\lambda^{b1}(\lambda, T_1)$ a $V_\lambda^{b2}(\lambda, T_2)$, měřené povrchové teplotu vzorku T , známé teplotě laboratorního černého tělesa T_1 a T_2 , měřené teplotě okolí T_0 a udávané efektivní emisivitě laboratorního černého tělesa ε^b . Každá z výše uvedených veličin x_i pro $i = 1, 2, \dots, n$ přispívá do celkové nejistoty normálové spektrální emisivity. Zvolená metoda výpočtu emisivity (metoda černého okolí) však předpokládá, že celková hemisférická emisivita okolí se blíží hodnotě 1 ($\varepsilon_0(T_0) \sim 1$), což plně neodpovídá skutečnosti. Celková hemisférická emisivita okolí $\varepsilon_0(T_0)$ je tedy další veličinou přispívající do celkové nejistoty.

Absolutní celkovou nejistotu normálové spektrální emisivity $\mu(\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T))$ lze vyjádřit jako kombinovanou standardní absolutní nejistotu všech uvedených veličin

$$\mu(\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)) = \left[\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial x_i} \cdot \mu(x_i) \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} =$$

$$\left[\begin{aligned} & \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial V_\lambda(\lambda, T)} \cdot \mu(V_\lambda(\lambda, T)) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial V_\lambda^{b1}(\lambda, T_1)} \cdot \mu(V_\lambda^{b1}(\lambda, T_1)) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial V_\lambda^{b2}(\lambda, T_2)} \cdot \mu(V_\lambda^{b2}(\lambda, T_2)) \right)^2 + \\ & + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial T} \cdot \mu(T) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial T_1} \cdot \mu(T_1) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial T_2} \cdot \mu(T_2) \right)^2 + \\ & + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial T_0} \cdot \mu(T_0) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial \varepsilon^b} \cdot \mu(\varepsilon^b) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial \varepsilon_0} \cdot \mu(\varepsilon_0) \right)^2 \end{aligned} \right]^{\frac{1}{2}}. \quad (42)$$

kde $\mu(x_i)$ jsou dílčí absolutní kombinované standardní nejistoty veličin ovlivňujících celkovou nejistotu normálové spektrální emisivity. Člen rovnice (42) $\left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial x_i} \cdot \mu(x_i)\right)$ je dále nazýván jako příspěvek dílčí absolutní nejistoty do absolutní celkové nejistoty emisivity povlaků.

Každá veličina x_i tedy přispívá do celkové nejistoty dílčí nejistotou $\mu(x_i)$. Do každé dílčí absolutní nejistoty veličiny x_i jsou započítány další podnejistoty veličin y_j , které přispívají pouze k této dílčí absolutní nejistotě. Ta je vyjádřena jako součin veličiny přispívající do absolutní celkové nejistoty emisivity a relativní kombinované standardní nejistoty zahrnující příslušné podnejistoty každé dílčí nejistoty

$$\mu(x_i) = x_i \cdot \xi(x_i), \quad (43)$$

kde

$$\xi(x_i) = \left[\sum_{j=1}^m (\xi(y_j))^2 \right]^{\frac{1}{2}}. \quad (44)$$

Podrobný rozbor absolutních dílčích nejistot a jejich podnejistot je uveden v části 4.8.2.

Pro povrchovou teplotu vzorku vyšší než 900°C je normálová spektrální emisivita povlaků stanovena podle vztahu (35), který nezahrnuje teplotu okolí T_0 a celkovou hemisférickou emisivitu okolí ε_0 . Vztah (42) pro výpočet absolutní celkové nejistoty normálové spektrální emisivity $\mu(\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T))$ je proto ve tvaru

$$\begin{aligned} \mu(\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)) &= \left[\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial x_i} \cdot \mu(x_i) \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} = \\ &= \left[\left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial V_\lambda(\lambda, T)} \cdot \mu(V_\lambda(\lambda, T)) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial V_\lambda^{bl}(\lambda, T_l)} \cdot \mu(V_\lambda^{bl}(\lambda, T_l)) \right)^2 + \right. \\ &+ \left. \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial V_\lambda^{b2}(\lambda, T_2)} \cdot \mu(V_\lambda^{b2}(\lambda, T_2)) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial T} \cdot \mu(T) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial T_l} \cdot \mu(T_l) \right)^2 + \right. \\ &+ \left. \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial T_2} \cdot \mu(T_2) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial \varepsilon^b} \cdot \mu(\varepsilon^b) \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}}. \quad (45) \end{aligned}$$

Dílčí absolutní nejistoty jsou vypočteny shodným způsobem jako pro povrchovou teplotu vzorku do 900°C podle vztahů (43) a (44).

4.8.2 Dílčí absolutní nejistoty normálové spektrální emisivity

V této kapitole je uvedena podrobná analýza podnejistot zahrnutých do dílčích nejistot, všechny uvažované zdroje nejistot a podnejistot jsou shrnuty v tab. 10. Nejistoty typu A jsou stanoveny z výsledků opakovaných měření statistickou analýzou série naměřených hodnot. Nejistoty typu B jsou určeny jiným způsobem než statistickým zpracováním výsledků opakovaných měření.

Tab. 10: Přehled dílčích nejistot a podnejistot zahrnutých do absolutní celkové nejistoty normálové spektrální emisivity povlaků.

Dílčí zdroj nejistoty	Podnejistoty	Označení	Typ
Měřený signál vzorku	<i>Opakovatelnost měření FTIR spektrometru</i> <i>Časová stabilita měřicí aparatury</i> <i>Šum spektrálního signálu</i> <i>Přesnost vlnových délek spektrometru</i> <i>Atmosférická spektrální propustnost</i> <i>Pozice vzorku v z-ose</i> <i>Povrchová teplota vzorku</i>	$V_{\lambda}(\lambda, T)$	A B A B B B A
Měřené signály laboratorního černého tělesa	<i>Opakovatelnost měření FTIR spektrometru</i> <i>Časová stabilita měřicí aparatury</i> <i>Šum spektrálního signálu</i> <i>Přesnost vlnových délek spektrometru</i> <i>Atmosférická spektrální propustnost</i>	$V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1)$ $V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2)$	A B A B B
Teplota vzorku	<i>Termovizní měření</i> <i>Efektivní emisivita referenčního povlaku</i> <i>XY pozice vzorku</i> <i>Vlastnosti referenčních a analyzovaných povlaků</i> <i>Kolísání povrchové teploty vzorku</i>	T	B A A B A
Teploty laboratorního černého tělesa	<i>Skutečná teplota kavity</i> <i>Teplotní stabilita kavity</i> <i>Poloha oblasti detekované spektrometrem</i>	T_1^b, T_2^b	B B B
Teplota okolí	(pouze pro teplotu vzorku do 900°C) <i>Přesnost měření teploty boxu termočlánkem</i> <i>Homogenita teploty boxu</i>	T_0	B B
Efektivní emisivita laboratorního černého tělesa		$\hat{\varepsilon}^b$	B
Celková hemisférická emisivita okolí	(pouze pro teplotu vzorku do 900°C)	$\varepsilon_0(T_0)$	B

Příspěvek každé dílčí nejistoty do celkové nejistoty normálové spektrální emisivity je vztažen vždy ke konkrétnímu analyzovanému povlaku, uvedené příspěvky dílčí nejistoty jsou pro ilustraci vypočteny pro povlak S01.

Nejistota emisivity způsobená měřeným signálem vzorku $\mu(V_\lambda(\lambda, T))$ vyplývá z kombinace příslušných podnejistot uvedených v tab. 10. Opakovatelnost měření spektrometru byla vyhodnocena statistickou analýzou ze série měření spektrálních signálů odpovídajících radianci vnitřního zdroje spektrometru.

Příspěvek časové stability měřicí aparatury do nejistoty emisivity měřeného signálu vzorku vychází z již změřené časové stability kalibrační procedury spektrometru, ve které byla modifikovanou dvou-teplotní metodou vypočtena responzní funkce spektrometru ve dvou časových úsecích.

Šum spektrálního signálu byl obdobně jako opakovatelnost měření spektrometru vyhodnocen z výsledků opakovaných měření statistickou analýzou série spektrálních signálů odpovídajícím radianci laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotách 400°C až 1000°C s teplotním krokem 100°C.

Přesnost vlnových délek odpovídá přesnosti vlnových délek uváděných výrobcem spektrometru. (tab. 1).

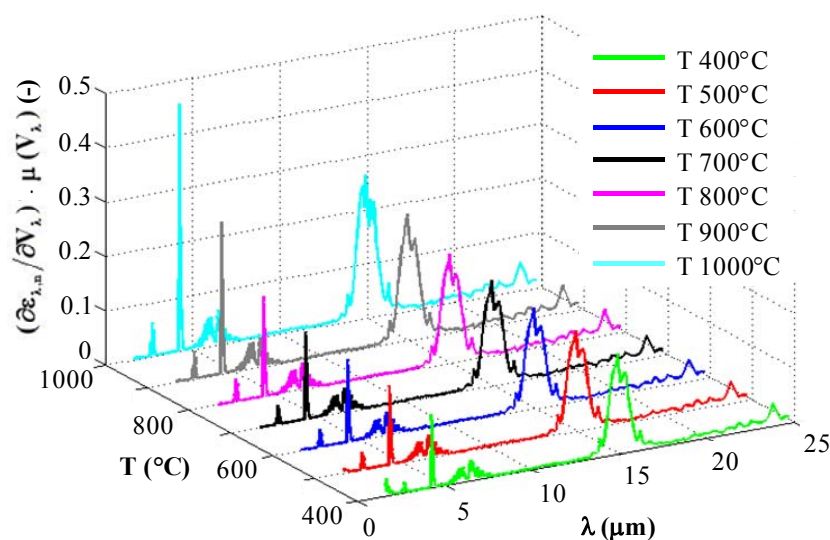
Nejistota měřeného signálu vzorku způsobená rozdílnou atmosférickou spektrální propustností okolí vzorku vyjadřuje změny atmosférických podmínek měření, tj. rozdílnou koncentraci CO₂ a vodní páry v atmosféře. Jedná se o nepřesnosti v pásmech vlnových délek 2.5 μm až 2.95 μm , 4.17 μm až 4.5 μm , 4.8 μm až 8 μm a 13.2 μm až 17.2 μm . Příspěvek této podnejistoty byl určen simulací kolísání vlhkosti a CO₂ v okolí měřeného vzorku.

Aktuální pozice každého vzorku v z-ose (tj. vzdálenost vzorku od otočného parabolického zrcadla) je definována nastavením obsluhy pomocí lineárního mikroposuvu na základě překryvu paprsku dvou trasovacích laserů (plné překrytí paprsků ve fokusační vzdálenosti zrcadla). Podnejistota byla vypočtena z detekovaných spektrálních signálů odpovídajícím radianci povrchu vzorku o konstantní teplotě pro různé vzdálenosti vzorku od otočného parabolického zrcadla.

Nejistota měřeného signálu vzorku způsobená povrchovou teplotou vzorku se odvíjí od homogenity teplotního pole povrchu vzorku a kolísání teploty povrchu vzorku v ustáleném stavu. Byla stanovena statistickou analýzou křivek vypočtených podle Planckova zákona. V případě homogenity teplotního pole povrchu vzorku jsou uvažovány teploty odečtené z termogramu vzorku ustáleného na dané teplotě v oblasti detekované spektrometrem (matice teplot v oblasti detekované spektrometrem), v případě

kolísání teploty povrchu vzorku průměrné teploty odečtené z analýzy vložené do termovizního záznamu v době detekce spektrálního signálu z povrchu vzorku.

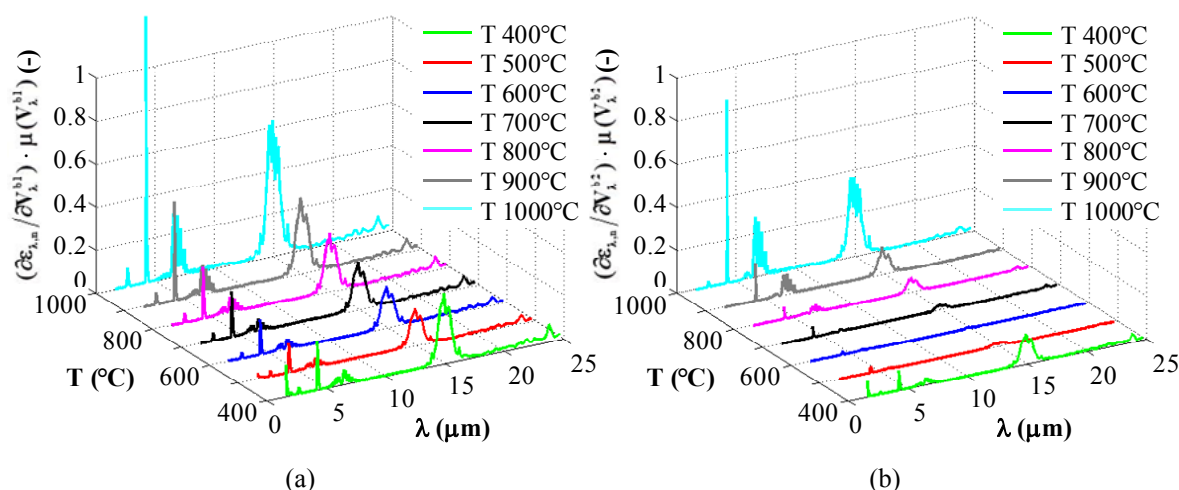
Celkový příspěvek nejistoty emisivity způsobený měřeným signálem vzorku je uveden na obr. 58.



Obr. 58: Příspěvek nejistoty emisivity způsobený měřeným signálem vzorku V_λ v závislosti na povrchové teplotě vzorku a vlnové délce.

Kromě uvedených podnejistot mohou do nejistoty emisivity způsobené měřeným signálem vzorku přispívat také odrazy z laserového záření (ohřev vzorku) dopadající na detektor spektrometru a případná nelinearita detektoru spektrometru. Přispění odrazů laserového záření bylo vyloučeno detekcí spektrálních signálů z povrchu vzorku ustáleného na rozdílných teplotách (různé výkony laseru) při zapnutém laseru a ihned po ukončení ohřevu vzorku při vypnutém laseru. Po vypočtení relativní nejistoty je možné příspěvek odrazů laserového záření zanedbat, vypočtená nejistota je v rámci nejistoty způsobené opakovatelností měření spektrometru. Předpokládaná linearita detektoru byla ověřena poměřováním signálů naměřených detektorem spektrometru a analyzátořem výkonu v závislosti na dopadajícím tepelném toku z laboratorního černého tělesa.

Nejistota emisivity způsobená měřenými signály laboratorního černého tělesa $\mu(V_\lambda^{b1}(\lambda, T_1))$ a $\mu(V_\lambda^{b2}(\lambda, T_2))$ je stanovena shodným způsobem jako nejistota emisivity způsobená měřeným signálem vzorku. Vynechán je příspěvek pozice vzorku v z-ose a povrchové teploty vzorku. Vypočtená nejistota emisivity způsobená měřenými signály laboratorního černého tělesa je pro $V_\lambda^{b1}(\lambda, T_1)$ uvedena na obr. 59a, pro $V_\lambda^{b2}(\lambda, T_2)$ na obr. 59b.



Obr. 59: Příspěvek nejistoty emisivity způsobený měřeným signálem laboratorního černého tělesa ustáleného – (a) na teplotě T_1^b ; (b) na teplotě T_2^b ; v závislosti na povrchové teplotě vzorku a vlnové délce.

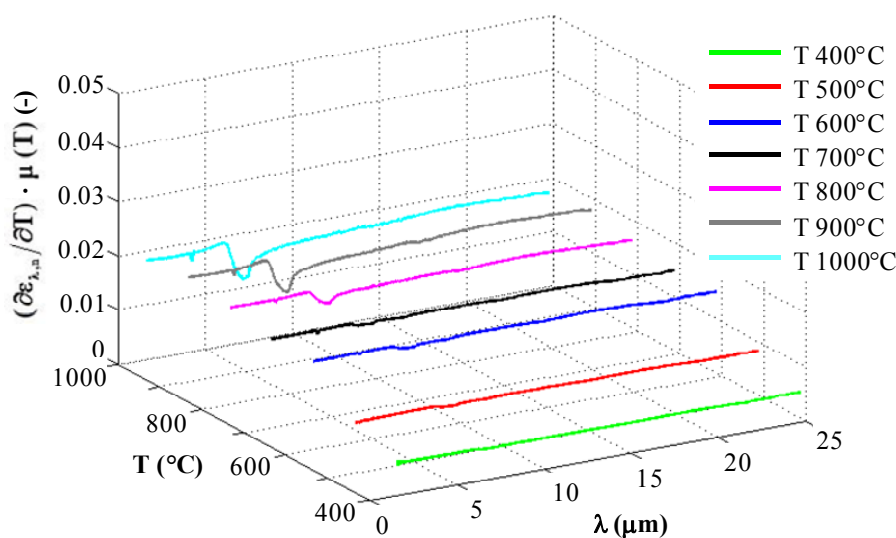
Nejistota emisivity způsobená povrchovou teplotou vzorku $\mu(T)$ výrazným způsobem přispívá do celkové nejistoty normálové spektrální emisivity povlaku.

Povrchová teplota povlaku je měřena bezkontaktně využitím kalibrované termovizní kamery a referenčního povlaku se známou efektivní emisivitou v pásmu používané termovizní kamery 7.5 až 13 μm aplikovaného na polovinu měřeného vzorku. Výpočet příspěvku povrchové teploty vzorku do nejistoty emisivity vychází zejména ze způsobu měření povrchové teploty, tj. nejistoty termovizního měření a nejistoty efektivní emisivity referenčního povlaku. Protože termovizní kamera byla kalibrována proti kalibrovanému zdroji záření a kalibrační křivky jsou zahrnuty do stanovení povrchové teploty vzorku, byla podnejistota termovizního měření vztažena k nejistotě kalibrace zdroje záření. Zanedbána je odchylka lineárního proložení kalibračních křivek termovizní kamery při výpočtu povrchové teploty, (ne)linearita detektoru kamery (rozdílná emisivita zdroje záření při kalibraci kamery a měření povrchové teploty vzorku) a změna citlivosti detektoru kamery v čase (pravidelná vnitřní recalibrace).

Nejistota efektivní emisivity referenčního povlaku je dána způsobem vyhodnocení (výpočet metodou známé teploty pro teplotu stanovenou spektrometrickým měřením normálové spektrální emisivity referenčního povlaku a Christiansenovy vlnové délky). Zahrnuta je nepřesnost určení teploty vzorku pro vyhodnocení efektivní emisivity referenčního povlaku a časové chování efektivní emisivity referenčního povlaku, zanedbána je změna efektivní emisivity referenčního povlaku v závislosti na teplotním režimu analyzovaného povlaku (teplotní režim analyzovaného povlaku odpovídá teplotnímu režimu, pro který byla stanovena efektivní emisivita referenčního povlaku).

