



电弧燃烧炉

一、概述

电弧燃烧炉又名碳硫燃烧炉, 简称电弧炉, 它是利用高压、高频振荡电路, 形成瞬间大电流点燃样品, 使样品在富氧条件下迅速燃烧后产生的混合气体, 经过化学分析程序, 定量而快捷地分析出样品中碳、硫含量的设备, 它是我国理化工作者多年辛勤劳动的结晶。

电弧燃烧炉是本公司独创的先进电弧炉, 它是在传统的电弧炉基础上, 吸收了当今先进的科技理论, 彻底改变了已相对落后的传统设计, 电源不需左零、右相, 完全解除了操作者的后顾之忧, 成为理化工作者真正满意的工作伙伴。

本炉最适合用于钢铁样品的燃烧, 也可在加入一定的添加剂的情况下燃烧其它样品(如赤铁矿、硅铁、锰铁、炉渣、焦炭、矿石、煤、玻璃、橡胶等), 本电弧炉与本公司生产的碳硫联测分析仪配套使用, 采用电导法、非水滴定法、气容法、碘量法、酸碱滴定法等各种分析方法, 来定量分析样品的碳硫含量。

二、电弧燃烧炉技术参数

- 1、电源电压: 交流 $220V \pm 22V$
- 2、电源频率: 50Hz
- 3、使用电流: 4-15A
- 4、引弧间距(电极与试样引弧时距离)4-8mm(见注)
- 5、可测含碳量范围: 依所测定方法而定
- 6、可测定含硫范围: 依所测定方法而定
- 7、输入氧气压力: 0.02-0.04MPa(指储气桶或氧气减压阀指示压力)
- 8、输出后控流量: 80-120L/h
- 9、测定节拍时间:(从装试样至一次碳硫测定结果报出)60秒以内

注: 当电源电压大于等于交流220伏时, 引弧间距保证达到8毫米; 当电源电压下降到交流187伏时, 引弧间距保证不小于4毫米。



三、电弧燃烧炉操作方法

电弧燃烧炉的结构、面板布置及电气原理见图1、图2、图3。

将电弧炉电源线、进气、出气导管分别与规定的电源、低压氧气及测试设备连接好后，确认氧气源安全可靠、坩埚座和电弧炉壳体不带电的情况下，即可按下列步骤操作。

- 1、将已称好的试样及添加剂倒入铜坩埚内、用坩埚夹夹住坩埚上部移置于坩埚座内。
。
- 2、将"手把"向下扳转，使坩埚座托坩埚上升，坩埚法兰沿面与炉体下部密封圈吻合密封。
- 3、将"电源"开关上扳，接通电源。(也可先接通电源预热，连续使用时，中间可以不关断电源开关)。
- 4、先后将"前氧""后控"两开关上扳，使氧气进入燃烧系统。
- 5、检查、调整流量计到需要流量(一般为100升/小时)。
- 6、按"引弧"按钮，使坩埚内试样引弧燃烧。(时间控制在0.25~0.55之间)
- 7、一个试样测试完毕后，先将"前氧"关闭，待流量计浮子下降至零点再关闭"后控"开关。
- 8、测试完毕后，将各开关下扳复位。

四、操作须知

- 1、本电弧炉要使用高纯的氧气助燃，使用氧气必须按照使用氧气的安全操作规程作业，供氧系统按照本操作须知第7条执行。
- 2、连接好电源线后，若壳体有极微弱的带电，应接好安全地线后再用试电笔检测。要在确认本电弧炉坩埚座和壳体不带电后，才能对本电弧炉进行操作。
- 3、电弧燃烧炉工作以后，它们坩埚和坩埚座的温度较高，不要用手去触摸它们，以免烫伤。在按引弧按钮的瞬间，不得触及燃烧系统！



- 4、本炉使用时应(如图1)根据箱体面板上的电流表, 调节电极棒端部对坩埚内试样间隙(4-8毫米)。如按动"引弧"按钮, 发现电流表读数极小或无读数, 这说明极棒对试样间隙过大, 这时应将图2所示之电极(图2中序号4)向下拉些。发现电流表读数过大或超出极限范围, 同时无振动声, 说明极棒对试样间隙为零(即极棒与试样已短路)。这时应把极棒往上调整。
- 5、本炉在正常使用情况下, 每次需要点燃时, 只要将(图1)"引弧"按钮瞬间按动一下, 即可松手, 就能高速点燃试样。若数次按动, 不能点燃, 应检查极棒对试样的间隙。严禁长时间按"引弧"按钮, 以免烧坏电器元件。
- 6、测试时应用3-4个标样作曲线, 若用单一标样定标应与被测试样含量相近为宜, 否则会造成因计算问题, 出现偏差。
- 7、操作本炉时, 对气路系统运用, 必须采用"前大氧、后控气"的工艺, 调整氧气至0.04兆帕, 调节流量计流量为100升/小时。供氧系统由氧气瓶经专用氧气减压阀, 或用低压氧气接上低压蓄气桶(不用水压)再接通本炉进气接管。切忌使用不合本规定之供氧方法。
- 8、遇有测试不稳定时, 可用连通器压差法进行气道漏气检查。如发现气道有漏气时, 可用手把往下扳使坩埚上升与密封圈密闭, 将"电源"开关向上扳, 再将"前氧"开关向上扳。使各气路及燃烧部分充氧, 用肥皂水涂各密封连接处及橡皮连接处, 检查出漏气情况, 加以改正。
- 9、本炉设有预热装置(见图1中序号7)由开关控制。开关拨向上, 预热指示亮, 表示预热装置已接通。在正常连续工作时应燃烧2-3个样品, 使坩埚温度提高到100℃, 把预热开关关掉, 即可进行测试(不要拨下预



