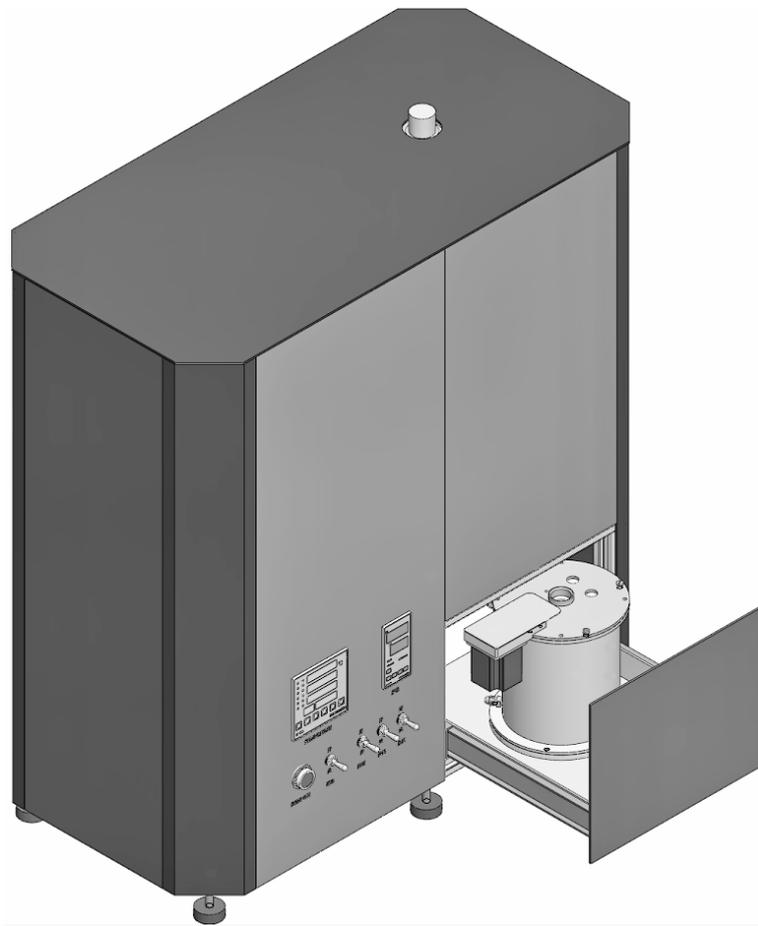


中温比热容测定仪 使用说明书

Mesothermal Specific Heat Capacity Measurement Instrument

OPERATING MANUAL



上海依阳实业有限公司

目 录

1. 简介	1
2. 测试方法	1
3. 中温比热容测定仪结构.....	2
3.1. 外部结构.....	2
3.2. 内部结构.....	3
4. 中温比热容测定仪软件说明.....	5
4.1. 测控参数显示区域.....	5
4.2. 设备操作和信息输入区域.....	6
4.2.1. 设备操作功能区.....	6
4.2.2. 加热炉操作功能区.....	9
4.2.3. 测试信息操作功能区.....	9
4.3. 测量曲线显示区域.....	10
4.4. 数据处理显示区域.....	11
5. 比热容测试步骤.....	11
5.1. 实验室基本要求.....	11
5.2. 试样准备.....	11
5.3. 测试设备准备.....	12
5.3.1. 开启恒温水浴.....	12
5.3.2. 比热容测定仪开机.....	13
5.3.3. 试样称重和装载.....	13
5.3.4. 计算机开机和软件运行.....	14
5.3.5. 加热炉加热.....	15
5.3.6. 量热计温度的人工调整.....	15
5.4. 测试过程.....	16
5.4.1. 观测量热计和试样温度是否稳定.....	16
5.4.2. 试验参数输入.....	17
5.4.3. 开始测试.....	18
5.4.4. 落样.....	19
5.4.5. 停止测试和保存测试数据.....	20
5.4.6. 取出试样.....	21
5.4.7. 量热计降温.....	21
5.4.8. 实验数据处理——平均比热容计算.....	22
5.5. 关机操作.....	23
5.5.1. 退出软件.....	23
5.5.2. 测定仪关机.....	23
5.6. 补充说明.....	23
6. 比热容测定仪校准.....	24
7. 比热容测试注意事项.....	24
8. 比热容测定仪电路.....	27

1. 简介

DSC-1010 型中温比热容测定仪是一种测定固体材料比热容的下落式铜卡计混合法测试设备, 依据的测试标准为 GJB 330A-2000 “固体材料 60~2773K 比热容测试方法”, 测试温度范围为 50℃~1000℃。

DSC-1010 型中温比热容测定仪由计算机进行自动检测和控制, 自动进行样品温度的监控、电动开关控制试样的整个下落过程、自动进行量热计温度的监控以及自动进行测试结果计算。

SHC-M 型中温比热容测定仪具有很高的测量精度, 对于标准材料人造蓝宝石 (synthetic sapphire: $\alpha - Al_2O_3$) 在 50℃~1000℃ 范围内的测量相对误差小于 ±3%。

2. 测试方法

DSC-1010 型中温比热容测定仪是一种测定固体材料比热容的下落式铜卡计混合法测试设备, 依据的测试标准为 GJB 330A-2000 “固体材料 60~2773K 比热容测试方法”。

质量为 m , 初始温度为 T_0 的试样, 在高温炉内被加热到预定温度 T , 试样所吸收的热量为:

$$Q = m \int_{T_0}^T C_p dt = m \overline{C_p} (T - T_0) \quad (2.1.1)$$

$$\text{则有: } \overline{C_p} = \frac{Q}{m(T - T_0)}; \quad \Delta H = \frac{Q}{m} = \overline{C_p} (T - T_0)$$

式中, $\overline{C_p}$ 为试样的定压平均比热容; ΔH 为从 T_0 升到 T 试样时的焓变化; $(T - T_0)$ 为试样从 T_0 被加热到 T 的温差。

将试样加热到一定温度 T 后, 掉入已知热值 A 、温度为 T' 的铜卡计中, 由于试样放热而使得铜卡计温度升高 ΔT , 则试样放出的热量为:

$$Q = A \cdot \Delta T \quad (2.1.2)$$

降温过程中试样焓的减少为:

$$\Delta H = \frac{A \cdot \Delta T}{m}; \quad \overline{C_p} = \frac{A \cdot \Delta T}{m(T - T_1)} \quad (2.1.3)$$

式中, T_1 为铜卡计最终温度。

在实际测量中, 由于铜卡计温度升高, 使它与环境之间有温差, 造成一部分热损失 ΔQ , 绝热铜卡计就是在量热铜块外围加一层绝热屏, 用一自动控制系统使绝热屏能同步自动跟踪量热铜块的温度, 这样就使热损失 ΔQ 趋向零或小到可以忽略的程度。用此方法直接测出的是试样在 $T - T_1$ 范围内的焓变化 ΔH 和平均比热容 $\overline{C_p}$, 要求在某一温度下的真比热容 C_p 可以由焓 ΔH 对温度建立方程 (ΔH 换算为相同的基准温度)

$$\Delta H = a_0 + a_1 T + a_2 T^2 + a_3 T^3 \quad (2.1.4)$$

然后对焓方程求微分, 并除以质量 m , 即得到定压真比热容:

$$C_p = d\Delta H / dT = a_1 + 2a_2 T + 3a_3 T^2 \quad (2.1.5)$$

3. 中温比热容测定仪结构

3.1. 外部结构

中温比热容测定仪结构主要由主机、恒温水浴、试样支架和计算机系统组成。

(1) 主机结构

比热容测定仪的主机结构如图 3-1 所示，在图中显示了仪器整体、仪器的前后面板结构。

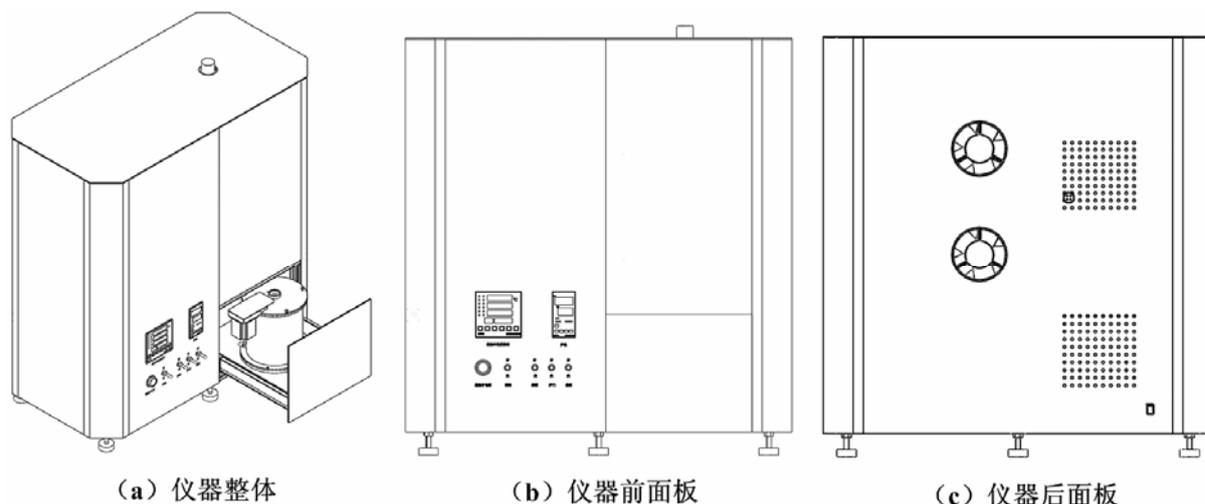


图 3-1 中温比热容测定仪外形结构

中温比热容测定仪主机采用了整体结构设计，加热炉固定在主机内，通过主机顶部的加热炉炉口放入被测试样，通过主机右下角的抽屉式推拉装置将量热计推进或拉出用来完成取出试样和量热计温度人工干预等操作。

主机的前面板包括了量热计温度控制器、加热炉温度控制器、量热计电源开关和多个落样阀门控制开关。

主机的后面板包括了主机电源开关、试样熔断器接口、风扇口和通气孔。

(2) 恒温水浴

恒温水浴为量热计提供恒定的常温环境温度，恒温水浴如图 3-2 所示。

恒温水浴的使用操作基本都在恒温水浴的前面板上进行，前面板上配置有水位显示光柱。恒温水浴必须需要使用蒸馏水或纯净水，以最大限度减少水中杂质对管路的结垢堵塞影响。

恒温水浴前面板上以上下方式装配有两个出水口，上出水口用于多余液体的溢出出口，上出水口始终处于开启状态。下出水口为排水出口，始终处于关闭状态，只有在需要更换水浴中的液体时才打开以便水浴内的



图 3-2 恒温水浴

液体完全排出。

恒温水浴的操作要严格按照恒温水浴的使用说明书进行操作。

(3) 试样支架

试样支架本身也是一个试样下落熔断装置。试样支架主要由四孔瓷管、陶瓷托架和金属固定座构成，如图 3-3 所示。

两根熔断试样悬丝用的金属电极细棒插入陶瓷管中，电极的底部两端弯曲成直角用于缠绕试样悬丝。

用于测量试样温度的一只铠装热电偶也插入四孔陶瓷管中，热电偶的底部要露在陶瓷管外以便于贴在悬挂的试样侧面。



图 3-3 试样支架和熔断装置

3.2. 内部结构

下落式铜卡计比热容测定仪的内部主要结构如图 3-4 所示，主要由四部分组成，分别为加热炉、量热计、控制系统和计算机数据采集和处理系统。

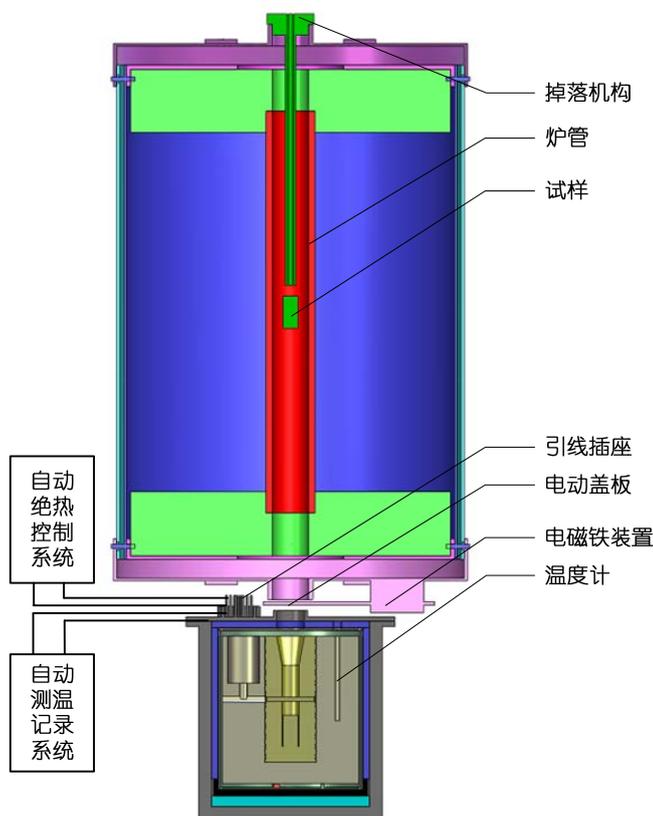


图 3-4 下落式铜卡计比热容测定仪结构示意图

(1) 试样加热炉

见图 3-4 上部。加热炉为典型的管式电阻丝炉，工作温度范围为室温~1200℃，工作电压为交流 220V。通过放置在加热炉中的热电偶传感器测量炉温，由温度控制器对炉温进行控制。试样用一细金属丝（ $\phi 0.05mm$ ）悬挂在加热炉炉管的中央位置。

