



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 701—1990

毛细管法熔点测定仪

Melting-Point-Measuring Instruments
with Capillary Method

1990 - 07 - 13 发布

1991 - 01 - 01 实施

国家技术监督局 发布

毛细管法熔点测定仪检定规程

**Verification Regulation of Melting-
Point-Measuring Instruments with
Capillary Method**

JJG 701—1990

本检定规程经国家技术监督局于 1990 年 07 月 13 日批准，并自 1991 年 01 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：

范德兴 （上海市物理光学仪器厂）

岳邦茂 （北京光电设备厂）

刘铁才 （天津市第二分析仪器厂）

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 熔点标准物质及使用说明	(5)
附录 2 名词术语及说明	(7)
附录 3 检定证书 (背面) 格式	(8)
附录 4 检定结果通知书 (背面) 格式	(9)
附录 5 毛细管法熔点测定仪检定记录格式	(10)
附录 6 玻璃液体温度计的示值修正	(12)

毛细管法熔点测定仪检定规程

本检定规程适用于新制造、使用中和修理后的毛细管法熔点测定仪（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、药品的毛细管熔点或热力学熔点。

仪器测量原理：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。

仪器主要由加热、控温、测温等部分组成。传温介质可以是液体或固体。

二 技 术 要 求

1 仪器的级别按准确度划分为：0.2，0.5，1.0，1.5 四种级别。

2 外观检查

2.1 仪器名称、型号、制造厂、出厂日期、编号应齐全清晰。

2.2 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。

3 绝缘电阻

仪器在不工作且电源开关接通的状态下，电源插头的相线、中线与机壳及外露金属部件之间的绝缘电阻应不小于 20 MΩ。

4 基本误差

4.1 当仪器按第 12 条规定的方法进行检定时，仪器的基本误差在指定的量程范围内应不超过表中的规定。

4.2 对于具有热力学熔点测量功能的仪器，对其基本误差也应进行检定。

5 示值重复性误差

仪器示值的重复性误差按第 13 条规定的方法进行检定时，不应超过表中的规定。

允 许 误 差 表

项 目 \ 仪 器 级 别	0.2		0.5		1.0		1.5	
	≤200 ℃	>200 ℃	≤200 ℃	>200 ℃	≤200 ℃	>200 ℃	≤200 ℃	>200 ℃
基本误差/℃	±0.2	±0.4	±0.5	±1.0	±1.0	±1.5	±1.5	±2.0
示值重复性误差	0.2		0.3		0.4		0.5	
线性升温速率误差	±10%							

6 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, 在指定的量程范围内应不大于所规定升温速率的 $\pm 10\%$ 。

三 检 定 条 件

7 检定用标准物质

7.1 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。对 0.2 级和 0.5 级的仪器需使用附录 1 表 1 中一级熔点标准物质, 其他级别的仪器可使用符合附录 1 表 2 中要求的二级熔点标准物质。

7.2 仪器的传温介质为液体时, 使用 a 型毛细管封装的熔点标准物质; 传温介质为固体时, 可使用 b 型毛细管封装的熔点标准物质。

8 检定用设备

8.1 秒表或其他计时装置: 分辨力 0.1 s。

8.2 标准铂电阻温度计: 二等标准铂电阻温度计。

8.3 数字温度测量仪: 分辨力 0.01 $^{\circ}\text{C}$ 。该仪器与二等标准铂电阻温度计配套使用。

8.4 兆欧表: 实验电压 500 V。

9 检定环境

9.1 检定的实验室应有排风装置。

9.2 电源电压: 220 V ($1 \pm 10\%$), 频率 (50 ± 1) Hz。

9.3 环境温度: (23 ± 5) $^{\circ}\text{C}$, 检定时室温波动不大于 ± 2 $^{\circ}\text{C}$ 。

9.4 相对湿度: $\leq 85\%$ 。

9.5 实验室应无强电磁场干扰。

四 检定项目和检定方法

10 外观检查

按第 2 条要求进行观察、试验。

11 绝缘电阻检定

用兆欧表在相对湿度 $\leq 85\%$ 时进行试验, 应符合第 3 条要求。

12 基本误差检定

12.1 毛细管试样的制备: 取一长约 800 mm 的干燥、洁净的玻璃管, 直立于瓷板或玻璃板上。将装有标准物质的毛细管自上口放入, 使其自由落下, 反复投落数次, 使标准物质粉末紧密集结于管底, 其高度应为 3 mm。

12.2 仪器的起始温度设定在低于熔点值 2 $^{\circ}\text{C}$ (升温速率为 0.2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$) 或 10 $^{\circ}\text{C}$ (升温速率为 1.0 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$) 处。当加热介质达到稳定的设定温度后, 将毛细管置于加热介质合适的位置中, 按设定的升温速率升温进行检定。

12.3 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 ℃, 100~200 ℃, 200 ℃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。

12.4 仪器以 0.2 ℃/min 的升温速率升温。测量 3~8 种熔点标准物质的毛细管熔点(全熔点)。各重复测量 3 次, 其 3 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基本误差。

