



WRS-3A 熔点仪

使用说明书

INESA
INSTRUMENT
仪电科学仪器

上海仪电物理光学仪器有限公司

Shanghai INESA Physico optical instrument Co.,Ltd



目 次

1. 用 途 及 特 点
2. 规 格 及 主 要 技 术 参 数
3. 工 作 原 理
4. 仪 器 结 构
5. 操 作 步 骤
6. 使 用 注 意 事 项
7. 仪 器 的 维 修 及 校 验
8. 仪 器 成 套 性 (详 见 装 箱 单)
9. 常 见 故 障 及 其 处 理 方 法
10. 售 后 服 务 事 项 和 生 产 者 责 任

本产品根据上海仪电物理光学仪器有限公司企业标准 Q31/0104000005C068
《WRS-3A 熔点仪》生产。

1、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。

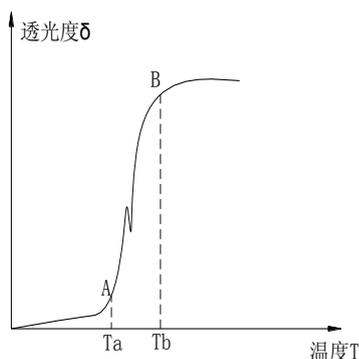
WRS-3A 型微机熔点仪完全本着“人性化”的设计理念，采用光电检测，液晶显示等技术，可同时测量三根毛细管，具有初熔、终熔自动显示，熔化曲线自动记录，自动求取熔点的平均值等功能，同时，为了满足用户的需求，也具有人工目视测量的功能。温度系统应用了线性度高的铂电阻作检测元件，提高了熔点的精度及可靠性。并用集成化的电子线路实现“起始温度”设定及连续可选的线性升温速率自动控制。仪器具有自动测量和人工目视测量的功能两种功能，可满足不同用户、不同样品测量的需求。仪器采用药典规定的毛细管作为样品管。

2、规格及主要技术参数

1. 熔点测量范围:	室温~360℃
2. 测量方法:	目视, 自动
3. 温度数显最小示值:	0.1℃
4. 线性升温速率:	0.1℃/min~10.0℃/min 之间任意连续可选
5. 线性升温速率误差	不大于设定值的 10%
6. 测定熔点的准确度:	200℃或 200℃以下范围: ±0.5℃ 200℃以上范围: ±0.8℃
7. 重复性:	升温速率 1.0℃/min 时, 0.3℃
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:	100 组
11. 打印机型号:	CK NT-T24S 针式打印机 (选配)
12. 通讯接口	USB, U 盘
13. 电源:	220V±22V、50Hz, 150W
14. 尺寸 (长、宽、高):	390 mm×320mm×220mm
15. 仪器净重:	6kg

3、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，在熔融状态时透射光线。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 T_a 称为初熔点；B 点所对应的温度 T_b 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曲线的变化。当温度达到初熔点和终熔点时，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：

1. 自动测量：自 LED 的光，透过电热炉的透光孔会聚在毛细管中，透过熔融样品的光，由硅光电池接收。当温度上升时，样品在熔解的过程中，光通量变大，经微机记录，显示熔化曲线及初熔和终熔温度。通过一个闭环系统及软件对温度的自动校正，实现电热炉的跟随功能，同时也消除了季节温差对预置温度的影响。

