

高分辨率温度测量和微热量测量

概述

微热量测量用来决定各种能量关系。在进行小尺寸样品或者慢加热速率的量热学实验时，常常需要使用微热量测量技术。根据具体的应用情况，微量热计的设计可能有很大的变化，并且很多都是用户自己设计制造的。在进行测试时，各种热量测量技术使用户能够测量小的温度变化。微热量测量实验可能要求测量低达 $100\mu\text{C}$ 的温度变化。本章介绍两种温度传感器和采用热偶及 2182A 型纳伏表的微热量测量系统。

温度传感器

热敏电阻和热偶是各种测温学中常用的传感器类型。传感器的选择依赖于特定的微热量测量应用。

热敏电阻是对温度敏感的电阻器，具有很好的线性度和准确度特性。这些器件需要激励信号，所以会以热的形式耗散功率，从而可能导致测量的误差。

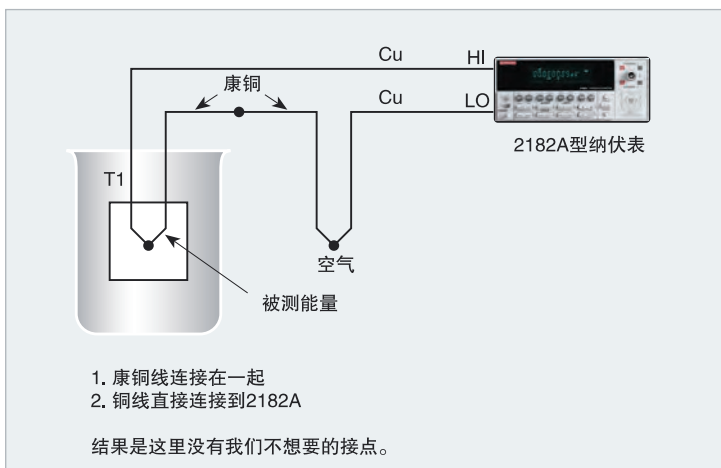
热偶是最广泛使用的温度传感器类型。这种坚固而经济的器件是由两种不同的金属结合而成。热偶有几种不同的类型，覆盖宽广的温度范围。根据热偶的类型和温度范围，热偶的线性度有所变化。

介绍

根据要进行的实验的情况，微热量计的设计可能有很大的不同。这里介绍的应用工作使用一个简单的量热计来进行微热量测量。用差分热偶温度计测量温度。在差分测温配置中，一个热偶放在量热计的内部，另一个热偶则放在其外部。两个热偶的电压差正比于其温度差。测量的灵敏度大约为 $25\text{mC}/\mu\text{V}$ （取决于热偶的类型）。图 1 示出一个典型微量热计的设置情况，使用 2182A 纳伏表进行所需要的电压测量。

量热计内部的温度只需要以适中的准确度测出即可；然而，为了测量出实验期间发生的小的变化，最高的精度和分辨率是基本的要求。测量差分热偶信号到毫度以下的分辨率，需要使用非常灵敏的电压表。依据所使用的热偶类型，2182A 能够检测出大约 $100\mu\text{C}$ 的温度变化。对于一种给定类型的热偶来说，其温度变化对应的电位变化量是一定的。

图 1. 采用温差热偶测量的微量热计



热偶可以作为一个单独的设备来校准，或者也可以作为量热计的一个组成元件就地校准。可以使用一个标准温度计在近似于测试温度的温度范围内进行热偶的校准；也可以用一个固定点的参考标准（例如氧的沸点）来进行校准。

在进行测试之前，必须确定量热计的热容量。确定热容量的方法可以采用向其加入已知的热量，然后直接测量所引起的温度增加量。精确标定热量的方法采用向已知的电阻送入一个准确的电流，还可以用标准的化学反应进行加热来确定热量。

用热偶进行低温测量意味着要测量低电平的电压，所以这时要特别注意考虑热电动势及磁场对测量准确度的影响。有关这方面的详细情况请参阅第 3.2 节。

运行测试

为了获得最好的结果，在 2182A 上选择 10mV 量程，并选择整数电源周期积分 (1NPLC) 以获得最大的电源频率噪声抑制能力。打开滤波器可以进一步降低噪声。特别注意不要使滤波器的响应时间在热曲线的峰值点引起误差。慢速响应的滤波器能够对数据的峰值点起平滑的作用，从而可能会丢失重要的温度信息。2182A 具有选择滤波器设置的能力，可以使系统的噪声抑制能力达到最优化，并保证合适的峰值检测能力。

在实验开始之前，量热计内、外的温度必须相同。其温度差为 0°C 相当于差分热偶的输出电压为 0V 。这时，如果发生温度变化，则认为是由实验现象所引起的。

测试完成后，可以使用校准曲线将数据变换成温度并进行分析。图 2 为一个化学反应的典型热曲线。最后的结果通常表达为热量（卡路里）或者能量（焦耳）。

图 2. 典型的热反应曲线