基本误差 = 平均值 - 毛细管熔点(全熔点)标准值

对无 0.2 ℃/min 升温速率控制的仪器, 可选择 1.0 ℃/min 升温速率进行基本误差的检定。

12.5 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称全熔点。

12.6 对于具有热力学熔点测量功能的仪器, 以 0.2 ℃/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。各重复测量 3 次, 其 3 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基本误差。

基本误差(热力学熔点) = 平均值 - 热力学熔点标准值

12.7 对于采用玻璃液体温度计测量的仪器, 根据温度计浸没方式的不同, 应作示值修正。

13 示值重复性检定

13.1 毛细管试样的制备: 同 12.1 条规定。

13.2 仪器起始温度设定在 113 ℃处。当加热介质达到稳定的设定温度后将毛细管置于加热介质合适的位置中。

13.3 仪器以 1 ℃/min 的升温速率升温。测量熔点标准物质苯甲酸的毛细管熔点(全熔点)。重复 6 次。其标准偏差为仪器的示值重复性误差。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

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 仪器在量程范围内选择接近最高和最低量限的两点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 3~5 min 后开始计时, 每分钟记录一次测量值, 连续测量 5 min, 其测量值均不应大于第 6 条规定。

新制造的仪器还要对 3 ℃/min 的升温速率进行检定。使用中的仪器可根据用户要求进行检定。其测量值均不应大于第 6 条规定。

14.3 加热介质为固体并带有数字温度显示(分辨率 ≤ 0.1 ℃)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。

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 根据检定结果判为不合格的仪器，允许调修，修理后重新检定定级。降到下一级时，必须符合该级别仪器的各项要求。
- 18 仪器的检定周期为 1 年。

附录 1

熔点标准物质及使用说明

1 熔点标准物质

一级熔点标准物质见表 1，二级熔点标准物质见表 2，其熔点标准值以标准物质证书为据。

2 使用说明

2.1 装有熔点标准物质的毛细管其两端已封口，使用前应将带有标记的一端切断。

2.2 应按第 7 条规定选择 a 型或 b 型毛细管熔点标准物质。

2.3 毛细管尺寸

a 型：内径 $0.9 \sim 1.1$ mm；

壁厚 $0.10 \sim 0.15$ 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 1 一级熔点标准物质熔点标称值

℃

名 称	编 号	热力学熔点	毛细管熔点 (全熔点)	
		$F = 1, \Delta T = 0; u$	$0.20 \text{ } ^\circ\text{C/min } u$	$1.0 \text{ } ^\circ\text{C/min } u$
对硝基甲苯	GBW 13231	51.61 ± 0.05	52.04 ± 0.11	52.59 ± 0.20
萘	GBW 13232	79.99 ± 0.05	80.40 ± 0.11	81.00 ± 0.20
苯甲酸	GBW 13233	122.37 ± 0.05	122.84 ± 0.11	123.36 ± 0.20
1, 6-己二酸	GBW 13234	151.58 ± 0.05	152.23 ± 0.11	152.89 ± 0.20
对甲氧基苯甲酸	GBW 13235	183.36 ± 0.05	184.19 ± 0.11	184.77 ± 0.20
蒽	GBW 13236	215.92 ± 0.05	216.36 ± 0.11	216.96 ± 0.20
对硝基苯甲酸	GBW 13237	239.49 ± 0.05	240.43 ± 0.11	241.17 ± 0.20
蒽醌	GBW 13238	284.70 ± 0.05	285.34 ± 0.11	285.96 ± 0.20

表 2 二级熔点标准物质熔点标称值

℃

名 称	热力学熔点	毛细管熔点 (全熔点)	
	$F = 1, \Delta T = 0; u$	$0.20 \text{ } ^\circ\text{C/min } u$	$1.0 \text{ } ^\circ\text{C/min } u$
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

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 (置信水平 95%)。

附录 2

名 词 术 语 及 说 明

- 1 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，即物质的真实熔点。
- 2 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，它所测量的温度是指毛细管的环境温度，并非试样的温度。

附录 3

检定证书（背面）格式

检 定 结 果

基本误差： $\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C} \leq \pm \quad\quad\quad ^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)

$200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上 $\leq \pm \quad\quad\quad ^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)

示值重复性误差：标准偏差 $s \leq$

线性升温速率误差： $\leq \pm \quad\quad\quad \%$ ($1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$)

检定室温度 $^{\circ}\text{C}$

注：下次送检时必须带此证书

附录 4

检定结果通知书（背面）格式

检 定 结 果

基本误差：

示值重复性误差：

线性升温速率误差：

检定室温度 ℃

注：下次送检请带此证书

附录 5

毛细管法熔点测定仪检定记录格式

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	

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				

基本误差检定

毛细管熔点（全熔点） ℃

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

热力学熔点

℃

线性升温速率：		0.2℃/min				
标准物质编号	标准值	示 值			平均值	误 差
		1	2	3		

附录 6

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。

1 全浸没温度计的示值修正

$$\Delta T = k N (T - T_1) \quad (1)$$

式中: ΔT ——露出液柱的温度修正值,℃;

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);

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。注意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。

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 ℃时,应根据下式进行修正。

$$\Delta T = k N (25 - T_2) \quad (2)$$

式中: k , N , ΔT ——同式(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。

以上公式参照 JJG 130—1984《工作用玻璃液体温度计》检定规程制定。