

JXD-2 型碱性氮分析仪说明书

一、仪器简介及使用范围

JXD-2 型碱性氮分析仪(下称 JXD-2)由主机及 PC 机三部分组成, 在应用软件的支持下, 实现石油产品中碱性氮含量的测定。JXD-2 结构简洁、外形美观、自动化程度高、分析结果精确, 是各石化实验室、分析室及科研部门必备的一种理想的智能仪器。

(一) 仪器的主要特点:

- 1、Windows 操作系统, 操作采用人机对话方式, 简便、易懂。
- 2、滴定装置主机性能稳定可靠, 测定精度高。
- 3、自动清洗、自动补液、定值加液、光机电一体化。
- 4、多参数设定与修正, 使得不同种类的样品分析变得简便、快捷、分析时间更短, 结果更精确。
- 5、终点自动判断, 无需指示剂, 适合于石化产品中多种浅色、深色油的碱性氮的分析, 滴定结果及数据可存贮、或打印, 并能提供完整的滴定图谱输出, 供分析研究用。
- 6、双高阻输入, 三电极系统, 电极电位更加稳定、可靠。

(二) 仪器正常使用条件:

- 1、环境温度: 5℃~35℃
- 2、相对湿度: 不大于 80%
- 3、工作电源: 交流(220±11)V, 频率 50±1Hz
- 4、环境无强烈腐蚀性气体存在。
- 5、除地球磁场外, 无显著的电磁场场干扰。

二、工作原理

计算机控制主机发送滴定剂体积和采集电极电位, 自动判别终点, 根据终点时的标准滴定溶液的体积和浓度, 从而求出被滴样品液中离子的含量。JXD-2 即在此方法基础之上, 对滴定曲线进行平滑处理, 对滴定终点进行修正, 有效地保证了结果的准确性。试样中碱性氮含量 N_B ($\mu\text{g/g}$) 是按式 (1) 或式 (2) 计算出来的:

$$N_B = \frac{(V_2 - V_0)C \times 0.0014 \times 10^6}{\rho \times V_4} \dots\dots\dots (1)$$

或

$$N_B = \frac{(V_2 - V_0) C \times 0.0014 \times 10^6}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_2 ——滴定试样消耗的高氯酸标准溶液的体积, ml;
 V_0 ——空白试验消耗的高氯酸标准滴定溶液的体积, ml;
 C ——高氯酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;
0.0014——方法常数;

- m——试样的质量, g;
ρ——取样温度的试样的密度, g/ml;
V4——试样的体积, ml.

三、主要技术指标

- 1、电位测量范围: (0 ~ ±1999.5) mV;
- 2、电子单元基本误差: 满读数的 0.1%±0.5mV;
- 3、输入阻抗: $R_i \geq 1 \times 10^{12} \Omega$;
- 4、滴定管体积: 10ml (可累加);
- 5、滴定管精度: ±0.01mL;
- 6、滴定管滴液时间: (60±10)秒 (F·S);
- 7、准确度: 与 SH/T 0162 结果相对误差 ≤5%;
- 8、精密度: 与 SH/T 0162 相符;
- 9、仪器外形尺寸: L×B×H, mm: 230×125×220;
- 10、仪器重量(主机): 4Kg;
- 11、仪器功能: 自动终判别; 可删除假终点; 边滴定边绘曲线、滴定曲线图谱与测定结果能存盘或打印; 参数设定与修正; 定值加液。

四、仪器的组成

JXD-2 由传感器、双高阻放大器、A/D 转换器、I/O 接口、控制电路、滴定装置、PC 机、打印机和应用软件等组成。仪器外形如图 1 所示。

五、安装

(一) 硬件的安装

- 1、将 PC 机的 Com1 (或 Com2) 口 (串行通讯口) 与 JXD-2 主机的通讯口插座用仪器提供的专用连接线 (9 芯) 连接起来。
- 2、打印机与 PC 机用打印专用电缆 (25 芯) 连接起来。将电极架固定电极架上, 用专用线将磁力搅拌器与主机联接好。
- 3、将玻璃电接到指示电极插口上, 参比电极接到参比电极接线柱上 (如果用 pH 复合电极, 只要将复合电极插入指示电极插座中就可以了)。溶液地电极接到辅助电极上。
- 4、关于 PC 机的主机、显示器、键盘和鼠标的连接请参阅 PC 机有关资料。

