



民生科技  
Minshengkeji



**KZDL-4快速智能定硫仪**

# 使用说明书

(使用前请详细阅读说明书)

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

KZDL-4 型快速智能定硫仪，主要用于测定煤碳、钢铁及各种矿物中全硫的含量，是煤碳、电力、冶金、化工、建材、商检等部门的实验室仪器。本仪器是在 KZDL 系列以及现有国内其它测硫仪的基础上研制而成的，是根据 GB/T214—1996（代替 GB214—83）中库仑滴定法原理而设计的。该仪器测量过程有微机自动控制，并由微机对测试数据进行多种校正和处理，改变了 KZDL—3A 型线性不好现象和零点漂移以及没有其他辅助功能的缺点。数字显示煤中含硫毫克数、百分比、时钟以及各种相应数据，同时打印出使用单位的化验室名称、样号、样重、水份、全硫毫克数和百分比以及干基硫等数据报表。测定结果的准确度符合国标 GB/T214。

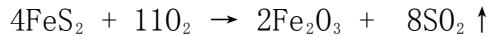
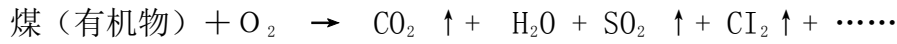
## 二、主要技术指标

1. **硫的测量范围：**0—99.9%
2. **试样分析时间：**2—9min 自行设定，自动判断终点。
3. **控温：**控温温度为  $1150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，使用温度为 0—1300 $^{\circ}\text{C}$ ，可任意设定。外接铂铑—铂热电偶，加热体为硅碳管（型号： $\Phi 40/30 \times 200\text{mm}$ ），高温区长度  $\geq 90$  毫米。
4. **升温速度：**自动控制加热电流进行匀速升温，约 35 分钟以后到达控温温度 1150 $^{\circ}\text{C}$ 。
5. **样重：**可以自行输入及修改。
6. **样号：**用户任意编码及修改。
7. **时间：**循环显示年、月日、时分。
8. **水份：**煤样的分析水份，用户根据需要输入，可计算出干基全硫含量。
9. **精度：**可以自行输入及修改。
10. **打印：**面板式打印机，可打印出单位的化验室名称、化验时间、水份、样号、样重、硫含量、百分含量、干基硫。
11. **电源：**220V $\pm 10\%$ ，50Hz。

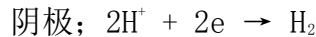
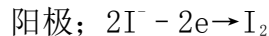
### 三、原理

#### 1. 分析原理

煤样在 1150℃ 高温条件下于净化过的空气流中燃烧，煤中各种形态的硫均被燃烧分解为  $\text{SO}_2$  和少量  $\text{SO}_3$  而逸出。反应如下：



生成的  $\text{SO}_2$  和少量  $\text{SO}_3$  被空气流带到电解池内，与水化合生成  $\text{H}_2\text{SO}_3$  和少量  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，破坏了碘—碘化钾电对的电位平衡，仪器便立即以自动电解碘化钾溶解生成的碘来氧化滴定  $\text{H}_2\text{SO}_3$ 。反应式为：



碘氧化  $\text{H}_2\text{SO}_3$  反应式为： $\text{I}_2 + \text{H}_2\text{SO}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{I}^- + \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}^+$

