

# 中华人民共和国国家军用标准

## 固体材料 60~2773K 比热容 测试方法

Test method for specific heat capacity of  
solids in the temperature range from 60 to 2773K

GJB 330A-2000  
代替 GJB 330-87  
GJB 331-87

---

### 1 范围

#### 1.1 主题内容

本标准规定了测定固体材料比热容的绝热量热法(以下简称绝热法)和铜卡计混合法(以下简称混合法)的设备和仪器、试样、测试程序和测试结果等要求。

#### 1.2 适用范围

本标准适用于 60~373K(绝热法)和 373~2773K(混合法)温度范围固体材料的比热容的测定。

### 2 引用文件

本章无条文。

### 3 定义

本章无条文。

### 4 一般要求

#### 4.1 测试人员

测试人员需经专业培训,考核合格方可上岗进行操作和测试。

#### 4.2 设备和仪器

4.2.1 比热容测试装置根据材料测试温度范围的不同而由不同的分系统及其元器件、仪器、仪表所组成。

4.2.2 各装置中所用的元器件、仪器、仪表应按生产厂家提供的使用说明书使用。

4.2.3 对测试过程中用于计量的元件、仪器和仪表应按规定定期校验。

4.2.4 各测试装置应使用参考物质定期进行标定,标定合格后(根据材料使用需要而定)方可投入使用。

#### 4.3 测试环境

实验室的相对湿度应不大于 60%,并能通风换气。

## 5 详细要求

### 5.1 绝热法

#### 5.1.1 方法原理

将质量为  $m$  的试样装入量热器,并使其处在绝热环境之中。当量热器稳定到所需试验温度后,通入直流电流加热量热体系,使之升高一定的温度。通过测量通入量热体系的电能  $Q_e$  和由此引起的温升  $\Delta T$ ,可求出试样的比热容。

#### 5.1.2 试样

金属材料应该去油污及氧化皮,加工成粉或屑。非金属材料视情况加工成粉状、小片或小块,以利于装样时压紧压实。

试样质量视量热器的容积和试样压缩性而定。

#### 5.1.3 测试装置

60~373K 比热容测试装置示意图见图 1。

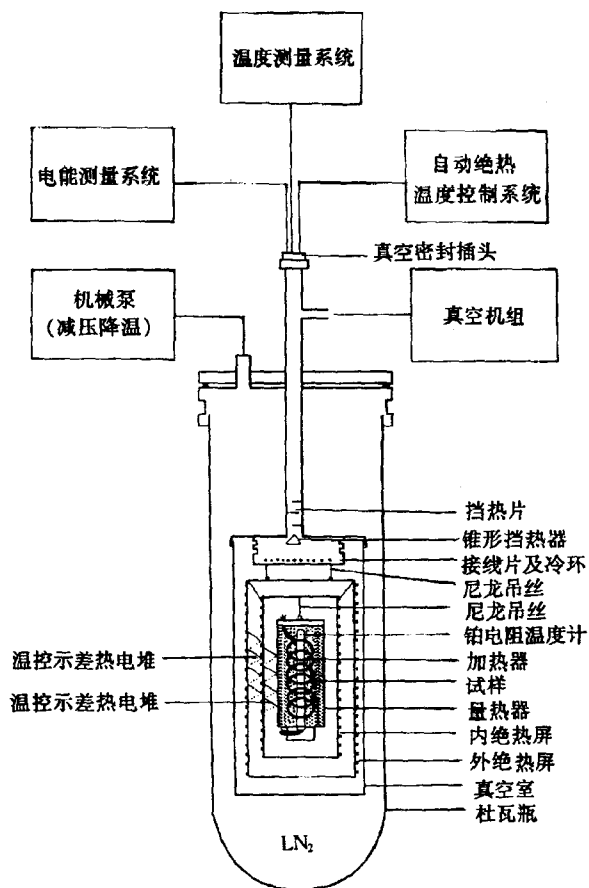


图 1 60~373K 比热容测试装置示意图

### 5.1.3.1 量热计

量热计由量热器、加热器和铂电阻温度计组成。其热容量应小于试样热容量的二分之一。根据测试温度范围,铂电阻温度计的不确定度应在  $0.002\sim 0.009\text{K}$  之间。

