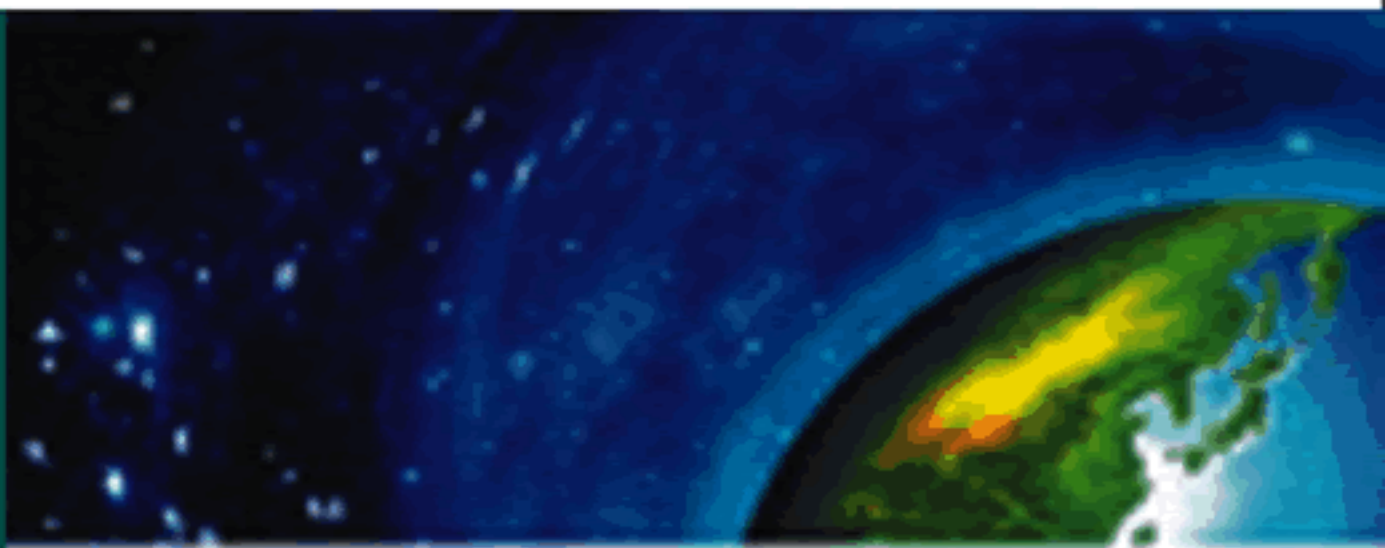


 豫制06000306号

HDL-系列一体化全自动定磷仪

使用说明书

(使用前请仔细阅读说明书)



鹤壁市民生科技开发有限责任公司

MinSheng The development of Science and Technology co.,LTD

一、概述

HDL-9 型汉字智能定硫仪是依据 GB/T214-1996<煤中含硫的测定方法>，结合市场同类产品的特点，优化组合，推出的一体化智能分析仪器，该仪器性价比高，是一种通用普及性物质含硫量化验仪器，主要用于测定煤炭、钢铁和各种矿物中的全硫含量，是煤炭、电力、化工、建材、冶金、地质勘探、商检、环保检测等部门实验室的仪器。

本仪器全部测定过程采用微处理器智能控制，新增加了如：双重自动控制电解开关，即手动电解开关打开后，微机可自动二次智能判断，杜绝了误电解现象，并可对测试数据进行多种校正和处理，使得测定数据稳定，平行样好，其结果得准确度符合国家标准。且增加了屏幕汉字显示，仪器操作更趋人性化，键盘操作简单易学好用，整机体积小。重量轻。

