

# 探讨煤中全硫测定的准确度提升路径

张丽婷 (山西地宝能源有限公司, 山西 太原 030045)

**摘要:** 现阶段, 随着国家发展水平不断进步, 国家对各个行业发展都提出了更高要求。煤炭行业在提升国家经济发展水平, 促使国家实现高质量发展过程中占据着相当关键的地位。高质量发展不仅对产品数量提出了一定要求, 而且对于产品质量也提出了新要求。煤炭检测机器在当下煤炭质量检测中发挥着十分重要的作用, 全硫测定是检测煤炭质量的重要环节。本文将围绕“煤中全硫测定的准确度提升路径”这一话题进行研究和探讨。

**关键词:** 煤; 全硫测定; 准确度; 提升路径

**Abstract:** At present, with the continuous progress of the national development level, the state has put forward higher requirements for the development of various industries. The coal industry plays a key role in improving the level of national economic development and promoting the country to achieve high-quality development. High quality development not only puts forward certain requirements for product quantity, but also puts forward new requirements for product quality. Coal detection machine plays a very important role in the current coal quality detection, and total sulfur determination is an important part of coal quality detection. This paper will focus on the topic of "the accuracy improvement path of total sulfur determination in coal".

**Key words:** coal; determination of total sulfur; accuracy; promotion path

## 0 引言

硫物质是煤中一种有害物质, 人类使用煤炭的主要方式主要是燃烧, 燃烧煤炭的时候, 如果煤中硫物质含量过多会产生过多有害气体, 进而对煤炭安全生产以及使用产生负面影响。因此, 进行煤中全硫测定, 提高煤中全硫测定的准确度有一定的现实意义, 煤炭企业要更好的发展, 必须要提高对煤中全硫测定的重视程度。

## 1 煤中全硫测定的准确度提升的重要性

随着市场不断发生变化, 用户对煤炭产品硫分含量要求越发严格。质量好的煤炭产品不仅需要兼具灰分低以及发热量高的优点, 而且其硫含量的也需要达到规定标准。煤中如果含硫量过高, 在燃烧之后会产生大量有害气体, 这些气体不仅会危害煤的炼焦、气化以及燃烧, 还会导致空气污染出现, 并腐蚀锅炉管道。因此提高煤的全硫检验准确度非常重要, 准确度提升不仅可以让用户买到质量更高的煤, 还能够有效减少大气污染, 兼具经济效益以及社会效益。全硫测定的准确度, 直接影响煤炭企业煤炭产品的销售成果, 与煤炭企市场以及价格定位息息相关。

煤炭质量在一定程度上是其转化为能源的效率与使用安全性的体现, 煤中全硫测定就是检测煤炭质量的重要方法。影响煤炭价值的因素有很多, 硫含量的高低属于质量判定的重要因素。通常情况下, 质量较高的煤炭资源的含硫量较低, 但是其发热量相对较高。煤中全硫测定是检测煤中含硫量多少的主要判定方法, 因此煤炭企业必须提高煤中全硫测定的准确性。只有确保煤中全硫测定的准确性达到规定标准, 煤炭资源合理运用的目标才能够实现, 煤炭行业整体精细化发展水平才能够不断提升, 煤炭资源的安全性才能够达到行业发展要求。

现阶段国家对环境保护以及节能减排重视程度不断提高, 煤炭行业与环境发展息息相关, 含硫量过高的煤

炭在使用中污染严重的问题受到社会各界的关注煤炭企业要更好的发展, 必须加大资金投入以及科研力度, 最大程度提高煤中全硫测定的准确度, 确保煤中含硫量能够被控制在一定水平, 确保绿色发展目标能够早日实现。

## 2 煤中全硫测定方式

当下测定煤中全硫的方法有很多, 煤炭企业经常用到的方法有艾士卡法、库伦滴定法、高温燃烧中和法以及红外光谱法。艾士卡法是煤中硫测定的仲裁法。本文将对这四种方法逐一进行阐述:

### 2.1 库伦滴定法

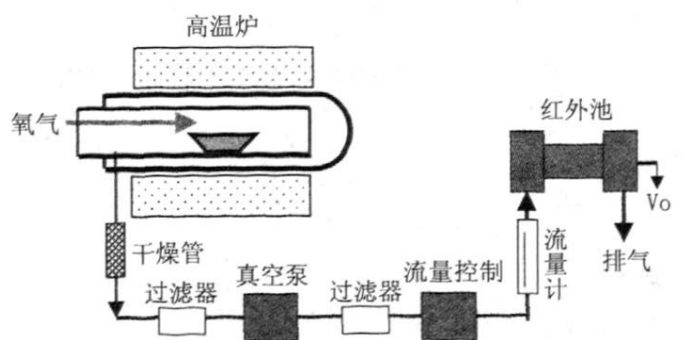


图 1

库伦滴定法的适用对象为烟煤、褐煤、焦炭等, 燃烧载气是空气。库伦滴定法相对来讲自动化程度比其他方法高, 工作人员进行操作也比较简单, 测定时间比较短, 测试结果的准确度较高。具体库伦滴定法的应用原理是煤样与催化发生作用, 气体在空气中燃烧使得硫氧化物生成, 碘化钾溶液吸收了二氧化硫之后, 对碘化钾溶液电解后产生的碘进行滴定, 煤中全硫的测定结果是依照电解所消耗的电量。但是这种方法相较于其他方法来讲成本较高, 很多大型煤炭企业会使用这种方法进行煤中全硫测定, 但是很多中小型企业因为技术以及成本限制不会选择这种方法, 所以实际市场中这种方法被用

到的次数并不是非常多。具体检测结果如图 1 所示。

库仑滴定法测硫仪由燃烧管、电解池以及净化系统三部分组成。相关人员要进行检测工作，第一步需要将电解池取下来，将电解池抽气管和烧结玻璃熔版利用乳胶管连起来，同时注水到电解池里，水量到池水满为止，之后将加液阀门关闭，然后将电解池的放液阀门关上。

这个过程中，电解池内液面如果不出现下降的情况，则意味着电解池不漏气。之后相关人员需要经过检查，将确定不漏气的电解池装入测定系统之中，并打开电磁泵，将其调整到规定流量，同时将燃烧管和电解池之间的琉璃活塞关闭，如果气流量转子降低，则同样意味着电解池的净化系统并未漏气，最后相关人员需要打开电磁泵，将其调到规定流量，并将燃烧管开口端塞住，气流量计的转子如果在这时候，则可以证明燃烧管没有任何问题。

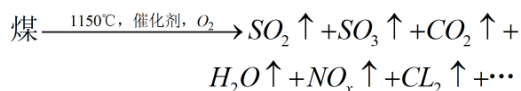
搅拌转子的转速：如果搅拌转子的转速搅拌太快，会出现转子失步的情况，严重的会导致转子在电解池中乱跳，铂电极片会使得其变形，出现极片间距减少和不平行的情况，对电解正常运行造成影响。为了方便一些，有的工作人员会特意放慢搅拌速度，搅拌速度太慢，则意味着电解出的碘会扩散，电解池中的成分在这个过程中也不能被吸收，对测定结果造成影响。因此，在搅拌转子不失步的前提下，搅拌速度需要稍微快一些。同时工作人员要特别注意，在试验之前就要调整好速度，测试过程中最好不要改变，避免测定结果因此出现偏差。

煤的燃烧温度：煤燃烧在进行分解的时候，高温炉中的炉膛实际温度与屏幕显示值是否相同也会对测定结果的准确性造成影响。炉温比示值低，则证明煤样燃烧不安全，测定结果相对来说也会偏低。炉温太高，测硫仪的硅碳管的寿命则会减少。因此工作人员需要对仪器的热电偶以及仪器的热电偶系数值准确性定期进行检查。

煤样代表性：因为煤的粒度和化学并不均匀，因此在样品粒度大小不均匀的时候，测定结果也会出现问题。因此工作人员在制取分析样品的时候，需要充分研磨过筛，确保煤的均匀性。

要保证库仑滴定法测定煤中全硫的准确性，相关人员要做好以下几方面工作：第一点，相关人员要保证系统的气密性；第二点，相关人员需要选择合适的转子搅拌速度；第三点，相关人员需要对燃烧炉热电偶示值进行校准，在进行制样的时候，必须要做好研磨试样工作，这样是为了提升煤的粒度和化学组成的均匀性；第四点，当电解液 pH 值比 1 还小的时候要马上进行更换；第五点，相关人员在发现烧结玻璃板和玻璃管道中出现沉积物的时候，要马上进行清洗。

