

## 激光脉冲法测定小试样比热的研究

A STUDY OF A LASER-PULSE METHOD FOR  
MEASURING HEAT CAPACITY OF SMALL SAMPLES

尤清照 魏丽坤

You Qingzhao, Wei Likun

**摘要** 本文利用钕玻璃固体激光器作为瞬时热源,提出了双试样重叠法测定金属、陶瓷和非金属材料的室温比热,给出室温比热公式:

$$C_x = \frac{P_1(T_2 - T'_0)(C_1M_1 + C_1M_2)}{P_2(T_1 - T_0)M_x} - \frac{C_1M_1}{M_x}$$

测定了金属钨、铁、硬质合金、陶瓷、石墨等多种类型材料的室温比热,并测定了非金属石墨导电材料室温~1000°C的比热。



You Qingzhao

**ABSTRACT** In this paper a laser-pulse method to measure heat capacity of small samples has been used. A new method of measuring heat capacity of double overlapping samples at room temperature is proposed. Its calculating formula is given as follows

$$C_x = \frac{P_1(T_2 - T'_0)(C_1M_1 + C_1M_2)}{P_2(T_1 - T_0)M_x} - \frac{C_1M_1}{M_x}$$

Experiments were carried out by means of an apparatus consisting mainly of a vacuum furnace, a neodymium glass laser system as the source of energy pulse and a thermocouple as the temperature transient detector. Heat capacity of metals, non-metals and ceramets was measured at room temperature and that of graphite from room temperature to 1000°C.

## 1. 引言

六十年代初期发展起来的激光脉冲法测定比热具有试样小测量速度快等优点,其主要存在问题是测量精度低,据国外报道:用卡计法测量精度可达1%以内,而用脉冲激光法即使室温比热也超过5%。

从1961年 W.J. Parker 等人<sup>[1]</sup>首先提出脉冲法测定三热物理常数以来已发表了大量文章<sup>[2]</sup>,最近个别作者的报道中用激光脉冲法测定小试样比热精度已达到0.5%<sup>[3]</sup>。

国内七十年代开始用激光脉冲法测定小试样比热至今仍存在二个问题:

1. 激光脉冲比较法测定室温比热精度低,测量不稳定;
2. 无法测量不可焊材料及非金属材料的室温比热,从而亦得不到高温比热。

难熔金属材料及高温陶瓷材料焊接性能差甚至不能焊接,本文为解决以上二个问题,在原有工作<sup>[4]</sup>基础上提出了双试样重叠法测定材料室温比热的新方法;同时用热电偶触点法测出了石墨材料的高温比热。

## 2. 实验原理

本实验中使用二片已知比热的标准试样, 重量分别为  $M_1$ 、 $M_2$  及一片待测试样重量为  $M_x$ , 将标准试样  $M_1$  与待测试样  $M_x$  重叠在一起, 以标准试样为受光面。设起始温度为  $T_0$ , 在激光能量  $Q_1$  辐照下, 升高温度到  $T_1$ , 用标准试样  $M_2$  更换  $M_x$ , 受光面不能动仍为  $M_1$ , 起始温度为  $T'_0$ , 用激光能量  $Q_2$  再照一次, 升高温度到  $T_2$ , 其能量符合下列关系式:

$$(C_1 M_1 + C_x M_x)(T_1 - T_0) = Q_1 = n P_1 \quad (1)$$

$$(C_1 M_1 + C_2 M_2)(T_2 - T'_0) = Q_2 = n P_2 \quad (2)$$

本实验中标准试样采用比热  $C_1 = C_2 = 0.092 \text{ cal/g} \cdot ^\circ\text{C}$  的纯铜 (99.9%), 式中  $P_1, P_2$  为通过玻璃分光镜射向碳斗的部份激光能量,  $n$  为比例因子,  $C_x$  为待测试样比热。  $T_1, T_2, P_1, P_2$  用数字电压表及打印机自动记录下来。

由 (1)、(2) 两式可得:

$$C_x = \frac{P_1(T_2 - T'_0)(C_1 M_1 + C_1 M_2)}{P_2(T_1 - T_0)M_x} - \frac{C_1 M_1}{M_x} \quad (3)$$