二、特点

本仪器较同类产品相比，具有如下突出特点：

- 【1】人机界面友好，具有操作方法的汉字提示，键盘操作简单易学好用。
- 【2】炉温加热电流采取 PID 模式自控，勿需手动调节加热电流，可有效延长硅碳管使用寿命。
- 【3】设定炉温，修正等可直接通过键盘输入改变。
- 【4】智能控制电解电流的输出，再经二次开关控制，达到杜绝误电解的目的。
- 【5】在化验的过程中，可随时查看炉温、炉流、指示电压、进程时间及含硫量，化验过程一目了然。
- 【6】自动判断滴定终点，缩短实验时间，提高工作效率。
- 【7】若输入了水分值，则输出打印出干剂硫和水分值。
- 【8】电解池系统不会出现失速现象，且搅拌速度自动爬升，保证搅拌速度的长期稳定可靠工作，勿需手调搅拌速度。
- 【9】高温炉体积小，热效率高。
- 【10】整机一体化，体积小，重量轻，结构合理，维护调试方便，瓷舟仓门会自动打开。
- 【11】仪器勿需烦琐的安装调试过程，接上电源即可使用。

三、主要技术指标

- 【1】硫的测量范围：0.01-40%
- 【2】试样燃烧分析时间 3--9 分钟，，智能判断滴定终点返回。
- 【3】控温：精度 $1150 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。测温：精度 0.5 级；加热体为硅碳管，高温区长度 ≥ 90 毫米，温度为 $1150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ (根据需要可调节温度)。
- 【4】升温速度：25-- $30^{\circ}\text{C}/\text{分}$ ，约 35 分钟可达 1200°C 。
- 【5】电解池：容积为 450 毫升，金属铂电极。
- 【6】开机 1 分钟之内进入稳定状态。
- 【7】载气流量：1000ML/min
- 【8】供电电源：220V $\pm 20\%$ 50Hz
- 【9】整机耗电： $\leq 2.2\text{KW}$

【10】整机体积：495mm（长）×420mm（宽）×400mm（高）

【11】整机重量：≤24 公斤

四、使用条件

- 1 环境温度：5~40℃
- 2 相对湿度≤85%
- 3 载气：干燥无酸性氧化物的净化空气，流量为 1500ml/min
- 4 试样：粒度<0.2mm 的空气干燥煤样 0.05g（标准至 0.0002g）

五、分析原理

煤样在 1150℃ 高温条件下在净化过的空气流中燃烧，煤中各种形态的硫均被燃烧分解出来，被空气流带到电解池内与水化合生成 H_2SO_3 ，由于其破坏了电解池内原有的碘-碘离子对的动态平衡，仪器便立即输出电流电解碘化钾溶液生成碘，去恢复原来的动态平衡，也就是GB/T214-1996 中的库仑滴定。具体恢复到原来的动态平衡所耗用了多少电流，是与煤样中燃烧分解硫的多少有直接关系的，它可由微处理器测量并计算出来，故而我们z可以得出煤中的全硫含量。

六、结构介绍

本仪器将空气净化系统、送样系统、加热炉体、电解搅拌系统，电路控制系统集成在同一机箱内：

- 1.单片机系统：负责高温炉的升温过程、控制升温温度、采集测量数据、接受主控微机指令完成实验过程。
- 2.高温裂解炉：本仪器采用管式高温炉为燃烧炉,其加热元件为一端接线的双螺纹硅碳管。为保护硅碳管,在其外部套一刚玉护管,然后再填充高铝和硅酸铝保温棉,以达到良好的保温性能。
- 3.电解池：电解池材料用透明有机玻璃制成,容积约 400 毫升,在上盖上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。电解电极面为 1×1.5 平方厘米,电解阴极置于电解池的中心,电解阳极置于电解池边缘, 以使生成的碘尽快扩散。指示电极面积为 0.5×1 平方厘米。电解池内下侧装有一烧结玻璃熔板气体过滤器, 将燃烧后放出的气体喷成雾状, 以便将全部电解液搅拌均匀。
- 4.磁力搅拌器：由一转速可调节的电机, 带动电解池内用塑料封装的铁芯搅拌棒, 搅拌马达转速约为 500 转/分,搅拌速度较快, 有利于分析结果趋于准确, 但不易太快, 过快易引起搅拌失步。
- 5.空气净化装置：该部分由电磁泵、空气流量计（0--1000 毫升/分）、干燥器等组成, 该系统联接如图所示：

