

煤中硫分测定的误差来源分析及化验方法优化

乔伟

国家能源集团煤焦化有限责任公司西来峰分公司, 中国·内蒙古 乌海 016000

摘要: 随着我国煤矿业的迅速发展, 煤中硫分的准确测定对于煤质评价、燃烧过程控制以及环境污染排放管理具有极其重要的指导意义。硫分含量直接关系到煤燃烧时产生的二氧化硫量, 从而影响锅炉运行效率和烟气治理措施的制定。然而, 在实际测定过程中, 由于样品采集、粉碎、保存等环节的处理不当, 以及化学反应条件控制不精确、仪器操作和校准不规范等因素, 往往会引入多种潜在误差, 导致测定结果出现偏差。本文将对煤中硫分测定的主要误差来源进行系统分析, 并结合当前常用的化验方法, 提出科学、可操作的优化措施, 旨在提高测定结果的准确性、可靠性及重复性, 为煤质分析和环境管理提供有力的数据支持。

关键词: 煤; 硫分测定; 误差来源; 化验方法; 优化

Analysis of Error Sources and Optimization of Analytical Methods for Determination of Sulfur Content in Coal

Qiao Wei

National Energy Group Coal Coking Co., Ltd., Xilailong Branch, Inner Mongolia Wuhai 016000

Abstract: With the rapid development of China's coal mining industry, accurate determination of sulfur content in coal has extremely important guiding significance for coal quality evaluation, combustion process control, and environmental pollution emission management. The sulfur content is directly related to the amount of sulfur dioxide produced during coal combustion, thereby affecting the efficiency of boiler operation and the formulation of flue gas treatment measures. However, in the actual measurement process, various potential errors are often introduced due to improper handling of sample collection, crushing, and storage, as well as inaccurate control of chemical reaction conditions and non-standard instrument operation and calibration, leading to deviations in the measurement results. This article will systematically analyze the main sources of error in the determination of sulfur content in coal, and propose scientific and operable optimization measures based on commonly used laboratory methods. The aim is to improve the accuracy, reliability, and repeatability of the determination results, and provide strong data support for coal quality analysis and environmental management.

Keywords: Coal; Sulfur content determination; Error sources; Assay method; Optimization

0 引言

煤质检测在煤炭安全开采过程中起到了有效的保障作用, 同时也能提升煤炭开采的安全性和高效性。在进行煤质检测操作时, 由于对相关技术人员的技术要求较高, 同时煤质检测还会受到多方因素的影响, 从而导致检测结果的准确性降低。企业要对煤质检测过程中出现的问题采取合理的解决方法, 严格遵守煤质检测中各类指标的标准, 提高煤质检测人员的专业素养, 从而提升煤炭公司在生产过程中的安全性。本文全面分析硫分测定误差的源头, 在实验规划、操作步骤和方法改进上实施有效方法, 对增强测定的精确程度、确保煤质分析的科学性以及助力环境保护有着关键的实践价值。

1 煤炭的概述

煤炭, 简称煤, 是远古植物的遗骸埋在与空气隔绝的地层下, 并经过地壳产生的压力和温度的作用, 而产生的碳化化石矿物。煤炭是十八世纪以来人类世界使用的主要能源之一, 目前主要被人类开采作为燃料使用。煤炭对于现代化工业来说, 无论是在重工业, 还是轻工业; 甚至在能源工业、冶金工业、化学工业、机械工业中都发挥着重要的作用, 各种工业部门的生产活动都会在一定程度上消耗煤炭。因此有人称煤炭是工业“真正的粮食”^[1]。

2 煤中硫分测定的误差来源分析

2.1 煤质检测中取样的误差

获取煤炭样本是煤质检测的首要环节, 也是重要环

节。煤炭样本的选取影响着煤质检测的结果。所以选取的煤炭样品必须要具有代表性。只有具有代表性的煤炭样本才反应该批次煤炭整体的情况,使煤炭公司对这批煤炭有更好的了解和把控。目前,在选取煤炭样本的过程中,用于煤质检测的样本数量和样本制作时的处理方法等方面都存在着误差,误差的累计值会导致最终煤质检测结果误差更大。

