



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109164128 B

(45) 授权公告日 2020.11.10

(21) 申请号 201811267620.6

(22) 申请日 2018.10.29

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 109164128 A

(43) 申请公布日 2019.01.08

(73) 专利权人 中国科学院上海硅酸盐研究所

地址 200050 上海市长宁区定西路1295号

(72) 发明人 杨莉萍 陶冶 汪文兵 刘震炎

(74) 专利代理机构 上海瀚桥专利代理事务所

(普通合伙) 31261

代理人 曹芳玲 邹蕴

(51) Int. Cl.

G01N 25/00 (2006.01)

审查员 尹文杰

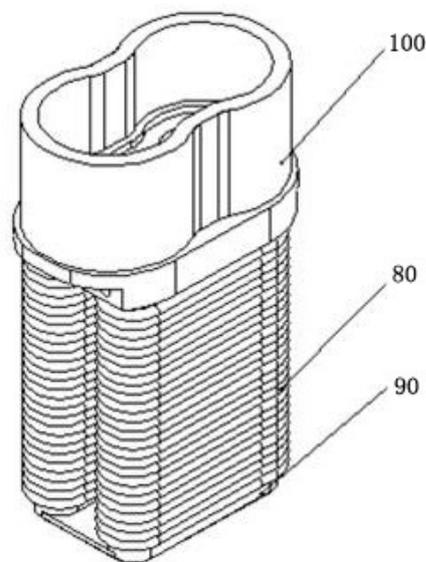
权利要求书1页 说明书6页 附图7页

(54) 发明名称

一种用于热分析仪器的炉体

(57) 摘要

本发明的一种用于热分析仪器的炉体,包括:中空的炉体主体、位于炉体主体下方的两个以上的导热柱、和缠绕于导热柱外表面的两组以上的加热器;炉体主体的截面形状为哑铃形,内部设有两个对称的样品腔,并且在中央部位设置有孔,作为腔内气体流通的通气通道;多个导热柱排布于炉体主体的两个对称的样品腔的下方并成轴对称分布;加热器由加热丝组成并对称缠绕在导热柱上。根据本发明,能使炉体结构紧凑,使样品本身对称受热,还能提高升温速率,能实现大功率加热。



1. 一种用于热分析仪器的炉体,包括:中空的炉体主体、位于所述炉体主体下方的两个以上的导热柱、和缠绕于所述导热柱外表面的两组以上的加热器;

所述炉体主体的截面形状为哑铃形,内部设有两个对称的样品腔,并且在中央部位设置有孔,作为腔内气体流通的通气通道;

多个所述导热柱排布于所述炉体主体的两个对称的样品腔的下方并成轴对称分布;

所述加热器由加热丝组成并对称缠绕在所述导热柱上。

2. 根据权利要求1所述的用于热分析仪器的炉体,其特征在于,所述加热丝为双股。

3. 根据权利要求1所述的用于热分析仪器的炉体,其特征在于,所述炉体的构件或材料均采用无磁材料。

4. 根据权利要求1所述的用于热分析仪器的炉体,其特征在于,所述导热柱的下方连接制冷部件,所述导热柱的下表面为导冷面。

5. 根据权利要求1所述的用于热分析仪器的炉体,其特征在于,所述导热柱与所述炉体主体通过胀紧、螺纹或焊接方式分体连接,或者整体式加工为一体。

6. 根据权利要求1所述的用于热分析仪器的炉体,其特征在于,所述炉体主体和所述导热柱的材料均为高导热率的材料。

7. 根据权利要求1所述的用于热分析仪器的炉体,其特征在于,所述加热器为电阻加热丝,经绝缘处理后缠绕于所述导热柱上。

8. 根据权利要求7所述的用于热分析仪器的炉体,其特征在于,所述绝缘处理为单孔短陶瓷柱、铠装或绝缘涂层。

9. 一种具备权利要求1至8中任一项所述的炉体的热分析仪器。

一种用于热分析仪器的炉体

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于热分析仪器的炉体。

背景技术

[0002] 目前,热分析技术是在程序温度控制下测量物质的物理性质随温度的变化,用于研究物质在某一特定温度时所发生的热学、力学、声学、光学、电学、磁学等物理参数的变化,是一种十分重要的分析测试方法。此外,不同的技术方法对应不同的热分析仪器,但通常热分析仪器包括温度控制器、炉体、物理检测单元、气氛控制器和数据处理系统等,其中,炉体是热分析仪器的核心部件,为试样提供一个测量所需的均温环境得到支撑。

[0003] 具体而言,可分为差示扫描量热法(Differential Scanning Calorimetry;DSC)、差热分析(Differential Thermal Analysis;DTA)、热重分析仪(Thermo Gravimetric Analyzer;TGA)、以及动态热机械分析(Dynamic Thermomechanical Analysis;DMA)等。

[0004] 差示扫描量热法中所需的差示扫描量热仪(以下有时也会简称DSC)是上述热分析仪器的一种,也是应用最广泛的一种,是使样品处于程序温度控制下,观察样品和参比物之间热流差随温度或时间变化的测试仪器。另外,磁环境还能对材料的物相形成及性能产生影响,对材料新现象和机理研究具有重要的科学价值。

