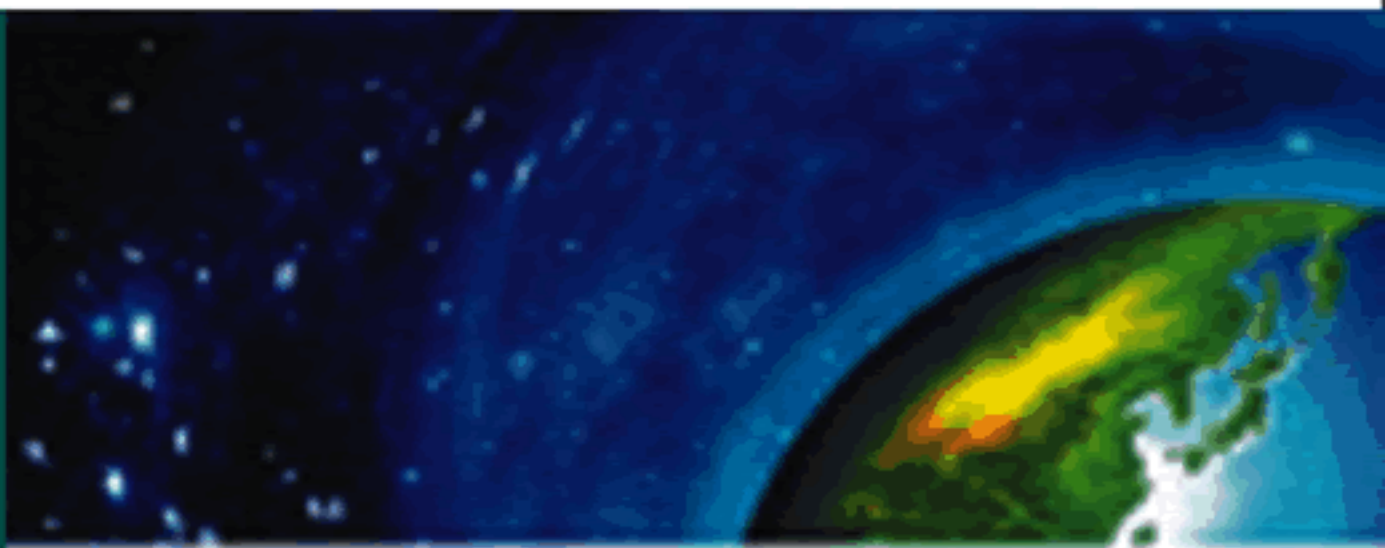


 豫制06000306号

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)

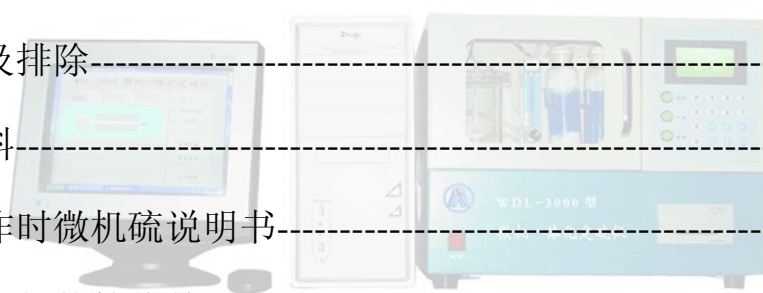


鹤壁市民生科技开发有限责任公司

MinSheng The development of Science and Technology co.,LTD

# 目 录


一、概述-----	2
二、特点-----	2
三、主要技术参数-----	3
四、基本工作原理-----	3
五、结构及组成示意-----	3
六、安装步骤-----	5
七、系统操作及窗口说明-----	6
八、实验步骤-----	12
九、常见故障及排除-----	13
十、试剂和材料-----	14
十一、脱机工作时微机硫说明书-----	16
十二、微机测硫仪装箱清单-----	21



## 一、概述

HDL-9W 微机定硫仪是依据库仑滴定法的原理（参见 GB/T 214），由单片机系统负责高温炉的升温控制，采集温度、测量结果的数据，并将数据传输给主控微机，由微机系统进行数据处理，显示炉温、测量结果、送样位置等信息，向单片机系统发送控制命令。当设备工作在脱机状态时，由单片机系统独立完成所有工作。

## 二、特点

1. 该系统用于测量煤、焦炭、石油等可燃物质的硫含量。
2. 整个测试过程由微机控制自动完成，也可脱离微机工作。
3. 实验过程中校正方便，直观。
4. 测量结果可长期保存，可查询、打印。
5. 系统工作温度 用户可通过软件在 600℃----1150℃之间选择设定（测煤时为 1050℃，测石油时用户可选择 800℃）。
6. 微机与单片机系统之间采用标准 RS232 串行接口，具有接线简单、传输可靠、传输距离远、故障率低等特点。
7. 单片机系统负责控制高温炉的温度控制、测量数据的采集，并将数据通过串行线传输给主控微机，由微机进行数据处理，与微机主程序的配合使系统整体性能有大幅度的提高。
8. 本系统将高温炉、磁力搅拌器、空气净化装置、电解池、自动送样机构、单片机控制线路合理地放置在同一机箱内，使整机系统美观、体积小、系统的放置与连接方便、系统的操作与日常维护简单等特点。

