

Analysis and Handling of Common Problems with Intelligent Rapid Sulfur Analyzer

Ya Tu Wenjuan Pang Ying Chen

Inner Mongolia Baogang Steel Union Co., Ltd. Coal Coking Chemical Branch, Baotou, Inner Mongolia, 014010, China

Abstract

The automatic sulfur measuring instrument is used for the analysis of coal quality and coke sulfur index. In the actual experiment, data anomalies are often caused by various interferences. This paper briefly discusses the various interfering factors and solutions in the field experiment. Through the analysis and research of common problems with sulfur analyzers, the main factors affecting the abnormal detection results of sulfur analyzers are determined to include system parameters, airtightness of the gas path system, purification device and filter, electrolyte, sample weight, overload operation, and ceramic boat machine. Through strict control of the operating process, standard comparison, control of material declaration, equipment and facility maintenance, etc., the detection ability of sulfur analyzers is improved to ensure the effectiveness of detection data.

Keywords

sulfur analyzer; data validity; Common problems; improvement measures

智能快速测硫仪常见问题分析处理与研究

图雅 庞文娟 陈影

内蒙古包钢钢联股份有限公司煤焦化工分公司, 中国·内蒙古 包头 014010

摘要

全自动测硫仪是用于煤质及焦炭硫分指标的分析设备, 实际实验过程中经常发生因各种干扰造成的数据异常。本文对现场实验过程中产生的各种干扰因素及解决经验进行浅谈。通过对测硫仪常见问题的分析与研究, 确定了影响测硫仪造成检测结果异常的主要因素包括系统参数、气路系统气密性、净化装置及过滤器、电解液、试样重量、超负荷运行以及瓷舟规格几项内容, 通过严格管控操作过程、进行标准对照、管控材料申报、设备设施维护等几方面措施, 提高测硫仪检测能力, 保证检测数据的有效性。

关键词

测硫仪; 数据有效性; 常见问题; 改进措施

1 引言

我公司是一家承接煤焦化相关产品的检测单位, 包括煤质、水质、煤化油等。其中用于煤和焦炭中全硫含量检测的主要设备是全自动测硫仪。

全自动测硫仪检测原理是根据 GB/T214-2007 煤中全硫的测定方法中库仑滴定法, 煤样在 1150℃ 高温条件及催化剂的作用下, 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为 SO_2 和少量 SO_3 气体, 生成的二氧化硫进入含有碘化钾和溴化钾的电解池中, 被电解生成的碘或溴滴定, 之后根据法拉第电解定律计算试样中全硫的含量。

2 快速测硫仪检测过程中的影响因素

2.1 传动系统影响因素

测硫仪送样装置为轴承传动模式, 采用横式连续送样设计, 轴承带动链条逆时针转动将送样槽水平传送一个瓷舟距离, 送样卡槽向上传动, 后下降与盛样盘相切, 轴承带动链条继续传动, 后试样被送样杆, 推进燃烧管中。送样槽在移动、升起、降落后, 由于系统传动位移不均匀会导致送样槽与试样脱位, 发生“夹死”, 此时试验失败。有时发生“夹死”现象时, 系统指令依然运行, 传动系统的电机继续运转, 导致送样盘电机继续向前推动试样, 直至电机过载跳电, 发生类似问题会严重影响设备的使用寿命, 缩短或直接烧坏传动电机。或者因传动系统指令发生错误, 导致燃烧管持续烧灼一种试样, 传动系统紊乱导致的试样无法正常退出燃烧管, 异径燃烧管内有大约 70mm (1150℃) 的恒温加热区, 前面瓷舟无法退出燃烧管, 后面瓷舟的试样偏离高温燃烧带不能完全燃烧, 生成的气体硫化物不足以代表真实实验数据, 硫