2.2 煤炭中的灰分

煤炭中的灰分对煤炭质量影响非常大,灰分的高低值影响着煤炭的产热能力,同时决定着煤炭的整体利用率。在煤质检测中,灰分的检测会受到多方面的影响,例如,样品采用的数量,加热过程中二氧化硫是否完全排出,氧气的补给是否充足等情况都会影响煤质检测对灰分的检测。当煤炭燃烧受到各种因素的影响导致燃烧不充分时,会在极大程度上影响煤质检测对灰分检测的结果。所以,在煤炭样本充分燃烧完成后才可以对灰分进行检测。

2.3 煤炭中的焦油

煤焦油是煤炭在热解后产出的物质,是十分关键的化工原材料。其在一定程度上决定了原煤的使用方法。所以,煤焦油的生产率成为了煤炭化工化的重要指标。在煤质检测中,对焦油的检测时长一般要大于6小时,操作人员在放入煤炭样本前必须保证干馏设备干净无杂质,并且干馏过程中对温度的把控需要专人负责。干馏结束后若仍有烟气产生则需要追加干馏时长。在煤质检测中对检测焦油细节的把控能降低最终结果与实际的误差^[9]。

2.4 煤炭中的其他成分

煤炭中还含有一定量的水分,水分的挥发和含量的高低会直接影响煤炭中无机物的含量。检测人员在煤质检测中的熟练程度和经验丰富程度会直接导致最终检测结果是否准确。在检测过程中天平是否归位,检测容器是否完全密闭,检测时当水分过多时是否需要进行检查性干燥试验都会对检测的最终结果产生极大的影响。

3 煤中硫分测定方法的优化方向

3.1 样品制备优化

为了降低煤样硫分测定前处理产生的误差,需构建科学且规范的操作程序。在样品粉碎时,要让煤样均匀地碎化,使样品颗粒大小一致,煤粒度不一致易造成硫分在煤中分布不均衡,从而在采样时引发系统性误差。在粉碎作业中,需按照煤质特征选取恰当的粉碎装置和筛分方法,保证大颗粒充分粉碎,防止因过度粉碎造成粉尘损耗。应使粉碎后的煤样充分混合均匀,促使各部分硫分均匀散布,

以此增强样品代表性与测定结果可靠性。

干燥环节同样是样品预处理的关键所在。煤样中留存的水分会影响到称量的精准度,而且在化学作用或高温燃烧期间,可能会导致硫化物出现损耗或转变。需按照煤样属性,挑选恰当的干燥温度与时长,让水分充分脱除,又要杜绝热分解或硫组分挥发。对于样品的储存和运输阶段,要严格管控环境状况。应将煤样置于密封容器中保存,且维持干燥,防止吸湿及与空气中氧气反应。煤样化学组成或因温度超标与氧化反应受改变,造成测定结果出现偏差。借助创建标准化且规范化的前期处理流程,严格管控粉碎、混合、干燥及储存等环节,可显著减小样品处理误差,为后续精准测定煤中硫分提供稳定可靠的样本支撑,进而提升分析数据的精准度与重复性。

3.2 化学反应条件优化

对于煤中硫分的测定而言,化学反应步骤对测定结果精确性起关键作用,需严格管控实验条件,达成煤样中硫的彻底转化。测定值会受燃烧温度影响,若温度不达标,煤样内部分硫或无法充分氧化,致使测定结果偏低;当温度过高时,硫化物或许会挥发或者生成副产物,让测定结果呈现偏高态势。需精准控制氧化剂的用量和添加方法,当氧化剂用量不足时,部分硫无法参与反应,而氧化剂过量则可能诱发副反应,降低硫的收集效率。合理把控反应时长同样关键,过短会造成硫转化不充分,而反应时间过长或许会引发不必要的硫流失或仪器腐蚀问题。