## 三、主要技术参数

1. 硫的测量范围： 0.01~40% 。

2. 载气流量： 1000ml/min 。
3. 测硫时间： 3—9min， 微机自动判断控制。
4. 升温速度： 20~45min。
5. 电源要求： 单相交流电压 220V 50Hz， 功率 2KW 。
6. 准确度： 符合国标 GB/T214-1996 。

#### 四、 基本工作原理

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， 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  $\text{H}_2\text{SO}_3$  和少量的  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ， 破坏了电解液的碘—碘化钾电对的电位平衡， 仪器检测电极检测到电压变化， 自动控制电路来电解碘化钾生成碘来氧化滴定电解产生的碘所耗用的电量， 由单片机系统内部积分、 记录数据， 将数据传输给主控微机， 由主机处理数据并显示结果。

#### 五、 结构及组成示意

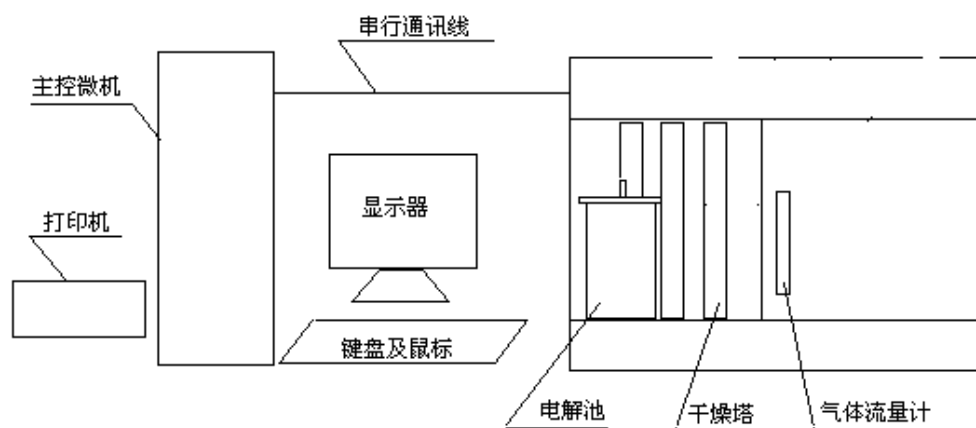


图 1 系统主要组成部分示意图

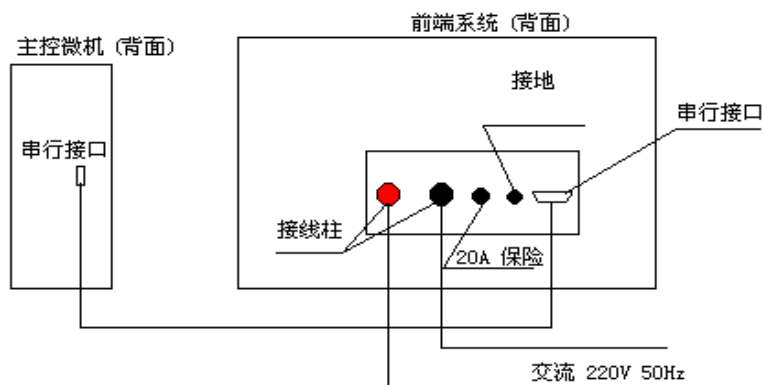


图 2 系统接线示意图

1. 主控微机：用于运行控制程序，提供人机交互界面，显示高温炉温度，测量结果，送样位置，等信息；根据用户操作发出各种命令来完成测量、数据查询、打印等功能。通过一根串行通讯线与单片机系统连接。
2. 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。
3. 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。
4. 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  $1 \times 1.5$  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  $0.5 \times 1$  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。
5. 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。

6. 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 3 所示：

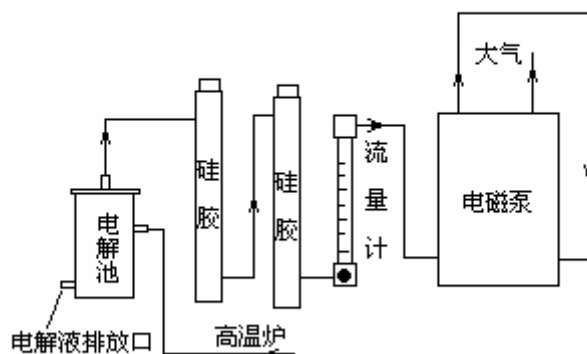
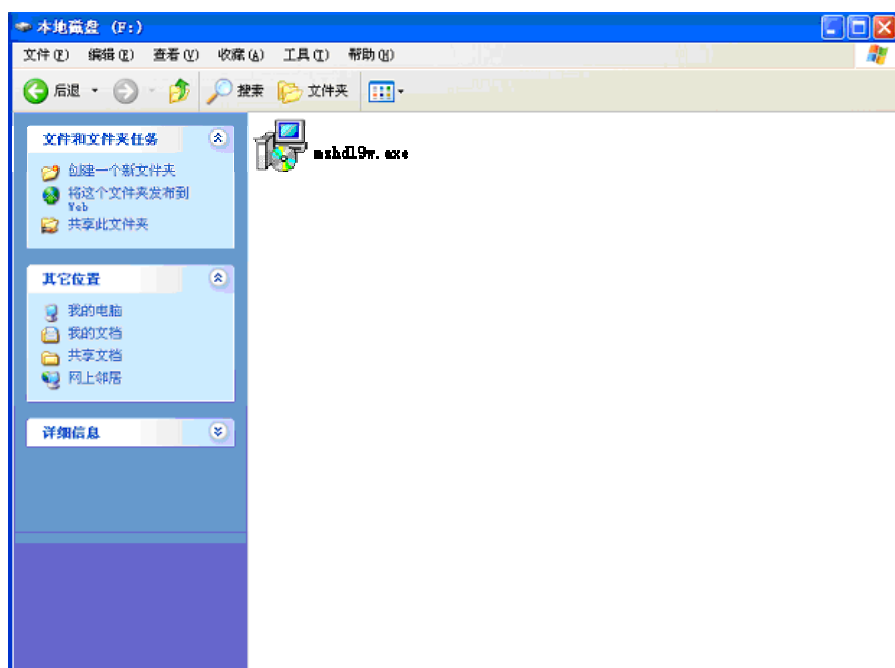