Dále je nejistota emisivity způsobená povrchovou teplotou vzorku ovlivněna zvoleným způsobem ohřevu vzorku na požadovanou teplotu (prostorový a časový průběh laserového paprsku po zadní straně vzorku). Nevhodné nastavení parametrů laserového ohřevu a středu pálení může ovlivnit rozložení povrchové teploty vzorku a spolu s vlastnostmi vzorku (celková hemisférická emisivita, tloušťka a tepelná vodivost referenčního a analyzovaného povlaku) a umístěním vzorku do dané XY pozice výrazně přispět do dílčí nejistoty. XY pozice vzorku je specifikována obsluhou měřicí aparatury pomocí posunu vzorku podle překryvu paprsku dvou trasovacích laserů, teplota vzorku je odečtena z analýzy vložené do termogramu na referenční povlak. Příspěvek nejistoty spojený s XY pozicí vzorku byl stanoven statistickou analýzou průměrných teplot odečtených z analýzy vložené do termogramu na různá místa referenčního povlaku.

Vliv rozdílných vlastností analyzovaného a referenčního povlaku a neznámé tloušťky referenčního povlaku na povrchovou teplotu vzorku je odhadnut z matematického modelu, pomocí kterého byl vypočten rozdíl teploty na rozhraní referenčního a analyzovaného povlaku a povrchu analyzovaného povlaku v závislosti na tloušťce obou povlaků, celkové hemisférické emisivitě referenčního povlaku a teplotě vzorku pro různé celkové hemisférické emisivity analyzovaného povlaku.



Obr. 60: Příspěvek nejistoty emisivity způsobený povrchovou teplotou vzorku T v závislosti na povrchové teplotě vzorku a vlnové délce.

I přesto, že povrchová teplota vzorku je v průběhu detekce spektrálního signálu považována za konstantní, dochází v ustáleném stavu vzorku ke kolísání povrchové teploty. Změny teploty v době spektrometrického záznamu radiance povrchu vzorku nejsou zahrnuty do výpočtu normálové spektrální emisivity povlaku podle vztahu (39),

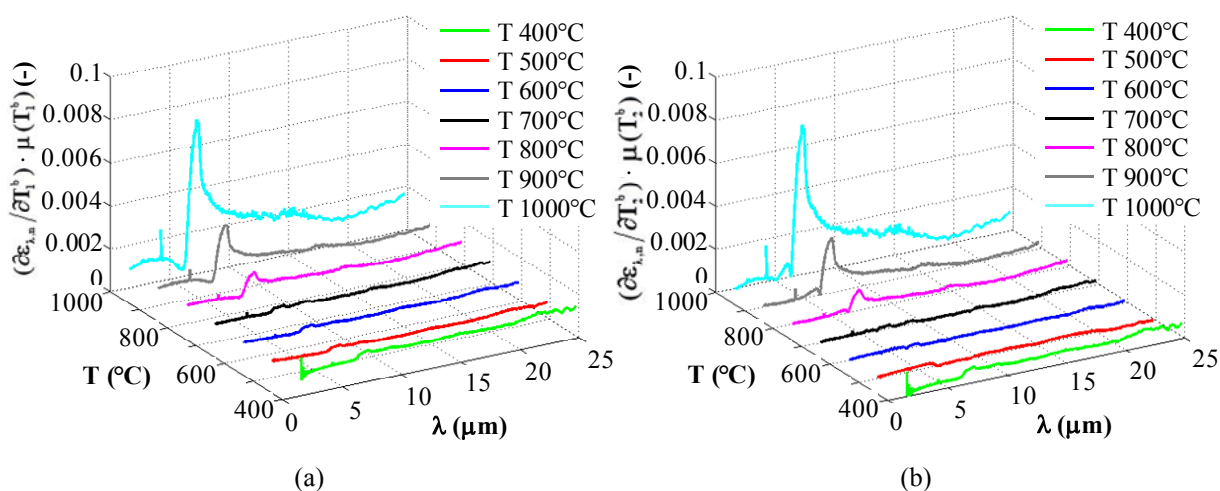
uvažovanou teplotou je průměrná teplota povrchu vzorku z teplot odečtených v průběhu detekce spektrálního signálu. Podnejistota způsobená kolísáním teploty povrchu vzorku v době záznamu spektra je vyhodnocena statistickou analýzou poměrů dvaceti spektrálních signálů z povrchu vzorku vůči jednomu spektrálnímu signálu laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotě odpovídající průměrné povrchové teplotě vzorku odečtené v době spektrometrického záznamu signálů vzorku.

Celkový příspěvek nejistoty emisivity způsobený povrchovou teplotou vzorku je uveden na obr. 60.

Nejistota emisivity způsobená teplotou laboratorního černého tělesa $\mu(T_1^b)$ a $\mu(T_2^b)$ vychází z nejistoty skutečné teploty kavity, teplotní stability kavity a polohy oblasti detekované spektrometrem v kavitě laboratorního černého tělesa. Protože laboratorní černé těleso bylo kalibrováno v Českém metrologickém institutu (viz část 4.3.2) a součástí kalibračního certifikátu jsou nejistoty dílčích kalibrací, vychází výpočet nejistoty emisivity způsobený teplotou laboratorního černého tělesa právě z poskytnutého kalibračního certifikátu.

Příspěvek nejistoty skutečné teploty kavity v závislosti na povrchové teplotě vzorku je dán podílem absolutní rozšířené nejistoty kalibrace uvedené v tab. 4 a koeficientu rozšíření k , o který je uvedená nejistota rozšířena.

Nejistota teplotní stability kavity odpovídá přímo teplotní stabilitě uvedené v kalibračním certifikátu (uvedená teplotní stabilita je vyhodnocena z naměřených dat jako výběrová směrodatná odchylka).



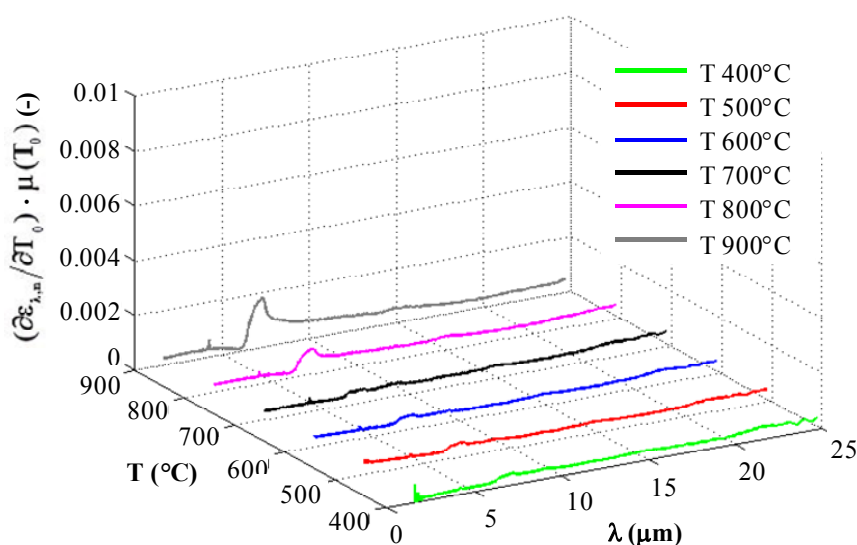
Obr. 61: Příspěvek nejistoty emisivity způsobený teplotou laboratorního černého tělesa – (a) T_1^b ; (b) T_2^b ; v závislosti na povrchové teplotě vzorku a vlnové délce.

Příspěvek třetí veličiny do nejistoty emisivity způsobené teplotou laboratorního černého tělesa započítává teplotní rozložení kavity a zvolenou pozici otočného parabolického zrcadla (zvolena podle průběhu maxima spektrálního signálu při optimalizaci optické dráhy experimentálního uspořádání – obr. 44), do výpočtu není zahrnuta nejistota polohy otočného parabolického zrcadla.

Celkový příspěvek nejistoty způsobený teplotou laboratorního černého tělesa se odvíjí od povrchové teploty vzorku, vlnové délky a vlastnostech měřeného povlaku. Vypočtený příspěvek nejistoty emisivity je uveden na obr. 61.

Nejistotou emisivity způsobené teplotou okolí μ (T_0) je myšlena nejistota teploty optického boxu a okolních objektů měřeného vzorku. Výpočet této dílčí nejistoty je založen na předpokladu, že teploty optického boxu a okolních objektů jsou si rovny, nejistota je tedy dána pouze nejistotou teploty optického boxu.

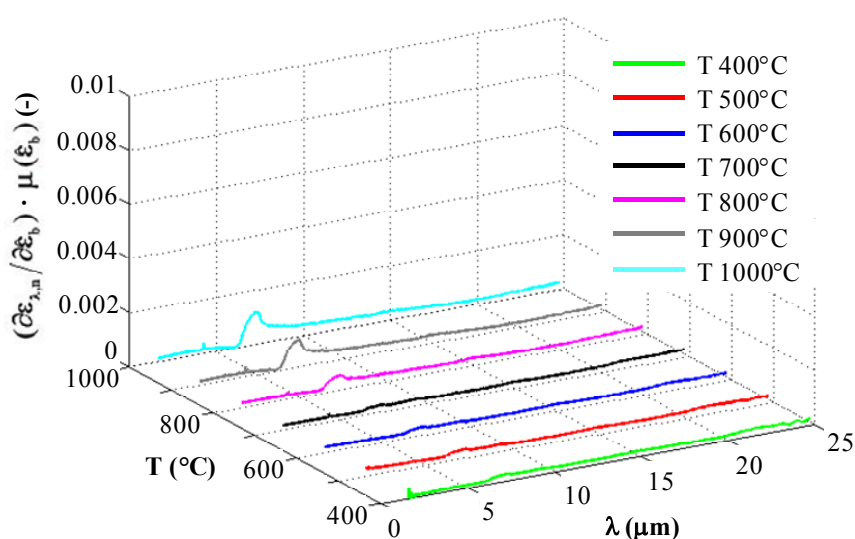
Teplota optického boxu je měřena dvěma neplášťovanými kalibrovanými termočlánky připevněnými na vnitřní stěnu boxu pomocí přitlačného plechu, do výpočtu nejistoty je uvažována pouze nejistota teploty zaznamenaná termočlánkem v místě mezi vzorkem a termovizní kamerou (teplota měřená v blízkosti skenovací hlavy nevypovídá o teplotě okolí vzorku). Protože termočlánek je kalibrovaný a jeho kalibrační křivka je započtena do měřené teploty boxu, je tato nejistota dána pouze nejistotou termočlánekového kalibrátoru. Zanedbána je nejistota teploty optického boxu způsobená připevněním termočlátku na stěnu boxu pomocí přitlačného plechu – předpokládá se shodná teplota boxu a okolních objektů.



Obr. 62: Příspěvek nejistoty emisivity způsobený teplotou okolí T_0 v závislosti na povrchové teplotě vzorku a vlnové délce.

Termočlánek připevněný na vnitřní stěnu boxu však zaznamenává teplotu pouze v jednom místě boxu, měřená teplota nevypovídá o rozložení teploty v boxu. Z tohoto důvodu byla provedena kontrola rozložení teploty boxu termovizní kamerou. Zjištěné teplotní rozdíly jsou také započítány do nejistoty emisivity způsobené teplotou okolí.

Dílčí absolutní nejistota emisivity způsobená teplotou okolí je vypočtena jako kombinovaná standardní nejistota zahrnující nejistotu termočlánekového kalibrátoru a nejistotu rozložení teploty v optickém boxu. Vypočtený příspěvek nejistoty emisivity způsobený teplotou okolí je uveden na obr. 62.



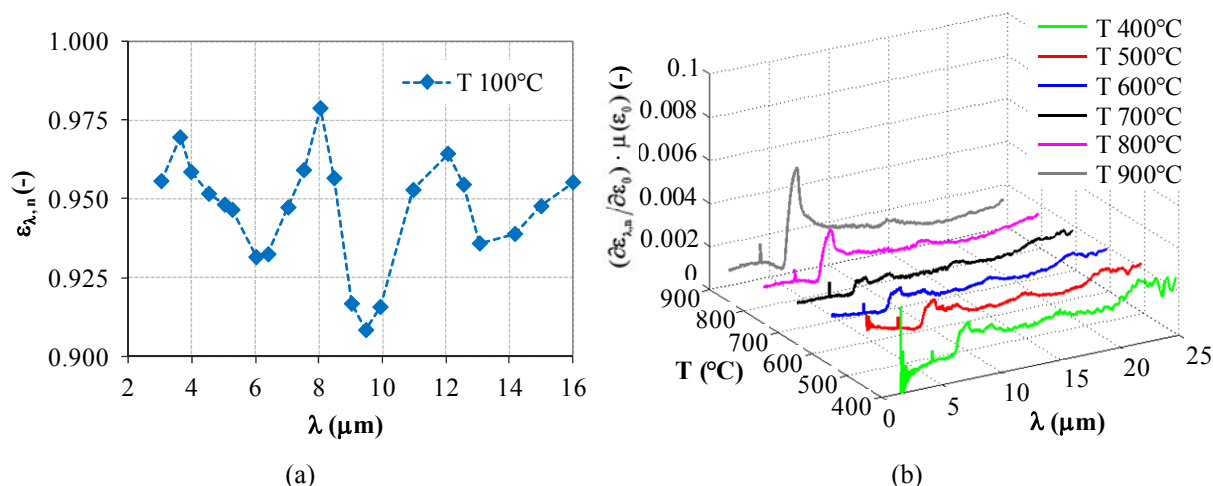
Obr. 63: Příspěvek nejistoty emisivity způsobený emisivitou laboratorního černého tělesa $\mu(\varepsilon^b)$ v závislosti na povrchové teplotě vzorku a vlnové délce.

Nejistota emisivity způsobená emisivitou laboratorního černého tělesa $\mu(\varepsilon^b)$ je založena na efektivní emisivitě kavity udávané výrobcem (0.99). Tato hodnota je také uvažována do výpočtu emisivity povlaku podle vztahu (39). Nejistota emisivity způsobená emisivitou laboratorního černého tělesa je tedy dána přesností efektivní emisivity kavity udávané výrobcem tohoto zdroje záření. Příspěvek nejistoty emisivity je uveden na obr. 63.

Nejistota emisivity způsobená hemisférickou emisivitou okolí $\mu(\varepsilon_0)$ vychází ze vztahu (39) pro výpočet normálové spektrální emisivity povlaku a ze spektrální normálové emisivity povlaku DupliColor 800°C na povrchové teplotě 100°C měřené v Laboratoire National d'Essais (LNE) ve Francii (obr. 64a).

Z poskytnuté spektrální křivky normálové emisivity povlaku lze odhadnout, že celková hemisférická emisivita okolí bude vysoká (kolem hodnoty 0.95), nebude však dosahovat hodnoty 1 uvažované ve vztahu (39). Nejistota emisivity způsobená

hemisférickou emisivitou okolí je vypočtena jako rozdíl uvažované emisivity okolí ($\varepsilon_0(T_0) \sim 1$) a předpokládané celkové hemisférické emisivity okolí, jedná se o minimální nejistotu. Vypočtený příspěvek nejistoty emisivity způsobený emisivitou okolí je uveden na obr. 64b.



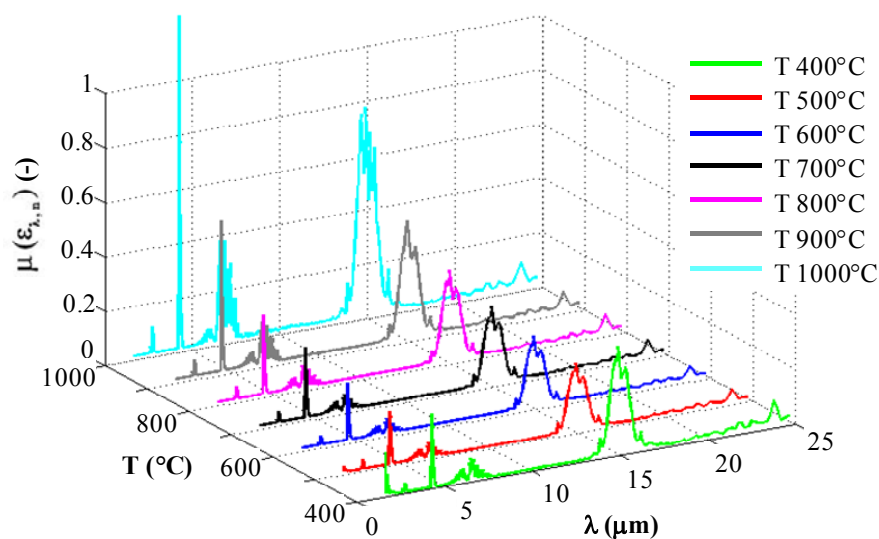
Obr. 64: (a) Normálová spektrální emisivita povlaku DupliColor 800°C pro povrchovou teplotu vzorku 100°C (měřeno v LNE); (b) příspěvek nejistoty emisivity způsobený hemisférickou emisivitou okolí ε_0 v závislosti na povrchové teplotě vzorku a vlnové délce.

4.8.3 Absolutní celková nejistota normálové spektrální emisivity

Absolutní celková nejistota normálové spektrální emisivity je vypočtena podle vztahu (42) či vztahu (45) jako kombinovaná standardní nejistota všech veličin, které jsou zahrnuty do vztahu (39) či vztahu (35) pro výpočet normálové spektrální emisivity povlaku metodou černého okolí s využitím modifikované dvou-teplotní kalibrační procedury spektrometru. Závisí na vlnové délce, povrchové teplotě a celkové hemisférické emisivitě vzorku, je tedy stanovena pro konkrétní analyzovaný povlak.

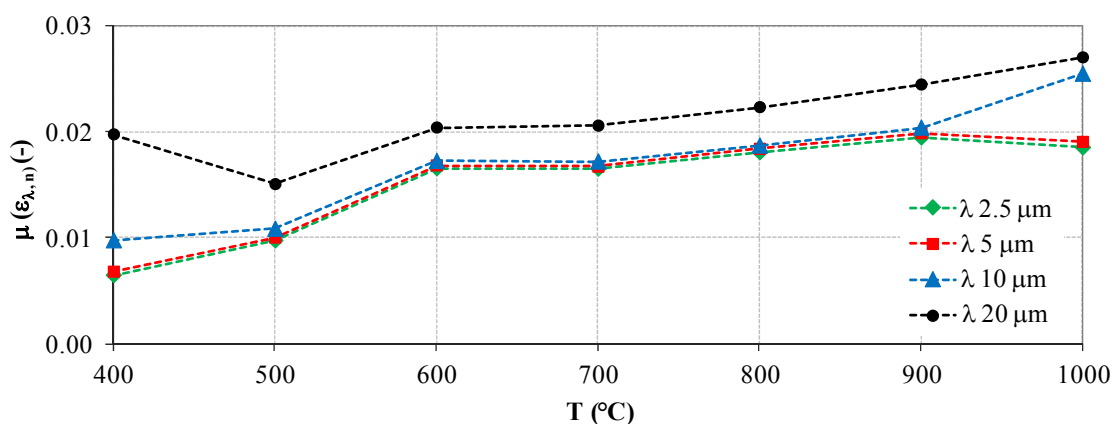
Pro povlak S01 je vypočtená absolutní celková nejistota normálové spektrální emisivity v závislosti na povrchové teplotě vzorku a vlnové délce uvedena na obr. 65, teplotní závislost nejistoty pro vybrané vlnové délky na obr. 66.

Z uvedené absolutní celkové nejistoty povlaku S01 je zřejmá závislost nejistoty především na povrchové teplotě vzorku – pro povrchové teploty vzorku 400°C až 1000°C nejistota roste od hodnoty 0.006 do 0.019 na krátkých vlnových délkách. Zřejmá je také závislost na vlnové délce – pro krátké vlnové délky (2 μm) je nejistota emisivity až o 100% nižší než pro dlouhé vlnové délky (20 μm), řádově se však pohybuje do 3% z vyhodnocené normálové spektrální emisivity povlaku.