对于不同类型的煤炭样本而言,要按照煤的特质来选取恰当的硫捕集剂抑或是改进反应设备。高硫煤燃烧时产生大量二氧化硫,传统的捕集剂也许不能全部吸收,这时可选择吸收效率更好的捕集剂,也可采用两级捕集系统,以此提升硫的回收比例。若为低硫煤种或者难以燃烧的煤种,需调控燃烧温度和氧化剂的浓度,从而保证硫能充分转化且不出现副反应。通过改良化学反应的条件以及革新实验装置,可有效提高硫的转化及捕集效率,而且能切实降低化学反应阶段造成的误差,增强煤中硫分测定的精确性与重复性。此针对煤炭品种特性的优化举措,有利于打造标准化、易操作的测定流程,为煤质分析与环境管理提供可信数据支撑。

3.3 仪器及操作规范优化

在煤炭硫分测定期间,测定结果的准确性与重复性受仪器性能和操作规范影响显著,要构建一套完备的仪器管控与校准体系,保证全部仪器性能契合实验需求。应周期性对称量天平、气体流量控制装置以及别的测定设备开展

校准与维护工作, 让其灵敏度、稳定性和精度符合标准, 称量误差、流量起伏或是测定装置偏差, 都能够直接影响硫分测定结果的可信程度, 甚至会出现系统性的偏差。定时校准不仅能迅速发现仪器问题或性能降低的情况, 还可以维持实验数据的连贯性, 为长期数据的累积与分析提供坚实支撑。

统一操作规范和培训操作人员也是保障测定结果稳定性的关键举措。不同实验者在样品称量、反应操作、装置调控及数据记录等流程操作习惯有别, 易引发重复误差。借助搭建标准化操作规程, 辅以定时培训与考核, 能够大幅削减人为操作差异所产生的影响, 提升实验数据的可比性与稳定性^[9]。若条件可行, 采用自动化或半自动化测量设备是实验优化的关键举措。自动化系统可精准把控样品投放、反应状况与数据收集, 降低人工操作的不稳定性, 提升实验的重复效果。自动化装置可增强实验效率, 减少测定时长, 让数据记录更趋完整与可靠。整合各项措施, 可明显降低因仪器及操作引发的误差, 增强煤中硫分测定的精准度与可靠性, 给煤质分析与环境管理提供扎实的数据根基。

4 煤中硫分测定综合改进实践

4.1 方法选择与组合

在测定煤中硫分的时候, 各类煤质物理与化学特性存在差异, 应根据煤样具体状况恰当挑选测定方法。燃烧法、容量法及 X 射线荧光光谱法 (XRF) 为常用方法, 分别具备不同的适用范围和利弊。多数煤样可采用燃烧法, 能借高温氧化让硫全部转变为二氧化硫, 进而进行定量分析; 利用容量法开展化学滴定反应, 以此测定硫含量, 对硫含量处于中间范围、样品处理条件可掌控的煤种适用; X 射线荧光光谱测定法有迅速、无损伤的优势, 可用于大批样品的初步筛查或高吞吐量分析, 然而某些含灰分高或杂质丰富的煤样, 可能要做样品预处理来确保测定精准度。

在实际检测期间, 对不同方法加以整合, 可实现速度与精确性的平衡。用 X 荧光光谱法实施快速的初步测定, 迅速判定硫分含量的变化趋向, 随后针对需高精度数据的样本, 用燃烧法或容量法做精准分析^[4]。“初测—复核”策略, 既提升了实验效率, 又能借助不同方法结果的交叉验证, 找出潜在误差, 提高数据的可靠程度。依据煤质特点对实验参数加以调整, 如燃烧温度、氧化剂用量、反应时长以及捕集装置的挑选, 可提升各类测定方法的精准度与效率。通过方法挑选和复核实验的恰当搭配, 能在保障测定精准度的基础上, 达成煤中硫分测定的迅速、高效与可

