

## 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 — 1C 熔点仪采用光电自动检测、点阵图形液晶显示、触摸屏按键等技术，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。仪器具有自动保存工作参数及存储测定结果的功能，也可以通过 USB 接口或 RS232 接口与 PC 机建立通讯。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~400℃                           |
| 2. “起始温度” 设定时间: | 50℃~400℃            不大于 5min      |
|                 | 400℃~50℃            不大于 7min      |
| 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:          | 0.3℃                              |
| 7.标准毛细管尺寸:      | 外径Φ 1.4mm    内径Φ 1.0mm    长度 80mm |
| 8.样品填装高度:       | 3mm                               |

- 9.电源: 220V ± 22V、50Hz, 100W
- 10.尺寸 (长、宽、高): 360 mm × 290mm × 170mm
- 11.质量: 8kg
- 12.通讯接口 USB 或 RS232 串行接口由触摸屏按键选择

### 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  $T_a$  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)。

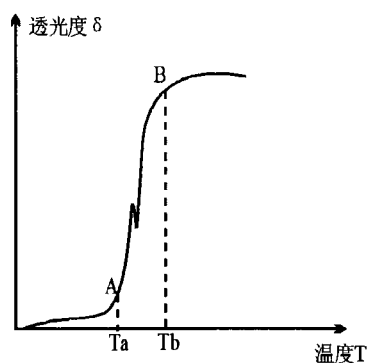


图 1

本仪器采用光电方式自动检测熔化过程。当温度达到初熔点  $T_a$  和终熔点  $T_b$  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。所得的光电信号经放大及 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。

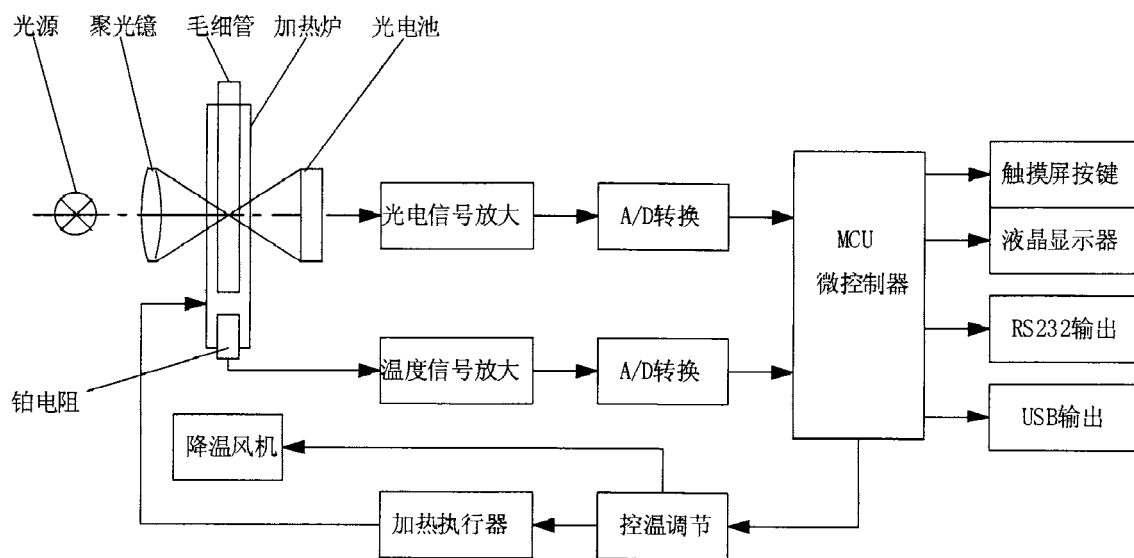
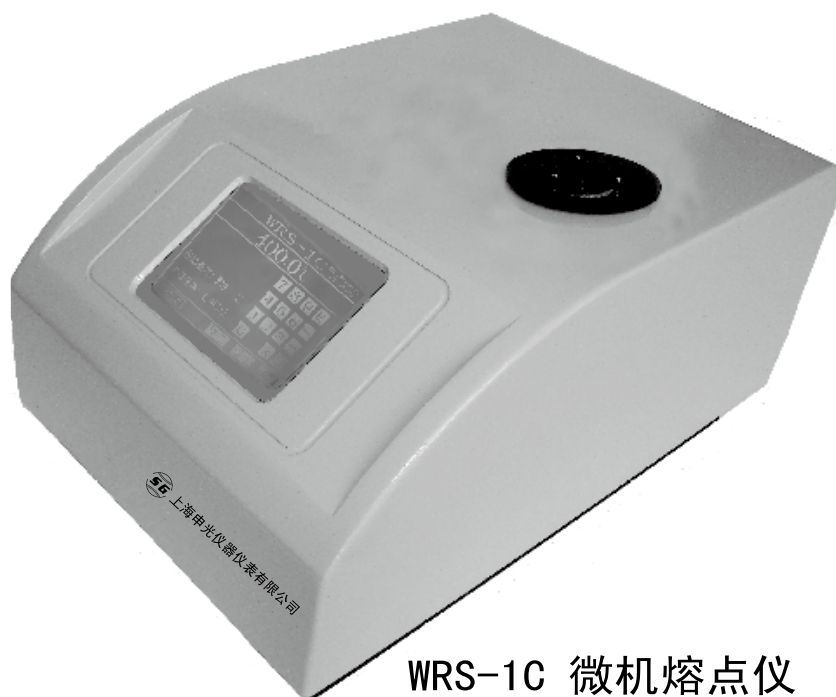