Obr. 65: Absolutní celková nejistota normálové spektrální emisivity $\mu(\epsilon_{\lambda, n})$ povlaku S01 v závislosti na povrchové teplotě vzorku a vlnové délce.

Pro pásma vlnových délek 2.5 μm až 2.95 μm , 4.17 μm až 4.5 μm , 4.8 μm až 8 μm a 13.2 μm až 17.2 μm je nejistota emisivity výrazně vyšší než pro ostatní vlnové délky v měřeném spektrálním rozsahu (např. pro povrchovou teplotu vzorku 1000 $^{\circ}\text{C}$ a vlnovou délku 4.23 μm činí celková nejistota 160% z vyhodnocené emisivity povlaku a pro vlnovou délku 15 μm až 80% z vyhodnocené emisivity povlaku), což je způsobeno přítomností CO_2 a vodní páry v atmosféře. Nejistotu emisivity v uvedených pásmech vlnových délek by bylo možné snížit vložením celého měřicího systému do vakuové komory. Toto řešení by však mohlo ovlivnit chování analyzovaných materiálů, což není žádoucí.



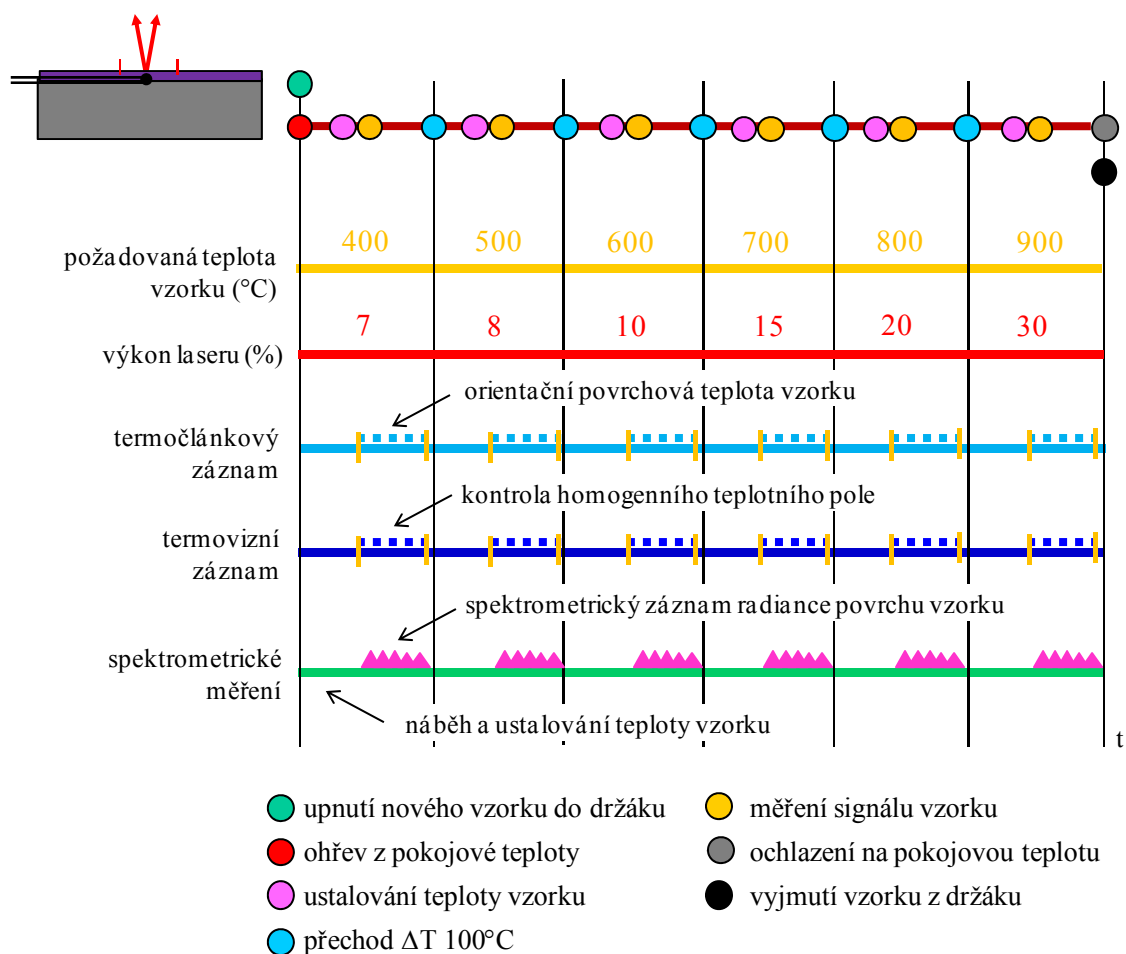
Obr. 66: Absolutní celková nejistota normálové spektrální emisivity $\mu(\epsilon_{\lambda, n})$ povlaku S01 v závislosti na povrchové teplotě vzorku pro vybrané vlnové délky.

4.9 Použité postupy měření ve výzkumu povlaků

4.9.1 Ověření výsledků metody

Způsob měření normálové spektrální emisivity povlaků nově vyvinutou měřicí aparaturou byl ověřen pro povlak DupliColor 800°C. Pro porovnání tohoto povlaku byla emisivita měřena v závislosti na teplotě v Laboratoire National d'Essais (LNE) ve Francii.

Na našem pracovišti (ZČU) byl měřen vzorek tvořený kovovým substrátem ve tvaru disku o průměru 25 mm a tloušťce 5 mm, na jehož čelní stranu byl aplikován měřený povlak. Ohřev vzorku byl zajištěn laserovým systémem se skenovací hlavou. Regulací výkonu laseru bylo dosaženo požadované teploty vzorku, vhodnou volbou časoprostorového průběhu laserového paprsku po zadní straně vzorku homogenního teplotního pole přední strany vzorku. Teplota vzorku byla po celou dobu měření zaznamenávána neplášťovaným termočlánkem, jehož měřicí konce byly přivařeny na rozhraní povlak/substrát ve vzdálenosti 15 mm od sebe ve středu vzorku.



Obr. 67: Časový a teplotní průběh měření radiance povrchu povlaku DupliColor 800°C na ZČU.

Současně s termočlávkovým měřením byla prováděna kontrola homogenity teplotního pole měřeného vzorku termovizní kamerou. Spektrální signál povrchu vzorku byl spektrometrem zaznamenáván z oblasti mezi přivařenými měřicími konci termočlávků ihned po ustálení vzorku na požadované teplotě.

Emisivita byla vyhodnocena metodou černého okolí s využitím modifikované dvou-teplotní kalibrační procedury měřicí aparatury (viz podkap 4.7) pro teploty 400°C až 900°C s teplotním krokem 100°C v maximálním možném spektrálním rozsahu (1.37 μm až 28 μm). Výsledké spektrum normálové emivity povlaku bylo vyhodnoceno korigováním teploty vzorku měřené termočlávkem tak, aby normálová spektrální emisivita povlaku byla na Christiansenově vlnové délce (kolem 8 μm) rovna 1. Časový a teplotní průběh měření je uveden na obr. 67.

V LNE byl měřen vzorek tvořený kovovým substrátem ve tvaru disku o průměru 30 mm a tloušťce 10 mm, na jehož povrch byl nanesen měřený povlak. Do objemu vzorku byly v přesně definovaných pozicích, rovnoběžně s povrchem vzorku, vloženy dva termočlávků. Takto připravený vzorek byl uchycen do kovového prstence a ohříván přes kovový plát pomocí elektrického topného tělesa. Povrchová teplota vzorku byla vyhodnocena lineární extrapolací z teplot měřených termočlávků v objemu vzorku. Předpokladem pro stanovení povrchové teploty bylo, že teplotní gradient ve vzorku je konstantní se vzdáleností od povrchu, do výpočtu povrchové teploty tedy nejsou uvažovány vlastnosti (tloušťka, vodivost) analyzovaného povlaku. Měřicí aparatura dále zahrnovala referenční černé těleso ustálené na teplotě blízké povrchové teplotě vzorku (ΔT max. 5°C), černé těleso ustálené na teplotě blízké teplotě okolí a detekční systém (detektor a synchronní zesilovač). Všechny zdroje záření byly umístěny ve vakuové komoře. Výběr měřené vlnové délky byl zajištěn průchodem radiance přes mřížku, optické okno a širokopásmový interferenční filtr.

Normálová emisivita vzorku pro střední vlnovou délku filtru byla vyhodnocena z postupné detekce signálů odpovídajícím radianci referenčního černého tělesa, černého tělesa ustáleného na teplotě blízké teplotě okolí a radianci z povrchu vzorku podle

$$\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda_C, T) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{(V_{i\lambda}(\lambda_C, T)) - V_{i\lambda}^{b0}(\lambda_C, T_0)}{V_{i\lambda}^{br}(\lambda_C, T_r) - V_{i\lambda}^{b0}(\lambda_C, T_0)} \cdot \frac{L_{\lambda}^{Br}(\lambda_C, T_r) - L_{\lambda}^{B0}(\lambda_C, T_0)}{L_{\lambda}^B(\lambda_C, T) - L_{\lambda}^{B0}(\lambda_C, T_0)} \right), \quad (46)$$

kde λ_C je střední vlnová délka použitého interferenčního filtru, $V_{\lambda}(\lambda_C, T)$ je signál radiance z povrchu vzorku na teplotě T , $V_{\lambda}^{br}(\lambda_C, T_r)$ je signál radiance z referenčního černého tělesa ustáleného na teplotě blízké povrchové teplotě vzorku T_r , $V_{\lambda}^{b0}(\lambda_C, T_0)$ je signál radiance černého tělesa ustáleného na teplotě blízké teplotě okolí T_0 , $L_{\lambda}^{Br}(\lambda_C, T_r)$,

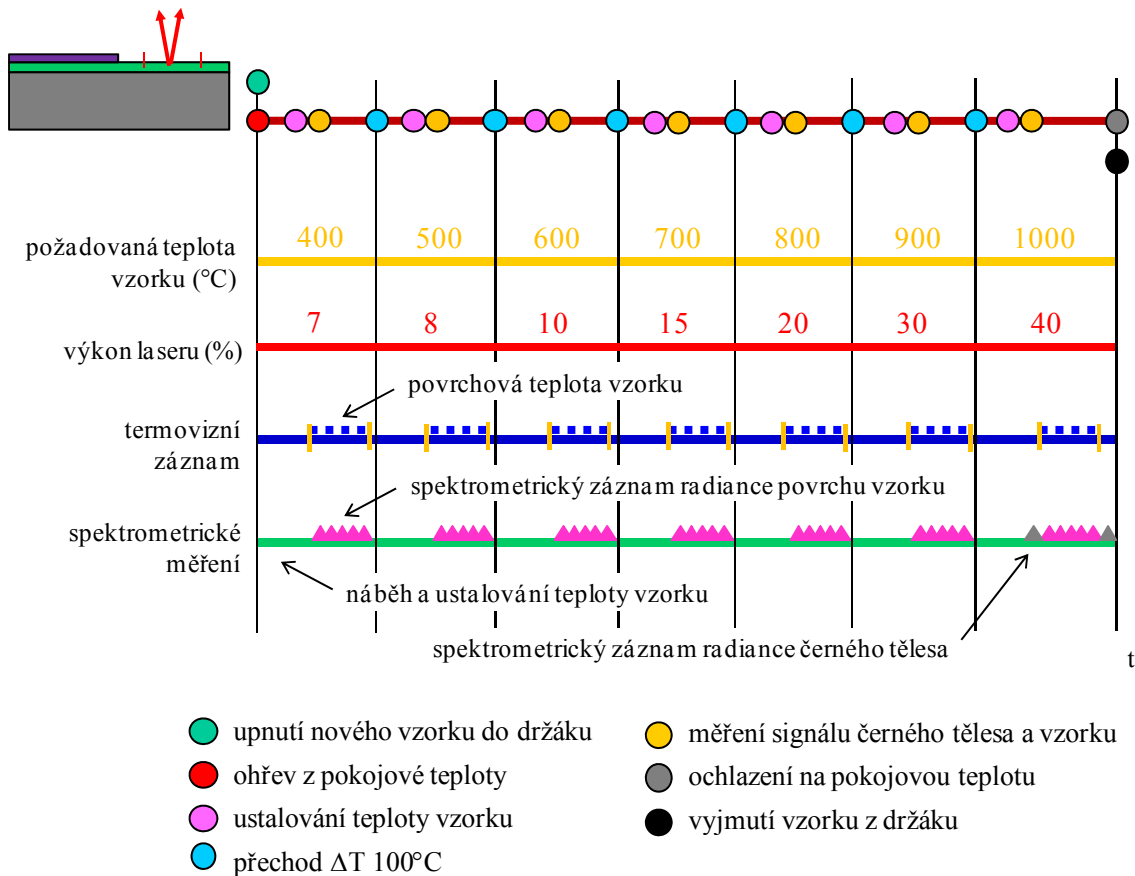
$L_{\lambda}^{B_0}(\lambda_C, T_0)$, $L_{\lambda}^B(\lambda_C, T)$ jsou radiance ideálního černého tělesa dané Planckovým zákonem na teplotě T_r , T_0 a T .

Detailní popis měřicí aparatury a způsob vyhodnocení emisivity v LNE jsou popsány v [44]. Vyhodnocení bylo provedeno pro teploty vzorku 100°C, 300°C, 500°C a 600°C ve spektrálním rozsahu 1.5 až 15 μm. Časový průběh měření je shodný s měřením na ZČU.

Metoda vyvinutá na ZČU byla ověřena porovnáním výsledků normálové spektrální emisivity povlaku měřené oběma výše uvedenými postupy ve shodném rozsahu teplot (500°C a 600°C) a vlnových délek (1.67 μm až 15 μm).

4.9.2 Využití metody ve výzkumu vysokoteplotních povlaků

Ověřená metoda byla použita pro měření normálové spektrální emisivity vysokoteplotních kompozitních povlaků. Měření byla prováděna v rámci projektu FR-TI1/273 "Výzkum a vývoj vysoceemisivních kompozitních povlaků pro vysokoteplotní aplikace" (nositel BG SYS HT, s.r.o., ČR). Hlavním cílem projektu bylo vyvinout povlaky s co nejvyšší emisivitou, které budou aplikovány na teplosměnné plochy vysokoteplotních energetických zařízení pro zvýšení jejich účinnosti.



Obr. 68: Časový a teplotní režim měření vysokoteplotních kompozitních povlaků.

Analyzované povlaky jsou složeny ze třech základních systémů – pojiva, plniva a aktivní složky. Pojivo zajišťuje především zabudování povlaku do substrátu, dále poskytuje povlaku celistvost, pružnost, tepelnou a chemickou odolnost. Plnivo je přidáváno do pojiva pro zlepšení mechanických nebo chemických vlastností povlaku, aktivní složka ovlivňuje výslednou emisivitu povlaku. Z tohoto důvodu byla měřena emisivita povlaků s rozdílnou aktivní složkou přidanou do základního kompozitu či rozdílnou objemovou koncentrací stejné aktivní složky v kompozitu. Pro využití povlaků ve vysokoteplotních aplikacích byly povlaky analyzovány v závislosti na povrchové teplotě vzorku v rozsahu 400°C až 1000°C.

Experimentální uspořádání metody a metodika měření a vyhodnocení emisivity použité ve výzkumu povlaků jsou shodné s výsledkem disertační práce (viz podkapitoly 5.1 a 5.2). Pro upřesnění, povrchová teplota vzorků byla měřena bezkontaktně využitím termovizní kamery a referenčního povlaku ZYP Coating Cr₂O₃ aplikovaného na polovinu každého měřeného vzorku. Všechny vzorky byly měřeny ve stejném časovém a teplotním režimu v rozsahu teplot 400°C až 1000°C s teplotním krokem 100°C ihned po ustálení vzorku na požadované teplotě (obr. 68).

Celkem bylo analyzováno 17 povlaků s rozdílnou aktivní složkou v základním kompozitu a 4 povlaky se stejnou aktivní složkou, ale rozdílnou objemovou koncentrací aktivní složky v kompozitu [XLVI, VLIX]. Tloušťka povlaků se pohybovala od 50 μm do 150 μm.

5 Výsledky

Výsledkem disertační práce je nově vyvinutá měřicí aparatura a postup jejího použití pro stanovení normálové spektrální emisivity povlaků. Tato kapitola proto popisuje vyvinuté experimentální uspořádání, vyvinutou metodiku měření a vyhodnocení emisivity včetně nejistoty. Uvedeny jsou také výsledky ověření funkčnosti měřicí aparatury a příklady jejího využití ve výzkumu a vývoji povlaků.

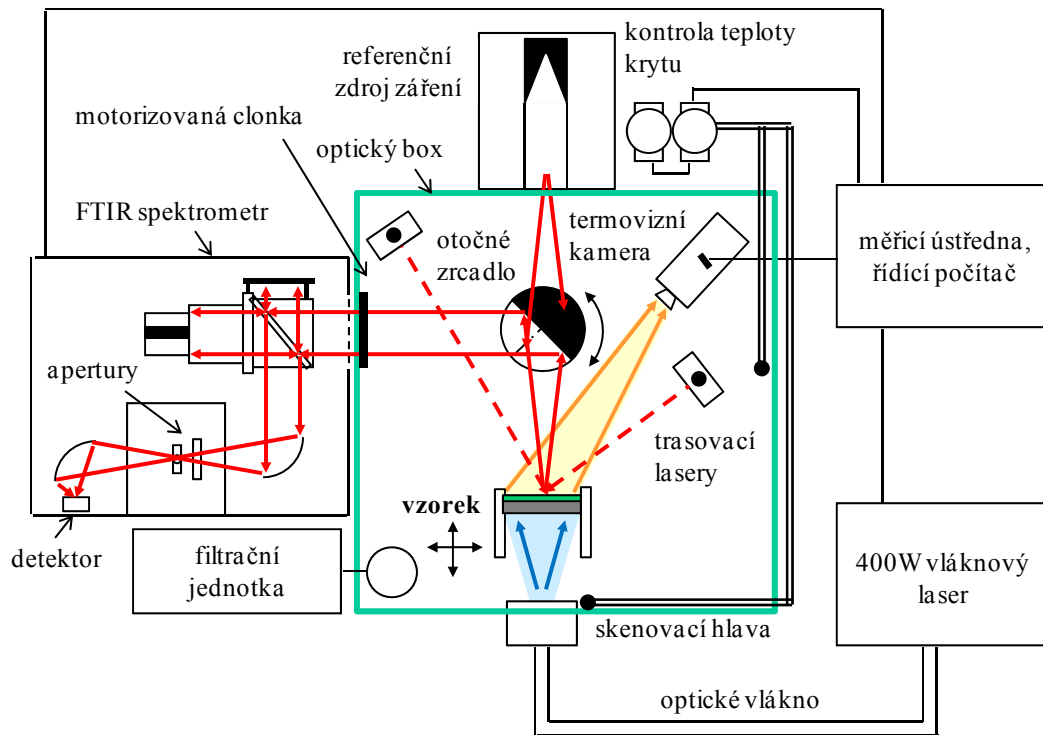
5.1 Měřicí aparatura

Aparatura pro měření normálové spektrální emisivity povlaků se skládá ze dvou zdrojů záření (referenční zdroj záření a vzorek), systému uchycení vzorku a ohřevu vzorku, systému pro stanovení povrchové teploty vzorku a detekčního systému. Nedílnou součástí jsou optické a optomechanické komponenty (mikroposuvy, zrcadla, apertury, clonky apod.), které definují oblast detekovanou spektrometrem a zajišťují shodnou optickou dráhu radiance obou zdrojů záření. Schéma výsledného uspořádání měřicí aparatury je ukázáno na obr. 69a, fotografie uspořádání bez optického boxu na obr. 69b.