靠, 为煤质评判、燃烧管控以及环保管理供给科学凭据。

4.2 实验流程标准化

在测定煤中硫分时, 构建全面的实验流程标准体系对保障测定结果精准性与可靠性意义重大。实验进程应包含抽样、样品前期处理、化学反应过程、仪器检验以及数据整理等诸多方面, 作为实验开端的取样步骤, 要保证样品有代表性, 防止因取样不均或数量不足产生系统误差。采用标准化采样手段可使不同批次的样品具有可比性, 为后续实验奠定可靠根基。

样品前期处理步骤也很关键, 涵盖破碎、研磨、混匀和烘干等工序, 对粉碎粒度、混合均匀性和干燥条件实施严格管控, 可最大程度降低样品处理时产生的误差。标准化干燥与储存条件可避免煤样吸湿或氧化, 维持样品的稳定状态, 给化学反应及测定创造可靠前提。在化学物质反应与仪器测试阶段, 规范操作流程可精准把控温度、氧化剂使用量、反应时长及仪器操作精准度, 削减因实验条件起伏或操作不同产生的误差, 数据处理应依照统一准则, 保证结果计算方法与数据记录形式相同。借助搭建完备的标准化架构, 可系统把控各类误差源头, 增强煤中硫分测定的可重复性与可比性, 为煤质评判、燃烧优化及环境管控提供科学且可靠的数据依据。

4.3 质量控制与数据管理

在测定煤中硫分的时候, 为保证煤中硫分测定结果精准可靠, 采用质量管控手段是不可或缺的做法。可运用质量监控样本对实验全流程实施监测, 向每一批样品中添加标准样品, 其硫分含量已知, 可验证实验操作、化学反应和仪器检测的精准度与稳定性。空白对照同样是控制实验偏差的关键方法, 空白对照可体现实验期间可能存在的背景干扰与污染状况, 助力实验人员迅速察觉并消除系统性偏差。对同一批次的样品开展重复测定工作, 可评估实验操作和仪器性能的重复程度, 找出并纠正偶然出现的误差, 以此保障测定结果的可靠与可比。

构建健全的数据管控与统计剖析体系, 是增强煤中硫分测定科学性的关键支撑。应按统一样式对所有测定数据加以记录与存档, 且定时开展统计分析, 比如计算平均数值、标准偏差值以及相对误差值等指标, 以此衡量实验精准度^[9]。需运用科学手段开展恰当甄别与处置, 防止其干扰整体结果。借助质量控制样例、空白对照检测及重复测定方法, 联合科学的数据管控和统计研判, 可从系统层面降低测定流程中的不确定状况和人为失误, 增强煤中硫分测定的精准度、稳定性与重复性。

5 结语

综上所述,在测定煤中硫分期间,误差大多出现在样品预处理、化学反应状况和仪器操控等诸多环节,测定结果偏差可能由样品不均或处理有误、反应温度与时间把控不准、仪器操作不合规等因素造成。借助改良样品制备方式、严格管控化学反应条件、让仪器操作和实验流程合乎规范,可明显降低测定的误差值,进而提升分析成果的精确性与可再现性。把不同测定手段合理整合起来,构建标准操作流程,引入完备的质量把控体系,为燃烧排放管控与环境治理提供可靠技术支持。

参考文献:

[1] 张志峰,黄鹏程,祁风华等.宁东煤田红墩子矿

区煤中硫分布特征及成因分析[J].中国煤炭地质,2023,35(9):21-26.

[2] 韩媛媛.煤炭中硫含量测定方法的应用分析[J].山西化工,2024,44(1):113-114.

[3] 代锋刚,王崇尧,魏爱华等.宁武闭坑煤矿老窑水硫酸盐污染修复时空分数阶数值模拟[J].水文地质工程地质,2025,52:1-12.

[4] 季静静,张泽滨,陶刚强等.煤中硫和热值的激光诱导击穿光谱实时分析[J].应用激光,2024,44(7):190-198.

[5] 赵英霞.煤炭质量常规化验中的注意事项[J].山西化工,2024,44(3):83-84.