

## WRS-2C 熔点仪

# 使用说明书





## 目 录

—,	用途及特点	2
=,	规格及主要技术参数	2
三、	工作原理	3
四、	仪器结构	4
五、	操作方法	5
	(一) 开机	5
	(二) 预置	6
	(三) 升温	6
	(四) 测量模式调用和保存	7
	(五) 记录	7
	(六) 时间设置	7
六、	温度校正	8
	(一) 校正温度	8
	(二) 恢复出厂设置	9
七、	连接计算机	10
八、	使用注意事项	10
九、	仪器的维修及校验	11
+、	仪器成套性(详见配置单)	12
+-	一、 常见故障及其处理方法	12
+_		12

本产品根据上海仪电物理光学仪器有限公司企业标准:Q31/0104000005C015《WRS-2C 熔点仪》生产。

## 一、用途及特点

根据物理化学的定义,物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。因此熔点仪在化学工业、医药研究中具有重要地位,是生产药物、香料、染料及其他有机晶体物质的必备仪器。

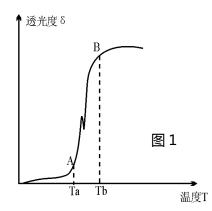
WRS — 2C 熔点仪采用光电自动检测、彩色液晶触摸显示屏等技术,可同时测量三根样品,具有熔化曲线自动记录,初熔、终熔自动显示等功能。控温系统采用精密铂电阻作温度检测元件,应用数字式 PID 调节及 PWM 控温技术,提高了熔点测定精度及可靠性,线性升温速率:0.1℃/min-20.0℃/min之间任意连续可选;仪器可预存8种常用测量模式,简化熔点测定步骤;同时仪器具有自动保存工作参数及存储测定结果的功能,即:时钟功能且可保存多达1000组测定结果数据,也可以通过USB接口或RS232接口与PC机建立通讯,并可连接打印机(**打印机由厂方提供**)。仪器采用药典规定的毛细管作为样品管。

## 二、规格及主要技术参数

1.	熔点测量范围:	室温~360℃	
2.	测量方法:	自动	
3.	温度数显最小示值:	0.1℃	
4.	线性升温速率:	0.1℃/min -20.0℃/min 之间任意连续可选	
5.	测定熔点的准确度:	200℃或 200℃以下范围:±0.4℃	
		200℃以上范围:±0.7℃	
6.	重复性:	升温速率 1.0℃/min 时,0.3℃	
7.	预存测量模式:	8 种	
8.	标准毛细管尺寸:	外径Φ1.4mm 内径Φ1.0mm 长度 90mm	
9.	样品填装高度:	3mm	
10.	数据储存:	1000组	
11.	通讯接口:	USB 或 RS232 串行口自动切换	
12.	打印机型号:	RD-TH32-SC	
13.	电源:	220V±22V、50Hz , 100W	
14.	尺寸(长、宽、高):	360 mm×290mm×170mm	
15.	仪器净重:	8kg	

## 三、 工作原理

仪器的工作原理基于如下事实:物质在结晶状态时反射光线,在熔化状态时透射光线。



因此,物质在熔化过程中随着温度的升高会产生透光度的跃变。图1是典型的熔化曲线(图中 A 点所对应的温度 Ta 称为初熔点, B 点所对应的温度 Tb 称为终熔点(或全熔点); AB 称为熔距(即熔化间隔或熔化范围)。

本仪器采用光电方式自动检测熔化过程。当温度达到初熔点 Ta 和终熔点 Tb 时显示初熔温度及终熔温度,并保存至检测下一样品。

仪器的原理如图 2 所示。自光源发出的光,经聚光镜穿过电热炉和毛细管座的透光孔会聚在毛细管中,透过被测样品的光,由硅光电池接收。所得的光电讯号经放大及 A / D 转换后送 MCU 处理。温度由直接插入毛细管座底部的铂电阻检测,所得的测温信号经非线性校正、电压放大及 A / D 转换后也送至 MCU 处理。MCU 再汇总起始温度、升温速率等信息,经计算处理后输出控制信号经控温调节器驱动执行器。当炉子实测温度高于设定的起始温度时,降温风机被打开,炉子开始降温。当实测温度低于设定温度时,加热炉电热丝通电加热。通过这样一个闭环系统由 MCU 控制炉子温度稳定在设定值附近,并实现加热炉全速升降温或线性升温的功能。