电解产生碘所耗用的电量，由控制器采集并计算出相应的含硫毫克数。煤样所含硫的毫克数除以煤样的重量（毫克）即可计算出煤中全硫含量（%）。

### 四、结构

该仪器由空气净化预处理、单片机控制器、燃烧炉、电解池和搅拌器等部分组成。

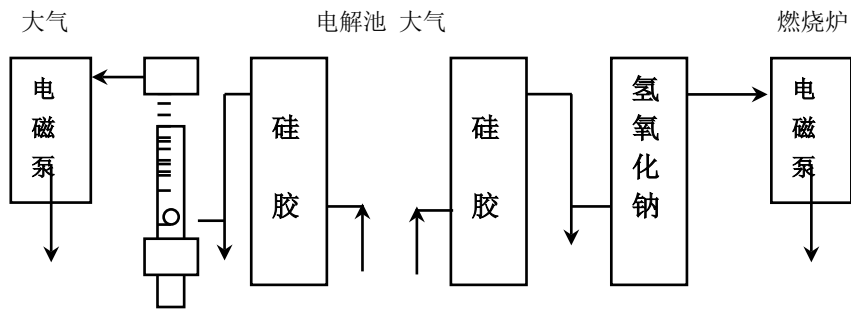
#### 1. 空气净化预处理部分

该部分由电磁泵、空气流量计（0—1000 毫升/分）、干燥管等组成。系统示意图见（图一）。

(1) **电磁泵**：分别使空气进和出。

(2) **干燥管**：主要是除去空气中酸性气体和水份等杂质。由于从电解池中抽出的气体含水份量较大，故需经常烘烤和更换硅胶。

(3) **流量计**: 玻璃管浮子流量计, 配有针形阀用以调节电解池的气体流量, 应调到约 1000mL/min。



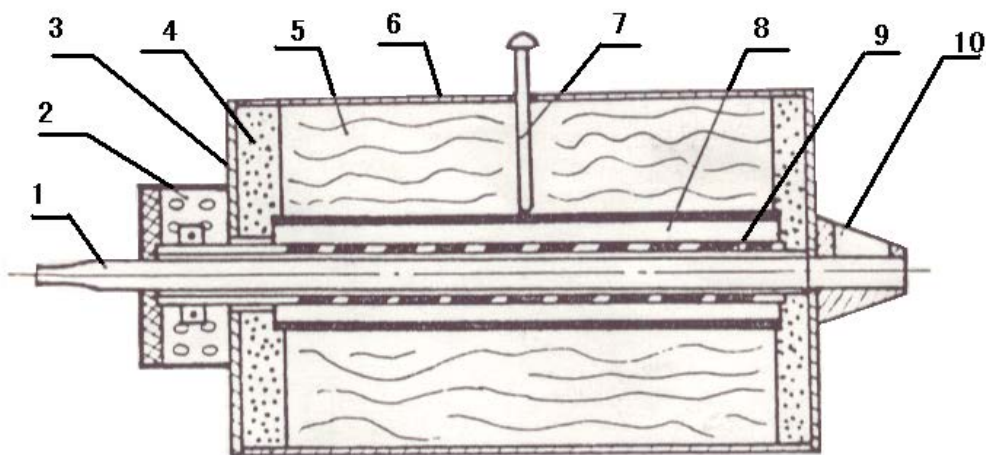
图一：空气净化部分系统图

## 2. 单片机控制器部分

该部分包括库仑积分、程序控制、温度控制三部分。由单片机统一控制。

## 3. 燃烧炉

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, 型号为  $\Phi 40/30 \times 200/160$ 。为保护硅碳管, 在其外套一刚玉护管, 然后再填充高铝硅酸棉, 以达到良好的保温性能。燃烧管采用刚玉管 (异径管), 直接放入硅碳管内, 其结构如图二所示。



1. 刚玉异径管 2. 散热罩 3. 炉端盖 4. 刚玉挡板 5. 保温棉  
6. 外壳 7. 热电偶 8. 刚玉护管 9. 硅碳管 10. 炉口锥管

图二：燃烧炉结构示意图

4. **电解池和搅拌器**：电解池用有机玻璃制成，容积约 400 毫升，在上盖上固定一对电解电极和一对指示电极，上盖与其壳体用橡胶密封圈密封，电解电极面积为  $1 \times 1.5 \text{ cm}^2$ ，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，以使生成的碘尽快扩散，指示电极面积为  $0.5 \times 1.0 \text{ cm}^2$ 。电解池内下侧装有烧结玻璃熔板气体过滤器，将燃烧放出的气体喷成细雾状，以便将燃烧生成的  $\text{SO}_2$  和少量的  $\text{SO}_3$  气体迅速地溶解在电解液中。在电解池内放有一用塑料封装的铁芯作为搅拌棒，电磁搅拌器转速约为 500 转/分，且连续可调，搅拌速度越快，使分析结果越趋于准确，但不宜太快，过快易引起失步。