图 3 系统气路示意图

- 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 $\text{SO}_2$ ， $\text{SO}_3$ 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。

## 六、 安装步骤

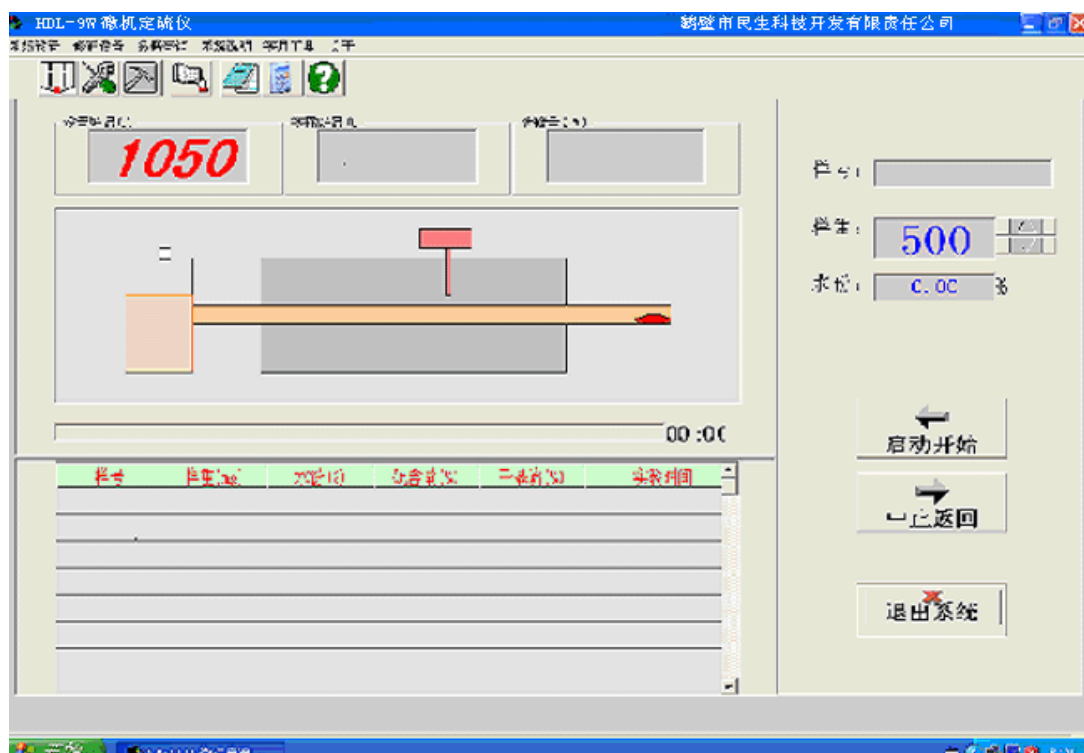
1. 硬件安装.将所带电缆线接至~220V 单相电源（电源线应大于 4 平方毫米），然后用串行通讯电缆与主控微机连接，（按系统接线示意图）
2. 软件安装，将程序光盘放进光驱，打开 G 盘，点击“mshdl9w.exe”图标，软件自动完成安装。



