



# 目录

一.用途与特点	1
二.工作条件及主要技术参数	1
三.WRR-Y 熔点仪的工作原理	2
四.仪器结构	3
五.操作步骤	4
六.仪器的校准	6
七.使用注意事项	10
八.仪器的维修及校验	10
九.售后服务事项和生产者责任	11
附录1	12
附录2	13

本产品根据上海仪电物理光学仪器有限公司企业标准 Q31/0104000005C038《WRR-Y药物熔点仪》生产

## 一. 用途与特点

根据物理化学的定义,特质的熔点是指该物质由固态变为液态时的温度。在有机化学领域中,熔点测定是辨认物质本性的基本手段,也是纯度测定的重要方法之一。因此,熔点测定仪在化学工业、医药研究中据有重要地位,是生产药物、香料、染料及其他有机晶体物质的必备仪器。

WRR-Y 熔点仪是按照最新药典规定的熔点检测方法而设计的,能够实现水油两用一体测量,采用软件自动校正设置,采用经典的 PID 算法实现温度程控,初熔和终熔数字显示。应用了线性校正的铂电阻作检测元件。仪器采用药典规定的毛细管作为样品管,通过高倍率的放大镜观察毛细管内样品的熔化过程,清晰直观,是制药、化工、染料、香料、橡胶等行业理想的熔点检测仪器。

## 二. 工作条件及主要技术参数

## 2.1 仪器正常工作条件

正常工作条件如下:

- a) 温度: 5℃~35℃:
- b) 相对湿度:不大于 85%;
- c) 电源: AC 220V±22V;
- d) 无强烈电磁场干扰。

## 2.2 主要技术参数

2.2.1 熔化过程检测方法

目视观察

2.2.2 熔点显示方式

液晶显示

2.2.3 熔点测量范围:

(用水作传温液)40° $\sim$ 90°;(用硅油作传温液) 60° $\sim$ 280°C

2.2.4 温度数显最小示值

0.1°C

2.2.5 示值误差

示值误差如下:

- a) <200°C范围 ±0.4°C;
- b) ≥200℃范围 ±0.7℃。
- 2.2.6 示值重复性

0.3℃

2.2.7 升降温时间

升降温时间如下:

- a) 从 60℃升到 250℃不大于 9min; (介质: 硅油)
- b) 从 250℃降到 60℃不大于 13min。(介质: 硅油)
- c) 从 40℃升到 100℃不大于 7min; (介质: 水)
- d) 从 100℃降到 40℃不大于 16min。(介质:水)
- 2.2.8 始温度设定准确度

±1°C

2.2.9 升温速率

0.5℃/min; 1.0℃/min; 1.5℃/min; 3.0℃/min 四档

2.2.10 线性升温速率误差

10%

2.2.11 水/油选择

通过水/油选择按键,当传温介质为水时,选择水程序;当传温介质为油时,选择硅油程序。

## 2.3 仪器规格参数

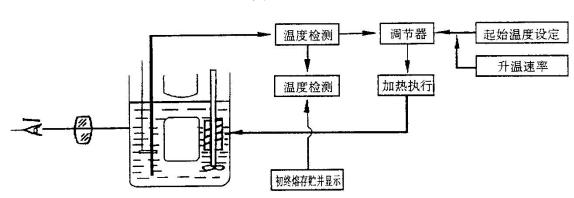
- a) 毛细管尺寸: 內径 0.90mm~1.10mm; 壁厚 0.10mm~0.15mm; 长度 120.00mm
  - b) 传热介质: 水或硅油
  - c) 质量(净重): 10kg
  - d) 电源: AC 220V±22V; 50Hz±1Hz;
  - e) 外形尺寸: 1×b×h: 270mm×320mm×380mm

