

煤炭中灰分檢測方法

中華民國 108 年 7 月 23 日環署授檢字第 1080004369 號公告
自中華民國 108 年 8 月 15 日生效
NIEA M207.00C

一、方法概要

稱取已知重量之煤炭 (Coal) 樣品置於 750°C 高溫爐中，在一定的換氣量及加熱時間下燃燒灰化，冷卻後稱重求其殘餘重量，即為樣品之灰分。

二、適用範圍

本方法適用於煤炭樣品之灰分檢測。

三、干擾

- (一) 樣品中所含之碳酸鹽或黃鐵礦 (Pyrite) 分解時，會造成灰分檢測干擾。
- (二) 在金屬碳酸鹽分解前，須使黃鐵礦硫磺 (Pyritic sulfur) 被氧化和排出，檢驗過程需提供充足空氣（每分鐘 2 倍至 4 倍體積換氣量），以確保硫黃鐵礦能完全氧化，並且移除所形成的二氧化硫。
- (三) 遇到含有大量碳酸鹽或黃鐵礦時，其中硫磺可能轉換為硫酸鹽，可以依「煤炭中含硫量檢測方法—高溫管爐燃燒法」(NIEA M209) 檢測其中含硫量加以修正（註 1）。

四、設備與材料

- (一) 分析天平：可精稱至 0.0001 g。
- (二) 乾燥器（或乾燥箱），材質須可耐 300°C 以上。
- (三) 灰化設備：依需求選用
 1. 高溫爐：可控制於 500°C ± 10°C 及 750°C ± 15°C，附溫度顯示，可提供每分鐘 2 次至 4 次換氣量（註 2），且附排氣設備。
 2. 熱重分析儀須具有下列構造及功能：
 - (1) 電腦控制系統。
 - (2) 系統在測定過程中能連續反覆稱量樣品及坩堝，並記錄之。
 - (3) 高溫爐：腔體結構須為耐火且絕緣材料，並具有最小的自由空間 (Minimum free space)，以避免水分測定過程，過多的氧氣造成煤炭的氧化。腔體須可容納多個及最低質量的樣品坩堝，且能從環境溫度快速加熱（30°C/min 至 45°C/min）到

750°C ± 15°C。

(4) 天平：可精稱至 0.0001 g。

(5) 風扇：可耐受產生之熱氣，以利有效的排除廢氣。

(6) 乾燥氣體：可使用乾燥空氣（水分含量 1.9 mg/L 以下）、氮氣或氫氣（純度 99.5% 以上）。

(7) 氧化氣體：純度 99.5% 以上之氧氣或空氣。

(8) 坩堝：配合熱重分析儀。

(9) 須附排氣設備。

(四) 烘箱：可設定 107°C ± 3°C 者。

(五) 坩堝：耐熱材質（如陶瓷、矽或玻璃等）淺皿（深度 22 mm，直徑 44 mm）或白金坩堝，附與坩堝密合之坩堝蓋。

五、試劑

略。

六、採樣與保存

(一) 於進入燃燒設備前適當位置採集足夠煤炭樣品（依「煤炭中水分檢測方法」(NIEA M208) 中表一），如有混燒煤炭以外之其他燃料，則在煤炭堆置場採集煤炭樣品（靜態堆置煤炭會有粒度偏析現象，取樣位置數可酌予增加）。如混燒不同來源煤炭，則分別採不同來源煤炭樣品。

(二) 採集之煤炭樣品，全部帶回檢驗室進行後續破碎、過篩與縮分。

(三) 採集後之樣品，以不透氣的密封袋或罐密封保存，並盡量避免樣品暴露於雨、雪、風和陽光下或接觸吸水材料，以避免樣品中水分變化。

七、步驟

(一) 本方法可使用「煤炭中水分檢測方法」(NIEA M208) 七、(一) 2.前處理之 0.250 mm 風乾細煤炭樣品，前處理後之樣品必須儘速完成灰分及水分之測定。