(注: 上述连接操作均必须在切断电源的情况下进行, 否则由此所造成的一切事故责任由用户自负)

(二) 软件安装

- 1、提供 JXD-2 应用软件光盘一片。将光盘放入光驱中, 运行“JXD-2 应用软件”文件夹中的“setup.exe”, 按屏幕提示将应用软件程序装入计算机中;
- 2、若要启动 JXD-2 应用程序, 则单击桌面上“JXD-2 碱性氮分析仪”即可, 所有操作完全



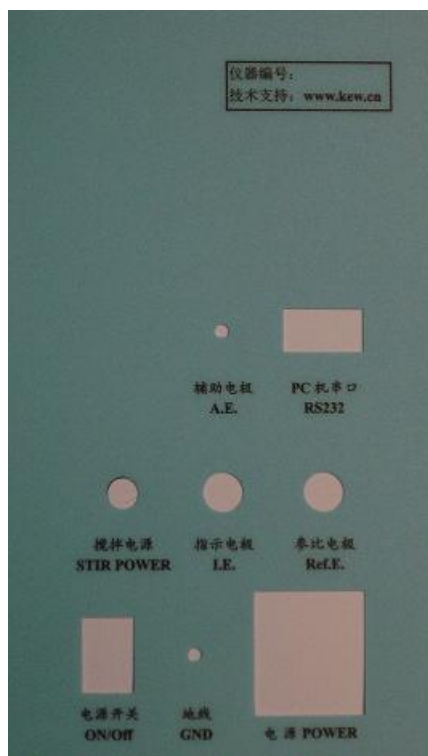
图一 JXD-1 型碱性氮分析仪外形

视窗化。

六、仪器后面板上各功能件的名称与作用






JXD-2 后面板示意图如图二所示：

- 1、指示电极 (I.E.) 插座，此端与玻璃 PH 电极接头相连；
 - 2、参比电极 (R.E.) 插座，此端与 217 型双液接甘汞电极接头相连；
 - 3、辅助电极 (A.E.) 接线柱，此端与 902 铂电极相连；
 - 4、串行通讯口，此端与计算机串行口相连；
 - 5、电源插座，此端用专用电源线与交流 220V/50Hz 市电相连；
 - 6、接地柱，此端应与大地可靠相连，确保安全；
 - 7、电源开关，完成主机电源的接通与切断；
- (注：以上连接均应牢实可靠，确保信号稳定及人身安全)



图二 JXD-2 后面板示意图

七、工具栏中几个符号的含义

-  运行 (Run)
-  停止 (Stop)
-  联机 (On Line)
-  继续滴定 (Continuous Titration)
-  显示滴定及导数曲线 (Display Titration Curve And Differential Curve)
-  显示滴定曲线 (Display Titration Curve)
-  剔除假终点
-  添加终点 (Add End Point)
-  网格 (Grid)
-  字体 (Font)

注：以上所有界面视图及操作仅供参考，实际使用中如有变动，恕不另行通知，并以实际界面为准。

八、分析方法及分析步骤

(一) 化学试剂及纯度要求:

- | | |
|-------------|-------------------|
| 1、冰乙酸: 分析纯; | 6、氯化锂: 分析纯; |
| 2、丙酸: 分析纯; | 7、高氯酸锂: 分析纯; |
| 3、高氯酸: 分析纯; | 8、结晶紫: 分析纯; |
| 4、乙酸酐: 分析纯; | 9、无水乙醇: 分析纯; |
| 5、二甲苯: 分析纯; | 10、邻苯二甲酸氢钾: 基准物质; |

(二) 配制方法:

- 1、0.02M 高氯酸标准滴定溶液的配制:

将 2mL 高氯酸与 250mL 冰乙酸—丙酸 (体积比 1: 1) 在 1L 容量瓶内混合, 加入 20mL 乙酸酐, 并用冰乙酸—丙酸 (1: 1) 释至刻度, 放置过夜, 备用。(标定: 按 SH/T 0162 进行)

- 2、二甲苯—冰乙酸混合溶液的配制:

按二甲苯—冰乙酸体积比 1: 1 混合好, 备用。

(三) 分析步骤:

- 1、准备:

(1) 将浸泡好的玻璃 PH 电极的插头接到主机后面板的指示电极插座上; 敏感端固定到电极架上。

(2) 将 217 型甘汞电极的插头接到主机后面板上的参比电极插座上; 敏感端固定到电极架上。

(3) 将 902 型铂电极的连接头连接到主机后面板上的辅助电极接线柱; 敏感端固定到电极架上。

(4) 将滴定头固定到电极架上; 并在滴定头下放一只装废液的烧杯。

(5) 将配制好的高氯酸—冰乙酸—丙酸标准滴定液注入专用试剂瓶 (棕色) 中, 并将吸液管插入专用试剂瓶 (棕色) 中。

(6) 先将主机与计算机之间用 RS-232 专用线连接好, 主机与搅拌器用专用三连接起来。打开电源, 启动应用软件, 单接工具栏中“仪器”再单击下拉菜单中“硬件”“滴定测试”, 如图 3 所示, 输入体积数 (20~30mL), 按“确定”使整个管路充满标准滴定液 (个别的小气泡赶不出来, 不影响测定结果)。

(特别提示滴定管精度的校正! 仪器在第一次使用前必须进行滴定管精度的校正。在环境温度变化较大或要求有较高的发送精度时, 操作者随时可以校正滴定管, 可按下列方法进行: 在主菜单中单击【滴定测试】, 在分菜单中设置一个蒸馏水发送值, 如 8ml, 然后发送到一个已知重量的称量瓶中, 在千分之一或万分之一的数字天平上进行称重, 并换算成该温度时的体积, 如读数为 8.12ml。然后将原菜单中的滴定管比例系数如 1190, 则可将该系数改为 1172.4137 (也即 $1190 \times 8 \div 8.12$) 就可以了。)

(7) 移去废液杯, 用滤纸吸干滴定头, 调整滴定头及电极高度, 使下端基本平齐。

(8) 取若干只干净烧杯 (150mL), 备用。

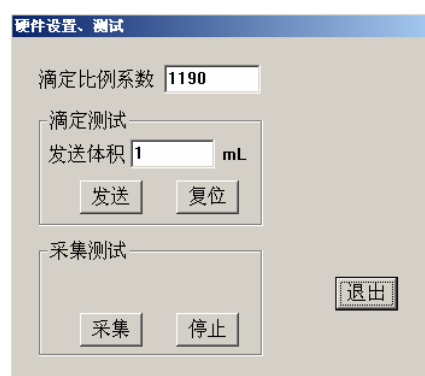


图 3

2、测试步骤:

(1)参照下表称取或用移液管量取适当的试样于 150ml 清洁、干燥好的烧杯中,加入 80ml 1:1 二甲苯—冰乙酸溶剂,放入搅拌子,在磁力搅拌器上进行搅拌使其溶解,再将电极及滴定头移至液面下。

试样中碱性氮含量与取样量关系表 (仅供参考)

碱性氮含量, $\mu\text{g/g}$	试样量, g
≤ 10	50
$> 10 \sim 50$	40 ~ 20
$> 50 \sim 100$	20 ~ 5
$> 100 \sim 500$	5 ~ 1
> 500	< 1

对含蜡油或重油可在加热 (80°C) 熔化后,加入 40ml 二甲苯溶解,再加入 40ml 冰乙酸。

(2) 菜单中输入各种参数:

(1) 键入操作者姓名 (英、中或拼音), 单击【确定】。如图 4 所示

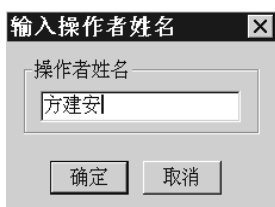


图 4



图 5

(2) 测量设置如图 5 所示。测量方式→单次或循环 (不选择); 采样方式→平衡或瞬时 (通常选取平衡); 平衡时间→输入平衡时间, 如 1 秒; 电位误差→输入允许测量值的跳动范围, 如 1mV。单击【确定】。

(3) 单击工具栏中“▶”开始测量→如图 6 所示→输入样品号 (如果是空白样品, 则选择空白样品), 输入样品重量, 滴定剂浓度, 从键盘输入初始体积数 (通常为 0.01 ~ 0.05ml), 从键盘输入间隔体积数 (通常为 0.01 ~ 0.05ml), 从键盘输入最大滴定型体积数 (通常为 10 ~ 50ml), 单击【滴定】。

