



第一章

概述

JSB-

5A型电脑多元素分析仪是国内先进的一种综合材料分析仪,可根据客户要求分别定制成黑色金属及部分有色金属中除碳硫以外的各化学元素的快速分析仪。该仪器采用电脑操作控制,有一个比色箱(具备连接二个比色箱的操作界面),每个比色箱有五个通道,每个通道可存三十条曲线,原则上可存储一百五十条曲线,测试数据可以长时间保存,保存数据量大,完全可以满足日常检测需要。

□

第二章

技术参数与配置要求

1. 波长范围:□400-750nm
2. 吸光度范围:0-1.999A
3. 浓度范围:□0.000-99.99 %
4. 重现性:□□优于0.003A (0.5A)
5. 环境温度:□1°C-40°C
6. 相对湿度:□20%-80%(冷凝除外)
7. 电源:交流 220V±10%(50Hz±5%), 配备高精度1KVA以上电子交流式稳压器
8. Microsoft Windows 操作系统
9. P II 或更高处理器
10. 至少100M硬盘空间
11. 一个CD驱动器
12. Microsoft windows 支持的VAG或分辨率更高的显示器
13. 至少64M RAM
14. 喷墨打印机
15. 鼠标及其他定点设备



第三章

仪器部件及功能

□□JSB-5A型电脑多元素分析仪各部件示意图见图1、图2所示

- 1 ———— 电源零点按钮
- 2 ———— 第一通道放液按钮
- 3 ———— 第二通道放液按钮
- 4 ———— 第三通道放液按钮
- 5 ———— 第四通道放液按钮
- 6 ———— 第五通道放液按钮
- 7 ———— 电源开关
- 8 ———— 第一通道放液比色杯
- 9 ———— 第二通道放液比色杯
- 10 ———— 第三通道放液比色杯
- 11 ———— 第四通道放液比色杯
- 12 ———— 第五通道放液比色杯
- 13 ———— 比色箱扩展备用插座
- 14 ———— 至电脑主机数据线插座
- 15 ———— 电源插座

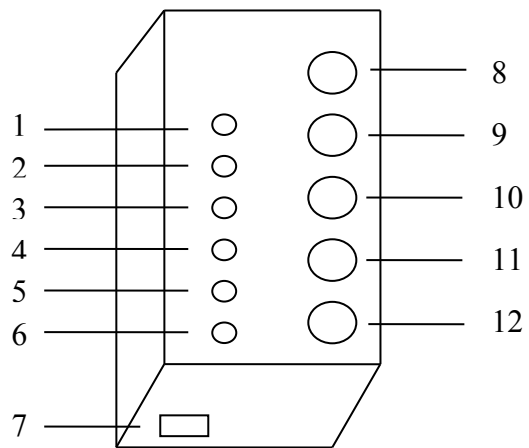


图1 比色箱前视图

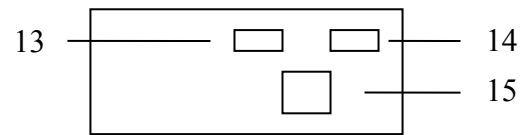


图2 比色箱后视图



第四章 仪器的基本使用方法

1、仪器的连接与通电

用电源线将主机电源与市电(交流220V)连接, 并将仪器可靠接地, 检查排液胶管安装是否牢固(不要将排液胶管出口插入废液中), 开机后在Windows系统中,进入分析操作界面。

2、曲线定标:

- (1) 首先进入曲线定标界面, 再点击界面菜单中"通道选择",选择通道号。
- (2) 在曲线定标界面中选择恰当的工作曲线和元素符号。
- (3) 在比色箱的比色杯中加满参比液(通常为蒸馏水), 点击"满度校准",使满度值(T)校正显示为 "100.0±0.2"。
- (4) 将标准样品的显色液倒入比色箱的比色杯中, 待"A"中数字稳定后按"A输入"按钮, 如曲线中有几个标准样品点, 倒入几次标准样品显色液, 按几次"A输入"。
- (5) 在"C"中输入已知标准样品的百分含量值, 按"C输入", 输入了几个标准样品显色液("A"值), 就输入这几个标准样品的百分含量值("C"值), 并按几次"C输入"(输入一个百分含量值,就按一次"C输入"可以不安照含量高低输入)。
- (6) 按"建立曲线", 将输入的A值和C值 建立成曲线。
- (7) 按"显示曲线", 将建立的曲线显示出来(可省略)。
- (8) 按"保存曲线", 将建立的曲线保存在当前的通道和曲线中, 如果没保存, 就进入试样测量界面, 所做曲线无效。