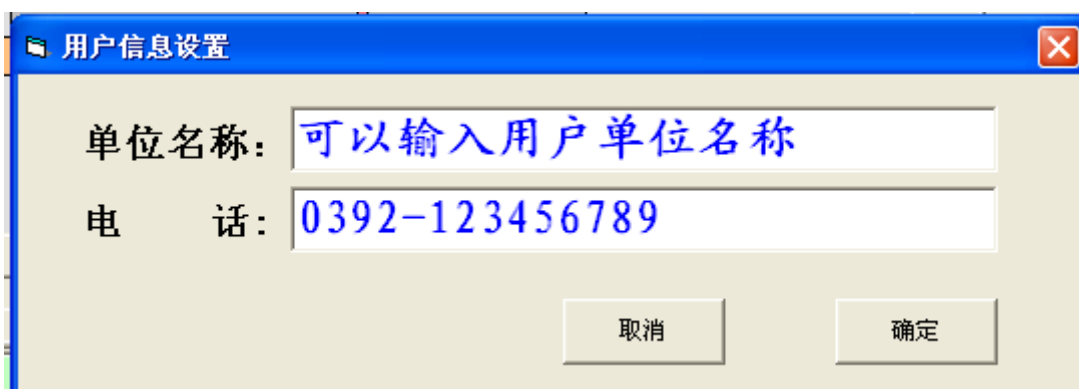
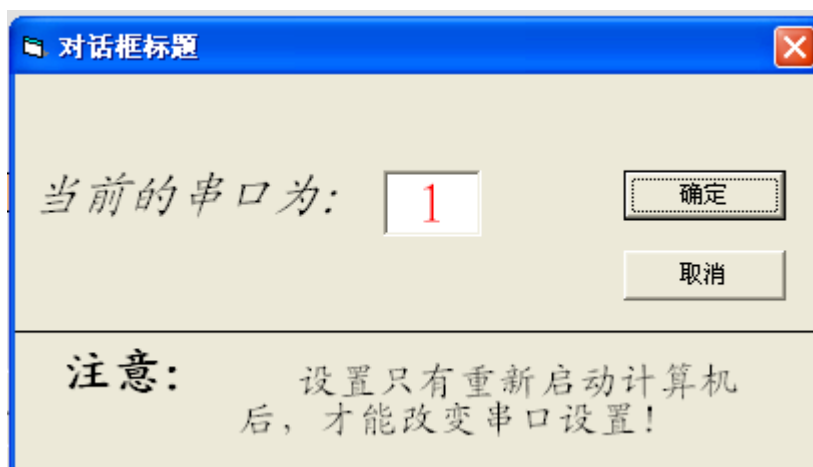
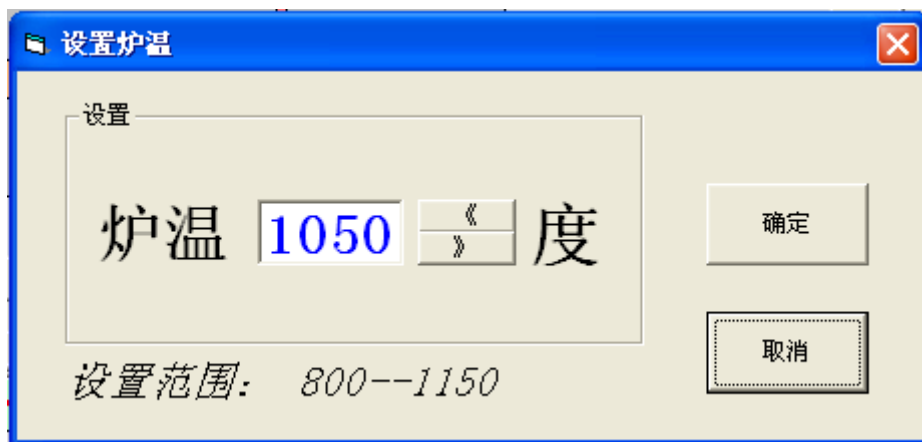
## 七、 系统操作及窗口说明

本系统软件运行于 windows 操作系统，支持多任务运行，人机交互，按键、鼠标操作，即学即用。

打开 HDL—9W 测硫仪电源，双击桌面“微机测硫仪”的快捷方式，即可进入微机测硫程序界面



1. 系统设置窗口，包括串口设置，用户信息设置和炉温设置，可以分别设置串口（com1-com4），用户信息和炉体设定温度



2. 修正设置窗口

包括整体系数修正和分段修正，整体系数修正用在试验结果（高硫，低硫）都偏高或者偏低时，分段修正用在某段硫值结果偏高或者偏低时



## 关于整体系数：

本仪器可通过微机程序修正被测硫的整体偏高或偏低。微机程序将库仑积分计数值乘以整体系数，从而达到整体修改做硫结果的整体偏高或偏低的效果。


如何计算整体系数？

### a) 公式

$$\text{新整体系数} = \text{旧整体系数} + \frac{\text{标样值} - \text{实际值}}{\text{实际值}}$$

### b) 举例：

仪器当前的整体系数  $K=1.00$ ，做一标样值为 1.41 的硫，结果却为 1.35 左右时，可通过修改整体系数  $K$ ，达到结果偏高接近标样值的效果：


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

结果：只要将仪器当前的整体系数修改为新的整体系数  $K=1.04$ ，点击“记忆”按钮就能使实验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，从而达到修改该段测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。