加热炉的作用是加热试样到设定温度，并可以实现惰性气体保护。加热炉的结构如图 3-5 所示。

通过加热炉顶部的吊装孔 3 由悬挂装置把试样悬挂在加热炉中央位置。加热炉的长期工作温度范围为室温~1000℃。当试样温度加热恒定后，熔断试样悬丝使试样从落样孔 8 下落到位于加热炉下方的量热计中。为了阻挡加热炉辐射热量到底部的量热计中，在加热炉出样口安装一个由金属衬底陶瓷片构成的电磁铁伸缩活门。为了防止试样在高温下产生氧化，可以向加热炉管内通入流动性惰性保护气体，在加热炉的顶端配置有相应的进气口。

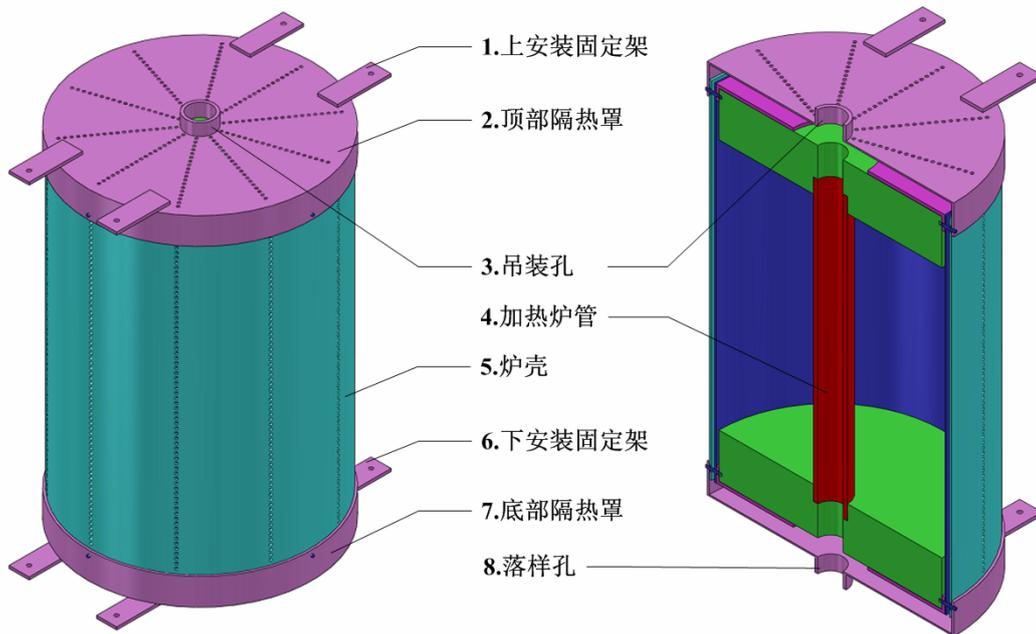


图 3-5 加热炉结构示意图

(2) 绝热铜块量热计

见图 3-4 下部。量热计位于加温炉下方，量热计的进样口与加热炉的出样口对齐。量热铜块为一圆柱体，外面由一层紫铜片绝热屏包围，绝热屏外侧绕制双线无感的漆包锰铜丝。在量热铜块表面和绝热屏内侧之间安装温差探测器，量热计的温度变化是由铂电阻温度计测量。试样井外侧加工成梯形螺纹，埋置漆包锰铜丝，作为定标用小电炉。量热计内所有测试控制讯号输出到自动绝热控制系统和自动测温记录系统。为了减少试样在掉入试样井后从轴向向上辐射的热损失，在量热铜块内装一弹簧活门，平时活门关闭，当试样掉落时打开活门，掉落后关闭，轴向热辐射就被活门挡住。

(3) 控制系统

控制系统包括两部分内容，一部分为量热计自动绝热控制系统，另一部分为加热炉温度控制系统。

量热计自动绝热控制系统主要用于控制量热计实现绝热边界条件。试样从加热炉掉入量热铜块后，热量迅速传给铜块，量热铜块温度升高，它与周围环境之间形成一温差，量热计自动绝热控制系统探测到此温差后，控制系统自动对量热计外侧绝热屏进行加热。

在初期，试样未掉入量热计之前，铜块和绝热屏之间无温差，温差讯号为零。当试样

掉入量热计后，开始释放大量热量，铜块和绝热屏之间的温度平衡被打破，有了温差，输出的温差讯号立即推动自动绝热控制系统，使可控硅执行器输出能量给绝热屏上的小电炉，经过几次振荡后，绝热屏与铜块之间又取得温度平衡，一直到末期始终保持两者之间没有温差。

加热炉温度控制系统主要用于控制加热炉温度按照设定温度进行恒定。加热炉温度由安装在均热管外壁上的热电偶进行测量，温度控制系统根据热电偶传感器的测量值进行温度控制并达到设定温度。由于采用了透明均热管以及均热管内相对封闭，这种独特的设计可以将均温区温度提高，最高可以高于炉温 50~70℃，由此既可以保证均温区的长度，又可以提高试样加热温度并对加热炉起到一定的保护作用。

(4) 计算机数据采集和处理系统

量热铜块的温度变化用铂电阻温度计进行测量，铂电阻温度计与另外三个已知电阻组成电桥，把电阻变化讯号转换成电压变化讯号，经直流放大后由数字电压表显示，打印机自动打印。

4. 中温比热容测定仪软件说明

中温比热容测定仪的控制软件主要是负责进行数据采集和数据处理功能，并不对比热容测定仪进行具体的操控，即比热容测定仪可以完全脱离计算机进行工作，由人工方式进行数据记录和测量结果处理。这主要是为了避免比热容测定仪长期工作中计算机突然死机所带来的影响，尽管这种情况是小概率事件。

中温比热容测定仪的软件界面如图 4-1 所示。

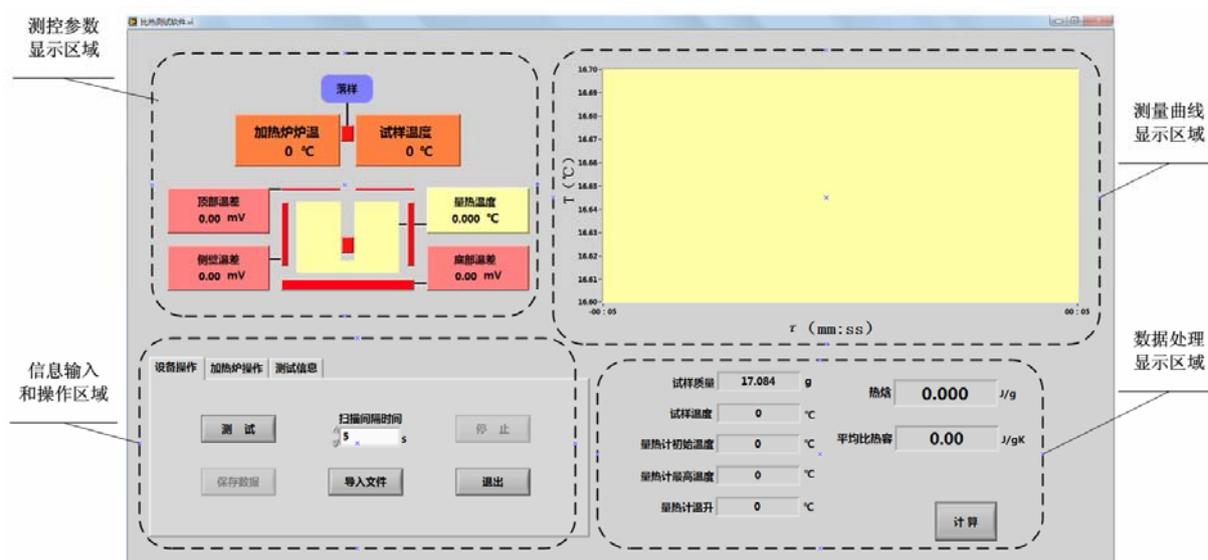


图 4-1 比热容测定仪软件起始界面

比热容测定仪软件采用单一界面以便于使用，整个界面分为四个区域，分别为测控参数显示区域、信息输入和操作区域、测量曲线显示区域、数据处理显示区域。

4.1. 测控参数显示区域

软件界面中的测控参数显示区域如图 4-2 所示，此区域内显示了除了试样重量外的所有测试所需参数。此区域内的所有内容均不能更改。

(1) 加热炉炉温

显示了加热炉中控制热电偶测量的加热炉炉管温度的数值，即前面板上炉温控制器上

显示器顶部所显示的温度值。

(2) 试样温度

显示了安装在试样架上铠装 K 型热电偶测量试样温度的数值。因为试样架上的热电偶测温端贴在被测试样上，此温度数值代表了试样温度。

(3) 量热计温度：

显示铂电阻测量量热计温度的数值。

(4) 温差

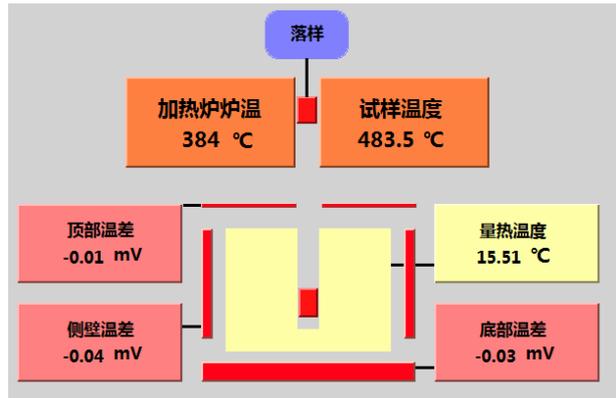


图 4-2 软件测控参数显示区域

在测控参数显示区域有三个温差指示，分别表示量热计顶部与顶部绝热装置之间的“顶部温差”、量热计侧壁与侧壁绝热装置之间的“侧壁温差”和量热计底部与底部绝热装置之间的“底部温差”。其中“侧壁温差”作为主控，控制侧壁绝热装置与量热计侧壁之间的温差变化，而“顶部温差”和“底部温差”作为从控，则是跟踪控制侧壁绝热装置之间的温差变化。

试样落入量热计中会引起量热计温度突变，侧壁绝热装置的温度变化会在落样初期的几秒钟内滞后于量热计温度，“侧壁温差”往往表现出较大的波动，但随后会跟踪上量热计温度，温差波动变小。而“底部温差”和“顶部温差”则自始至终会很好的跟踪着侧壁绝热装置的温度变化，因此它们的温差波动很小。