3、试样测量。

- (1) 首先进入试样测量界面。
- (2) 在试样测量界面中选择恰当的工作曲线。
- (3) 在比色箱的比色杯中加满参比液(通常为蒸馏水), 点击"满度校准"使满度值(T)校正显示为 "100.0±0.2"。
- (4) 将试样的显色液倒入比色杯中, 待"C"中数字稳定后, 即为测量结果。
- (5) 如需打印, 按"打印"即可。
- (6) 如需保存数据, 则按"保存数据", 将数据保存在测试结果中, 输入分析员等条件保存。

4、菜单中各部分功能介绍

- (1) 通道选择: 共有5个通道, 可根据需要选择不同通道来测量。
- (2) 试样测量界面:

A. 曲线: 可以根据需要选择不同工作曲线测定试样。



B. 保存数据:将当前的数据,输入到数据框中去,等待输入分析员、炉号等条件保存,如果没有保存,而关掉工作界面时,会提醒你是否保存。

C. 打印:可以将当前的测试数据,打印出来。

D. 满度校准:点击后,将当前的满度值(T)校正为"100.0±0.2"。

(3)曲线定标界面:在菜单中进入曲线定标界面

A. 曲线:可以选择30条曲线中的任一条来作为当前定标曲线。

B. 元素:可以根据需要来选择或输入元素符号来作为当前曲线定标的元素。

C. C输入:每按一次将"C"中数据输入一次,相同的数据只输入一次,零、负值和空值不输入。

D. A输入:每按一次将"A"中数据输入一次、零、负值和空值不输入。

E. 满度校准:点击后,自动将当前满度值(T)校正为"100.0±0.2"。

F. C查询:如果"C"或"A"输入了数据,将查询输出"C输入"的第一个数据,否则查询输出当前曲线中"C"的第一个数据。

G. A查询:如果"C"或"A"输入了数据,将查询输出"A输入"的第一个数据,否则查询输出当前曲线中"A"的第一个数据。

H. 确认:在"C查询"或"A查询"输出后按"确认",将显示下一个"C"或"A"值,查询到结束输出空值。

如要修改输入的或曲线中的数据则直接将按"C查询"或"A查询"显示出的数据更改为要修改的数据,按"确认"键。

如要删除输入的或曲线中的数据则直接将按"C查询"或"A查询"显示出的数据更改为零,按"确认"键。

如要增加输入的或曲线中的数据则直接在按"C查询"或"A查询"显示结束或输出空显示时,输入要增加的数据按"确认"键。

I. 建立曲线:首先判断"A"、"C"是否输入了数据,如果输入了数据则建立新曲线,否则使用原来的曲线,如果需要显示和保存新建的曲线,则一定要建立曲线。

J. 保存曲线:将当前建立的曲线根据通道、元素等条件保存起来,以备测量使用。

K. 显示曲线:将建立的曲线,显示出来。

打印:将显示曲线中的百分含量、浓度、非线性系数、斜率和截距误差、曲线等打印出来。

(4)关于:点击显示单位信息,再点击关闭单位信息



(5)退出:退出操作界面。

(6)数据框:

- A. 保存:可以在输入了分析员或炉号后将测试结果界面上的数据保存起来。
- B. 查询:可以根据"查询条件"中的条件查出保存的数据,并显示出来。
- C. 清屏:将界面中数据从屏幕上清除,但不删除。
- D. 删除:在查询显示的数据中,将选定的数据,永久地删除。
- E. 打印:在查询显示的数据中,选出需要打印的数据,数据框(打印)中将显示"√",按"打印"按钮将选中的数据打印出来,每页可打印34条数据。

(7)标样曲线查询:可以根据通道号、曲线号查询出标样中输入的百分含量和吸光度。

(8)操作说明:显示各部件的使用方法。

5、比色箱的维护

比色箱有五只比色杯和六只按钮。五只比色杯分别对应五个通道,五个按钮分别对应为五个通道的放液按钮。另一个按钮为零点按钮,按下"零点按钮",曲线测量界面满度值(T)应在0-2.0之间,否则应调整比色箱中前置放大板上零点电位器(W1-W5),使试样测量界面满度值(T)在0-2.0之间

6、注意事项:

- A、请在开机预热十分钟后再测量,以使测量数据更稳定;
- B、开机时,应先打开电脑,再打开其它外围设备;关机时,应先关闭外围设备,再关闭电脑,否则可能引发仪器程序紊乱或导致仪器损坏!



