



WRS-2A 微机熔点仪 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 录

一、用途及特点	1
二、规格及主要技术参数	1
三、工作原理	2
四、仪器结构	3
五、操作方法	4
(一) 开机	4
(二) 预置温度和升温速率设置	5
(三) 升温	5
(四) 清除曲线	6
六、温度校正	7
(一) 校正温度	7
七、连接计算机	9
八、使用注意事项	9
九、仪器的维修及校验	10
十、仪器成套性(详见配置单)	11
十一、常见故障及其处理方法	11
十二、售后服务事项和生产者责任	11

本产品根据上海仪电物理光学仪器有限公司企业标准：Q31/010400005C005
《WRS-2A 微机熔点仪》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-2A 微机熔点仪采用彩色液晶屏显示、数字键盘输入，可同时测量三根样品。通过光电自动检测技术，数字式 PID 调节及 PWM 控温技术，控温系统采用精密铂电阻作温度检测元件，提高了熔点测定精度及可靠性。熔点仪的功能有：熔化曲线、初熔、终熔自动显示；自动求取平均值；8 档线性升温速率可选；通过 USB 接口或 RS232 接口与 PC 机建立通讯，打印并保存曲线。

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 ~ 300°C
2. 测量方法：	自动
3. 最小示值：	0.1°C
4. 升温速率：	0.2°C/min, 0.5°C/min, 1.0°C/min, 1.5°C/min, 2.0°C/min, 3.0°C/min, 4.0°C/min, 5.0°C/min。
5. 示值误差：	200°C或 200°C以下范围：±0.4°C。 200°C以上范围：±0.7°C。
6. 示值重复性：	升温速率 1.0°C/min 时，0.3°C。
7. 线性升温误差	±10°C
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. 校准方式：	3 点校准
11. 通讯接口：	USB 或 RS232 串行口自动切换。
12. 电源：	220V±22V、50Hz, 100W。
13. 尺寸 (长、宽、高)：	360mm×290mm×170mm
14. 仪器净重：	9kg