#### 2.4 仪器级别

本仪器符合 JJG 701-2008 中的 0.5 级的技术要求。

## 三.WRR-Y 熔点仪的工作原理

图 1



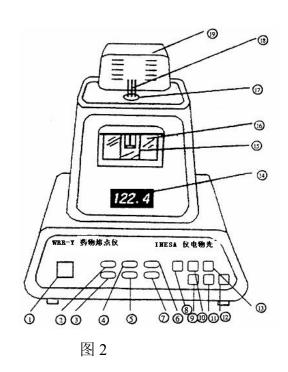
在一个水/油浴循环管中,通过高倍率的放大镜观察毛细管内样品的熔化过

程,温度检测采用直接插入水/油浴管中贴近毛细管底部的铂电阻作探头,所得的测温信号经非线校正、电压放大送至数字电压表进行温度显示,炉子温度是电子控制的,起始温度通过按键输入,经数模转换器(D/A)将数字量转换为模拟量,这一模拟量与测温单元所得温度模拟量一同输入调节器。由温度执行器进行加热或降温控制,当观察到样品刚开始熔化时,按一下初熔键,初熔即被存贮并显示;当观察到样品完全熔化呈全透明时,按一下终熔键,终熔即被存贮并目显示。

## 四. 仪器结构

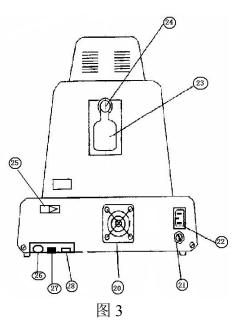
仪器正面视图如图 2 所示

1.电源开关键	11.—
2.初熔 1	12.预置
3.终熔 1	13.+
4.初熔 2	14.液晶显示区域
5.终熔 2	15.观察窗
6.初熔 3	16.观察屏
7.终熔 3	17.毛细管插入口
8.升温	18.毛细管
9.校正	19.顶盖
10.→	



## 仪器背面视图如图 3 所示:

- 20.散热风扇
- 21.保险丝座
- 22.电源插座
- 23.溢油瓶
- 24.溢出口
- 25.水/油选择开关
- 26.PT-100 接口
- 27.USB 通讯接口(连接 PC)
- 28.RS232 通讯接口(连接微型打印机)



## 五.操作步骤

### 5.1 使用前准备工作

注意: 进入正式测试前, 必须进行使用前的准备工作。

## 5.2 水/硅油的灌入

用注射器(附件)吸取硅油(附件)10ml 从溢出口(26)注入, 重复 6 次, 共需注入 60ml 硅油, 然后将溢油瓶(24)套在溢出口(26)上。

若用水做传温介质,操作步骤与硅油相同。建议使用纯净水,并在测试高温 样品时及时补充。

### 5.3 油浴管的更换

如果需要更换油浴管,请按附录(一)的方法更换。

#### 5.4 熔点测定

通过按键输入所需要的起始温度,设置的起温度应低于待测物质的熔点(不大于 280℃),根据线性升温速率,推荐下表;供用户参考。

速率选择	起始温度低于熔点	
0.5℃/min	3℃	
1°C/min	<b>≥5℃</b>	
1.5℃/min	<b>≥6°</b> ℃	
3℃/min	≥9°C	

## 5.5 温度设定与熔点测试

5.5.1 根据传温介质,选择水/油程序:

若是水时,请将后面板上的水/油选择开关置于"水"档; 若是油时,请将后面板上的水/油选择开关置于"油"档。

5.5.2 打开电源开关,开机显示:

" WRR-Y "" 药物熔点仪" ""上海仪电物光 "

经过短暂的显示后,画面会跳至 5.5.3 预置画面 5.5.3 预置画面:

- "升温速率 V: X.X"
- "预置温度 t: XXX.X"
- "炉内温度 T: XXX.X"
- "当前介质: XX"

其中:  $\mathbf{H}$ 温速率  $\mathbf{V}$ :  $\mathbf{X}$ . $\mathbf{X}$  表示前一次测量输入的升温速率。

