

МИНИСТЕРСТВО ОБЩЕГО И ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
НОВОСИБИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Физический факультет  
Кафедра общей физики

ОПИСАНИЕ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ  
**Часть 2. Молекулярная физика**

Новосибирск, 1988

## 2. ТЕРМОДИНАМИКА

### Лабораторная работа 2.5(2)

#### ИЗМЕРЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ ТЕПЛОЕМКОСТИ ВЕЩЕСТВ МЕТОДОМ ДИНАМИЧЕСКОГО С-КАЛОРИМЕТРА

**Цель работы** - измерение теплоемкости методом динамической калориметрии.

**Оборудование** - измеритель теплоемкости ИТ-с-400, секундомер, сосуд Дьюара, набор образцов, эталонный образец, бензин, смазка, аналитические весы.

#### **ВНИМАНИЕ!**

Микровольтметр Ф136 перед началом работы должен быть прогрет в течение 0,5-1 часа. Перед включением прибора на самонагрев убедитесь, что переключатель рода работ установлен в положении "app" (прибор заарретирован), а переключатель чувствительности - на наиболее грубом пределе.

Включите прибор нажатием кнопки "сеть". На передней панели должна загореться индикаторная лампочка. После самопрогрева прибор готов к работе.

Перед выключением прибора установите наиболее грубый предел измерений и зааппетируйте прибор. Фотоусилитель микровольтметра может выйти из строя при ошибочной подаче на вход прибора напряжения, значительно превышающего установленный предел измерения. Во избежание этого производите все манипуляции с переключателями ИТ-с-400, предварительно установив самый грубый предел измерений микровольтметра.

В приборе ИТ-с-400 реализован относительный вариант метода динамического С-калориметра. Тепловая схема прибора показана на рис. 1.

Исследуемый образец размещается внутри металлической ампулы и монотонно разогревается вместе с ней за счет тепла, поступающего через тепломер. Мощность теплового потока задается нагревателем  $R_H$ , размещенным в основании калориметрического блока. От окружающей среды образец отделен адиабатической оболочкой, температура которой в каждый момент времени поддерживается равной температуре образца. При этом тепловой поток протекающий через тепломер  $Q = K_T \theta$ , где  $K_T$  - постоянная калориметра,  $\theta = t_1 - t_2$ , целиком идет на нагрев ампулы и образца.

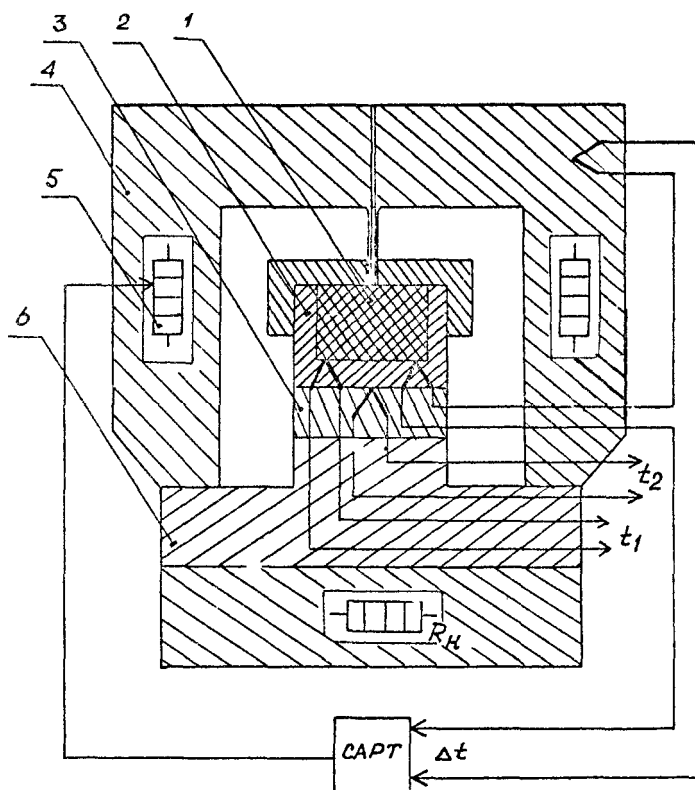


Рис. 1. Тепловая схема прибора ИТ-с-400: 1 - образец, 2 - металлическая ампула с крышкой, 3 - тепломер, 4 - адиабатическая оболочка, 5 - адиабатический нагреватель, 6 - основание блока,  $t_1$ ,  $t_2$  - термодатчики,  $\Delta t$  - дифференциальная термодатчик системы автоматического регулирования температуры (САРТ),  $R_H$  - калориметрический нагреватель

Временные зависимости температуры в различных точках калориметрической системы показаны на рис. 2. Как видно из графиков, показанных на этом рисунке, начиная с некоторого момента времени  $\tau_0$  скорости изменения температуры во всех точках калориметра становятся одинаковыми.

