

1. 仪器的作用

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。

该数字熔点仪完全本着“人性化”的设计理念,采用光电检测,液晶显示等技术,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。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快速“起始温度”设定及八档可供选择的线性升温速率自动控制。仪器工作参数可自动贮存,具有无需人工监视而自动测量的功能。仪器采用药典规定的毛细管作为样品管。

2. 仪器的性能

- | | |
|------------------|---|
| 1. 熔点测量范围: | 室温 ~ 300 |
| 2. “起始温度”设定: | 50 ~ 300 不大于 6min
300 ~ 50 不大于 7min |
| 3. “起始温度”设定示值误差: | ± 0.8 |
| 4. 温度数显最小示值: | 0.1 |
| 5. 线性升温速率: | 0.2 /min, 0.5 /min
1 /min, 1.5 /min
2 /min, 3 /min
4 /min, 5 /min 八档 |
| 6. 线性升温速率误差: | 不大于设定值的 10% |
| 7. 测量示值误差: | 小于 200 范围内: ± 0.5
200 ~ 300 范围内: ± 0.8 |
| 8. 重复性: | 升温速率为 0.2 /min时, 0.2
升温速率为 1.0 /min时, 0.3 |
| 9. 标准毛细管尺寸: | 外径 ϕ 1.4mm
内径 ϕ 1.0mm |
| 10. 样品填装高度: | 3mm |
| 11. 电源: | 220V $\pm$ 22V, 100W, 50HZ |
| 12. 尺寸(长、宽、高): | 398mm $\times$ 278mm $\times$ 210mm |
| 13. 质量: | 12.5kg |
| 14. RS232接口: | 波特率 9600, 1停止位, 8数据位 |

3. 仪器的原理

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）。）

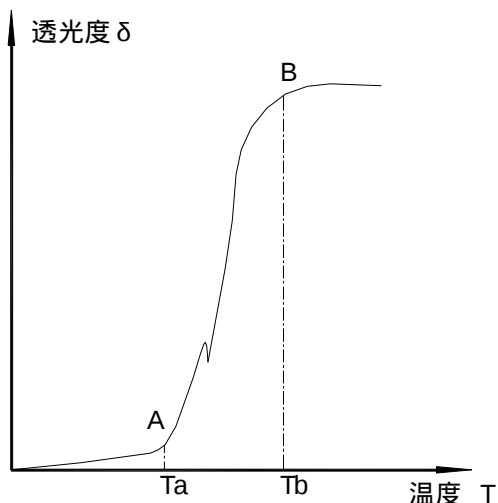


图 1

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。

仪器的原理如图 2 所示。光源产生的光，经凸镜穿过电热炉和毛细管座的透光孔汇聚在毛细管中，透过熔融样品的光，由硅光电池接受。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。温度检测采用直接插入毛细管座底部的铂电阻作探头，所得的测温信号经电压放大送至 A/D 转换器，由软件计算温度并显示。通过键盘输入可得到相应的升温速率。输入的起始温度，经 D/A 转换器与测温单元所得的温度模拟电压一同

送入加法器，其输出的偏差讯号经调节器驱动加热执行。当电热炉实际温度高于 D/A 转换的模拟温度时，电热炉降温。当实际温度低于 D/A 转换的模拟温度时或未达到设定的起始温度时，加热电流加大。通过这样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，同时消除了季节温差对预置温度的影响。