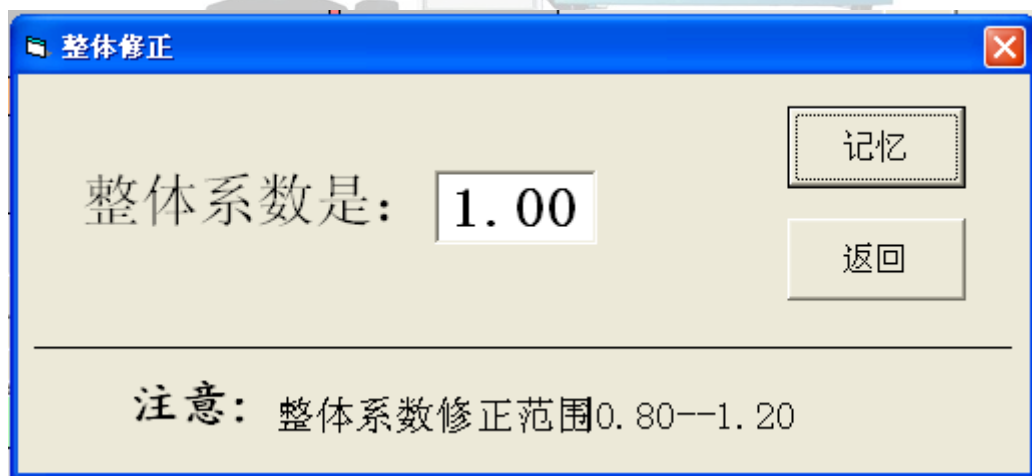
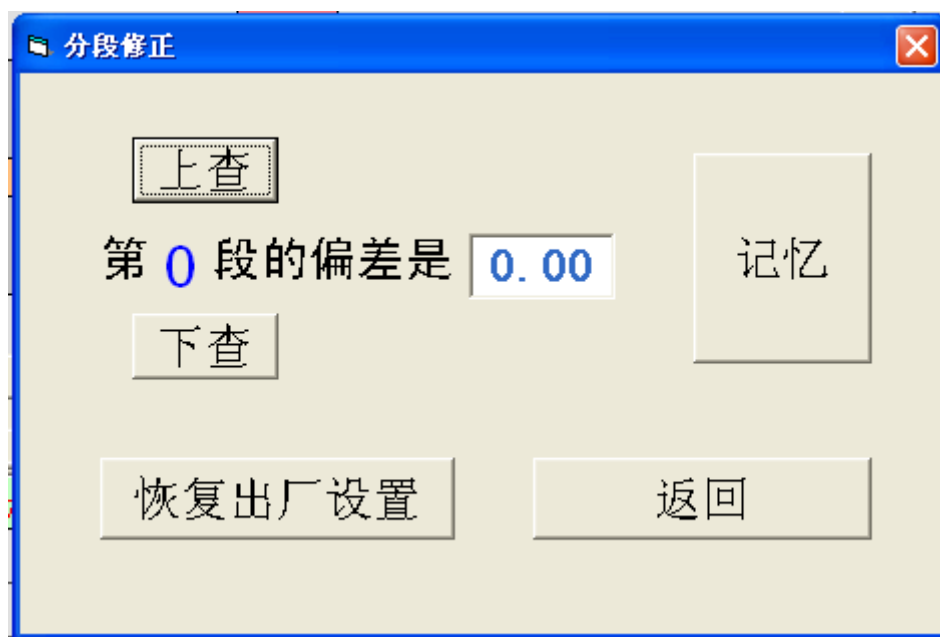
修改方法：在“分段修正”窗口输入某段偏差值，点击“记忆”按钮。

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

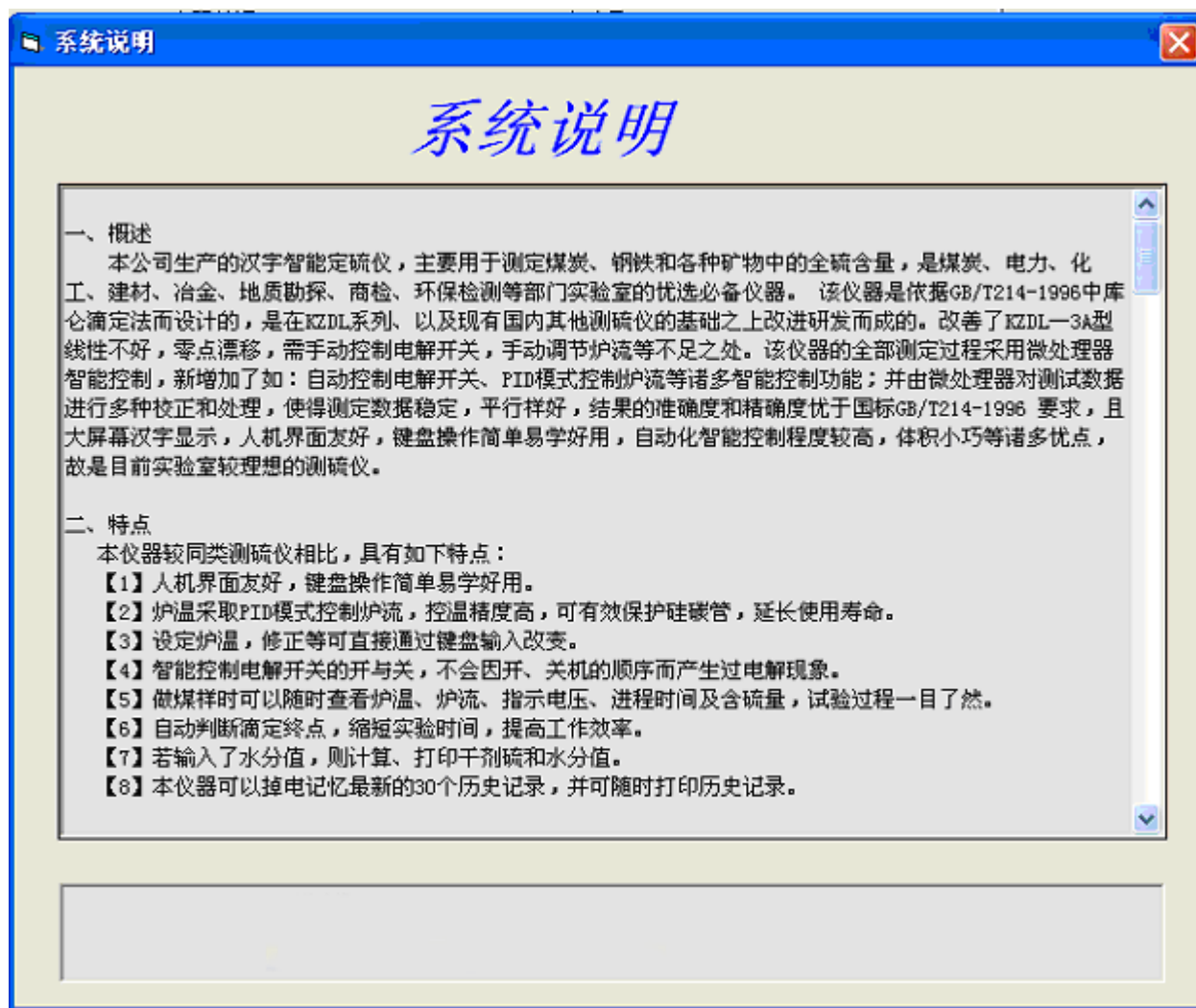
.....