Таким образом, при  $\tau > \tau_0$

$$K_T \theta = m_o C_o b + C_a b (1)$$

где  $b$  - скорость нагрева;  $C_o$ ,  $m_o$  - удельная теплоемкость и масса образца;  $C_a$  - теплоемкость ампулы.

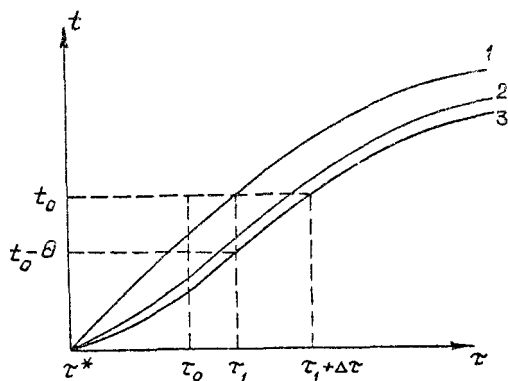


Рис. 2. Зависимости температур от времени в калориметрическом блоке: 1 - температура основания, 2 - температура ампулы, 3 - температура образца,  $\tau^*$  - момент включения нагревателя

Из рис.2 видно, что

$$b = \frac{dt}{d\tau} \cong \frac{\theta}{\Delta\tau_0} \quad (2)$$

Подставляя (2) в (1), получаем

$$C_o = \frac{1}{m_o} (K_T \Delta\tau_o - C_a) \quad (3)$$

Из соотношения (3) следует; для того чтобы определить теплоемкость образца  $C_o$ , достаточно измерить время запаздывания  $\Delta\tau_o$  температуры образца относительно температуры основания блока, если масса образца, постоянная прибора и теплоемкость ампулы известны.

Величина  $C_a(t)$  определяется путем проведения эксперимента с пустой ампулой

$$C_a = K_T \Delta\tau_a \quad (4)$$

где  $\Delta\tau_a$  - время запаздывания температуры пустой ампулы. Из (3) и (4) получаем основную расчетную формулу метода:

$$C_o = \frac{K_T}{m_o} (\Delta\tau_o - \Delta\tau_a) \quad (5)$$

Тепловая постоянная прибора  $K_T$  может быть в принципе рассчитана, однако значительно точнее и надежнее определять  $K_T$  в специально градуировочном эксперименте, проводя измерения (или серию измерений) эталонного образца (образцов), теплоемкость которого заранее хорошо известна. Из этих измерений получаем

$$K_T = \frac{C_{\text{Э}} m_0}{\Delta\tau_{\text{Э}} - \Delta\tau_a} \quad (6)$$

индекс "Э" относится к эталонному образцу.

### Принцип работы прибора ИТ-с-400

Измерения на ИТ-с-400, как следует из краткой теории метода, сводится к измерению времен запаздывания температуры образца по отношению к температуре основания калориметрического блока. Соответствующие температуры измеряются одинаковыми термопарами, одна из которых расположена на нижней поверхности тепломера, а вторая в дне ампулы (рис. 1). При помощи переключателя "ТЕМПЕРАТУРА" в цепь термопары в противофазе включается источник опорного напряжения (ИОН). Напряжение ИОН равно ЭДС, развиваемой термопарой при температуре, установленной переключателем "ТЕМПЕРАТУРА". Разностный сигнал подается на вход микровольтметра Ф136.

При непрерывном разогреве калориметрической системы, которое начинается после включения нагревателя  $R_H$ , момент достижения заданной температуры (положение переключателя "ТЕМПЕРАТУРА") фиксируется, таким образом, по моменту прохождения через нуль светового указателя микровольтметра. Подключая при помощи переключателя "ИЗМЕРЕНИЕ" ко входу Ф136 последовательно цепь первой, а затем второй термопар (при фиксированном положении переключателя "ТЕМПЕРАТУРА") и фиксируя соответствующие моменты времени, мы тем самым определяем время запаздывания температуры образца относительно температуры основания блока.

Скорость разогрева порядка 0,1 К/с задается в приборе автоматически, но может меняться в зависимости от начального напряжения нагревателя  $R_H$ .