4.2. 设备操作和信息输入区域

采用活页夹将设备操作和信息输入区域分为三个设备操作、加热炉操作和测试信息三个功能区域。

4.2.1. 设备操作功能区

如图 4-3 所示，设备操作功能区包括了测试中最常用的功能按钮，分别描述如下：

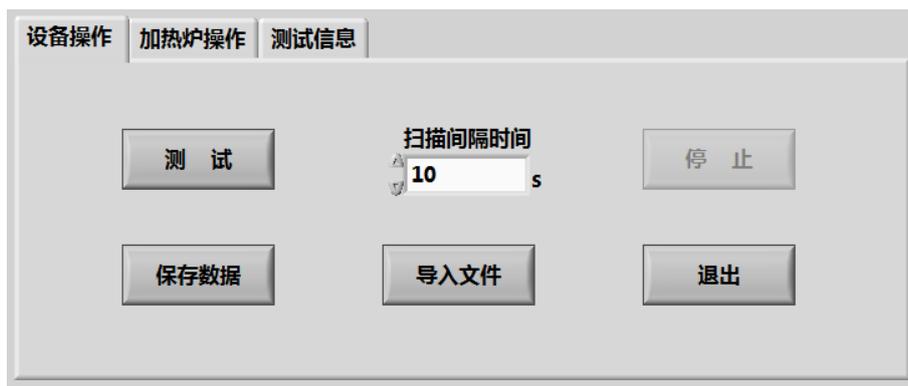


图 4-3 软件中设备操作区界面

(1) “测试”按钮

“测试”按钮的功能是命令计算机开始进行循环数据采集和采集数据的显示。

点击“测试”按钮后，计算机将按照设定的“扫描间隔时间”对“测控参数显示区域”内所有参数进行循环数据采集，并将采集到的数据显示在“测控参数显示区域”内相应的数据框内，同时以采集时间为横坐标、“量热温度”数值为纵坐标，将“量热温度”数据

点显示在“测量曲线显示区域”内。由此循环采集和显示，可以在屏幕上观察整个测试过程的变化情况。在点击“测试”按钮后，软件会将第一次采集到的“试样温度”和“量热温度”作为初值显示在“数据处理显示区域”内的“试样温度”和“量热计初始温度”数据框内用于测量结果计算。

在点击“测试”按钮后，除了“停止”按钮外，“设备操作”功能区内的所有其它按钮将处于无效状态，如图 4-4 所示，其它按钮处于灰色状态，以此避免按钮误操作。



图 4-4 测试过程中设备操作区域的按钮状态

(2) “扫描时间间隔”数据框

“扫描时间间隔”数据框的功能是为测试过程中的循环扫描测量设定时间间隔。

在点击“测试”按钮进行测量前，要设定好扫描时间间隔。时间间隔只能是正整数，可以通过数据框前的上下箭头进行调节。

时间间隔的单位为“秒”，一般常用的时间间隔范围为 2 秒~60 秒，视具体操作情况而定。在量热计温度恒定开始进行落样测试时，时间间隔较小，需要快速测量出量热计温度随时间的变化，这时的时间间隔设置为 2 秒即可。而在观察量热计温度和加热炉温度是否稳定过程中，时间间隔可以设置的较大，如 30 秒。也可以在任何情况下都采用 2 秒钟的时间间隔。

(3) “停止”按钮

“停止”按钮的功能是停止数据循环采集和显示，并对采集的数据进行处理和显示。

点击“停止”按钮后，计算机会对采集到的数据进行自动处理，不论采集到的数据多少和大小，计算机都会根据采集到的量热计温度随时间变化曲线选取最大值和最小值。最大值和最小值分别用两条水平线在“测量曲线显示区域”内显示，同时将最大值和最小值分别赋值到“测量曲线显示区域”内的“量热计初始温度”和“量热计最高温度”数据框内。然后根据“测量曲线显示区域”内的各个数据框数值自动计算出热焓和平均比热容并赋值给“热焓”和“平均比热容”数据框。

点击“停止”按钮后，“设备操作”功能区内的所有其它按钮将恢复到如图 4-3 所示的有效状态，而“停止”按钮本身则处于无效状态。

(4) “保存数据”按钮

“保存数据”按钮的功能是将所有测试参数和数据存储到指定的文本文件名内。

点击“保存数据”按钮后，屏幕上会出现如图 4-5 所示的存储测试数据窗口。选择指定的路径，并在文件名数据框内输入指定的文件名，计算机会将“测试信息”操作功能区、“数据处理显示区域”和“测量曲线显示区域”内的所有参数数据，按照标准文本格式存储在指定文件名内。

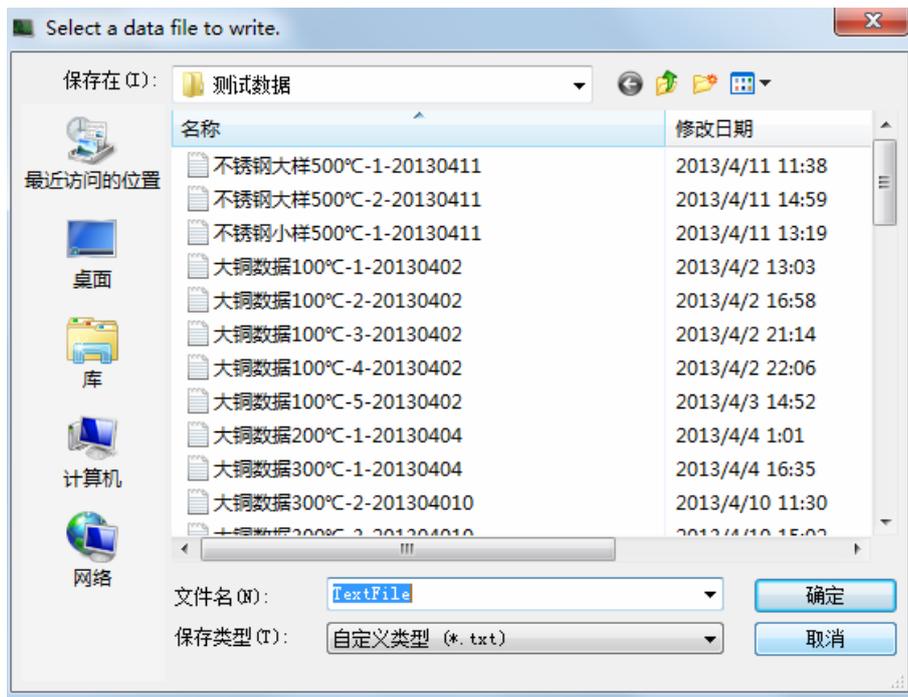


图 4-5 存储测试数据界面

(5) “导入文件” 按钮

“导入文件”按钮的功能是提取指定的测试数据文件并显示在相应的“测试信息”操作功能区、“数据处理显示区域”和“测量曲线显示区域”内。

点击“导入文件”按钮后，屏幕上会出现如图 4-6 所示的导入测试数据窗口。选择所需要导入的文件名，计算机将数据文件内的所有信息分别在“测试信息”操作功能区、“数据处理显示区域”和“测量曲线显示区域”内显示出来。

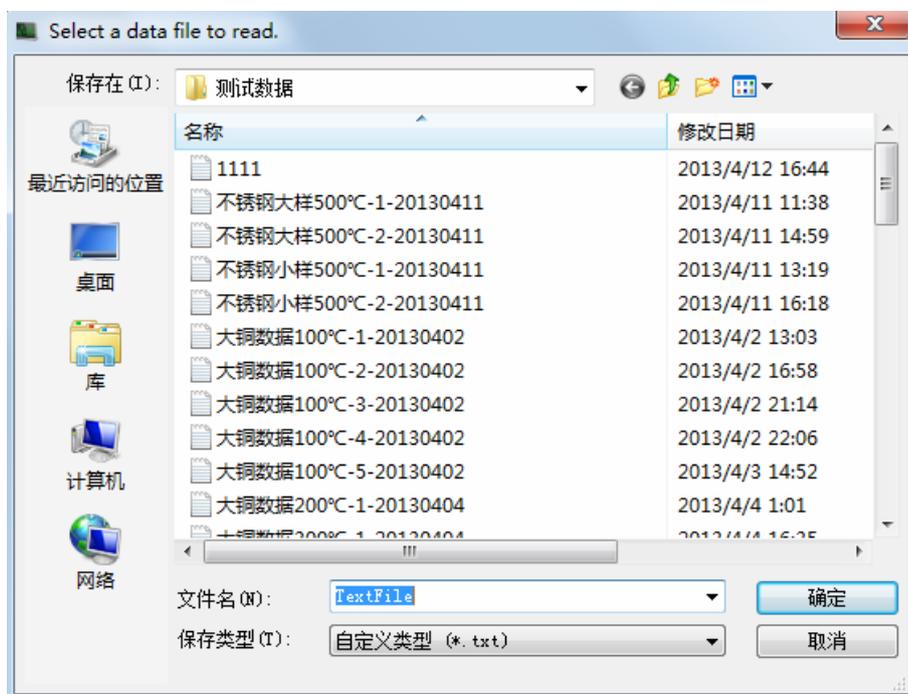


图 4-6 提取测试文件窗口界面

(6) “退出” 按钮

“退出”按钮的功能是退出整个比热容测试软件，同时将加热炉炉温控制器的设定点

温度设定为“0℃”。

点击“退出”按钮后，屏幕上会出现如图 4-7 所示的提示窗口。选择“确认”将退出软件程序并将炉温设定点设置为“0℃”，选择“取消”将返回到软件初始状态。

由于“退出”按钮会将炉温设定点设置为“0℃”，会改变工作中的炉温温度变化，因此在选择退出时要确认不再进行测试试验。

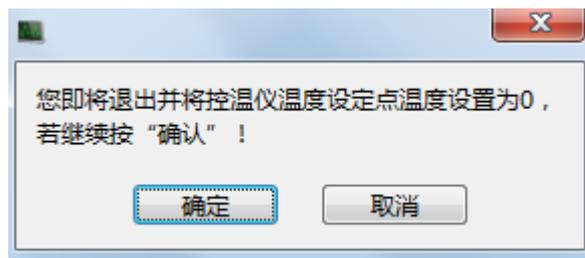


图 4-7 软件退出提示框

4.2.2. 加热炉操作功能区

加热炉操作功能区主要是用于设定加热炉设定温度值，并显示加热炉炉温随时间的变化情况。

点击设备操作和信息输入区域内的“加热炉操作”活页夹进入如图 4-8 所示的加热炉操作功能区界面。



图 4-8 软件中加热炉操作功能区界面

加热炉操作窗口界面有两个功能：

(1) 一个功能是在“炉温设定/℃”数据框中输入要求加热炉达到的加热温度设定点，然后点击设定，输入的设定点温度就会自动传给前面板上的炉温控制器，炉温控制器按照此设定点进行加热炉的温度控制。炉温设定框中只能输入正整数数字，范围为 0~1000 之间的任意一个正整数，如果输入的数字超过 1000，屏幕上将显示出提示界面，提示输入错误。

(2) 另外一个功能是在按下“测试”按钮的循环测试过程中，每隔 2 分钟实时显示试样温度随时间的变化情况。在实际测量过程中，加热炉的温度一般会比试样温度低，加热炉温度也比试样温度很快的达到恒定，通过此试样温度实时列表，可以监视样品温度是否达到恒定。

4.2.3. 测试信息操作功能区

测试信息操作功能区主要是显示和输入试样比热容测试中需要配套的测试信息和样品信息。

点击设备操作和信息输入区域内的“测试信息”活页夹进入如图 4-9 所示的测试信息操作功能区界面。

在测试信息操作功能区界面上包含了 6 个测试信息条目，由于不同用户对测试信息有不同的要求，因此所有信息条目都可以按照用户要求自行设定。在计算机 C 盘的根目录中

有一个文本文件“测试信息.txt”，按照用户自己的要求更改此文件中的内容，就可以自行设定测试信息条目。

设备操作	加热炉操作	测试信息
送样单位:	备注1	
1	4	
材料名称	备注2	
2	5	
测试序号	备注3	
3	6	

图 4-9 软件中测试信息操作功能区界面

在计算机硬盘 C 的根目录下，设置了一个“测试信息文件.txt”文本文件，用户可以根据需要自行设计测试信息的内容。

按照软件中测试信息的布局，在“测试信息文件.txt”中只能有 6 行文字，每一行对应着相关的条目。

需要注意的是：每次更改“测试信息.txt”后，都需要重新启动测试软件，测试信息文件中的条目才会更改到测试信息操作功能区上。

4.3. 测量曲线显示区域

测试曲线显示区域的主要功能是显示量热计温度随时间的变化情况，并显示出测量结束后量热计整个温度变化过程中的最高温度和最低温度。

典型的测试曲线显示如图 4-10 所示，其中横坐标为时间，纵坐标为摄氏度。图中的红线是由各个时刻时的量热计温度点构成的量热计温度随时间变化曲线。两根蓝色水平横线表示量热计的最高温度和最低温度。