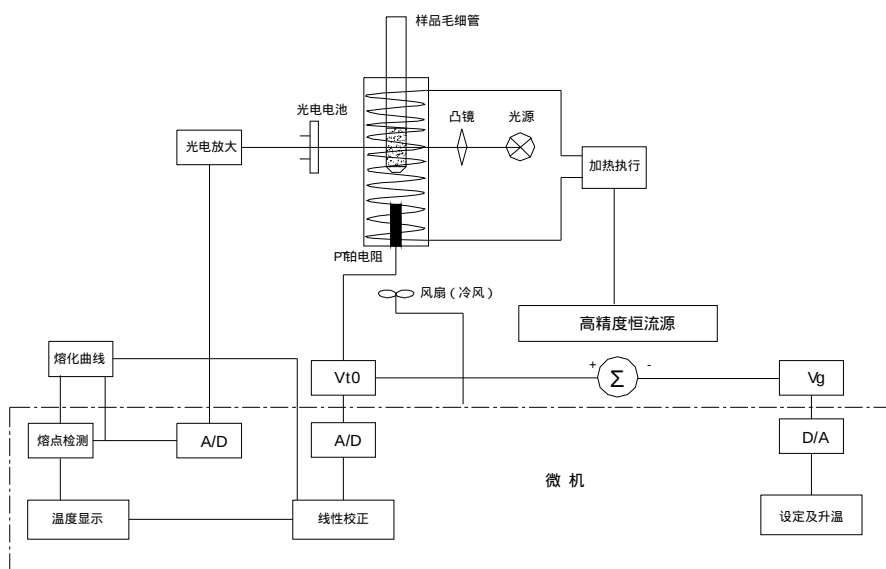


图 2

4. 仪器的结构

1. 仪器正面视图见图 3

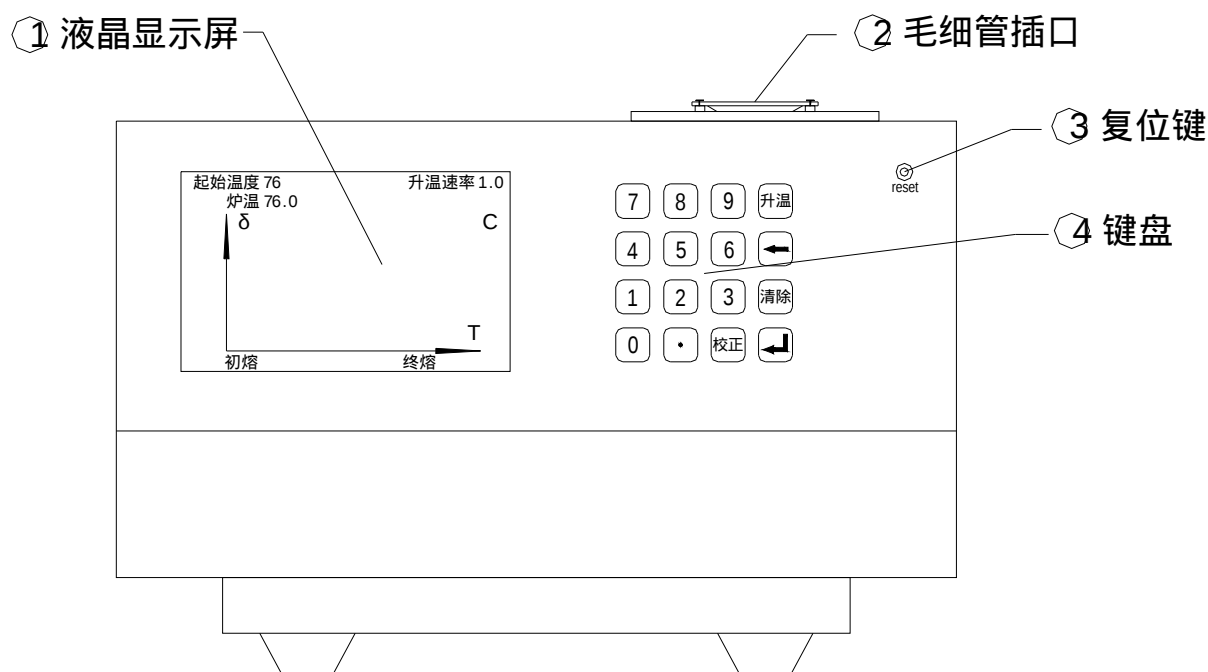


图 3

2. 仪器液晶显示屏如图 4

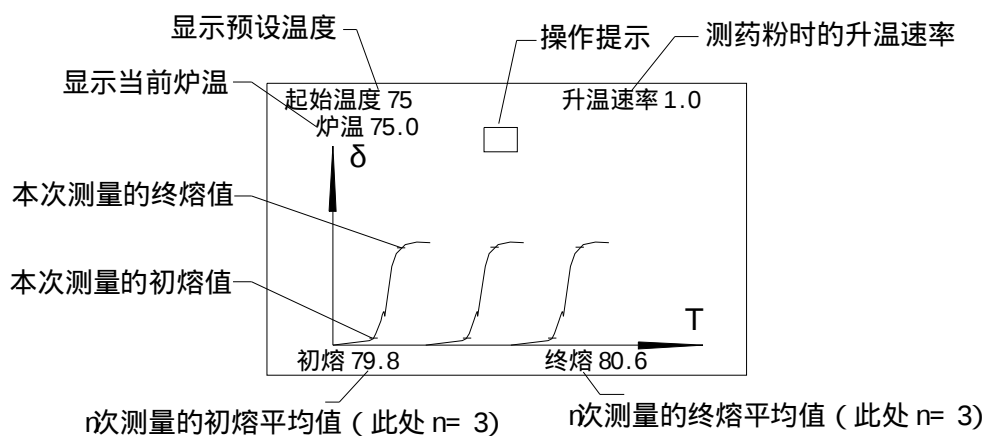


图 4

注：操作提示说明：

1) “E123”表示未放入毛细管而按升温键或起始温度设定太高，药粉刚放入就已熔化；

2) ↑ 表示现在正在升温；

3) ↓ 表示现在正在降温；

4) “校正”表示按了校正键；

“OK C”表示校正时：本次测量有效（曲线很连续）按  键；
本次测量无效（有个别终熔值分散大或曲线连续性差）按清除键；

“ A”表示现在正在校正；

5) “123C”按清除键后出现的情况：123为欲清除的曲线序数，最左边的曲线为1、中间的为2、最右边的为3；清除键为取消清除；

3. 键盘操作系统见图 5



图 5

4. 仪器后视图见图 6

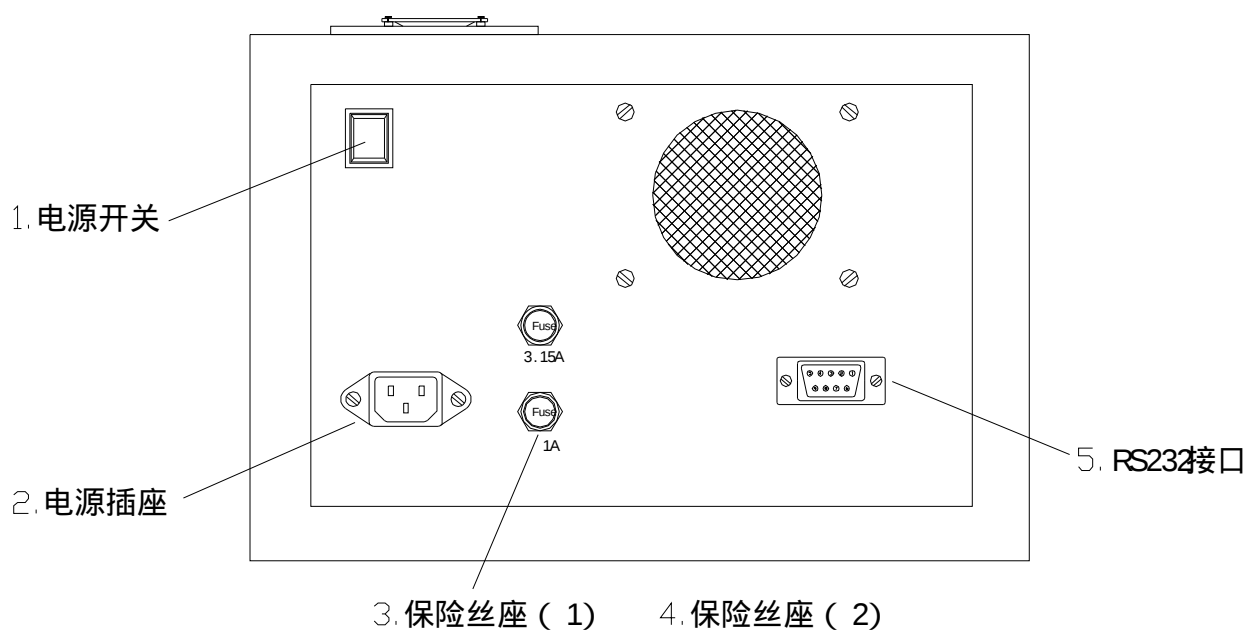


图 6

5. RS232接口 (仪器后测 , 见图 7)

- (1) 接 RS232接口 RX
- (2) 接 RS232接口 TX
- (3) 接地屏蔽端

