

# 微机一体快速智能定硫仪 天鑫

产品名称	微机一体快速智能定硫仪 天鑫
公司名称	鹤壁市天鑫煤质化验设备厂
价格	68000.00/台
规格参数	加工定制:是 品牌:天鑫 型号:tx-9000
公司地址	鹤壁市长风路210号
联系电话	0392-2669885

## 产品详情

tx-9000型微机一体快速智能定硫仪

鹤壁市天鑫煤质化验设备厂

电话：0392-2669885 传真：0392-2661232

地址：河南省鹤壁市长风路210号

网址：www.hbtjx.com

## 目录

一、概述 .....	1
------------	---

二、产品型号规格及其涵义 .....	1
三、仪器特点 .....	1
四、主要技术指标.....	1
五、原理 .....	1
六、结构 .....	2
七、使用条件 .....	2
八、电解液及煤样的制备.....	3
九、安装方法 .....	3
十、仪器键盘输入方法 .....	4
十一、实验操作步骤及说明 .....	4
十二、仪器的维护 .....	5
十三、系统各部件可能发生的故障现象及其原因和处理办法 .....	6
十四、全硫测定的最大允许差 .....	7
附录.....	8
微机控制程序的安装和使用说明.....	8

## 一、概述

### 微型快速智能定硫仪/微机一体定硫仪

tx-9000微型快速智能定硫仪用于测定煤炭、钢铁及各种矿物中全硫的含量。适用于煤炭、电力、冶金和地质勘探等部门的实验室使用。

本仪器全部测试过程采用微机自动控制，并由微机对测试数据进行多种校正和处理，数字显示煤中含硫的百分毫克数。同时打印测定结果。该方法较艾士卡重量分析法和高温燃烧中和法相比具有测定迅速、准确的优势。

## 二、仪器特点

1、使用pvc薄膜面板键盘输入数据、进行功能控制，也可通过微机控制。

- 2、通过键盘输入设定炉温以及修正硫含量。
- 3、自动判定滴定终点，缩短了实验时间。
- 4、采用pid控制炉流，自动调整炉流大小（电流由小到大自动控制），相比传统控制器能延长硅碳管一倍使用寿命。
- 5、送样机构采用电子开关，可靠性高。
- 6、不会因为开、关机顺序产生“过电解现象”。
- 7、自动打开电解。
- 8、自动化程度高，体积小，是目前实验室理想的测硫仪器。

### 三、主要技术指标

- 1、硫的测量范围：0 ~ 30%。
- 2、试样燃烧分析时间：8min，其中在700 处停留45s，1050 处停留约4 ~ 7 min，自动判定滴定终点。
- 3、控温：保证0 ~ 1100 高温段的精度1.0级，外接wpr（即s值）型铂铑10-铂热电偶；加热体为硅碳管，高温区长度 90mm，温度为1050 ± 5 （根据需要可调节温度），选购硅碳管时以10欧姆为最佳值。
- 4、升温速度：25 ~ 30 /分钟， 30分钟可达1050 。
- 5、电解池：容积为400毫升，电解铂电极面积1cm × 1.5cm,指示铂电极面积0.5cm × 1cm。
- 6、仪器的稳定性：开机5 ~ 8分钟后即可进入稳定状态。
- 7、供电电源：220v ± 20%，50hz， 2000w

### 四、原理

#### 1、分析原理：

煤中各种形态的硫在不低于1050 高温和催化作用下，于净化的空气流中进行燃烧分解，生成的二氧化硫以电解碘化钾和溴化钾溶液所产生的碘和溴进行库仑滴定，电生碘和电生溴所消耗的电量由库仑积分仪积分，并由仪器计算出煤中含硫的毫克数和百分数：