2. 目视测量：通过眼睛观察毛细管中的样品，当温度上升到样品熔点时，按下初熔键、终熔键记录样品初熔、终熔点。

4、仪器结构

1. 仪器正面视图见图 2

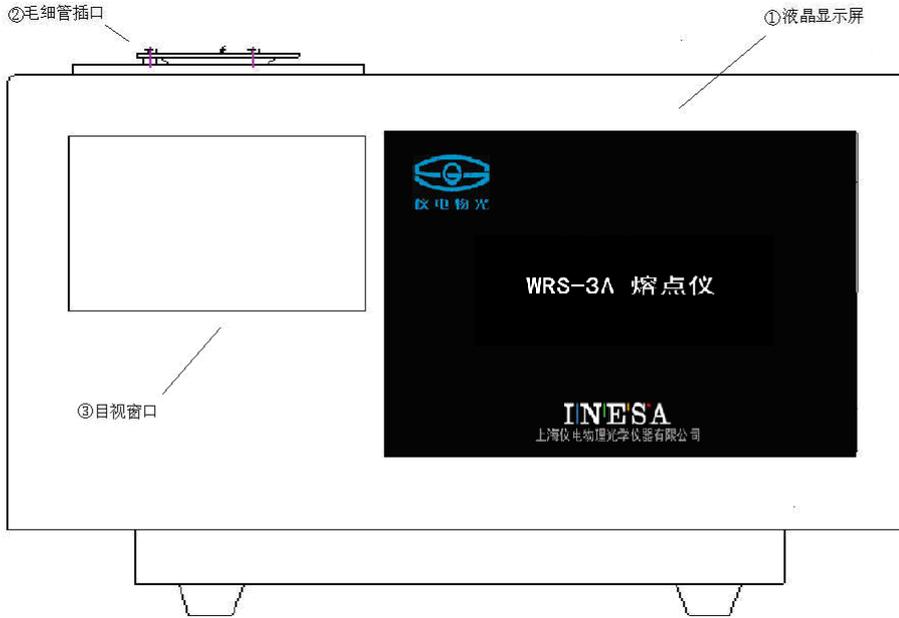


图 2

2. 仪器后视图见图 3

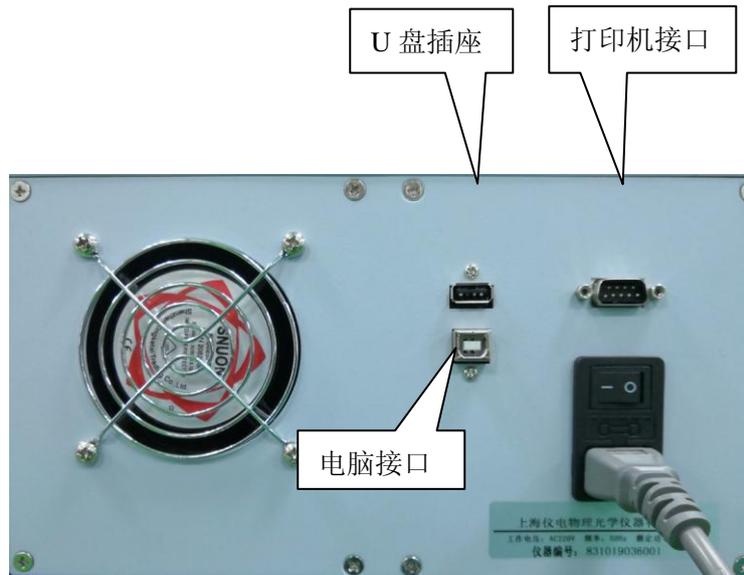


图 3

5、操作 步 骤

A、常规熔点测定

开启电源开关，显示测量界面。见图 4

1. 测量界面操作：



图 4

(1) 此时，用户可通过键盘修改起始温度、结束温度和“升温速率”。

(2) 若要设置起始温度，点击起始温度框，出现键盘。用户通过键盘输入起始温度。见图 5

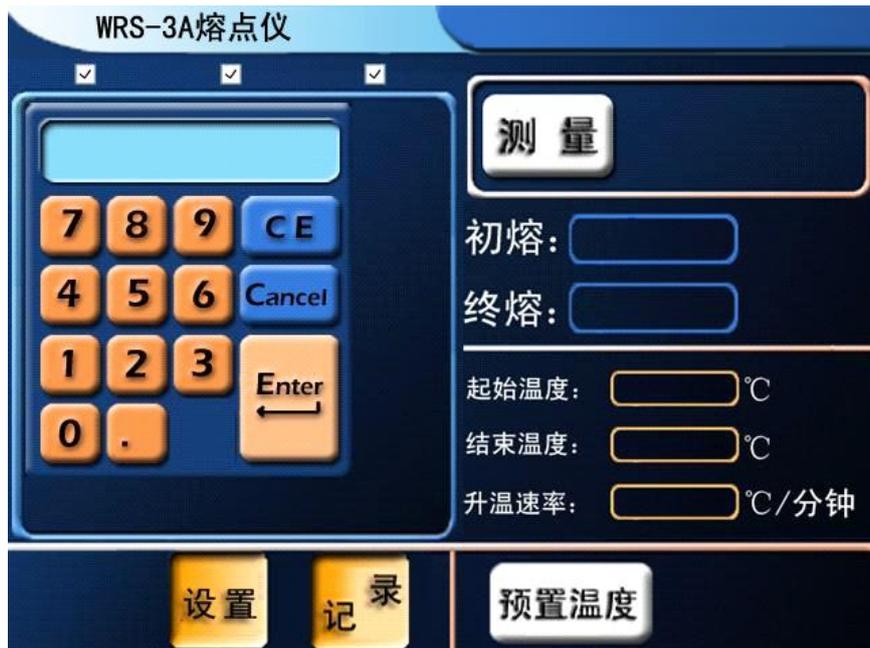


图 5

- (3) 同样操作，用户可以通过键盘输入结束温度和升温速率。
- (4) 用户按“预置温度”键，可以将温度升到预置值。当实际炉温达到起始温度并稳定后，会显示“升温”键。见图 6



图 6

- (5) 此时，用户可插入样品毛细管（本仪器 WRS-3 允许用户放入 1 根、2 根或 3 根毛细管）。按升温键，界面显示“↑”，仪器将按照预先设定的工作参数对样品进行测量。见图 7



图 7

- (6) 若选择自动模式时：显示界面的左下方应有“自动”字样。
- (7) 当到达初熔点时，显示初熔温度，当到达终熔点时，显示终熔温度，同时，显示熔化曲线。见图 8



