

第一章 概述

SHJ-D 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),每个比色箱有五个大通道,每个通道又有 30 个小通道(可存三十条曲线),可存储一百五十条工作曲线,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 $\pm$ 10% (50Hz $\pm$ 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

SHJ-D 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

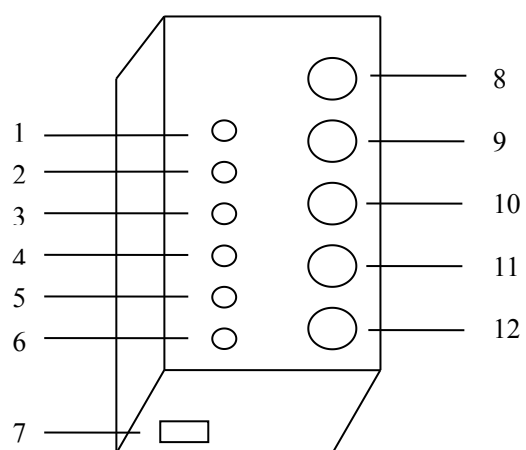


图 1 比色箱前视图

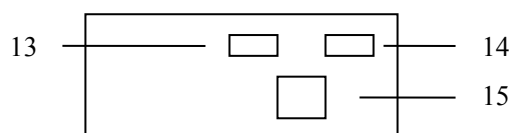


图 2 比色箱后视图

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（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。