Referenční zdroj záření (laboratorní černé těleso) a vzorek jsou umístěny vně spektrometru proti sobě. V polovině vzdálenosti mezi nimi je vloženo otočné zrcadlo, které zajišťuje sběr radiance střídavě z obou zdrojů záření při zachování shodné optické dráhy. Sebrané záření dopadá přes externí port a vzorkový prostor spektrometru na detektor. Detektorem spektrometru je detekován signál odpovídající radianci vybraného zdroje záření. Ohřev vzorku uchyceného v keramické vláknité izolaci je realizován vláknovým laserem se skenovací hlavou – regulací výkonu laseru je dosaženo požadované teploty vzorku, vhodnou volbou časoprostrového průběhu laserového paprsku po zadní straně vzorku pak homogenního teplotního pole přední strany vzorku. Povrchová teplota vzorku je měřena bezkontaktně využitím termovizní kamery a referenčního povlaku se známou efektivní emisivitou naneseného na polovinu každého vzorku.

Detekční systém tvoří FTIR spektrometr, který umožňuje detekovat spektrální signál odpovídající radianci zdroje záření v rozsahu vlnových délek až 1.37 – 28.5 μm v závislosti na teplotě zdroje záření. Justáž detekčního systému je prováděna vždy před detekcí spektrálního signálu zdroje záření při změně jeho teploty. Parametry spektrometru zvolené pro emisní experimenty jsou uvedeny v tab. 2.

Referenční zdroj záření je laboratorní černé těleso s rozsahem teplot 100°C až 982°C a efektivní emisivitou $\varepsilon^b = 0.99$. Jeho podrobná technická specifikace je uvedena v tab. 3. Černé těleso je kalibrované, při nastavení teploty černého tělesa na požadovanou hodnotu je započtena příslušná teplotní odchylka ve středu kavity.



(a)



(b)

Obr. 69: Výsledné uspořádání aparatury pro měření normálové spektrální emisivity – (a) schematické uspořádání; (b) fotografie uspořádání bez optického boxu.

Vzorek standardně tvoří kovový substrát ve tvaru disku o průměru 25 mm a tloušťce 5 mm opatřený na čelní straně analyzovaným povlakem. Vzorek je upnutý do keramické vláknité izolace a uchycený k optické lavici pomocí dvourozměrného lineárního mikroposuvu a optické tyčky.

Ohřev vzorku je zajištěn 400W vláknovým laserem se skenovací hlavou (technická specifikace obou zařízení je uvedena v tab. 6). Skenovací hlava je umístěna ve vzdálenosti 40 cm od zadní strany vzorku, vzorek je ohříván časoprostorovým pohybem paprsku laseru (průměr laserového spotu 5 mm) po zadní straně vzorku. Požadované povrchové teploty vzorku v rozsahu 400°C až 1000°C je dosaženo nastavením výkonu laseru. Parametry laserového ohřevu se odvíjí od velikosti vzorku – pro standardní vzorek jsou parametry ohřevu vzorku následující:

- čtyři soustředné kružnice o průměru 21 mm, 17.4 mm, 13.8 mm a 10.2 mm;
- skenovací rychlost jednotlivých kružnic 1600 mm.s⁻¹ (2x za sebou), 1800 mm.s⁻¹, 2500 mm.s⁻¹, 6000 mm.s⁻¹;
- střed soustředných kružnic odpovídá středu zadní strany vzorku;
- výkon laseru shodný pro všechny geometrické objekty;
- dosažení požadované teploty vzorku pouze nastavením procentuálního výkonu laseru (10 % až 80 %).

Měření povrchové teploty vzorků analyzovaných povlaků je prováděno bezkontaktně využitím kalibrované termovizní kamery (technická specifikace tab. 5) a referenčního povlaku se známou efektivní emisivitou v pásmu termovizní kamery. Termovizní kamera je uchycena k optické lavici pod úhlem 20° od normály povrchu vzorku ve vzdálenosti 50 cm od vzorku, střed vzorku odpovídá středu zorného pole kamery. Přesné měření povrchové teploty vzorku je dosaženo započtením teplotních odchylek kamery pro její danou pozici a pravidelnou vnitřní recalibrací kamery.

Tab. 11: *Teplotní závislost efektivní emisivity referenčních povlaků ZYP Coating Cr₂O₃ a DupliColor 800°C v pásmu termovizní kamery 7.5 μm až 13 μm pro typický režim ohřevu vzorků.*

Povlak \ teplota	400°C	500°C	600°C	700°C	800°C	900°C	1000°C
ZYP Coating Cr ₂ O ₃	0.889	0.885	0.885	0.890	0.893	0.908	0.928
DupliColor 800°C	0.918	0.905	0.890	0.884	0.881	0.877	0.879

Referenční povlak je nanesený na polovinu měřeného vzorku. Používán je buď ZYP Coating Cr₂O₃ nebo DupliColor 800°C, oba ve formě aerosolu. Zadávaná efektivní emisivita těchto dvou povlaků se odvíjí od časového a teplotního režimu vzorku. Pro

typický režim ohřevu (od teploty 400°C do 1000°C s teplotním krokem 100°C) je emisivita obou povlaků uvedena v tab. 11.

Pro povlaky, které spadají do skupiny polárních dielektrických materiálů, je povrchová teplota vzorků stanovena kombinací kontaktních či bezkontaktních metod měření povrchové teploty vzorku a Christiansenovy vlnové délky.

Optická dráha radiance obou zdrojů záření je vytyčena optomechanickými komponentami umístěnými v měřicí aparatuře tak, že jsou zajištěny shodné geometrické a spektrální podmínky měření. To je dosaženo přesným umístěním dvou apertur do vzorkového prostoru spektrometru a vzájemnou pozicí otočného parabolického zrcadla, zdrojů záření a spektrometru.

Apertury ve vzorkovém prostoru spektrometru jsou uchyceny na společném lineárním třírozměrném mikroposuvu a optické lavici, vzdáleny jsou od sebe vždy 32 mm. Apertura blíže detektoru spektrometru je otevřena na průměr 3 mm, apertura dále od detektoru na 7 mm. Mikroposuv je nastaven do pozic $x = 5.25$, $y = 5.47$, $z = 9.54$ mm. V průběhu měření je zajištěno shodné nastavení obou apertur pro oba zdroje záření.

Otočné parabolické zrcadlo o průměru 49.5 mm a s fokusační vzdáleností 30 cm je umístěno na rotačním a lineárním třírozměrném mikroposuvu vně spektrometru mezi oba zdroje záření. Lineární mikroposuv je nastaven do pozice $x = 17.9$, $y = 10.21$, $z = 18.23$ mm. Tato pozice odpovídá skutečné vzdálenosti zrcadla od spektrometru 37.99 cm, střed zrcadla je shodný se středem externího portu spektrometru. Radiance z laboratorního černého tělesa je sbírána pod nastaveným úhlem rotačního mikroposuvu 181.5°, radiance vzorku je z důvodu zajištění shodné polarizace radiance obou zdrojů záření sbírána pod úhlem -1.5°.

Apertury (poloha a průměr) a otočné zrcadlo (poloha a natočení) definují oblast detekovanou spektrometrem na vzorku a v kavitě laboratorního černého tělesa. Průměrům apertur 3 mm a 7 mm odpovídá průměr oblasti detekované spektrometrem 7 mm. Poloha detekované oblasti v kavitě laboratorního černého tělesa je dána pozicí černého tělesa vůči zrcadlu a spektrometru - střed kavity odpovídá v y-ose středu externího portu spektrometru, v x-ose vzdálenosti zrcadla od spektrometru. Sběr záření v z-ose je zajištěn z hloubky kavity 11.4 cm. Místo sběru radiance z povrchu vzorku je vyznačeno dvěma přídatnými trasovacími lasery, jejich paprsky jsou zaměřeny na povrch vzorku. Poloha detekované oblasti je vybrána obsluhou měřicí aparatury pohybem vzorku pomocí optomechanických komponent tak, že paprsky trasovacích laserů směřují do požadované oblasti vzorku a jsou na povrchu vzorku v plném překryvu (odpovídá fokusační vzdálenosti zrcadla).

Před externí port spektrometru je do optické dráhy radiance obou zdrojů záření umístěna motorizovaná clonka o průměru 70 mm. Tato clonka je zavřena v době, kdy probíhá náběh a ustálení zdroje záření na požadovanou teplotu a nedochází k detekci spektrálního signálu. Clonka se otevírá před justáží spektrometru po ustálení zdroje záření na požadované teplotě.

Optická dráha je zakrytována optickým boxem, který je z vnitřní strany opatřen povlakem DupliColor 800°C. Teplota boxu je v průběhu měření kontrolována ve dvou místech (v blízkosti skenovací hlavy laseru pro ohřev vzorku a v místě mezi vzorkem a termovizní kamerou) neplášťovanými kalibrovanými termočlánky typu K připevněnými na vnitřní stěnu boxu pomocí přitlačného plechu.

K optickému boxu je připojena filtrační jednotka, která zajišťuje odsávání nečistot vznikajících v průběhu experimentu při ohřevu vzorku do vysokých teplot. Výkon filtrační jednotky je zvolen tak, aby odsávání nečistot z optického boxu neovlivňovalo rozložení teploty na povrchu vzorku, závisí na teplotě vzorku.

5.2 Metoda měření a vyhodnocení emisivity

Normálová spektrální emisivita analyzovaných povlaků je vyhodnocena ze spektrálních signálů radiancí obou zdrojů záření měřených aparaturou popsanou v podkapitole 5.1. Způsob měření a započtení signálů do výpočtu emisivity se odvíjí od povrchové teploty vzorku.

Pro povrchovou teplotu vzorku v rozsahu od 400°C do 900°C je normálová spektrální emisivita povlaků vyhodnocena modifikovanou dvou-teplotní metodou využívající kalibrace měřicí aparatury. Detekce spektrálních signálů laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotách $T_j^b = 350^\circ\text{C}$ až 950°C s teplotním krokem 100°C (kalibrace měřicí aparatury) je provedena před vlastním záznamem signálu z povrchu vzorku ustáleného na teplotě T_j spadající do dílčího intervalu teplot černého tělesa. V průběhu kalibrace měřicí aparatury není vzorek ohříván, jeho povrchová teplota odpovídá teplotě okolí. Kalibrace měřicí aparatury je prováděna pravidelně – nejméně před každou sérií měření signálů z povrchu maximálně 10 ks vzorků v rozsahu teplot 400°C až 1000°C s teplotním krokem 100°C , případně pokud dojde v průběhu měření ke změně spektrálních či geometrických podmínek nebo po dlouhé časové prodlevě mezi jednotlivými sériemi měření.

Vlastní měření vzorků spočívá v 5x opakované detekci signálů radiance z povrchu vzorku ustáleného na požadované teplotě v daném časovém a teplotním režimu.

Normálová spektrální emisivita je poté vypočtena podle

$$\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T) = Re \left[\frac{\left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_{i\lambda}(\lambda, T_j) \right) - V_{\lambda}^{bl}(\lambda, T_{1j})}{V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_{2j}) - V_{\lambda}^{bl}(\lambda, T_{1j})} \right], \quad (47)$$

$$\cdot \frac{\left[\varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_{2j}) - \varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_{1j}) \right]}{L_{\lambda}^B(\lambda, T_j) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0)} + \frac{\varepsilon^b \cdot L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_{1j}) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0)}{L_{\lambda}^B(\lambda, T_j) - L_{\lambda}^B(\lambda, T_0)}$$

kde $V_{\lambda}(\lambda, T_j)$ je signál radiance z povrchu vzorku na teplotě T_j , $V_{\lambda}^{bl}(\lambda, T_{1j})$ a $V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_{2j})$ je signál radiance laboratorního černého tělesa na teplotě T_{1j} resp. T_{2j} , $L_{\lambda}^{B1}(\lambda, T_{1j})$, $L_{\lambda}^{B2}(\lambda, T_{2j})$, $L_{\lambda}^B(\lambda, T_j)$ a $L_{\lambda}^B(\lambda, T_0)$ jsou radianční ideálního černého tělesa dané Planckovým zákonem na teplotě T_{1j} resp. T_{2j} laboratorního černého tělesa, povrchové teplotě vzorku T_j a teplotě okolí T_0 , ε^b je efektivní emisivita laboratorního černého tělesa.

Radianční ideálního černého tělesa na teplotě vzorku a teplotě okolí je vyhodnocena pro teplotu vzorku a teplotu okolí, které jsou spočteny jako průměr z průběhu teplot zaznamenaných během spektrometrického měření radiance povrchu vzorku.

Detekce spektrálních signálů z laboratorního černého tělesa a z povrchu vzorku je prováděna vždy za stejných spektrálních a geometrických podmínek.

Pro povrchovou teplotu vzorku vyšší než 900°C není možné z důvodu teplotního rozsahu laboratorního černého tělesa použít k výpočtu emisivity modifikovanou dvou-teplotní metodu. Emisivita je vyhodnocena přímou metodou, která je založena na postupné detekci spektrálního signálu z laboratorního černého tělesa a z povrchu vzorku ustálených na shodné teplotě v krátkém časovém intervalu. Posloupnost měření signálů je následující:

- 1x detekce spektrálního signálu laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotě blízké povrchové teplotě vzorku $V_{\lambda}^{bl}(\lambda, T_1)$;
- 5x opakovaná detekce spektrálního signálu z povrchu vzorku ustáleného na požadované teplotě $V_{\lambda i}(\lambda, T)$;
- 1x opětovná detekce spektrálního signálu laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotě blízké povrchové teplotě vzorku $V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2)$.

Normálová spektrální emisivita je spočtena z měřených signálů podle vztahu

$$\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T) = \frac{1}{2n} \left(\sum_{i=1}^n \frac{\varepsilon^b \cdot V_{\lambda i}(\lambda, T)}{V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1)} + \sum_{i=1}^n \frac{\varepsilon^b \cdot V_{\lambda i}(\lambda, T)}{V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2)} \right), \quad (48)$$

kde $V_{\lambda}(\lambda, T)$ je signál radiance z povrchu vzorku na teplotě T , $V_{\lambda}^{b1}(\lambda, T_1)$ a $V_{\lambda}^{b2}(\lambda, T_2)$ jsou signály z laboratorního černého tělesa ustáleného na teplotách T_1 a T_2 detekované před záznamem a po záznamu signálu z povrchu vzorku, ε^b je efektivní emisivita laboratorního černého tělesa a n je počet opakování měření spektrálních signálů vzorku.

Za povrchovou teplotu vzorku je považována teplota spočtená jako průměr z průběhu teplot zaznamenaných během spektrometrického měření radiance povrchu vzorku. Teploty laboratorního černého tělesa jsou nastaveny na hodnoty nejbližší povrchové teplotě vzorku.

Vyhodnocená emisivita povlaku je zatížena *nejistotou* $\mu(\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T))$, která je spočtena pro každé měřené spektrum jako kombinovaná standardní nejistota všech veličin x_i zahrnutých do vztahu (47) pro výpočet emisivity modifikovanou dvou-teplotní metodou, případně do vztahu (48) pro výpočet emisivity přímou metodou

$$\mu(\varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)) = \left[\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial \varepsilon_{\lambda,n}(\lambda, T)}{\partial x_i} \cdot \mu(x_i) \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (49)$$

kde $\mu(x_i)$ jsou dílčí absolutní kombinované standardní nejistoty veličin ovlivňujících celkovou nejistotu normálové spektrální emisivity.

V případě vyhodnocení emisivity modifikovanou dvou-teplotní metodou je do výpočtu nejistoty zahrnuta ještě celková hemisférická emisivita okolí.

Dílčí absolutní kombinovaná standardní nejistota $\mu(x_i)$ je spočtena jako součin veličiny x_i a relativní kombinované standardní nejistoty $\xi(x_i)$

$$\mu(x_i) = x_i \cdot \xi(x_i), \quad (50)$$

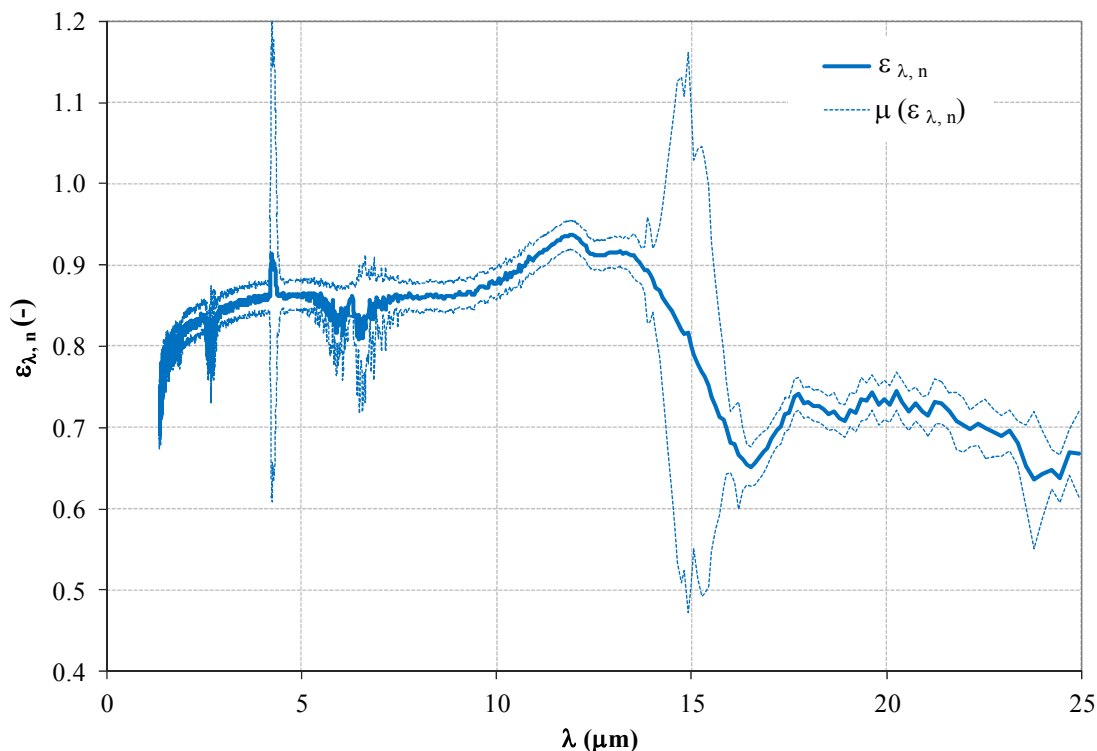
kde

$$\xi(x_i) = \left[\sum_{j=1}^m (\xi(y_j))^2 \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (51)$$

a kde $\xi(y_j)$ jsou relativní podnejistoty veličiny y_j , které ovlivňují dílčí nejistotu.

Nejistota spočtená podle vztahu (49) je absolutní celková nejistota, závisí na vlnové délce a povrchové teplotě vzorku.

Výstupem metody je křivka normálové spektrální emisivity povlaku pro každou teplotu vzorku závislá na vlnové délce spolu s vypočtenou nejistotou. Příklad výstupu je uveden na obr. 70.



