



第一章 概述

JSB-

5B型电脑智能快速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、硅铁、锰铁、硅锰合金、磷铁、铬铁、铁矿石、炉渣、镀液及有色金属**中除碳硫以外的部分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℃-40℃
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-5B型电脑智能快速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

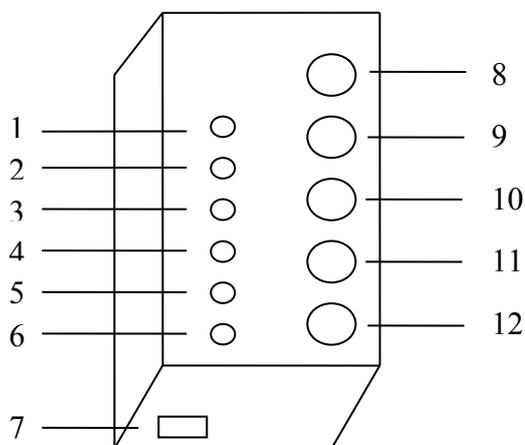


图1 比色箱前视图

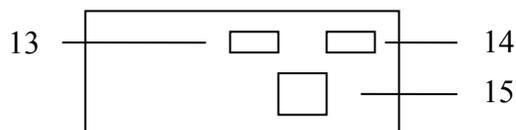


图2 比色箱后视图

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) 首先进入标样定标界面。
- (2) 在标样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杯中,待"A"中数字稳定后按相对应的"输入确定"按钮,如曲线用几个标准样品点,倒入几次标准样品显色液,按几次"输入确定"。(可以不按照含量高低输入)
- (5)在"C"中输入已知标准样品的百分含量值,按"输入确定",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"输入确定"(输入一个百分含量值,就按一次"输入确定"可以不按照含量高低输入)。
- (6)按"建立曲线",将输入的A值和C值建立成曲线。
- (7)按"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"显示打印界面,可选择所需打印的通道,按"确定"。
- (6)如需保存数据,则按"输入"显示所需保存的各通道界面,按"确定"可将选定的数据输入到数据框中,输入分析员等条件保存。

4、菜单中各部分功能介绍

- (1)串口选择:可选择电脑和比色箱的数据接口。
- (2)关于:点击显示单位信息,再点击关闭单位信息
- (3)退出:退出操作界面。
- (4)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. 输入:按"输入"显示所需保存的通道界面,按"确定"可将选定的数据输入到数据框中,输入分析员等条件保存。
- C. 打印:按"打印"显示打印界面,可选择所需打印的通道,按"确定"。
- D. 满度校准:点击后,将当前的满度值(T)校正为"100.0±0.2"。
- E. 零的:按下后自动显示和调整零点。
- F. 标样定标:按下后进入标样定标界面。
- G. 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。
- H. 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。
- I. 清屏:将界面中数据从屏幕上清除,但不删除。
- J. 删除:在查询显示的数据中,将选定的数据,永久地删除。
- K. 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。

(5)标样定标界面:

- 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. 输入确定:按下后,相对应的"A"值或"C"输入进来。
- D. 满度校准:点击后,自动将当前满度值(T)校正为"100.0±0.2"。
- E. 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。
- F. 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。



G. 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。

H. 试样测量:按下后进入试样测量界面。

I. 数据修改:点击所需修改的数据后再按“数据修改”进入界面可修改数据。

J. 数据删除:点击所需删除的数据后再按“数据删除”可删除数据。

(6)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，溶于预热的定锰混合液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。再加氟化钠—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-碘一丁二脲比色法

一、主要试剂

- 1、王水: $\text{HCl} + \text{HNO}_3 = 2+1$
- 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、氨性丁二脲溶液: 0.1%，称1克丁二脲溶于(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，氨性丁二脲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—铋盐、抗坏血酸钼蓝光度法

吸取母液10.00ml

于100ml锥形瓶中, 加硝酸铋—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、偶氮氨磷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10mLb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、偶氮氨磷 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毫升偶氮氨磷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, 加入偶氮氨磷 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。