

下落法比热容测试中的绝热量热计 动态温度精密控制解决方案

Solution of Dynamic Temperature Precision Control of Adiabatic Calorimeter In Specific Heat Capacity Test by Dropping Method

摘要：在下落法比热容测试中绝热量热计的漏热是最主要误差源，为实现绝热量热计的低漏热要求，本文介绍了主动护热式等温绝热技术以及相应的解决方案。方案的核心一是采用循环水冷却金属圆筒给量热计和护热装置提供低温环境或恒定冷源，二是采用三通道分布式温差传感器和PID控制器使绝热屏对量热计进行动态温度跟踪。此单层绝热屏技术可以达到小于0.02K的温差控制精度，对于更低漏热量热计和更高温度均匀性的要求可采用多层屏技术。

1. 背景介绍

下落法，也称之为铜卡计混合法，是一种测量固态材料比热容的绝热量热计标准测试方法，常用于测量100°C至超高温温度范围固态材料的比热容，特别适用于要求更具代表性的较大试样尺寸复合材料和各种低密度材料。

下落法比热容测试的基本原理如图1所示，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且稳定后使其落入置于自动绝热环境且初始温度为20°C的铜块量热计中。试样放热使量热计温度升高到末温，通过测量量热计的温升，可求出试样的平均比热容。

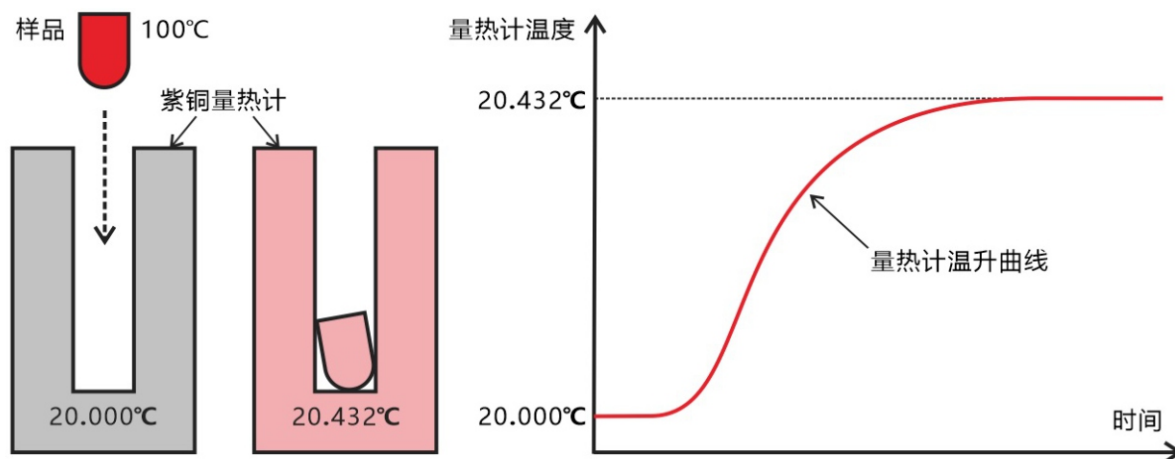


图1 下落法原理及其量热计温升变化

从上述下落法原理可以看出原理十分简单，但要实现比热容的准确测量，最关键的技术是要使量热计始终处于绝热环境，且量热计的起始温度要准确恒定，具体要求如下：

(1) 下落法测试过程要求量热计始终处于绝热状态，避免量热计热量向四周散失而降低量热计的温升。为此需要采用高精度的主动绝热技术，使位于量热计周围的主动护热装置的温度动态跟踪量热计的温度变化并保持一致，从而形成动态等温绝热效果。

(2) 为了保证测试的连贯性和准确性，样品下落前量热计的初始温度始终要保持一个恒定值，如 20°C ，由此要求量热计在处于绝热环境的同时，还需准确控制量热计温度恒定在 20°C 。