Obr. 70: Příklad výstupu vyvinuté metody měření normálové spektrální emisivity povlaků – spektrální křivka emisivity a její nejistota.

Jinou možností výstupu je výčet hodnot normálové spektrální emisivity povlaku s vypočtenou nejistotou, oboje pro konkrétní vlnové délky (tab. 12), výstup může být uveden také v závislosti na povrchové teplotě vzorku.

Tab. 12: Příklad výstupu vyvinuté metody měření normálové spektrální emisivity povlaků – výčet hodnot emisivity a její nejistoty pro vybrané vlnové délky pro jednu povrchovou teplotu vzorku.

vlnová délka (μm)	1.5	3	4.25	5	6.5
$\epsilon_{\lambda,n} \pm \mu(\epsilon_{\lambda,n})$ (-)	0.780 ± 0.018	0.847 ± 0.018	0.909 ± 0.296	0.863 ± 0.018	0.811 ± 0.081
vlnová délka (μm)	8	10	11.5	13.5	15
$\epsilon_{\lambda,n} \pm \mu(\epsilon_{\lambda,n})$ (-)	0.859 ± 0.018	0.876 ± 0.019	0.928 ± 0.018	0.911 ± 0.027	0.801 ± 0.298
vlnová délka (μm)	16.5	18	20	22	25
$\epsilon_{\lambda,n} \pm \mu(\epsilon_{\lambda,n})$ (-)	0.652 ± 0.024	0.732 ± 0.018	0.734 ± 0.024	0.703 ± 0.033	0.638 ± 0.030

Normálová spektrální emisivita je vyhodnocena pro povrchové teploty vzorku 400°C až 1000°C. Rozsah vlnových délek je závislý na povrchové teplotě vzorku – pro teplotu 400°C je emisivita měřena v rozsahu 2.5 – 28.5 μm, pro teplotu 1000°C v rozsahu

1.37 – 28.5 μm . Nepřesnosti v pásmech vlnových délek 2.5 μm až 2.95 μm , 4.17 μm až 4.5 μm , 4.8 μm až 8 μm a 13.2 μm až 17.2 μm jsou spojeny s měřením emisivity za atmosférických podmínek.

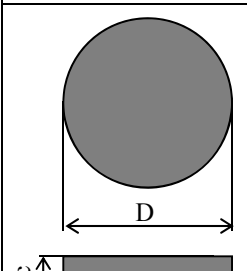
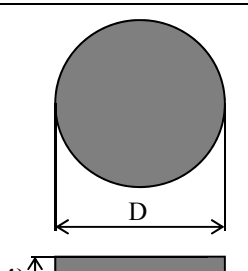
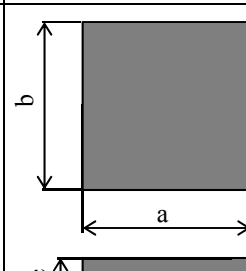
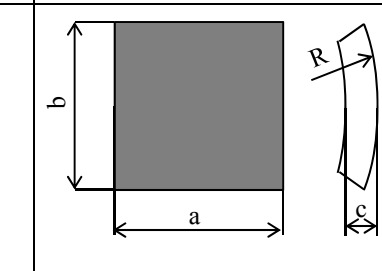
5.3 Možnosti použití metody

Měřicí aparatura popsaná v podkapitole 5.1 s uvedeným laserovým ohřevem a způsobem měření povrchové teploty vzorků je určena pro analýzu vysoceemisivních povlaků aplikovaných na čelní stranu kovového substrátu ve tvaru disku o průměru 25 mm a tloušťce 5 mm (standardní vzorek). Kromě standardních vzorků je možné analyzovat i vzorky jiných rozměrů, tvarů a materiálů.

Tvar vzorků je omezen uchycením vzorku (keramická vláknitá izolace a optomechanické komponenty) a zvoleným laserovým ohřevem. Měřené vzorky musí být takového tvaru, aby je bylo možné upnout do keramické izolace a zajistit homogenní ohřev čelní strany vzorku průběhem laserového paprsku po zadní straně vzorku.

Rozměry vzorků vycházejí z laserového ohřevu a z bezkontaktního způsobu měření povrchové teploty termovizní kamerou s využitím refrenčního povlaku naneseného na polovinu každého vzorku. Vzorek musí být tedy tak velký, aby na něj bylo možné z 1/2 aplikovat referenční povlak a zároveň na tuto plochu vložit analýzu pro stanovení povrchové teploty. Druhá polovina vzorku (analyzovaný povlak) musí být větší než oblast analyzovaná detekčním systémem. Z druhé strany je rozměr vzorku omezen dosažením homogenní povrchové teploty minimálně 1000°C (čím větší vzorek, tím nižší maximální teplota).

Tab. 13: Přehled možných tvarů a rozměrů vzorku pro měření normálové spektrální emisivity.

standardní vzorek	vzorek ve tvaru kruhového disku	obdélníkový vzorek	obdélníkový vzorek s malým zakřivením
 <p>D - 25 mm c - 5 mm</p>	 <p>D - 18 až 30 mm c - 0,5 až 5 mm</p>	 <p>a - 18 až 30 mm b - 18 až 30 mm c - 0,5 až 5 mm</p>	 <p>a - 18 až 30 mm b - 18 až 30 mm c - 0,5 až 5 mm R/c - 10 až 15</p>

Na základě omezení metody je možné analyzovat:

- vzorky ve tvaru kruhové disku o průměru 18 až 30 mm;
- obdélníkové vzorky o tloušťce 0.5 až 5 mm, jejichž hrany budou mít rozměry 18 až 30 mm;
- obdélníkové vzorky malého zakřivení o tloušťce 0.5 až 5 mm a hranách 18 až 30 mm.

Přehled možných tvarů a rozměrů vzorků je uveden na tab. 13.

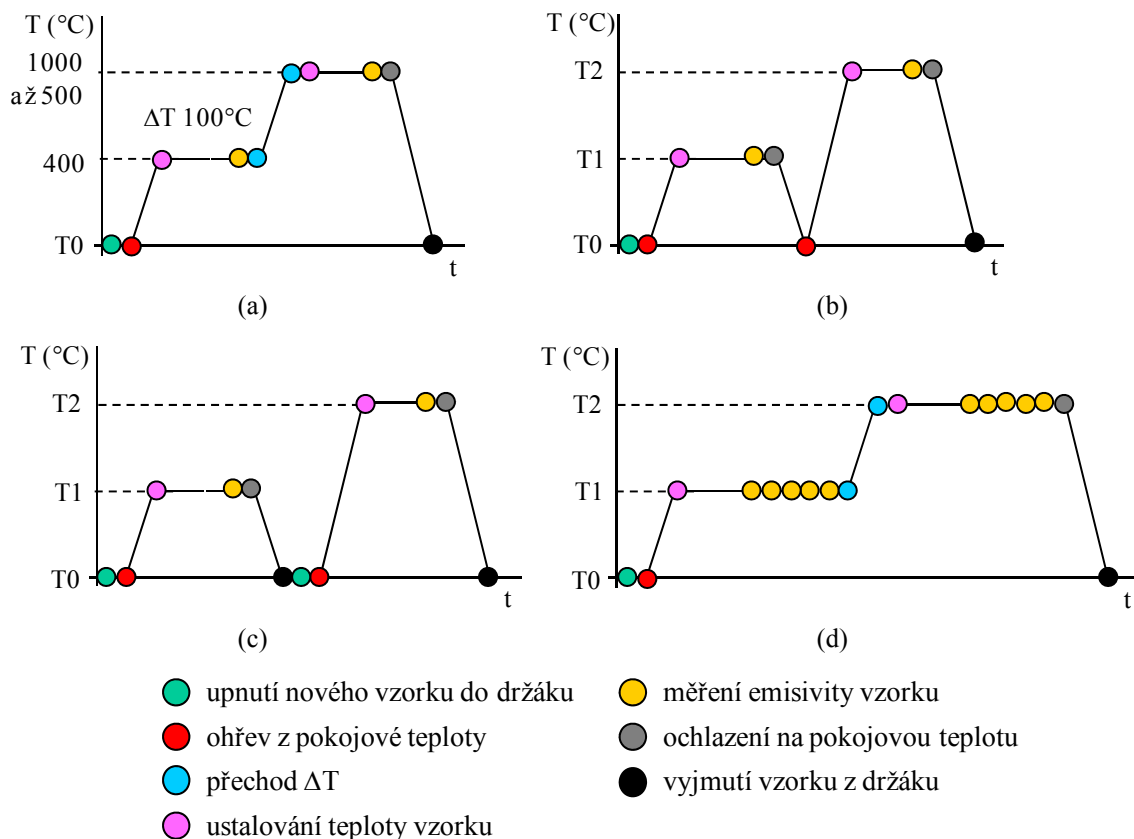
Analyzovanými materiály mohou být kromě vysoceemisivních povlaků i povlaky s jinou než vysokou emisivitou nanesené na substrát, objemové keramiky, kovy. Analyzované vzorky nesmí propouštět laserové záření na vlnové délce použitého laseru.

Při měření jiných než standardních vzorků (tvar, rozměr, materiál) je nutné ověřit, případně optimalizovat, parametry laserového ohřevu tak, aby bylo dosaženo homogenního teplotního pole čelní strany vzorku a požadované povrchové teploty. V případě analýzy kovových materiálů je možné povrchovou teplotu vzorku měřit i kontaktními způsoby – přivařením termočlánku na čelní povrch vzorku nebo umístěním termočlánku do drážky vytvořené v objemu vzorku (nutná znalost tepelné vodivosti materiálu).

Uvedená metoda měření a vyhodnocení (podkapitola 5.2) umožňuje z detekovaných spektrálních signálů laboratorního černého tělesa a povrchu vzorku stanovit normálovou spektrální emisivitu a její nejistotu v závislosti na povrchové teplotě analyzovaného povlaku. Spektrální signály z povrchu vzorku mohou být *detekovány pro rozdílné časové a teplotní režimy vzorku*:

- postupný ohřev jednoho vzorku v rozsahu teplot 400°C až 1000°C s teplotním krokem 100°C – (obr. 71a);
- ohřev jednoho vzorku s teplotním cyklováním – např. vychlazení vzorku na pokojovou teplotu před jeho ohřevem na další teplotní úroveň (obr. 71b);
- ohřev nového vzorku na každou teplotní úroveň – (obr. 71c);
- rozdílné délky ustálení vzorku na požadované teplotě, průběžná detekce spektrálních signálů vzorku v průběhu ustálení (obr. 71d);
- individuální časový a teplotní režim vzorku.

Vyhodnocené normálové spektrální emisivity vypovídají o časovém a teplotním chování vzorku, např. vytváření oxidické vrstvy na povrchu kovových materiálů, změnách chemického složení analyzovaných povlaků (obr. 72a), teplotě vypálení či teplotě degradace analyzovaných povlaků (obr. 72b).

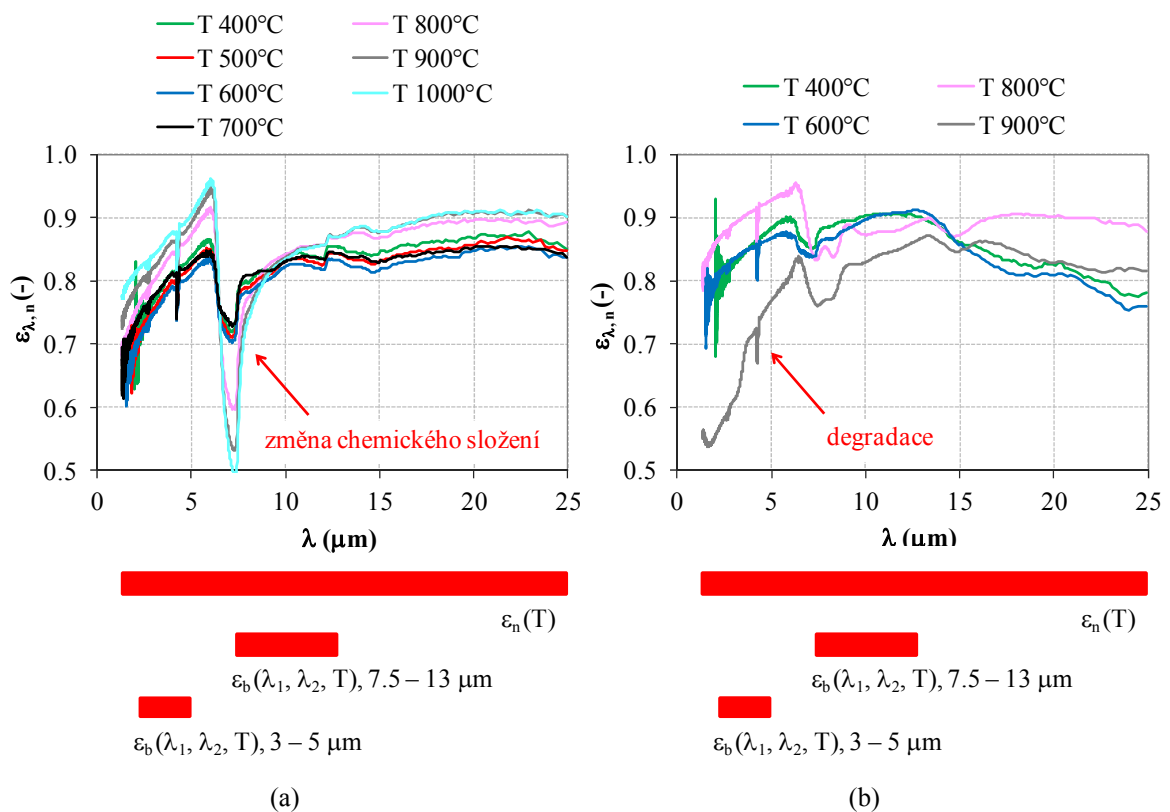


Obr. 71: Možnosti zatěžování vzorku – (a) postupný ohřev jednoho vzorku v rozsahu teplot 400°C až 1000°C s teplotním krokem 100°C; (b) ohřev jednoho vzorku s tepelným cyklováním; (c) ohřev nového vzorku na každou teplotní úroveň; (d) rozdílné délky ustálení vzorku na požadované teplotě a průběžná detekce spektrálních signálů v průběhu ustálení.

Ze spektrální křivky každého vzorku je možné vypočítat *celkovou normálovou emisivitu*

$$\varepsilon_n(T) = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{\lambda}^B(\lambda, T) \cdot \varepsilon_{\lambda, n}(\lambda, T) d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{\lambda}^B(\lambda, T) d\lambda}, \quad (52)$$

kde vlnové délky λ_1 a λ_2 jsou krajní meze měřeného spektrálního rozsahu ($\lambda_1 = 2.5 \mu\text{m}$ až $1.37 \mu\text{m}$, $\lambda_2 = 28.5 \mu\text{m}$) v závislosti na povrchové teplotě vzorku. Do výpočtu nejsou zahrnuty pásma vlnových délek, která jsou ovlivněna pohltivostí atmosféry (přítomnost CO_2 a vodní páry).



Obr. 72: Ukázka časového a teplotního chování normálové spektrální emisivity povlaků – (a) změna chemického složení povlaku S02; (b) degradace povlaku S03. Ukázán je také rozsah vlnových délek pro výpočet celkové normálové emisivity a dva rozsahy pro výpočet pásmové emisivity.

Obdobným způsobem může být vypočtena také *pásmová normálová emisivita*. Do výpočtu je zahrnuto pouze úzké pásmo vlnových délek z měřeného spektrálního rozsahu.

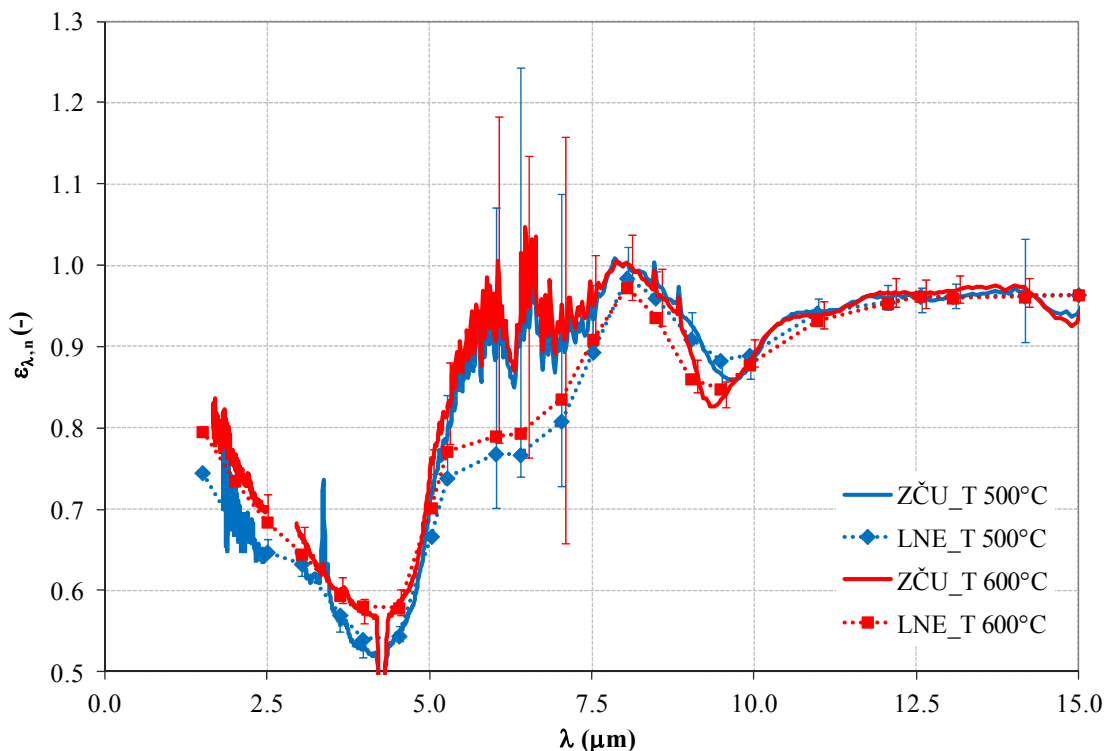
Rozsah vlnových délek zahrnutý do výpočtu celkové normálové emisivity a ukázka dvou rozsahů vlnových délek pro výpočet pásmové emisivity jsou uvedeny na obr. 72, vypočtené hodnoty pro oba povlaky v tab. 14.

Tab. 14: Příklad výstupu metody měření normálové spektrální emisivity povlaků – vypočtená celková normálová emisivita a pásmová emisivita v rozsahu vlnových délek 7.5 až 13 μm a 3 až 5 μm pro povlaky označené jako S02 a S03 (spektrální emisivita uvedena na obr. 72).

S02							
T vzorku (°C)	400	500	600	700	800	900	1000
$\epsilon_n(T)$	0.812	0.794	0.776	0.792	0.807	0.820	0.835
$\epsilon_b(7.5 \text{ až } 13 \mu\text{m}, T)$	0.824	0.814	0.805	0.821	0.814	0.801	0.792
$\epsilon_b(3 \text{ až } 5 \mu\text{m}, T)$	0.808	0.792	0.781	0.801	0.834	0.852	0.867
S03							
T vzorku (°C)	400	500	600	700	800	900	1000
$\epsilon_n(T)$	0.870	0.862	0.851	0.888	0.891	x	x
$\epsilon_b(7.5 \text{ až } 13 \mu\text{m}, T)$	0.896	0.892	0.885	0.857	0.867	x	x
$\epsilon_b(3 \text{ až } 5 \mu\text{m}, T)$	0.855	0.852	0.849	0.905	0.905	x	x

5.4 Ověření výsledků metody

Výsledky použití vyvinuté měřicí aparatury a vyhodnocení normálové spektrální emisivity povlaků byly ověřeny porovnáním s výsledky měření v Laboratoire National d'Essais (LNE) ve Francii. Porovnání bylo provedeno na vzorcích povlaku DupliColor 800°C pro povrchové teploty 500°C a 600°C. Podrobný popis metody a vzorků je uveden v části 4.9.1.