图 8

- (8) 若选择目视模式时：显示界面的左下方应有“目视”字样。见图 9



图 9

(9) 当到达初熔时，按初熔键，当到达终熔时，按终熔键，显示初熔、终熔数据。见图 10



图 10

(10) 上述读数值将一直保留，要测新的样品，按升温键。

(11) 要保存样品测量值，按“保存”键，保存测量记录。

注：样品装样的好坏及一致性将直接影响到测量读数的准确性，“装样不好”可能导致熔化曲线出现波谷或长距离的不连续，此时的测量值仅供参考。

(12) 若用户想测量另一新样品，输入完“起始温度”并按“预置”键后，原先的曲线将自动清除，开始下一样品的测量。见图 11



图 11

(13) 若是目视模式，见图 12



图 12

2. 设置界面操作

(1) 用户按“设置”可以进入设置界面，见图 13

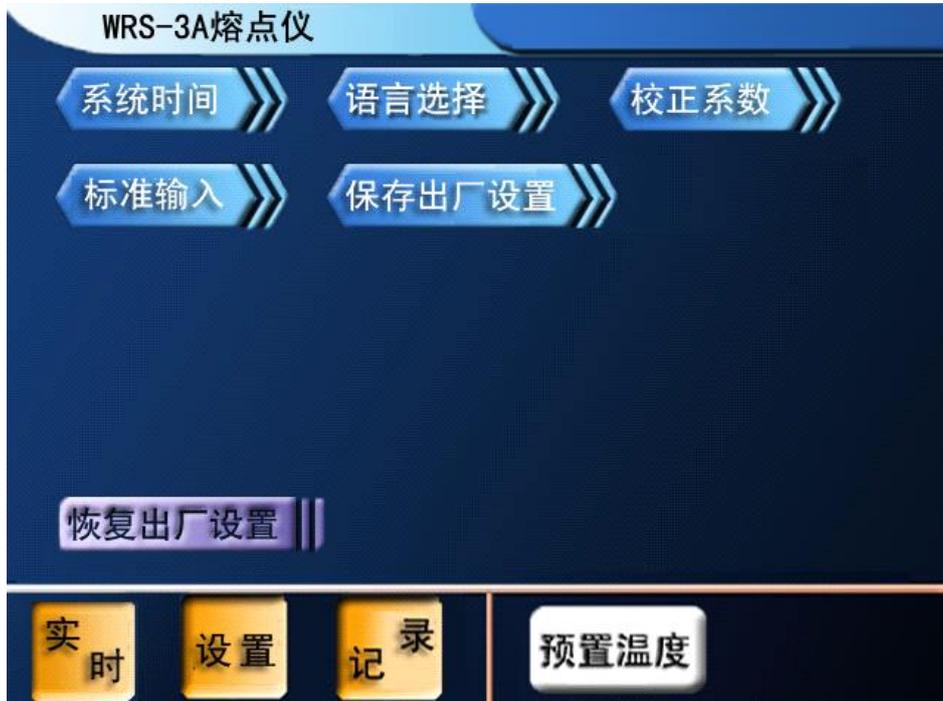


图 13

(2) 调整系统时间，见图 14



图 14

(3) 恢复出厂设置，见图 15

若用户因为各种原因造成仪器各种参数异常，可调用恢复出厂设置功能。



图 15

(4) 该页面其他功能不建议用户使用，若用户一定要使用，请与本司应用服务人员联系，在他们指导下使用。

3. 纪录界面操作

(1) 用户按“纪录”可以进入纪录界面，见图 16



图 16

(2) 点击“样品名称”、“样品批号”、“操作人员”框可以输入信息。见图 17



图 17

(3) 点击“U 盘下载”键可以将已保存的记录导出到 U 盘。见图 18，19



图 18



图 19

(4) 下载完成见图 20



图 20

(5) 若 U 盘连接失败, 见图 21



图 21

(6) 点击“打印记录”键可以在专用打印机上打印记录，见图 22



图 22

4. 与电脑的通讯连接

- 1) 用 USB 电缆连接熔点仪和计算机。
- 2) 将随机软盘插入计算机。
- 3) 计算机在 Windows 系统下执行 WRS-3A 程序

6、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，使样品填充结实，样品填充高度为 3mm。同一批号样品高度应一致，以确保测量结果的一致性。
2. 仪器开机后自动预置到上一次起始温度，炉子温度高于或低于此温度都可用键盘设定。
3. 设定起始温度切勿超过仪器使用范围(<360°C)，否则仪器将会损坏。
4. 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 3min~5min 插入毛细管，如线性升温速率选 1°C/min，起始温度应比熔点低 3°C~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。
5. 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。

6. 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。