硫（毫克）

$$s(\%) = \quad \times 100\%$$

试样重（毫克）

#### 2、程序控制原理：

该仪器全过程采用自动控制，机器接通电源后，通过键盘键入日期和试样重量（3位数），按一下启动键，电机正转，带动试样送样棒向前推进，于700 处时，送样机构自动将信号送入单片机，使电机停转，并延时45s，然后单片机发出信号，使电机正转带动试样棒继续向前推进。到1050 处时送样机构又自动将信号送入单片机，使电机停转；自动判断电解终点。然后发出信号，使电机反转，把送样棒拉回到原来位置，电机停转，测试全过程结束。打印出测试数据。

### 3、终点和电解电流控制器原理：

当电解液处于终点平衡状态时，指示电极间电位接近于零，电解电极的电解终止。当有SO<sub>2</sub>进入电解池后，破坏了电解液的电解平衡，指示电极间电位随之升高，电解开通，电解电极开始进行电解，以电生碘和电生溴氧化滴定SO<sub>2</sub>与水生成的亚硫酸和硫酸。电解电极电流的大小由指示电极的电位高低决定。当再次达到滴定终点时，指示电极间的电位重回到接近于零，电解电极上的电解电流立即为零，电解终止。

## 五、结构

该仪器由空气的预处理和输送、主机、燃烧炉、电解池和搅拌器等部分组成。

### 1、空气预处理和输送部分

该部分由电磁泵、空气流量计（0~1000毫升/分钟）、干燥器等，见图一。

（1）电磁泵：内部有两组相互独立的抽排系统，提供两组空气循环动力。

（2）干燥器：主要是除去空气中酸性气体和水分等杂质。一组起保护流量计作用，一组经过氢氧化钠给燃烧炉提供净化的载气。

（3）流量计：玻璃管浮子流量计，配有针形阀，用于调节流速，指示上限不小于1000毫升/分钟。

### 2、主机

该部分包括库仑积分器，程序控制器和温度控制器。

### 3、燃烧炉

本仪器燃烧炉采用管式高温炉，其加热元件为一端接线的双螺纹硅碳管，型号为 40/30×200。为保护硅碳管，在其外套一刚玉护管，然后再填充高铝和硅酸铝保温棉以达到良好的保温性能。燃烧管采用刚玉管，直接放入硅碳管内。

### 4、电解池和搅拌器

电解池用有机玻璃制成，容积约400毫升，在上盖固定有一对铂电解电极和一对铂指示电极。上盖与其壳体用橡胶密封圈密封。电解电极面积1cm×1.5cm，电解阴电极置于电解池的中心，电解阳电极置于电解池的边缘，指示电极面积为0.5cm×1cm。电解池内下侧装有一烧结玻璃板气体过滤器，将燃烧后放出的气体喷成细雾状，以便和电解液搅拌均匀使化学反应充分。在电解池内放有一磁棒，作为搅拌棒，搅拌马达转速为500转/分钟左右，搅拌速度较快，使分析结果趋于准确，以使生成的碘快速扩散。但不宜太快，否则易引起失步。

## 六、使用条件

- 1、环境温度：5 -40 ；
- 2、相对湿度： 85% ；
- 3、安装环境：室内不应有强烈的热、冷或腐蚀性气流，应尽量远离电磁场设备，不与其它大功率用电设备共用一相电源；
- 4、载气：干燥无酸性氧化物的净化空气，流量为1000ml/min ；
- 5、煤样：粒度小于0.2毫米，重约50毫克（±2毫克） ；
- 6、试剂：碘化钾、溴化钾、冰乙酸均为分析纯；三氧化钨（或三氧化二钨）、氢氧化钠为化学纯；变色硅胶为工业品。