## 五、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速大于 1500 毫升/分。
4. **被测气体流速**：约 1000 毫升/分。

## 六、控制器前面板功能和操作说明

前面板由 2 个显示窗、4 个指示灯、18 个键和 1 台微型面板打印机组成。左显示窗有 4 位数码管，显示测量温度。右显示窗有 5 位数码管，显示实验结果及各种数据。右显示窗低 4 位闪亮时允许修改数据，数字键有效，为设定状态。

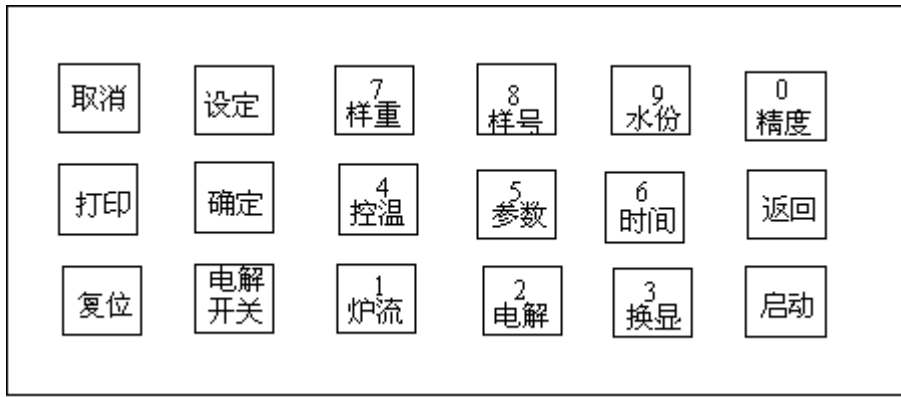
### 1 指示灯：

**电解**—电解池内有电解电流时，“电解”指示灯亮，否则，指示灯灭。

**开关**—当电解开关开时，“开关”指示灯亮，关时指示灯灭。

**送样**—在送样前进、退出过程中，此指示灯亮。

**启动**—自动送样开始运转此指示灯亮。



图三： 键盘示意图

2. **键盘**：由 8 个单功能键和 10 个双功能键组成 18 个功能键和 10 个数字键。

2.1 **复位**—单片机复位键。一般不用，程序遇到干扰死机时才用。

2.2 **取消**—按此键，取消修改，进入试验结果显示。

2.3 **打印**—在仪器待机状态进行手动打印。该仪器结束实验时自动打印结果, 所以此键一般不用。

2.4 **电解开关**—此键是个乒乓键，与开关指示灯配合使用。“开关”指示灯亮，为电解开关“开”，指示灯灭为电解开关“关”。

2.5 **启动**—按一下此键，显示窗口数码管闪动，键入 3 位数字后（即样的重量），再按启动键，自动送样开始运转。

2.6 **返回**—按此键，自动送样强行返回。

2.7 **设定**—与其他功能键配合使用。

2.8 **确定**—与其他功能键配合使用。

2.9 **换显**—每按一下此键，显示窗口循环显示含硫重量和百分含量。

如：含硫重量 1.234mg 显示 [01.234]，百分含量 2.46% 显示 [L2.46]。

2.10 **炉流**—按此键，可显示当前炉体电流。

2.11 **电解**—每按一下此键，显示窗口循环显示电解池内指示电压和电解电流。

如：指示电压 55.5mV 显示[U55.5]。电解电流 234.5mA 显示[b234.5]。当在实验过程中电解池的指示电压低于 35mV 时，需要做废样。