在每次量热计温度测量和显示时，起始横坐标都为零时刻，温度值纵坐标会随着测量值的变化自动变化。同时，随着测量时间的延续，时间横坐标也会自动延长，从而始终让温度变化曲线处于显示区域的中央位置和满窗口显示。

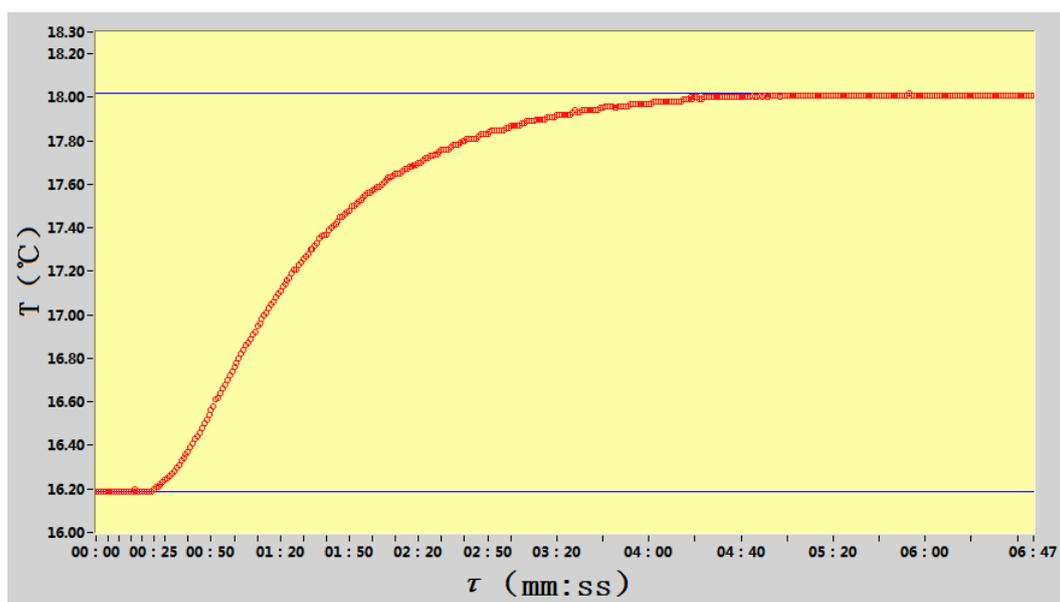


图 4-10 量热计温度随时间变化显示界面

4.4. 数据处理显示区域

数据处理显示区域的主要功能是显示测量和数据处理结果。

试样质量	38.992	g	热焓	119.28	J/g
试样温度	487.1	°C	平均比热容	0.42	J/gK
量热计初始温度	15.45	°C			
量热计最高温度	18.02	°C			
量热计温升	1.83	°C			

计算

图 4-11 测试结果数据处理显示界面

数据处理显示区域如图 4-11 所示，其中显示了计算试样比热容需要的所有测试相关参数。在软件的具体使用过程中，数据处理显示区域可以按照以下两种不同的试验情况进行使用：

(1) 测量结果的自动显示

在每次进行测试前，以及在测试过程中，一定要首先在“试样质量”数据框内填上用天平测量获得的试样质量。那么在试样下落测试结束点击“设备操作”功能区内的“停止”按钮时，软件程序会根据采集的数据并结合输入的“试样质量”进行自动计算，并把计算结果自动赋值给以上数值处理显示区域内的各个参数数据框内。

当点击“设备操作”功能区内的“导入文件”按钮时，会到导入所选择的测试文件，在导入测试文件数据过程中，也会把导入文件中的相应数据自动显示在以上数值处理显示区域内的各个参数数据框内。

(2) 测量结果的手动计算

在图 4-11 所示的数据处理显示区域内，“量热计温升”、“热焓”和“平均比热容”数据框不可以进行人工更改，只能显示数据，而其它区域内的数据框则可以人工输入相应数据，这项功能的目的是为了进行测试结果的手动计算。在这些可人工更改数据的数据框内输入相应的数据，点击“计算”按钮，就可以根据输入的数据计算出相应的结果并进行显示。

需要注意的是，在软件程序运行的任何时刻，都可以进行这项手动计算。

5. 比热容测试步骤

5.1. 实验室基本要求

实验室内配置空调以避免夏天实验室内湿度太大造成量热计内部产生冷凝水现象。配置水银温度计检测实验室内温度，并在每日开机前读取室内温度值。

5.2. 试样准备

比热容测定仪可以测量除去液体和气体之外的绝大多数材料，被测试样的一般形状和尺寸如图 5-1 所示，一般被测试样准备的原则为：

(1) 试样的基本形状为圆柱状，也可以是其它形式的柱状试样，只要便于悬挂和下

落到量热计中即可。

(2) 试样的大小和重量，可根据试样的密度和测试温度来确定，只要能便于下落和尽可能多的放出热量（或吸收热量）即可。如对于低密度材料，需尽可能加工成较大试样以增大试样重量便于试样下落。在 500°C 以下的测试温度内，试样尽可能的大，以增大试样吸收和放出的热量有利于保证测量精度。此比热容测定仪允许的最大试样尺寸为 $\phi 14\text{mm}\times 40\text{mm}$ ，常用的试样尺寸为 $\phi 14\text{mm}\times 30\text{mm}$ 。在超过 500°C 的测试温度下，可以将试样尺寸降低到 $\phi 14\text{mm}\times 20\text{mm}$ 。总之，试样尺寸的确定要兼顾试样重量和测试温度。

(3) 比热容试样也可以是薄片、粉末、纤维和膏状材料。对于薄片或板材材料，可以采用多个薄片叠加困扎成型方法制成试样；对于板材材料，也可叠加起来加工，并用相同材料做成的圆棒贯穿固定，如图 5-1 所示。而对于粉状、纤维和膏状等难成型的材料，可用厚度为 0.05mm 金属(铜)箔或其它合适材料作成薄壁试样盒，将试样装入盒内进行测试。

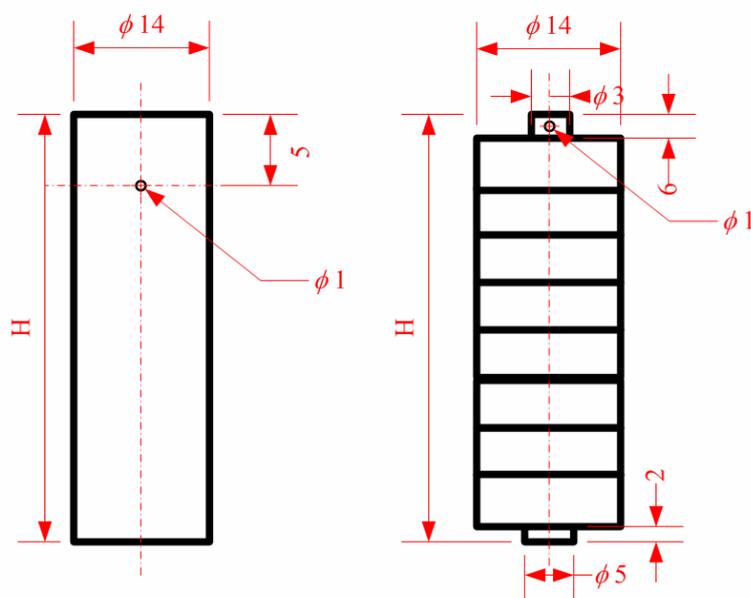


图 5-1 一般试样形状和尺寸示意图

(4) 试样数量根据所测材料及所测温度点来决定，单个温度点的测量不应少于三个试样。

5.3. 测试设备准备

5.3.1. 开启恒温水浴

恒温水浴的操作面板如图 5-2 所示。在恒温水浴的前面板上配置有水位显示光柱，打开“注水口”盖子，可以将蒸馏水注入到水浴中，注水水位不要超过水位光柱内显示的最大水位区域，否则液体会从“溢水口”流出。恒温水浴必须需要使用蒸馏水或纯净水，以最大限度减少水中杂质对管路的结垢堵塞影响。

在使用一段时间后（一年）如需要更换水浴中的液体，可以拧开“排水口”螺母将水浴中的液体排出，然后用蒸馏水从“注水口”内注入对水浴内部腔体进行清洗，清洗 3 遍后，拧上“排水口”螺母，并将蒸馏水注入到合适的水位，最后盖上“注水口”盖子。

使用恒温水浴时，先开启前面板右下角的“电源开关”，这时“显示屏”和“水位显示柱”会分别显示出水浴的温度值和液位高度。然后按下“启动开关”，水浴启动开始对量热计进行循环冷却，“工作状态指示灯”中的 Pump 指示灯发亮，同时水浴会按照以往的温度设定点开始对水浴内的液体进行温度控制。



图 5-2 恒温水浴面板图和说明

如果“显示屏”上的温度值高于设定温度，Cooling 指示灯闪亮表示制冷机开始工作以对水浴液体进行降温控制；如果“显示屏”上的温度值低于设定温度，Heating 指示灯闪亮表示加热器开始工作以对水浴液体进行加热控制。由此通过冷热两种方式使得水浴温度始终恒定在设定温度点上。

在正常状态下，“显示屏”上显示的是水浴内的液体温度。如果按下“温度设置按钮”，“显示屏”上将显示出水浴的设定温度值，松开“温度设置按钮”，“显示屏”将恢复显示水浴温度。

为了修改水浴的设定温度，可以在按下“温度设置按钮”的同时，调节“上下箭头”，就可以改变水浴的设定温度值，松开“温度设置按钮”后，恒温水浴会自动按照设定值对液体进行温度控制。

在进行比热容测试前，要先根据室内温度对水浴的温度设定点进行设置，即将水浴的温度设定点设置为实验室的环境温度。

5.3.2. 比热容测定仪开机

开启比热容测定仪后面板右下角的电源开关，电源开关开启后，测定仪前面板上的炉温控制器开启并处于待机状态。

按下比热容测定仪前面板左下角的“量热计电源”按钮开关，量热计控制器启动并开始工作。除非所有试验结束后关机，量热计控制器基本上始终处于工作状态。

需要注意的是：后面板上的“电源开关”和前面板左下角上的“量热计电源”按钮，并没有设计成开关指示灯的形式。只要开启这两个开关，加热炉控制器和量热计温度控制器就处于开启状态，两块仪表上的显示屏都处于显示状态，由这两块仪表的显示来代表开关的状态。

5.3.3. 试样称重和装载

在恒温水浴开启后，恒温水浴需要一段时间来使量热计温度达到恒定，在此温度恒定过程中，可以安排试样的称重和装载。

用千分之一克精度的天平称量试样重量，称量三次取平均值作为试样的质量。

将试样架直立放置在比热容测定仪顶部的固定支架上，也可以水平放置在工作台面上。先用 0.05mm 的细金属丝在两根弯曲的金属熔断电机上缠绕出一层包裹层，如图 5-3 中的左图所示，由此来增加后续试样悬挂丝缠绕时的摩擦阻力。

从 0.05mm 粗的细金属丝线轴上抽出一段金属丝作为试样悬挂丝，将此段金属丝缠绕在其中一根已有包裹层的熔断电极上，然后剪取相应长度的细金属丝，并将剪取端穿过试样中央的小孔，或穿过其它形式的试样吊装环，同时摆放试样的顶端位置高于测温热电偶端头，再把穿过试样小孔的细金属丝缠绕在另一根已有包裹层的熔断电极上，由此就完成了试样的缠绕悬挂。



图 5-3 试样加载前后状态

每一根试样悬丝缠绕完成后，都要稍微用力拉动以检验悬丝是否缠绕牢固。同时，为了便于缠绕操作，可以用尖嘴弯头镊子进行操作。悬丝缠绕完成后，还需要用剪刀剪掉多余的细丝线头，并用手调整试样位置和热电偶位置，使试样侧面与热电偶测温端头接触的同时，试样处于直立位置而不发生倾斜。