## 七、电解液及煤样的制备

- 1、配置电解液：先称取6克碘化钾，6克溴化钾，待其溶解于250毫升蒸馏水中后，再加入10毫升冰乙酸，搅拌均匀即可。电解液可重复使用，用的时间长短根据重复使用次数和试样含硫量高低而定，但每次做实验前应进行1~2次测定，使电解液中碘-碘离子对的电极电位校正到仪器所需的数值，电解液的ph数值在1~3时，可以使用；但ph值小于1时，应废弃。
- 2、煤样的制备：在试样称量前，应尽可能的将试样瓶内的试样混合均匀，最好用手握住带盖的试样瓶上方，手腕自上而下的做圆周运动，或打开瓶盖用称样勺搅拌试样。试样充分混合是保证结果准确的关键，在瓷舟上称取 $50 \pm 2$ 毫克的煤样，精确到0.1毫克，上面薄薄的覆盖一层 $WO_3$ 或 $W_2O_3$ ，注意应直接在瓷舟上称量，不能用别的器具称量再倒入瓷舟中，以保证称量精度，这是保证结果准确的前提。

## 八、安装方法

- 1、仪器的控制器、燃烧炉、电解池及搅拌器和空气预处理单元等，按图二所示安装，组装时要使推棒对准电炉在一条直线上，以使送样顺利。燃烧管阀门及电解池间均需用（硅）橡胶管连接，并尽量做到玻璃口对玻璃口封接，以防氧化硫对（硅）橡胶管的腐蚀，异径管细端口和燃烧炉进气口处都必须用硅胶管连接（硅胶管耐高温）。

高温燃烧炉引线接在标明“电炉”的两个接线柱上，热电偶插入炉后面热电偶孔，插到底，然后退回约2 mm固定即可。高温炉热电偶接在标明“热电偶”的两个接线柱上，正端接红接线柱，负端接黑接线柱。将电解池引线插头插入机器后面的四芯插座上。

图 四

- 3、用自备的标准高温计复测700 的位置和高温区的温度（如1050 ）及其长度，若高温区的温度不足1050 ，应将预制温度往上略调，直到满足要求为止。实际中往往由于热电偶的插入点温度与煤样燃烧处

温度不同，一般视实际情况将设定温度在1050 ~ 1150 范围内调节。

4、打开控制器上盖，将送样棒用滑块上的螺钉旋紧固定，并进行运行，改变控制器与高温炉距离；使送样位置一、送样位置二分别准确地保证石英舟的中部处于700 及1050 处，然后将上盖盖好，将石英托盘放入燃烧管头部，使其圆孔与镍铬丝送样棒挂接。

警告：控制器与净化装置的电源线需要良好的接地，若电源无保护接地连接，需将控制器与净化器的保护接地端子与实验室瓮中保护接地线相连，否则万一出现漏电情况将造成人体伤害。

## 九、仪器键盘输入方法

1、日期输入：做实验之前可输入日期，第一次按“日期”键，再键入四位数字（如2005），即2005年；再键入四位数字（如0816），即8月16日。若发现输入数字有错，可重复上述过程再次输入。

2、样重输入：按“启动”键之前，应输入煤样重量，样重必须是三位数，精确到0.1毫克。若只输入1位或2位数，仪器将不予启动。

说明：a、每做一个煤样，序号自动增加，打印日期、序号、样重、测试数据和试样的全硫含量，若测试过程中提前两分钟以上返回，控制器将按做废样处理，不增序号，不打印测试结果。

b、实验结果自动打印输出，若忘记了输入日期，打印的结果将不含日期项，而机器仍继续运转。

3、水份值的输入：按下水份键，显示原水份值，然后显示p，提示输入，可通过键盘输入所需水份值，按一下存贮键即可，例如：2%水分。

按水份键 输入2 按存贮键

说明：若输入水份值，则打印分析基硫和干基硫；若不输入水份值，则只打印分析基硫。

4、炉温可通过面板调整：

例：设定1050

按一下炉温设定键，显示原设定值，然后显示p。

输入1050

按一下存贮键即可。

## 十、实验操作步骤及说明：

1、打开主机电源，让机器自行升温，操作员可离开机器进行称样等准备工作。

2、炉温升到900 以后，即可进行如下工作。

在电解池和异径管之间的气路中的过滤器内加入少量脱脂棉，以阻挡燃烧产生的烟灰进入电解池，积存于电解池熔板内，使熔板变黑，日久失去透气性。也可在异径管内填充硅酸铝棉，其厚度3~4mm，置于