【作者简介】图雅 (1982-), 女, 蒙古族, 中国内蒙古包头人, 本科, 工程师, 从事煤化工研究。

化物气体采集失真，造成数据偏离或异常的问题。

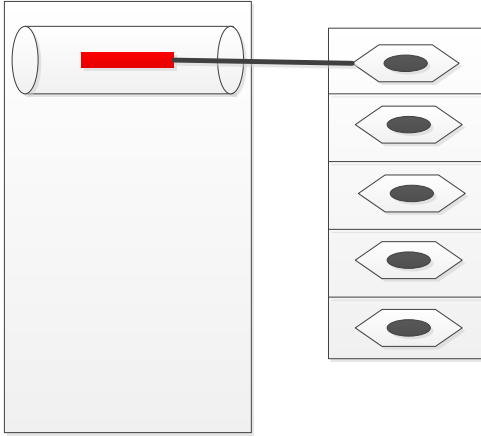


图1 试样传动俯视图

2.2 气路系统的影响因素

全自动测硫仪的气路系统也是十分重要的组成部分，在进行标准样对照前进行气密性检查，开动抽气及供气泵，将抽气流量调节至 1000mL/min，关掉电解池旁边的进气阀，

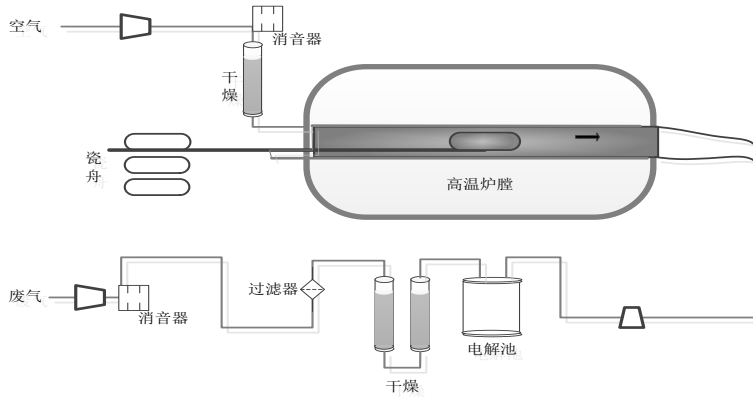


图2 测硫仪气路图

2.4 电解液的影响因素

正常情况时，电解液为无色或者浅黄色透明状液体，PH 值为 1-3，配制方法^[1]是称取碘化钾、溴化钾各 5.0g，溶于 (250~300) mL 水中并在溶液中加入 10mL 冰乙酸。配置电解液其主要作用是二氧化硫被碘化钾溶液吸收，以电解碘化钾溶液所产生的碘和溴进行滴定。根据库仑定律，电解所消耗的电量计算煤中全硫的含量^[1]。电解液中含有 OH⁻、I⁻、Br⁻ 等离子，由于电位不同决定了某些离子放电的优先顺序和析出物质的能力，而冰乙酸由于它的冰点温度决定了配置电解液的条件较为严苛，当温度低于冰乙酸的冰点温度时，配置的电解液溶解度会降低，消耗电流增加，所测得硫含量会偏高。同时电解将样品分解成离子，在电解过程中，电解池内需要提供足够的混合和搅拌，所以电解池内部有磁力搅拌器，用以保证电解时间的准确性和电解产物的充分反应，电解液在使用过程中会不断变色，由无色或者浅黄色，到颜色逐渐加深，其电解效果会逐渐减弱，电解液的 PH 值小于

降至 300mL/min 以下，如果没有达到则检查气路是否存在漏气的情况，例如净化装置丝扣不紧，净化装置自身有裂纹，或者电解池安装不紧固，电解池杯体有裂痕或者外界因素导致的气路系统有漏气的现象，最终导致空气进入系统的流量小，煤样燃烧生成的氧化硫不能全部与电解液发生滴定反应，数据结果异常。