附录一

化学工艺流程(I)

普碳钢、低合金钢中Mn、Si、P的测定

锰的测定(过硫酸铵—银盐光度法)

一、主要试剂

- 1、硝酸-硝酸银(0.4%)溶液:在(1+4)的稀硝酸1000ml中,加4g硝酸银;
- 2、过硫酸铵溶液(15%);

二、分析操作

称样40mg于250ml高型烧杯中,加10ml硝酸-硝酸银溶液,加热溶解后,加5ml过硫酸铵溶液,煮沸10S,取下,加40ml水,摇匀,倒入2cm比色杯中,水为参比,在JSB系列或JQ系列分析仪器上测定,直读含量。

硅的测定(亚铁还原-硅钼蓝光度法)

一、主要试剂

- 1、硝酸(1+4);
- 2、高锰酸钾溶液(5%);
- 3、碱性钼酸铵溶液:称取5g钼酸铵,加12.5g无水碳酸钾,溶解后,稀至100ml;
- 4、草酸溶液(2.5%);
- 5、硫酸亚铁铵溶液(1%):每100ml溶液中加入浓硫酸1ml。

二、分析操作

称取试样30mg于250ml高型烧杯中,加硝酸(1+4)10ml,加热至样品溶清,摇动使黄色气体逸去,加3滴高锰酸钾溶液,加热到沸,取下,立即加入碱性钼酸铵溶液10ml,摇动10S,加入40ml草酸溶液,40ml硫酸亚铁铵溶液,摇匀,倒入0.5cm比色杯中,水为参比,在JSB系列或JQ系列分析仪器上测定,直读含量。

磷的测定(氟化钠-氯化亚锡-磷钼蓝光度法)

一、主要试剂



- 1、硝酸(1+2.5)；
- 2、高锰酸钾溶液(5%)；
- 3、钼酸铵(10%)-酒石酸钾钠(10%)溶液(1+1比例当天混合使用)；
- 4、氟化钠-

氯化亚锡溶液:先配制氟化钠溶液(2.4%),贮于塑料桶中备用,当班时称取氯化亚锡2g,加盐酸(1+1)5ml,加热至全部溶清,以氟化钠溶液(2.4%)稀至1000ml。

二、分析操作

称取试样50mg,置于250ml高型烧杯中,加入硝酸(1+2.5)10ml,加热至试样溶清,滴加高锰酸钾溶液(5%)6滴,至稳定的紫红色,煮沸至有棕色二氧化锰沉淀析出。立即加钼酸铵-酒石酸钾钠溶液10ml,摇匀,加氟化钠-

氯化亚锡溶液40ml,摇匀。倒入2cm比色杯中,水为参比,在JSB系列或JQ系列分析仪器上测定,直读含量。

附录二

化学工艺流程(Ⅱ)

生铁、铁粉、普碳钢、低合金钢中Mn、Si、P的测定

一、硅之测定(亚铁还原硅钼蓝光度法)

1、方法提要

试样溶于稀硝酸,滴加高锰酸钾氧化,硅酸离子全部转化成正硅酸离子,在一定酸度下与钼酸铵作用,生成硅钼杂多酸。然后在草酸存在下用亚铁还原成硅钼蓝,借此进行硅的光度测定。

2、试剂

- (1) 稀硝酸(1+5)
- (2) 高锰酸钾溶液(2%)
- (3) 碱性钼酸铵溶液:
 - A、钼酸铵溶液(9%)
 - B、碳酸钾溶液(18%)A、B两溶液等体积合并,贮于塑料瓶中备用。
- (4) 草酸溶液(2.5%)
- (5) 硫酸亚铁铵溶液(1.5%)

