

上海爱慧氏仪器

熔点分析的专家

WWW.IWISE-HTK.COM



X-5 系列显微热分析仪

使用注意事项

ShangHai iWise Scientific Instrument Co.,ltd.

1	仪器的放置.....	3
2	仪器的上电及预热.....	4
3	熔点测量方法的选择.....	4
4	毛细管法装样.....	5
5	热台法装样.....	6
6	设置工作参数.....	7
7	定期温度校正.....	8

首先非常感谢您购买上海爱慧氏 X-5 显微热分析仪系列产品，爱慧氏显微热分析仪具有控温精度高，测量准确，使用简单方便等优点，是您完成熔点测量理想的设备之选！

众所周知，熔点即是物质由固态变为液态时的温度，是物质常见的物理属性之一，广泛应用于医药、精细化工、香料香精等产业，是用户进行物质物理属性分析的必备手段，也是间接测量物质纯度的常用方法。所以如何获得准确的物质熔点降低测量过程中的误差就变得尤为重要了，也是用户进行物理分析的首要条件和先决条件。本文针对 X-5 系列显微热分析仪的使用特点加以归纳和总结，帮助用户掌握显微热分析仪正确的操作方法，通过轻松简便的操作即可实现熔点的高精度测量。

1 仪器的放置

- X-5 系列显微热分析仪是属于非常精密的仪器，是集机械、光学、电子和软件于一体的高科技产品。所以用户在拆开包装取出机器，或者今后在搬运过程中，一定要轻拿轻放，避免过大的震动损坏仪器；
- 仪器取出后，应安置在结实稳固的水平桌面；
- 因为热分析仪属于温度类仪器，所以不可避免的受到环境温度的影响，为了获得稳定准确的测量结果，请不要将机器置于通风的环境，比如空调出风口，或者用风扇直接对着吹，最好一年四季环境温度能够稳定在 25℃左右；

2 仪器的上电及预热

用户一定要确保接入的电源电压要和仪器的标称电压相匹配, 否则会导致仪器永久的损坏;

仪器通电后会进入启动自检程序, 然后自动进入测量界面。这时用户可以设定好工作参数, 为了获得稳定的测量性能, 建议等机器预热 20 分钟后进行测量;

当起始温度的设定变化比较大时, 也需要进行预热操作; 比如一开始起始温度设定为 80°C 测量了一种样品, 现在要将起始温度设定为 200°C 测量另一样品, 这时候最好等当前炉温稳定在 200°C 后再过 20 分钟开始测量, 这是因为仪器里面的环境温度平衡需要一定的时间, 只有等仪器里面的环境温度进入平衡状态, 才可以获得稳定准确的测量结果; 这点对于测量结果要求高的用户尤为重要。

3 熔点测量方法的选择

X-5 系列显微热分析仪支持两种方法测量物质的熔点: 第一种是毛细管法 (参考 JJG_701-1990_毛细管法熔点测定仪检定规程); 第二种是热台法 (参考 JJG 463-1996 热台法熔点测定仪检定规程); 选择不同的熔点测量方法, 对测量结果影响较大, 相比较而言, 毛细管法可以获得更高的测量精度和重复性, 所以针对两种方法都适用的情况下, 建议用户尽量优先选择毛细管法, 这样可以降低装样误差对测量结果的影响, 而获得更加准确的测量结果。

4 毛细管法装样

采用毛细管法进行物质的熔点测量是最常用的一种方法,也更能获得稳定和高的测量精度,对于测量结果要求高的用户,应该掌握正确的装样方法,尽量降低装样误差,其装样步骤如下:

- 用户在购买我厂的 X-5 系列显微热分析仪的时候,会附送一筒空的毛细管(500支),该毛细管的规格是:外径 1.4mm,内径 1.0mm,长度是 80mm;挑选若干支粗细一致的空毛细管,可以通过手感剔除粗细相差较大的毛细管,降低毛细管的粗细而引入的测量误差;
- 准备一块小的玻璃板,外形尺寸 100mmX100mmX5mm 即可,和一根直径约 15cm 长度 90cm 的管子备用;
- 烘干样品然后研磨成粉末,倒在刚刚准备好的玻璃板上,取 5~6 支空毛细管,开口端朝下,轻轻敲击样品,样品即顺着毛细管孔装入,待样品高度大约 5mm 左右后,倒转毛细管使封口端朝下,轻轻敲击玻璃板,毛细管顶端的粉末即会顺着毛细管壁滑入底部,必要时可以用手指轻轻弹击毛细管顶部装有样品的部位,通过震动使样品滑落;
- 然后将准备好的管子垂直放在玻璃板上,将刚刚装好样品的毛细管,封口端朝下,通过管子的上端放入,以自由落体的方式来回 5~6 次,使样品压实,见图 1;
- 检查装样的高度,理想的装样高度是 3mm~5mm,并尽量使装样高度一致;如果发现装样太低(样品太少)可以按照前面的步骤添加样品,如果发现过高(样品太多),可以将毛细管开口端朝下,用手指轻轻弹