[0005] 然而,目前产品性能指标过低,商品化的差示扫描量热仪的升温速率大部分在80K/min,只有少数能达到100K/min,但该升温指标也不是在仪器的全温区范围内均能达到,当炉温到达773K的高温区后,差示扫描量热仪的实际升温速率会低于指标值。另外,针对应用于磁环境的差示扫描量热仪的研究,也几乎处于起步阶段。

发明内容

[0006] 发明要解决的问题:

[0007] 针对上述问题,本发明的目的在于提供一种可实现快速升温、且在有磁和无磁环境下均能准确测量的用于热分析仪器的炉体。

[0008] 解决问题的技术手段:

[0009] 本发明提供一种用于热分析仪器的炉体,包括:中空的炉体主体、位于所述炉体主体下方的两个以上的导热柱、和缠绕于所述导热柱外表面的两组以上的加热器;

[0010] 所述炉体主体的截面形状为哑铃形,内部设有两个对称的样品腔,并且在中央部位设置有孔,作为腔内气体流通的通气通道;

[0011] 多个所述导热柱排布于所述炉体主体的两个对称的样品腔的下方并成轴对称分布;

[0012] 所述加热器由加热丝组成并对称缠绕在所述导热柱上。

[0013] 根据本发明,本发明与现有技术相比较,具有如下技术效果:

[0014] 1、本发明的炉体主体采用哑铃形,与传统的圆形相比体积小,炉体结构紧凑,有效减小了质量热容,另外样品被包裹均匀,使样品本身对称受热;

[0015] 2、本发明采用了多导热柱进行导热,与传统的单根圆柱相比,有效增加了导热面积,热量向炉中心靠拢,减少热损失,提高了升温速率;

[0016] 3、本发明的导热柱和加热器的数量均为二以上,因此在增加传热面积的同时,能实现大功率加热,且加热均匀。

[0017] 也可以是,本发明中,所述加热丝为双股。借助于此,加热器通过双股缠绕在对应的导热柱上,消除了加热丝本身带来的磁效应,减少了加热丝对外部磁环境的干扰。

[0018] 也可以是,本发明中,所述炉体的构件或材料均采用无磁材料。借助于此,可以应用于磁环境下的测量,消除仪器材料本身带来的磁干扰,提高测量精度。

[0019] 也可以是,本发明中,所述导热柱的下方连接制冷部件,所述导热柱的下表面为导热面。借助于此,炉体能够实现低温测量。

[0020] 也可以是,本发明中,所述导热柱与所述炉体主体通过胀紧、螺纹或焊接方式分体连接,或者整体式加工为一体。

[0021] 也可以是,本发明中,所述炉体主体和所述导热柱的材料均为高导热率的材料。借助于此,炉体可以快速实现均温,为样品的测量提供了一个稳定的均温环境。

[0022] 也可以是,本发明中,所述加热器为电阻加热丝,经绝缘处理后缠绕于所述导热柱上。借助于此,加热器的电阻在升温过程中比较稳定,便于稳定控温。

[0023] 也可以是,本发明中,所述电阻加热丝的材质为镍铬合金丝。借助于此,加热器没有磁性,消除本身对磁环境测量的影响,另外加热器在高温下不容易氧化,延长了加热器寿命。

[0024] 也可以是,本发明中,所述绝缘处理为单孔短陶瓷柱、铠装或绝缘涂层。借助于此,加热器可以实现可靠的绝缘。

[0025] 发明效果:

[0026] 根据本发明的用于热分析仪器的炉体不仅能实现快速升温、还能在有磁和无磁环境下进行准确的测试测量。根据下述具体实施方式并参考附图,将更好地理解本发明的上述内容及其它目的、特征和优点。

附图说明

[0027] 图1是根据本发明的炉体的立体图;

[0028] 图2是图1所示的炉体的主视图;

[0029] 图3是图1所示的炉体的侧视图;

[0030] 图4是图1所示的炉体的俯视图;

[0031] 图5是沿A-A的向视剖视图;

[0032] 图6是将根据本发明的炉体应用于差示扫描量热仪上的局部剖视图;

[0033] 图7是安装有本发明的炉体的差示扫描量热仪的整体结构示意图;

[0034] 图8是根据本发明的炉体的加热升温曲线图;

[0035] 图9是根据本发明的炉体的加热升温速度曲线图;

[0036] 符号说明:

[0037] 100 炉体主体

[0038] 90 导热柱

[0039]	80	加热器
[0040]	1	右导热柱
[0041]	2	左导热柱
[0042]	3	左加热器
[0043]	4	右加热器
[0044]	5	右腔室
[0045]	6	左腔室
[0046]	7	孔
[0047]	8	导冷面
[0048]	9	热流传感器
[0049]	10	控温传感器
[0050]	11	制冷器
[0051]	12	保温层
[0052]	13	气管
[0053]	14	炉盖
[0054]	15	左坩埚
[0055]	16	右坩埚
[0056]	50	CPU
[0057]	51	控温系统
[0058]	52	加热电源
[0059]	53	冷媒
[0060]	54	测量单元
[0061]	55	气路控制单元
[0062]	56	炉温
[0063]	57	热流差信号。