### 5.1.3.2 绝热系统

绝热系统由真空部分和温度控制部分组成。真空室压力不高于  $2\times 10^{-3}\text{Pa}$ 。温度控制部分由内、外绝热屏、示差热电堆及其它辅助仪器组成。量热器与内绝热屏之间和内绝热屏与外绝热屏之间的温差应控制在  $0.05\text{K}$  以下。

### 5.1.3.3 电能测量系统

电能测量线路见图2。DC电源的稳定性 ( $\Delta I$  小于  $I\times 0.05\% + 10\text{mA}$ ), 测量加热器两端电压, 其分辨力应优于  $0.1\text{mV}$ 。测量通过加热器上电流(由实际测量标准电阻  $R_N$  的两端电压换算)其分辨力应优于  $0.01\text{mA}$ 。测量时间的分辨力应优于  $0.1\text{s}$ 。

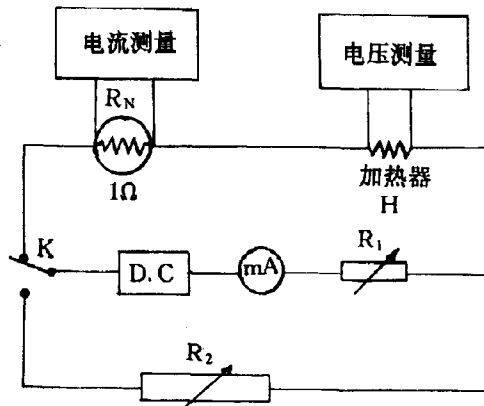


图2 电能测量线路

### 5.1.3.4 温度测量仪表

二次测量仪表读数分辨力应优于  $0.001\text{K}$ 。

### 5.1.3.5 制冷系统

根据试样所要求的测量温度范围,在  $60\sim 373\text{K}$  温度范围分段采用液氮减压,液氮、干冰酒精混合液及冰水制冷。

### 5.1.4 测试程序

5.1.4.1 对易吸湿的试样根据需要应烘烤去湿。称量热器的质量,精确至  $0.001\text{g}$ 。把试样紧实地装入量热器中,称量热器和试样的总质量,精确至  $0.001\text{g}$ 。计算出试样的质量。

5.1.4.2 按图3装好量热器、示差热电堆、绝热屏和接线。装配后应确保电绝缘、无断线和互相间无接触。密封真空室。

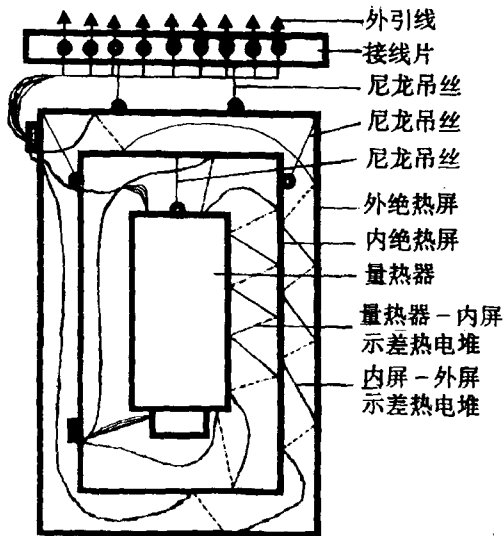


图3 量热计系统装配图

5.1.4.3 接通真空系统,抽至真空室压力小于5Pa,停抽后,充入干燥氮气,注入制冷剂。当量热计达到所需测试温度时,接通真空系统,抽至小于 $2 \times 10^{-3}$ Pa,同时接通绝热控制系统。

5.1.4.4 初期:主要测量量热器初温  $T_c$ 。当量热器的温度已稳定或变化很小时(每分钟漂移小于0.001K),每分钟测量并记录量热器温度一次,连续记录5个读数。