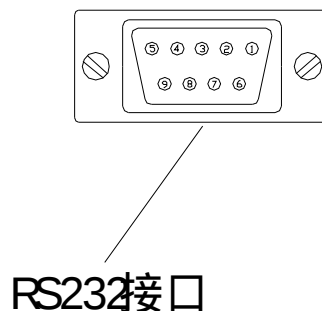


图 7

5. 仪器的操作步骤

A 常规熔点测定

1. 开启电源开关 (见图 6), 显示上一次起始温度及升温速率。稳定 20min。此时, 光标将停止在 “ 起始温度 ” 第一位数字, 用户可通过键盘修改起始温度, 并按 “ ← ” 键表示确认, 若起始温度不需修改可直接按 “ ← ” 键, 此时光标跳至 “ 升温速率 ” 第一位数字。
2. 通过键盘输入升温速率, 按 “ ← ” 键表示确认, 亦可直接按 “ ← ” 键, 默认当前的升温速率, 此时光标又回到 “ 起始温度 ” 第一位数字。
3. 用户也可通过光标移动键 “ ← ” 将光标移到需修改的数字中, 然后进行修改 (总之光标所停地位置即可修改), 修改后按 “ ← ” 键表示确认。
4. 当实际炉温达到预设温度并稳定后, 可插入样品毛细管。
5. 按升温键, 操作提示显示 “ ↑ ”, 此时仪器将按照预定的工作参数对样品进行测量。(注意! 按升温键后, 若未放毛细管的炉子会显示 Enn--- 为炉子的序号而不显示 “ ↑ ”)。
6. 当达到初熔点时, 显示初熔温度, 当达到终熔点时, 显示终熔温度, 同时显示熔化曲线。(具体数据的含义见图 4)
7. 只要电源未切断, 上述读数值将一直保留。