**2.12 控温**—按此键，窗口显示设定的控制温度，如控温 1050，显示[C1050]。

**修改方法：**按此键→按**修改**→键入数字→按**确定**即可。

**2.13 参数**—按此键，循环显示实验时间和打印格式。

如：实验时间 5 分钟预分解时间 45 秒显示[t 5.45]。打印格式 2 显示[P 2]。

**修改方法：**按此键循环到需要的内容→按**修改**→键入数字→按**确定**。

**2.14 时间**—按此键，窗口循环显示年、月日、时分。

如：1999 年显示[Y1990]，7 月 1 日显示[d07.01]，15 时 25 分显示[h15.25]。

**修改方法：**按此键循环到需要的内容→按**修改**→键入数字→按**确定**。

**2.15 样重**—按此键，窗口显示当前的样的重量。

如：试样重量 49.9mg 显示[E49.9]。在实验过程当中，发现输入试样重量有错误时，可修改。

**修改方法：**按**样重**→按**修改**→键入数字→按**确定**。

**2.16 样号**—按此键，窗口显示当前样号。

如：试样编号为 4321，显示[H4321]。

**换样号方法：**按此键→按**修改**→键入数字→按**确定**。

**2.17 水份**—做化验需要干基全硫含量时，需输入分析水份值。

**输入水份方法：**按此键→按**修改**→键入数字→按**确定**。

显示方式如：试样水份为：2.34%，显示[F 2.34]。

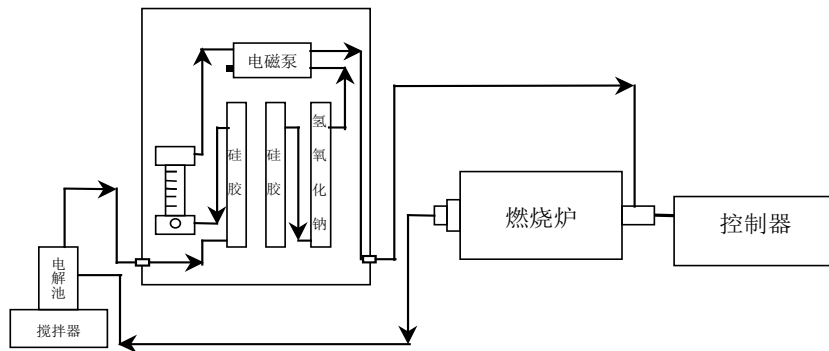
**2.18 精度**—按此键，窗口循环显示精度系数和低硫修正系数以及高硫修正系数。

如：精度系数 0.999，显示[J0.999]。修正方法同上。一般厂家安装调试好后，用户是不允许动的。

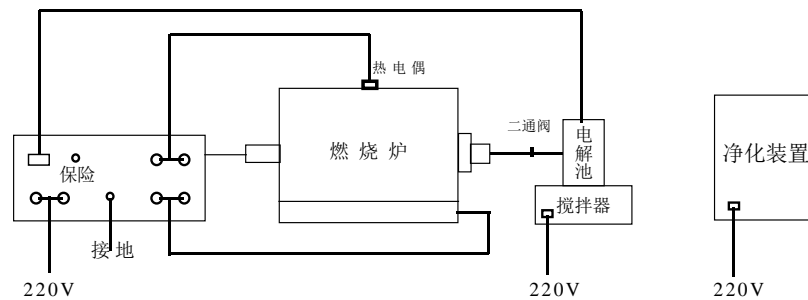
上述参数除样重、样号、水份停电丢失外，其他可修改参数停电记忆。

## 七、安装与使用方法

1. 仪器的控制器、燃烧炉、电解池以及搅拌器和空气预处理单元等，按图四连接气路部分。按图五连接电路部分。
2. 高温燃烧炉引线接在标有输出的两个接线柱上。热电偶插入炉后面热电偶孔，插到底，然后退回约 2mm 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“+”，负端接“-”。四芯插座接电解池。电源 220V 接在标明“输入”的两个接线柱上。