图 2

## 4、仪器结构

1. 仪器正面视图见图 3



WRS-1C 微机熔点仪

图 3

## 5、操作步骤

WRS-1C 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。

一 使用方法：

1. 开机后仪器屏幕显示如图 5 所示。

用户可以使用屏幕上显示的数字键以及“←”、“→”、“回车”等触摸按键设置起始温度及升温速率。显示屏下方有四个功能键，当参数设置完毕可按其中的“预置”键让仪器控温至预置温度。显示屏左下角按键显示“RS232”表示仪器与 PC 机之间的数据传输采取 RS232 串行接口。如果需要改用 USB 接口则按一下该按键，显示字符将改为“USB”，表示当前状态为通过 USB 接口传输数据。

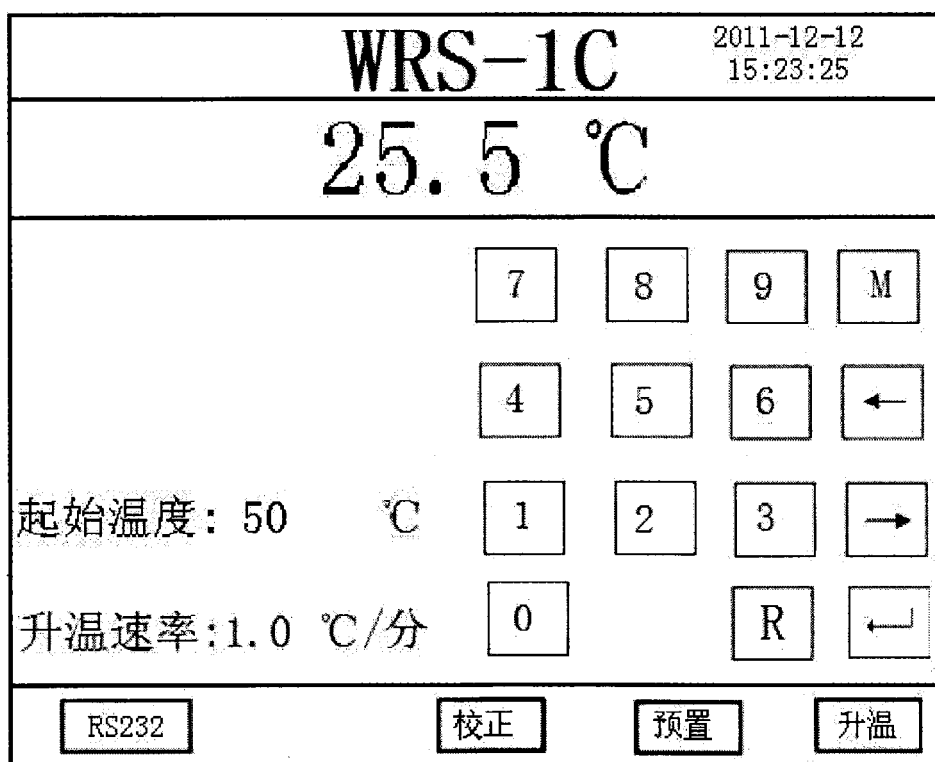


图 5

2. 例如修改起始温度后屏幕如图 6 显示。