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。

8. 若用户想测量另一新的样品, 输入完 “ 起始温度 ” 并按 “ ← ” 键后, 原先的曲线将自动清除, 开始下一样品的测量。
9. “ 清除 ” 键的使用: 用户每测完一样品, 会显示出对应于 3 根样品的熔化曲线, 若由于装样等因素造成某条曲线长距离不连续, 测量误差过大, 此时用户可清除该条曲线, 而重新测量, 具体操作如下:
 - 1) 按下 “ 清除 ” 键, 操作提示处将显示: 123C;
 - 2) 用户可按下相应的数字键以清除曲线, 亦可再次按下 “ 清除 ” 键以便放弃清除操作(注: 曲线的序数从左至右依次为 123; 每清除一曲线, 熔点的平均值亦会做相应的改变, 即: 放弃的样品将不计入平均值运算);

- 3) 设定好工作参数后，将装有药粉的毛细管放入对应的炉子，按“升温”键；
- 4) 此时仪器将重新测量该药粉，并计算平均值。

10.“校正”键的使用：

- 1) 使用校正键的情况：

当仪器使用时间长，或由于季节温差大造成仪器测量的误差过大，此时用户可对仪器进行校正，以保证精度要求；
本仪器出厂时是以我厂默认的标准样品（萘 80.6、己二酸 152.9、蒽醌 285.7）为准进行校正的，若用户希望以自己的标准样品为准，亦可进行校正；