热器);连续操作,如坩埚座温度很高时,可用湿毛巾冷却坩埚座;间断使用时(炉前化验),接通预热装置,坩埚座即可预加温(60-100℃)。

- 10、如图1所示在炉体(见序号6)内腔及其他各处粉尘多时会妨碍测试稳定。可用小毛刷清除炉体内腔中的粉尘,清尘时,请不要损坏过滤网;可用皮老虎吹去除尘器内腔中除尘芯表面上的粉尘(见图1中序号8),一般作80-100个试样,应清尘一次。

五、常见主要故障及其排除(见表)

仪器发生意外应立即关闭电源

常见主要故障	原因	排除方法
引弧不良	1、“引弧”按钮接触不良	换按钮
	2、电极夹子松动	夹紧电极
	3、限流电阻不良	修换限流电阻
	4、上、下线路接触不良	接好引线
电磁阀噪声大	1、电源电压低于180伏	提高电源电压至规定范围
	2、电磁阀内有小尘粒	换阀再试
升降轴上升受阻	1、坩埚座插销脱落	装好销子
	2、曲柄轴销滑出	改正销子位置
引弧不着	1、0.47uf 1000V电容击穿	换新电容,并注意引弧时间不要太长
	2、高频线圈击穿	换新并注意引弧时间不要太长
机壳带电	电磁感应和微弱的漏电	接好安全接地线

六、专用添加剂及零配件

本公司为了用户使用方便,特提供如下专用添加剂及零配件以供用户选购:

- 1、特制纯锡粉、硅钼粉、锡箔、钨助熔剂
- 2、专用氧气减压阀
- 3、元素标准物质(各种标样)



4、本系列电弧燃烧炉所有配件、零部件(略)



JQ-8型电脑多元素联测分析仪

一、概述

JQ-8型电脑多元素联测分析仪是国内先进的一种综合材料分析仪,是采用计算机技术、传感技术、根据国家标准分析方法,研制成功的新一代钢铁分析仪器,可检测黑色金属中各种元素的含量,如普碳钢、低合金钢、中合金钢、高合金钢、生铸铁、球铁、合金铸铁、耐磨铸铁等多种材料。

碳硫元素的分析是根据国家标准气体容量法和碘量法而研制的,仪器采用智能控制、精密数据采集、电脑菜单命令操作,可同时保存八条标样曲线,测试数据可长时间保存,数据保存量大,可随时打印结果,与电子天平联机,实现了不定量称样,大地提高了测试结果的准确性、快捷性。

其它多种元素的分析是根据朗伯-比耳原理,采用电脑菜单命令操作,理论上可以测定一百五十种元素成分,标配为一个比色箱(具备连接二个比色箱的操作界面),每个比色箱有五个大通道,每个通道可存三十条曲线,共可存储一百五十条曲线(即一百五十通道),测试数据可以长时间保存,数据保存量大,可随时查询历史数据,完全满足日常检测需求。

二、主要技术性能

- 1、分析误差: 符合国家标准 GB223.69-1997 GB223.68-1997等
- 2、环境温度: 5°C-40°C
- 3、相对湿度: □ 20%-80%(冷凝除外)
- 4、电源电压: 220V±10% 50Hz±5%配备高精度1KVA以上电子交流式稳压器
- 5、Microsoft Windows 操作系统
- 6、P II 或更高处理器
- 7、至少100M硬盘空间
- 8、一个CD驱动器
- 9、Microsoft windows 支持的VAG或分辨率更高的显示器
- 10、至少64M RAM
- 11、品牌打印机
- 12、鼠标及其他定点品牌设备

I 碳硫分析:

- 1、分析范围: 碳: 0.020~6.000% (减少称量可扩大测量范围)
硫: 0.003~2.000%
- 2、分析时间: 45秒
- 3、称样质量: 不定量称样范围 ±10%
- 4、动力气体: 氧气 ;压力0.02-0.04Mpa



II 比色分析:

- 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)

三、结构和工作原理

本仪器由电弧燃烧炉、碳硫分析箱、控制箱、计算机、打印机、电子天平、比色箱七部分组成。

I、电弧燃烧炉

(一)基本原理

电弧燃烧炉又名碳硫燃烧炉, 简称电弧炉, 它是利用高压、高频振荡电路, 形成瞬间大电流点燃样品, 使样品在富氧条件下迅速燃烧后产生的混合气体, 经过化学分析程序, 定量而快捷地分析出样品中碳、硫含量的设备。

(二) 电弧燃烧炉的主要技术参数

- a、引弧间距(电极与试样引弧时距离)4-8mm(见注)
- b、输入氧气压力: 0.02-0.04MPa(指储气桶或氧气减压阀指示压力)
- c、输出后控流量: 80-120L/h

注: 当电源电压大于等于交流220伏时, 引弧间距保证达到8毫米; 当电源电压下降到交流187伏时, 引弧间距保证不小于4毫米。

(三) 电弧燃烧炉常见主要故障及其排除(见表)

常见主要故障	原因	排除方法
引弧不良	1、“引弧”按钮接触不良	换按钮
	2、电极夹子松动	夹紧电极
	3、限流电阻不良	修换限流电阻
	4、上、下线路接触不良	接好引线
电磁阀噪声大	1、电源电压低于180伏	提高电源电压至规定范围
	2、电磁阀内有小尘粒	换阀
升降轴上升受阻	1、坩埚座插销脱落	装好销子
	2、曲柄轴销滑出	改正销子位置
引弧不着	1、0.47uf 1000V电容击穿	换新电容, 并注意引弧时间不要太长
	2、高频线圈击穿	换新并注意引弧时间不要太长
机壳带电	电磁感应和微弱的漏电	接好安全接地线



仪器发生意外应立即关闭电源。

(四) 注意事项

为了更好地使用和维护仪器, 请使用专用添加剂及零配件, 以免造成不必要的损失。

II 碳硫分析:

1、

试样在基本处于室温的富氧条件下, 加入少量助熔剂, 由电极产生电弧点火, 极短时间内产生高温, 待样品燃烧, 将试样中的碳和硫转化成二氧化碳和二氧化硫逸出, 由计算机控制对其进行含量的分析测量。测碳采用气体容量法, 测硫采用碘量法。