具体实施方式

[0064] 以下结合附图及下述实施方式进一步说明本发明,应理解,附图及下述实施方式仅用于说明本发明,而非限制本发明。在各图中相同或相应的附图标记表示同一部件,并省略重复说明。

[0065] 在此公开一种用于热分析仪器的炉体,图1是根据本发明的炉体的立体图。图2是图1所示的炉体的主视图。图3是图1所示的炉体的侧视图。图4是图1所示的炉体的俯视图。图5是沿A-A的向视剖视图。如图所示,根据本发明的炉体包括:中空的炉体主体100、位于炉体主体100下方的两个以上的导热柱90、和缠绕于导热柱90外表面的两组以上的加热器80。此外,炉体主体100的截面形状为哑铃形,且内部设有两个对称的样品腔,即、右腔室5和左腔室6。但形状不限于此,只要是对称结构即可。

[0066] 具体地,右、左腔室5、6内分别左右对称地放置有热流传感器9,而后分别在热流传感器9的上表面对称地放置左坩埚15和右坩埚16,左坩埚15和右坩埚16位于左腔室6和右腔室5内部。此外,在炉体主体100中心处,即右、左腔室5、6之间的部位,设置用于腔内气体流

通的孔7。后述图6所示的气管13与该孔7连接，且图6所示的控温传感器10埋入炉体主体100底部。其中，气管13穿过加热器80的区域，对气体产生预热作用，控温传感器10埋入炉体主体底部，可以准确地反映样品腔的温度。

[0067] 本实施形态中，导热柱90由两根跑道形导热柱组成，分别为右导热柱1和左导热柱2，对称设置于炉体主体100的下方。导热柱90与炉体主体100可通过胀紧、螺纹或焊接方式分体连接，也可通过整体式加工进行一体化制成。又，导热柱90的侧面为导热面，导热柱90的跑道形横截面为传热面积。又，导热柱90的下端具有导冷面8，若需要实现低温测量，则该导冷面8可作为与后述制冷部件相连接的接口，但并非必须具备。导热柱90与炉体主体100的材料应为高导热率的材料，例如为银，但不限于此，只要导热系数不小于 $100\text{W/m}\cdot\text{K}$ 即可。其中，高导热率材料有银、铜、铝等，炉体主体和导热柱不需要为同样的材质。另，导热柱90的数量和形状也不限于此，只要形成为能对称且均匀地导热的结构即可。

[0068] 本实施形态中，与上述结构相对应地，加热器80也由两组组成，分别为左加热器3和右加热器4，但不限于此，只要加热器80的数量不多于导热柱90的数量即可。又，加热器80由双股电阻加热丝组成，经绝缘处理后分别对称地缠绕在导热柱90上。具体地，构成加热器80的电阻加热丝穿过短陶瓷柱从而实现绝缘，而绝缘后的电阻加热丝分别双股缠绕在对应的右导热柱1和左导热柱2上，由此构成加热器80。本实施形态中，加热器80使用的电阻加热丝为无磁性的镍铬合金丝，但不限于此，具体地，使用无磁性的镍铬合金丝则加热器80没有磁性，可消除本身对磁环境测量的影响，且加热器80在高温下不容易氧化，延长了加热器寿命。但若不考虑磁环境的应用，还可以选择其它材料，如铁铬铝等。

[0069] 另，加热器80也不限于两组，只要能实现均匀加热，则数量上不设限制，且各组加热器80之间可串联或并联连接。此外，加热器80的数量与导热柱的数量是不是一一对应的，加热器的数量最多为导热柱的数量。另，加热器80的加热丝股数不唯一，双股是最优方案，目的是相互抵消自身产生的磁场。

[0070] 又，上述绝缘处理还可为单孔短陶瓷柱、铠装或绝缘涂层等。本发明中，绝缘处理优先选用单孔短陶瓷柱，即在加热丝外圆上套装若干只短陶瓷柱实现加热器80与导热柱90间的电隔离措施。借助于此，加热器80可以实现可靠的绝缘，短陶瓷柱间的微小间隙解决了加热器热胀冷缩几何尺寸变化带来的影响，陶瓷柱导热快，可快速将加热丝的热量传导给导热柱90，另外短陶瓷柱间的间隙也可通过对流方式加强与导热柱90之间的换热。但除单孔短陶瓷柱外，也可以通过铠装和绝缘涂层实现绝缘。

[0071] 图6是将根据本发明的炉体应用于差示扫描量热仪上的局部剖视图。图7是安装有本发明的炉体的差示扫描量热仪的整体结构示意图。如图所示，可设置与导热柱90下端的导冷面8连接的制冷器11，保温层12位于炉体主体100、导热柱90和制冷器11的外周，换言之隔着一定空间地包裹上述各构件。炉盖14覆盖于炉体主体100的上表面。其中，制冷器11可以是液氮作为冷媒的制冷部件，或机械制冷部件。又，导热柱90的下表面作为与制冷器11相连的接口，而制冷器11与导热柱90的下表面可以是螺纹连接，也可以焊接，不做限定，只要接触面确保密封即可。