注：如没有出现上述两种情况，请用户不要随意去校正！！

- 2) 校正键的具体操作：

按下“校正”键，仪器将显示如下校正界面（图 8）：

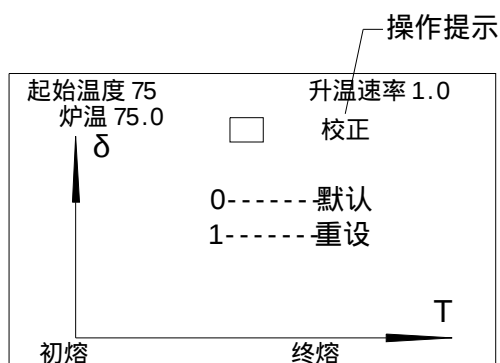


图 8

用户可根据操作提示按下相应的键（在操作提示处将显示“校正”字样）；

按下“0”键，表示恢复出厂设置（当用户运行校正程序后，仪器不能正常工作即校正失败时，可以按下该键，然后按下 reset 键，此时仪器又恢复到出厂设置）；

按下“1”键，表示重新校正仪器的参数，仪器将显示温度输入界面（图 9）：

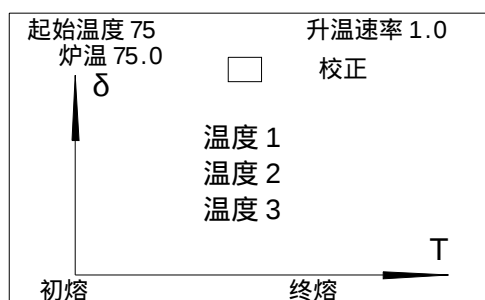


图 9

温度 1 温度 2 温度 3 为标准样品的终熔温度，可以进行 1 点校正、2 点校正、3 点校正。

1点校正（见图 10）：

若用户只有一种标准样品就在温度 1处输入该标准样品的终熔温度，然后按  键

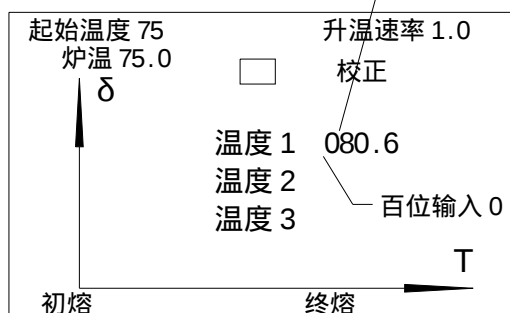


图 10

2点校正（见图 11）：

若用户只有二种标准样品就在温度 1和温度 2处输入该标准样品的终熔温度，然后按  键

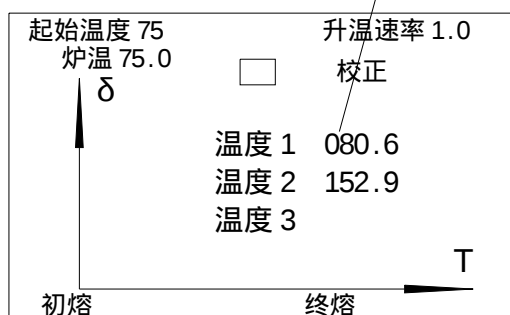


图 11

3点校正（见图 12）：

若用户有三种标准样品就在温度 1 温度 2和温度 3处输入该标准样品的终熔温度，然后按  键

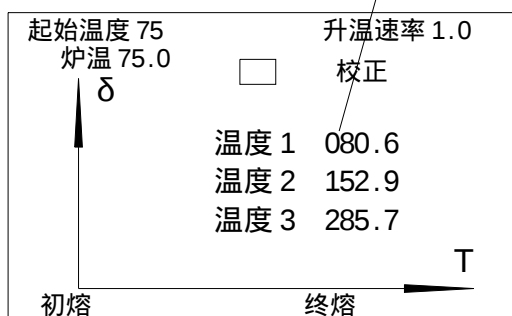


图 12

用户可根据自己的实际情况设定标准样品的终熔温度，输入完毕后按“”键表示确认，仪器将自动清除温度输入界面而恢复到测量界面，然后按照前述测量药粉的方法，测量标准样品（注：输入了几个温度就必须测量几种标准样品、输入温度的顺序与测量样品的顺序无关、当标准样品的温度低于 100 时应将百位输入为 0 如：80.6 应输入为 080.6 见图 10）；