高温区后沿处。

注意：填充脱脂棉的方法简单，但须经常更换烧焦变色的棉絮；若填充硅酸铝棉可以长期不用更换，注意更换新异径管时勿忘再次填充。若玻璃熔板变黑失去透气性，请参照第十二条维护方法进行处理。

- a、将过滤器左侧的硅胶管置于关闭位置。
- b、将电解液倒入电解池内，旋紧橡皮塞。
- c、打开气泵，观察流量计浮子能否降到零刻度以下，若不能，说明有漏气环节，应加以排除，若能则继续进行下一步。
- d、接下来打开气阀，并调节气流量为1000ml/min（实际中宁高勿低）。
- e、打开搅拌器，在保证搅拌器不失步的情况下使搅拌速度尽量大，原则上速度越高越有利于分析结果准确。

说明：失步现象是指搅拌棒的转动与搅拌器的旋转磁场不同步而造成的搅拌棒上下跳动的情况。实验中若出现失步现象，将随之发生过“电解现象”（即电解液迅速变红，同时伴有含硫量屏幕快速记数）。

- f、保持此状态至温度升至设定温度，以干燥通气管和烧结玻璃熔板。

2、待炉温升至1050 时，即可进行以下操作：

- a、送入一个小于60毫克的废样，随便输入三位数，进行作样。作废样的目的是为了为了使电解液达到平衡即滴定终点状态，若不进行此步骤，将使正式实验结果偏低或为零。电解液平衡的典型现象为仪器含硫量显示屏开始计数，即表示电解已达到滴定终点状态，仪器能感受到 $\text{SO}_2$ 的进入。

说明：虽然是废样，也必须象正试样一样由机器自动完成全过程，不可中途人为退出。

经正常实验，已完全烧透的载煤瓷舟可反复使用，不影响实验分析结果，将其内残渣刮去即可。

废样一般应选择含硫3%以上的煤样作试样，含硫量低的废样往往需做许多次才能使电解液达到平衡。

- b、电解液平衡后，即可进行正式实验工作：即将待测煤样瓷舟放入炉口载样石英舟内，从键盘输入待测煤样质量（三位数），按启动键，余下工作由仪器自动完成，如此循环。

说明：实验应连续进行，中间若有较长停顿，应加烧一个废样。

2、作样完毕，应按以下步骤操作：

- a、关闭控制器电源；
- b、打开电解池上橡皮塞，关闭搅拌器；
- c、关闭气泵；
- d、松开电解池放液管，将电解液倒入玻璃瓶内以备下次使用；
- e、将蒸馏水倒入电解池，打开搅拌器对电解池进行清洗，清洗完，放出液体。一般需清洗2次。

小心：实验操作结束，关闭控制器时，应及时将电解池的橡皮塞打开，否则因燃烧炉内温度远高于室温形成电解池倒流入异径管。将其炸裂。

## 十一、仪器的维护

1、电解池发生过电解现象以后，应打开电解池，用乙醇或丙酮擦洗电极，使电极呈现光亮的银白色；沾污严重的可用细砂纸或小刀小心处理，除去电极上的附着物，再用乙醇或丙酮擦清洗。注意不要用乙醇等有机试剂擦洗电解池的有机玻璃筒壁，防止可能发生的外壳龟裂现象。