[0072] 保温层12的结构是内层采用不锈钢的隔热屏，外层采用低导热率的隔热材料，如气凝胶，这样有效阻挡了高温区的热辐射部分和低温区的热传导部分。炉盖14分两层，内层采用不锈钢薄皮包裹低导热率的隔热材料，对炉体主体100实现密封和保温作用，外层为不

锈钢支撑架,内层与外层弹性连接,这样可以解决炉体主体100因工作时间在宽温区范围内因热胀冷缩产生的几何尺寸变化而导致炉盖受力和无法密封的问题。

[0073] 又,如图6所示,控温传感器10安装于炉体主体100的下部,内嵌于其孔中,并采用高温粘接剂固定,用来测量炉体的温度。热流传感器9安装于炉体主体100的腔室内,热流传感器9中央处设一通孔,与炉体主体100通过螺钉连接,用来测量左坩埚15和右坩埚16的热流差信号,与此同时在螺钉中心另设一通孔,为走气通道。气管13的上端面有一内螺纹,与热流传感器9的连接螺钉连接,用来对左腔室6和右腔室5通吹扫气体。上述均为本领域公知结构,并非限定,可根据需求而灵活变动。

[0074] 如图7所示,概略地示出了差示扫描量热仪的整体结构。具体操作时,在左坩埚15内放置待测样品,右坩埚16为空坩埚,作为参比物。随后,CPU50根据待测样品所需的程序控制温度而发出指令,控温系统51接收指令后控制加热电源52和冷媒53对炉体主体100进行升温或者降温实验,同时CPU50根据待测样品所需吹扫气体流量控制气路控制单元55对炉体主体100的腔室按照一定的流量进行吹扫。在此过程中,炉温56即是控温传感器10读取的炉体主体100的实际温度,控温系统通过炉温56的数值与目标温度值实时比较,采用PID控温算法对炉体主体100的炉温56进行精确控制,为样品的测量提供一个精确的均温环境,热流传感器9测量所得的热流差信号57被测量单元54采集并输出,从而完成了对待测样品的测量任务。

[0075] 根据本发明的炉体,因采用哑铃形的炉体主体100而与传统的圆形相比体积小,有效减小了质量热容,而且能均匀包裹样品使其对称受热。又,通过采用至少两个导热柱90进行导热,因而与传统的单根圆柱相比有效增加了导热面积,热量向炉中心靠拢,减少热损失,提高了升温速率,此外加热器的数量也为至少两个,因此在增加传热面积的同时,能实现大功率加热,且加热均匀。又,本发明中,由于零件材料全都采用无磁材料,因而能应用于磁环境下的测量,此外由于加热器80是双股缠绕在对应的导热柱90上,由此能进一步消除电阻加热丝本身带来的磁效应,减少了加热丝对外部磁环境的干扰。

[0076] (实施例)

[0077] 下面进一步列举实施例以详细说明本发明。

[0078] 同样应理解,以下实施例只用于对本发明进行进一步说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,本领域的技术人员根据本发明的上述内容作出的一些非本质的改进和调整均属于本发明的保护范围。下述示例具体的工艺参数等也仅是合适范围中的一个示例,即本领域技术人员可以通过本文的说明做合适的范围内选择,而并非要限定于下文示例的具体数值。

[0079] 将根据本发明的炉体应用于差示扫描量热仪上后,如上述放入待测样品,完成准备工作,接着对样品进行单一加热实验,检测炉体的升温能力。具体地,图8根据本发明的炉体的加热升温曲线图。图9根据本发明的炉体的加热升温速度曲线图。参考图8和9可知,加载568.5瓦的加热功率,炉体可实现加热温度1023K,最快升温速度为6.1815K/s(约370K/min),1023K温度点的升温速度为1.9778K/s约118K/min。

[0080] 综上,通过改变炉体主体100的形状及巧妙设置导热柱90和加热器80结构,可使炉体实现快速升温,经上述实施例的实验证明,炉温573K以前可达到370K/min的升温速率,炉温773K以前可达到289K/min的升温速率,炉温973K以前可达到200K/min的升温速率。由此,

相较于现有技术,不仅实现了就快速升温,更因炉体零件全采用无磁材料制作而能在有磁和无磁环境下进行准确的测试测量。此外炉体结构紧凑,可放置于狭窄的间隙中,大大提升了适应性。因此,本发明在热分析技术领域大有用途。

[0081] 以上的具体实施方式对本发明的目的、技术方案和有益效果进行了进一步详细说明,应当理解的是,以上仅为本发明的一种具体实施方式而已,并不限于本发明的保护范围,在不脱离本发明的基本特征的宗旨下,本发明可体现为多种形式,因此本发明中的实施形态是用于说明而非限制,由于本发明的范围由权利要求限定而非由说明书限定,而且落在权利要求界定的范围,或其界定的范围的等价范围内的所有变化都应理解为包括在权利要求书中。凡在本发明的精神和原则之内的,所做出的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