### 3. 数据查询窗口

可以查看历史数据及数据的整理和数据打印



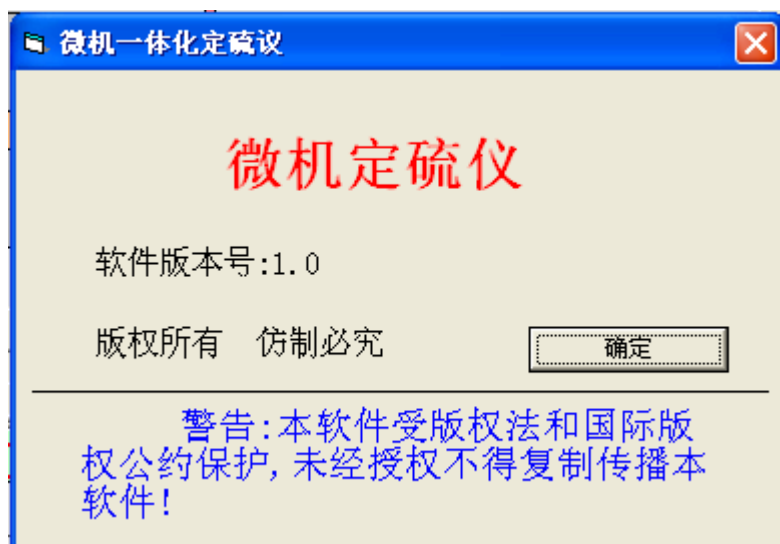


### 5. 实用工具窗口

包括计算器和记事本，方便用户在实验过程中对一些事情的处理

### 6. 关于窗口

对我公司微机测硫仪 HDL-9W 软件保护的声明，及软件版本号。



## 7. 快捷方式栏

是上面介绍窗口的快捷方式，点击图标可以直接进入相应的界面



## 八、 实验步骤

1. 打开主机电源，点击微机桌面“HDL-9W”图标，进入 HDL-9W 测硫仪界面，温度自动向设定温度升温。
2. 温度升到设定温度期间，打开气泵，检查气密性，调节气流量到 1.0 左右，关闭两通阀，将配置好的电解液吸入电解池内，打开搅拌，打开电解。
3. 在“用户信息设置”里输入相关信息，先做 1-2 个废样（平衡电解液）。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，输入煤样重量，按“启动开始”按钮，机器自动送样，实验过程由微机自动控制，实验结束后，打印机将打印出结果，等测出含硫值不为零时就可以做正式煤样
4. 把待测试样在瓷舟内用天平称重（称至  $50\text{mg} \pm 0.5\text{mg}$ ），上面覆盖一层三氧化钨，将瓷舟放入石英舟上，输入样号，煤样重量和水分值，按“启

动开始”按钮，机器自动送样，实验过程由微机自动控制，实验结束后，打印机将打印出结果。

5. 试验最好连续进行，如中间间隔时间较长（超过 10 分钟），在正式试验前需加烧一个废样。
6. 试验完毕，应先关闭气泵、搅拌，电解，再关闭电源开关，退出微机测硫仪程序。

## 九、 常见故障及排除

### 【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。



### 【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、A. 温度一直显示 1999℃，表示热电偶电路未通或其内部断路。  
B. 温度一直不增加，但有加热电流，则表示热电偶接反。  
C. 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，表示保险管坏，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 7~8 Ω，推荐选购本公司

原厂配件。

## 【5】送样机构

为配合送样机的故障判断，该仪器主板上提供了 4 个指示灯，具体故障时可根据指示灯的情况判断故障部位。



- 1: 马达前进时，该指示灯应亮。
- 2: 马达后退时，该指示灯应亮。
- 3: 送样机构在 500℃ 处，或 1050℃ 停留时，该指示灯应亮。
- 4: 送样机构在原始位置时，该指示灯应亮。

## 十、试剂和材料

- 1、三氧化钨（HG10-1129）
- 2、变色硅胶：工业品
- 3、碘化钾（GB/T1272）
- 4、溴化钾（GB/T649）
- 5、冰乙酸（GB/T676）
- 6、蒸馏水

## 附

### 1、关于电解液的配制

称取 5 克碘化钾，5 克溴化钾，溶于 250 毫升蒸馏水中，然后加 10 毫升冰乙酸即可。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。电解液的 PH 值在 1-3 时，可以使用，但 PH 值小于 1 时，应重新配制电解液。