2、气路、液路系统由图四所示。

DF表示电磁阀, 用于控制气路, 平时不通电, 衔铁堵住接管嘴2、3, 通电时, 衔铁上移, 堵住接管嘴3, 接管嘴1、2通。

图中BF表示玻璃电磁阀, 用于控制液路。平时不通电, 堵住液路, 通电时沟通液路。下面对照图四, 说明基本工作过程。

图示为初始状态, 低压氧气被DF1、DF6堵死, 不消耗氧气, 事先水准瓶、贮气瓶和滴定液瓶中都存放有一定的液体。

- (1)、按一下“对零”按钮时, DF4通电, 量气瓶通大气, 水准瓶与量气筒成连通管, 最后两边液面相平, 可用增减水准瓶内液体或调整碳的直读标尺的方法, 使量气筒内的最低水平面与直读标尺的零刻度线相平。再按一下“对零”按钮, DF4断电, 量气筒与大气隔断。“对零”工作调试结束。
- (2)、按一下“准备”按钮, DF1、DF4通电, 低压氧气将液体从水准瓶压入量气筒, 直到液体注满量气筒碰到DJ3、DJ5时, 自动使DF1、DF4断电, 液体充满量气筒。同时DF6、BF也通电。BF通电沟通液路, 放去硫吸收杯中的多余液体; DF6通电, 低压氧气进入滴定液瓶, 将滴定液压入滴定管、直到DJ4、DJ5都接确到滴定液时, 使DF6自动断电, 多余的滴定液因虹吸作用自动返回滴定液瓶, 保持滴定管内溶液准确对零。在DF6断电时, BF也断电。
- (3)、按一下“分析”按钮, 仪器自动进行空白调整, 并自动加满溶液。电弧燃烧炉自动引弧, 燃气进入硫吸收杯, 这时约6秒钟左右。DF3通电, 燃气进入量气筒(即开始取样), 量气筒液面开始下降, 吸取到一定的燃气后DF3断电(调节水准瓶上DJ2可实现), 同时DF4通电,



量气筒通大气, 使量气筒内的气体恢复到一定的温度、压力和体积的状态。延时约10秒钟, DF4断电, DF5、DF1通电。吸收灯亮, 量气筒内的气体被压入贮气瓶, 在这个过程中气体通过吸收管, 二氧化碳吸收。气体全压出量气筒, 即量气筒内的液体接触到DJ3、DJ5时, DF1断电。因液面压力差, 贮气瓶体重新被压回量气筒, 待气压达到平衡, DF5断电, 由于二氧化碳被吸收, 气体体积减少, 吸收前后的体积差在本仪器上的形成一个高度差, 根据减少的体积也就得到碳的含量。硫的测定是仪器根据确定的终点色由DF7控制自动滴定, 在分析结束后, 即可读数并可打印结果。

III 比色分析:

采用比色原理, 计算机采样运算。

比色箱各部件示意图见图5、图6所示

四、化学试剂配制

I 碳硫分析:

1、水准瓶溶液: 每1000ml蒸馏水中加入2~10ml浓硫酸, 10ml甲基红混合溶液, (见注)

摇匀(呈红色酸性溶液)。

2、贮气瓶溶液(固体吸收): 1000ml蒸馏水中0.2g氢氧化钾, 少数甲基红混合溶液, 摇匀(

呈绿色碱性溶液)。

3、贮气瓶溶液(液体吸收): 称氢氧化钾(固体)400克, 加水溶解稀至1升, 摇匀。

4、滴定液:

A

溶液: 用天平称取碘2g置于烧杯中, 加少量蒸馏水, 称碘化钾20g, 分批加入, 使碘全部溶解。

B 溶液: 称淀粉2g先用少量水调匀后, 倾入煮沸的蒸馏水100ml中, 继续煮沸2-

3分钟, 冷却。

将A、B两种溶液混合, 用蒸馏水稀释到5000ml中, 摇匀。



注：甲基红混合溶液的配制法：称取甲基红、溴钾酚绿各0.1g，分别溶入50ml的无水乙醇中，然后混合贮存。

上述三种溶液配制好后，分别加入水准瓶、贮气瓶及滴定液瓶中。加液量的多少如下：

- (1)水准瓶溶液：见三、Ⅱ、2、(1)。
- (2)贮气瓶溶液：将溶液加到贮气瓶玻璃指针处即可。
- (3)滴定液：适中。

Ⅱ 比色分析：

化学试剂、分析方法(略)。

五、仪器的安装

I 碳硫分析：

1、电路连接

- (1)各仪器的电源插头接单相(220VAC)交流电；
- (2)控制箱的插座通过连接线与分析箱、电脑主机、电弧炉等相连；
- (3)电子天平接计算机串口；
- (4)打印机接计算机USB口。

注意：地线端应接地良好，以防仪器的金属外壳带感应电压

2、气路连接

分析箱后面三只气路连接口分别对应：

- (1)氧气进气口接氧气瓶减压器出气口
- (2)氧气出气口接电弧炉进气口
- (3)混合气进口接电弧炉出气口

3、电极的调节



电极1(DJ1)直插到水准瓶底

电极2(DJ2)插到水准瓶中间, 其高度用于调整取气量, 当量气筒中水在量气筒膨大部分底部时, 电极2在水准瓶的位置是正好接触水面。

电极3(DJ3)、电极(5DJ5): 安装于量气筒上部, 不能相碰或和瓶壁相碰

电极4(DJ4)、电极5(DJ5): 安装于滴定管上方, 不能相碰或和瓶壁相碰

II 比色分析:

用电源线将主机电源与市电连接, 并将仪器可靠接地, 将比色箱上数据线和主机相连, 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)。

六、基本操作程序

I 碳硫分析:

1、打开计算机进入Windows系统, 进入分析操作程序就进入碳硫分析界面, 菜单各功能

如下:

□1□ 设置串口: 系统默认为串口1, 可设置为串口2、3或4。

□2□ 设置时间: 可调整取样和稳定时间。

(3) 定量: 在定量框中输入定量的数值, 点击“确认”

不定量: 当不定量框中显示天平称量数值时, 按“确认”

(4) 硫滴定液终点色: (0-9) 数字越大代表硫杯中颜色越白, 可更改调整。

(5)

打印: 系统默认“手工打印”, 需在分析结束后按“打印”, 如需在分析结束后自

动打印则点击“自动打印”。

(6) 标样值输入:



A建立曲线:建立曲线时输入标样的百分含量值,再点击“建立曲线”,按键显示为“保存曲线“,分析结束后按“保存曲线“,曲线保存,按键显示为“建立曲线”

。

B显示曲线:按下后显示储存的曲线,并可随意选用和删除曲线,同时按键显示为“关闭曲线”,再按下关闭曲线,同时按键显示“显示曲线”

(7)试样值:分析结束后,显示的是当前所做样品的百分含量,其余时间显示的是采样值。

(8)分析:在输入了质量后,按下按键程序自动分析。

(9)准备:按下按键量气筒、滴定管加满溶液,为分析做好准备。

(10)对零:按下键打开电磁阀,量气筒水溶液降止零位,再按关闭电磁阀。

(11)打印:按下将当前的试样值打印出来。

(12)复位:按下后关闭所有正在运行的程序。

(13)数据框:分析程序结束后,分析结果自动出现在数据框中。

保存:输入分析员、炉号等条件将分析结果保存起来。

查询:根据查询条件将保存的数据查询显示出来。

清屏:将数据框显示的数据清除但不删除。

删行:将选定的数据删除。

打印:将选定的数据打印出来。

(14)操作说明:显示各部件的使用方法。

2、建立标样曲线

(1)称样: A 在定量框中输入定量的数值,点击“确认”



B 与电子天平相连不定量称样时, 在“不定量”框显示了天平数据
后按“确认”。

- (2) 输入浓度值: 在“标样值输入”下输入标准样品中碳、硫的百分含量按“建立曲线”。
- (3) 打开氧气减压器阀, 调节氧气出气量为0.02~0.04Mpa。
- (4) 依次向坩埚中加入硅钼粉, 锡粒及称好的样品, 如生铁、还需加入纯铁助燃剂。
- (5) 打开电弧炉或控制箱的“前氧”“后控”, 并调节流量计流量为80~100L/h左右。
- (6) 按一下“对零”使量气筒中水位降至最低, 并且稳定下来。再按一下“对零”, 并调节控制箱上“C调零”, 使试样值中“C”显示为“0.00”。
- (7) 按一下“准备”使量气筒及滴定管注满溶液, 如一次不能注满, 可重复多次, 并调节控制箱上“S调零”, 使试样值中“S”显示为“0.000”。
- (8) 按“分析”, 样品自动分析, 待“分析”结束后, 关闭电弧炉或控制箱上“前氧”、“后控”。
- (9) 如需用多个标样建曲线, 则重复(1~8)多次
- (10) 按“保存曲线”后将曲线保存。

3、测试样品

(1) 首先确定使用曲线

系统默认为最新曲线, 如需调用别的曲线, 在“显示曲线”中调用。

(2) 输入称样量

A 在定量框中输入定量的数值, 点击“确认”。

B与电子天平相连不定量称样时, 在“不定量”框显示了天平数据后按“确认”。

- (3) 打开氧气减压器阀, 调节氧气出气量为0.02~0.04Mpa。
- (4) 依次向坩埚中加入硅钼粉, 锡粒及称好的样品, 如生铁、还需加入纯铁助燃剂。
- (5) 打开电弧炉或控制箱的“前氧”、“后控, 并调节流量计流量为80~100L/h左右。



(6)按一下“对零”使量气筒中水位降至最低,并且稳定。再按一下“对零”

并调节控制箱上“C 调零”,使试样值中“C”显示为“0.00”。

(7)按一下“准备”使量气筒及滴定管注满溶液,如一次不能注满,可重复多次,并调节控制

箱上“S 调零”,使试样值中“S”显示为“0.000”。

(8)按“分析”样品自动分析,待“分析”结束后,关闭电弧炉或控制箱上“前氧”、“后控”开关

。

(9)分析结束后,显示的是测试样品百分含量,如需打印,则按“打印”,如需自动打印,则

在分析结束前点击“自动打印”。

II 比色分析:

1、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"(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"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,所做曲线无效。**



2、试样测量。

(1)首先进入试样测量界面, 选择工作通道。

(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入参比液(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

。

3、菜单中各部分功能介绍

(1)碳硫联测分析: 点击进入碳硫联测分析界面。

(2)通道选择: 共有5个通道, 可根据需要选择不同通道来测量。

(3)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"测试结果"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"。

(4)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。



(5)关于:点击显示单位信息,再点击关闭单位信息

(6)退出:退出操作界面。

(7)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,测试结果界面(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。

(8)标样曲线查询:可以根据通道、曲线查询出标样中输入的百分含量和吸光度。

(9)操作说明:显示各部件的使用方法。

七、维护保养和注意事项

请在开机预热十分钟后再测量,以使测量数据更稳定。开机时,应先打开电脑,再打开外围设备;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。

I 碳硫分析:

- 1、仪器发生意外,应立即关闭电源开关,仪器在长时间不工作时,应关闭电源,以防电源突变引起仪器的控制部分非正常工作。
- 2、开机时先开计算机,后开控制箱,关机时先关控制箱,后关计算机
- 3、电弧炉要使用高纯的氧气助燃,使用氧气必须按照使用氧气的安全操作规程作业,供氧系统按照本操作须知第9条执行。