7. 被测样品最好一次填装 6 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。
8. 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。
9. 对聚合物之类的高分子产品可用本厂出品的 WQD—1A 滴点软化点测定仪测定。
10. 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。

7、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. **精度试验：**由国家技术监督局量发（1989）335 号批准 GBW13238 国家熔点标准物质进行精度试验。本仪器选用其中三种：萘（终熔 80.6℃）、己二酸（终熔 152.89℃）、蒽醌（285.7℃）考核、升温速率选至 1.0℃/min 档，起始温度设定比终熔值低 5℃，依法测定 5 次，删去最大值及最小值其余三数作为测定结果，取三数平均值，偏差应小于规定精度。
标准物质可向天津计量技术研究所购买亦可向我厂购买。
4. **重现性试验：**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：

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

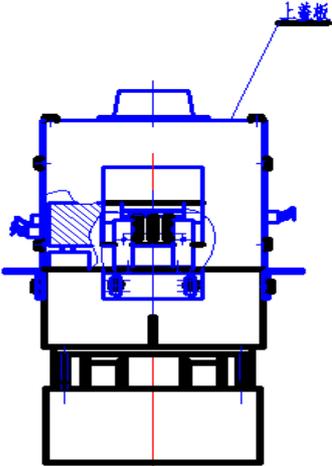
式中：Xi——各次测量值（℃）

X——平均值（℃）

n——测量次数（=6）

8、仪器成套性（详见配置清单）

9、常见故障及其处理方法

故障现象	原因分析	排除方法
打开电源开关无显示	<ol style="list-style-type: none"> 1. 未接电源; 2. 保险丝熔断; 3.其他; 	<ol style="list-style-type: none"> 1. 插上电源并保证接触良好; 2. 更换同型号同规格的保险丝; 3. 返厂维修;
仪器示值不准确	<ol style="list-style-type: none"> 1. 元器件老化; 2. 环境温差变化太大; 	<ol style="list-style-type: none"> 1.重新校正;
三根样品一致性差	毛细管座底部有碎屑	 <ol style="list-style-type: none"> 1.取下观测窗口，用附件中的螺丝刀将炉子前的玻璃挑起一点，再用洗耳球吹去碎屑; 2.将玻璃按下，按回原处即可。 3.如玻璃有模糊或污物，必须等温度降至 50℃以下，然后用螺丝刀拆下炉子上盖板上四个螺钉（见图），取下盖子，拔出清洁一下再放入卡槽即可。
于电脑联机不通	<ol style="list-style-type: none"> 1. USB 连接线坏 2. 电脑联机程序有误 	<ol style="list-style-type: none"> 1. 检查连接线，使焊接头完好; 2. 请与厂方联系;

10、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。