Obr. 73: Porovnání normálové spektrální emisivity povlaku DupliColor 800°C pro povrchovou teplotu vzorku 500°C a 600°C měřenou na ZČU (nově vyvinutá měřicí aparatura) a v LNE.

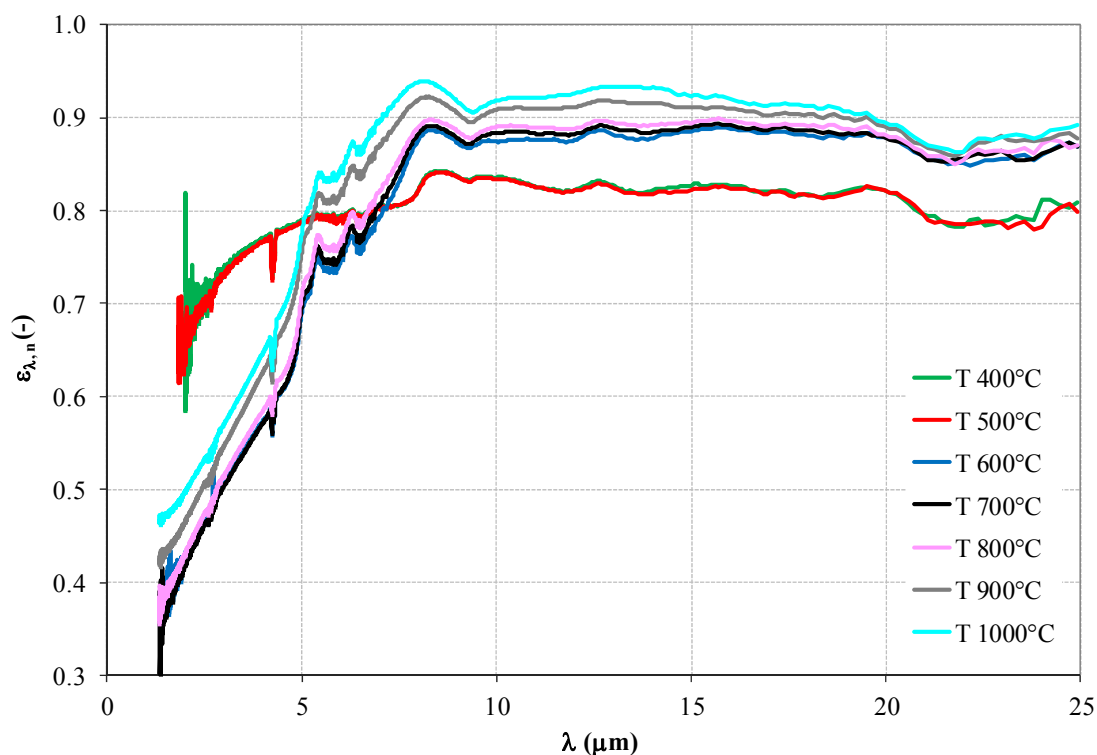
Obr. 73 zobrazuje porovnání normálové spektrální emisivity povlaku DupliColor 800°C pro povrchovou teplotu vzorku 500°C a 600°C. Srovnáním obou křivek je patrné, že emisivita povlaku vyhodnocená nově vyvinutou metodou koresponduje s emisivitou měřenou v LNE. Rozdíly mezi křivkami spadají do uvedené nejistoty, mohou být způsobeny použitím rozdílných metod stanovení povrchové teploty vzorku – na našem pracovišti (ZČU) je měřena skutečná povrchová teplota povlaku, zatímco v LNE je povrchová teplota vyhodnocena lineární extrapolací z teplot měřených termočlánky v objemu vzorku bez uvažování vlivu teplotního spádu na analyzovaném povlaku. Rozdíly v pásmech vlnových délek 2.5 μm až 2.95 μm, 4.17 μm až

4.5 μm , 4.8 μm až 8 μm a 13.2 μm až 15 μm jsou způsobeny přítomností CO_2 a vodní páry v atmosféře. Měření v LNE je prováděno ve vakuu.

Z výsledků ověření metody (spektrální průběh emisivity a uvedená nejistota) vyplývá, že nově vyvinutá aparatura a použitý postup měření a vyhodnocení emisivity jsou vhodnými prostředky pro stanovení normálové spektrální emisivity povlaků a poskytují výsledky porovnatelné s předními evropskými pracovišti.

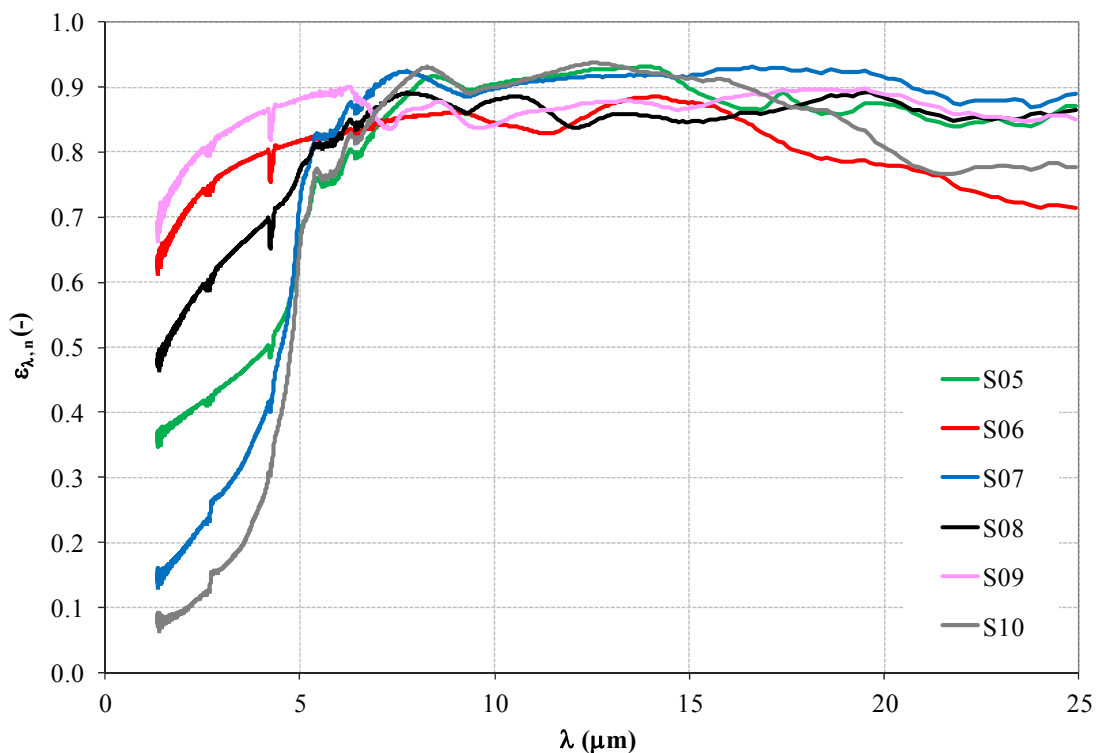
5.5 Využití metody ve výzkumu vysokoteplotních povlaků

Metoda byla vyvíjena a používána v rámci projektu FR-TI1/273 "Výzkum a vývoj vysoceemisivních kompozitních povlaků pro vysokoteplotní aplikace" (nositel BG SYS HT, s.r.o., ČR). Hlavním cílem projektu bylo vyvinout povlaky s co nejvyšší emisivitou, které mají sloužit pro dosažení co nejvyšší účinnosti energetických zařízení ve vysokoteplotních aplikacích. Jedná se o kompozitní povlaky, které jsou složeny ze třech základních systémů – pojiva, plniva a aktivní složky. Přidáním různých aktivních složek do kompozitu, je možné ovlivnit výslednou emisivitu povlaku. V rámci projektu metoda sloužila k měření normálové spektrální emisivity v závislosti na teplotě pro analýzu povlaků s rozdílnou aktivní složkou. Příklady využití metody jsou ukázány na obr. 74 a 75. Analyzované povlaky a postup měření jsou popsány v části 4.9.2.



Obr. 74: Teplotní závislost normálové spektrální emisivity povlaku S04.

Obr. 74 zobrazuje změny chování emisivity povlaku S04 v závislosti na povrchové teplotě vzorku 400°C až 1000°C a vlnové délce. Pro teploty vzorku 400°C a 500°C povlak vykazuje na vlnových délkách nad 7 μm téměř konstantní závislost emisivity (kolem hodnoty 0.83), pro vlnové délky pod 7 μm emisivita mírně klesá na hodnotu 0.65. Závislost na teplotě není prokázána. Při ohřevu vzorku na teplotu 600°C dochází ke změně normálové spektrální emisivity povlaku – pro vlnové délky nad 7 μm se emisivita zvyšuje na hodnotu 0.88, pro krátké vlnové délky naopak prudce klesá až k hodnotě 0.35. Na této teplotě dochází pravděpodobně k trvalému vystárnutí povlaku. Se zvyšující se teplotou vzorku do 800°C je spektrální závislost emisivity povlaku konstantní, nad touto teplotou mírně roste.



Obr. 75: Normálová spektrální emisivita povlaků S05 až S10 s rozdílnou aktivní složkou v základním kompozitu pro povrchovou teplotu 800°C.

Dalším příkladem využití metody je vzájemné porovnání povlaků s rozdílnou aktivní složkou přidanou do základního kompozitu pro shodnou povrchovou teplotu vzorků 800°C (obr. 75). Povlaky jsou označeny jako S05 až S10. Normálová spektrální emisivita povlaků se liší zejména pro krátké vlnové délky pod 7 μm , pohybuje se od hodnoty 0.1 do 0.7. Rozdíly v emisivitě projevují povlaky také pro dlouhé vlnové délky nad 18 μm , tyto rozdíly však nejsou tak výrazné jako pro krátké vlnové délky. Emisivita povlaků se pohybuje v rozmezí 0.7 až 0.9. Ve středním pásmu vlnových délek

7 μm až 18 μm jsou rozdíly v emisivitách povlaků nepatrné, emisivita všech povlaků se pohybuje v rozmezí 0.85 až 0.95.

Aktivní složka přidaná do základního kompozitu výrazně ovlivňuje normálovou spektrální emisivitu povlaků zejména na krátkých a dlouhých vlnových délkách v infračervené části spektra. Z povlaků S05 až S10 se z hlediska emisivity jako nejvhodnější povlak pro využití ve vysokoteplotních aplikacích jeví vzorek S09, který vykazuje téměř konstantní emisivitu pro vlnové délky nad 7 μm (kolem hodnoty 0.88) a nejvyšší emisivitu pro vlnové délky pod 7 μm (0.7 až 0.9).

Z výsledků vyplývá, že nově vyvinutá metoda pro měření normálové spektrální emisivity umožňuje analyzovat vliv teploty a aktivní složky v kompozitu na spektrální rozložení emisivity těchto povlaků.

Metodu je možné využít nejen k analýze povlaků pro průmyslové pece, ale i pro jiné typy vysokoteplotních povlaků, jako např. povlakové tepelné bariéry ve spalovacích komorách a hořácích, kde je naopak vyžadována nízká emisivita.

6 Závěr

Disertační práce se zabývá vývojem nové metody pro měření spektrální závislosti emisivity povlaků ve směru normály k povrchu v oblasti vysokých teplot. Zvolena byla celková koncepce uspořádání metody, v níž jsou referenční zdroj záření a ohříváný vzorek umístěny proti sobě a optická dráha do FTIR spektrometru je měněna rotačním zrcadlem. Následně byly definovány požadavky na dílčí vývojové úkoly související s realizací jednotlivých částí experimentálního uspořádání metody a postupů vyhodnocení emisivity.

Cílem práce byl proto návrh a ověření vhodné metody ohřevu vzorků s povlaky, návrh a ověření vhodné metody měření povrchové teploty na vzorcích s povlaky, optimalizace experimentálního uspořádání metody, teoretická a experimentální analýza nejistoty metody a praktické ověření použitelnosti metody ve výzkumu vlastností povlaků pro energetiku.

Celkovým výsledkem je aparatura a postup měření pro stanovení normálové spektrální emisivity vzorků povlaků v teplotním rozsahu 300°C až 1000°C a rozsahu vlnových délek až 1.37 μm až 28 μm (závisí na povrchové teplotě analyzovaných povlaků) včetně určení nejistoty stanovení výsledné emisivity.

Dílčími výsledky, které byly dosaženy postupně v průběhu vývoje metody, jsou:

- volba detekčního systému;
- volba referenčního zdroje záření a jeho kalibrace;
- realizace metody měření povrchové teploty vzorků využitím termovizní kamery a referenčních povlaků a její kalibrace;
- realizace metody uchycení a vysokoteplotního ohřevu vzorků využitím vhodného časoprostorového pohybu laserového paprsku po zadní straně vzorku;
- optimalizace optické dráhy záření z měřené oblasti na detektor včetně úprav pro zajištění bezpečnosti obsluhy aparatury;
- realizace vhodné metody měření signálů ze zdrojů záření a matematických postupů vyhodnocení emisivity a analýza nejistoty výsledné normálové spektrální emisivity.

Metoda umožňuje analyzovat emisivitu povlaků nanesených na kovových substrátech ve tvaru disku o průměru 25 mm a tloušťce 5 mm (standardní vzorek). Kromě standardních vzorků je možné po úpravě metody analyzovat i vzorky jiných rozměrů, tvarů a materiálů. Nastavením parametrů laserového zdroje je možné realizovat různé

časové a teplotní režimy ohřevu vzorku od postupného ohřevu s daným teplotním krokem a dobou ustálení na teplotě až po individuální režimy s teplotním cyklováním.

Ověření metody proběhlo porovnáním výsledků měření vyvinutou metodou a metodou v Laboratoire National d'Essais ve Francii na stejných vzorcích povlaků DupliColor 800 °C pro teploty 500 a 600 °C.

V rámci projektu FR-TI1/273 "Výzkum a vývoj vysoceemisivních kompozitních povlaků pro vysokoteplotní aplikace" byla metoda nejen vyvinuta, ale i ověřena z pohledu praktického využití k analýzám chování emise záření z povrchu různých povlaků. Jednalo se o výzkum vlivu změny aktivní složky kompozitu na spektrální rozložení emisivity a o výzkum teplotních závislostí normálové spektrální emisivity povlaku, v nichž se odráží změny chemického složení s rostoucí teplotou a zejména procesy vypalování a degradace kompozitu.

Do budoucna se předpokládá další vývoj metody spojený s instalací nového referenčního zdroje záření a výkonnějšího laseru, které by měly zvětšit teplotní rozsah použitelnosti metody až do 1500 °C.

Shrnutí

Disertační práce je zaměřena na vývoj nové metody pro měření normálové spektrální emisivity povlaků za vysokých teplot. Jejím výsledkem je sestavená měřicí aparatura, metoda měření a vyhodnocení emisivity. Ověření výsledku proběhlo úspěšným využitím metody ve výzkumu vlastností vyvíjených vysokoteplotních vysoceemisivních povlaků a porovnáním výsledků měření s jinými pracovišti.

Přehled současného stavu problematiky obsahuje přehled metod, které se ve světě používají k měření emisivity. Pozornost je zaměřena především na metody měření spektrální směrové emisivity. Uvádí se jednak celková experimentální uspořádání metod a jednak realizace jednotlivých částí jako jsou používané referenční zdroje záření, systémy uchycení a ohřevu vzorků, detekční systémy, metody stanovení povrchové teploty a způsoby vyhodnocení emisivity.

Následující část shrnuje cíle disertační práce, kterými jsou zejména návrh a ověření vhodné metody ohřevu vzorků s povlakem, návrh a ověření vhodné metody měření povrchové teploty na vzorcích s povlakem, optimalizace experimentálního uspořádání metody, teoretická a experimentální analýza nejistoty metody a praktické ověření použitelnosti metody ve výzkumu vlastností povlaků pro energetiku.

Část popisující metody zpracování představuje jednotlivé činnosti, které byly provedeny při vývoji metody pro měření normálové spektrální emisivity povlaků a ověření použitelnosti metody ve výzkumu vlastností vysoceemisivních povlaků. V rámci vývoje metody měření emisivity byly řešeny tyto dílčí úkoly: stanovení celkové koncepce uspořádání metody, volba detekčního systému, volba referenčního zdroje záření a jeho kalibrace, realizace metody měření povrchové teploty vzorků a její kalibrace, realizace metody uchycení a vysokoteplotního ohřevu vzorků, optimalizace optické dráhy záření z měřené oblasti na detektor, realizace metody měření signálů a matematických postupů vyhodnocení emisivity, analýza nejistoty výsledné spektrální emisivity povlaku.

Výsledková část práce popisuje výslednou měřicí aparaturu, finální postup měření a vyhodnocení emisivity. Představeny jsou možnosti využití metody. Uvádí se výsledky ověření metody a příklady použití metody ve výzkumu vysokoteplotních povlaků.

Práce byla řešena v rámci studijního programu Fyzika plazmatu a tenkých vrstev na Západočeské univerzitě v Plzni ve spolupráci Katedry fyziky Fakulty aplikovaných věd a odboru Termomechanika technologických procesů vysokoškolského ústavu Nové technologie - výzkumné centrum.

Resumé

This PhD thesis deals with the development of new method for the measurement of normal spectral emissivity of coatings at high temperatures. Final experimental set-up and method for the measurement and evaluation of emissivity are results of this work. Verification of the results has been conducted by successful application of the method in the research of properties of high-temperature high-emissivity coatings and by comparison of measurement results with other laboratories.

Survey of the state-of-the-art in the branch of emissivity measurement contains survey of methods applied for the spectral directional emissivity measurement in the world. Overall experimental set-ups are introduced as well as design of individual parts as used reference sources of radiation, systems of sample clamping and heating, detection systems, methods for the determination of surface temperature and procedures for emissivity evaluation.

Further part summarizes objectives of the PhD project. The objectives are especially proposal and verification of a suitable method for heating of samples with coatings, proposal and verification of a suitable method for sample surface temperature measurement, optimization of the method experimental set-up, theoretical and experimental analyses of the method uncertainty and practical verification of the method applicability in research of properties of coating for power engineering.

Part of the thesis focussed on methods of processing introduces individual activities conducted in the framework of the development of the method for the measurement of normal spectral emissivity of coatings and in the framework of the method applicability verification in the research of high-emissivity coatings. It consists of the following tasks: overall concept of the method arrangement, choice of the detection system, choice of the reference source of radiation and its calibration, development of the method for the measurement of surface temperature and its calibration, development of the method for the sample clamping and high-temperature heating, optimization of optical path from the analysed area to the detector, programming of procedures for signal measurement and mathematical algorithms of emissivity evaluation, uncertainty analyses of resultant spectral emissivity of coating.

The results describe final experimental set-up, measuring and evaluation procedure. Application capabilities of the method are discussed. Results of the method verification and examples of the method application in the research of high-temperature coatings are presented.