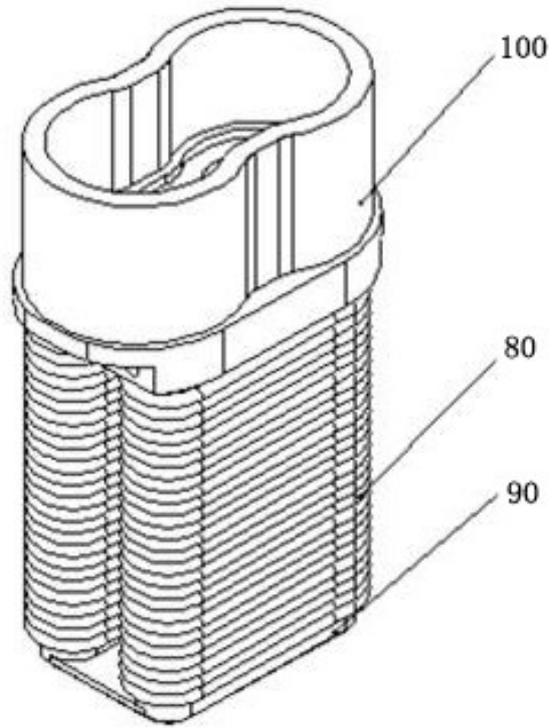


图 1

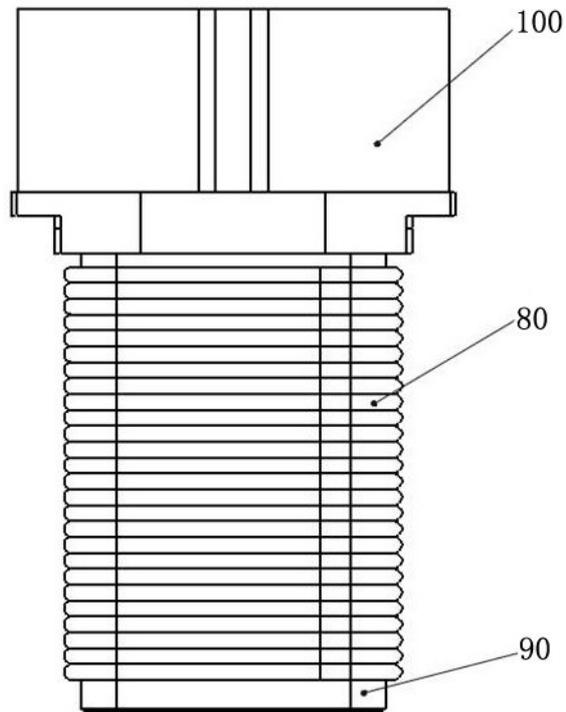


图 2