称硫酸亚铁铵15g,先将稀硫酸(1+1)1ml湿匀亚铁盐,然后以水稀释至1L,溶解后摇匀备用。

3、分析步骤

称取试样30mg,加至高型烧杯(250ml)中,杯内加有预热之稀硝酸(1+5)10ml,样品溶清,逸去黄色气体,加高锰酸钾(2%)2-



3滴, 继续加热至沸, 立即加入碱性钼酸铵溶液10ml摇动10秒钟, 再加入草酸(2.5%)40ml, 硫酸亚铁铵(1.5%)40ml摇匀以水作参比, 扣除空白, 倾入比色杯, 直读含量。

4、注意事项

溶解样品时应低温溶解。

二、锰之测定(过硫酸铵银盐光度法)

1、方法提要

钢铁试样, 在硝、磷酸介质中, 以银离子为催化剂, 用过硫酸铵氧化将低价锰变成高锰酸, 借此进行锰的光度测定。

2、试剂

(1) 定锰混合液

硝酸450ml, 磷酸72ml, 硝酸银7.2g, 用水稀释至2L, 摇匀, 贮于棕色瓶中备用。

(2) 过硫酸铵溶液(15%)或固体。

3、分析步骤

称样50mg, 置于高型烧杯(250ml)中, 溶于预热定锰混合液15ml, 待试样溶解毕, 加入过硫酸铵溶液(15%)10ml(联测时加固体过硫酸铵约1g)继续加热至沸并出现大气泡10秒钟后, 加入40ml水, 倾入比色杯中, 直读含量。

4、注意事项

(1) 过硫酸铵加入后, 需控制煮沸10秒钟。

(2) 记取含量时, 要等少量小气泡逸去后读取。

三、磷之测定(氟化钠—氯化亚锡磷钼兰光度法)

1、方法提要

试样在硝酸介质中, 以高锰酸钾氧化, 使偏磷酸氧化成正磷酸, 与钼酸铵生成磷钼杂多酸, 以氯化亚锡还原成磷钼蓝进行光度测定。酒石酸离子消除硅的干扰。氟化钠络合铁离子, 生成无色络合物, 并抑制硝酸分子的电离作用。

2、试剂

(1) 稀硝酸(1+2.5)

(2) 高锰酸钾溶液(2%)

(3) 钼酸铵—酒石酸钾溶液

取等体积的钼酸铵溶液(10%)与酒石酸钾钠(10%)混合备用。

(4) 氟化钠(2.4%)—氯化亚锡(0.2%)溶液:

氟化钠24g溶于800ml水, 可稍加热助溶, 氯化亚锡2g, 以稀盐酸(1+1)5ml, 加热至全部溶清; 加入上述溶液稀释至1L, 必要时可过滤。当天使用, 经常使用时, 可配大量氟化钠溶液, 使用时取出部分溶液加入规定量之氯化亚锡。



3、分析步骤

称试样50mg, 置于高型烧杯(250ml)中, 加入预热稀硝酸(1+2.5)10ml, 加热至试样溶解, 逸去黄色气体, 滴加高锰酸钾溶液(2%)2-3滴。再加氯化钠—氯化亚锡溶液40ml。水作参比, 倾入比色杯。读取含量。

4、注意事项

(1) 氧化时应使溶液至沸, 并保持5-10秒钟。

(2) 分析操作手续相对保持一致, 以保证分析结果重现性和准确度。

(3)

含量高至0.050%以上, 色泽稳定时间较短, 读数不应耽误, 在0.080%时更短, 要即刻读取。

附录三

化学工艺流程(Ⅲ)

低合金钢中铬的测定

一、主要试剂

1、硝酸: 1+1

2、高氯酸: 70%

3、磷酸: 5+95

4、二苯偕肼溶液: 0.5%, 称取4克邻苯二甲酸酐, 置于250ml烧杯中, 加入100ml无水乙醇, 若难溶可水浴加热溶解, 再称取0.5克二苯偕肼溶于上述冷却溶液中。

二、分析操作

称取样品20mg投入150ml锥形瓶中, 瓶中预置2ml高氯酸、(1+1)硝酸8滴, 且已预热, 加热溶解后, 蒸发至冒高氯酸烟出瓶口, 取下立即加入磷酸(5+95)95ml, 二苯偕肼溶液5ml, 摇匀, 在JSB系列或JQ系列分析仪器上测定。

附录四

化学工艺流程(Ⅳ)