在测得室温比热后, 以室温比热为基准与高温比热比较, 按下列公式计算:

$$C_t = \frac{(T_1 - T_0)P_t}{(T_t - T_{t0})P_0} C_0 \quad (5)$$

式中  $T_{t0}, T_t$ ——高温下激光辐照前、后温度。

$C_0, C_t$ ——试样室温、高温比热。

### 3. 实验设备

本设备主要由激光发生器, 真空炉和讯号检测记录三部分组成, 见图 1。

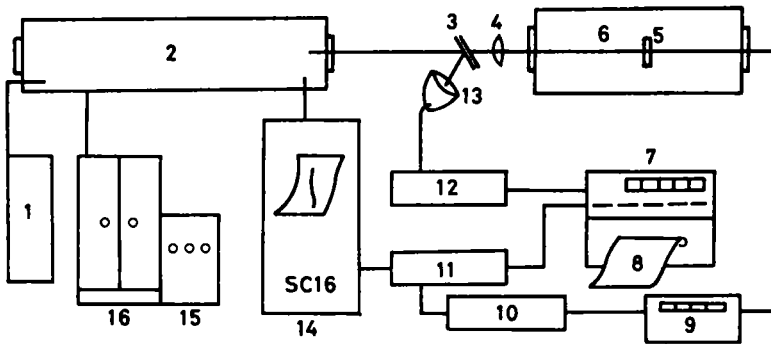


图 1 激光比热测量装置示意图

1—水冷器; 2—激光器; 3—平玻璃; 4—透镜; 5—试样; 6—真空炉; 7—PF3 数字电压表; 8—打印机; 9—测温仪; 10—抵消电势; 11—放大器; 12—放大器; 13—碳斗; 14—光线示波器 (SC16); 15—激光脉冲电路; 16—电容器组

#### 3.1 激光器

采用钕玻璃固体激光器, 直径为 12mm, 长度为 310mm, 有效长度为 300mm, 照明结构使用双氙灯泵浦, 聚光筒材料使用黄铜, 内壁用 1mm 白银包覆, 电源使用  $200\mu\text{F}/4\text{kV}$  电容 8 只, 激光脉冲电路由上海激光站提供。

#### 3.2 真空炉

为了精确测定高温比热, 更好消除干扰, 我们制备一个小管式炉, 用内径为 12mm, 壁厚

为0.5mm, 管长为50mm的不锈钢管作为内屏蔽层, 用直径为0.5mm 电阻丝穿上氧化铝套管排绕在不锈钢管外, 再用泡沫耐火材料保温, 管式炉温度达1200°C, 在炉温1200°C时电流为4A, 功率为200W, 该炉子的优点是功率消耗小, 抗干扰能力强, 使用交流调压器调压, 升降温方便, 见图2。