图四：气路连接示意图（正面）

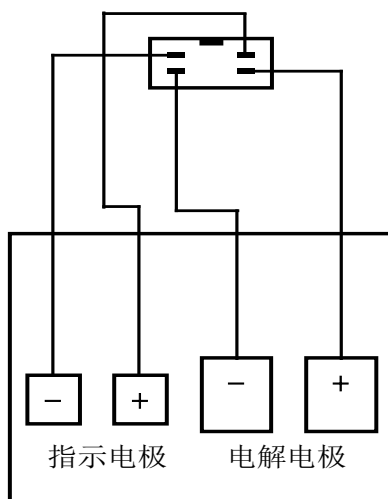


图五：电路连接示意图（背面）

3. 接通电源，燃烧炉升温。用自备的标准高温计复测 500℃ 的位置和高温区的温度（如 1150℃）及其长度，若高温区温度不足 1150℃，应将预置温度往上设定，直到符合要求为止。



**注：**因热电偶装在加热管外面，此点温度低于内部温度。当高温区温度达 1150℃，显示温度为 1050℃。所以控温温度应设定 1050℃。刚开机时，温度可能高于室温，可不必考虑。



附：电解池连接图

4. 打开控制器上盖，将送样棒从控制器左侧孔中插入送样托架上滑块孔内，用滑块上的螺钉旋紧固定，并进行试运行，将石英舟托盘放入燃烧管头部，使其圆孔与镍铬丝送样棒挂接，调节控制器与高温炉距离，使送样一、送样二分别准确地保证石英舟的中部处于 500℃和 1150℃处。
5. 电解池安装及检漏：用螺丝刀取下电解池盖上的四个螺钉，将搅拌棒放入电解池内，盖上盖，拧紧螺丝，盖紧橡皮塞，打开净化装置电源开关，将气流量调节到 1000mL/min，然后关闭燃烧管与电解池之间的二通阀，如气流量降到 500mL/min 以下，证明气密性良好，否则需检查各部件及其接口。
6. 配制电解液：称取 6 克碘化钾，6 克溴化钾，溶于约 250 毫升蒸馏水中，然后加入 10 毫升冰醋酸即可。电解液可重复使用，使用的时间长短根据重复使用次数和试样含硫量高低而定，电解液的 PH 值在 1—3 时可以使用，当 PH 值小于 1 时，此电解液应弃除。

每次做试验前应进行几次废样测定，使电解液中碘-碘离子电对的电极电位校正到所需数值。

7. 将电解液倒入电解池内，打开搅拌器，缓慢调节转速旋钮至适当速度，但不能调的过快，过快会失步，当遇到失步时，关上电解开关，将速度旋钮旋到最小，等电机停转后，重新调节。

8. 在试样称量前，应尽可能地将试样瓶内的试样混合均匀，最好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。

### 9. 实验步骤：

(1) 开电源开关，仪器将控制炉体自动升温。

(2) 打开气泵开关，检查是否漏气。打开两通阀，将气流量调节到 1000mL/min 左右。打开搅拌器开关，调节转速。

(3) 待炉温升到 1050℃时，打开电解开关，按[2/电解]键，观察电解电压是否大于 35mv，如小于 35mv 需做废样平衡电解液，直至电解电压大于 35mv。

(4) 在瓷舟上称取 50 毫克左右的煤样，上面覆盖一薄层三氧化钨（或三氧化二钨），将瓷舟放入石英托盘上，按 [启动]键，键入三位数样重，再按一下[启动]键，试验开始。

试验开始后，分别在 500℃和 1150℃处停留，停留时间按设定输入时间和煤样燃烧完全时的时间来确定，试样经燃烧后，库仑滴定自动进行，整个试验过程将由程序执行，待石英托盘和瓷舟返回原位，打印机打出结果，试验完毕。当做完平行样后，需要打印报表时，请重新输入样号，自动打印报表。