试样装载完成后，将装载有试样的试样架从仪器顶部的加热炉端口放入加热炉内。

5.3.4. 计算机开机和软件运行

开启计算机进入计算机主界面后，运行“比热容测试软件”进入比热容测试软件界面，如图 5-4 所示。

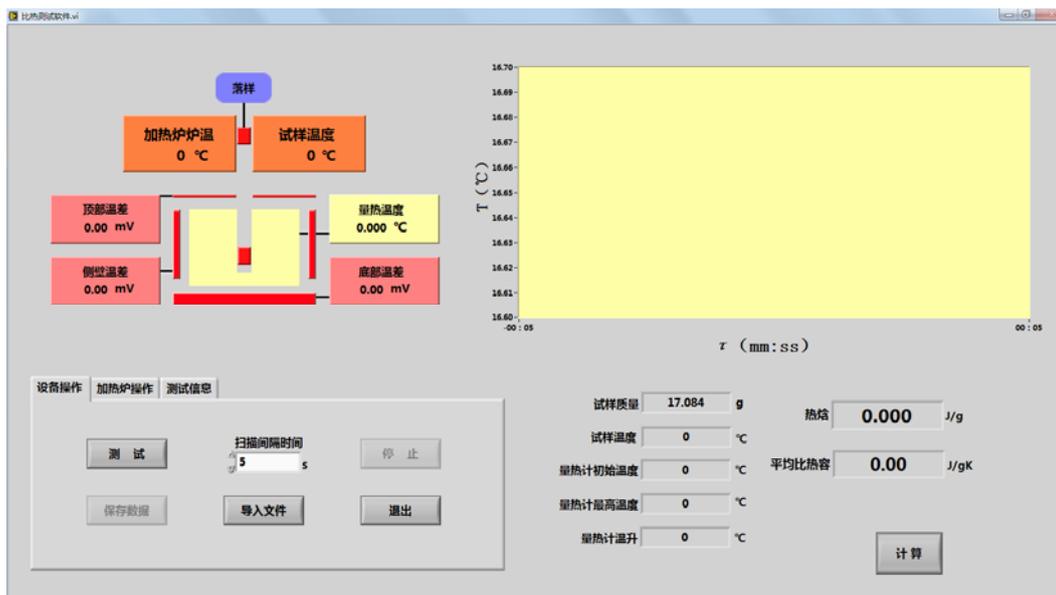


图 5-4 比热容测定仪软件起始界面

5.3.5. 加热炉加热

进入主界面后，点击“加热炉操作”活页夹，在“炉温设定/℃”数据框内输入需要进行测试的温度设定值，并点击“设定”按钮，输入的设定值将传输给炉温控制器，炉温控制器将按照设定点对加热炉进行定点温度控制。

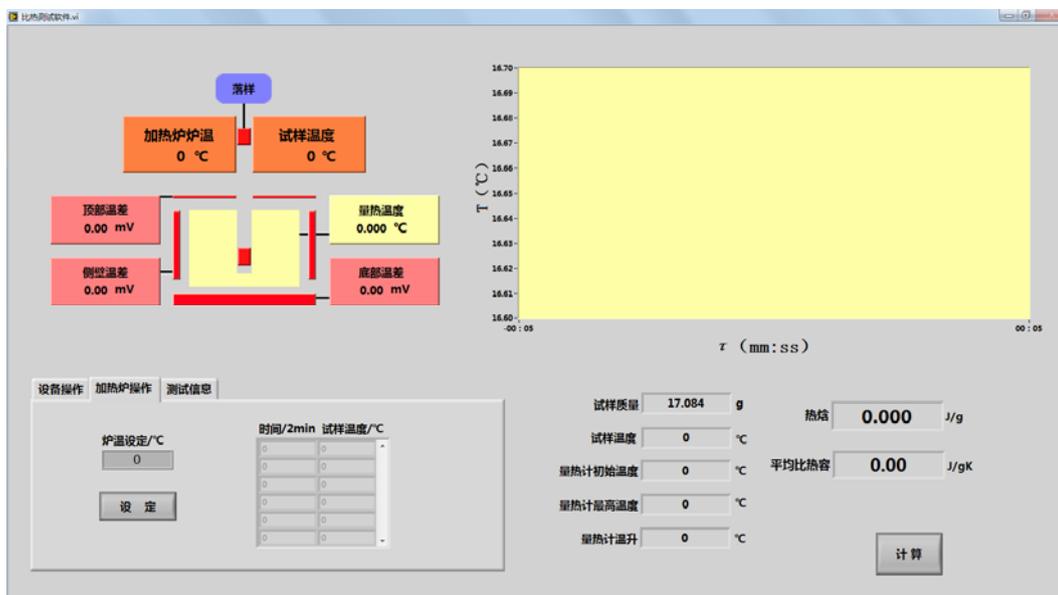


图 5-5 加热炉炉温控制设定操作界面

需要注意的是：设定值只能是小于 1000 的正整数，否则会提示输入错误。

5.3.6. 量热计温度的人工调整

量热计的温度稳定条件为 5 分钟内变化小于 $\pm 0.01^\circ\text{C}$ 。

当恒温水浴给量热计提供恒定的环境温度时，一般情况下，在开机后，量热计温差控制器会自动控制量热计达到温度恒定，但有时还是会出现量热计温度与恒温水浴环境温度相差较大，判断量热计温度控制器无法进行自动控制使得量热计温度快速达到恒定的情况，采用以下两种方法：

(1) 量热计温度稳定的软件测量判断

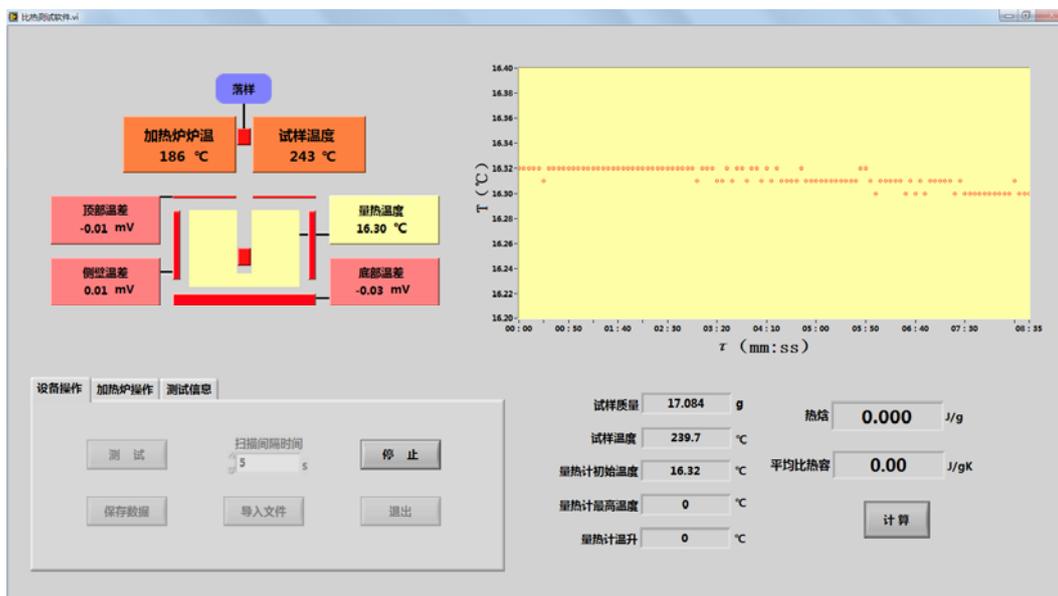


图 5-6 量热计温度循环测量界面

点击软件界面中的“设备操作”活页夹，设定“扫描间隔时间”为 5-30 之间的整数，然后点击“测试”按钮，软件开始按照设定的间隔时间对量热计温度进行循环采集和显示，如图 5-6 所示。通过采集到的数据图形来判断量热计温度是否达到 5 分钟内变化小于 ± 0.01 $^{\circ}\text{C}$ 。

(2) 侧壁温差波动性的判断

在前一项条件满足的情况下，还需要观察量热计温度控制器显示屏中间一行所代表的量热计“侧壁温差”的变化情况，也可以采用图 5-6 所示的软件操作方式观察测量界面上的“侧壁温差”变化情况。

量热计的温度稳定条件，必须是“侧壁温差”显示出的数据在“0”上下进行正负波动，这表明量热计的护热处于正常工作状态。

如果“侧壁温差”随时间变化只显示为正值，表明护热跟踪温度比量热计温度高；如果“侧壁温差”随时间变化只显示为负值，表明护热跟踪温度比量热计温度低。这两种情况都表示量热计处于非平衡状态，这也是要进行量热计人工干预和调整的主要原因。

在以下三种情况下会出现量热计温度无法控制、不能快速达到温度恒定、出现上述“侧壁温差”单向缓慢变化的情况：

(1) 如果很久未开机，量热计温度与室温基本相同，则量热计温度基本不用人工干预调整，量热计控制器会自动控制量热计达到温度恒定。如果比热容测定仪一昼夜停机后再开机工作，量热计温度一般会略高于室温，恒温水浴设定为室温后开始工作，则会出现“侧壁温差”总是负值，而且向“0”温差方向变化缓慢，这时就需要进行人工干预，降低量热计温度，使得“侧壁温差”快速实现在“0”温差处波动。

(2) 在完成试样下落测试后，即完成了一个试样比热容的测试后，试样中的热量传递给了量热计，使得量热计温度远高于室温（或恒温水浴温度），这时也需要进行人工干预。

以上两种使得“侧壁温差”总是处于负值的情况，表示量热计温度要高于环境温度，这时要对量热计采取人工降温方式，即把液氮中浸泡后的金属试样放入量热计中，同时用测试软件监控量热计的温度下降情况。当量热计温度达到高于室温 0.6°C 左右时，取出冷冻试样并重新浸泡在液氮中以下次使用，量热计温度控制器会全程跟踪控制并最终达到恒定控制。如果采用一次液氮浸泡金属试样还是不能使量热计达到室温温度，还需要进一步降温，那么就再用液氮浸泡后的金属试样进行降温，直到温度降到要求为止。这种情形常发生在 600°C 以上比热容测试后。

(3) 有时可能会出现量热计温度比环境温度低的情况，如用液氮浸泡金属试样未及时从量热计中取出而造成对量热计进行了过度降温，此时“侧壁温差”总是处于正值状态，并非常缓慢的向“0”温差方向变化。这种情况就需要将量热计温度升高，可以采用带加热功能的电吹风向量热计吹热风，并同时观察“侧壁温差”的变化，“侧壁温差”数值会逐渐减小并靠近“0”。当“侧壁温差”靠近“0”小于 0.2mV 时，停止吹风，然后由量热计温差控制器来自动进行控制。

5.4. 测试过程

完成以上测试准备工作后，就可以按照以下步骤进行测试。

5.4.1. 观测量热计和试样温度是否稳定

点击软件界面中“设备操作”文件夹，设定“扫描间隔时间”为 2 秒，然后点击“测量”按钮，使软件开始循环测量各个试验参数，同时观察相应的试样温度变化和量热计温度变化情况。

量热计温度的变化情况通过如图 5-7 所示的数据点在图形中的变化，量热计温度 5 分钟内变化小于 $\pm 0.01^{\circ}\text{C}$ 即表示达到了稳定。

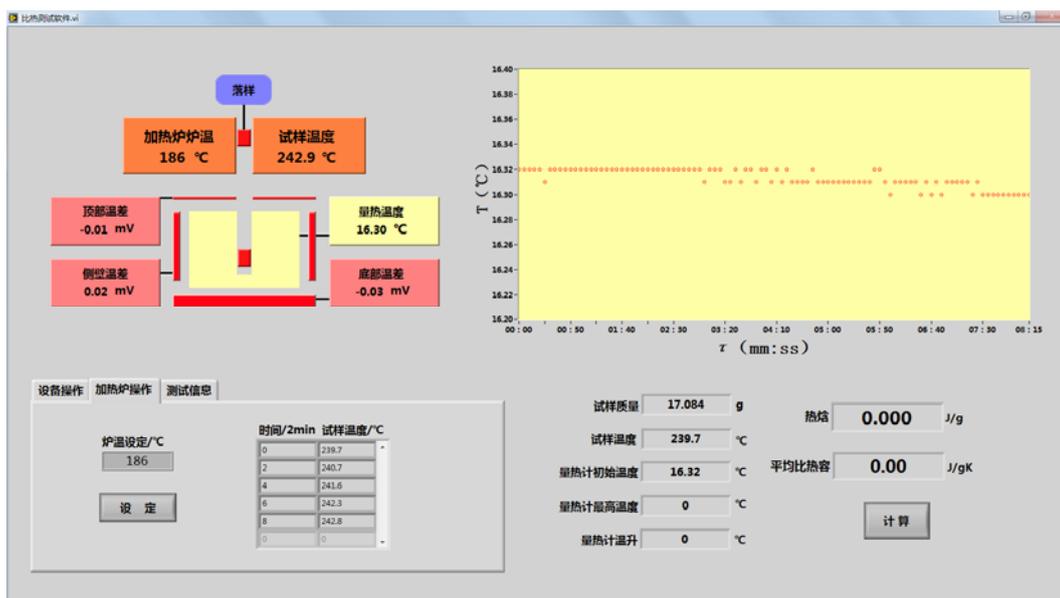


图 5-7 量热计温度变化曲线界面

在观测量热计温度变化的同时，点击“加热炉操作”文件夹，可以通过如图 5-8 所示的试样温度变化列表来观察试样温度是否达到稳定。当试样温度 10 分钟内变化小于 0.5°C 即表示试样温度达到了稳定。