上述两点几乎是所有绝热量热计准确测量最重要的边界条件，也是绝热量热计的关键技术，需要采用精密的温控技术才能实现。为此，本文介绍了实现此关键技术的解决方案。

2. 解决方案

解决方案的整体思路是样品通过顶部入口落入量热计，对圆柱形量热计按照上中下三个方向进行全方位的主动式护热，量热计及其护热装置全部放置在比 20°C 起始温度略低的温度环境内，此温度环境由 19°C 循环水冷却的金属圆筒提供。依此设计的量热计整体结构如图2所示。

如图2所示，量热计内镶嵌了一个圆柱形落样井，落样井外侧镶嵌有金属细丝以提供量热计标定加热功能，测温热电阻则由量热计底部插入固定。

在量热计的侧向四周安装有一个侧向护热圆桶以提供量热计径向绝热所需的径向温度跟踪控制。同样，在量热计的上下两端分别安装有底部护热板和顶部护热板，以提供量热计轴向绝热所需的温度跟踪控制。由此通过径向和轴向的温度动态跟踪控制，使护热装置的温度始终与量热计相同，从而使量热计总是处于等温绝热状态。

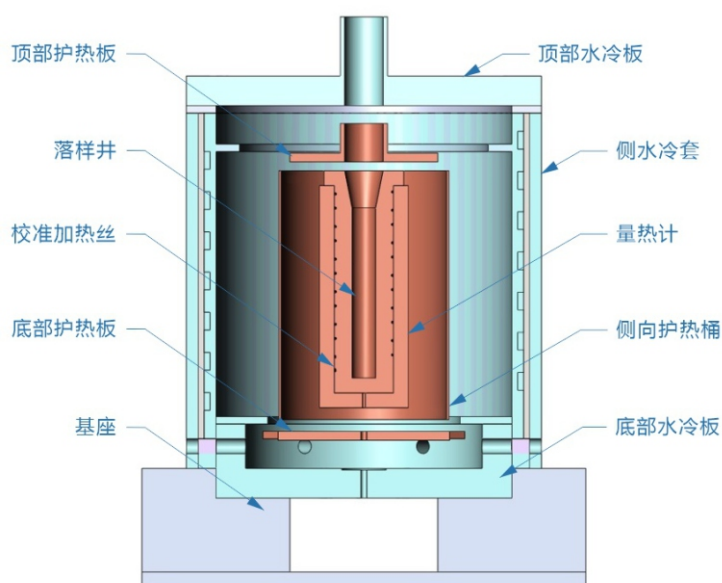


图2 下落法比热仪绝热量热计结构示意图

由于量热计和护热装置都处于一个温度 19°C 左右的低温环境，此低温环境就相当于一个恒定冷源，那么护热装置仅采取加热方式就可以对高于此低温环境的量热计温度进行快速跟踪控制，同时也这样可以很精确的控制量热计的 20°C 起始温度。

为了实现高精度的起始温度控制和跟踪温度控制，除了需要采用高精度铂电阻温度计之外，关键是还需在上中下护热装置与量热计之间分别配置高分辨率的分布式温差传感器，以及三通道的超高精度PID温度控制器，温差传感器的分辨率以及PID温控器的AD和DA精度决定了温度跟踪精度和量热计绝热效果，最终决定了比热容的测量精度。本解决方案所采用的温差传感器以及超高精度PID控制器，可使温度跟踪精度达到 0.02K 以下，优于标准方法中规定的 0.05K 精度要求。

3. 总结

等温绝热是各种高精度绝热量热计普遍使用的技术手段，也是各种高精度温度环境控制首选的技术途径之一。针对下落法比热容测试中的绝热量热计，本解决方案采用的是单层绝热屏结构，而对于绝热或环境温度恒定有更高要求的仪器设备和试验环境，在单层结构基础上可以采用多层绝热屏结构，特别是在恒定的真空压力环境下，单层或多层绝热屏结构更是首选技术方案。