- 4、电弧炉连接好电源线后,若壳体有极微弱的带电,应接好安全地线后再用电笔检测。要在确认坩埚座和壳体不带电后,才能对电弧炉进行操作。
- 5、电弧炉工作以后,坩埚和坩埚座的温度较高,不要用手触摸它们,以免烫伤。在按引弧按钮的瞬间,不得触及燃烧系统!
- 6、电弧炉使用时应(如图5)根据箱体面板上的电流表,调节电极棒端部对坩埚内试样内隙(4-8毫米)。如按动“引弧”按钮,发现电流表读数极小或无读数,这说明极棒对试样间隙过大。这时应将图4所示之电极(图4中序号4)向下拉些。发现电流表读数过大或超出极限范围,同时无振动声,说明极棒对试样间隙为零(即极棒与试样已短路)。这时应把极棒往上调整。
- 7、电弧炉在正常使用情况下,每次需要点燃时,只要将(图5)“引弧”按钮瞬间按动一下,即可松手,就能高速点燃试样。若数次按动,不能点燃,应检查极棒对试样的间隙。严禁长时间按“引弧”按钮,以免烧坏电器元件。
- 8、测试应用3-
4个标样作曲线,若用单一标样定标应与被测试含量相近为宜,否则会造成因计算问题,出现偏差。
- 9、操作电弧炉时,对气路系统运用,必须采用“前大氧、后控气”的工艺,调整氧气到0.04兆帕,调节流量计流量为100升/小时。供氧系统由氧气瓶专用氧气减压阀,或用低压氧气接上低压蓄气桶(不用水压)再接通电弧炉进气接管。切忌使用不合本规定之供氧方法。
- 10、遇有测试不稳定时,可用连通压差法进行电弧炉气道漏气检查。如发现气道有漏气时,可用手把往下扳使坩埚上升与密封圈密闭,将“电源”开关向上扳,再将“前氧”开关向上扳。使各气路及燃烧部分充氧,用肥皂水涂各密封连接处,检查出漏气情况,加以改正。
- 11、电弧炉设有预热装置(见图5中序号7)由开关控制。开关拔向上,预热指示亮,表示预热装置已接通。在正常连续工作时应燃烧2-3个样品,使坩埚温度提高到100℃,把预热开关关掉,即可进行测试(不要拔下预热器);连续操作,如坩埚座温度很高时,可用湿毛巾冷却坩埚座;间断使用时(炉前化验),接通预热装置,坩埚座即可预加温(60-100℃)。
- 12、电弧炉如图4所示在炉体(见序号6)内腔及其他各处粉尘多时会妨碍测试稳定。可用小毛刷清除炉体内腔中的粉尘,清尘时,请不要损坏过滤网;可用皮老虎吹去除尘器芯表面上的粉尘(中序号8),一般作80-100个试样,应清尘一次。



II 比色分析:

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。

八、常见故障的排除方法

I 碳硫分析:

1、测碳时, 所测出数据实际值含量低。

产生原因(1): 管道漏气: 电弧炉坩埚座硅胶圈处密封不严以及碳硫仪后白皮管老化漏气。

排除方法: 更换漏气管道或坩埚座硅胶圈。

产生原因(2): 碱石灰时间过长已失效或氢氧化钾溶液失效。

排除方法: 将分析箱后面干燥管取下, 换新鲜干燥碱石灰即可或更新40%的氢氧化钾溶液。

产生原因(3): 试样燃烧不完全。

排除方法: 可适当再加入纯铁助熔剂助燃, 以达到燃烧充分、完全。

2、测碳时, 所测数据为“0”或接近“0”