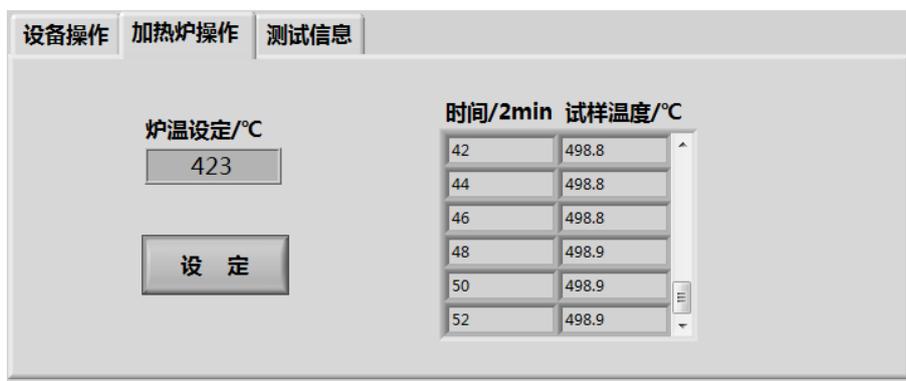


图 5-8 软件中加热炉操作功能区界面

5.4.2. 试验参数输入

在观测量热计温度和试样温度变化过程中，点击“测试信息”活页夹显示出如图 5-9 所示的试验参数输入界面。在相应的数据框内输入相应的试验信息。

另外，还需要在软件界面“数据处理显示区域”内的“试样质量”数据框内输入试样的质量数值。如果忘了输入试样质量就开始进行落样测试，结束测试后自动获得的测量结果肯定不正确。此时，可以将“试样质量”数据框内修改正确，并点击“计算”按钮进行重新计算，就可以获得正确的测量结果。

测试信息输入需要注意以下两点：

(1) 软件启动运行后，试验信息框内都是默认的数字序号。在输入试验信息后，只要不点击“退出”按钮退出软件程序，试验信息将始终显示在相应的数据框内，这样可以在进行不同试样测试过程中，避免每次重复输入相同的试验信息内容。

(2) 所有输入的试验信息，只有在进行“保存数据”操作后，输入的试验信息将会

存入设定的数据文件中。

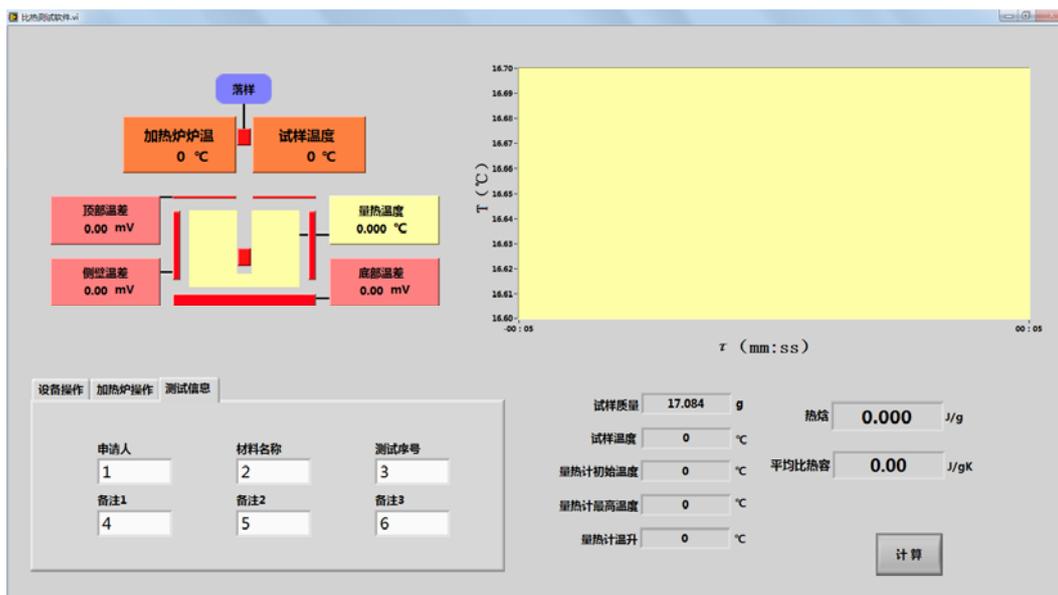


图 5-9 测试信息输入界面

5.4.3. 开始测试

当完成被测试样相关信息的输入，以及试样温度和量热计温度都处于稳定状态后，点击“设备操作”活页夹内“停止”按钮，停止可能在运行的扫描测量程序后，就可以开始进行落样测试。

在“设备操作”活页夹内设定“扫描间隔时间”为 2 秒，点击“设备操作”区域内的“测试”按钮，软件将把试样温度和量热计温度赋值给“数据处理显示区域”内的“试样温度”和“量热计初始温度”数据框内，并同时连续将“量热温度”随时间的变化显示在“测量曲线显示区域”上，如图 5-10 所示。

需要注意的是：在点击“测试”后，“设备操作”功能区内的除“停止”按钮外，其它按钮都处于无效状态，以避免在测量过程中发生误操作，只有点击“停止”按钮后，这些按钮才能重新恢复。

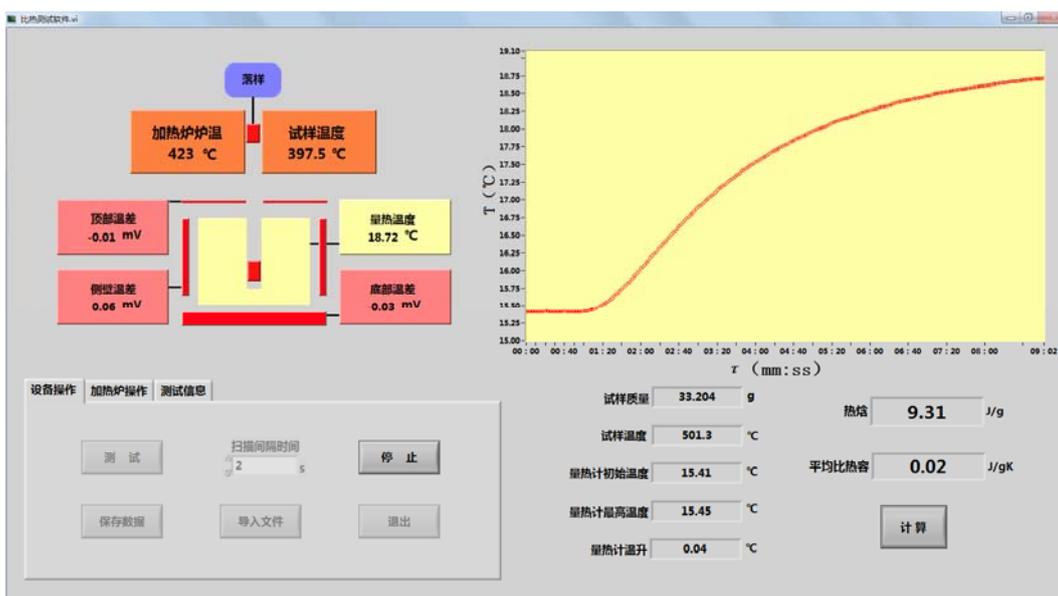


图 5-10 试样下落后的软件测试界面

5.4.4. 落样

在点击“测量”开始循环测量大约 20 秒后，获得了量热计的初始温度点，然后就可以开始进行落样测试。

如图 5-11 所示为比热容测定仪落样操作面板，面板上安排了四个拨动开关用于试样的下落，这四个拨动开关在不进行下落试验时应始终处于常闭状态，这点在操作中一定要注意。



图 5-11 比热容测定仪操作面板

试样下落时，先后快速向上拨动“盖板”和“炉门”开关到开的位置并能听到相应的开启声音，然后拨动“熔断”开关到开的位置，这时试样悬丝会被熔断，试样通过加热炉底部炉口和量热计顶部入口掉落到量热计中。

“熔断”开关是一个自动复位开关，撤掉拨动力后“熔断”开关自动回复到关的位置。

试样下落后，快速拨动“炉门”和“盖板”开关到关的位置，这样就完成了试样的熔断下落。

试样掉落到量热计中后，观察“侧壁温差”的变化。如果“侧壁温差”数值在试样下落后几秒钟内快速向负值变动，变动幅度小于 -0.1mV ，说明试样完好的落入了量热计中。如果“侧壁温差”几秒钟后没有变化反应，“侧壁温差”还是在 $\pm 0.1\text{mV}$ 范围内波动，说明试样没有落入量热计中而被量热计盖板阻挡卡住。如果试样未落入量热计中，需根据试样温度的高低等待一段时间，等试样温度降低后再拉动量热计抽屉，取出试样，从新进行悬挂试样和加热试样操作。

在如图 5-11 所示的比热容测定仪落样操作面板上，特别配置了一个可以自动复位的“联动”拨动开关。此开关的作用是一次性的完成上述三个拨动开关的操作，即拨动“联动”开关到开的位置时，量热计盖板和炉门将被打开，并同时试样熔断，听到试样下落到量热计内的声音后，撤掉拨动力，“联动”开关自动复位到关闭状态。需要注意的是，由于不同试样重量不同，使用联动开关可能会发生试样落不到量热计中的情况，联动开关比较适用于较重的金属材料试样下落。

当完成试样下落，试样落入量热计内后，量热计温度会逐渐升高，测试软件界面会记录和显示出相应的温度点构成的变化曲线，如图 5-10 所示的红色曲线。

为了提高测试效率，在落样后检测程序运行的同时，可以将试样架从加热炉顶部取出放置在支撑架上进行自然降温，如图 5-12 所示。当试样架温度降低后，可以进行下一个被测试样的悬挂，并将试样架放入加热炉中。



图 5-12 自然冷却中的试样架

5.4.5. 停止测试和保存测试数据

试样下落后，当量热计温度逐渐升高并达到稳定，即 5 分钟内变化小于 $\pm 0.01^\circ\text{C}$ ，点击“停止”按钮，软件程序会自动进行数据处理和结果显示，将各个测量参数输入到相应数据框内，并在在曲线图形上显示出两条蓝色横线表示量热计的初始温度和最终温度，如图 5-13 所示。