影响库仑滴定法测定煤中全硫的准确性的因素有很多，其中最重要的影响因素是系统气密性，这一因素在测定过程中的重要性能够通过法拉第电解定律展现出来：



计算公式：

$$\text{St.ad}(\%) = \frac{C \times 16 \times 100}{96500 \times G}$$

式中：

St.ad (%) - 空干基的全硫；

C- 毫库仑电量 = 电流 (mA) × 时间 (S)；

16- 物质的摩尔质量；

96500- 法拉第常数；

G- 试样重量 (mg)。

## 2.2 艾士卡法

艾士卡法主要适用于烟煤以及褐煤等煤，空气是其燃烧载体。上文已经提到过，艾士卡法是煤中全硫测定的仲裁法，这种方法相较于其他方法来讲准确性较高、还可以多次重复进行检测，但是任何一种检测方法都不可能是完美的，艾士卡法也不例外，艾士卡法的缺点是这种方法的测试的步骤复杂，分析周期很长，很多干扰因素都会对测试结果产生影响，且人力基本上无法控制这些因素。艾士卡法的应用原理是混合灼烧煤样以及试剂。

## 2.3 高温燃烧中和法

高温燃烧中和法与艾士卡法适用对象基本相同，这两种方法都主要适用于烟煤、褐煤以及焦炭等煤，高温燃烧中和法比艾士卡法相比较，其测定速度会更快，相应的其测定效率也会更高，高温燃烧中和法成本相较于其他测定方法也比较低。与艾士卡法不同，高温燃烧中和法的载气是氧气，因此高温燃烧中和法的测定结果并不是非常准确，比较明显的就是其低硫煤样测定结果比较高，高硫煤样测定结果比较低，高温燃烧中和法的应用原理是使用催化剂将煤样放在氧气中，在燃烧过程中促使煤中硫化物产出氧化物，被过氧化氢溶液吸收这些物质最后变成硫酸，工作人员依照消耗的氢氧化钠标准溶液的数量对煤中全硫的含量进行测定和分析。

## 2.4 红外光谱法

红外光谱法是近些年出现的一种新型煤中全硫测定方法，这种方法适用于试样量比较大的情况，红外光谱法的准确性高、效率高，同时测定时间也非常短，是一种相当优秀的煤中含硫量测定方法。这种方法适用的对象以及载体与高温燃烧中和法完全相同，燃烧载气都是氧气。红外光谱法的应用原理是高温环境中煤样会被氧气燃烧分解，温度有固定标准。燃烧气流里的颗粒以及水蒸汽依次会被由璃棉以及高氯酸镁盐吸附，滤除结束之后工作人员会将气体送往红外检测池进行测定，定量的标准主要依靠朗伯比尔定律。

## 3 煤中全硫测定的准确度提升路径

### 3.1 确保煤中全硫测定溶液配制的正确性

确保煤中全硫测定溶液配制的正确性指的是配制电

解溶液, 电解溶液会影响煤中全硫测定的准确性。因此相关人员在配置电解溶液的过程中, 需要特别注意配置方法的正确性, 严格把控溶液的量。工作人员只有确保溶液配制量的准确性, 才能保证试验中各类反应能够充分发生, 继而确保煤中全硫测定的准确性。

### 3.2 做好煤中全硫测定的仪器设备的日常维护工作

提升煤中全硫测定准确度, 工作人员必须提高对测硫仪在内的仪器设备维护保养的重视程度, 测硫仪等仪器设备如果能够正常运行, 则煤中全硫测定的准确度一定会提高。当下随着科学技术不断进步, 类似于测硫仪仪器设备的自动化水平相较于从前出现了大幅度提升, 仪器更为精细以及准确, 但仪器养护的要求相对来讲也会更高。煤炭企业要确保煤中全硫测定的准确度, 必须重视仪器的日常养护, 在仪器出现问题的时候及时进行维修, 保证仪器能够正常运转(图2)。



图2 煤中全硫测定设备图

### 3.3 对煤中全硫测定的试样品质进行控制

煤中全硫测定的结果以煤炭试样为载体, 煤炭企业要提高煤中全硫测定的准确度, 必须提升煤炭试样品质。煤炭企业在对煤中全硫测定的试样质量进行控制的时候, 需要确保煤炭试样的粒度不超过0.2mm, 这一点是为了保证煤炭试样可以充分燃烧。在控制煤中全硫测定的试样质量之外, 工作人员还需要控制废样, 因为废样质量的好坏会对电解液的激活程度产生影响, 继而决定测硫仪的调校效果。