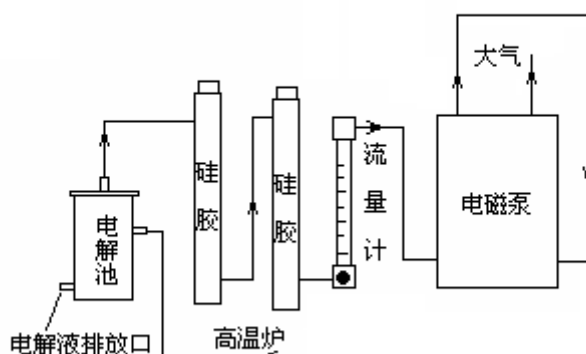


图 系统气路示意图

- 1) 电磁泵：由抽气系统和吹气系统组成，抽气系统使燃烧试样产生的 SO_2 , SO_3 等气体快速溶解到电解池。吹气系统使实验结束出来的石英舟快速冷却。
- 2) 干燥器：除去空气中酸性气体和水分等杂质，由于从电解池中抽出的空气含水量大，须经常烘烤和更换硅胶。
- 3) 流量计：玻璃管浮子流量计，配有针形阀，用于调节流速。

七、键盘操作说明

仪器的操作通过面板上的 16 个触摸键来实现。其中 10 个数字键，4 个方向键 $\leftarrow \uparrow \downarrow \rightarrow$ ，1 个确认键 OK，1 个返回键 C。

键盘如图所示

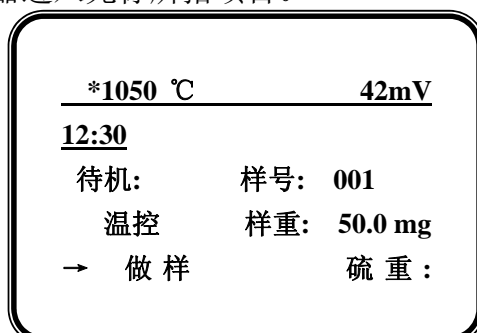
(一) 按键的一般约定

- 1 C 是返回键 (1) 返回上级菜单汉字 (2) 实验过程中，可中止实验
- 2 OK 是确认。进入下级菜单，进入实验程序。
- 3 $\leftarrow \uparrow \downarrow \rightarrow$ 4 个方向键，一般用来移动光标。
- 4 10 个数字键用来输入数字。

(二) 屏幕显示与键盘操作

待机状态：

仪器打开电源开关后，屏幕显示欢迎信息，几秒后自动进入待机项目屏幕左上角显示当前炉温，中间显示指示电压，右上角显示时钟。光标默认在做样项目，按 $\uparrow \downarrow$ 键可上下移动改变待选项目。按 OK 键仪器进入光标所指项目。



下面就各项内容具体说明

(1) 当光标指向“**做样**”菜单，按 OK 键，或直接按数字键后 屏幕将显示 输入数据画面：在此，可以输入样重，改变样号，输入水分以便做干基硫。输入样重为 00.0 表示要调试送样机构。正常做样时样重不能为 0。

请输入：_____

样号： 001
→ 样重： 50.0 mg
水分： 00.0 %

输入数据后按 OK 键就可进入正常作样程序。正常作样画面如下： 如中止实验请按 C 键。

*1050 °C 39mV

0:30

做样： 样号： 001
 样重： 50.0 mg
 硫 重 :

(2) 当光标指向“**温控**”，按 OK 键后 屏幕显示：
通过此显示，化验员可以实时查看温控器各参数，以便了解温控器的性能。

<p><u>温控器各参数：</u></p> <p>设置炉温： 1050 度 实际炉温： 1050 度 炉 流： 0.0 安</p>	<p><u>查看记录 第 01 个：</u></p> <p>样号： 001 样重： 50.0 mg 含硫： 00.000% 2005 年 07 月 01 日 12: 30</p>
---	--