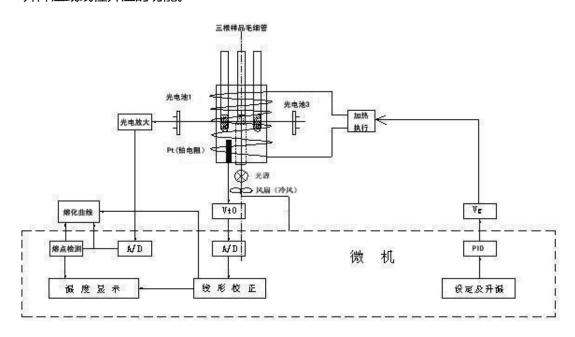


图 2

## 四、 仪器结构

## 1. 仪器正面视图

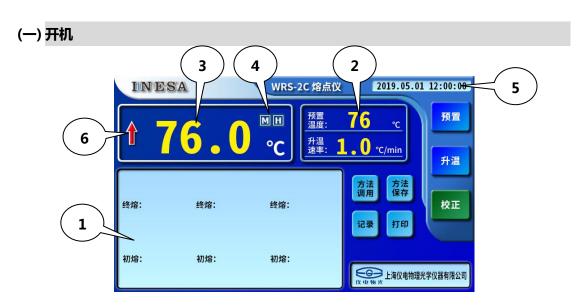


## 2. 仪器背面视图



## 五、 操作方法

WRS-2C 熔点仪是一台全触摸屏按键操作的仪器。和以前的熔点仪相比,仪器的电子电路作了进一步改进,增加了测量数据存储和显示实时时钟功能,同时在程序中使用软件校正,升温速率可以在 0.1℃每分钟至 20℃每分钟之间任意选择。



#### (1) 界面显示说明

1、显示最近 3 次测量的熔化曲线。	2、预置温度与升温速率设定。点击数字部
1、业小取近3次则重的格化曲线。	分,即可设定需要的参数。
3、实时炉温。	4、保温和多熔点模式提示符(按需亮起)。
	6、仪器工作状态提示符:红色向上箭头表
5、时钟,点击时钟右侧数字,更改时间设置。 	示正在加热,绿色向下箭头表示正在冷却。

#### (2) 按键功能

【预置】:	启动温度预置。	
<b>「</b> 」「12日】 .	只有仪器达到预置温度后才会显示【升温】键。按此键,仪器根据设定的	
【升温】:	升温速率 , 开始稳定升温。	
【校正】:	开启校正模式,对仪器温度进行校正( <b>请慎重使用</b> )。	
【记录】:	显示仪器已保存的测量记录。最多 1000 条。	
了 <del>之</del> 》共2田田】。	仪器可保存8种用户常用测量模式(预置温度和升温速率),用户可以按此	
【方法调用】:	键直接选择相应的测量模式。	
「 <del>ナ</del> 汁/ロ左】.	仪器可保存8种用户常用测量模式(预置温度和升温速率),用户可以按此	
【方法保存】:	键将当前的测量模式进行保存。	
【打印】: 打印最近一次测量的数据和熔化曲线。		

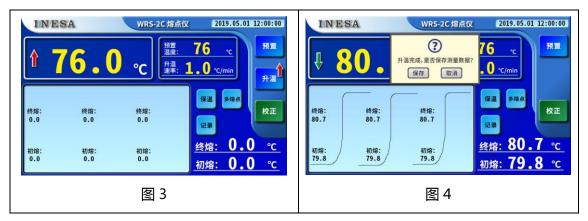
#### (二) 预置

- 1. 直接点击屏幕上的预置温度数字,屏幕显示数字键盘,如右图。
- 2. 按数字键输入需要的预置温度,例如100,按【回车键】确认。
- 3. 注意:最大输入温度 360℃,否则输入无效。
- 4. 按【预置】键,温度预置开始。



#### (三)升温

- 1. 当仪器温度达到预置温度且稳定 30 秒后,会发出"嘀"声长鸣,提示预置完成。同时 【升温】按键显示。用户可以进行升温操作。
- 2. 直接点击屏幕上的升温速率数字,屏幕显示数字键盘,按数字键输入需要的升温速率, 例如 1.0,按【回车键】确认。
- 3. 插入装有待测样品的毛细管,按【升温】键,仪器开始升温并显示升温界面,如图 3。



- 4. <u>若用户没有插入毛细管或毛细管没有药粉,则 5 秒钟后,仪器会鸣响提示并显示错误</u>提示,同时返回预置状态。
- 5. 在升温过程中,可随时按【 预置 】键退出升温。
- 6. 随着温度升高,显示屏上将描绘出样品的熔化曲线,并显示初熔和终熔温度,如图 4。
- 7. 按下【保温】键,温度窗内有"H"字样显示(参见开机说明),仪器开启保温模式,此时,仪器将保持当前温度,不再上升(根据升温速率不同,可能略有偏差)。可用于特殊样品测量。用户可再按一次【保温】键退出。
- 8. 按下【多熔点】键,温度窗内有"M"字样显示(参见开机说明),仪器开启多熔点测量模式。当仪器检测到第一次终熔时,将不会停止测量,而是持续升温,直到检测到第二次终熔时,才会停止。可用于特殊样品测量。用户可再按一次【多熔点】键退出。