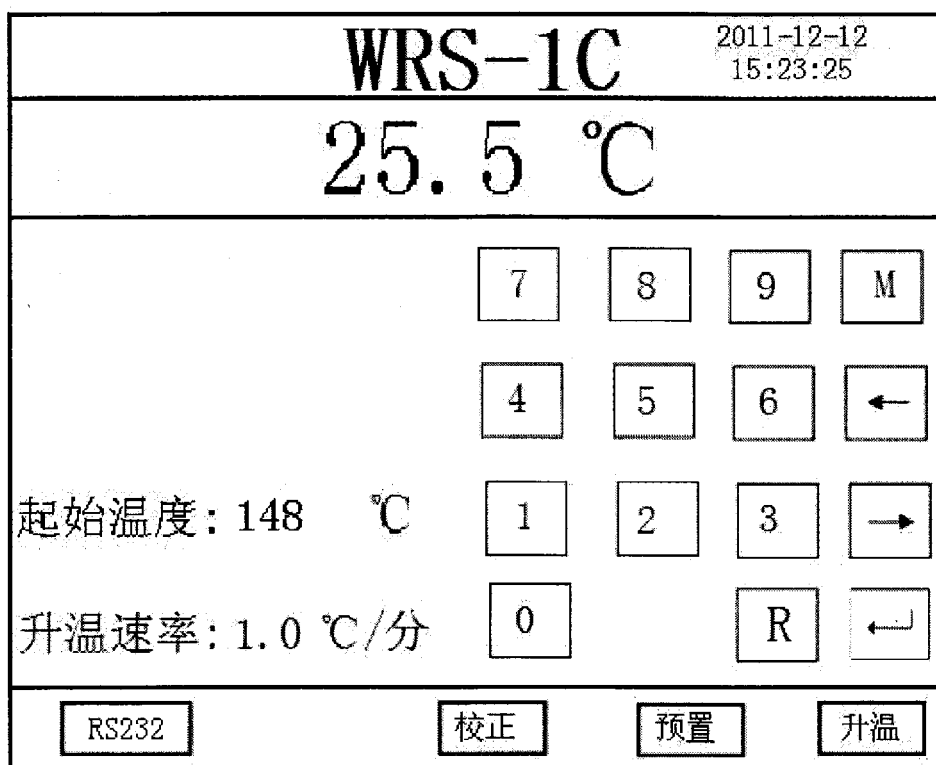


图 6

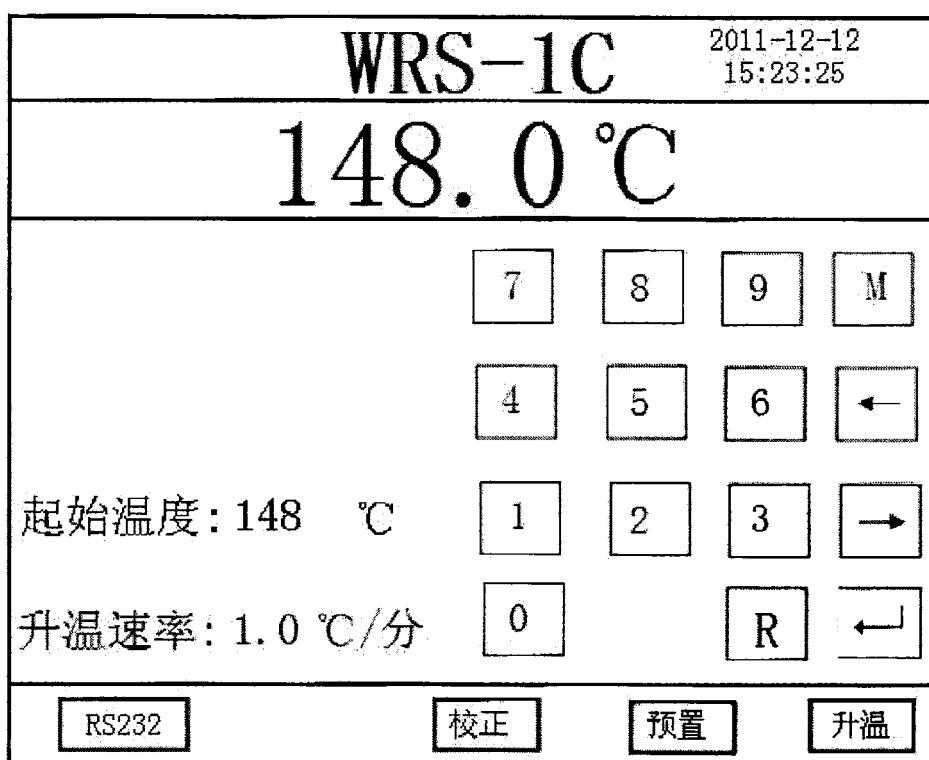


图 7

用户如果设置完毕可按“预置”键使仪器进入控温状态，此时仪器会很快到达设定的起始温度。当温度稳定后仪器蜂鸣器发出叫声提醒用户继续进行操作，屏幕如图 7 显示。

**注意：用户确保在 1、2 步骤进行时，加热炉中没有样粉。否则对测试结果有影响！**

3. 当仪器温度稳定在预置的起始温度时，将装有测试样粉的毛细管插入加热炉。按升温键后屏幕显示示例图 8。

**注意：用户应确保在温度稳定后，才可将样粉放入加热炉中再按升温键。否则对测试结果有影响！**

当初终熔完成后屏幕如图 9 显示。其中：‘初熔：’后显示数值为测试样粉的初熔值；‘终熔：’后显示数值为测试样粉的终熔值。用户对“保温”键一般来说可以不必理会，只在特殊需要保持温度时使用。