产生原因(1): 原因电磁阀DF3(可见说明书中图3)生锈。

排除方法: 拆下清理装上或更换即可。

产生原因(2): 管道漏气。参阅以上方法解决。

3、分析过程中量气筒中溶液倒吸。

产生原因: 分析箱水准瓶中两根电极DJ1、DJ2已被腐蚀。

排除方法: 用铁砂纸清洁电极表面或更换新电极。

4、“准备”结束后, 量气筒液位连续下降。

产生原因: 量气筒止方气路包括连接管DF3、DF4、吸收管、DF5漏气, 但可能性较大者是吸收管橡皮塞处漏气。

排除方法: 接好相应的接头。

5、按过“分析”按钮后, 气泡通过硫吸收杯, 但程序不再向下进行。

产生原因: 一般情况下是DJ1、DJ2相接触。

排除方法: 转动DJ1或DJ2, 使它们脱离接触。或拨下水准瓶胶塞, 将电极适当弯曲后, 再安装好。

6、按“准备”按钮后, 水准瓶中溶液不能注入量气筒。

产生原因: 一般是DJ3、DJ5相碰或碰到量气筒内壁。

排除方法: 调整好DJ3、DJ5。

7、按“准备”按钮后, 滴定液瓶不向滴定管加滴定液。