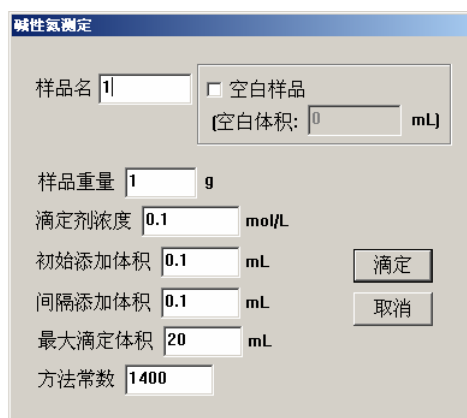


图 6

软件边滴定边绘制滴定曲线, 到达终点后自动停止滴定, 或单击“■”中止滴定。自动确定滴定终点, 自动显示测量结果和滴定曲线。

(4) 单击“文件”中“保存”按钮可对当前测定结果进行保存。单击“文件”中“保存数据”按钮可对当前滴定图谱进行保存。

(5) 为确定分析结果的可靠性,对同一样品可进行两次或两次以上滴定分析,取其平均值作为滴定结果。

(6) 分析完成后,首先确保滴定注射器在起始位置,如果不在起始位置,则点击“硬件”中“滴定管复位”钮使滴定管复位。然后关电源,并用二甲苯—冰乙酸(1:1)清洗电极及滴定头,再用去离子水清洗,再将指示电极浸泡在去离子水中,为下次实验备用。如长期不用可不浸泡,但在下次使用前仍需在去离子水中浸泡 24 小时以上。

九、正常维护及常见故障排除

(一) 维护:

- 1、电极按电极说明书维护;
- 2、仪器维护须符合“仪器的正常使用条件”
3. 如可清洗滴定管、旋转三通阀与管道?

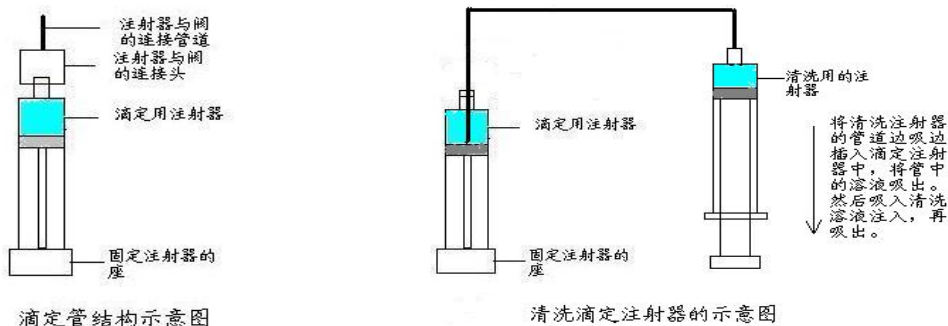
使用完毕后,如不再使用时(如果管道与注射器中的溶液为稀酸,不一定需要清洗),或更换滴定剂溶液时,必须清洗管道与注射器。千万不能用拆卸注射器的方法来清洗,必须用清洗注射器(附件)来清洗,具体方法为:

(1) 自动清洗法

将吸液管插入新的滴定剂或蒸馏水中,用滴定测试功能,发送 30mL 以上的滴定剂或蒸馏水,自动将管道、滴定注射器、及阀清洗干净。

(2) 人工清洗法

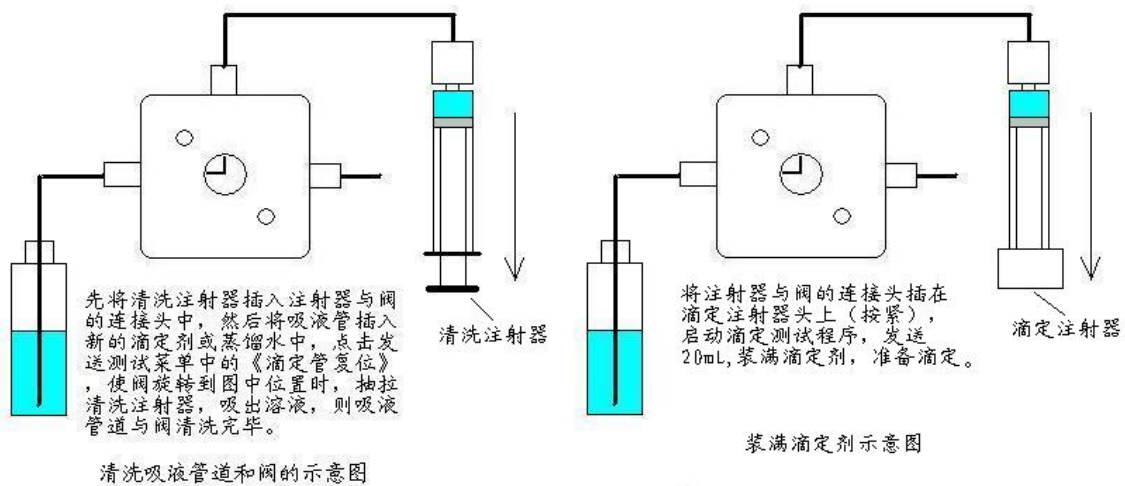
A、拔去三通阀与注射器的连接头,这时滴定管道中的溶液全部放了。如下图



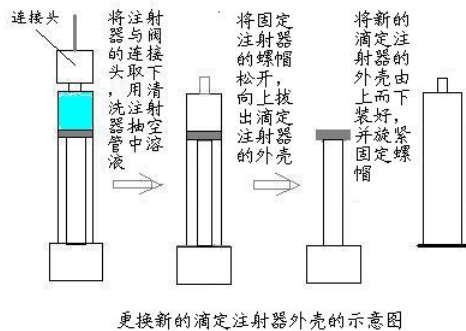
B、用带针头的清洗注射器抽去残液,再用清洗注射器吸取蒸馏水与滴定剂清洗。

C、先将吸液管从原滴定剂瓶中移出,管外壁用干净的吸水纸擦干,放入新的滴定剂溶液(或蒸馏水)中,将清洗注射器拔去针头,插在三通阀与注射器的连接头上,然后启动总菜单中【滴定测试】功能中的【滴定管复位】功能,使三通阀转到期吸液位置时,用手拉清洗注射器,将溶液吸入清洗注射器中,这时吸液管道和三通阀就清洗完毕。如下图所示。

D、然后将三通阀与注射器的连接头与滴定注射器接上(插紧)。启动总菜单中滴定测试功能中的【发送】功能(要发送 20mL),使滴定管与所有的管道充满溶液,就可以进行滴定了。



E、如果要换滴定注射器外壳，可按图的示意和说明更换。



(二) 常见故障排除

故障现象	故障部位	排除方法
JXD-2 指示灯不亮	检查电源插座中的保险丝	更换保险丝
应用软件无法启动	软件本身	重安装
	串行通讯连线	重连接
电位不稳	电子单元	更换电子元件
	电极部分	更换电极

十、运输和贮存

(一) 运输:

仪器由常规交通工具运输，在运输过程中防止受强烈冲击、雨淋及曝晒。

(二) 贮存:

仪器应贮存于环境温度为 5~40℃，相对湿度不大于 80%的库房中，库房中不得有腐蚀性气体和腐蚀性化学药品。长期不用请用防尘罩罩好，并置于通风、干燥处。

十一、注意事项

- 1、电源要求：交流 220V±11V 频率 50Hz±0.5Hz，仪器应可靠接地；
- 2、仪器后面的连线的连接应在断电状态下进行；
- 3、如发现管路及滴定头内有气泡，请用“发送”钮及时排除；
- 4、电极应妥善保护并经常判断其是否正常（观察电位是否稳定）；
- 5、其它请按屏幕提示操作，应尽量避免误操作。
- 6、仪器一旦出现故障（如阀和进样活塞不能正常运动、电极电位严重不稳、经各种处理仍无法联机等）应立即与我公司有关人员联系，保修期内凡私自拆卸进行维修所造成的损失本公司不予承担。
- 7、保修期为购买之日起一年。
- 8、本公司保留对该产品的改进，如有改动，恕不另行通知。

注：实验用化学试剂、常用试剂瓶及烧杯等器具均由用户自备。