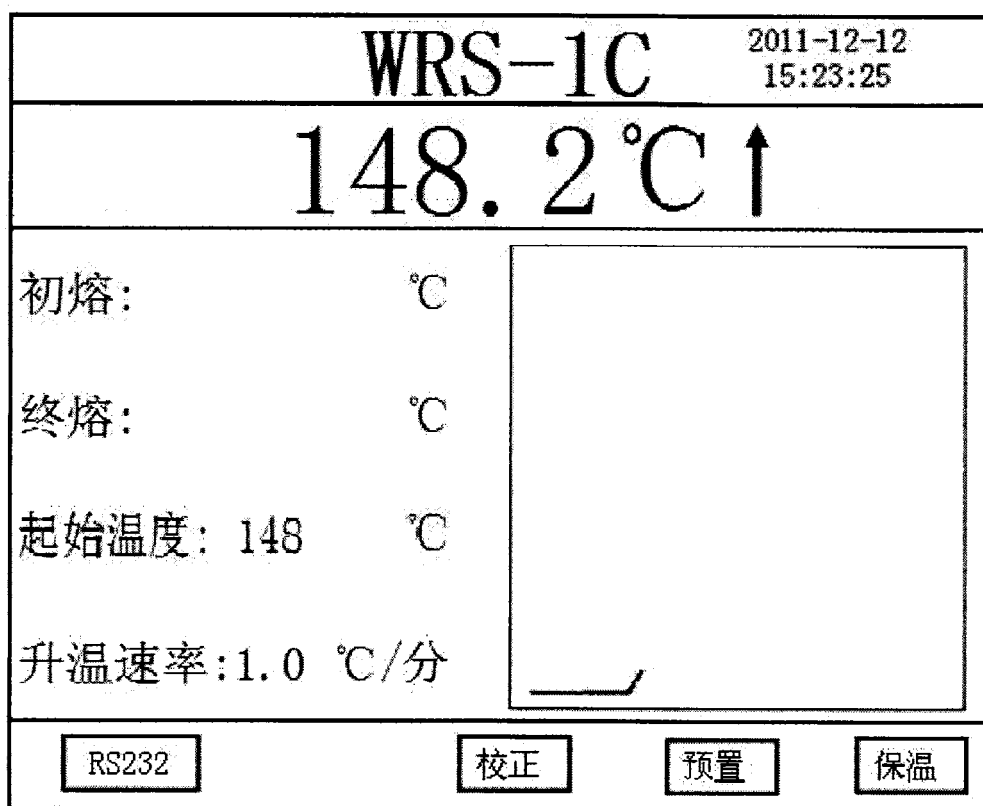


图 8

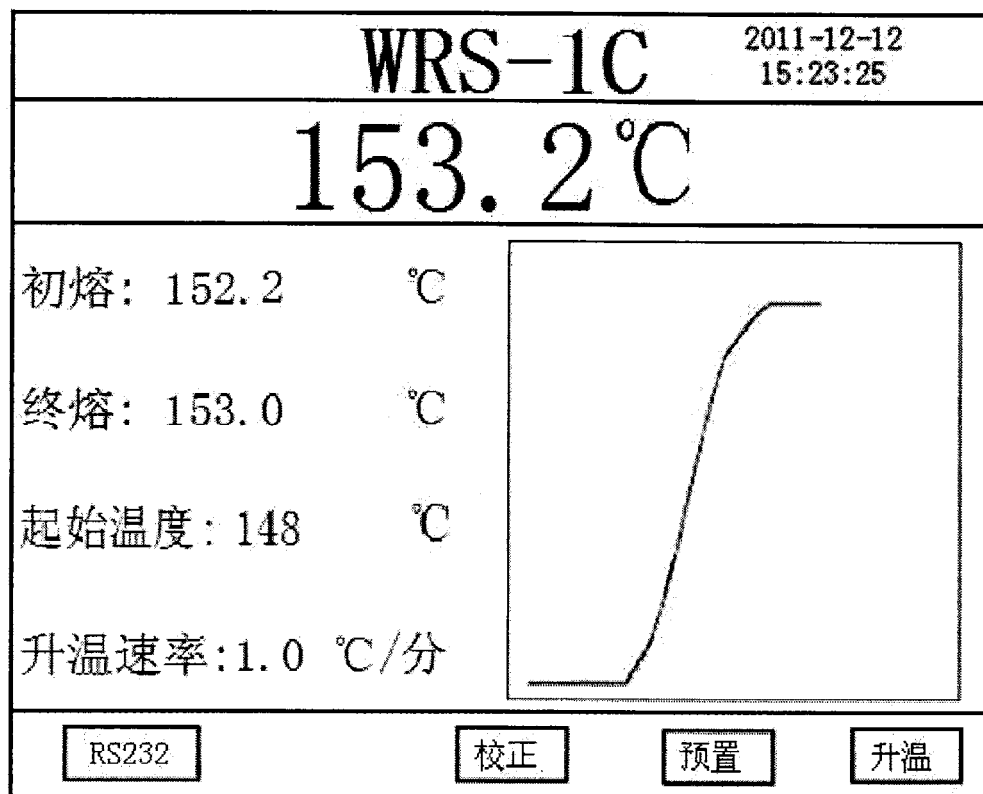


图 9

4. 测量完成后仪器自动回到起始温度，按“预置”键屏幕如图 10 显示，

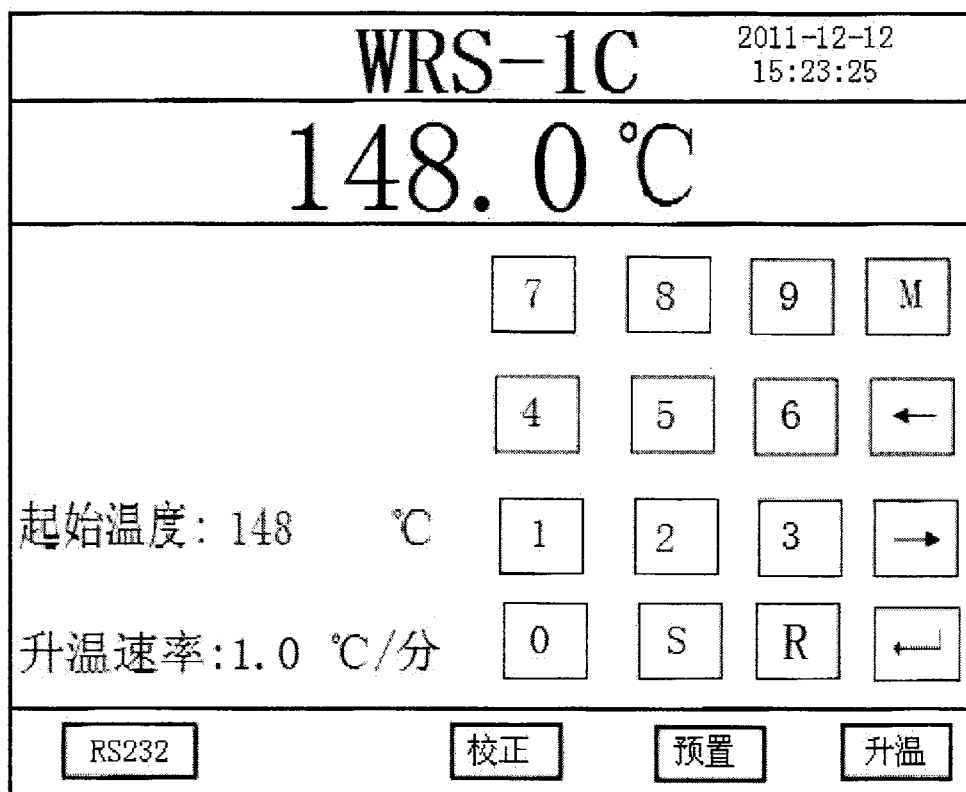


图 10

当一个样品测试完成后按一下“预置”键进入等待下一次测量状态时，显示屏上按键区将出现“S”键。如果需要将上一次测量数据保存入内部存储器，可按一下“S”。用户可以通过 PC 机读出存储的数据，也可以按“R”键在仪器上回显存储的数据。在仪器上回显的数据依次是存储号、存储时间、起始温度、升温速率、初熔温度、终熔温度，用户可以通过按“→”和“←”键选择存储内容，再按“R”键则结束回显恢复测量。当用户按一下屏幕上的“M”键，温度显示区出现 M 表示当前为特殊的熔点测量方式，即当第一次熔点测定完成后仪器并不自动回到起始温度，而是继续升温进行后续测量。如果要恢复普通测量方式则再按一下“M”键。