10. 试验完毕后，关闭电解开关，其次关闭两通阀及搅拌器，放出电解液，并用蒸馏水清洗电解池，然后关闭净化装置。

11. 试验最好连续进行，如中间间隔时间较长，在试验前需加烧一个废样。

## 八、打印机

### 1. 安装打印机

用手指夹住打印机两侧的活动舌头，把整个打印机插入仪器面板的安装孔内，并检查打印机是否安装牢固。

### 2. 安装色带

色带盒经过一段时间使用后，需要更换。更换时，取下打印机（取下打印机的前盖板，用手指向内夹住打印机的两侧活动舌头，将整个打印机从仪器面板上轻轻取下，注意：取下打印机之前，一定要确认已关掉打印机电源）从打印机头上轻轻取下旧色带盒（注意：请先抬起色带的左端，然后再抬色带的右端，取下色带盒），然后将新的色带的右端轻轻放在机头右端的齿轮上，左端稍微抬起，不要放下，这时如发现色带盒右端未落到底，请用手指按住色带盒上的旋钮，按箭头方向稍微转动一下，直到色带盒的右端落到底后再放下色带盒的左端。请检查色带是否拉直，如未拉直，直到把色带拉入色带盒内并拉直为止。然后装上打印机的前盖板。

### 3. 安装纸卷

安装或更换纸卷时，打开打印机前盖板，从打印机上取下纸卷轴，将新纸套在纸卷轴上，将纸卷轴用力按入打印机的道槽内（注意：一定要确认纸卷轴已按装牢固，不会掉出）。将纸头剪成三角样式，接通打印机电源，按一下 SEL 键，使 SEL 指示灯灭，按一下 LF 键使机头转动，这时用手将纸头送入机头下面入纸口处，纸便会徐徐进入机头，直到从机头正前方漏出一定长度为止，再按一下 LF 或 SEL 键，然后关上电源，将打印纸头从前盖板的出纸口穿出，盖好打印机的前盖板。

### 4. 指示灯和按键的操作

- (1) 打印机面板有一个指示灯和两个按键开关。指示灯只显示按键 SEL 的状态，和 LF 无关，指示灯亮表示打印机工作在在线状态（即打印机等待打印命令状态），反之为离线状态。

(2) 打印机在在线状态时，按一下 SEL 键，进入离线状态，再按一下 SEL 键又重新进入在线状态。SEL 键另一功能是在打印过程中实现暂停，即在打印过程中按一下 SEL 键，打印机会在打完当前一行字符后，暂停下来（这时可以进入送纸方式），再按一下 SEL 键，打印机又继续打印。

**注：**操作完打印机后，打印机处在在线状态，否则，打印机拒绝工作。

(3) LF 键和送纸有关，打印机处在离线状态时，按一下 LF 键，打印机即进入空送纸状态，再次按一下 LF 键，打印机进入暂停。这时可按一下 SEL 键，打印机回到在线方式，另外从送纸方式也可直接进入在线方式，只需按 SEL 键即可。

5、打印格式共有三种：P0、P1、P2。

P0—禁止打印，打印机无效。

P1—与 P2 格式相同，只是打印方向相反。

P2—表格打印格式。每个试样（按样号区分）一个表格。表格由抬头、内容、尾线等组成。打印时如是新试样（改变了样号），就先打印上一个试样表格的尾线，再打印出本试样表格的抬头和一次结果内容。如试样没变，就只打印出结果内容。每次结果的内容是在一行内顺序打印出样重、含硫量、全硫、干基硫。抬头的内容有：样号、水份、日期时间等信息。

50.0	0.522	1.04	1.06
50.0	0.522	1.04	1.06
50.0	0.522	1.04	1.06
<b>样重<sup>(g)</sup></b>	<b>硫重<sup>(g)</sup></b>	<b>全硫<sup>(%)</sup></b>	<b>干基<sup>(%)</sup></b>
<b>样号 : 1234 水份 : 20% 99年7月1日 5: 2</b>			

格式 P1

<b>样号 : 1234 水份 : 20% 99年7月1日 5: 2</b>			
<b>样重<sup>(g)</sup></b>	<b>硫重<sup>(g)</sup></b>	<b>全硫<sup>(%)</sup></b>	<b>干基<sup>(%)</sup></b>
50.0	0.522	1.04	1.06
50.0	0.522	1.04	1.06
50.0	0.522	1.04	1.06