- 9. 仪器检测到样品终熔后,会发出"嘀"声长鸣提示,并自动返回设定的预置温度。同时屏幕提示是否保存本次的测量结果,如图4,用户可以选择保存或放弃本次测量值。
- 10. 用户完成一次测量,可以按【打印】键,打印出本次测量的数据和熔化曲线。

#### (四) 测量模式调用和保存

仪器可以储存 8 种常用的测量模式 (预置温度+升温速率)。用户可以随时调用已存储的数据或将本次设定的参数保存到仪器中。

- 1. 调用:按【方法调用】键,显示右图界面, 点击1-8位置号,调用需要的测量模式。
- 2. 保存:按【方法保存】键,显示右图界面, 点击1-8位置号,保存当前设定的测量模式。

若不需要选择,可以再次按【方法调用】 或【方法保存】键退出。



#### (五)记录

按【记录】键,显示如右图界面。仪器可保存 1000 条测量记录,包含日期、时间、起始温度、升温速率、初熔温度、终熔温度等。

用户可按【上一页】或【下一页】,翻看已保存的测量记录,也可按【删除所有记录】键来清除所有记录。



当存储数量超过 1000 条时, 仪器将会自动删除最久的记录, 保留新纪录。

#### (六) 时间设置

在主界面下(非升温),用户可以随时点击显示屏右上角,时间显示的"秒"数字,更改时钟显示。点击时间,显示时间输入键盘。

用户需按顺序输入"年-月-日-时-分-秒"(顺序不能错)。

例如 2018 年 09 月 01 日 12 时 30 分 00 秒 则按顺序输入数字 180901123000 , 然后按【回车键】确认。



## 六、 温度校正

- 请注意,熔点仪出厂后无需校正,用户自校正请仔细阅读以下部分,并谨慎操作。
- 若操作不当造成参数混乱,可按照"(二)恢复出厂设置"说明,恢复出厂校正参数。
- 必须使用符合国家标准的熔点标准物质以准确的校正方法校正熔点仪,否则会直接影响 熔点仪测量准确度。

#### (一) 校正温度

如果用户在使用过程中,对样品的测量准确度把握不是很精确,可以使用标准物质对仪器进行校正。用户可以根据需要,采用一点校正或多点校正。

按【校正】键,仪器提示是否真的需要校正温度,如右图。
用户可以按【校正】键进入校正,也可按【取消】键放弃校正。



- 2. 进入校正模式后,显示屏显示校正点选择界面,如图5,共3个校正点。
- 3. 熔点仪出厂默认使用的校正样品是:萘(终熔 80.7℃)、已二酸(终熔 153.0℃)、蒽醌

(285.9℃)。若用户使用的不是以上样品,可根据自己的标准样本熔点,点击温度数字,利用数字键盘输入起始温度和校正温度。

4. 设定完起始温度和校正温度后,按1-3数字键,选择要校正的点,仪器根据设定的起始温度自动开始温度预置。



- 5. 预置完成后,插入毛细管,按【升温】键。仪器开始升温。
- 校正时,升温速率固定为 1.0℃/分。

7. 仪器检测到终熔后,发出"嘀"声长鸣提示,并自动返回设定的起始温度。同时屏幕显

示校正确认界面,如图6。

8. 仪器校正时使用 3 根毛细管,由于毛细管样品差异和装填量的不同,可能有某一根毛细管的校正值与其余两根有较大差异。此时,可以按【清除 1】或【清除 2】或【清除 3】键,删除校正差异较大的那个毛细管数据。



9. 初熔,终熔的平均校正值也会根据用户的操作进行即时更新。

- 10. 若用户对最终校正结果满意,则按【保存】键,存储校正数据,否则按【取消】键放弃本次校正结果,重新校正。
- 11. 一点校正完成并保存后,若用户还需要进行其他校正,可按 【校正点选择】键,重新选择。也可以按【退出校正】键,返回正常测量模式。
- 12. 新的校正参数会在返回测量模式后,即时生效。

#### (二)恢复出厂设置

当用户在进行校正时,若操作不当造成参数混乱无法正常测量时,可按照以下方法,恢复出厂校正参数。

- 1. 按【校正】键,进入校正模式。
- 2. 按【调用出厂设置】键,显示屏显示数字键盘,用户需要输入密码,按回车键确认。
- 3. 仪器将导出内部保存的工厂校正参数,并刷新校正数据。