## 二 校正

**警告：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仪器，否则会**



### 直接影响仪器测量准确度。

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。用户可以根据自己需要采用一点校正或多点校正，具体校正步骤示例如下：

1. 按“校正”键，进入如图 11 校正显示界面。

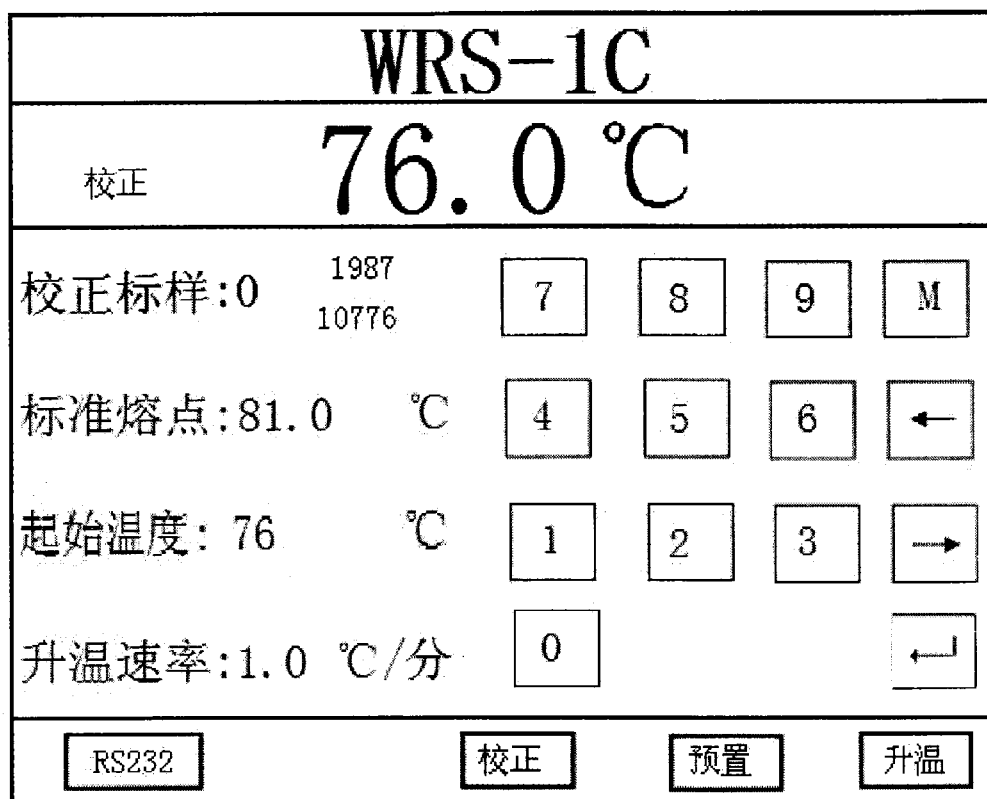


图 11

图中校正标样 0、1、2 表示不同的标准物质，用户可以使用数字键及“←”、“→”、“回车”等键修改数字与校正参数，包括标准物质的标准熔点和预置起始温度以及升温速率，修改后按“回车”键确认，按“预置”键让仪器控温至初始温度。