Literatura

- [1] Prokhorov A. V., Hanssen L. M., Mekhontsev S. N.: *Experimental Methods in the Physical Sciences*, Vol. 42, pp. 180 – 240, Elsevier, ISBN 10: 0-12-374021-5, ISBN 13: 978-0-12-374021-2, 2010
- [2] Hsu S. T.: *Engineering Heat Transfer*, D. Van Nostrand Company, 1963
- [3] Hottel H. C., Sarofim A. F.: *Radiative Heat Transfer*, McGraw-Hill, 1967
- [4] Sazima M. a kol.: *Sdílení tepla*, SNTL, 1. Vydání, 1. Část, ISBN 80-85341-42-5, 1993
- [5] Siegel R., Howell J. R.: *Thermal Radiation Heat Transfer*, 4th Ed., Taylor & Francis, ISBN:1560328398, 2001
- [6] Hollands K.G.T.: *Thermal Radiation Fundamentals*, ISBN:1-56700-203-X, 2004
- [7] Xia C. S. et al.: *Research on the validity of the steady-state calorimeter for measuring the total hemispherical emissivity of solids*, Meas. Sci. Technol.: Vol. 4, pp.721–725, 1993
- [8] Otsuka A. et al.: *A survey of hemispherical total emissivity of the refractory metals in practical use*, Energy: Vol. 30, pp.535–543, 2005
- [9] Hameury J., Hay B., Filt J.: *Measurement of total hemispherical emissivity using a calorimetric technique*, Int. J. Thermophys.: Vol. 28, pp.1607–1620, 2007
- [10] Smetana W., Reicher R.: *A new measuring method to determine material spectral emissivity*, Meas. Sci. Technol.: Vol. 9, pp.797–802, 1998
- [11] Matsumoto T., Ono A.: *Specific heat capacity and emissivity measurements of ribbon-shaped graphite using pulse current heating*, Int. J. Thermophys.: Vol. 16, pp.267–275, 1995
- [12] Matsumoto T., Cezairliyan A.: *A combined transient and brief steady-state technique for measuring hemispherical total emissivity of electrical conductors at high temperatures: application to tantalum*, Int. J. Thermophys.: Vol. 18, pp.1539–1556, 1997

- [13] Matsumoto T., Cezairliyan A., Basak D.: *Hemispherical total emissivity of niobium, molybdenum, and tungsten at high temperatures using a combined transient and brief steady-state technique*, Int. J. Thermophys.: Vol. 20, pp.943–952, 1999
- [14] Matsumoto T., Ono A.: *A measurement technique for hemispherical total emissivity using feedback-controlled pulse current heating*, High Temp. – High Press.: Vol. 32, pp.67–72, 2000
- [15] Matsumoto T., Ono A.: *Hemispherical total emissivity and specific heat capacity measurements by electrical pulse-heating method with a brief steady state*, Meas. Sci. Technol.: Vol. 12, pp.2095–2102, 2001
- [16] Milošević N. D., Maglić K. D.: *Thermophysical properties of solid phase Hafnium at high temperatures*, Int. J. Thermophys.: Vol. 27, pp.530–553, 2006
- [17] Masuda H., Higano M.: *Measurement of total hemispherical emissivities of metal wires by using transient calorimetric technique*, Transactions of the ASME: Vol. 110, pp.166–172, 1988
- [18] Kola B. O., Mulwa W., Mate P.: *A transient technique for determination of thermophysical properties in an absorption calorimeter*, Meas. Sci. Technol.: Vol. 6, pp.888–892, 1995
- [19] Masuda H., Sasaki S., Kou H., Kiyohashi H.: *An improved transient calorimetric technique for measuring the total hemispherical emittance of nonconducting materials (emittance evaluation of glass sheets)*, Int. J. Thermophys.: Vol. 24, pp.259–276, 2003
- [20] Zhang B., Redgrove J., Clark J.: *A transient method for total emissivity determination*, Int. J. Thermophys.: Vol. 25, pp. 423–438, 2004
- [21] Krenek S., Anhalt K., Lindemann A., Monte Ch., Hollandt J., Hartmann J.: *A study on the feasibility of measuring the emissivity with the laser-flesh method*, Int. J. Thermophys.: Vol. 31, pp.998–1010, 2010
- [22] De Silva A. A., Jones B. W.: *Bidirectional spectral reflectance and directional-hemispherical spectral reflectance of six materials used as absorbers of solar energy*, Sol. Energy. Mater.: Vol. 15, pp.391–401, 1987
- [23] Zaworski J. R., Welty J. R., Drost M. K.: *Measurement and use of bi-directional reflectance*, Int. J. Heat Mass Transf.: Vol. 39, pp.1149–1156, 1996

- [24] Hanssen L., Kaplan S.: *Infrared diffuse reflectance instrumentation and standards at NIST*, Analytica Chimica Acta: Vol. 380, pp.289–302, 1999
- [25] Hanssen L.: *Integrating-sphere system and method for absolute measurement of transmittance, reflectance, and absorptance of specular samples*, Appl. Opt.: Vol. 40, pp.3196–3204, 2001
- [26] Bergström D., Powell J., Kaplan A. F. H.: *The absorptance of steels to Nd:YLF and Nd:YAG laser light at room temperature*, Appl. Sur. Sci.: Vol. 253, pp.5017–5028, 2007
- [27] Manara J., Arduini-Schuster M., Hanssen L.: *Integrating sphere reflectance and transmittance intercomparison measurements for evaluating the accuracies of the achieved results*, High Temp. – High Press.: Vol. 38, pp.259–276, 2009
- [28] Goebel D. G.: *Generalized integrating-sphere theory*, Appl. Opt.: Vol. 6, pp.125–128, 1967
- [29] Seifter A., Boboridis K., Obst A. W.: *Emissivity measurements on metallic surfaces with various degrees of roughness: a comparison of laser polarimetry and integrating sphere reflectometry*, Int. J. Thermophys.: Vol. 25, pp. 547–560, 2004
- [30] Keller M. H., Arduini-Schuster M., Manara J.: *Determination of the infrared-optical properties of absorbing and scattering pigments at elevated temperatures*, High Temp. – High Press.: Vol. 38, pp. 297–314, 2008
- [31] Yufeng Zhang, Jingmin Dai: *Spectral emissivity measurement facility for solar absorbing coating based on integrating-sphere reflectometry*, 19th European Conference on Thermophysical Properties (ECTP) 2011, Greece – Thessaloniki, August 2011
- [32] Brandenburg W. M.: *Measurement of thermal radiation properties of solids - The reflectivity of solids at grazing angles*, ed. Richmond J. C., NASA SP-31: pp. 75–82, 1963
- [33] Hanssen L. M., Cagran C. P., Prokhorov A. V., Mekhontsev S. N., Khromchenko V. B.: *Use of a high-temperature integrating sphere reflectometer for surface-temperature measurements*, Int. J. Thermophys.: Vol. 28, pp.566–580, 2007

- [34] Brandeberg W. M.: *Focusing properties of hemispherical and ellipsoidal mirror reflectometers*, J. Opt. Soc. Am.: Vol. 54, pp. 1235, 1964
- [35] Clarke F. J. J., Larkin J. A.: *Measurement of total reflectance, transmittance and emissivity over the thermal IR spectrum*, Infrared Phys.: Vol. 25, pp. 359–367, 1985
- [36] Ravindra N. M., Abedrabbo S., Chen W., Tong F. M., Nanda A. K., Speranza C.: *Temperature-dependent emissivity of silicon-related materials and structures*, IEEE: Vol. 11, pp. 30–39, 1998
- [37] Hameury J., Hay B., Filtz J.: *Measurement of infrared spectral directional hemispherical reflectance and emissivity at BNM-LNE*, Int. J. Thermophys.: Vol. 26, pp.1973–1983, 2005
- [38] Wood B. E., Pipes P. G., Smith A. M., Roux J. A.: *Hemi-ellipsoidal mirror infrared reflectometer: development and operation*, Appl. Opt.: Vol. 15, pp. 940–950, 1976
- [39] Neher R. T., Edwards D. K.: *Far infrared reflectometer for imperfectly diffuse specimens*, Appl. Opt.: Vol. 4, pp. 775–780, 1965
- [40] Reid C. D., McAlister E. D.: *Measurement of spectral emissivity from 2 μm to 15 μm* , J. Opt. Soc. Am.: Vol. 49, pp. 78–82, 1959
- [41] Ricolfi T., Battuello M., Lanza F.: *Heat-pipe black-body reflectometer for room temperature emissivity measurements*, J. Phys. E.: Sci. Instrum.: Vol. 19, pp. 697–700, 1986
- [42] Ibos L., Marchetti M., Boudenne A., Datcu S., Candau Y., Livet J.: *Infrared emissivity measurement device: principle and applications*, Meas. Sci. Technol.: Vol. 17, pp.2950–2956, 2006
- [43] Cagran C., Wilthan B., Pottlacher G.: *Normal spectral emissivity at a wavelength of 684.5 nm and thermophysical properties of solid and liquid molybdenum*, Int. J. Thermophys.: Vol. 25, pp.1551–1566, 2004
- [44] *Normal spectral emissivity measurements in the temperature range [100°C – 800°C]*, LNE, Francie – Paříž, nepublikováno
- [45] Ballico M. J., Jones T. P.: *Novel experimental technique for measuring high-temperature spectral emissivities*, Appl. Spectros.: Vol. 49, pp. 335–341, 1995

- [46] Kobayashi M., Otsuki M., Sakate H., Sakuma F., Ono A.: *System for measuring the spectral distribution of normal emissivity of metals with direct current heating*, Int. J. Thermophys.: Vol. 20, pp.289–298, 1999
- [47] Koirala L. R.: *FTIR-Spectroscopic Measurement of Directional Spectral Emissivities of Microstructured Surfaces*, Dissertation: University of the Federal Armed Forces, Helmut – Schmidt University, Germany – Hamburg, 2004
- [48] Campo del L., Pérez-Sáez R. B., Esquisabel X., Fernández I., Tello M. J.: *New experimental device for infrared spectral directional emissivity measurements in a controlled environment*, Rev. Sci. Instrum.: Vol. 77, pp. 113111-1–8, 2006
- [49] Demage D., Bejet M., Dufour B.: *New methods for measuring the thermal emissivity of semi-transparent and opaque materials*, 8th Conference on Quantitative Infrared Thermography (QIRT) 2006, Italy – Padova, June 2006
- [50] Cagran C. P., Hanssen L. M., Noorma M., Gura A. V., Mekhontsev S. N.: *Temperature-resolved infrared spectral emissivity of SiC and Pt-10Rh for temperatures up to 900°C*, Int. J. Thermophys.: Vol. 28, pp.581–597, 2007
- [51] Monte Ch., Hollandt J.: *The determination of the uncertainties of spectral emissivity measurements in air at the PTB*, Metrologia: Vol. 47, pp.172–181, 2010
- [52] Feng Guojin, Wang Yu, Li Yuan, Zhu Jingtao, Zhao Li: *Gratly enhanced infrared normal spectral emissivity of microstructured silicon using a femtosecond laser*, Mater. Lett.: Vol. 65, pp.1238–1240, 2011
- [53] Zongwei Wang, Jingmin Dai: *The spectral emissivity determination of thermal protection ceramic material with FT-IR spectrometer*, 19th European Conference on Thermophysical Properties (ECTP) 2011, Greece – Thessaloniki, August 2011
- [54] Pantinakis A., Kortsalioudakis N.: *A simple high-sensitivity radiometer in the infrared for the directional total emissivity of opaque materials at near-ambient temperatures*, Int. J. Thermophys.: Vol. 22, pp.1843–1854, 2001
- [55] Ishii J., Ono A.: *Uncertainty estimation for emissivity measurements near room temperature with a Fourier transform spectrometer*, Meas. Sci. Technol.: Vol. 12, pp. 2103–2112, 2001

- [56] Jingmin Dai, Xinbei Wang, Guibin Yuan: *Fourier transform spectrometer for spectral emissivity measurement in the temperature range between 60 and 1500°C*, J. Phys.: Conference Series, Vol. 13, pp. 63–66, 2005
- [57] Alaruri S., Bianchini L., Brewington A.: *Effective spektral emissivity measurements of superalloys and YSZ thermal barrier coating at high temperatures using a 1,6 μm single wavelength pyrometer*, Rev. Sci. Instrum.: Vol. 30, pp.77–91, 1998
- [58] Manara J., Arduini-Schuster M., Keller M.: *Infrared-optical characteristics of ceramics at elevated temperatures*, Infrared Phys. Technol.: Vol. 54, pp.395–402, 2011
- [59] Siroux M., Tang-Kwor E., Mattei S.: *A periodic technique for emissivity measurements of insulating materials at moderate temperature*, Meas. Sci. Techol.: Vol. 9, pp.1956–1962, 1998
- [60] Neuer G., Jaroma-Weiland G.: *Spectral and total emissivity of high-temperature materials*, Int. J. Thermophys.: Vol. 19, pp. 917–929, 1998
- [61] Iuchi T., Furukava T.: *Some considerations for a method that simultaneously measures the temperature and emissivity of a metal in a high temperature furnace*, Rev. Sci. Instrum.: Vol. 75, pp.5326–5332, 2004
- [62] Wen Chang-Da, Mudawar I.: *Emissivity characteristics of polished aluminum alloy surfaces and assessment of multispectral radiation thermometry (MRT) emissivity models*, Int. J. Heat Mass Transf.: Vol. 48, pp. 1316–1329, 2005
- [63] Brandt R., Bird C., Neuer G.: *Emissivity reference paints for high temperature applications*, Measurement: Vol. 41, pp. 731–736, 2008
- [64] Thomas L. K.: *An apparatus for the measurement of the normal and off-normal spectral emisivity of incandescent materials*, J. Sci. Instrum.: Vol. 1, pp. 311–316, 1968
- [65] Dvurechensky A. V., Petrov V. A., Yu Reznik V.: *Spectral emissivity and absorption coefficient of silica glass at extremely high temperatures in the semitransparent region*, Appl. Phys.: Vol. 19, pp. 465–469, 1979
- [66] Chabal Y. J.: *Surface infrared spectroscopy*, Surf. Sci. Reports.: Vol. 8, pp. 211–357, 1988

- [67] Sherman C.-P.: *Handbook of instrumental techniques for analytical chemistry, Infrared spectroscopy*, ed. Settle F. A., Har/Cdr edition, Prentice Hall United Kingdom, pp. 247–283, 1997
- [68] Domanchin J.-L., Gilchrist J. R.: *Size and spectrum*, Photonics Spectra: July 2001, pp. 112–118, 2001
- [69] Vitkovskii V. V., Gorshenev V. G., Potapov Yu. F.: *Measurement of spectral directional emissivity of materials and coatings in the infrared region of spectrum*, Thermal Engineering: Vol. 56, pp.245–248, 2009
- [70] Furukawa T., Iuchi T.: *Experimental apparatus for radiometric emissivity measurements of metals*, Rev. Sci. Instrum.: Vol. 71, pp.2843–2847, 2000
- [71] Geunsik L., Aravinda K.: *Radiative properties of thermal barrier coating at high temperatures*, J. Phys. D: Appl. Phys.: Vol. 42, pp. 155412-1–15, 2009
- [72] Huang Z., Zhou W., Tang X., Zhu D., Luo F.: *Effects of substrate roughness on infrared-emissivity characteristics of Au films deposited on Ni alloy*, Thin Solid Films: Vol. 519, pp. 3100–3106, 2011
- [73] Labuhn D.: *Die Bedeutung der Strahlungsentropie zur thermodynamischen Bilanzierung der Solarenergiewandlung*, Dissertation: Universität Hannover, Shaker Verlag, Aachen, 2001
- [74] Labuhn D., Kabelac S.: *The spectral directional emissivity of photovoltaic surfaces*, Int. J. Thermophys.: Vol. 22, pp.1577–1592, 2001
- [75] Ishii J., Ono A.: *A Fourier-transform spectrometer for accurate thermometric applications at low temperatures*, Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry: Vol. 7, pp. 705–710, 2003
- [76] Meng Songhe, Chen Hongbo, Hu Jinghua, Wang Zongwei: *Radiative properties characterization of ZrB₂-SiC-based ultrahigh temperature ceramic at high temperature*, Materials and Design: Vol. 32, pp. 377–381, 2011
- [77] Sova R. M., Linevsky M. J., Thomas M. E., Mark F. F.: *High-temperature infrared properties of sapphire, AlON, fused silica, Ytria, and spinel*, Infrared Phy. Technol.: Vol. 39, pp. 251–261, 1998

- [78] Rozenbaum O., De Sousa Meneses D., Auger Y., Chermanne S., Echegut P.: *A spectrometric method to measure the spektral emissivity of semi-transparent materials up to high temperature*, Rev. Sci. Instrum.: Vol. 70, pp.4020–4025, 1999
- [79] Tazawa Masato, Xu Gang, Tanemura Sakae: *Spectral selective radiating materials for direct radiative heating*, Sol. Energy. Mater. Sol. Cells: Vol. 84, pp. 459–466, 2004
- [80] Monte Ch., Gutschwager B., Morozova S. P., Hollandt J.: *Radiation thermometry and emissivity measurements under vacuum at the PTB*, Int. J. Thermophys.: Vol. 30, pp.203–219, 2009
- [81] Monte Ch., Hollandt J.: *The measurement of directional spectral emissivity in the temperature range from 80°C to 500°C at the Physikalisch-Technische Bundesanstalt*, High Temp. – High Press.: Vol. 39, pp.151–164, 2010
- [82] Clausen S., Morgenstjerne A., Rathmann O.: *Measurement of surface temperature and emissivity by a multitemperature method for Fourier-transform infrared spectrometers*, Appl. Opt.: Vol. 35, pp. 5683–5691, 1996
- [83] Postlethwait M. A., Sikka K. K., Modest M. F., Hellmann J. R.: *Hihg temperature normal spectral emittance of silicon carbide based materials*, J. Thermophys. Heat Transf.: Vol. 8, pp. 412–418, 1994
- [84] Takeuti D. F., Timans P. J., Ahmed H.: *Emissivity of B-implanted and annealed silicon*, Appl. Phys. Lett.: Vol. 67, pp. 2206–2208, 1995
- [85] Markham J. R., Kinsella K., Carangelo R. M., Brouillette C. R., Carangelo M. D., Best P. E., Solomon P. R.: *Bench top Fourier transform infrared based instrument for simultaneously measuring surface spectral emittance and temperature*, Rev. Sci. Instrum.: Vol. 64, pp. 2515–2522, 1993
- [86] *Detectors for Fourier Transform spectroscopy*, Thermo Fisher Scientific Inc., Application Note: 50808, 2007
- [87] Rousseau B., Brun J. F., De Sousa Meneses D., Echegut P.: *Temperature measurement: Christiansen wavelength and blackbody reference*, Int. J. Thermophys.: Vol. 26, pp.1277–1286, 2005