预置温度 t: XXX.X表示前一次测量输入的预置温度。

炉内温度 T: XXX.X 表示当前的炉内温度。

**当前介质:** XX 表示炉内的温度传输介质: 水/油

如果 E2PROM 存储器工作不正常,显示

# "存储器连接失败"

"将按原始参数配置"

此时显示的升温速率与预置温度为系统内部默认值 V: 1.0; t: 0℃

### 5.5.4 温度调节画面:

通过按键"→"选择升温速率、预置温度的百位、十位、个位。通过按键"+"、"一"选择增量、减量。(选中的修改项为闪烁显示)选择完毕,按"**预置**"按键 2 次,此时系统会进入升温或者降温状态,进行 PID 温度调节。

温度调节画面为:

"t: XXX ↑" " 水/硅油"

其中:

- t: XXX 表示本次测量输入的预置温度:
- T: XXX.X 表示为炉内的实际温度:
- "↑"闪烁表示现在温度低于设定温度,正在加热:
- "一"稳定 表示现在温度在设定温度范围内,即炉内温度与设定的温度已经平衡,可以进行熔点的测量;
  - "↓"闪烁表示现在温度高于设定温度。

现在已经进入温度调节阶段;同时此次的设定速率、预置温度保存到系统的 E2PROM 存储器,以备下次使用。(如果 E2PROM 存储器工作不正常,本次信息不被储存)。经过一段时间的 PID 调节,炉内的温度将会与用户设定的温度保持平衡,当炉内温度 T 与预置温度 t 相差在±0.3 度时,持续 40s 左右,系统将会出现"-"符号,同时蜂鸣器将鸣叫,此时表示温度已经平衡,用户可以进行熔点测量了。

#### 5.5.5 熔点测量画面

将装有待测物质的毛细管(14)从毛细管插入口内的小孔中置入到油浴管中。(插入及取出毛细管时必须小心谨慎,切勿折断),按"升温"键。现在仪器根据设定的升温速率进入匀速升温阶段。画面显示如下:

V: X.X T:XXX.X
F1: E1:
F2: E2:
F3: E3:

V: X.X 表示本次测量的设定的预置温度:

T: XXX.X 表示现在实际温度;

F1: 表示第一根毛细管的初熔值:

E1: 表示第一根毛细管的终熔值:

F2: 表示第二根毛细管的初熔值:

E2: 表示第二根毛细管的终熔值;

F3: 表示第三根毛细管的初熔值;

E3: 表示第三根毛细管的终熔值;

测量者可根据目视样品的溶解情况,按下相应的键盘,此时在相应位置显示并记录当前的温度值。三根毛细管的初熔、终熔值都记录后,系统将自动计算温度的平均值。

此时画面显示如下:

F: XXX.X	E: XXXX.X
F1: XXX.X	E1: XXX.X
F2: XXX.X	E2: XXX.X
F3: XXX.X	E3: XXX.X

- F: XXX.X 表示三根毛细管初熔值的平均值;
- E: XXX.X 表示三根毛细管终熔值的平均值:

(当用户在RS-232接口上接入RDTH32SC 微型热敏打印机并且已经处于开机打印状态时,当终熔操作完毕,打印机会自动打印出测试结果。)

一次测量结束,系统将会自动保存本次所测的初熔平均值与终熔平均值到 E2PROM。测量者谨慎取出测量完毕的毛细管。测量者如果想进行再次测量,按 "**预置**"键返回,画面将会跳至 5.5.3 **预置画面**。

注:无论是在**温度调节还是在熔点测定**,当用户想提前结束,可以按"**预置**" 按键。液晶将会重新显示到**温度预置画面,即 5.5.3 预置画面**。

## 六.仪器的校准

当仪器使用的年限较长时,其内部的各种电子元器件会出现相应的老化,有

可能会造成物质熔点温度测量不准确的现象,此时建议用户可以自己进行校准,机器一般在出厂前都已经校准过,用户不需要进行校准,请谨慎使用此功能,若校准的方法不对,会对仪器的准确度产生影响。

其校准方法如下:

用户在校准前,重新开机,待系统稳定后,按下"**校正**"按键,此时液晶会出现**校正界面**:

- " 校准功能 (XX) "
- " 温度 1: XXX.X "
- " 温度 2: XXX.X "
- " 温度 3: XXX.X "

若介质为水时,将是水参数校准,显示**校准功能(水)**若为油时,为油参数校准,显示**校准功能(油)** 注:水与油需要分别校准。

## 6.1 介质为水时

当介质为水时,校准使用的温度为 40-90 ℃,用户可以根据自己的标准样品的熔点来设定好温度,也可以按照推荐的温度进行校准。

例: 若标准样品的温度为55℃,可以设定温度为55℃。

一般推荐设定温度从低到高:

校准功能(水)

温度 1: 52.56 ℃

温度 2: 68.78 ℃

温度 3:81.0 ℃

注:温度参数不能为0;

#### 6.2 介质为油时

当介质为油时,校准使用的温度为 40-280 ℃,用户可以根据自己的标准样品的熔点来设定好温度,例:若标准样品的温度为 55℃,可以设定温度为 55℃。

一般推荐设定温度从低到高:

校准功能(硅油)

温度 1:81.0 ℃

温度 2: 153.1 ℃

温度 3: 241.2 ℃

注: 温度参数不能为 0;

#### 6.3 自动校准

当全部温度设定好之后,再按一次"校正"按键,系统将会自动进入校准温度 PID 过程,校准将会从温度 1 开始至温度 3 结束。若设定的温度其中有 0℃时,系统会提示:

## "部分参数为 0" "不能执行校准!"

在校准时,其预置温度会比所设定的温度 1,2,3 分别低 5 ℃。

其温度调制过程与 **5.5.4** 相同,当炉内温度与温度 1 平衡时,会出现平衡标志 "-",同时蜂鸣器会鸣叫一声,用户此时可以进行升温,按下 "**升温**" 按键,系统将会进行升温程序,其测量过程与 **5.5.5** 相同。

当温度1全部测试结束后,出现

F: XXX.X	E: XXXX.X
F1: XXX.X	E1: XXX.X
F2: XXX.X	<b>E2:</b> XXX.X
F3: XXX.X	E3: XXX.X

- F: XXX.X 表示三根毛细管初熔值的平均值;
- E: XXX.X 表示三根毛细管终熔值的平均值;

经过 2s 后,系统将会提示用户选择是否保存本次测量结果,其画面如下:

## "本次结果"

若本次测量认为准确,请按"+",否则按"-"

当按下"+"后,画面会出现

当按下"-"后,画面会出现跳至**校正界面。** 

此时,用户需继续按一次"校正"按键才能继续校准。

温度 2, 温度 3 的校准与温度 1 类似,系统将从第一个到第三个开始校准。说明:

当某一温度结果不准确时,取消选择本次的结果,从第一个温度至第三个温度重新开始校准。

当全部温度均校准 ok 时,系统将会显示:

## 校准功能(XX)

至此,全部校准结束,系统最后会显示

# "全部校准结束" "请关机后测量"

用户需要重新开机才能进行物质熔点的测试。

注: 在校准期间,请用户不要乱按其他按键,以免造成系统错误。

### 七. 使用注意事项

一般推荐用户先测量低熔点物质, 后测高熔点物质。

样品必须按要求焙干,在干燥和洁净的碾钵中碾碎,用自由落体敲击毛细管 使样品填装结实,填装高度应一致,具体要求应符合药典规定。

插入与取出毛细管时,必须小心谨慎,避免断裂。

线性升温速率不同,测定结果也不一致。

毛细管插入仪器前应用软布将外面沾污的物质清除,以免把油浴弄脏。

如要需要更换油浴管,请按附录(一)的方法进行。

- ▶为防止起火或触电事故,请不要让机器暴露在雨中或潮湿环境里,机内有危险的高压配件,因而不要打开机盖.维修人员进行
  - ▶ 为防止触电,请务必使用带接地线的三芯电源插座。
  - ▶拔电源头时,不要直接拉拔电源线,以防拉断。