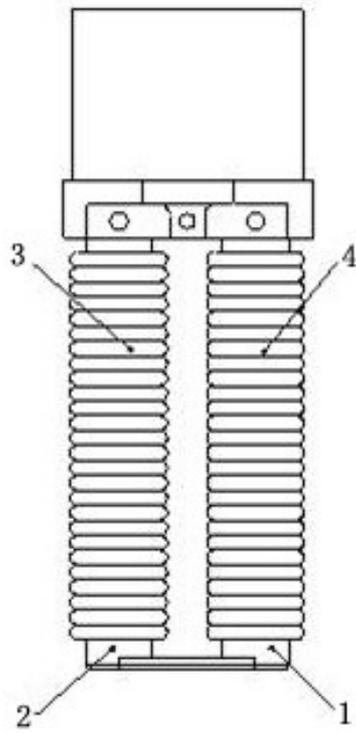


图 3

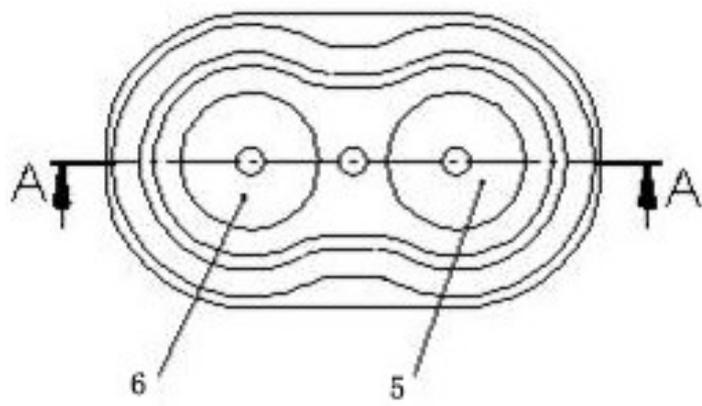


图 4

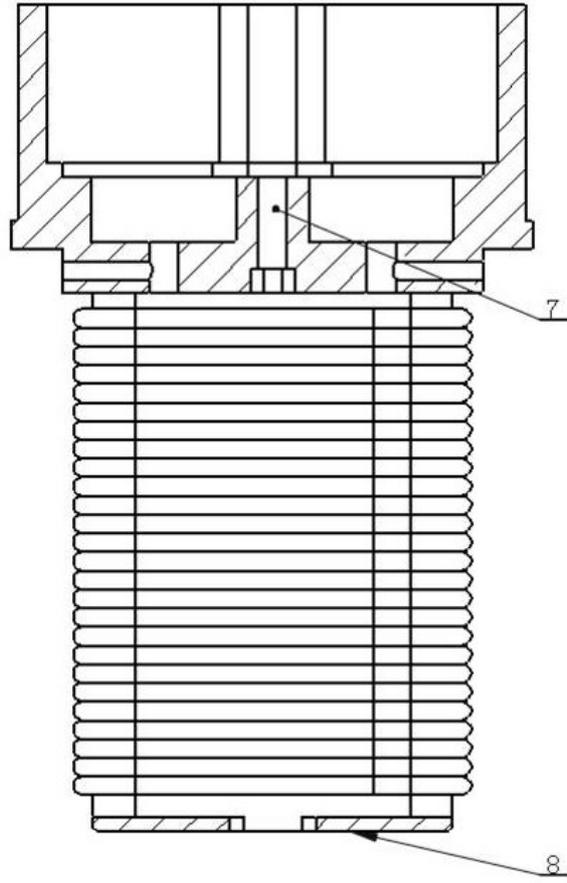