5.1.4.5 主期:测量通入量热器的电能。在初期结束的同时,给加热器通电加热,记录通电加热时间,并每分钟交替测量记录加热器两端和  $R_N$  上的电压。当达到设定加热时间(约600s)时,切断加热电源,主期结束,末期开始。

5.1.4.6 末期:测量量热器末温  $T_n$ 。当量热器的温度稳定或变化很小时(每分钟漂移小于0.001K),每分钟测量并记录量热器温度一次,连续记录5个读数。

5.1.5 测试结果

5.1.5.1 热能计算

热能按公式1计算:

$$Q_c = I \cdot U \cdot t \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $Q_c$  ——通入量热器的热能, J;

$I$  ——通入加热器电流的平均值, A;

$U$  ——加热器两端电压的平均值, V;

$t$  ——通电时间, s。

5.1.5.2 温度计算

根据试验初期和末期温度读数,求出各自平均值  $T_c$  和  $T_n$ 。量热器的温升按公式2计算:

$$\Delta T = T_n - T_c \dots\dots\dots (2)$$

式中： $\Delta T$ ——量热器的温升，K；

$T_c$ ——量热器的初温，K；

$T_n$ ——量热器的末温，K。

量热器每次试验温升可按  $0.02 T_c$  取值。比热容测试结果所对应的平均测试温度按公式 3 计算：

$$\bar{T} = (T_c + T_n) / 2 \dots\dots\dots (3)$$

式中： $\bar{T}$ ——平均测试温度，K。

### 5.1.5.3 量热器热容量

量热器的热容量  $C$  是在空载情况下，按 5.1.4.2~5.1.4.6 条进行试验，并按 5.1.5.1~5.1.5.2 条进行计算，按公式 4 求出各试验点的  $C$  值：

$$C = Q_e / \Delta T \dots\dots\dots (4)$$

式中： $C$ ——量热器的热容量，J/K。

绘制  $C-T$  舒平曲线或拟合曲线，由平均测试温度  $\bar{T}$ ，在  $C-T$  曲线上求得相应温度下量热器的热容量。

### 5.1.5.4 比热容计算

比热容计算按公式 5 计算：

$$c_p = \frac{Q_e - C}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中： $c_p$ ——试样的比热容，J/(kg·K)；

$\Delta T$ ——通电后量热计的温升，K；

$m$ ——试样质量，kg；

$C$ ——量热器的热容量，J/K。

## 5.2 混合法

### 5.2.1 方法原理

将已知质量的试样悬挂于加热炉中进行加热，当试样的温度达到设定温度  $T_1$  且稳定后，使其落入置于自动绝热环境内、初温为  $T_c$  的铜块量热计中。试样放热使量热计温度升高到末温  $T_n$ ，通过测量量热计的温升，可求出试样的平均比热容。

### 5.2.2 试样

试样形状可根据量热器皿的形状尺寸而定，其推荐形状如图 4 中 a 和 b 所示，图中  $D$ 、 $L$  值见表 1。对于板材可叠加起来加工，用同类材料做的圆棒贯穿固定(图 4b)。而对于粉状、纤维等难成型的材料，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。

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得少于二个试样。

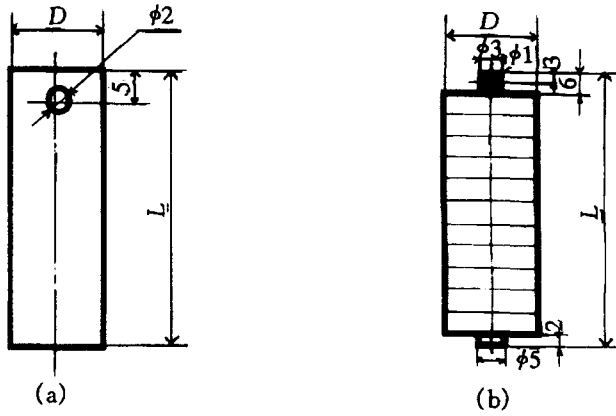


图4 试样尺寸

表1

温 度 K	$D$ mm	$L$ mm
373~773	$\Phi 14$	30
773~1073	$\Phi 14$	20
1073~2773	$\Phi 11$	30