### 3.4 对煤中全硫测定的搅拌速度进行调节

对煤中全硫测定的搅拌速度进行调节, 防止搅拌速度过快或是过慢的情况发生也是煤中全硫测定的准确度提升的主要路径之一, 搅拌速度过快, 搅拌转子可能会失控, 导致混乱移动的问题出现, 破坏电解池。但是搅拌的速度过慢, 尽管能够节省时间, 但是会导致电解碘的扩散速度减慢, 使得煤炭燃烧散发的硫化物无法完全吸收, 因此不管是过快还是过慢都不能达到煤中全硫测定的准确度标准。因此, 工作人员需要对煤中全硫测定的搅拌速度进行调节, 以便确保煤中全硫测定的准确度。

### 3.5 做好煤中全硫测定的细节控制

煤中全硫测定的细节包括煤炭的燃烧温度、流量器气流量以及三氧化钨覆盖情况等。煤炭在燃烧过程中, 工作人员需要保证具体的炉内温度和屏显温度保持相

同, 炉温比屏显温度低意味着燃烧并不充分。炉温高于屏显温度, 会损害测硫仪。因此工作人员要确保流量器气流量在1000mL/min, 比这一标准低, 煤炭燃烧会不够充分, 比这一标准高, 气流不可以被电解池吸收。工作人员需要在煤样上均匀涂抹三氧化钨, 确保三氧化钨的能够被完全吸收, 这是确保煤样能够充分燃烧的重点。控制煤中全硫测定细节部分, 完成相应工作, 目的是为了保证煤样可以充分燃烧, 继而提高煤中全硫测定的准确性。

## 4 结语

随着科学技术不断发展, 国内很多煤企业都用上了先进的煤质检测设备。将这些设备用在煤中全硫测定中, 能够大大提高煤中全硫测定的准确度。煤炭资源在我国发展过程中发挥着相当重要的作用, 煤炭企业提高煤中全硫测定的能力, 进而促使煤中全硫测定准确度能够不断提升, 在一定程度上能够促进煤炭生产水平不断进步, 确保煤炭使用的安全性, 促使煤炭行业能够更好的进步以及发展。

### 参考文献:

- [1] 杨金凤, 刘博文, 陈成晟, 等. 煤中全硫测定过程中内部质量控制样品的研制[J]. 质量与安全检验检测, 2020, 32(12):151-152.
- [2] 邓运泉, 刘增辉. 库仑滴定法测定煤中全硫的不确定度评定[J]. 广东化工, 2019, 46(11):186-187.
- [3] 陈旭鑫, 李子琪, 骆丁玲, 张润元, 姚志湘, 张锴. 基于能量色散型X射线荧光光谱法煤中全硫含量的测定[J]. 煤炭学报, 2020, 10(23):143-144.
- [4] 姜英, 罗隽飞, 张国光. 一种煤中全硫智能检测装置及煤质检测系统:CN109270242A[P]. 2019.
- [5] 王建, 殷志源, 吕嘉栋, 等. 采用精密度法评估煤中全硫测定结果不确定度[J]. 煤质技术, 2020, 11(01):111-113.
- [6] 祁大鹏, 李链钰. 进厂煤采样, 制样及全自动化验应用中的问题探讨[J]. 冶金管理, 2020(23):12(13):132-133.
- [7] 周桂海. 高温裂解燃烧-紫外荧光法测定焦炉煤气中全硫含量[J]. 理化检验: 化学分册, 2019, 45(19):166-167.
- [8] 吕嘉栋, 章靖, 王建, 李德文, 王思里, 等. 红外光谱法和库仑滴定法测定全硫的方法比较[J]. 煤质技术, 2021, 11(15):158-159.
- [9] 韩丽丽, 黄云秋, 王武哲. 浅谈提高煤中全硫测定的准确度[J]. 煤质技术, 2013(2):2.
- [10] 郭育新. 如何提高煤中全硫测定的准确度[J]. 化工管理, 2015(35):1.
- [11] 侯美桃. 探讨煤中全硫测定的准确度提升路径[J]. 化工管理, 2020(29):2.
- [12] 张国华, 夏琳, 林培娟, 等. 提高煤中全硫测定的准确度探讨与应用[J]. 百科论坛电子杂志, 2018(22).

### 作者简介:

张丽婷(1989-), 女, 山西芮城人, 本科, 工程师, 研究方向: 矿物加工煤质分析。