2、烧结玻璃熔板及其管道有黑色沉结物时应及时进行清洗，方法如下：

取下电解池（不必将盖打开）在电解池中先放入一些水，以不漫到熔板为宜。将电解池倾斜放置，用滴管往熔板的支管中注入新配制的洗液（5克铬酸钾和10毫升水，加热溶解冷却后缓缓加入100毫升浓硫酸），待洗液流净后，再反复加入2~3次，即可除去熔板及支管中的黑色沉结物。然后再用自来水冲洗电解池，并用洗耳球从熔板支管中抽水洗至无残留洗液，熔板应洁白如初。用滤纸条吸干熔板及其支管中的水，将电解池装好，打开电磁泵，用空气吹干玻璃熔板及其支管，然后再加入电解液使用，燃烧管与电解池间的玻璃过滤器内有黑色沉结物时，用滤纸条擦净即可。

3、连接气路的橡胶管要经常检查，其接头处最容易老化而漏气。

4、盛煤样的瓷舟应放在干净的容器内保管，新瓷舟首次使用前应经过高温处理。已称量好的盛有煤样的瓷舟尤其要注意不被粘有煤的手或桌台污染，最好有专门放置瓷舟的白瓷盘。

5、定期用标样校验仪器，以检查作样是否正常。如异径管是否破裂、电解池极片是否被污染、气路是否被漏气等。

6、仪器如果使用时间较长，或者系统组件如净化装置、电解池被更换；用标样检验仪器时，可能会发生仪器作样整体偏高或偏低，而一致性可以，即系统存在偏差现象。此时可以通过面板修正：按修正键，左边第一个数码管显示p，等待输入仪器修正前值和标准样值，（修正前值即送样返回前，仪器屏幕实际显示的值）。通过键盘输入，再按一下存贮键即可。

如0.49标样，修正前值为0.41

按一下修正键,显示原修正值，然后显示p,等待输入数据。

先在屏幕左边输入0.410

接着在右边输入0.490

然后按一下存贮键即可。

注意:必须输入4位有效数字,无论标准值或修正前值。

7、仪器应防止灰尘及腐蚀性气体侵入，并置于干燥环境中使用。若长期不用，应盖好，并定期取出通电，以烘烤仪器内的潮气。电解池若长期不用，应将连接用的胶管取下，防止其老化粘连。

8、送样检测：

输入“000”，按“启动”键，则送样机构自动往返运转，可观察送样是否正常及调整仪器的高度是否合



适（此时关闭炉流）。

## 十二、系统各部件可能发生的故障现象及其原因和处理办法

### 1、空气净化装置：包括一个流量计、三支玻璃干燥管、一台气泵（电磁泵）及连接胶管。

a、流量计：其进、出气口由于和干燥管相连，可能被干燥管内的硅胶后氢氧化钠颗粒堵塞气路，而使显示流量不稳，或调不到规定的流量；其内部如果进入液体或进入的粉尘与潮气结合，将给小浮子造成很大阻力，也造成流量不稳定或无法调节；其本身的损坏如内部气路密闭不严，针形阀坏也造成流量不稳定或无法调节。

b、玻璃干燥管：其上下两端应填充脱脂棉。分别遮蔽上下两个气孔，使其内容物不至吸入连接管道内，阻塞气路。以至造成流量计不稳。其本身如有小裂纹，可用专用密封胶密封，硅胶全部变色后，要及时更换。

c、气泵：其原理是内部由电磁作用带动两个皮碗作往复运动，产生空气动力。其发生故障一般都是两个皮碗破裂所致。皮碗破裂，则抽力下降，表现为流量计浮子一起往下掉，流量不稳，与a、b现象一样。

d、橡胶管：容易老化，造成系统漏气，流量不稳，因此要经常更换。如采用硅胶管，则使用寿命较乳胶管长得多。

以上故障的表现都一样，每次实验都要进行的检测工作都是针对它们的（当然也包括电解池）反映到作样结果上都是使测定结果不稳定，忽高忽低。

### 2、电解池：

a、电解池的固定螺钉松动，密封圈老化，各个进、出孔开胶，都是造成漏气的原因。

b、电解池内四个极片，两个小的一组，为指示电极；两个大的一组，为电解电极。指示电极起感受电解液滴定情况并进而控制电解电极进行滴定的作用。如果任一个电极出毛病，都将造成实验无法进行。所以一定要保证四个电极片表面的洁净，其密封胶处不得开裂。

