



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 701—2008

熔点测定仪

Melting-point Measurement Instruments

2008-12-22 发布

2009-06-22 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

熔点测定仪检定规程

Verification Regulation of
Melting-point Measurement Instruments

JJG 701—2008
代替JJG 701—1990
JJG 463—1996

本规程经国家质量监督检验检疫总局于2008年12月22日批准，并自2009年6月22日起施行。

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：天津市计量监督检测科学研究院

参加起草单位：上海精密科学仪器有限公司

天津市天大天发科技有限公司

本规程委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

张大建（天津市计量监督检测科学研究院）

魏树龙（天津市计量监督检测科学研究院）

参加起草人：

朱纪忠（上海精密科学仪器有限公司）

李朝阳（天津市天大天发科技有限公司）

宋 威（天津大学）

目 录

1 范围	(1)
2 术语	(1)
3 概述	(1)
4 计量性能要求	(1)
4.1 示值误差	(1)
4.2 示值重复性	(1)
4.3 线性升温速率误差	(2)
5 通用技术要求	(2)
5.1 外观	(2)
5.2 绝缘电阻	(2)
6 计量器具控制	(2)
6.1 检定条件	(2)
6.2 检定项目	(3)
6.3 检定方法	(3)
6.4 检定结果的处理	(5)
6.5 检定周期	(6)
附录 A 熔点标准物质及使用说明	(7)
附录 B 检定证书(内页)格式	(9)
附录 C 检定结果通知书(内页)格式	(10)
附录 D 玻璃液体温度计的示值修正	(11)
附录 E 熔点测定仪检定记录格式	(12)

熔点测定仪检定规程

1 范围

本规程适用于熔点测定仪（以下简称仪器）的首次检定、后续检定和使用中的检验。熔点测定仪包括毛细管法熔点测定仪和热台法熔点测定仪。

2 术语

2.1 毛细管熔点

用毛细管法测得的熔点称为毛细管熔点。其测量属于间接测量，它所测量的温度是毛细管样品处的环境温度，并非试样的温度。

2.2 热力学熔点

结晶性物质，在一个大气压力的干燥空气下获得热量时，其无限少量的固相同液相呈热力学平衡时的温度称为热力学熔点。

3 概述

毛细管法熔点测定仪用于测量结晶性化学制品、药品的毛细管熔点或热力学熔点。仪器的测量原理是在传温介质中加热毛细管中的试样，观察其相变过程或相变时透光率的变化以确定熔点，其主要由加热、控温、测温等部分组成，传温介质可以是液体或固体。

热力学熔点是在理想状态下结晶性物质的理论熔点，它一般是通过测量凝固点和熔点后经数学推算得出的。某些毛细管熔点仪也具有热力学熔点的测定功能，是由熔点标准物质校准仪器热力学熔点测定功能后，测量试样的毛细管熔点并推算而得的。

热台法熔点测定仪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以确定熔点，其主要由热台、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。

4 计量性能要求

毛细管法熔点测定仪按小于或等于 200 °C 测量范围内的最大允许误差划分准确度等级，分为 0.2, 0.5, 1.0, 1.5 四种等级；热台法熔点测定仪在不同的测量范围内可以具有不同的准确度等级，分为 0.5, 1.0, 1.5 三种等级。

4.1 示值误差

仪器示值误差检定结果不应超过计量性能要求（表 1）中的规定。

4.2 示值重复性

仪器示值重复性检定结果不应超过计量性能要求（表 1）中的规定。

4.3 线性升温速率误差

仪器线性升温速率误差检定结果均不应超过计量性能要求（表1）中的规定。

表1 计量性能要求

准确度等级与测量范围/℃	毛细管法熔点测定仪								热台法熔点测定仪		
	0.2		0.5		1.0		1.5		0.5	1.0	1.5
	≤200	>200	≤200	>200	≤200	>200	≤200	>200	40~100	100~200	200~300
检定项目											
示值误差/℃	±0.2	±0.4	±0.5	±1.0	±1.0	±1.5	±1.5	±2.0	±0.5	±1.0	±1.5
示值重复性/℃	0.2		0.3		0.4		0.5		0.3	0.4	0.5
线性升温速率误差	±10%										