## 七、 连接计算机

- 1. 用 RS232 或 USB 电缆连接熔点仪和计算机。
- 2. 将随机光盘插入计算机,按照光盘内说明进行安装和操作。

## 八、 使用注意事项

- 1. 样品必须按要求烘干,在干燥和洁净的碾钵中碾碎,用自由落体法敲击毛细管,使样品填装结实,样品填装高度为3mm。同一批号样品高度应一致,以确保测量的一致性。
- 2. 仪器开机后显示加热炉当前温度,按"预置"键后仪器才控制炉温到设定的起始温度。 设定起始温度切勿超过最高测量温度(360℃),否则仪器将可能损坏。
- 3. 某些样品起始温度高低对熔点测定结果是有影响的,应确定一定的操作规范。建议提前 3 min ~ 5 min 插入毛细管,如线性升温速率选  $1^{\circ}$ C/min,起始温度应比熔点低大于等于 5°C,速率选 3°C/min,9°C~15°C,一般应以实验确定最佳测试条件。
- 4. 线性升温速率不同,测定结果也不一致,要求制订一定规范。一般速率越大,读数值越高。各档速率的熔点读数值可用实验修正值加以统一。未知熔点值的样品可先用快速升温或大的速率,得到初步熔点范围后再精测。
- 5. 有参比样品时,可先测参比样品,根据要求选择一定的起始温度和升温速率进行比较测量,用参比样品的初终熔读数作考核的依据。有熔点标准品作温度传递标准的单位可根据邻近标准品读数对结果加以修正。
- 6. 被测样品最好一次填装 5 根毛细管,分别测定后废弃最大最小值,取用中间 3 个读数的平均值作为测定结果,以消除毛细管及样品制备填装带来的偶然误差。
- 7. 测定较高熔点样品后再测较低熔点样品,可直接输入低熔点起始温度仪器将自动降温。
- 8. 有色样品中少数熔化特性太差或完全炭化的样品,塑料切片样品及微量样品,可用本厂WRX 2S 显微热分析仪测定。聚合物之类高分子产品可用本厂WQD—1A 滴点软化点测定仪测定。
- 9. 毛细管插入仪器前用软布将外面沾污的物质清除,否则日久后插座下面会积垢,导致无法检测。

## 九、 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 3 芯电源插头,接地端应接大地,不通用中线代替。
- 2. 仪器使用的毛细管只允许本厂提供的产品,切忌用手工制的毛细管代用,以防太紧而断裂,精测的毛细管应经过挑选。
- 3. 仪器毛细管断裂在管座内时,可先切断电源,待 炉子冷却后可按图7,用小螺丝批将毛细管座从炉芯 中撬出,再用通针(附件)将玻璃碎屑取出,然后按 原来方向插入电热炉中插入时要注意管座的缺口与 电热炉的凸缘对齐。最后应对仪器进行检查,如遇不 正常情况应请我厂技术应用服务部处理。



- 4. 精度试验:由国家技术监督局量发(1989)335 号批准 GBWI3238 国家熔点标准物质进行精度试验。本仪器选用其中 3 种:萘(终熔 80.7℃)、已二酸(终熔 153.0℃)、蒽醌(285.9℃)考核、升温速率选至 1.0℃ / min 档,起始温度设定比终熔值低大于等于 5℃,依法测定 5次,删去最大值及最小值其余 3 数作为测定结果,取 3 数平均值,偏差应小于规定精度。
- 5. 标准物质可向天津计量技术研究所购买亦可向我厂购买。
- 6. 现性试验:在规定的 0.2℃ / min 或 1.0℃ / min 升温速率及相同的样品制备条件下,用熔点标准物质苯甲酸测定 5次,按下式计算标准偏差(℃)小于规定允限:

$$S = \sqrt{\frac{\displaystyle\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$
 式中: Xi——各次测量值(℃) X——平均值(℃) n ——测量次数(=5)

## 十、 仪器成套性(详见配置清单)

## 十一、 常见故障及其处理方法

故障现象	原因分析	排除方法	
	1、未接电源	1、插上电源并保证接触良好	
打开电源开关无显示	2、保险丝熔断	2、 更换同型号同规格的保险丝	
	3、其他	3、返厂维修	
小眼二洁子工格	1、元器件参数变化	1 名四拉丁比爾美亞拉丁小明	
仪器示值不正确	2、环境温差变化太大	1、参照校正步骤重新校正仪器	
 	1、连接线坏	1、检查连接线	
与电脑连机不通	2、电脑联机程序有误	2、请与厂方联系	
	1、装样不一致	1、严格装样规范	
仪器重复性不良	2、毛细管尺寸不一致	2、挑拣	
	3、样品纯度太差	3、高纯度样品确认仪器正常	
其他	咨询我厂维修部		

## 十二、 售后服务事项和生产者责任

- 1. 本厂产品实行三包"包修、包换、包退"。
- 2. 产品三包的期限为十二个月,以购货发票上时间为准。