### 八、仪器的维修及校验

- 1. 仪器应在干燥通风的室内使用,切忌沾水,防止受潮。仪器采用三芯电源插头,接地端应接大地,不能用中线代替。
- 2. 仪器使用的毛细管只允许本厂提供的产品,切忌用手工拉制的毛细管代用,以防太紧而断裂。
- 3. 仪器使用的传温介质硅油必须用 201-100 甲基硅油, 如用其它型号的硅油,则仪器应重新用标准品校验。
- 4. 仪器经过长期使用后,如果油质发生变化,则应重新调换硅油,调换硅油的方法:关掉仪器电源,待油谷管冷却后,用附录(一)的方法卸下油浴管,然后清洗管子,再装入仪器内,重新注入硅油即可使用。
- 5. 使用中如遇毛细管断裂,应先关掉电源,待炉子冷却后打开上盖,把断裂的毛细管取出,如果断裂的毛细管落入油浴管中,则用附录(一)的方法卸下油浴管,取出毛细管,然后再装入仪器内。
- 6. 仪器应定期送制造厂或请我厂技术应用服务部派人进行校验。
- 7. 观察窗放大镜应保持清洁,油浴管也应保持清洁,定期用软布擦去沾污的灰尘。
- 8. 附件一套(应符合配置清单的要求)

## 常见故障及处理的方法

故障现象	原因分析	排除方法
照明灯不亮	灯坏	更换
使用一段时间后,读数不准	硅油氧化变质	更换
搅拌电机不转	电机坏	送厂修理
温度不受控制	电路板坏	送厂修理

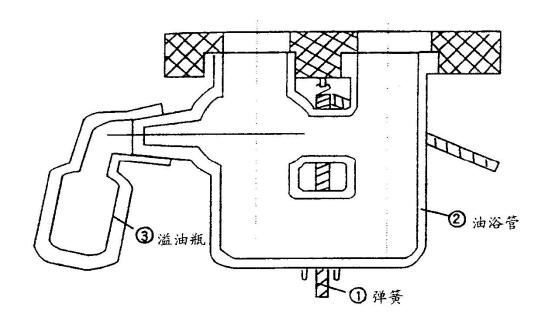
## 九、售后服务事项和生产者责任

- 1、 对本厂产品实行三包"包修、包换、包退"。
- 2、 本厂产品三包的期限为1年,以购货发票时间为准。
- 3、 由于用户未按仪器使用说明书操作造成的仪器损坏,不属保修范围。

## 附录 1

## 油浴管的装卸方法如下:

- 1.首先取下溢油瓶③,然后卸下侧板;
- 2.用手伸进仪器箱体内,一手托住油浴管,一手拉下弹簧①,沿如图方向转动,然后坚直向下再水平取出油浴管②,取出油浴管时,须小心谨慎,以免玻璃破损。
  - 3.把油浴管装入仪器内,按下述方法相反次序进行。



### 附录 2

## 上位机软件安装和使用介绍:

- 1、PC 通讯软件在附带的光盘上"WRR Y 通讯程序 V10.exe",双击安装;
- 2、完成后可在"开始—所有程序--WRR-YF药物熔点仪"下找到并执行;
- 3、请选择随机附带的 USB 线缆连接 WRR-Y 药物熔点仪和电脑;
- 4、打开药物熔点仪电源,选择正确的串口号,选择打开串口,则屏幕指示灯为绿色。



## 软件功能说明:

- 1、电脑会在药物熔点仪空闲状态进行通讯;
- 2、当用户完成一次熔点测试(生成平均值后),系统会自动上传新的数据;
- 3、用户可以保存文件为文本文件或者 Microsoft Word 文件格式,选择覆盖或者增量保存并调整打印。
- 4、当仪表时间与您当地时间不一致时,可以使用同步时间将药物熔点仪的时间 同步为您的计算机时间(请不要频繁使用此选项)。