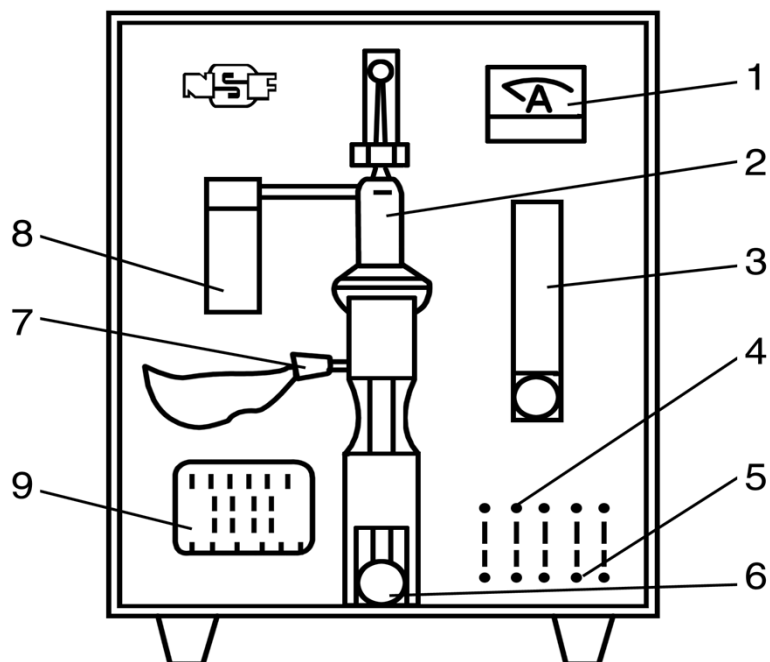
产生原因: 一般为DJ5和DJ4相碰或它们都碰到滴定管内壁。

排除方法: 调整DJ4和DJ5。

8、按“准备”按钮后，量气筒中液体加满后不停止。

产生原因：电极DJ3已被腐蚀。

排除方法：用铁砂纸清洁电极表面。

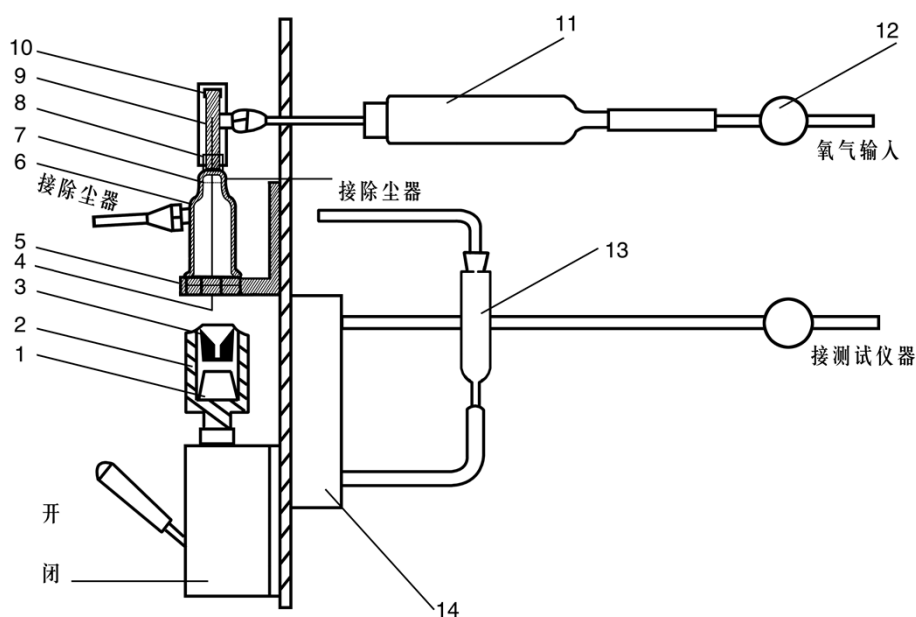


□□ 附图

图一 电弧燃烧炉面板布置图

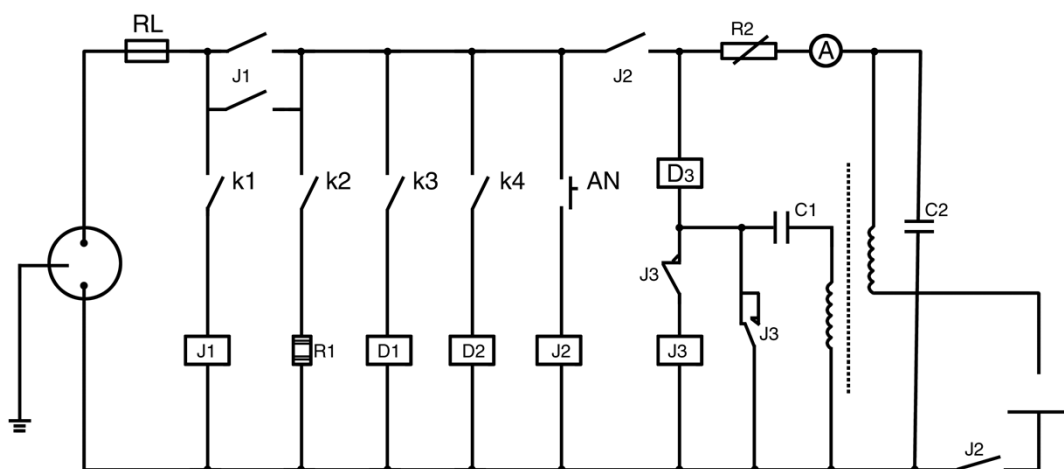
1、电流表 2、燃烧系统 3、流量计 4、指示灯 5、控制开关

6、手把 7、预热装置 8、除尘器 9、铭牌

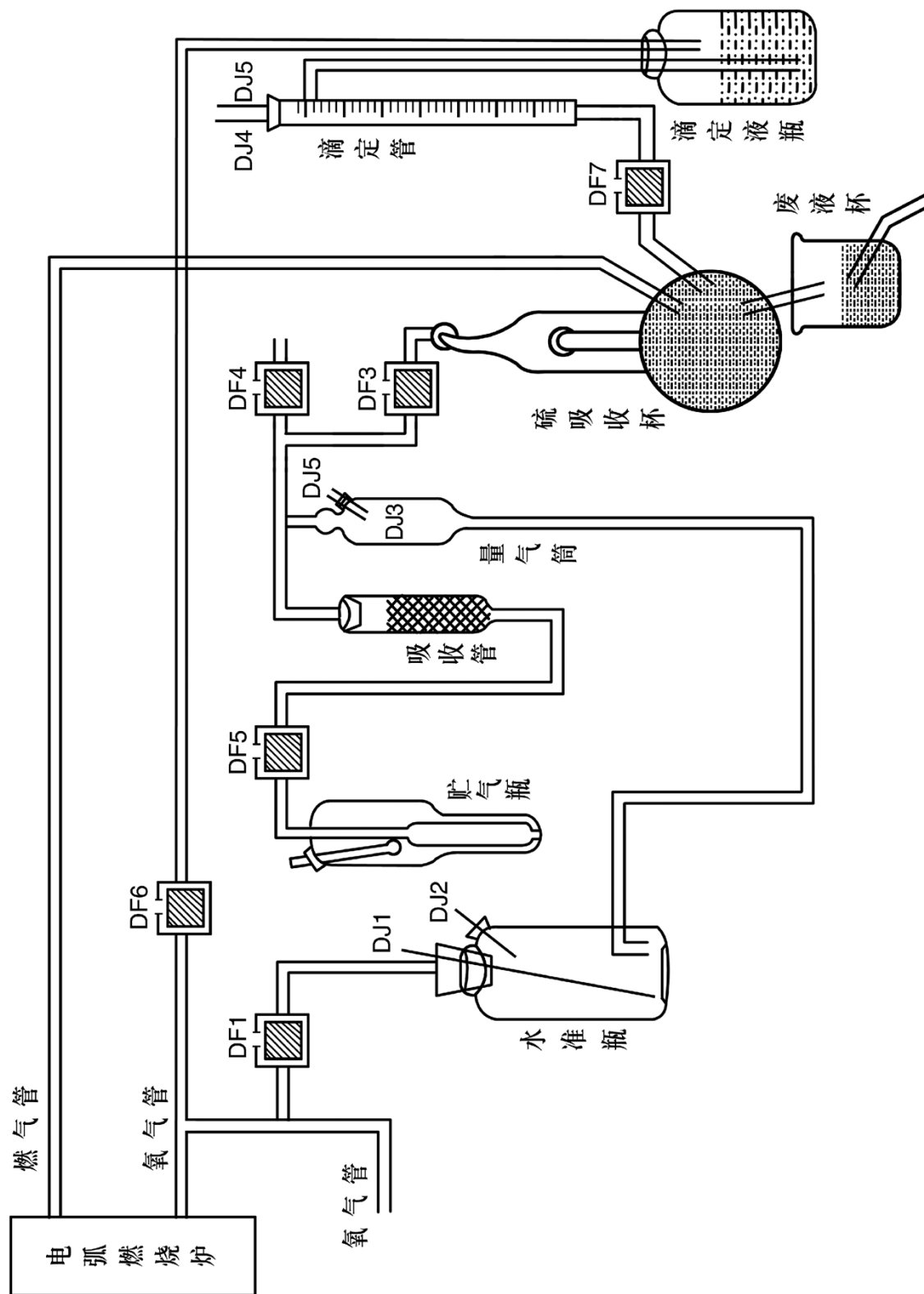


- 1、磁铁 2、坩埚座 3、电极 5、密封圈 6、炉体 7、过滤网
8、炉体接头 9、三通 10、安全罩 11、干燥管 12、电磁阀
13、单球管 14、流量计