### Подготовка образца

Измерения проводятся на образцах диаметром  $(15 \pm 0,1)$  мм и высотой  $(10 \pm 0,5)$  мм. Твердые образцы перед установкой в прибор промываются бензином или другим растворителями и смазываются тонким слоем смазки ПФМС-4. Можно применить другие виды жидкой смазки, нейтральные к материалам образца и ампулы и химически стойкие до температур 400 °С. Если образцы впитывают жидкую смазку, могут быть применены графитовая смазка или алюминиевая пудра.

Жидкие или порошкообразные образцы заливают (засыпают) в предварительно промытую ампулу.

### Порядок установки образца в ампулу

1. Поднимите верхний колпак прибора вверх до упора и поверните вправо до фиксации.
2. Промойте и протрите ампулу и крышку ампулы.
3. Вставьте в ампулу подготовленный образец.
4. Верните колпак в исходное состояние, обращая внимание на то, чтобы он плотно встал на место, а прижимная игла вошла в отверстие крышки ампулы.

### Подготовка микровольтметра ФТ136 к работе

1. Переведите переключатель рода работ из положения "app" в положение "нуль".
2. Постепенно повышая чувствительность прибора, установите механическим корректором световой указатель на нулевую отметку шкалы.

**ВНИМАНИЕ!** Прибор "боится" вибраций, тряски, ударов.

3. Установите грубый предел измерений и переведите переключатель рода работ в положение "U".

### Проведение измерений

1. Перед установкой образца в калориметр взвесьте образец с точностью  $\pm 1$  мг.
2. Проведите измерения времен запаздывания при разогреве пустой ампулы.

Порядок операций:

- Протрите ампулу и крышку каким-либо растворителем.
  - Включите блок питания и выведите по вольтметру блока питания напряжение до нуля.
  - Настройте микровольтметр Ф136.
  - Охладите блок калориметра до начальной температуры. Для этого налейте в бачок жидкий азот и установите его на верхний колпак калориметра так, чтобы азот поступал внутрь измерительной ячейки.
  - Следите по показаниям микровольтметра за охлаждением блока. Блок должен охладиться примерно до температуры кипения азота (77 K).
- Свидетельством того, что блок охлажден до необходимой температуры, является выравнивание показаний микровольтметра при положениях переключателя "ТЕМПЕРАТУРА"  $t_1$  и  $t_2$ .
- Установите переключатели "ТЕМПЕРАТУРА" в положение 125 °С, и "ИЗМЕРЕНИЕ" - в положение  $t_1$ .
  - Нажмите кнопку "нагрев" и установите начальное напряжение  $(20 \pm 2)$ В.
  - При достижении температуры 125 °С включите секундомер и переведите переключатель "ИЗМЕРЕНИЕ" в положение  $t_2$ .
  - При достижении 125 °С на второй термопаре выключите секундомер.
  - Измеренный интервал времени занесите в таблицу протокола измерений.
  - Проведите те же измерения на всех остальных температурах.

3. Установите образец в калориметр и произведите измерения времен запаздывания температуры при разогреве калориметра. Измерения производите в соответствии с требованиями п.2.

4. Рассчитайте значения теплоемкости. Занесите их в протокол измерений. Постройте график температурной зависимости теплоемкости.

### Задания

1. Измерьте теплоемкость заданного образца.
2. Укажите источники ошибок.
3. Постройте графики температурных зависимостей теплоемкости. Сравните с результатами измерений в лабораторной работе 2.5(1).

### Приложение

Таблица регистрации результатов эксперимента

Дата	Опыт №	ИТ-с-400
Испытуемый образец		

Смазка: (кг)				
$t_0, ^\circ\text{C}$	$\tau_T, ^\circ\text{C}$	$\tau_a, ^\circ\text{C}$	$K_T, \text{Вт/К}$	$C_M, \text{Дж/Кг К}$
-100			0,279	345
-75			0,304	358
-50			0,361	365
-25			0,360	373
0			0,348	376
25			0,362	385
50			0,367	392
75			0,377	396
100			0,381	400
125			0,379	403
150			0,406	405
175			0,379	405
200			0,396	408
225			0,411	410
250			0,408	412
275			0,454	415
300			0,397	417
325			0,432	420
350			0,440	422
375			0,411	423
400			0,440	425

Интернет версия подготовлена на основе издания: Описание лабораторных работ.  
 Часть2. Молекулярная физика. Новосибирск: Изд-во, НГУ, 1988

© Физический факультет НГУ, 2000

© Лаборатория молекулярной физики НГУ, 2000, <http://www.phys.nsu.ru/molecules/>