若指示电极极片与其引线断开（如密封胶开裂时），将造成电解电极持续电解，不能停止。电解液发红，屏幕飞快计数（即使不放煤样），和过电解现象一样，其表面沾污也是这种现象；若电解电极极片与其引线断开，将造成作样时电解液越来越白，但屏幕始终不计数，即相当于电解开关关闭状态，其表面上沾污则表现为电解迟钝，即液体很白时电解才突然开通，测定结果严重偏低且不稳定。

处理办法：对表面沾污的，可作清洁处理。对开胶导致断开的，可将残胶剔除，取下与极片相连的塑料管，清洗其内壁，更换已腐蚀的引线部分，重新焊接，密封胶。不可将裂口密封胶了事，因其内部可能已积存电解液，引线已被腐蚀，与极片不导通。

c、电解池的引出线插头及机器上的插座，日久氧化、松动，所造成的故障现象与极片受污染或开路一样，可将插头除去其氧化层，镀上一薄层焊锡，增加插头与插座的紧密性。也可将引线直接焊接到机内相应点。

3、搅拌器：其原理是利用旋转的磁场，带动电解池中的磁力搅拌棒旋转，若搅拌器磁场减弱或其电机转速减慢，则相应地造成搅拌速度减慢，搅拌棒的磁力消退也是造成搅拌速度减慢的常见原因，可更换之或对其充磁。搅拌速度越快，越有利于 $\text{SO}_2$ 水合物的均匀滴定，搅拌速度过低也是使测定结果不理想的一个原因，实验室中若搅拌器停转，则即发生过电解先行。

#### 4、燃烧炉部分：

a、热电偶的正确安装很重要，向下插到碰到硅碳管后退回2mm，离的越远，则机器显示值越低于实际炉温值，造成显示炉温迟迟升不到设定温度（实验炉温早已达到）或者升到设定温度后，控制精度不好，在控制点上下几十甚至上百度的波动。如果热电偶碰到硅碳管上，则当升至高温时，会有漏电流由硅碳管窜入机内，使显示温度大幅度波动，直线下掉甚至出现负温度（要与热电偶接反造成的温度下降出现负温度区分开），严重的有击坏仪器的温度电路部分，控温异常，炉温过高（远高于1050）的现象是：向炉膛内看，已不是正常的红光，而是已经发白，往往造成石英舟与异径管粘连，致使送样棒返回时钩不动石英舟而发生断钩现象。如果送入煤样，退出时煤灰已融化在瓷舟上，无法刮掉，可视实际情况调整热电偶位置或调整设定温度。如果热电偶未接好或其内部断路，则仪器显示屏闪烁；如果热电偶短路（热电偶失去感生电压能力形同一根短路线或者外接线搭接），则有仪器始终显示室温，加满炉流，温度也始终不上升。

b、异径管是试样的密闭燃烧室，保证燃烧产生的SO<sub>2</sub>气体在气泵作用下全部进入电解池。如其有裂纹或断裂，将会造成含硫气体外逸，使测定结果严重偏低且不稳定。异径管处于高温下，又隐蔽于炉体内，故断裂处比较隐蔽。感觉异常时可松开炉口的紧固螺丝，将其抽出检查。

c、送样过程中若搅拌器失步，主机必须按复位键，否则易发生过电解现象。

#### 十三、全硫测定的最大允许差

sfq. %	最大允许值	
	同一化验室sfq. %	不同化验室sfq. %
< 1	0.05	0.10
1 ~ 4	0.10	0.20
> 4	0.20	0.30

"微机一体快速智能定硫仪"的类型为微机定硫仪，型号是TX-9000，测量范围为0-99.9（%），分析时间是360（s），品牌为天鑫，电源电压是220（V），加工定制为是