## 2、关于煤样的制备

在试样称量前，应尽可能的将试样瓶内的试样混和均匀，最好用手捏住带盖的试样瓶上方，手腕自上而下的做圆周运动，切勿上下摇动试样瓶。或打开瓶盖用称样勺搅拌试样。试样充分混和是确保结果精确和准确的关键。





# 脱机工作时微机硫说明书

## 一、键盘操作说明及使用方法

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 ← ↑ ↓ →，1 个确认键【OK】，1 个返回键【C】。

键盘如下图所示：

0	1	2	3
4	5	6	7
8	←	↑	→
9	C	↓	OK

### （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. ← ↑ ↓ → 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：

*1050 ℃	42mV	12:30
待机：	样号：001	
温控	样重：50.0 mg	
→ 做样	硫重：0.000mg	
记录	含硫：00.000%	

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状态。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↑↓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。

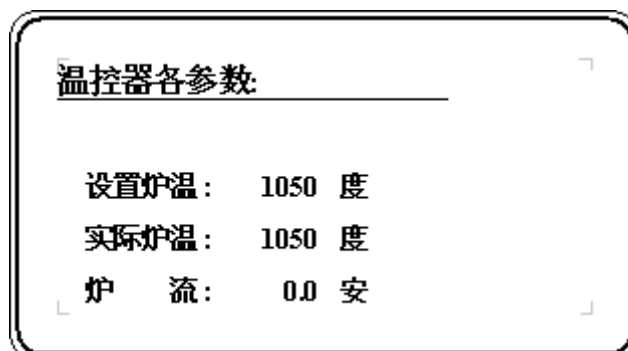
正常作样画面如下：



如中止实验请按C键。

(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。

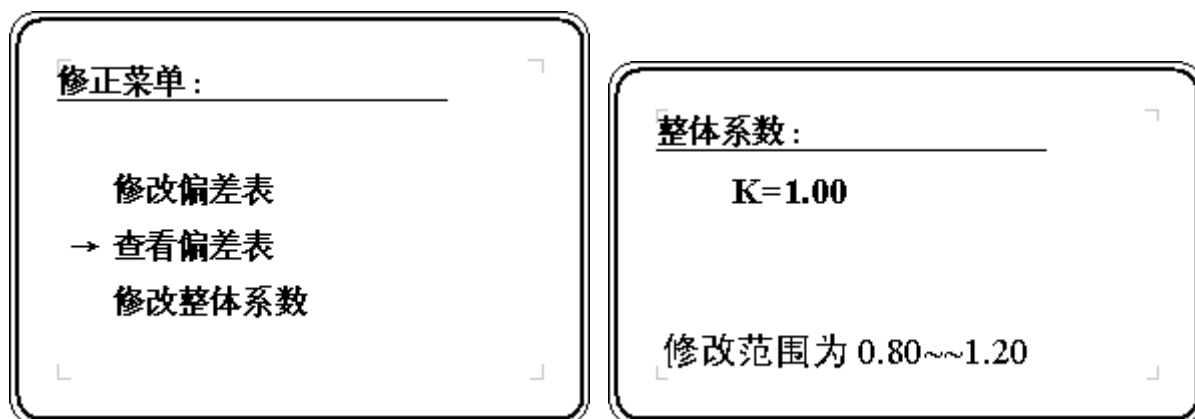


(3) 当光标指向记录键，按OK键可看到上次实验内容，按↑↓键可查看最近的30个实验内容。按OK键可打印该记录。

(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。



(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，则按 C 键返回。



关于整体系数:

本仪器可通过面板修正被测硫的整体偏高或偏低。单片机程序将库仑积分计数值乘以整体系数，从而达到整体修改做硫结果的整体偏高或偏低的效果。若整体系数  $K=1.00$  时，将不改变计数值，结果值等于计数值。

若整体系数  $K < 1.00$  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。

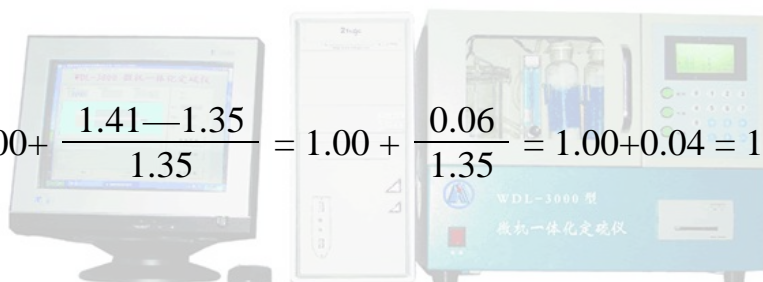
如何计算整体系数？

1: 公式:

$$\text{新整体系数} = \text{旧整体系数} + \frac{\text{标样值} - \text{实际值}}{\text{实际值}}$$

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,可通过修改整体系数  $K$ ,达到结果偏高接近标样值的效果:

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



结果: 只要将仪器当前的整体系数修改为新的整体系数  $K = 1.04$ ，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

.....