(3) 当光标指向**记录**键，按 OK 键可看到上次实验内容，按 ↑ ↓ 键可查看最近的 30 个实验内容。按 OK 键可打印该记录。如上图所示：

(4) 当光标指向**设置**键，按 OK 键后可看设置炉温,日期。如想修改，输入 数据后按 OK 键，仪器将自动记忆。如果查看不修改按 C 键返回。

设置菜单：

设置炉温
→ 设置时间

设置时间: _____

05年07月01日 12时30分

设置炉温: _____

设置炉温 1050 度

设置范围: 800--1150 度

(5)当光标指向修正,按OK键屏幕显示:可以查看,修改偏差表。改变整体系数。如想修改,输入数据后按OK键,仪器将自动记忆。如果查看不修改按C键返回。

修正菜单: _____

修改偏差表

→ 查看偏差表

修改整体系数

整体系数: _____

K=1.00

修改范围为

关于整体系数：

本仪器可通过面板修正做硫的整体偏高,或偏低。相当于老硫的内部整体增益电位器,计算机将库仑积分计数值乘以整体增益系数作为结果值显示并参与计算,从而达到整体修改做硫结果的整体偏高,或偏低的效果。若整体增益系数K=1.00时,将不改变计数值,结果值等于计数值。若整体增益系数K<1.00时,结果值将小于计数值,从而可达到做硫结果整体的偏低。若整体增益系数K>1.00时,结果值将大于计数值,从而可达到做硫结果整体的偏高。

如何计算整体增益系数?

1: 公式:

$$\text{新整体增益系数} = \text{老的整体增益系数} + \frac{\text{标样值} - \text{实际值}}{\text{实际值}}$$

2: 举例:

仪器当前的整体增益系数K=1.00,做标样值为1.41的硫,结果却为1.35左右时,可通过修改整体增益系数K,达到结果偏高接近标样值的效果:

$$\text{新整体增益系数} = 1.00 + \frac{1.41 - 1.35}{1.41} = 1.00 + \frac{0.06}{1.35} = 1.00 + 0.04 = 1.04$$

结果:只要将仪器当前的整体增益系数修改为新的整体增益系数K=1.04,就能达到结果接近标样值的效果。

关于分段修正的偏差表：

本仪器也可单独修改某一段的偏差,使结果更加接近标样值的效果。过程为结果值在某一段加减该段的偏差,从而达到修改该段做硫结果的偏高,或偏低的效果。正的偏差,结果加偏差值,从而达到该段硫结果偏高。负的偏差,结果减偏差值,从而达到该段硫结果偏低。

左右键可改变正负号。

a0 段即为修改含硫为 0.00%-0.99% 的偏差

a1 段即为修改含硫为 1.00%-1.99% 的偏差

a2 段即为修改含硫为 2.00%-2.99% 的偏差

。 。 。 。 。 。

八、使用方法

【1】接通电源，燃烧炉自动升温到设定温度处并恒温后，顺序打开搅拌开关，气泵开关，电解开关。

【2】在升温过程中，应将电解液配好并放入电解池内。

电解液的配制方法：碘化钾 5 克，溴化钾 5 克，溶入 250~300ml 的蒸流水

中，然后加入 10ml 冰醋酸(冰乙酸)电解液可重复使用，当电解液的 PH 值应为 1~2 之间，当 pH 值<1 或混浊不清时应更新配制电解液。

【3】置入三位数的样重为 000，石英舟上不放煤样，按下“OK”按钮，可进行送样机构的调试，此时将不进行库仑滴定，不会出现过电解现象。计算

机将自动启动送样机构在 1150℃处停留，这时可按下“C”按钮强制返回。

【4】在瓷舟上称取 50.0 毫克左右的煤样，上面覆盖一层三氧化钨，将瓷舟放入石英舟上，置入三位数的样重，按下“ok”按钮，整个试验过程由计算机控制，按预先写入的程序执行。分别在 500℃处停留，然后自动控制送样机构逐步达到 1150℃，并在此停留,最长到 9 分钟。试样经充分燃烧分解后，计算机会自动判断出库仑滴定终点并提前返回。待石英舟和瓷舟自动返回到原位后，打印机将打印出结果，本次煤样试验完毕。