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。

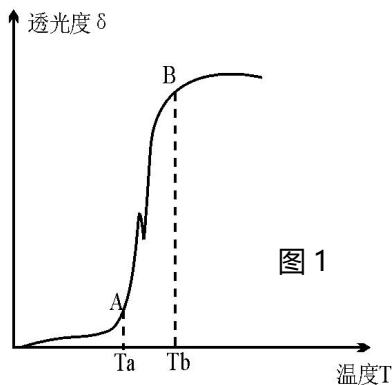


图 1

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。

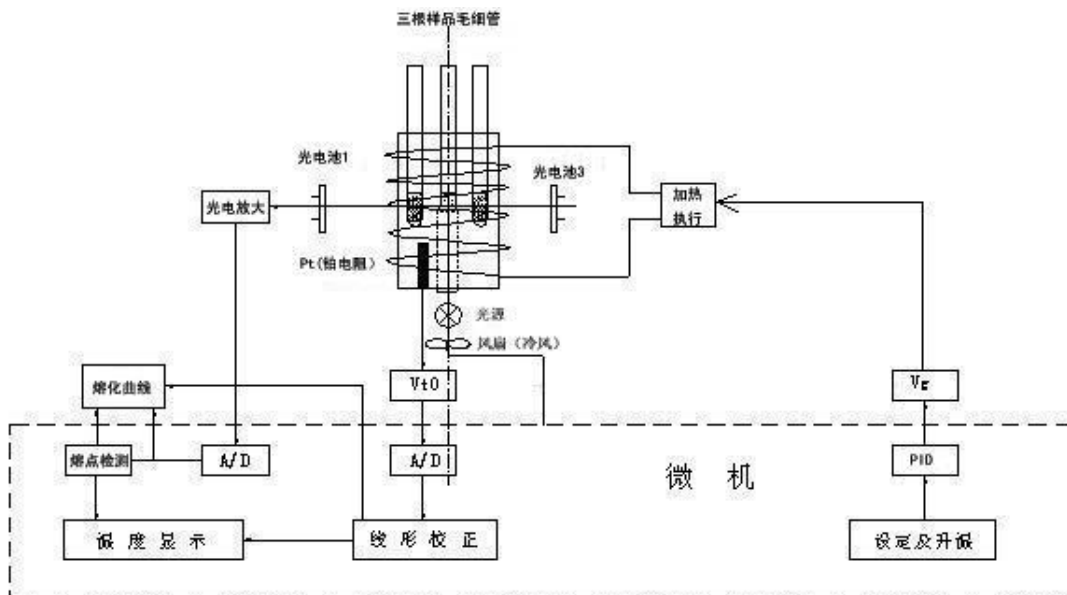


图 2

四、 仪器结构

1. 仪器正面视图



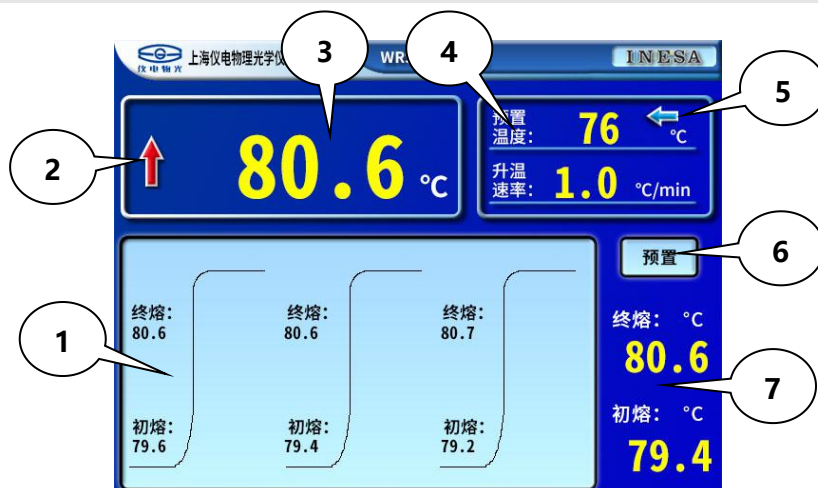
2. 仪器背面视图



五、操作方法

WRS-2A 微机熔点仪采用彩色液晶屏显示、数字键盘输入，可同时测量三根样品。具有熔化曲线、初熔、终熔自动显示；自动求取平均值；8 档线性升温速率可选等功能。

(一) 开机



(1) 界面显示说明

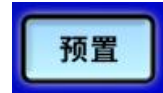
1、	样品测量的熔化曲线及初熔、终熔值。
2、	仪器工作状态提示符：红色向上箭头表示正在加热，绿色向下箭头表示正在冷却。
3、	实时炉温。
4、	预置温度与升温速率。
5、	输入提示箭头。提示当前输入的数字是“预置温度”还是“升温速率”。
6、	仪器工作状态提示。提示的状态有 5 种，分别是：“预置”，“预置稳定”，“升温”，“校正预置”，“校正升温”。
7、	样品测量初熔平均值和终熔平均值

(2) 按键功能

【预置】:	启动温度预置。
【升温】:	只有仪器达到预置温度，并且仪器工作状态显示“预置稳定”后才能升温。按此键，仪器根据设定的升温速率，开始稳定升温。
【校正】:	开启校正模式，对仪器温度进行校正（ 请慎重使用 ）。
【清除】:	清除已经完成测量的任意一条曲线。
【确认】:	1、“预置温度”和“升温速率”的输入切换。 2、一些操作的确认。

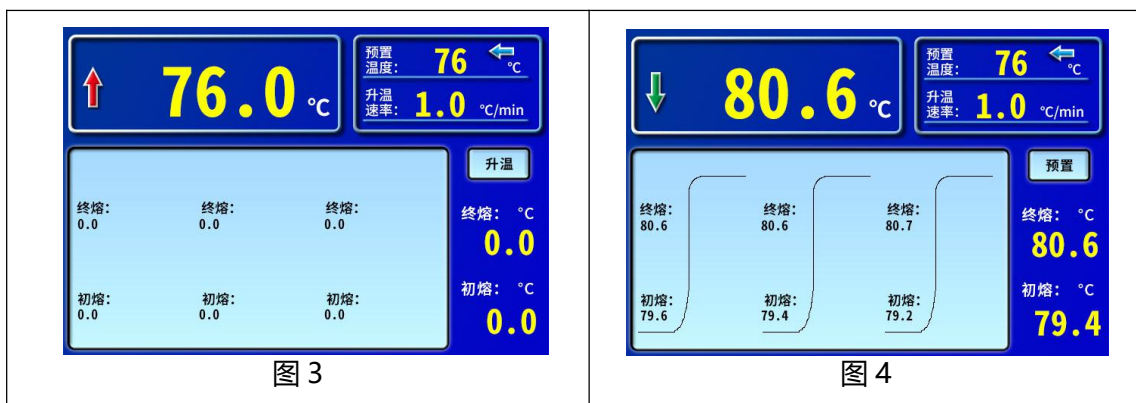
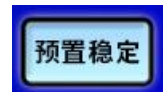
(二) 预置温度和升温速率设置

1. 输入前，查看输入提示箭头是否指向“预置温度”或“升温速率”框。
2. 按【确认】键可以在“预置温度”或“升温速率”框之间切换。
3. 按数字键输入设定值，按【确认】键确认。
4. 按【预置】键，温度预置开始。工作状态提示框显示“预置”，如右图。
5. 如果输入的“升温速率”数值不在 8 档之中，则输入无效。
6. 注意：最大输入温度 300℃，否则输入无效。



(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。
2. 工作状态提示框显示“预置稳定”，如右图。用户可以进行升温操作。
3. 插入装有待测样品的毛细管，按【升温】键
4. 仪器开始升温并显示升温界面，如图 3。