“OK C”的选择：

每测好一标准样品，操作提示处将显示“OK C”，由用户决定本次测量是否有效；

若曲线比较连续、熔距正常即可认为本次测量有效而选择 OK，按“”键；（见图 13）

终熔温度虽已超差（ 80.6 ± 0.4 ）但
曲线连续熔距正常可以按键

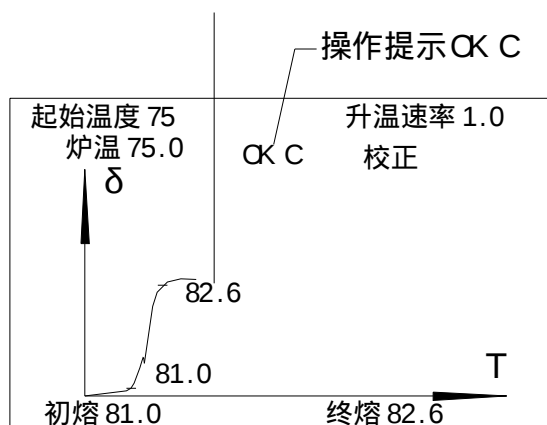


图 13

若用户认为本次测量误差很大（熔距不正常）想重新测量该样品，则只能选择 C 而按“清除”键；（见图 14）

本次测量曲线距离不连续造成熔距太长，已超出正常范围（萘的熔距 < 1.5 ），应该按清除键，重新测量。

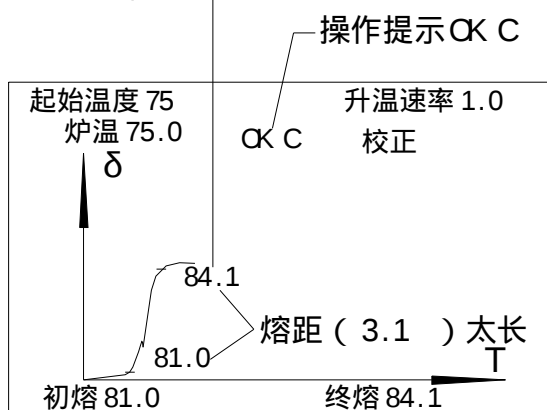


图 14

注：校正时可以不管样品终熔点的准确性，而只要关注样品的重复性即如果样品的重复性很好，而熔点不在允许的范围内亦可认为本次测量有效而选择 OK，按“”键；

OK 与 C 的选择非常关键，将直接关系到校正成功与否，甚至导致仪器不能正常工作，如果用户认为本次测量有效而按了“”键，则不可再次测量该样品，而应该测量下一标准样品；只有用户认为本次测量无效而按了“清除”键，才可以再次测量该样品，直到测量有效而按了“”键为止；

用户输入了几个终熔温度，就必须测量几种标准样品。当最后一种标准样品被确认有效后而按下“”键，则操作提示处将显示“A”，表示仪器进入校正状态，待“A”消失后即为校正结束（见图 15），用户可用标准样品进行检验。