【5】本仪器为防止出现过电解现象，由计算机自动控制电解开关的开和关。故尔在试验之前，须先打开气泵、搅拌器，然后再置入三位数的样重并按下“送样”按钮，开始整个试验过程。

【6】每次首个试验时，指示电压一般小于 35mV,故应加烧 1-2 个废样，以使电解液中碘-碘离子对的电极电位校正到仪器所需的数值。

【7】 试验最好连续进行，如中间间隔时间较长，指示电压若小于 35mV,在试验前需加烧一个废样。

【8】 试验完后，应先关闭电解开关、气泵、搅拌器，再关闭电源开关。若长期不用可放出电解液，并用蒸馏水把电解池清洗干净。

【9】试样称量前的准备工作：在试样称量前，应尽可能地将试样瓶内的煤样混和均匀，可用手握住带盖的试样瓶上方，自上而下做园周运动，切勿上下摇动。试样的充分混合是确保试验结果的重要因素。

【10】称取煤样（50mg±0.2mg）保持小数后一位（50.0mg），并在上面覆盖一层三氧化钨以防止爆燃。

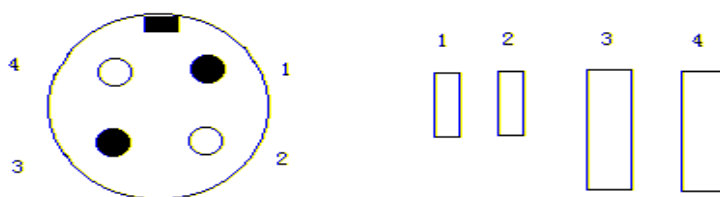
九 常见故障的排除

【1】气路的气密性下降：

流量计指示应在 0.8~1.2 之间。若气密性下降，重点应检查以下部件：气泵、流量计、玻璃管、橡胶管和气路连接。

【2】电解池

- 1、电解池漏气导致气路的气密性下降。
- 2、电解池内的四个极片上有污垢应清洗。
- 3、电解池内的四个极片与控制器应连接可靠。 下图为航空插头的线号与电解池的的四只铂电极连接图。