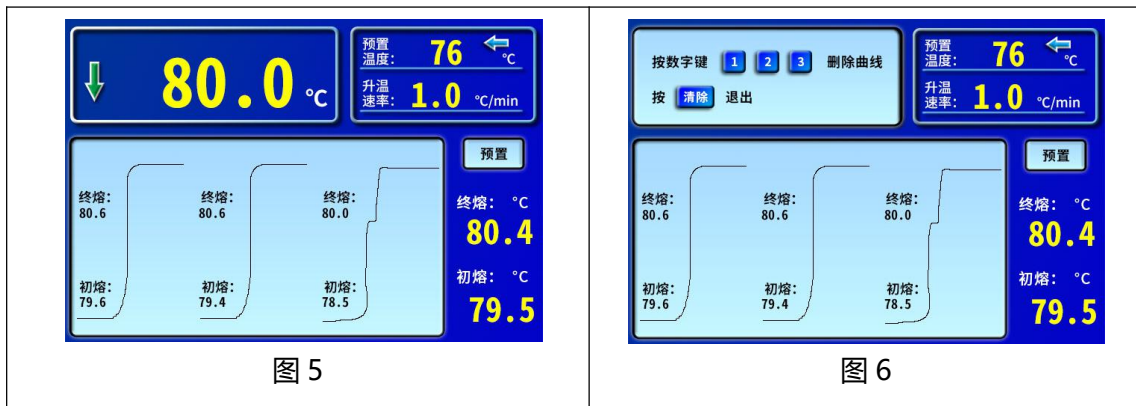


5. 若用户没有插入毛细管或毛细管没有药粉，则 5 秒钟后，仪器会鸣响提示并显示错误提示，同时返回预置状态。
6. 随着温度升高，显示屏上将描绘出样品的熔化曲线，并显示初熔和终熔温度，如图 4。
7. 在升温过程中，可随时按【清除】键退出升温。
8. 仪器检测到样品终熔后，会发出“嘀”声长鸣提示，并自动返回设定的预置温度。

(四) 清除曲线

若在测量完成后，有某一条测量曲线差异较大，如图 5 最右侧的曲线，测量结果与另外两条有明显差异。此时可以用“清除”功能，删除该曲线，重新测量。

- 1、按【清除】键，显示清除界面，如图 6。
- 2、按数字键【1】或【2】或【3】（分别对应下面的 3 条曲线），即可清除该条曲线。
- 3、清除后，初熔和终熔的平均值会根据实际情况重新计算。
- 4、按【清除】键退出，返回测量界面。
- 5、清除曲线后，新的测量曲线和数据将在原清除位置重新显示。



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，请咨询专业人员，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。
- 建议在校正时，同时使用 3 根样品进行测量，以消除毛细管差异、样品装填量不均等，造成的校正误差。

(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 1 点、2 点或 3 点校正。

1. 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【1】键进入校正，也可按【0】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 7，共需设定 3 个校正点。

3. 仪器出厂默认使用的校正样品是：萘(终熔 80.7℃)、己二酸(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，利用数字键盘输入校正温度。

4. 校正温度输入后，按【确认】键确认，输入提示箭头将会指向下一点。输入时，若输入温度有误，可按【清除】键重新输入。

5. 校正点温度的设置，必须遵循提示的要求范围，如图 7 所示，按温度值范围设定。不可随意输入，否则可能造成校正错误。



6. 仪器可以 1 点、2 点和 3 点校正，校正几个温度，就输入几个校正值。根据温度范围提示，在对应的范围内输入校正值，其余按【确认】键跳过。

7. 用户可以随时按【校正】键，退出校正过程，返回测量模式。

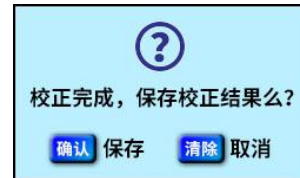
8. 当输入完第 3 点校正值，按【确认】键后，仪器返回测量界面，并根据用户设定的校正值，自动开始预置。工作状态显示“校正预置”，如右图。



9. 用户可以按照正常测量操作流程，预置稳定 -> 插入毛细管 -> 升温的步骤操作。

10. 校正时，升温速率固定为 1.0°C/分。

11. 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提示，如右图。



12. 若用户认可本次校正的结果，按【确认】键保存校正结果。否则，按【清除】键，放弃本次的校正数据。仪器将会自动返回预置，重新开始校正流程。

13. 若用户设定了 2 点或 3 点校正，则 1 点校正完成并保存后。根据用户设定的校正值，仪器自动开始下一点的温度预置。用户可重复以上操作步骤校正第二点温度值。

14. 当用户设定的校正点都校正完成并保存后，仪器提示“校正已完成”，如右图。同时返回测量模式。新的校正参数会在返回测量模式后，即时生效。



15. 整个校正流程将根据用户设定的校正点数自动重复 1~3 次，中途不可中断。若用户想结束校正，只需直接关闭仪器即可。

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，默认预置温度 50°C，并自动开始预置。用户可自行设定需要的起始温度。设定起始温度切勿超过最高测量温度(300°C)，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°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 8，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。



图 8

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 80.7℃)、己二酸(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. 重现性试验：在规定的 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（=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
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	

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。