实验步骤:

**【1】** 接通电源, 燃烧炉自动升温到设定温度处并恒温。

**【2】** 加装电解液。在试验之前, 须先打开气泵、搅拌器、电解。流量计指示应在 0.8~1.2 之间, 一般为 1.0。

**【3】** 置入三位数的样重为 0.00, 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。

若送样机构有问题, 具体排除详见《常见故障的排除》章节。

**【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。在试验之前, 须先打开气泵、搅拌器、电解开关, 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。

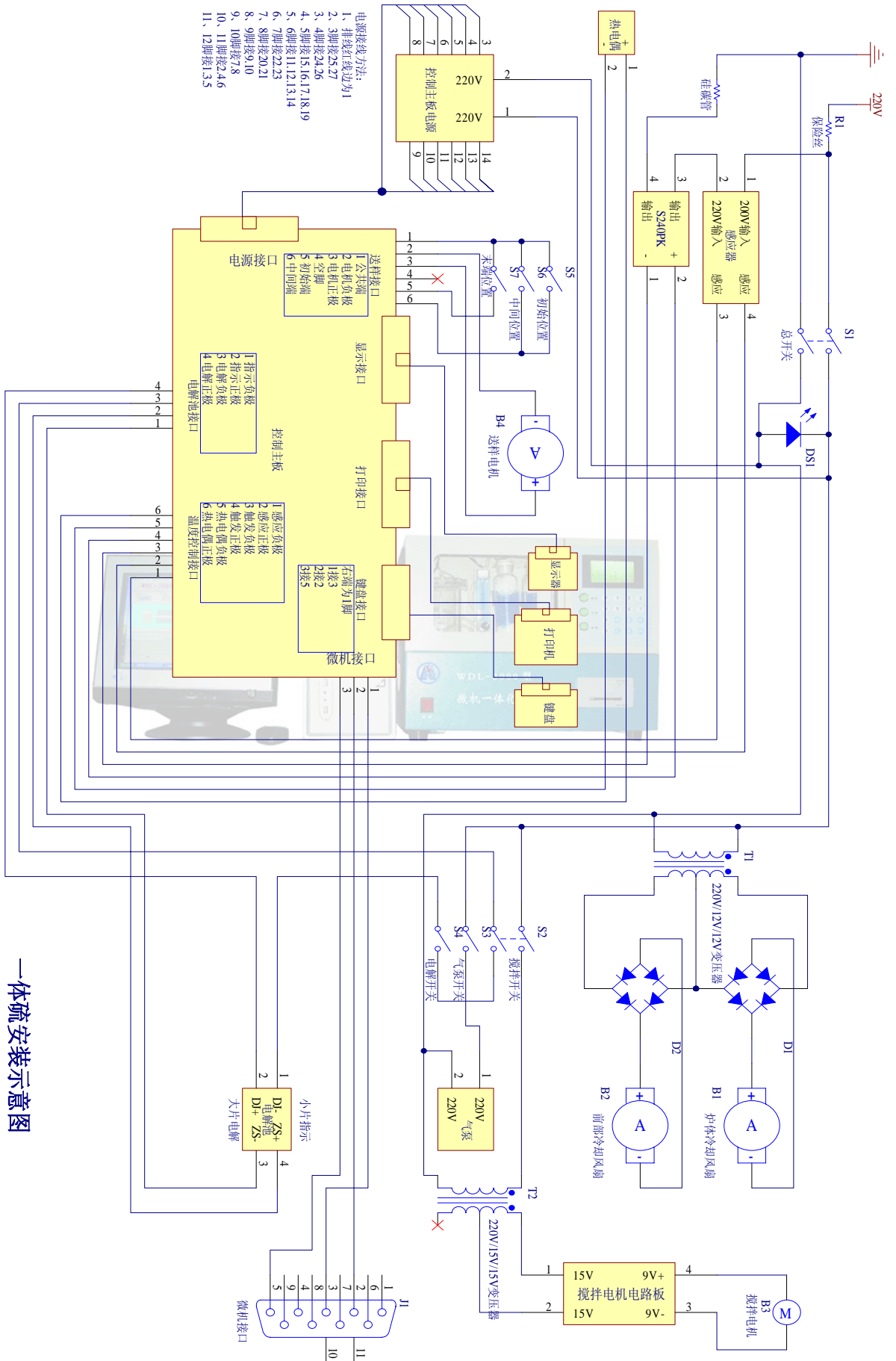
**【8】** 试验完后，应先关闭气泵、搅拌器，电解，再关闭电源开关。若长期不用需放出电解液，并用蒸馏水把电解池清洗干净




# HDL-9W 微机测硫仪装箱清单

0、微机与打印机	1 套
1. 微机测硫仪主机	1 台
2. 电解池	1 个
3. 硅碳管	1 根
4. 石英异径管	2 根
5. 搅拌棒	1 支
6. 送样棒	1 根
7. 两通阀	1 个
8. 热电偶	1 支
9. 硅胶管	1.2 米
10. 乳胶管	2 米
11. 瓷舟	10 个
12. 石英舟	2 个
13. 电源线	2*1.5 米
14. 通信电缆 (标准 RS232)	1 根
15. 保险管 (20A)	2 支
16. 保险管 (2A)	2 支
17. 电解池密封圈	2 个
18. 000 号胶塞	2 个
19. 合格证	1 份
20. 装箱单	1 份
21. 使用说明书	1 份
22. HDL-9W 微机测硫仪软件 (光盘)	1 份
26.打印纸	2 卷









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



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

邮编：458030