【3】搅拌器：

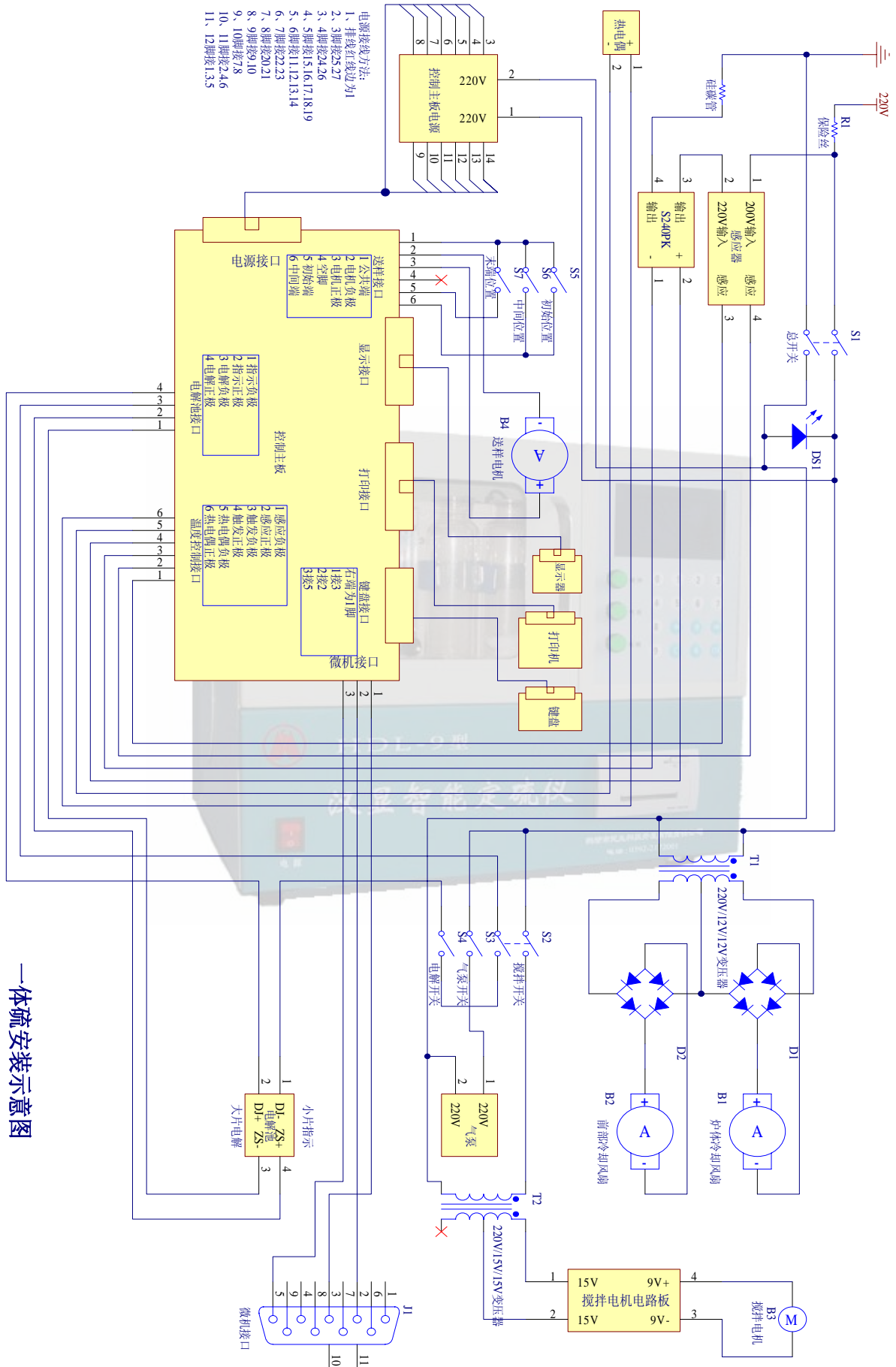
搅拌棒的磁力消退，是造成搅拌失步现象的常见原因，应更换。

【4】温度控制部分

- 1、若温度一直显示 1999℃，表示热电偶未通或其内部断路。
若温度一直不增加，而有加热电流 则表示热电偶接反。
若温度一直显示室温，则表示热电偶连线短路。
- 2、温度值小于设定炉温，应有加热炉流。若炉流显示为 0.0A，表示硅碳管本身内部断路或连线未接通。
- 3、恒温波动太大，一般为硅碳管的原因。电阻值应为 7~8Ω，故应选购本公司配套的为最佳。

附：全硫测定的最大允许差（GB214-83）

SQ F%	最大允许差	
	同一化实验室	不同化实验室
< 1	0.05	0.10
1~4	0.10	0.20
> 4	0.20	0.30



一体硫安装示意图



鹤壁市民生科技开发有限责任公司

MingShen Science & Technology Development Corporation Limited

电话：0392-3313798 2170277

传真：0392-2172001 2170244

E_mail: hbmskj@163.com

QQ: 1006947583、2436883037、6583058

网址：http://www.caiheht.com

手机：15303929257、 18939292509



鹤壁市民生科技开发有限责任公司
(原鹤壁市电子工程研究所)

地址：河南省鹤壁市淇滨大道41号

电话：0392-3313798 2170244

传真：0392-3378388 2172001

网址：www.caiheht.com

邮编：458030