5 通用技术要求

5.1 外观

5.1.1 仪器应有下列标志：仪器名称、型号、制造厂名、出厂时间和仪器编号。

5.1.2 仪器面板的功能键应操作正常，标志清晰、完整。数字显示仪器的显示应清晰、完整，使用玻璃液体温度计的仪器该组温度计应完好并附有效检定、校准证书。

5.1.3 仪器加热部分的加热元件应完好，使用液体作传温介质的仪器该传温介质应清澈均匀，无凝结、无沉淀或无絮状物产生。

5.2 绝缘电阻

仪器在不工作的状态下，试验电压500 V时，电源插头的相线与仪器机壳外露金属部分之间的绝缘电阻应不小于20 MΩ。

6 计量器具控制

计量器具控制包括：首次检定、后续检定和使用中检验。

6.1 检定条件

6.1.1 环境条件

6.1.1.1 环境温度(20±5)℃，且检定时温度波动不大于±2℃；

6.1.1.2 湿度不大于85%RH；

6.1.1.3 电源电压(220±22)V，频率(50±1)Hz；

6.1.1.4 实验室应无强电磁场干扰。

6.1.2 检定设备

6.1.2.1 秒表或其他计时器：分辨力0.01 s；

6.1.2.2 标准铂电阻温度计：二等标准铂电阻温度计；

6.1.2.3 数字温度测量仪：分辨力0.01℃，该仪器与二等标准铂电阻温度计配套使用；

6.1.2.4 交流电压表：150/500 V，准确度 1.0 级；

6.1.2.5 兆欧表：试验电压 500 V。

上述设备应具有有效期内的检定证书方能使用。

6.1.3 标准物质

6.1.3.1 仪器检定使用的熔点标准物质，必须采用国家计量行政部门批准颁布的熔点有证标准物质。对 0.2 级和 0.5 级的仪器需使用一级熔点标准物质，其他级别的仪器可使用二级熔点标准物质。

6.1.3.2 毛细管法熔点测定仪的传温介质为液体时，使用 a 型毛细管封装的熔点有证标准物质；传温介质为固体时，可使用 b 型毛细管封装的熔点有证标准物质，毛细管规格见附录 A。

6.2 检定项目

检定项目见表 2。

检定项目	首次检定	后续检定	使用中检验
外观检查	+	+	-
示值误差	+	+	+
示值重复性	+	+	+
线性升温速率误差	+	+	+
绝缘电阻	+	-	-

注：“+”表示需检项目，“-”表示不检项目。

6.3 检定方法

6.3.1 外观检查按 5.1 的要求进行。

6.3.2 示值误差

待仪器稳定后，选取适当的熔点标准物质测量熔点，每种连续测量 3 次，其平均值与标准值之差即为示值误差。

6.3.2.1 毛细管法熔点测定仪

a) 毛细管试样的制备：将熔点标准物质置于玛瑙研钵中研细并干燥。取一长约 800 mm 的干燥、洁净的玻璃管，直立于磁板或玻璃板上。将装有熔点标准物质的毛细管自上口放入，使其自由落下，反复投落 8 次，使标准物质粉末紧密集结于管底，其高度应为 3 mm；

b) 仪器的起始温度设定在低于熔点值 3 °C（升温速率为 0.2 °C/min）或 15 °C（升温速率为 1.0 °C/min）处。当传温介质达到稳定的设定温度后，将毛细管置于传温介质中合适的位置，按设定的升温速率升温进行检定；

c) 对于采用铂电阻温度计测温的仪器，可采用三种熔点标准物质检定，分别在 (50~100) °C，(100~200) °C，200 °C 以上三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，根据温度计测温范围的不同，每支温度计一般需采用两种熔点标准物