2. 装入标准样品后按“升温”键，开始测量标准样品熔点，显示屏如图 12 所示。

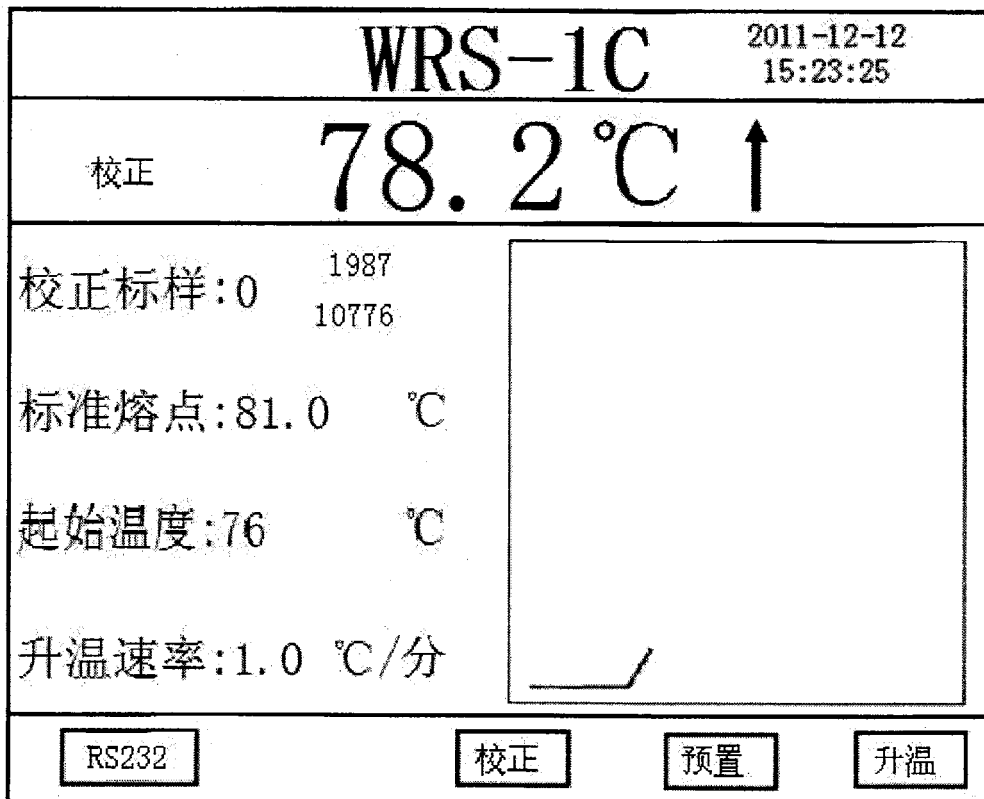


图 12

图中在 1987 数字位置显示光测量信号变化状态,10776 数字位置显示加热炉的当前温度变化,供用户测试时参考。

3. 当一次测量完成,进入图 13 测量完成显示界面,图中校正标样后出现 N 字符。若确认测量结果则按“←”键,显示如图 14 所示字符改为 Y,再按“回车”键则仪器内部进行本次校正。按“→”键则字符改为 N 回到图 13 显示界面。若放弃这次测量数据,在图 13 显示界面下按“回车”键确认弃除,仪器内部不进行本次校正。

接着仪器回到图 11 显示状态,可以继续进行下一个样品的校正操作。如要退出校正可按“校正”键。此时新的校正系数生效并将自动保存,仪器断电也不会丢失。

WRS-1C				
校正	81.1 °C		80.1	81.1
校正标样:N	1987 10776	<input type="text" value="7"/>	<input type="text" value="8"/>	<input type="text" value="9"/> <input type="text" value="M"/>
标准熔点:81.0	°C	<input type="text" value="4"/>	<input type="text" value="5"/>	<input type="text" value="6"/> <input type="text" value="←"/>
起始温度: 76	°C	<input type="text" value="1"/>	<input type="text" value="2"/>	<input type="text" value="3"/> <input type="text" value="→"/>
升温速率:1.0	°C/分	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="↶"/>	
<input type="text" value="RS232"/>	<input type="text" value="校正"/>	<input type="text" value="预置"/>	<input type="text" value="升温"/>	

图 13

WRS-1C				
校正	81.1 °C		80.1	81.1
校正标样:Y	1987 10776	<input type="text" value="7"/>	<input type="text" value="8"/>	<input type="text" value="9"/> <input type="text" value="M"/>
标准熔点:81.0	°C	<input type="text" value="4"/>	<input type="text" value="5"/>	<input type="text" value="6"/> <input type="text" value="←"/>
起始温度: 76	°C	<input type="text" value="1"/>	<input type="text" value="2"/>	<input type="text" value="3"/> <input type="text" value="→"/>
升温速率:1.0	°C/分	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="↶"/>	
<input type="text" value="RS232"/>	<input type="text" value="校正"/>	<input type="text" value="预置"/>	<input type="text" value="升温"/>	