图 5

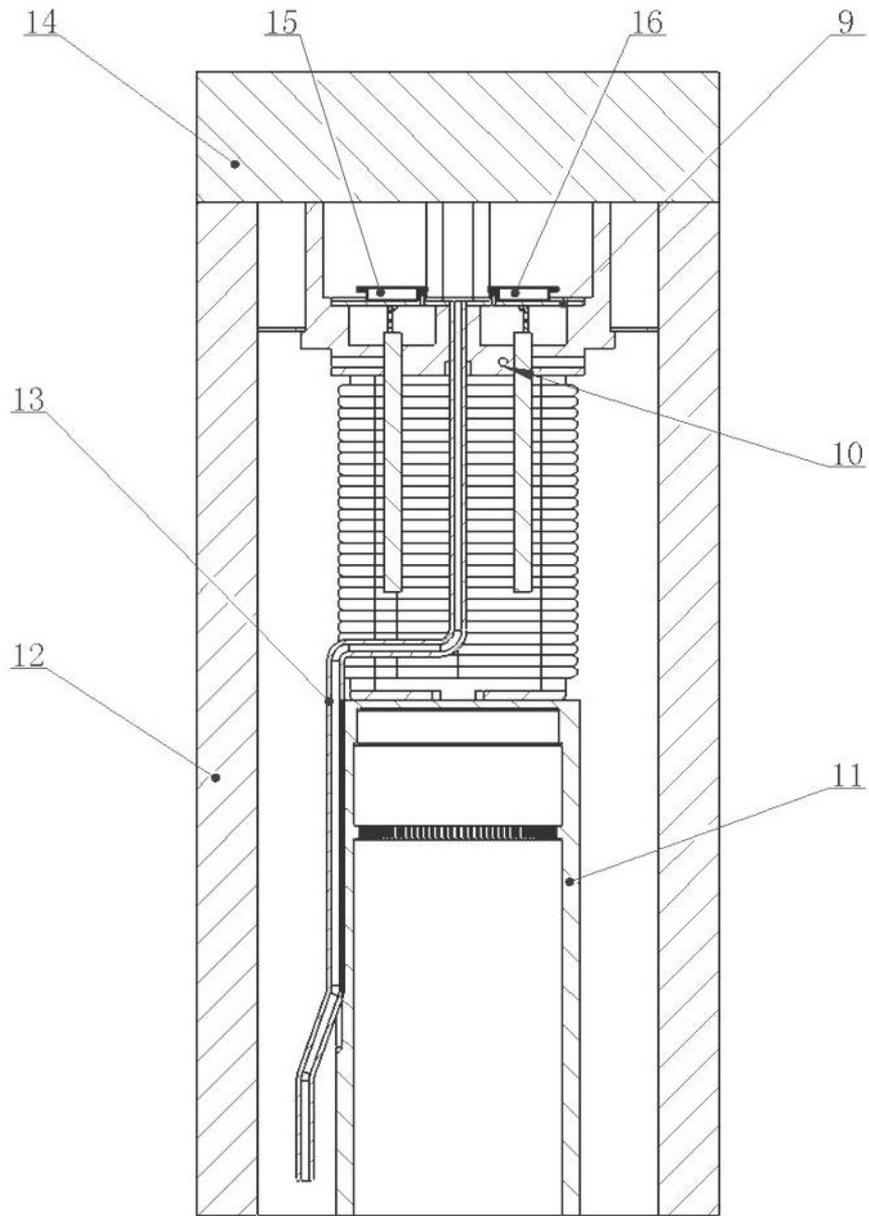


图 6

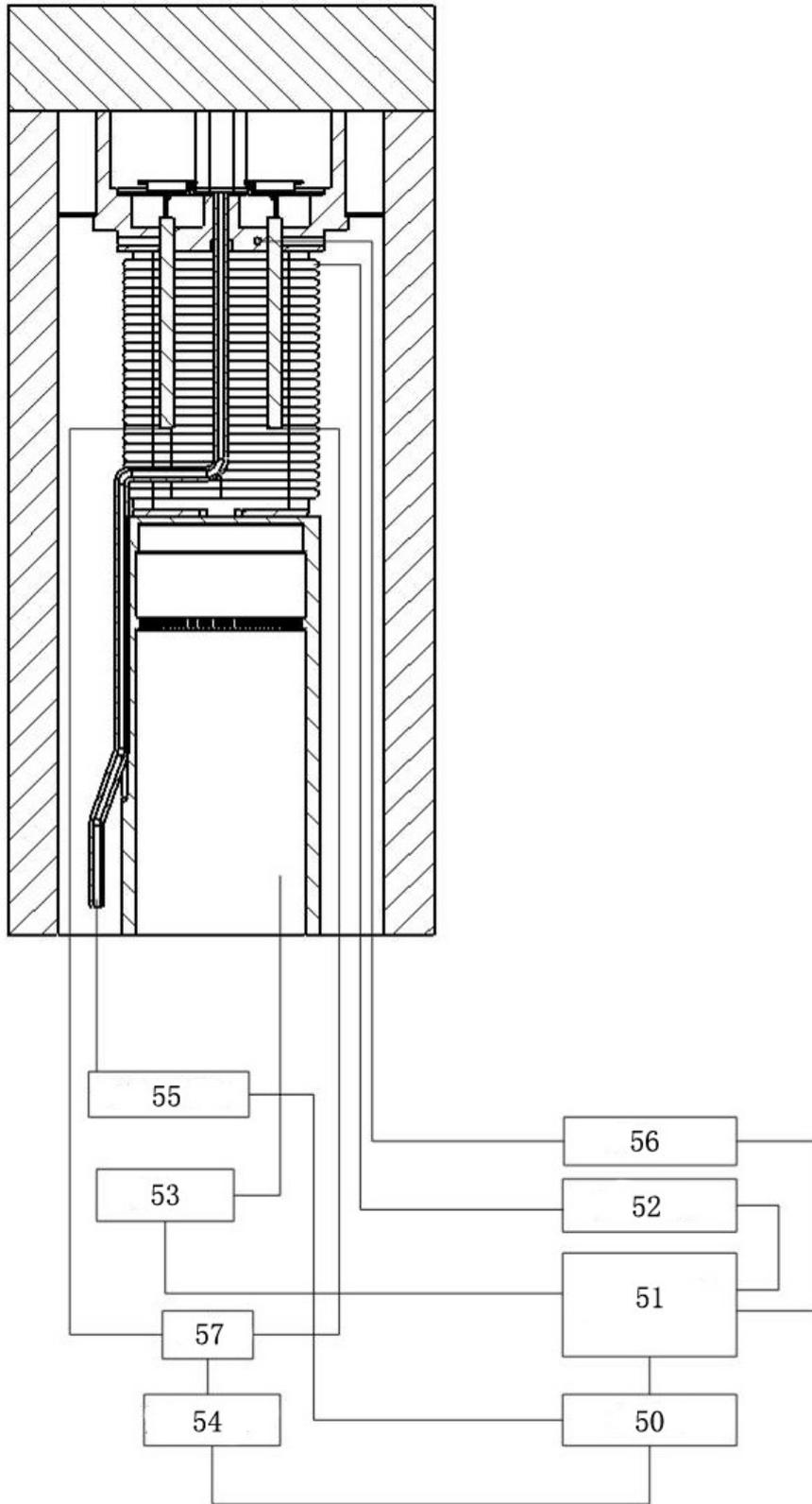


