



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 463—1996

热台法熔点测定仪

Melting - Point - Measuring
Instruments with Thermo - Micro - Method

1996-05-29 发布

1996-11-01 实施

国家技术监督局 发布

热台法熔点测定仪

检定规程

Verification Regulation of Melting -

Point - Measuring Instruments

with Thermo - Micro - Method

JJG 463—1996

本检定规程经国家技术监督局于 1996 年 05 月 29 日批准，并自 1996 年 11 月 01 日起施行。

归口单位：天津市技术监督局

起草单位：天津市计量技术研究所

本规程技术条文由起草单位负责解释

本规程主要起草人：

贾瑞华 （天津市计量技术研究所）

张大建 （天津市计量技术研究所）

参加起草人：

宋 威 （天津大学分析中心）

目 录

一 概述	(1)
二 技术要求	(1)
三 检定条件	(2)
四 检定项目和检定方法	(2)
五 检定结果处理和检定周期	(4)
附录 1 供选用的熔点标准物质参照表	(5)
附录 2 检定证书(背面)格式	(6)
附录 3 检定记录格式	(7)

热台法熔点测定仪检定规程

本检定规程适用于新制造、使用中和修理后的热台法熔点测定仪（以下简称仪器）的检定。

一 概 述

仪器用于测量结晶性化学制品、药品和部分结晶聚合物的熔点。仪器的测量原理是：在热台上加热载玻片和盖玻片之间的试样，通过带有偏光装置的显微镜观察其相变过程或自动测量相变时透光性能的变化确定熔点。

仪器主要由热台、测温、控温和带有偏光装置的显微镜或光电检测等部分组成。

二 技 术 要 求

1 外观

1.1 仪器名称、型号、制造厂、出厂日期、编号应齐全清晰。

1.2 外观完好，附件齐全，连接可靠。各调节旋钮或按键应能正常工作。

2 每台仪器在不同的测量范围内可以具有不同的准确度。准确度等级可划分为：0.5，1.0，1.5。

3 基本误差

仪器的基本误差按第12条规定的方法进行检定时，不应超过允许误差表中见表1的规定。

4 示值重复性误差

仪器的示值重复性误差按第13条规定的方法进行检定时，不应超过允许误差表中的规定。

5 线性升温速率误差

仪器的线性升温速率误差按第14条规定的方法进行检定时，不应超过所规定的升温速率的 $\pm 10\%$ 。

6 绝缘电阻

仪器在不接通电源且电源开关闭合的状态下，电源插头的相线、中线与机壳及外露金属部件的绝缘电阻应不小于20 M Ω 。

表 1 允许误差表

准确度等级 (测量范围)	0.5 (40~100 ℃)	1.0 (100~200 ℃)	1.5 (200~300 ℃)
基本误差/℃	±0.5	±1.0	±1.5
示值重复性误差	0.3	0.4	0.5
线性升温速率误差	±10%		

三 检定条件

7 检定用标准物质

7.1 熔点标准物质是仪器的检定标准。仪器检定使用的熔点标准物质，应采用国家计量行政部门批准颁布的标准物质，供选用检定仪器的熔点标准物质列于附录 1 中。

7.2 仪器检定所用的标准物质的标准值，是采用毛细管法定值的熔点（全熔点）值。

8 检定用设备

8.1 秒表或其它计时装置：分辨力 0.01 s。

8.2 兆欧表：实验电压 500 V。

9 检定环境

9.1 电源电压：220(1±10%) V，频率 50 Hz。

9.2 环境温度：(23±10) ℃。

9.3 相对湿度：≤85% RH。

9.4 检定环境应无强电磁场干扰。

四 检定项目和检定方法

10 外观检查

按第 1 条要求进行观察、检验。

11 绝缘电阻检定

用兆欧表在相对湿度≤85% RH 时进行检验，其结果应符合第 6 条要求。

12 基本误差检定

12.1 试样的制备：取干燥、洁净的载玻片和盖玻片各一片，将适量的熔点标准物质放于载玻片上，用盖玻片研压晶粒，使其形成单层晶粒的均匀薄层，且充满视场。

12.2 仪器在低于标准物质熔点值约不小于 10 ℃ 时，加热台开始以 1 ℃/min 的速率升温。

12.3 目视判断熔点（全熔点）的准则：在显微镜下观察相变过程，当晶粒引起的光效应完全消失时的温度，称为全熔点或称全熔温度。

对由相变引起透光性变化的仪器，判断熔点（全熔点）的准则：在透光率—时间变化曲线上，取固、液相共存测量曲线段与全部液相测量曲线段之延长线的交点对应的温度，为全熔点或称全熔温度。