镍的测定-碘一丁二肟比色法



一、主要试剂

- 1、王水:HCL+HNO₃=2+1
- 2、柠檬酸铵溶液:50%
- 3、碘溶液:称碘12.7g加碘化钾25克, 加少许水溶解后稀至1000ml。
- 4、氨性丁二肟溶液:0.1%, 称1克丁二肟溶于(1+1)氨水1000ml。
- 5、氨水:(1+1)当天配置

二、分析操作:

称样0.1000克于100ml两用瓶中, 加王水15ml溶解后, 加水10ml再煮沸1-2分钟后冷却稀至刻度, 摇匀为母液。

显色溶液:吸取母液5.0ml至100ml容量瓶中加水20毫升, 柠檬酸铵5ml, 碘3ml, 氨性丁二肟20ml稀至刻度, 摇匀。

参比溶液:吸50ml母液于100ml容量瓶中, 加水20ml, 柠檬酸铵5ml, 碘3ml, 氨水(1+1)20ml, 稀至刻度, 摇匀, 在JSB系列或JQ系列分析仪器上测定含量。

附录五

化学工艺流程(V)

钼的测定-氯化亚锡还原硫氰酸盐快速光度法

一、主要试剂:

- 1、高氯酸:(浓)
- 2、盐酸:(浓)
- 3、氯化亚锡-

盐酸混合液:于盛有20毫升浓盐酸的500毫升烧中, 加入6克氯化亚锡, 溶解后加280毫升水, 再加6克硫氰酸钠, 搅拌溶解。

- 4、空白液:于20毫升盐酸中加6克氯化亚锡, 溶解后加280毫升水, 搅拌均匀。

二、分析操作:

显色溶液:称取试样0.0500克于200毫升三角烧杯中, 加5毫升HCL, 3毫升HClO₄加热溶解后冒高氯酸烟至瓶口, 溶液不冒气泡或变为红色时立即加入50毫升混合液, 摇匀, 在JSB系列或JQ系列分析仪器上测定含量。

参比溶液:称取同一试样, 按上述溶解后, 加入空白液, 此溶液作为参比液。

三、注意事项:

- 1、如消光值太大时则可改少称样为25.0毫克。
- 2、不含铬、镍、铜的试样, 可用水作参比液。
- 3、每一种试剂必须摇匀, 最好向瓶中心加入, 不要倒在瓶壁, 以免影响结果。

附录六



化学工艺流程(VI)

普钢中铜的测定

一、主要试剂:

- 1、硝酸1+4 ;
- 2、4%高锰酸钾溶液;
- 3、2%亚硝酸钠溶液;
- 4、50%柠檬酸溶液;
- 5、氨水:(1+1)(当天配制);
- 6、0.2%BCO溶液:取1克BCO, 加乙醇40mL及热水约200mL加热溶解后, 冷却, 稀至500mL。

二、分析步骤:

称40毫克试样置于烧杯中, 加硝酸(1+4)5毫升(或加浓盐酸2mL, 双氧水2mL, 溶完后加1.5mL高氯酸发烟至瓶口), 低温加热溶解后, 滴加高锰酸钾3滴, 出现二氧化锰沉淀后立即滴加亚硝酸钠溶液6滴, 还原至溶液清亮后取下, 加柠檬酸溶液5mL, 氨水(1+1)10mL, 流水冷却至室温, 加BCO溶液10mL, 摇匀, 3分钟后以水作参比, 上机测定。

附录七

化学工艺流程(VII)

生(铸、球)铁中Mn、Si、P的联合测定

一、主要试剂

- 1、硫硝混酸: $H_2SO_4+HNO_3+H_2O=50+8+942$
- 2、过硫酸铵(15%)
- 3、过氧化氢(3%)
- 4、钼酸铵溶液(5%)
- 5、草酸铵溶液(5%)
- 6、硫酸亚铁铵溶液:6%(每100ml 滴加1+1H₂SO₄6 滴)。
- 7、硝酸铋 — 钼酸铵混合液:称取硝酸铋4g 溶于100 ml 硝酸中, 加适量水溶解后, 加钼酸铵溶液(5%)120ml, 用水稀至1000ml。
- 8、抗坏血酸溶液(1%):称取10g 抗坏血酸, 0.3g EDTA溶于水中, 稀至1000 ml, 摇匀。
- 9、硝酸银溶液(4%):4g硝酸银溶于水中, 加硝酸40ml, 用水稀至1000ml, 摇匀。