图 7

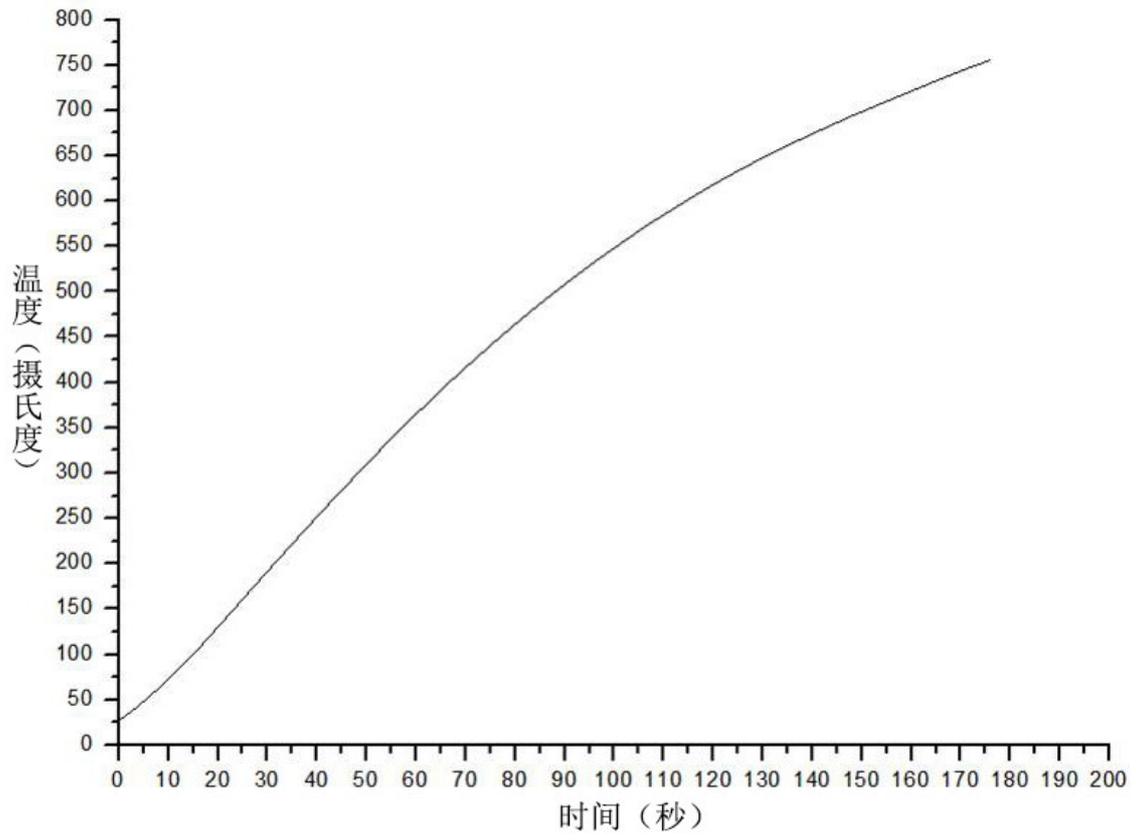


图 8

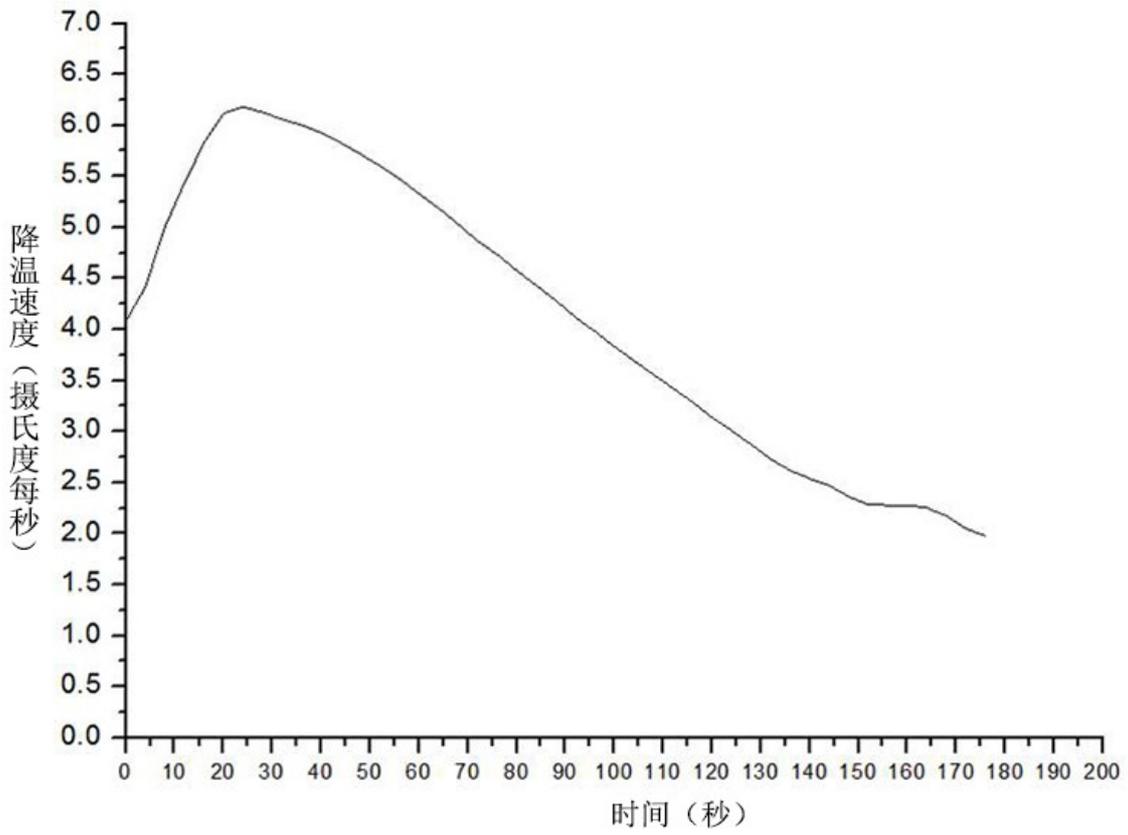


图 9