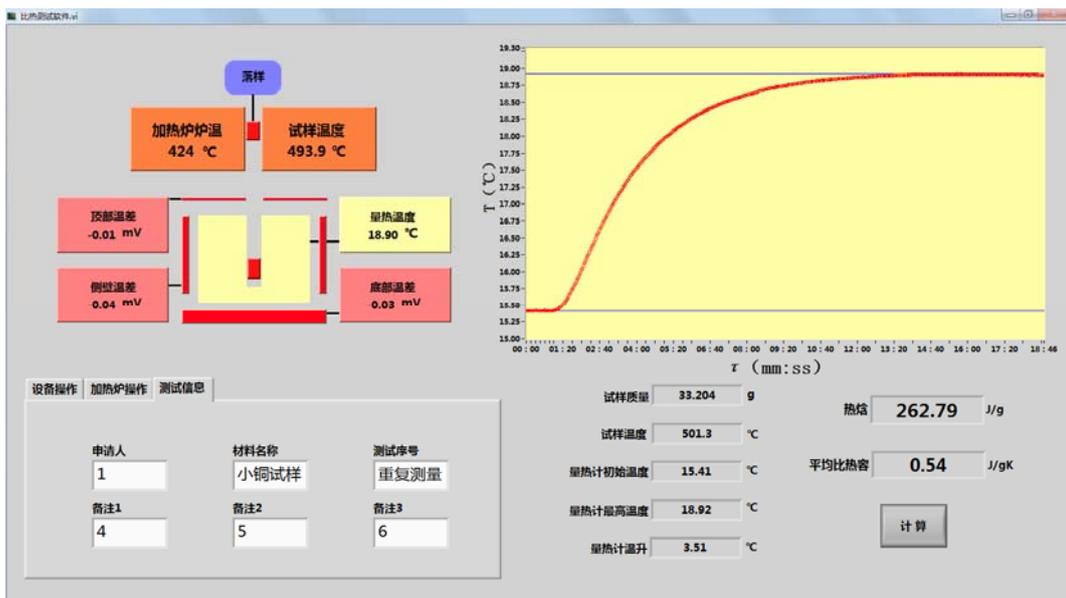


图 5-13 测量停止后的软件界面

停止测试后，检查或输入本次测试的测试信息，点击“设备操作”活页夹内的“保存

数据”按钮，此时屏幕上会出现如图 5-14 所示的文件存储窗口，选择和设定好路径及文件名后，点击“确定”完成测试数据文件保存。

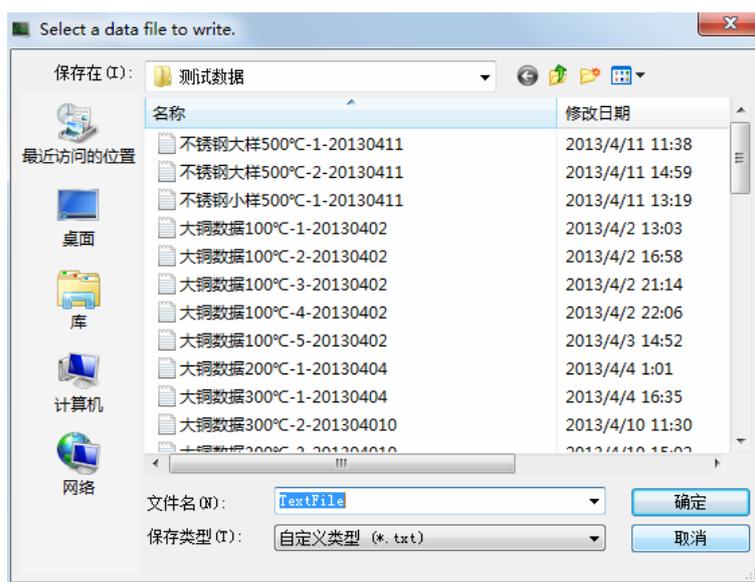


图 5-14 保存数据文件界面

5.4.6. 取出试样

完成测试文件存储后，从前面板拉开量热计抽屉，拨动“盖板”开关到开的位置打开量热计顶部的盖板，然后用一根端头粘贴有双面胶的木质长棒探到量热计内把试样粘连取出。

从量热计中取出试样后，在分析天平上称其质量，精确到 0.001g，以检验试样测试前后的质量变化。正常情况下，试样质量应基本不发生改变。

在测试过程中，因为某些原因，如果想提前终止测试而要提前取出试样，那也要等到量热计温度基本进入稳定阶段后才能取出试样。如果试样热量还未全部传递给量热计，试样还处于高温状态，用胶粘方式根本取不出试样，这是因为高温下胶粘性失效。因此，不建议在试样温度不稳定的情况下提前终止测试取出试样。

5.4.7. 量热计降温

试样取出后，为了进行下一个试样的测试，需要将前面试验引起的量热计温升变化降回到量热计起始温度。量热计的起始温度一般在高于恒温水浴温度 0.2~0.5℃ 范围内。例如恒温水浴温度为 15℃，那么量热计温度可以控制到 15.2~15.5℃ 范围内。

为了快速降低量热计温度，首先从前面板上拉出量热计抽屉，拨动“盖板”开关打开量热计上的电动盖板，将浸泡在液氮罐中的两个铜试样放入量热计落样孔内，然后关闭量热计电动盖板，将量热计抽屉归位。

开启测试功能，点击“设备操作”界面上的“测试”按钮，“扫描间隔时间”可以设定为 2 秒，由此来监控量热计温度降低的整个过程，此时的软件界面如图 5-15 所示。

如果采用液氮温度铜试样不能一次将量热计温度降到要求温度，可以将两个铜试样取出再浸泡在液氮中进行冷却，冷却后再将铜试样放入量热计中进行进一步的冷却量热计，图 5-15 所示的就是一个典型的两次降温后的量热计温度变化曲线，图中显示了量热计温度从 18.23℃ 通过第一次降温后只达到了 16.9℃ 左右，通过第二次降温后达到了 15.36℃，靠近了 15℃ 的恒温水浴温度。

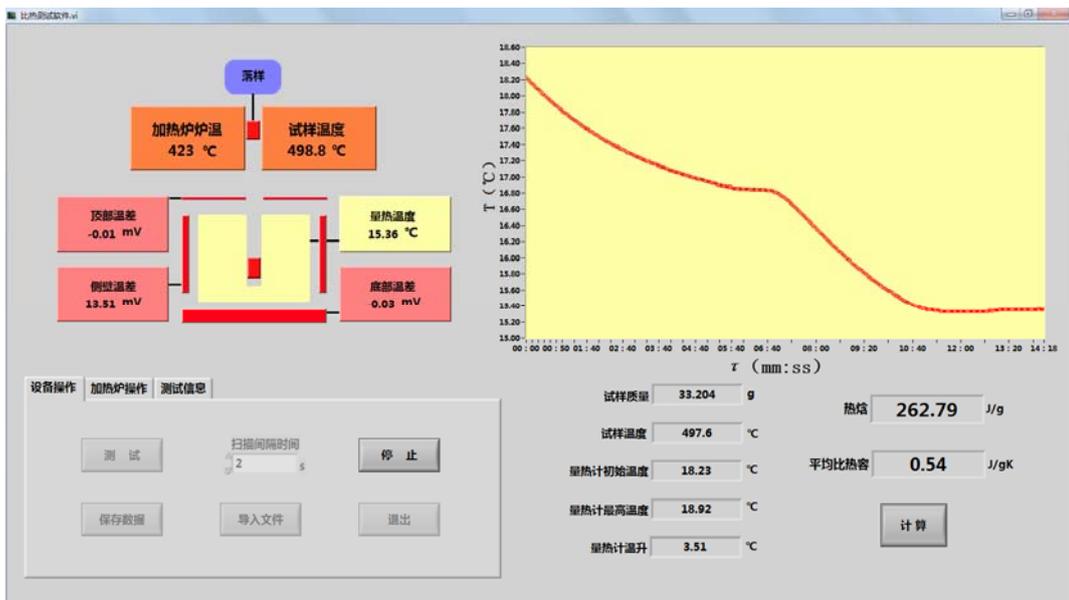


图 5-15 量热计降温过程曲线

当量热计温度降到合适的范围内后，拉开量热计抽屛、拨动“盖板”开关、取出冷却试样，然后用干燥的不易脱落的吸水材料（如纸巾或棉球）缠绕在镊子上探入量热计中进行擦拭，吸收掉低温引起的冷凝水。最后关闭“盖板”并归位量热计抽屛。

5.4.8. 实验数据处理——平均比热容计算

在实际比热容测试过程中，每次试验中试样下落前的温度并不一定完全相同；试样下落到量热计后，量热计达到的最后平衡温度更不会完成相等，那么每次测试都会得到不同平均温度之间的焓值 ΔH_T 和平均比热容 \bar{C}_p 。

为了统一并便于进行比较，一般都会都转化成以 0°C 或 20°C 为参考点的平均比热容。这种规范平均比热容的方法有以下两种：

(1) 测量数据修正方法

首先对至少 5 个不同温度点下测试获得的焓值 ΔH 进行多项式拟合，获得以下形式的 ΔH 随温度变化公式：

$$\Delta H = a_0 + a_1 T + a_2 T^2 + a_3 T^3 \quad (5.4.1)$$

然后对焓方程求微分，并除以试样质量 m ，则得到试样真比热容表达式：

$$C_p = d\Delta H / dT = a_1 + 2a_2 T + 3a_3 T^2 \quad (5.4.2)$$

将公式(5.4.2)获得的真比热容多项式代入下面公式进行积分， T_0 选取 0°C 或 20°C ，由此可以得到统一了起始温度的平均比热容。

$$\bar{C}_p = \frac{1}{(T - T_0)} \int_{T_0}^T C_p dt \quad (5.4.3)$$

(2) 试验方法

采用试验方法统一起始温度的手段就是不管环境温度是多少，在每次测量过程中，都始终设置恒温水浴为 0°C 或 20°C 。一般情况下，量热计都设置为 20°C 。

试验方法可能还是会造成有一点偏差，但带来的误差影响不大，可以忽略不计。

5.5. 关机操作

完成测试后，可以进行关机操作。关机操作包括退出测试软件和比热容测定仪关机两部分内容。

5.5.1. 退出软件

点击软件界面上“设备操作”活页夹中的“退出”按钮，屏幕会出现一个提示框，提示是否要真的退出软件程序。退出软件时，软件会自动把炉温控制器设定点温度设定为 0℃，对加热炉起到一个保护作用。点击确认将会退出软件程序，点击取消，则会返回测试软件界面。

5.5.2. 测定仪关机

首先按下比热容测定仪前面板左下角的“量热计电源”按钮开关，则量热计控制器停止工作。然后关闭仪器后面板右下角的总电源开关，炉温加热控制停止工作，整个测定仪完成关机。

按下恒温水浴面板上的“启动开关”停止水浴的外循环和温度控制，然后关闭恒温水浴的“电源开关”。

5.6. 补充说明

以上描述的操作过程是一个标准的操作过程，操作熟练后，不要求完全按照以上操作过程顺序执行，以下为两种常用的测量操作流程：

(1) 一段时间未开机后的第一次开机情况

如果有一段时间未开机进行比热容测试，比如每天下班关机后第二天上班开机测试时，加热炉和量热计经过长时间的不工作状态，加热炉和量热计基本都处于室温温度下。

由于加热炉和量热计达到所要求的稳定温度需要至少 1 个小时以上的时间，所以在开机时，可以首先启动恒温水浴和计算机软件，通过软件设置要进行比热容测试的加热炉温度，让恒温水浴和加热炉自动进行恒温控制，然后再进行试样的准备和装载。

在试样装载后，应尽快把装载有试样的试样架放入加热炉内，这是因为试样温度的恒定也需要较长时间（至少半小时以上）。

装入试样后，再进行量热计温度的调整，量热计温度的恒定用时较短。待量热计和试样温度恒定后，就可以开始进行落样测试。

(2) 同一温度下的多试样测试

所谓同一温度下的多试样测试，即加热炉在某个恒定温度下进行不同试样的比热容测量，这样可以省略掉每个试样每次升温 and 降温的时间。

在同一温度下的多试样测试过程中，当加热炉和量热计温度恒定，而且试样已经下落，计算机软件正在进行测试的同时，可以将空载的试样架从加热炉中抽出并搁置在仪器侧面的固定架上，由此试样架使自然冷却。待试样架冷却到可以进行悬挂试样操作时，把新的试样悬挂在试样架上，调整合适后将试样架放入加热炉中。在此过程中，计算机软件还在进行前一个下落样品的测量，加热炉还在进行恒温控制，放入新试样后，新试样还是按照前一试样的加热温度进行加热。由此可以节省部分操作时间。

6. 比热容测定仪校准

采用高纯三氧化二铝制成的人造蓝宝石作为标准样品，对比热容测定仪进行校准。

美国标准技术研究院 (NIST) 提供了人造蓝宝石热焓值的温度范围为 10~2250K，并给出了多项式拟合公式。拟合公式按照温度段提供，其中大于 0℃ (273.15K) 的多项式拟合公式为：

$$\Delta H_0 = H_T - H_{273.15} = AT^{-2} + BT^{-1} + C \ln T + K + DT + ET^2 + FT^3 + GT^4 + HT^5 \quad (J \cdot mol^{-1}) \quad (6.1.1)$$

式中： $A = +6.6253E+07$ 、 $B = -4.54238E+06$ 、 $C = -5.475599E+04$ 、 $K = +2.5819702E+05$ 、 $D = +2.574076E+02$ 、 $E = -8.57516E-02$ 、 $F = +4.299063E-05$ 、 $G = -1.15192E-08$ 和 $H = +1.26351E-12$ 。

以上拟合公式是以摩尔为质量单位，任何物质的 1 摩尔质量，数值上等于该物质的分子量，其中 $\alpha-Al_2O_3$ 的分子量为 $Al \times 2 + O \times 3 = 101.9613$ 克。