2.3 净化装置及过滤器的影响因素

净化装置中的蓝色硅胶主要是用于对反应生成的气体和进入系统的空气进行干燥过滤，否则进入高温炉中的未进行干燥的空气中所含的水分与生成的二氧化硫或者三氧化硫反应生成其他物质影响检测结果，同时为了防止产生的废气中带有水分，在废气进行排放前要进行过滤。所以要及时观察硅胶的颜色，如果发现硅胶柱内的硅胶一半以上变色则及时进行更换，替换下的变色硅胶可以放入烤箱内烘烤直至恢复原色可以循环使用。在安装净化器时容易发生丝扣不紧固的情况，使得净化装置处于漏气的状态。过滤器中的脱脂棉需及时更换，否则脱脂棉过载造成失效，烟尘进入气路中造成堵塞，影响数据结果。

1 时，所测得的全硫量会偏低。

2.5 试样重量的影响因素

用万分位天平称取 50mg 试样，误差值在 ±0.2，试样量的多少直接影响检测结果，试样量每增加 1mg，全硫量增加 2% 的量，表 1 为增加试样量后所测得的含硫量的比较，所以试验证明煤炭的全硫量的重量直接影响全硫量。

表 1 增加试样量后含硫量比较

试样重量 (mg)	试样 1	试样 2	试样 3	试样 4
50 ± 0.2	1.06	1.26	0.72	0.39
50 ± 1 ± 0.2	1.09	1.28	0.73	0.40
增加百分数	2.7%	1.5%	1.3%	2.5%

2.6 设备超负荷运行的影响因素

大批量上样，导致现场综合分析试样骤增，设备运行时间长，气路系统中过滤棉效果降低，粉尘进入系统，导致设备的气路系统不畅，影响检测结果；或者由于设备运行时间过长，电解池中电解液 PH 值降低，碘化钾不能够完全吸

收硫化物,导致检测结果异常;又或者异径燃烧管燃烧温度长时间高温,温控装置异常而导致的检测结果异常。

2.7 瓷舟对于测硫仪的影响因素

瓷舟材质为素瓷或者刚玉制品,装样部分为 60mm,全自动测硫仪 820 型的瓷舟外径宽为 12mm,测硫仪 1200 型外径宽为 16mm,瓷舟过宽或过窄都会直接影响设备正常运行,瓷舟过宽导致 1200 全自动机械臂“过劲”使得瓷舟产生裂纹,瓷舟过窄导致全自动机械臂夹样力度不够,试样掉落,试验失败。测硫仪 820 型也存在此类问题,820 为链条式传动系统,瓷舟过宽容易发生传动架打翻瓷舟的问题,导致传动架与瓷舟“夹死”,试验失败。

3 改进措施

3.1 传动系统影响因素的改进措施

更改控制系统的指令,调整送样卡槽运行速度,为了改善电机控制系统的“送样卡槽位移运行参数”,在合理的速度上,送样卡槽位移运行参数过快,增加了卡槽运行速度,增加了卡槽打翻试样的概率,所以即使在工作任务较重的情况下,为了确保所以送样卡槽位移运行的效率,参数设定在合理的区间内^[2]。

考虑到行程参数“送样卡槽运行速度”在不同的“时间段”具有不同的特性,因此该冲突可以从“时间”上进行调节。1) 将系统设置中第一步进样时间更改为 4.8",驻留时间为 40";第二步进样时间更改为 5",驻留时间为 0";第三步进样时间更改为 5",驻留时间为 240";退样至炉口时间更改为 6.5",驻留时间为 5"。2) 调节样品瓷舟的放置位置,预先实验总结出,瓷舟与盛样盘及送样卡槽在空间有效区域的放置方位,使送样卡槽、盛样盘的运行时无触碰点,只在推送至石英舟过程时与送样卡槽相切,解决设备卡样问题。3) 设备运行前检查进样杆,进样杆过松或过紧会导致送样不到位,增加卡样风险。4) 设备运行前检查进样滑槽是否有异物,异物导致前进行程受阻,进样不到位,增加卡样风险。