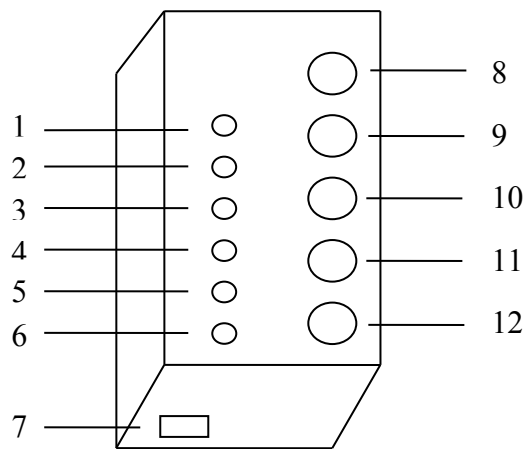
图二 电弧燃烧炉结构示意图



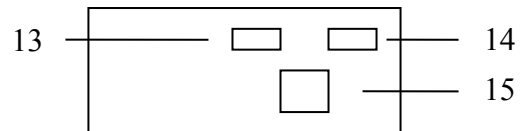
图三 电弧燃烧炉电气原理图



图四 JQ-8型碳硫分析部分气路液路示意图



图五 比色箱前视图



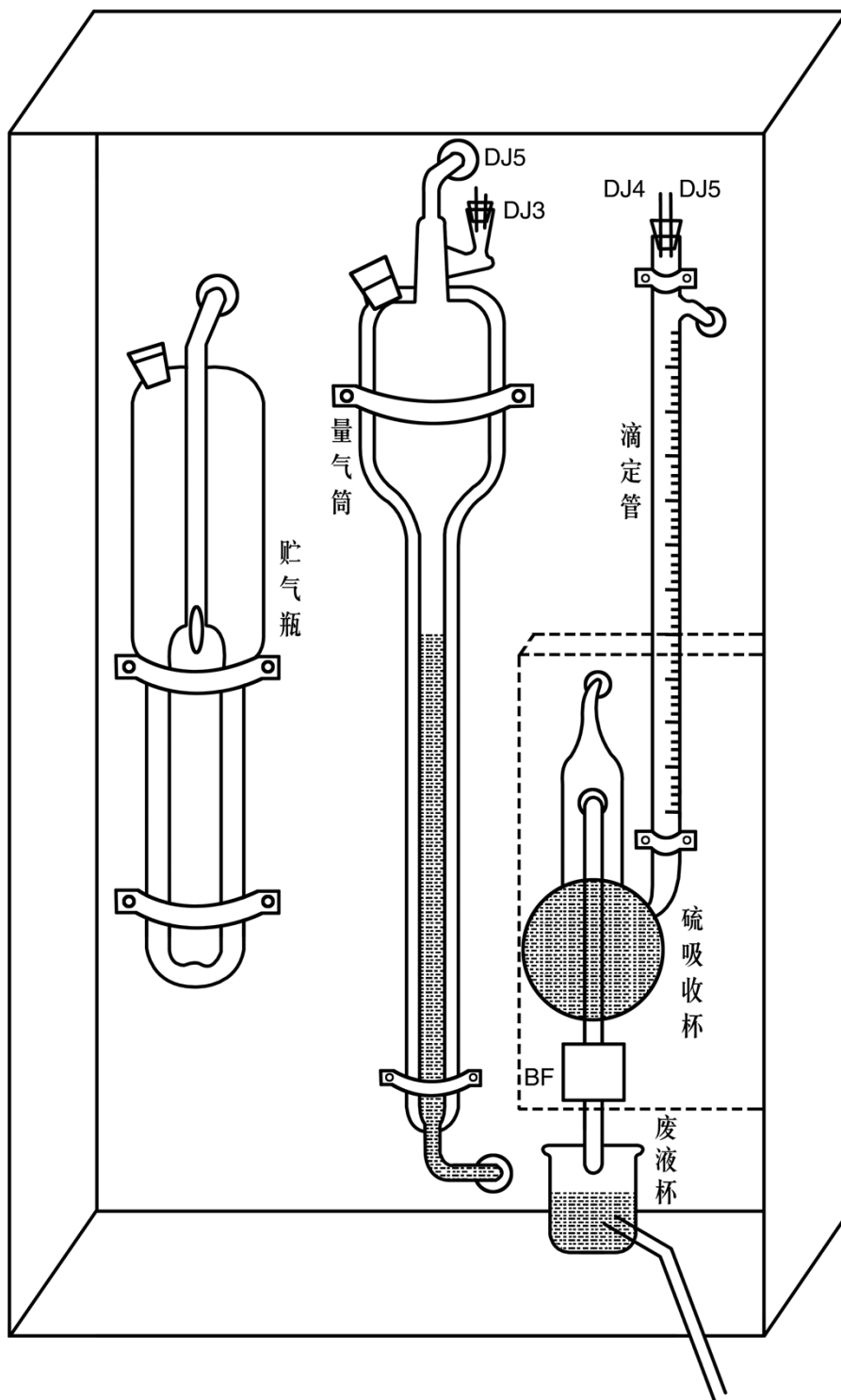
图六 比色箱后视图

- 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

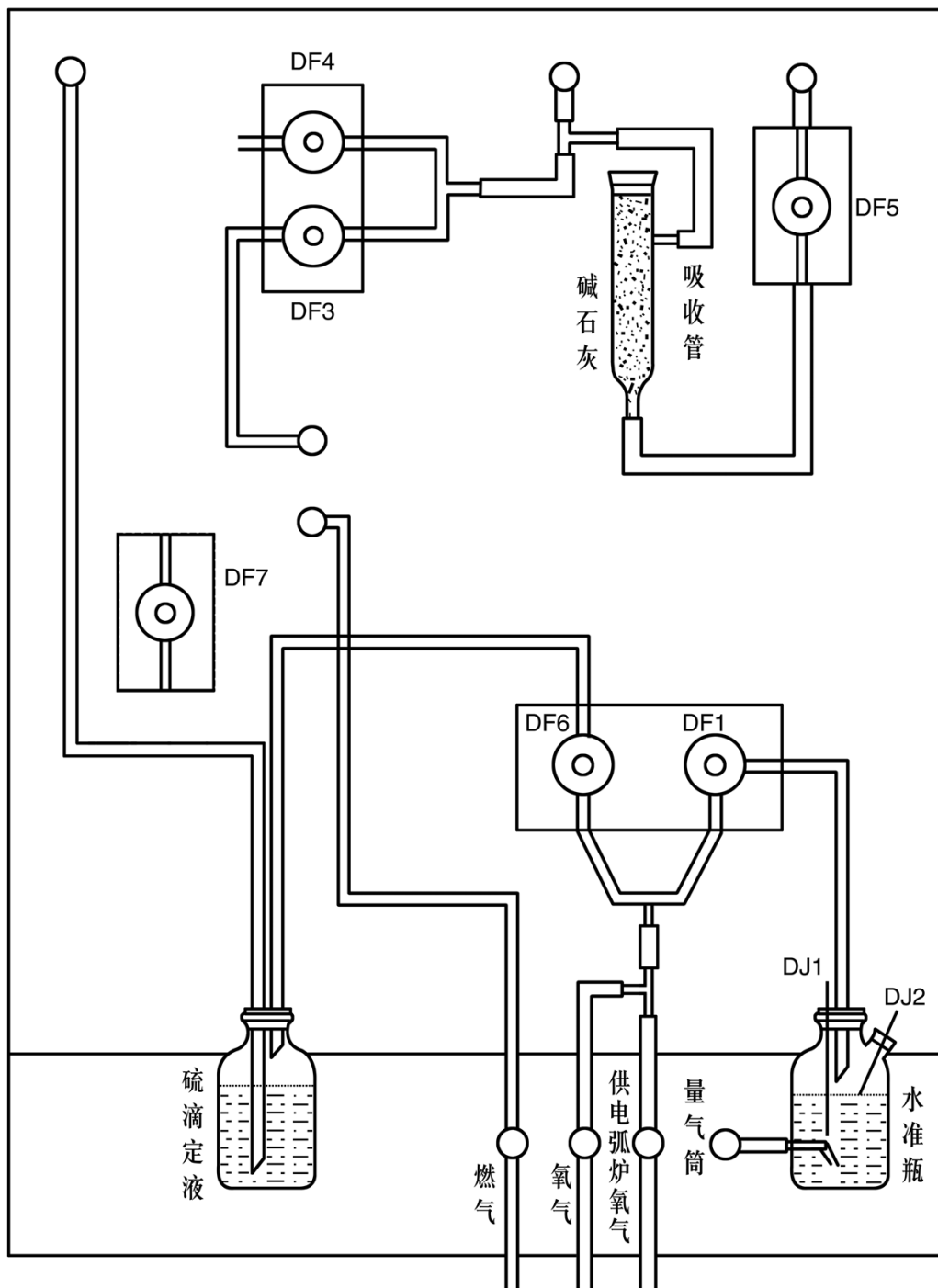


14 ——— 至电脑主机数据线插座

15 ——— 电源插座



图七 JQ-8型碳硫分析部分正面装配图



图八 JQ-8型碳硫分析部分背面装配图



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混匀亚铁盐, 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100mLb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。