自动测量熔点的仪器按仪器示值进行检定。

12.4 对于采用铂电阻温度计测温的仪器，在整个测量范围内可采用3种熔点标准物质检定，分别在40~100℃，100~200℃，200~300℃3个温度范围内各选一种；对于采用玻璃液体温度计测温的仪器，根据每支温度计测温范围的不同，一般需在每支温度计的测温区间内采用两种熔点标准物质检定。

12.5 仪器选择1.0℃/min升温速率进行基本误差的检定。每种熔点标准物质各重复测量3次，其3次测量的平均值与标准物质的相应速率的毛细管熔点（全熔点）标准值之差为仪器的基本误差。

$$\text{基本误差} = \text{平均值} - \text{毛细管熔点(全熔点)标准值} \quad (1)$$

13 示值重复性检定

13.1 试样的制备：同12.1款规定。

13.2 仪器在低于标准物质熔点值约不小于10℃时，加热台开始以1℃/min的速率升温。

13.3 在仪器的经常使用的测量范围内，任选一种熔点标准物质，在相同测量条件下，连续6次重复测量，其标准偏差为仪器的示值重复性。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (2)$$

式中：s——标准偏差；

n——测量次数；

X_i ——第*i*个测量值；

$\bar{X}$ ——*n*个测量值的算术平均值。

14 线性升温速率检定

14.1 仪器在其量程范围内，选择接近最高和最低量限的两处，进行线性升温速率的检定。

14.2 仪器以1℃/min的升温速率进行升温，经过3~5min后开始计时，每分钟记录一次温度测量值，连续测量10个数值，其误差均不大于第5条中的规定。

新制造的仪器还要对2℃/min的升温速率进行检定。使用中的仪器可根据用户要求选择常用的升温速率进行检定。其测量结果应不大于第5条中的规定。

五 检定结果处理和检定周期

- 15 经检定合格的仪器，发给检定证书；检定不合格的仪器发给检定结果通知书，并注明不合格项目。
- 16 仪器的检定数据应记入原始记录内，保存时间为 2 年。
- 17 仪器的检定周期一般为 1 年。

附录 1

供选用的熔点标准物质参照表

℃

名 称	标称值	不确定度
偶氮苯	68.60	0.25
香草醛	82.33	0.25
乙酰苯胺	115.00	0.25
苯甲酸	123.36	0.25
非那西丁	135.23	0.25
己二酸	152.89	0.25
磺 胺	165.16	0.25
丁二酸	185.97	0.25
磺胺二甲嘧啶	198.71	0.25
二氟二胺	210.16	0.25
糖 精	228.84	0.25
咖啡因	236.60	0.25
酚 酞	262.61	0.25

注：

- 1 本表中的标称值和不确定度是 1.0 ℃ /min 升温速率条件下的数值，熔点标准物质的标准值和不确定度以标准物质证书为据。
- 2 瓶装熔点标准物质，使用前应经过干燥处理；毛细管封装的熔点标准物质，只需将毛细管一端折断，倒出即可直接使用。

附录 2

检定证书（背面）格式

检 定 结 果

基本误差：

40~100 ℃ ± ℃ (1 ℃/min)

100~200 ℃ ± ℃ (1 ℃/min)

200~300 ℃ ± ℃ (1 ℃/min)

示值重复性误差：标准偏差 $s \leq$ 线性升温速率误差： $\leq$ % (1 ℃/min)

检定室温度： ℃

注：下次送检时必须带此证书。

附录 3

检定记录格式

送检单位		检定日期	
仪器名称		仪器型号	
制造厂名		出厂编号	
出厂日期		测量范围	
环境温度		仪器外观	
环境湿度		证书编号	
检 定		核 验	

基本误差检定

℃

线性升温速率:		1 ℃/min				
标准物质编号	标准值	示 值			平均值	误 差
		1	2	3		

示值重复性检定

升温速率: 1.0 °C/min

次数	1	2	3	4	5	6	标准偏差
示值/°C							$s =$

线性升温速率检定

升温速率: 1.0 °C/min

时 间 /min	温度 1 /°C	升温速率 1 / (°C/min)	温度 2 /°C	升温速率 2 / (°C/min)
0		(开始计时)		(开始计时)
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				