- [88] González-Fernández L, del Campo L., Pérez-Sáez R. B., Tello M. J.: *Radiative properties of Zirconia coatings on Inconel 718 substrates*, 19th European Conference on Thermophysical Properties (ECTP) 2011, Greece – Thessaloniki, August 2011
- [89] Campo del L., Pérez-Sáez R. B., González-Fernández L., Esquisabel X., Fernández I., González-Martín P., Tello M. J.: *Emissivity measurements on aeronautical alloys*, J. Alloys Compounds: Vol. 489, pp. 482–487, 2010
- [90] Risueno E., González-Fernández L, del Campo L., Pérez-Sáez R. B., Tello M. J.: *Emissivity measurements on Ti-6Al-4V*, 19th European Conference on Thermophysical Properties (ECTP) 2011, Greece – Thessaloniki, August 2011
- [91] Lopes R., Delmas A., Sacadura J. F.: *A new experimental device to measure directional spectral emittance of semitransparent media at high temperatures*, High Temp. – High Press.: Vol. 32, pp.369–376, 2000
- [92] González-Fernández L., Pérez-Sáez R. B., Campo del L., Tello M. J.: *Analysis of calibration methods for direct emissivity measurements*, Appl. Opt.: Vol. 49, pp. 2728–2735, 2010;
- [93] Lindermeir E., Haschberger P., Tank V., Dietl H.: *Calibration of a Fourier transform spectrometer using three blackbody sources*, Appl. Opt.: Vol. 31, pp. 4527–4533, 1992
- [94] Pérez-Sáez R. B., Campo del L., Tello M. J.: *Analysis of the accuracy of methods for the direct measurement of emissivity*, Int. J. Thermophys.: Vol. 29, pp. 1141–1155, 2008
- [95] Manara J., Caps R., Ebert H. P., Hemberger F., Fricke J.: *Infrared optical properties of semitransparent pyrolytic boron nitride (pBN)*, High Temp. – High Press.: Vol. 34, pp. 65–72, 2002
- [96] Dufour P. C., Rowell N. L., Steele A. G.: *Fourier-transform radiation thermometry: measurements and uncertainties*, Appl. Opt.: Vol. 37, pp. 5923–5931, 1998
- [97] EA-4/02 - *Expression of uncertainty of measurement in calibration*, European co-operation for accreditation, 1999

- [98] Litoš P.: *Měření emisivity a teplotních polí ve fyzikálních technologiích*,
Diplomová práce: Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta aplikovaných věd,
Plzeň, 2006

Publikace autora

Články v recenzovaných a impaktovaných časopisech

- [I] Mauer M., Kalenda P., Honner M., Vacíková P.: *Composite fillers and their influence on emissivity*, J. Phys. Chem. Solids: Vol. 73, pp. 1550–1555, 2012
- [II] Švantner M., Vacíková P., Honner M.: *IR thermography heat flux measurement in fire safety applications*, Infrared Phy. Technol.: Vol. 55, pp. 292–298, 2012
- [III] Tesař J., Vacíková P., Soukup O., Houdková Š.: *Infrared camera analysis of laser hardening*, Advances in Optical Technologies: Vol. 2012, Article ID 593893, 2012
- [IV] Švantner M., Vacíková P., Honner M.: *Noncontact charge temperature measurement on industrial continuous furnaces and steel charge*, Infrared Phy. Technol. (zasláno k posouzení)
- [V] Mauer M., Kalenda P., Honner M., Vacíková P.: *Composite fillers and their influence on emissivity*, Physic Proceedia (zasláno k posouzení)

Příspěvky na konferencích

- [VI] Honner M., Litoš P., Vacíková P.: *Termografické měření meze únavy materiálu*, Experimental Stress Analysis 2007, 8 stran, 2007, ISBN 978-80-7043-552-6.
- [VII] Vacíková P., Honner M.: *Metoda měření normálové pásmové emisivity povlaků za vysokých teplot*, Vrstvy a povlaky 2007. Zborník přednášok: Rožnov pod Radhoštěm, 29. – 30. 10. 2007, Trenčín, Digital Graphic, 2007, pp. 137 - 140, ISBN 978-80-969310-4-0.
- [VIII] Vacíková P., Honner M., Martan J.: *Metody měření emisivity povrchů využitím FTIR spektrometru*, Molekulová spektroskopie 2008, Hrotovice, 2008

- [IX] Honner M., Tesař J., Vacíková P.: *Termovizní měření v technologiích žárových nástřiků*, Vrstvy a povlaky 2008. Zborník přednášok: Rožnov pod Radhoštěm, 29. – 30. 9. 2008, Trenčín, Digital Graphic, 2008, pp. 46 - 51, ISBN 978-80-969310-7-1.
- [X] Vacíková P., Honner M., Martan J.: *Měření teplotních a spektrálních závislostí emisivity povlaků*, Vrstvy a povlaky 2008. Zborník přednášok: Rožnov pod Radhoštěm, 29. – 30. 9. 2008, Trenčín, Digital Graphic, 2008, pp. 168 - 173, ISBN 978-80-969310-7-1.
- [XI] Vacíková P., Honner M., Šroub J., Soukup O., Mauer M.: *High temperature emissivity measuring method using HPDD laser heating and infrared camera measurement*, EMRS 2009, Spring Meeting, Strasbourg, France 2009 (poster)
- [XII] Vacíková P., Honner M., Soukup O., Medlín R.: *Influence of laser processing of steel surface on emissivity*, Vrstvy a povlaky 2009, Rožnov pod Radhoštěm, 2009
- [XIII] Martan J., Vacíková P.: *Absolutní měření emisivity za pokojové teploty*, Molekulová spektroskopie 2008, Hrotovice, 2008
- [XIV] Mauer M., Kalenda P., Honner M., Vacíková P.: *Composite fillers and their influence on emissivity*, ISIC 2010, Murcia, Spain, 2010 (poster)
- [XV] Tesař J., Vacíková P., Soukup O.: *Infrared camera analysis of laser hardening*, AITA 2011, L'Aquila, Italy, 2011
- [XVI] Švantner M., Vacíková P., Honner M.: *Noncontact charge temperature measurement on industrial continuous furnaces*, AITA 2011, L'Aquila, Italy, 2011
- [XVII] Vacíková P., Honner M.: *The influence of laser processing on the emissivity of ASTM A681 steel*, ECTP 2011, Thessaloniki, Greece, 2011 (poster)
- [XVIII] Vacíková P., Honner M.: *On the heating and temperature measurement for high temperature emissivity analyses of coatings*, ECTP 2011, Thessaloniki, Greece, 2011 (poster)

- [XIX] Honner M., Vacíková P.: *Measurement of spectral emissivity of refractory materials at high temperature*, Žiaromateriály, pece a tepelné izolácie 2012, Nový Smokovec – Vysoké Tatry, 2012

Výzkumné zprávy (oponováno v rámci MPO projektů)

- [XX] Švantner M., Vacíková P., Honner M., Tesař J.: *Termovizní měření hoření přepravek na pivní láhve II*, výzkumná zpráva NTC 04-07/05, Západočeská univerzita v Plzni, 11 stran, 2007
- [XXI] Švantner M., Vacíková P., Honner M. a kol.: *Velký test hoření přepravek na pivní láhve*, výzkumná zpráva NTC 04-08/03, Západočeská univerzita v Plzni, 34 stran, 2008
- [XXII] Honner M., Lang V., Vacíková P.: *Stanovení tepelných a optických vlastností interiérů automobilů*, výzkumná zpráva NTC 04-08/08, Západočeská univerzita v Plzni, 19 stran, 2008
- [XXIII] Honner M., Vacíková P., Švantner M.: *Měření nestabilit tepelných toků využitím termovizního systému*, výzkumná zpráva 2A-1TP1/080 – 08/06, Západočeská univerzita v Plzni, 38 stran, 2008
- [XXIV] Vacíková P., Honner M.: *Měření emisivity povrchu keramických a kovových vzorků*, výzkumná zpráva NTC 04-09/01, Západočeská univerzita v Plzni, 18 stran, 2009
- [XXV] Honner M., Vacíková P., Soukup O.: *High-temperature method for the measurement of emissivity of coatings using HPDD laser*, výzkumná zpráva NTC 04-09/08, Západočeská univerzita v Plzni, 20 stran, 2009
- [XXVI] Vacíková P., Honner M., Soukup O., Medlín R.: *Influence of laser processing of steel surface on emissivity*, výzkumná zpráva NTC 04-09/10, Západočeská univerzita v Plzni, 14 stran, 2009
- [XXVII] Honner M., Vacíková P., Soukup O., Šroub J.: *Přehled provedených experimentů měření vzorků povlaků HPDDL metodou*, výzkumná zpráva NTC 04-09/11, Západočeská univerzita v Plzni, 27 stran, 2009
- [XXVIII] Vacíková P., Honner M.: *Měření emisivity vysokoteplotních kompozitních povlaků použitím FTIR spektrometru*, výzkumná zpráva NTC 04-09/12, Západočeská univerzita v Plzni, 12 stran, 2009

- [XXIX] Vacíková P., Honner M.: *Měření nízkoteplotní závislosti normálové pásmové emisivity kompozitních povlaků*, výzkumná zpráva NTC 04-09/13, Západočeská univerzita v Plzni, 13 stran, 2009
- [XXX] Vacíková P., Honner M., Martan J.: *Vysokoteplotní metoda měření emisivity povlaků použitím FTIR spektrometru*, výzkumná zpráva NTC 04-09/14, Západočeská univerzita v Plzni, 8 stran, 2009
- [XXXI] Švantner M., Vacíková P., Ryba T.: *Vývoj softwaru pro výpočet radiačního tepelného toku*, výzkumná zpráva NTC 04-10/01, Západočeská univerzita v Plzni, 18 stran, 2010
- [XXXII] Honner M., Tesař J., Vacíková P., Kňourek J.: *Měření tepelného odporu karosérií – přípravné práce*, výzkumná zpráva NTC 04-10/04, Západočeská univerzita v Plzni, 19 stran, 2010
- [XXXIII] Honner M., Vacíková P., Veselý Z., Soukup O.: *Porovnání metod a výsledků měření vzorků S01-S08*, výzkumná zpráva NTC 04-10/07, Západočeská univerzita v Plzni, 13 stran, 2010
- [XXXIV] Honner M., Vacíková P., Tesař J.: *Přehled realizovaných metod ohřevu vzorků*, výzkumná zpráva NTC 04-10/09, Západočeská univerzita v Plzni, 17 stran, 2010
- [XXXV] Vacíková P., Martan J., Honner M.: *Optimalizace vysokoteplotní metody měření emisivity povlaků použitím FTIR spektrometru*, výzkumná zpráva NTC 04-10/11, Západočeská univerzita v Plzni, 16 stran, 2010
- [XXXVI] Honner M., Veselý Z., Vacíková P., Soukup O.: *Porovnání HPDDL metod vyhodnocení a výsledků měření vzorků S01-S17*, výzkumná zpráva NTC 04-10/12, Západočeská univerzita v Plzni, 52 stran, 2010
- [XXXVII] Martan J., Vacíková P.: *Měření emisivity za pokojové teploty použitím FTIR spektrometru*, výzkumná zpráva NTC 04-10/17, Západočeská univerzita v Plzni, 17 stran, 2010
- [XXXVIII] Vacíková P., Honner M., Martan J.: *Spektrometrické měření emisivity vysokoteplotních kompozitních povlaků pomocí vysokoteplotní FTIR metody*, výzkumná zpráva NTC 04-10/28, Západočeská univerzita v Plzni, 39 stran, 2010

- [XXXIX] Veselý Z., Honner M., Vacíková P.: *Zdokonalená HTPL metoda zjišťování totální emisivity povlaků*, výzkumná zpráva NTC 04-10/32, Západočeská univerzita v Plzni, 37 stran, 2010
- [XL] Vacíková P., Honner M.: *Analýza vlivu teplotních a časových změn ve vysokoteplotní FTIR metodě měření emisivity*, výzkumná zpráva NTC 04-11/01, Západočeská univerzita v Plzni, 26 stran, 2011
- [XLI] Vacíková P., Honner M.: *Kalibrace referenčního zdroje záření a systému pro bezkontaktní měření teplotního pole*, výzkumná zpráva NTC 04-11/06, Západočeská univerzita v Plzni, 23 stran, 2011
- [XLII] Švantner M., Vacíková P.: *Stanovení emisivit pro bezkontaktní měření teploty vsázky*, výzkumná zpráva NTC 04-11/08, Západočeská univerzita v Plzni, 12 stran, 2011
- [XLIII] Vacíková P., Kučera M.: *Ohřev vzorků 400W laserem ve vysokoteplotní FTIR metodě měření emisivity*, výzkumná zpráva NTC 04-11/14, Západočeská univerzita v Plzni, 15 stran, 2011
- [XLIV] Vacíková P.: *Měření emisivity povrchu kovových materiálů*, výzkumná zpráva NTC 04-11/16, Západočeská univerzita v Plzni, 15 stran, 2011
- [XLV] Vacíková P.: *Měření pásmové a spektrální emisivity referenčního povlaku ZYP Coating Cr₂O₃*, výzkumná zpráva NTC 04-11/18, Západočeská univerzita v Plzni, 16 stran, 2011
- [XLVI] Vacíková P.: *Finální měření povlaků přímou FTIR metodou*, výzkumná zpráva NTC 04-11/19, Západočeská univerzita v Plzni, 24 stran, 2011
- [XLVII] Vacíková P.: *Vliv dlouhodobého vystárnutí povlaků při 550°C na emisivitu*, výzkumná zpráva NTC 04-11/31, Západočeská univerzita v Plzni, 22 stran, 2011
- [XLVIII] Vacíková P., Houdková Š.: *Optická propustnost vysokoteplotních referenčních povlaků*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-12-001, Západočeská univerzita v Plzni, 9 stran, 2012
- [XLIX] Vacíková P.: *Měření povlaků S21 až S29 FTIR metodou*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-12-009, Západočeská univerzita v Plzni, 53 stran, 2012

- [L] Vacíková P., Klepáček J., Lang V.: *Úpravy pracoviště FTIR metody měření emisivity*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-12-017, Západočeská univerzita v Plzni, 10 stran, 2012
- [LI] Mertl J., Kohlschütter T., Vacíková P.: *Částečná automatizace FTIR metody měření emisivity*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-12-024, Západočeská univerzita v Plzni, 12 stran, 2012
- [LII] Vacíková P.: *Měření optických vlastností keramické vláknité izolace*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-12-025, Západočeská univerzita v Plzni, 24 stran, 2012
- [LIII] Vacíková P., Švantner M.: *Měření optických vlastností keramické vláknité izolace*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-12-027, Západočeská univerzita v Plzni, 22 stran, 2012
- [LIV] Vacíková P., Švantner M.: *Měření optických vlastností keramické vláknité izolace*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-12-027, Západočeská univerzita v Plzni, 22 stran, 2012
- [LV] Kohlschütter T., Mertl J., Vacíková P.: *Automatizace kalibrační procedury FTIR spektrometru*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-12-062, Západočeská univerzita v Plzni, 16 stran, 2012
- [LVI] Vacíková P.: *Přehled metod měření emisivity*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-12-063, Západočeská univerzita v Plzni, 41 stran, 2012
- [LVII] Martan J., Vacíková P.: *Návrh spektrometrické metody pro měření emisivity za pokojové teploty*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-12-064, Západočeská univerzita v Plzni, 18 stran, 2012
- [LVIII] Vacíková P.: *Normálová spektrální emisivita povlaku DupliColor 800°C*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-13-007, Západočeská univerzita v Plzni, 43 stran, 2013
- [LIX] Vacíková P.: *Pásmová emisivita povlaku DupliColor 800°C*, výzkumná zpráva NTC-VYZ-13-008, Západočeská univerzita v Plzni, 57 stran, 2013

Výsledky aplikovaného výzkumu

- [LX] Honner M., Litoš P., Vacíková P.: *Metodika termovizního měření dmychadla*, NTC-MT-47-06, Západočeská univerzita v Plzni, 14 stran, 2006 (RIV/49777513:23640/06:00000030)
- [LXI] Honner M., Litoš P., Vacíková P.: *Metodika termovizního měření formy vulkanizačního lisu*, NTC-MT-48-06, Západočeská univerzita v Plzni, 13 stran, 2006 (RIV/49777513:23640/06:00000091)
- [LXII] Litoš P., Vacíková P.: *Metodika termovizního měření paravodu*, NTC-MT-51-06, Západočeská univerzita v Plzni, 14 stran, 2006 (RIV/49777513:23640/06:00000014)
- [LXIII] Honner M., Vacíková P.: *Metodika termovizního měření průběžné narážecí pece*, NTC-MT-52-06, Západočeská univerzita v Plzni, 9 stran, 2006 (RIV/49777513:23640/06:00000027)
- [LXIV] Honner M., Litoš P., Vacíková P.: *Metodika termovizního měření výfukového potrubí - přechod do katalyzátoru a koncovka výfuku*, NTC-MT-54-06, Západočeská univerzita v Plzni, 29 stran, 2006 (RIV/49777513:23640/06:00000016)
- [LXV] Honner M., Vacíková P.: *Metodika vysokoteplotního stacionárního měření pásmové emisivity povlaků*, NTC-MT-14-07, Západočeská univerzita v Plzni, 11 stran, 2007 (RIV/49777513:23640/07:00000052)
- [LXVI] Vacíková P., Honner M.: *Metodika vysokoteplotního dynamického měření pásmové emisivity povlaků*, NTC-MT-15-07, Západočeská univerzita v Plzni, 12 stran, 2007 (RIV/49777513:23640/07:00000051)
- [LXVII] Vacíková P., Honner M.: *Funkční vzorek měřicího systému pro zjišťování pásmové emisivity povlaků za vysokých teplot*, NTC-FV-03-08, Západočeská univerzita v Plzni, 11 stran, 2008 (RIV/49777513:23640/08:00500072)
- [LXVIII] Honner M., Soukup O., Lang V., Vacíková P.: *Funkční vzorek systému pro vysokoteplotní testování a modifikace povlaků*, NTC-FV-01-09, Západočeská univerzita v Plzni, 12 stran, 2009 (RIV/49777513:23640/09:00503033)

- [LXIX] Vacíková P., Honner M., Martan J.: *Funkční vzorek systému pro měření spektrální emisivity vysokoteplotních povlaků*, NTC-FV-06-09, Západočeská univerzita v Plzni, 8 stran, 2009 (RIV/49777513:23640/09:00503043)
- [LXX] Švantner M., Vacíková P., Ryba T.: *Software pro numerický výpočet radiačního tepelného toku RadGUI 2009*, NTC-SW-07-09, Západočeská univerzita v Plzni, 21 stran, 2009 (RIV/49777513:23520/09:00502964)
- [LXXI] Vacíková P., Honner M., Martan J.: *Polohovatelné zařízení pro ohřev vzorků pro měření optických a tepelných vlastností povrchů*, NTC-FV-04-10, Západočeská univerzita v Plzni, 21 stran, 2010 (RIV/49777513:23640/10:00504478)
- [LXXII] Vacíková P., Honner M., Tesař J., Soukup O.: *Funkční vzorek robotizovaného systému pro měření úhlových závislostí emisivity povrchu materiálu*, NTC-FV-05-10, Západočeská univerzita v Plzni, 2010 (RIV/49777513:23640/10:00504470)
- [LXXIII] Veselý Z., Honner M., Vacíková P.: *Funkční vzorek zařízení HTPL-A pro měření relativní totální emisivity povlaků*, NTC-FV-06-10, Západočeská univerzita v Plzni, 2010 (RIV/49777513:23640/10:00504506)
- [LXXIV] Tesař J., Vacíková P.: *EmisCalc - Software pro automatický výpočet emisivity ze známé teploty vzorku*, NTC-SW-10-10, Západočeská univerzita v Plzni, 2010 (RIV/49777513:23640/10:00504500)
- [LXXV] Vacíková P., Honner M.: *Zařízení pro měření teplotních závislostí spektrální emisivity povlaků*, NTC-FV-04-11, Západočeská univerzita v Plzni, 2011 (RIV/49777513:23640/11:43898133)