在 50℃~1000℃ 温度范围内的校准，至少选取 50℃、500℃ 和 1000℃ 三个温度点对标准样品进行测试，每个温度点下进行 3 次重复性测量，测量结果取平均后与 NIST 拟合计算数据进行比较，比较的相对误差应小于 ±3%。

由于 $\alpha-Al_2O_3$ 标准试样在高温下容易发生内部裂纹，在校准过程中也可以选择常用的较低温度点进行校准，如 500℃、300℃ 和 600℃ 等。

7. 比热容测试注意事项

(1) 落样问题

如果被测试样悬挂时位置不当、熔断电极长时间高温氧化电接触不良、试样较轻下落时间慢以及电动活门操作时间控制不当等情况发生时，下落试样可能会卡在电动活门上而没有下落到量热计中。当试样下落到量热计中后，可以明显的看到量热计升温曲线变化，如果在试样下落操作后量热计还是处于恒定状态，就说明试样被卡住没有落入量热计。

当发现下落试样卡住时，可以重新开启“炉门”和“盖板”开关，让试样滚落到量热计中，量热计温度升高，说明试样进入量热计。待量热计温度基本稳定后，说明试样与量热计的温度相差不多，再打开量热计取出试样重新进行测试。不要试图在量热计温度不稳定时取出试样，因为此时试样还处于高温状态，胶粘层在贴上高温试样时会失去粘性。

如果重新开启“炉门”和“盖板”开关试样还是无法落入量热计中，这种情况基本不会发生，如果发生，说明试样卡在了量热计入口和加热炉出口之间。这种情况只有在量热计位置发生偏移，量热计入口和加热炉入口没有同轴。这种情况只能在仪器剧烈震动后松动了量热计位置固定才可能发生，届时通知厂家进行复位。

如果重新开启“炉门”和“盖板”开关试样还是无法落入量热计中，不要急于拉开量热计抽屉将试样取出，而是需要等 30 分钟后，待试样温度降低后再拉动量热计抽屉取出试样，避免试样还处于高温时取出发生损坏仪器的情况。

另外一种特殊情况是熔断电极长时间高温使用后发生氧化造成电接触不良，使得试样悬丝没有形成熔断回路。这时需要把熔断电极上已有的包裹层去除掉，用砂纸打磨熔断电极后重新缠绕上新包裹层。

(2) 试样温度测量热电偶校准

为了保证试样温度测量的准确性，试样温度测量热电偶需要定期送计量机构校准，校

准周期一般为半年，最长时间不能超过 1 年。

在比热容测定仪中，试样温度测量热电偶是直接安装在仪器内部的多通道数据采集器中。为了进行校准，必须要把热电偶从数据采集器上拆卸下热电偶。

拆装试样温度测量热电偶时，首先断掉所有电源并打开比热容测定仪后面板。打开后面板后可以看到如图 7-1 所示的数据采集器。



图 7-1 接有引线的数据采集器背面

从数据采集器背后抽出“热电偶接线盒”，接线盒内部结构如图 7-2 所示。

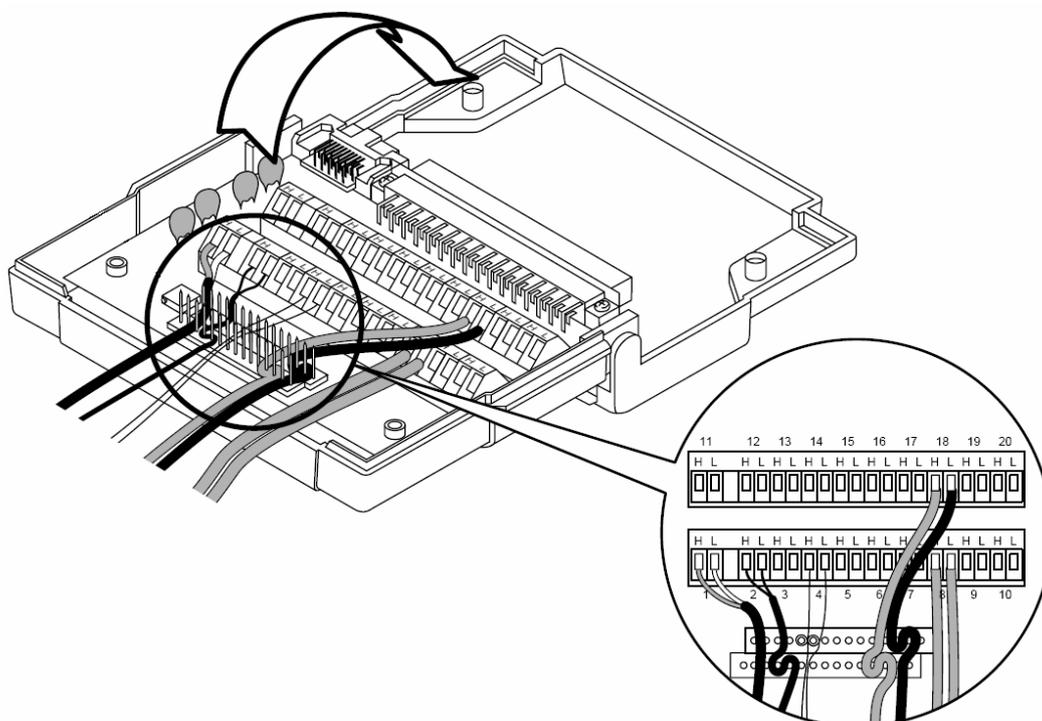


图 7-2 数据采集器接线盒内部结构

用螺丝刀拧开固定接线盒的顶盖，找到如图 7-3 所示的热电偶引线。其中红线是热电偶的正极，黑线是热电偶负极。用小螺丝刀松开固定热电偶的螺丝卸下热电偶。

在安装校准后的热电偶时，注意不要将正负极接错。

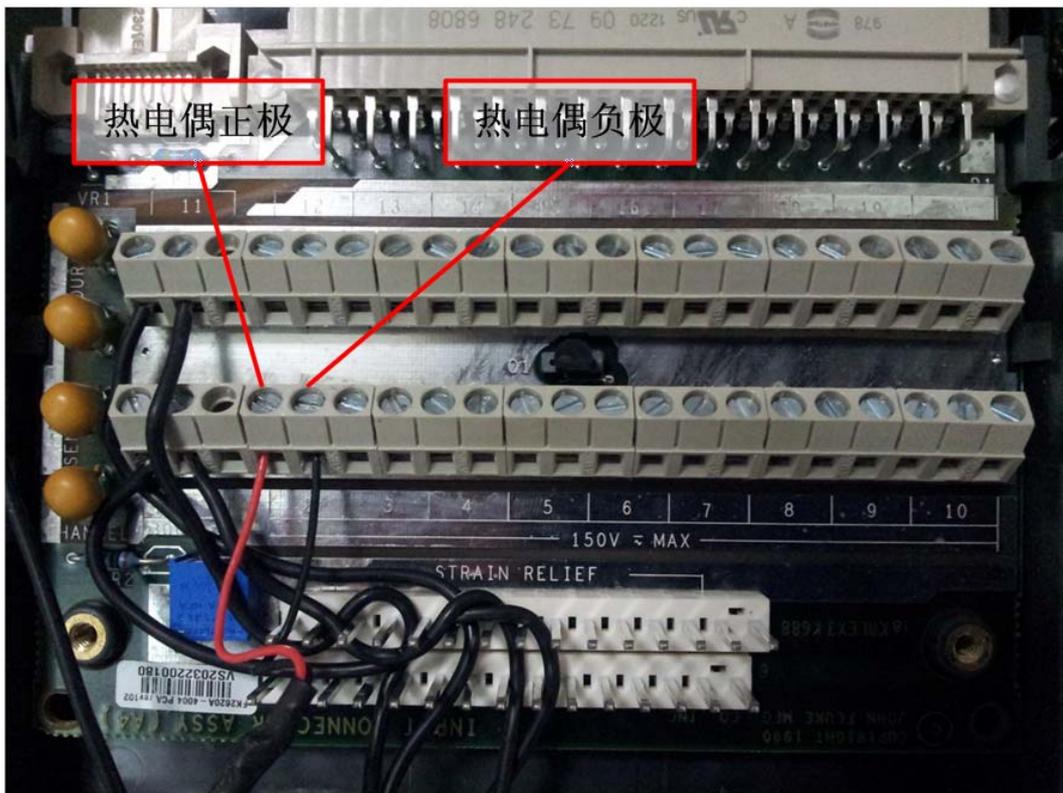


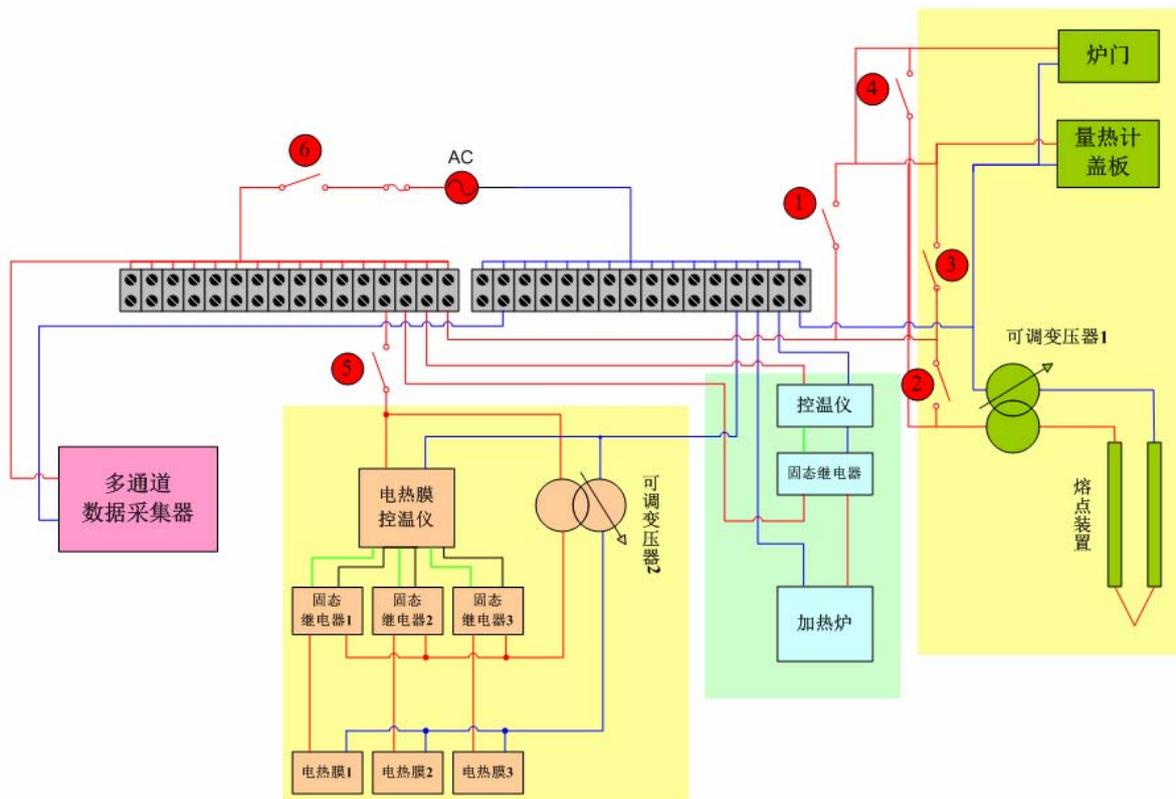
图 7-3 接线盒内热电偶引线连接图

(3) 清理量热计

比热容测定仪在测试过程中，会有微小杂物随着下落试样落入量热计中，如熔断丝和灰尘杂物，需要经常进行清理。虽然每次微小杂物对测量结果影响不大，但如果堆积过多自然会对测量精度带来影响。

量热计清理时，打开“盖板”开关使量热计盖板开启。用一端粘贴有双面胶的木杆探入量热计底部，将微小杂物粘贴带出。

8. 比热容测定仪电路



- ① 前面板上的联动开关。 ② 前面板上的熔断开关。 ③ 前面板上的炉门开关。 ④ 前面板上的盖板开关。
 ⑤ 前面板上的量热计电源开关。 ⑥ 后面板上的总电源开关（要求配保险丝座和220V/20A电源线插座）。

图 8-1 比热容测定仪电器连接图