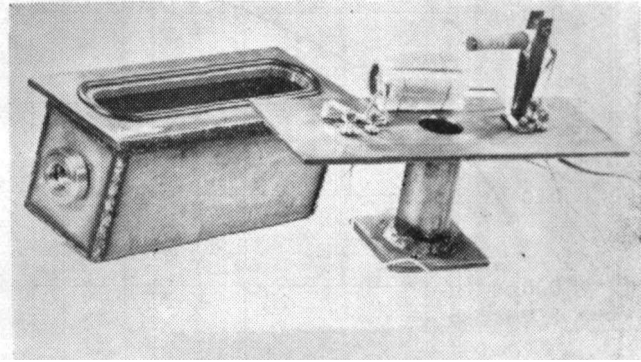


图2 真空炉

### 3.3 讯号检测记录

试样瞬时温升用热电偶触在试样背面, 在脉冲激光照射后, 经放大器用巡回检测数字电压表, 每0.1秒检测一次, 用打印机记录数据。

## 4. 实验结果及讨论

### 4.1 实验结果

用该方法测得钨、铁、硬质合金、金属陶瓷、石墨等几十种材料的室温比热, 现将试样厚度、纯度及部份实验结果分别列于表1中。

表1 室温比热数据

试样	重量 g	试样厚度 mm	成份牌号	实验结果 cal/g·°C	文献值
纯铁	1.205	1.980	纯度99.8%	0.108	0.111 <sup>[5]</sup>
纯铁	1.235	2.045	纯度99.7%	0.115	0.111
铸铁	0.801	1.500	球墨铸铁	0.125	
加工钨	4.556	3.070	纯度98.0%	0.0313	0.0318 <sup>[6]</sup>
钼	0.420	2.005	工业品	0.238	
不锈钢	1.420	2.580	0Cr18Ni15	0.125	
镍合金	1.332	2.105	Ni70Mn25Co5	0.125	
金属陶瓷	1.270	2.150	Mo50Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 40	0.098	
硬质合金	3.290	2.475	WC-11Co	0.052	
石墨	0.662	5.015	纯度99.9%	0.178	0.172 <sup>[7]</sup>
碳-碳复合	0.8275	5.495	(8061H)	0.190	
陶瓷刀具	0.894	2.440	TiC33Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 54	0.180	

利用该设备测定了非金属导电材料石墨的室温~1000°C比热, 见图3。

### 4.2 结果说明

本工作中室温实验结果, 经多次重复测量数据的精度, 与有关文献值相比, 都已达到

5%以内。

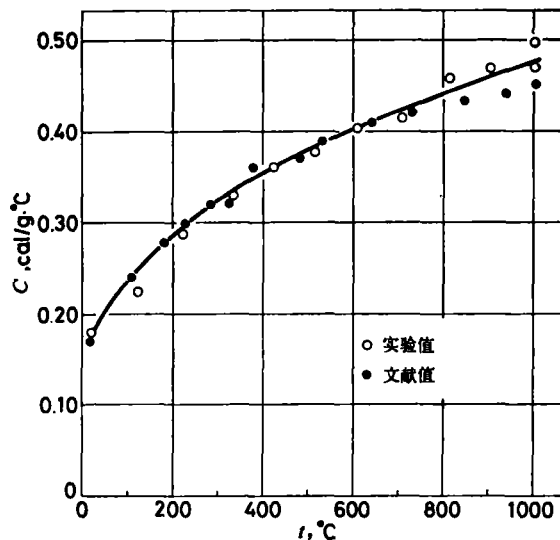


图 3 石墨的比热与温度关系曲线

高温实验结果与文献值〔7〕接近，本文中高温数据未经辐射热损修正，稍偏高。

#### 4.3 提高测量精度的努力方向

本设备中影响测量精度的二个主要原因是：

第一，PF<sub>3</sub>数字电压表精度、灵敏度及记录速度都不够高；PF<sub>3</sub>数字电压表精度为0.5%±2字；灵敏度10 $\mu$ V，记录速度为100ms，为提高精度即将采用精度为0.025%，采样速度为8 KC，16通道12bit模/数转换器配用DJS-25型计算机来记录及数据处理。

第二，碳斗测量脉冲能量灵敏度不高，为提高能量测量精度，今后想改用硅光电池加积分器来提高测量激光能量精度及稳定度。

#### 结 语

本工作采用双试样重叠法测量比热，比前期工作〔4〕中采用比较法精度高，亦比较稳定；在实验中对于钨、钼、铝等焊接性差及非金属导电材料石墨使用镍铬-镍铝电偶分别触在试样背面来测量比热取得初步进展，对非金属保温材料的比热测量目前正在研究之中。

#### 参 考 文 献

- [ 1 ] W. J. Parker et al., J. Appl. Phys., 32 (1961), 1979.
- [ 2 ] F. Righini et al., High Temperatures-High Pressures, 5 (1973), 481.
- [ 3 ] 高桥洋一等，第九回热测定讨论会讲演要旨集，昭和48年11月。
- [ 4 ] 尤清照，魏丽坤，激光热导仪及其应用，内部资料，1979。
- [ 5 ] H. R. Shanks et al., J. Appl. Phys. 38 (1967), 2885.
- [ 6 ] Y. S. Touloukian et al., Thermophysical Properties of Matter, 4 (1969), p 3, p 263.
- [ 7 ] L. 曼德尔，炭和石墨手册，兰州炭素厂研究所，1978。