3.2 气路系统及过滤系统影响因素的改进措施

使用前进行气密性检查,进入人工检测窗口,启动气泵,加紧过滤器进气口,检查流量计位置,是否在 250mL/min,如果在则气密性良好。同时检查过滤器、电解池及净化管是否漏气,如果漏气对硅胶净化器和电解池各个接口进行旋紧检查;其次对于过滤器,检查其硅胶的颜色,如果颜色有变化,则建议更换内部硅胶,同时对更换下的硅胶做干燥处理;长时间使用测硫仪要观察过滤棉的情况,发现过滤棉发黑或发乌时极易容易堵塞气道,在当前试样检测完毕后,暂停运行,更换过滤棉,不得在设备运行中进行更换,否则容易发生气路漏气导致的试验数据异常。

3.3 电解液使用的改进

领用电解液时,应对电解液的 PH 值进行预先检测,要求电解液的 PH 值在 1-3,电解液可以反复使用,当电解液的 PH 值小于 1 时,予以废弃。这是由于随着电解液酸度的

不断增加,光敏反应增强会额外生成 I 和 Br₂ 为非极性,导致硫的结果偏低,其次注意观察电解液的颜色,正常颜色为无色或淡黄色,颜色加重时说明其内部的碘量增加,需要重新配置或更换电解液,如果电解液颜色发白,检查电解池接头或者检查所连接的线路是否存在断线,或者电解液被污染,重新对电解池进行清洗,或者重新配置电解液,同时对所盛电解液的容器进行清洗或更换,对于电解池清洗注意选用 75° 以上的酒精对电解池中的电极片进行清洗,将电解池内部及电极片上的反应物擦拭干净,否则影响电解过程^[1]。最后需要注意的是电解池内搅拌转子的速度,转子的功能是将电解出的碘和溴得到充分的扩散,速度过快或者过慢都会影响电解效果。值得注意的是电解液的存放及使用温度不得低 15℃,如果在冬季操作室温度低于 15℃时,对测硫仪进行升温至 1150℃,同时开启电解池内搅拌装置,随炉温恒定 30min 以上再进行试样检测工作。

3.4 针对试样重量准确性的改进

针对试样重量超差的情况,严格按照标准进行称量,定期对电子天平进行送检,定期对电子天平进行校准,保证有标签有记录,对所检查数据有迹可循,保证称量的准确度;其次对煤及焦炭含硫量称量及结果进行数据备份,天平室设有电子监控设备,随时对称量的准确性进行监督检验。

3.5 针对操作过程及设备设施的改进

正规渠道引进合规瓷舟,瓷舟的质地影响瓷舟的使用寿命和工作效率,要求瓷舟具有耐高温的性质,瓷舟的宽度一致,否则极易发生瓷舟炸裂或者送样过程翻车的严重后果。称取试样必须为 50mg ± 0.2 的范围值内,否则由于试样量的增减导致所测硫的含量存在误差,不足以作为参考值使用。

4 效果

采取以上改进措施后,测硫仪运行得到了有效的改进,首先卡样问题次数得到了控制;其次因测硫仪送样杆发生指令异常,试样反复燃烧的问题得到了有效的控制;因电解液问题导致的数据偏离问题得到了有效改善;因气路问题的导致的数据异常得到了改善。

5 结论

测硫仪常见问题在于气路系统的气密性和电解液部分,通常人们会忽略这两部分,恰恰是这部分的忽略容易导致数据小范围偏离,操作者不易察觉。系统部分在严格控制操作者的操作过程后,一般不会发生系统指令性错误。

参考文献

- [1] 欧阳星星,任昀,肖克,等. 硫化物标准物质在线监测仪校准中的选择与优化研究[J]. 盐科学与化工,2025,54(5):32-36.
- [2] 孙磊,张学林,王以堃. 紫外荧光测硫仪标准物质制备和校准方法研究[J]. 计量与测试技术,2025,51(4):68-71,75.
- [3] 栾文娟,潘涛,张磊,等. 浅析库伦定硫仪煤中全硫测定值偏高的原因及解决办法[J]. 仪器仪表标准化与计量,2023(5):46-48.