击样品，使样品滑落。

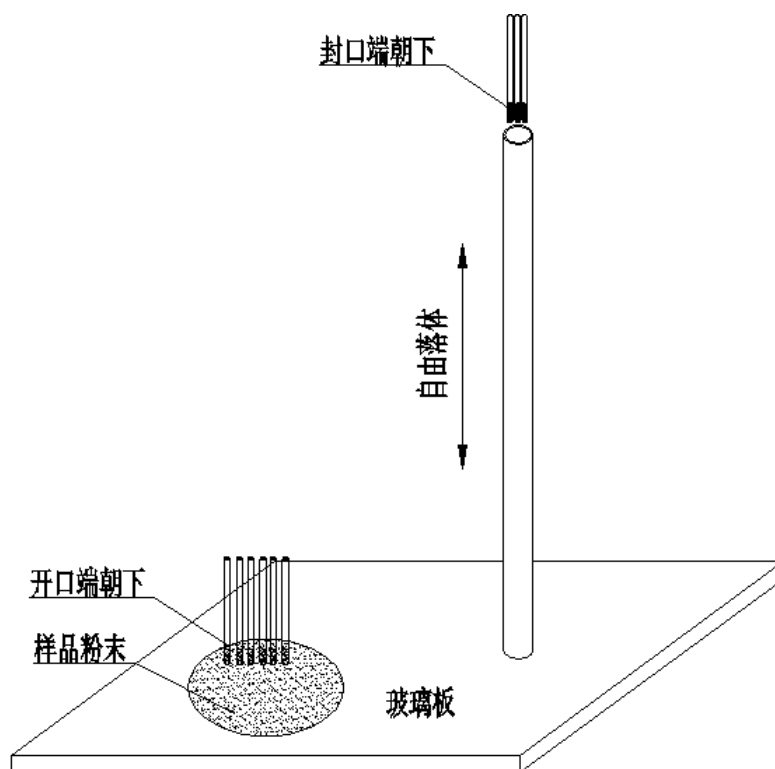


图 1 装样示意图

5 热台法装样

对于不能装进毛细管的被测物质，我们也可以采用热台法对其熔点加以测量，热台法因为受装样的误差影响稍大些，所以建议客户要制定统一的装样规范，以消除装样的误差，尤其采用刀片切样的时候，尽量确保每次所切样品的大小及厚薄一致，已获得更加稳定和准确的测量结果。热台法装样可以参考以下步骤见

图 2：

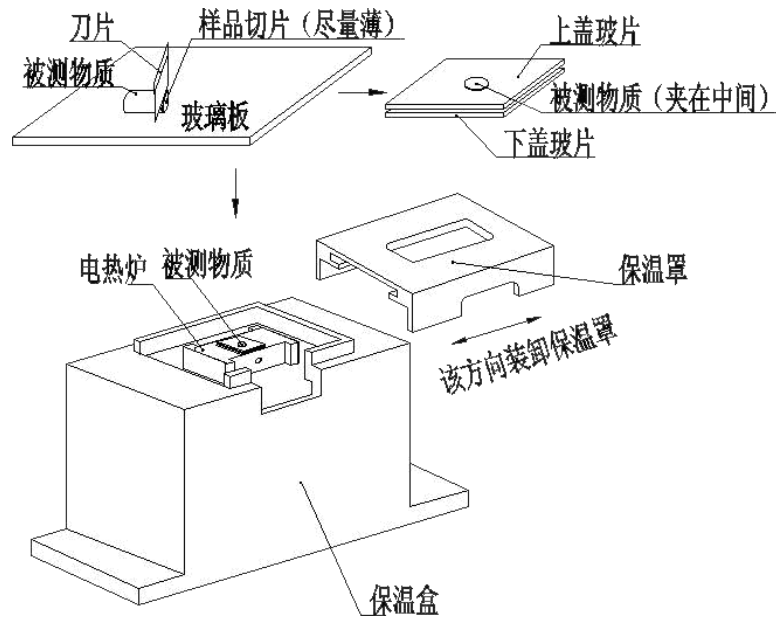


图 2 热台法装样

- 准备一块小的玻璃板，外形尺寸 100mmX100mmX5mm 即可，两片盖玻片和一把刀片备用；
- 将被测物质放在玻璃板上，然后用刀片轻轻的切下少许薄片，注意切片的时候要尽量保持切片厚薄均匀，并且原则上尽可能的切薄，以降低样品厚薄不一带来的装样误差；
- 切下的薄片放在事先准备好的两片盖玻片之间，然后用镊子钳放入电热炉表面即可，注意被测物质要放在观察孔的中央，然后盖上保温罩即可开始测量；

6 设置工作参数

熔点的测量需要设置两个工作参数：起始温度和升温速率。选择不同的工作参数，对测量结果也是有影响的。尤其是升温速率对测量结果的影响更加明显，即便是同一种被测物质，通常越大的升温速率，测量的熔点会越高；所以我们通

常说的熔点，都是指在某一测量环境下得到的结果，抛开测量环境单独谈熔点是不严密的，也是很严谨的。所以在实际工作中，要制定统一的测量规范，工作参数的选择可以参考相关被测物质的行业标准。对于没有行业标准的可以参考熔点仪的国家标准。以熔点仪的国家标准为例，我们通常设定：

起始温度 = 终熔点 - 5°C

升温速率 = 1.0°C/分钟

比如：如果被测样品的终熔点是 81.0°C，我们可以设定起始温度为 76°C，然后升温速率设定为 1.0°C/分钟；

7 定期温度校正

由于热分析仪属于温度仪器，尽管在仪器的设计时进行了温度补偿；但是四季温差变化大导致仪器工作的环境温度变化大，或者由于电子元器件的老化，导致仪器的测量结果或多或少会出现一定的偏离准确值的情况，这是正常的现象，也是不可避免的。这对于测量结果要求不高的用户可能无伤大雅，但是对于测量结果要求高的用户，这是不能容忍和接受的。为此，我们可以从两方面入手加以解决：

- 采取相应的外在措施减少外部环境的变化，比如可以用空调使测量的环境温度稳定在 25°C 左右；
- 可以定期的进行温度校正来消除各种外在环境的变化带来的测量误差。

总之，上海爱慧氏 X-5 系列显微热分析仪有着完美极致的用户体验，采用数字控温技术，具有测量精度高、重复性好、操作简单方便等优点，只要您在使

用过程中注意以上的事项，即可获得满意的测量结果！