## 5.2.3 测试装置

平均比热容测试装置见图5、图6。

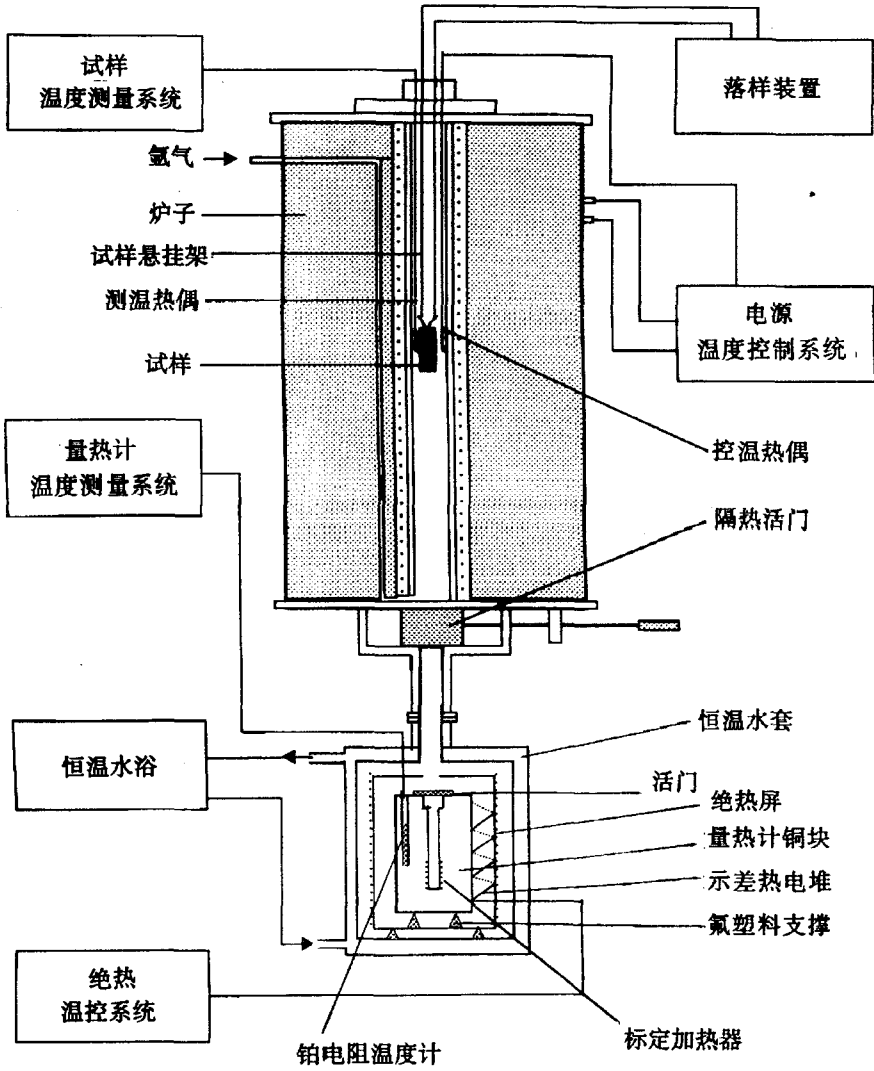


图5 373~1073K 比热容测试装置

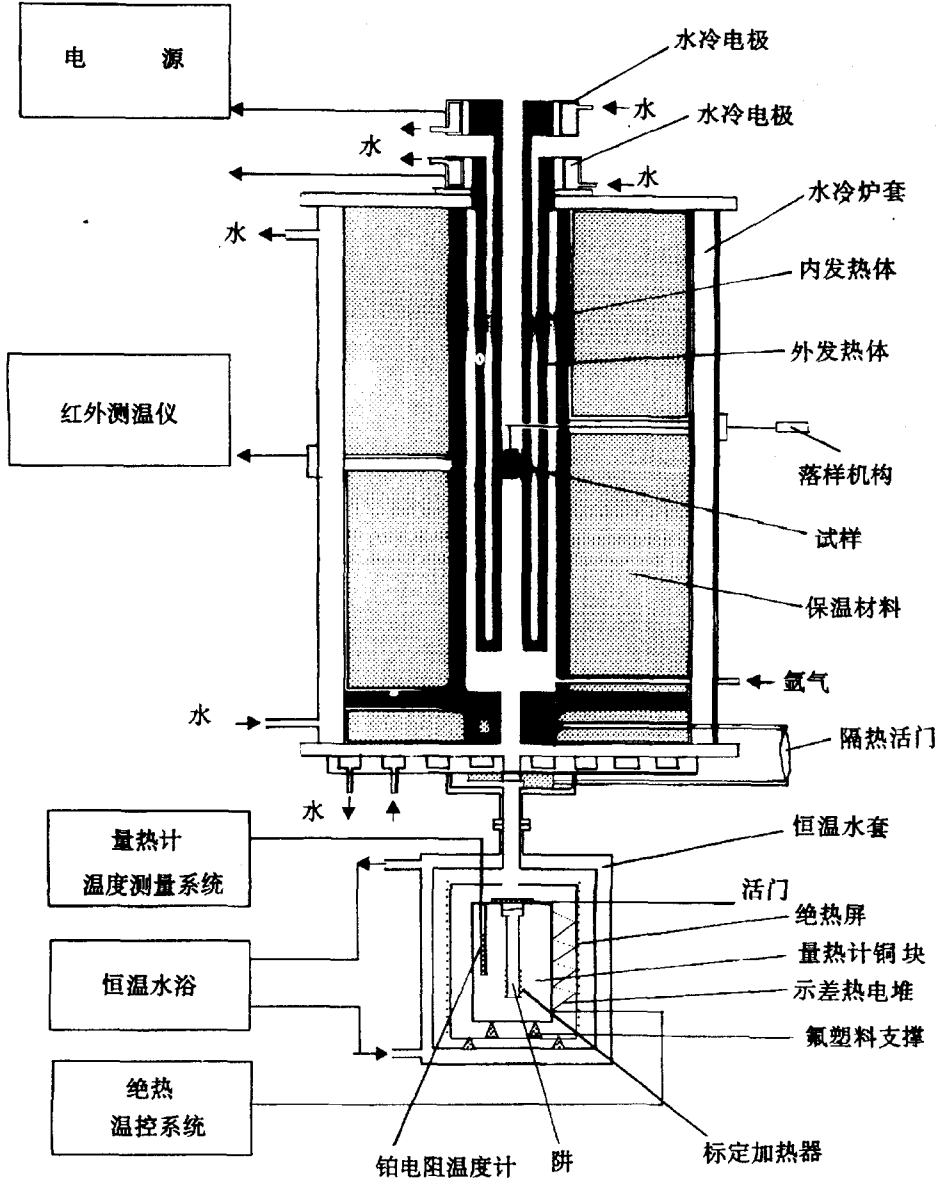


图6 1073~2773K 比热容测试装置示意图

### 5.2.3.1 加热炉

加热炉为直立式电阻丝炉和石墨管炉,炉温可在室温至 2773K 范围内任意选定。加热炉沿轴向的均温区长度应为试样高度的二倍,均温区内最大温差不超过试验温度的 3%。