质检定；

d) 目视判断毛细管熔点（全熔点）的准则：毛细管内试样全部液化（澄明）时的温度称为全熔温度或全熔点。自动测量熔点的仪器按仪器的全熔（终熔）温度示值进行检定；

e) 仪器以 $0.2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 或 $1.0\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温。根据 c) 的要求选用熔点标准物质，测量其毛细管熔点（全熔点）。各重复测量三次，其三次测量的平均值与相应速率的标准物质的毛细管熔点（全熔点）标准值之差值为仪器的示值误差，按式（1）计算仪器的示值误差：

$$\Delta T = \bar{T}_i - T_s \quad (1)$$

式中： ΔT ——示值误差；

\bar{T}_i ——三次熔点测量值的平均值；

T_s ——熔点标准物质的标准值。

f) 对于采用玻璃液体温度计测温的仪器，根据温度计浸没方式的不同，应作示值修正，修正方法见附录 D。

g) 对于具有热力学熔点测量功能的仪器，以 $0.2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温，测量 3~8 种熔点标准物质的热力学熔点。重复测量三次，其三次测量的平均值与相应标准物质的热力学熔点标准值的差值为仪器的热力学熔点测量示值误差。按式（1）计算。

6.3.2.2 热台法熔点测定仪

a) 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；

b) 仪器起始温度设置在低于标准物质熔点值 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，当达到设定温度时，控制加热台以 $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温；

c) 目视判断熔点（全熔点）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全熔温度；

对根据由相变引起透光性变化而自动判定熔点的仪器，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全熔温度；

自动测量熔点的仪器按仪器的示值测量功能进行检定；

d) 对于采用铂电阻温度计测温的仪器，在整个测量范围内可以采用三种熔点标准物质检定，分别在 $(40\sim 100)^{\circ}\text{C}$ ， $(100\sim 200)^{\circ}\text{C}$ ， $(200\sim 300)^{\circ}\text{C}$ 三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；

e) 仪器选择 $1.0\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温速率进行示值误差的检定，每种熔点标准物质各重复测量三次，其三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示值误差。

6.3.3 示值重复性

6.3.3.1 试样的制备

a) 毛细管法熔点测定仪试样的制备：同 6.3.2.1 a) 中规定；

b) 热台法熔点测定仪试样的制备：同 6.3.2.2 a) 中的规定。

6.3.3.2 示值重复性检定方法

a) 设置仪器温度低于标准物质熔点值 15 °C，当达到设定温度时，控制加热台以 1 °C/min 的速率升温；

b) 在仪器经常使用的测量范围内，任选一种熔点标准物质，在相同的测量条件下，连续重复测量 6 次，其标准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。

6.3.4 线性升温速率误差

6.3.4.1 加热介质为固体并带有数字温度显示（分辨力优于 0.1 °C）的仪器，使用仪器本身的数字温度计测量温度，以秒表计时，检定线性升温速率；加热介质为液体的仪器，使用标准铂电阻温度计和数字温度测量仪检定线性升温速率。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误差的检定。

6.3.4.2 仪器以 1 °C/min 的升温速率进行升温，经过 (3~5) min 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。

6.3.4.3 分别对两组各 10 个时间与温度的测量值进行处理，根据式 (3) 计算线性升温速率误差：

$$\delta_{i+1} = \frac{T_{i+1} - T_i - c}{t_{i+1} - t_i} \times 100\% \quad (3)$$

式中： δ_{i+1} —— 第 $i+1$ 分钟的线性升温速率误差；

T_i —— 第 i 分钟测量的温度值；

t_i —— 第 i 分钟；

c —— 设定的线性升温速率 1 °C/min；

i —— 1, 2, ..., 10。

在逐点计算线性升温速率误差之后，取其中最大的误差为线性升温速率误差。

6.3.5 绝缘电阻

仪器的电源插头不接通电源，仪器的电源开关置于接通状态，用 500 V 兆欧表在仪器电源插头的相线与仪器机壳外露金属部分之间施加 500 V 直流试验电压，稳定 5 s 后测量绝缘电阻。