二、分析操作

(一)母液的配制



称取试样100mg于100ml三角烧瓶中,加过硫酸铵溶液5ml,硫硝混酸25ml,低温加热溶解,待全部溶完,再加过硫酸铵溶液2ml,煮沸2分钟,使氧化至二氧化锰沉淀后,滴加过氧化氢(3%)3-

5滴,使二氧化锰沉淀还原至溶液清亮,煮沸一分钟,以分解过剩的过氧化氢。流水冷至室温。倒入100ml容量瓶中,稀至刻度,摇匀,干滤或直接过滤到100ml容量瓶中,加水至刻度摇匀,以此为母液。

(二)各组分的测定

1、硅的测定—硫酸亚铁钼蓝光度法

吸取母液2.00ml于100ml

锥形瓶中,加钼酸铵(5%)2ml,于沸水浴中水浴30S,取下,加入草酸(5%)5ml,加水50ml,立即加入硫酸亚铁铵(6%)溶液2ml,

摇匀后倒入0.5cm比色杯中,以水为参比,测量百分含量。

2、磷的测定—钼盐、抗坏血酸钼蓝光度法

吸取母液10.00ml

于100ml锥形瓶中,加硝酸钼—钼酸铵混合溶液15ml,抗坏血酸(1%)10ml,摇匀,放置数分钟后,倒入2 cm比色杯中,以水为参比,测量百分含量。

3、锰的测定—过硫酸铵银盐光度法

吸取母液20. ml于100ml锥形瓶中,加过硫酸铵(15%)10ml,硝酸银溶液15ml,摇匀,放置几分钟后,摇匀,倒入2cm比色杯中,水为参比,测量百分含量。

附录八

化学工艺流程(VIII)

钢铁中稀土总量、镁的测定

一、试剂:

1、硫硝混合酸:硫酸+硝酸+水=50+8+942

2、偶氮氯膦Ⅲ溶液:0.05%

3、过氧化氢:30%

4、草酸:5%

5、六偏磷酸钠:15%

6、三乙醇胺(1+2)

7、硼砂缓冲溶液(PH=10),称取硼砂25克,氢氧化钾5克,加水溶解后稀至1 升。

8、邻菲罗林:0.2% 称0.5克溶于50毫升无水乙醇中,稀至250毫升。

9、EGTA—Pb液:

a:EGTA溶液(0.01N):称乙二醇二乙醚二胺四乙酸(EGTA)3.8克溶于水中,加氢氧化钠约1—2粒,加热溶解后,以水稀至1升。

b:硝酸铅溶液(0.01N):称硝酸铅3.3123克,溶于水中,稀至1升。吸取a液100mL加入10 0mLb液中,硼砂溶液调节到PH=6左右。

10、EDTA溶液(乙二胺四乙酸二钠):5%

11、偶氮氯膦 I 溶液:0.025%



12、乙二胺:(1+50)

二、母液制备:

称取试样(标样)200毫克于100毫升锥形瓶中,加15毫升硫硝酸混合液,2mL过氧化氢,低温加热溶解后,取下缓缓加入1毫升过氧化氢,继续加热煮沸1分钟,冷却,以水稀至100毫升容量瓶中,摇匀,用快速定性滤纸过滤。此为母液。

三、稀土总量的测定:

1、显色溶液:吸取滤液15毫升于50毫升锥形瓶中,加入7毫升草酸5%,3毫升偶氮氯膦Ⅲ摇匀。

2、参比溶液与显色溶液一样操作后,再加入1—2滴六偏磷酸钠(滴两滴即可)溶液,褪色后作参比液(空白液)测定含量。

四、镁的测定:

用移液管吸取母液2.5毫升开25毫升容量瓶中,加入5毫升三乙醇胺,摇匀,加3毫升硼砂溶液,乙二胺(1+50)1毫升(掩蔽铁合金元素),稍待1—2分钟,加入2毫升邻菲罗林)溶液,加入1毫升EGTA—Pb混合溶液,摇匀,加入偶氮氯膦 I 溶液2毫升,以水稀至刻度,摇匀。

空白溶液与显色液同样操作后,滴加3—4滴EDTA溶液,褪色后作为参比液,放置2分钟后测定含量。