### 5.2.3.2 量热计

量热计为紫铜块量热计,其热容量根据测试对象及测试温区而定,推荐值约为 1100J/K



(室温至 1073K)和 4400J/K(1073~2773K)。量热计热容量需定期进行标定。

### 5.2.3.3 绝热系统

绝热系统由恒温水套、绝热屏、示差热电堆和其它辅助仪器组成。量热计与绝热屏之间的温差控制在 0.05K 以下。

### 5.2.3.4 温度测量系统

用铂电阻温度计测量量热计的温度,其不确定度为 0.002~0.005K。

用热电偶测量试样温度,其误差为  $\pm 0.004(T_1 - 273.16)$ K,而用红外测温仪测量试样温度,其误差为  $\pm (0.5 \sim 2.0)\%(T_1 - 273.16)$ K。

## 5.2.4 测试程序

5.2.4.1 将试样(粉状或纤维试样,将其装入已知质量的试样盒中)用直径为 0.1mm 的镍丝(室温至 1073K)或直径为 0.1mm 的钨丝(1073K~2773K)悬挂在支架上,置于炉内均温区正中处。对在高温下易氧化的试样应通入氩气进行保护或使试样与量热器处于真空之中。

5.2.4.2 根据试样和试验温度,选择适当的加热速率(5~40K/min)和保温时间(10~20min)。接通电源,同时接通量热计的自动绝热控制系统。

5.2.4.3 当试样温度达到设定试验温度并稳定后,且量热计的温度稳定(即 5min 内变化小于 0.01K)时,记录试样温度  $T_1$  和量热计的初温  $T_c$ ,同时打开量热计的快门和落样开关,使试样落入量热计中。

5.2.4.4 当量热计温度逐渐升高到最高值并且稳定(即 5min 内变化小于 0.01K)后,记录量热计的末温  $T_n$ 。

5.2.4.5 从量热计中取出试样,在分析天平上称其质量,精确到 0.001g。

## 5.2.5 测试结果

### 5.2.5.1 量热计的热容量

量热计的热容量  $C$  是在室温情况下,在自动绝热环境中,利用埋入铜块量热计中的加热器,按图 2 线路和 5.1.4.4~5.1.4.6 条进行试验,然后按公式 6 求出各次试验的  $C$  值,取其平均值,则定为该量热计的热容量。

$$C = \frac{I \cdot U \cdot t}{T_n - T_c} \dots\dots\dots (6)$$

式中:  $C$  ——量热计的热容量, J/K;

$I$  ——通过加热器的电流, A;

$U$  ——加热器两端的电压, V;

$t$  ——通电时间, s。

### 5.2.5.2 试样的平均比热容计算

试样的平均比热容按公式 7 计算:

$$\bar{c}_p = \frac{C(T_n - T_c)}{m(T_1 - T_n)} \dots\dots\dots (7)$$

式中:  $\bar{c}_p$  ——试样的平均比热容, J/(kg·K);

$C$  ——量热计的热容量, J/K;

- $m$  —— 试样的质量, kg;  
 $T_1$  —— 试样的试验温度, K;  
 $T_c$  —— 量热计的初温, K;  
 $T_n$  —— 量热计的末温, K。

### 5.2.5.3 粉状试样的平均比热容计算

粉状试样的平均比热容按公式 8 计算:

$$\bar{c}_p = \frac{C(T_n - T_c) - m_h c_{ph}(T_1 - T_n)}{m(T_1 - T_n)} \dots \dots \dots (8)$$

式中:  $\bar{c}_p$  —— 粉状试样的平均比热容, J/(kg·K);

- $m_h$  —— 试样盒质量, kg;  
 $c_{ph}$  —— 试样盒的比热容, J/(kg·K)。

### 5.3 试验报告

试验报告一般应包括下列内容:

- a. 试样名称、牌号、规格、状态和数量;
- b. 试验方法标准号;
- c. 测试结果;
- d. 送检日期和报告日期;
- e. 送检单位;
- f. 试验、校对和审核人员签名, 日期。

#### 附加说明:

本标准由中国航天工业总公司提出。

本标准由中国航天科技集团第 708 所归口。

本标准由中国航天科技集团第一研究院第 703 所起草, 中国工程物理研究院化工材料研究所参加。

本标准主要起草人: 高秀文、徐 辉、韩敦信。

计划项目代号: 8HT12