6.4 检定结果的处理

6.4.1 以上检定数据均须记录在检定记录上，有关项目应填写完整或注明在检定证书或检定结果通知书上；

6.4.2 经检定符合本规程规定的技术指标的仪器，发给检定证书（检定证书格式见附录 B）；不符合本规程规定的技术指标的仪器，发给检定结果通知书（检定结果通知书格式见附录 C），并指出不合格项目。

6.5 检定周期

仪器的检定周期一般为 1 年。在此期间，当条件改变或对测量结果有怀疑时，都应进行检定。



附录 A

熔点标准物质及使用说明

A.1 熔点标准物质

一级熔点标准物质见表 A.1, 二级熔点标准物质见表 A.2, 其熔点标准值和不确定度以标准物质证书为据。

A.2 使用说明

A.2.1 瓶装熔点标准物质, 在使用前应经过干燥处理。

A.2.2 毛细管封装的熔点标准物质, 毛细管两端已封口, 使用前应将具有标记的一端折断。

A.2.3 应按 6.1.5.2 中的规定选择 a 型或 b 型毛细管熔点标准物质。

A.2.4 毛细管尺寸

a 型: 内径(0.9~1.1)mm; 壁厚(0.10~0.15)mm; 长度 100 mm。

b 型: 内径(1.0±0.07)mm; 外径(1.4±0.07)mm; 长度 80 mm。

表 A.1 一级熔点标准物质标准值

°C

名称	热力学熔点		毛细管熔点 (全熔点)			
	$F=1, \Delta T=0$	U	0.20°C/min	U	1.0°C/min	U
对硝基甲苯	51.61	0.05	52.04	0.11	52.59	0.20
萘	79.99	0.05	80.40	0.11	81.00	0.20
苯甲酸	122.37	0.05	122.84	0.11	123.36	0.20
1,6-己二酸	151.58	0.05	152.23	0.11	152.89	0.20
对甲氧基苯甲酸	183.36	0.05	184.19	0.11	184.77	0.20
蒽	215.92	0.05	216.36	0.11	216.96	0.20
对硝基苯甲酸	239.49	0.05	240.43	0.11	241.17	0.20
蒽醌	284.70	0.05	285.34	0.11	285.96	0.20

表 A.2 二级熔点标准物质标准值

℃

名称	热力学熔点		毛细管熔点 (全熔点)			
	$F=1, \Delta T=0$	U	0.20℃/min	U	1.0℃/min	U
对硝基甲苯	51.61	0.08	52.04	0.15	52.59	0.25
萘	79.99	0.08	80.40	0.15	81.00	0.25
苯甲酸	122.37	0.08	122.84	0.15	123.36	0.25
1,6-己二酸	151.58	0.08	152.23	0.15	152.89	0.25
对甲氧基苯甲酸	183.36	0.08	184.19	0.15	184.77	0.25
蒽	215.92	0.08	216.36	0.15	216.96	0.25
对硝基苯甲酸	239.49	0.08	240.43	0.15	241.17	0.25
蒽醌	284.70	0.08	285.34	0.15	285.96	0.25
偶氮苯	—	—	68.34	0.15	68.60	0.25
香草醛	—	—	81.85	0.15	82.33	0.25
乙酰苯胺	—	—	114.55	0.15	115.00	0.25
非那西丁	—	—	134.96	0.15	135.23	0.25
磺胺	—	—	164.70	0.15	165.16	0.25
丁二酸	—	—	184.02	0.15	185.97	0.25
磺胺二甲嘧啶	—	—	198.32	0.15	198.71	0.25
二氰二胺	—	—	208.62	0.15	210.16	0.25
糖精	—	—	228.41	0.15	228.84	0.25
咖啡因	—	—	236.26	0.15	236.60	0.25
酚酞	—	—	261.43	0.15	262.61	0.25