格式 P2

图六：打印格式

## 九、参数显示

炉体温度在左边显示窗口显示，其他参数数据在右显示窗口显示。右窗口显示数据时，一般格式是“字母+数字”。其显示方法和意义见表一。

表 一

相关键	名称	显示	说明	备注
炉流	炉体加热电流	A 08.5	当前加热电流 8.5A	不可修改
电解	指示电压	U 55.5	指示电压 55.5mv	不可修改
电解	电解电流	B234.5	电解电流 234.5mA	不可修改
换显	硫含量	01.234	硫含量 1.234mg	不可修改
换显	百分含量	L 2.46	百分含量 2.46%	不可修改
控温	控制温度	C 1050	控制温度 1050℃	可修改
参数	分解时间	t5.45	分解时间 5 分钟	可修改
参数	打印格式	P 2	打印格式 2	可修改，范围 0—2
时间	时分	h15.25	15 时 25 分	可修改
时间	月日	d07.01	7 月 1 日	可修改
时间	年	Y1999	1999 年	可修改
样重	试样重量	E49.9	试样重量 49.9mg	可修改
样号	试样编号	H1234	试样编号 1234	可修改
水份	试样分析水份	F2.34	试样分析水份 2.34%	可修改
精度	精度系数	J0.999	精度系数 0.999	可修改，范围 0.9—1.1
精度	低硫修正系数	n0.02	低硫修正系数 0.02	可修改，范围±0.09
精度	高硫修正系数	u1.02	高硫修正系数-0.02	可修改，范围±0.09

## 十、仪器的维护

1. 仪器应防止灰尘及腐蚀气体侵入，并置于干燥环境中使用，若长期不用，应用塑料布罩好，并定期取出接上电源，以烘烤仪器内的潮气。
2. 当烧结玻璃熔板及其管道内有黑色沉结物时，需进行清洗。

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，用滴管往熔板的支管中注入新配制的洗液（5 克重铬酸钾和 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不留洗液，熔板应洁白如初，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阀门有黑色沉结物时，用滤纸条擦净即可。

3. 如烧结玻璃熔板清洗后，流量计指示流速达不到 1000 毫升/分，或虽可达 1000 毫升/分，但熔板处没有气泡或气泡很少，需检查电磁泵到电解池的各部分是否漏气或堵塞，其中包括连接乳胶管、硅橡胶管、气体净化管的橡胶塞及电解池等处。

4. 不要用手触摸指示电极与电解电极，放电解液时，如忘记将控制器面板上的电解开关按到“关”，则会在电解电极和指示电极上蒙上一层薄薄的碘，产生电极污染。指示电极沾污，终点控制失灵，常导致过滴定，此时应用乙醇棉球清洗电极。

5. 为消除煤样爆燃和减少熔板变黑，燃烧管内充填硅酸铝棉，其厚度为 3-4 毫米，为使硅酸铝棉大小合适将燃烧管进口端顶在硅酸铝棉上打上印记，按此印记剪下硅酸铝棉园块，用头部直径与此园块相仿的推棒将硅酸里棉推到高温区后沿处。

6. 仪器在使用过程中，注意不要将电解液流入燃烧管内。

## 十一、常见故障显示

控制器可以自动判断故障，以提示符号显示出来，供化验员和维护人员参考。

**Err1**——热电偶接反。检查热电偶连线是否接反。

**Err2**——热电偶开路。检查热电偶连线是否开路。

**Err3**——可控硅失控。检查可控硅是否击穿。电网电压太低、电压不稳、电网干扰太大也容易引起此问题的出现。

**Err4**——可控硅触发后没有加热电流。检查硅碳管是否烧断。硅碳管老化阻值变大也能引起问题的出现。

**Err5**——电解池问题。无电解液或电解液严重失效，电极开路。

**Err6**——送样卡。送样阻力大造成送样停止或速度变慢。

**Err7**——送样器故障。



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.caheht.com](http://www.caheht.com)

邮编：458030