图 14

4. 在按“校正”键进入如图 11 校正显示界面时按“3”键进入图 15 所示参数设置界面。

按对应的数字键和回车键进入相应的项目设置，每项设置后按回车键确认。

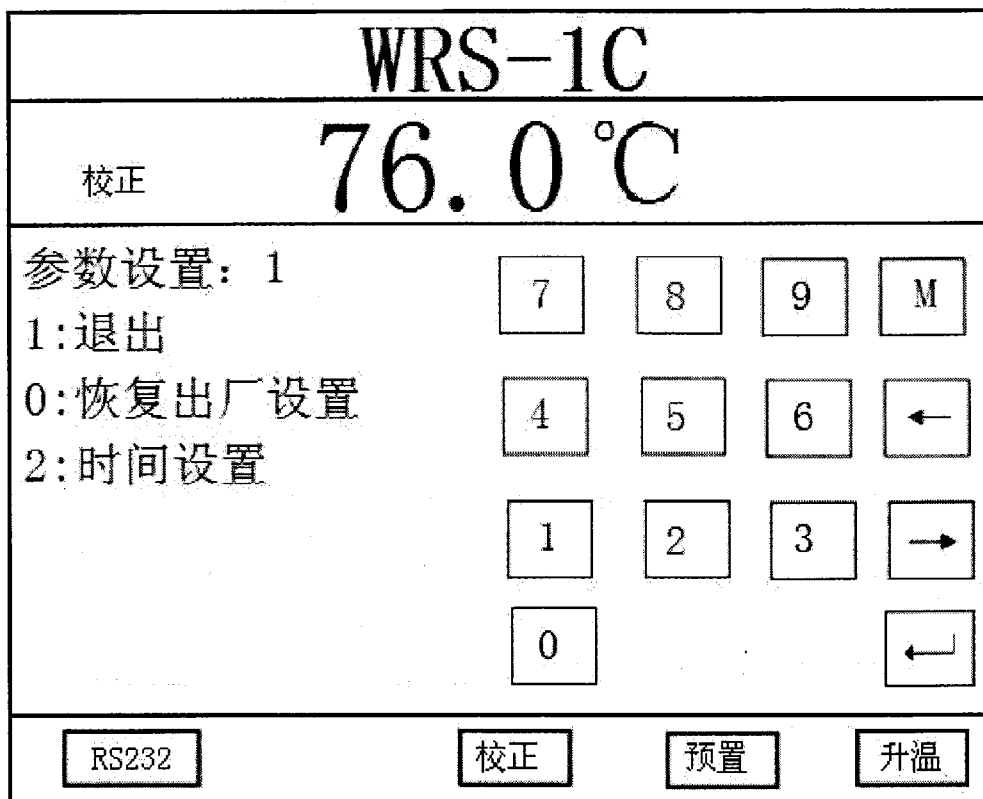


图 15

(严格按照校正步骤进行，进入调试环境后如果随意改变操作步骤、或者任意操作将不能进行校正或产生意想不到的结果)

#### 6. 与计算机连接

- 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。
- 3、计算机进入 Windows7 执行程序。

## 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(400℃)，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 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，9℃~15℃，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.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本厂生产的 WRX—1S 显微分析仪测定。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。

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。

## 7、仪器的维修及校验

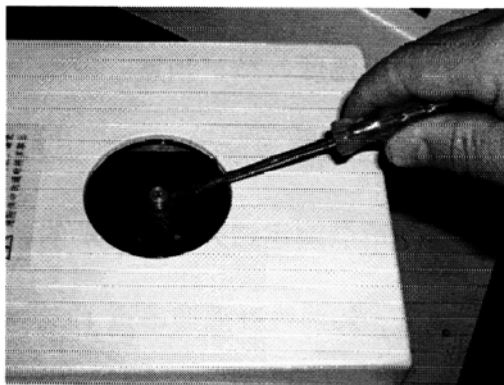


图 5

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 5，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 GBW13238 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 80.6℃)、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 3 数作为测定结果，取 3 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。

5.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:  $X_i$ ——各次测量值 (℃)  
 $\bar{X}$ ——平均值 (℃)  
 $n$  ——测量次数 (=5)

## 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	1、未接电源 2、保险丝熔断 3、其他	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
仪器示值不正确	1、元器件参数变化 2、环境温差变化太大	1、参照校正步骤重新校正仪器
与电脑联机不通	1、连接线坏 2、电脑联机程序有误	1、检查连接线 2、请与厂方联系
仪器重复性不良	1、装样不一致 2、毛细管尺寸不一致 3、样品纯度太差	1、严格装样规范 2、挑拣 3、高纯度样品确认仪器正常
其他	咨询我厂维修部	

## 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。





上海申光仪器仪表有限公司  
WZZ-1C自动旋光仪  
装箱单

序号	名 称	数量	
1	WRS-1C熔点仪	1台	
2	使用说明书	1份	
3	产品合格证	1份	
4	用户意见反馈单	1份	
5	保修卡	1份	
6	光盘	1张	
7	RS232连接线	1根	
8	USB连接线	1根	
9	电源线	1根	
10	保险丝(1A)	4只	
11	80mm毛细管(内径1mm)	2筒	
12	通针	1根	毛细管断裂时用
13	一字螺丝刀	1把	
14	十字螺丝刀	1把	