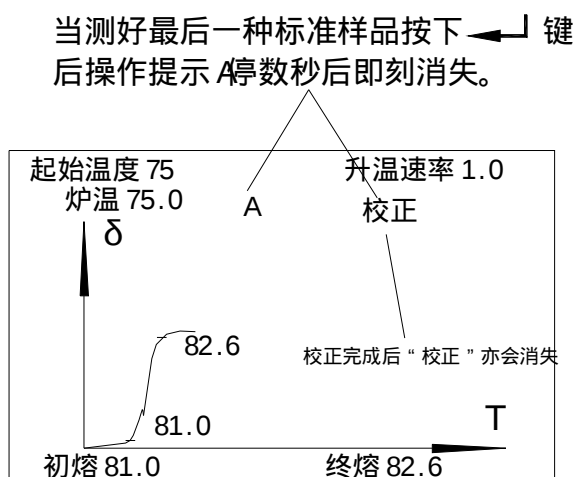


图 15

注：校正时不可以按 reset 键，不然仪器将取消校正操作；当然用户亦可用 reset 键退出校正操作，或者重新校正。

校正时预置温度须低于标准样品终熔点 5，升温速率须为 1 /min。

本厂所附标准样品已封口，启用时请将封口折断。

11. Reset 键的使用：

若仪器出现死机或需要刷新界面可以按面板右上角的 reset 键。

12. RS232 的使用：

- 1) 用 RS232 电缆连接熔点仪与计算机。
- 2) 将随机光盘插入计算机。
- 3) 计算机点光盘里 WRS-2 程序，运行即可（详见盘中 readme）。

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快速设定。
3. 设定起始温度切勿超过仪器使用范围（ <300 ），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 /min, 起始温度应比熔点低 3 ~ 5 ；速率选 3 /min, 起始温度应比熔点低 9 ~ 15 ，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，要求制定一定规范。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 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。
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显微分析仪测定。聚合物之类的高分子产品可用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. 仪器应在干燥无风的室内使用，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替，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，待炉子冷却后用 1mm 铜丝（仪器附件）插入断裂的毛细管中，慢慢提起，即可将其取出，如果管座中还有玻璃碎屑，将管座拔出，将玻璃碎屑倒出或敲出，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支持。
4. 如果测样品时，显示 En，可能有以下几种原因：（1）起始温度设置过高，药品刚放入即熔化。（2）忘了放入装有待测样品的毛细管。（3）可能由于装样不好，导致熔化过程中曲线来回振荡，而使得液晶指针溢出，针对这种情况，用户可不必要理会，因为此时仪器仍然按照设定的参数测量，只是曲线不能显示罢了。
5. 精度试验：由国家技术监督局量发（1989）335 号批准 GBW13238 国家熔点标准物质精度实验。本仪器选用其中 3 种：萘（终熔 80.6 ）、己二酸（终熔 152.89 ）、蒽醌（终熔 285.7 ）考核、升温速率选至 1 /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 3 次作为测定结

果，取 3 次平均值，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。

6. 重复性试验：在规定的 0.2 /min 或 1 /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： x_i _____ 各次测量值（ ）

$\bar{x}$ _____ 平均值（ ）

n _____ 测量次数（ = 5）

7. 示值校正：见“校正”键的使用。

敬告用户：（1）周期性检查标准样品终熔点如无明显变化，通常可免去校正示值。（2）校正时的精度试验，对样品的处理必须严格，填装也要特别讲究。否则校正值大小就难以把握。

8. 仪器成套性（详见装箱单）

9. 常见故障及其处理方法

故障现象	原因分析	排除方法
打开电源无显示	1. 未接电源 2. 保险丝熔断 3. 其他	1. 接上电源并保证接触良好 2. 更换同型号规格保险丝 3. 返厂维修
仪器示值不准确	1. 元器件老化 2. 环境温差变化太大	1. 重新校正
电脑联机不通	1. RS232 连接线坏 2. 电脑联机程序有误	1. 检查连接线。 2. 与厂方联系
运行校正操作后，仪器不能正常工作	1. 校正失败导致仪器参数不正常	1. 按校正键，调出校正界面，然后按数字键“0”，恢复出厂设置 2. 认真阅读说明书，重新校正

10. 售后服务事项和生产者责任

1. 本厂产品实行三包“包修、保换、包退”。
2. 产品三包的期限为一年，以购货发票上的时间为准