注： $F = \frac{\text{固体量} + \text{液体量}}{\text{液体量}}$ ；

$\Delta T = \text{试样环境温度} - \text{试样温度}$ ；

U —— 不确定度 ($k=2$)。

附录 B

检定证书（内页）格式

检定结果

外观检查：_____

示值误差：_____（升温速率_____℃/min）

热台法熔点仪：

_____℃~_____℃_____

_____℃~_____℃_____

_____℃以上_____

毛细管法熔点仪：

≤200℃_____

>200℃_____

示值重复性：标准差 $s=$ _____

线性升温速率误差：_____

绝缘电阻：_____

附录 C

检定结果通知书（内页）格式

检定结果

外观检查：_____

示值误差：_____ (升温速率 _____ °C/min)

热台法熔点仪：_____

_____ °C ~ _____ °C

_____ °C ~ _____ °C

_____ °C 以上

毛细管法熔点仪：_____

≤200°C _____

>200°C _____

示值重复性：标准差 $s =$ _____

线性升温速率误差：_____

绝缘电阻：_____

不合格项目：_____

附录 D

玻璃液体温度计的示值修正

玻璃液体温度计由于露出液柱的平均温度受多种因素的影响,使得温度计的示值产生变化,故需对温度计示值进行修正。

D.1 全浸没温度计的示值修正

$$\Delta T = kN(T - T_1) \quad (\text{D.1})$$

式中: ΔT —— 露出液柱的温度修正值, $^{\circ}\text{C}$;

k —— 感温液体的视膨胀系数 (水银 0.000 16, 酒精 0.001 03);

N —— 露出液柱的度数 (化整到整数度);

T_1 —— 辅助温度计测出的露出液柱平均温度 (辅助温度计温泡放在露出液柱的下部 1/4 位置上, 两温度计应很好地接触);

T —— 该温度计所指示的温度。

实际示值 = 温度计的示值 + 露出液柱的温度修正值。

D.2 局部浸没温度计的示值修正

局部浸没温度计在检定时露出液柱的环境温度不符合规定的标准环境温度 25°C 时, 应根据下式进行修正:

$$\Delta T = kN(25 - T_2) \quad (\text{D.2})$$

式中: ΔT , k , N —— 同式 (D.1);

T_2 —— 露出液柱的环境温度。

实际示值 = 温度计的示值 + 露出液柱的温度修正值。

附录 E

熔点测定仪检定记录格式

第 页 共 页

送检单位		检定日期	
仪器名称		仪器型号	
制造厂		出厂编号	
出厂日期		测量范围	
环境温度		环境湿度	
仪器外观		证书编号	
记录编号		检定结论	
检定员		核验员	

示值重复性检定 升温速率：1.0 °C/min

次数	1	2	3	4	5	6	标准差 $s/^\circ\text{C}$
示值/ $^\circ\text{C}$							

线性升温速率误差 升温速率：1.0 °C/min

时间/min	温度 1/ $^\circ\text{C}$	升温速率/ $(^\circ\text{C}/\text{min})$	温度 2/ $^\circ\text{C}$	升温速率/ $(^\circ\text{C}/\text{min})$
0		(开始计时)		(开始计时)
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				

示值误差检定 (°C)

标准物质 编号	标准值	升温速率			平均值	误差
		示值				
		1	2	3		

绝缘电阻

 $R = \underline{\hspace{2cm}} \text{ M}\Omega$

中华人民共和国
国家计量检定规程
熔点测定仪
JJG 701—2008
国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国计量出版社出版
北京和平里西街甲2号
邮政编码 100013
电话 (010)64275360
<http://www.zgjl.com.cn>
北京市迪鑫印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行
版权所有 不得翻印

*

880 mm×1230 mm 16开本 印张1.25 字数19千字
2009年3月第1版 2009年3月第1次印刷
印数1—3 000
统一书号 155026—2399 定价：26.00元