(二) 將附有蓋子之坩堝洗淨後，置於高溫爐中，以 800°C 空燒 30 分鐘。將坩堝移至乾燥器冷卻備用（註 3）。

(三) 稱取坩堝（含蓋）空重 (m_1)。

(四) 樣品充分攪勻後取約 1 g，置入坩堝中，立刻加蓋稱重（精稱至 0.1 mg）(m_2)。此步驟亦可使用依煤炭中水分檢測方法(NIEA

M208)完成水分檢測的樣品進一步檢測。

- (五) 移除坩堝上蓋，立即將內含樣品的坩堝放入室溫的高溫爐中，逐步升溫，使高溫爐在第 1 小時加熱升溫到 $500^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。
- (六) 持續加熱，使高溫爐在第 2 小時左右升溫到 $750^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ 。維持溫度在 $750^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ 灰化 2 小時，於爐內冷卻至 200°C 至 300°C 後，將坩堝由高溫爐中取出（註 3），蓋上坩堝蓋，放入乾燥器中，冷卻後稱重（精稱至 0.1 mg）(m_3)，冷卻過程應盡量減少吸收水氣。
- (七) 上述試驗程序（4 小時灰化時間）足以使大部分煤炭灰化完全，但可能有某些不易反應的煤炭需增加灰化時間。如果灰化後樣品觀察到未燃燒碳粒，或未達恆重，則樣品必須再放入高溫爐中增加灰化時間以達到恆重 ($\pm 0.001\text{ g}$)。如果樣品在 4 小時內已達到恆重，則可適當縮減 4 小時的時間限制。
- (八) 此檢測亦可使用市售之熱重分析儀在相同灰化條件下操作，灰化過程使用之氧化氣體，如為空氣，應可提供腔體每分鐘 1.3 次至 1.4 次之換氣量，如為氧氣，則為每分鐘 0.4 次至 0.5 次之換氣量，步驟可參考儀器廠商提供之操作說明進行。以熱重分析儀測定時，可同時進行「煤炭中水分檢測方法」(NIEA M208)。

八、 結果處理

每一樣品均須執行重複分析，並以平均值出具報告。

(一) 以未執行水分檢測的風乾細煤炭樣品測試

$$\text{灰分 (風乾基) (\%)} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100(\%)$$

$$\text{灰分 (乾基) (\%)} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100(\%) \times \frac{100}{100 - R}$$

m_1 ：空坩堝（含蓋）重(g)。

m_2 ：樣品+坩堝（含蓋）重(g)。

m_3 ：完全灰化的樣品+坩堝（含蓋）重(g)。

R：樣品之水分含量（%），參考煤炭中水分檢測方法 (NIEA M208)

(二) 以完成水分檢測的乾基煤炭樣品測試

$$\text{灰分 (乾基) (\%)} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100(\%)$$

m_1 ：空坩堝（含蓋）重(g)。

m_2 ：完成水分含量檢測的乾基煤炭樣品+坩堝（含蓋）重(g)。

m_3 ：完全灰化的樣品+坩堝（含蓋）重(g)。

九、品質管制

- (一) 重複樣品分析：每個樣品必須執行重複分析。重複分析值計算為乾基後，兩次測值差異應小於 0.22%。
- (二) 若以熱重分析儀進行檢測，每年須參加國際能力測試或每半年以七、步驟（二）至（七）手動檢測法進行比對，若發現結果不一致（差異值大於 0.22%），則儀器應進行校正或調整使一致。

十、精密度與準確度

本方法煤炭中灰分檢測的精密度如下。重複性為由同一檢驗員使用相同設備，隨機取樣同一樣品且連續的檢測，在 95% 的可信度值下之統計值。再現性為由不同實驗室隨機相同樣品進行檢測，在 95% 的可信度值下之統計值。

樣品分類	灰分乾基範圍	重複性	再現性
煤炭	2.68% 至 17.86%	0.22%	0.32%

十一、參考資料

- (一) Standard Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke from Coal, ASTM D3174-12, 2012。
- (二) Standard Test Method for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke, ASTM D3173/D3173M – 17a, 2017。
- (三) Standard Test Methods for Proximate Analysis of Coal and Coke Maco Thermogravimetric Analysis, ASTM D7582-15, 2015。
- (四) Standard Test Method for Total sulfur in Coal and Coke Combustion Residues Using a High-Temperature Tube Furnace Combustion Method with Infrared Absorption, ASTM D5016-16, 2016。
- (五) International Standard ISO 1171. Solid mineral fuels – Determination of ash, 2010-06-15
- (六) 行政院環境保護署，煤炭中水分檢測方法 NIEA M208.00C，中華民國 108 年。
- (七) 行政院環境保護署，煤炭中含硫量檢測方法—高溫管爐燃燒法 NIEA M209.00C，中華民國 108 年。

註 1：若樣品中含大量黃鐵礦（含硫量大於 10%）之修正方法：

(1) 含硫量可由「煤炭中含硫量檢測方法—高溫管爐燃燒法」(NIEA M209.00C) 檢測而得含硫量（乾基） S_T 。

(2) 計算灰分中三氧化硫 (SO_3)如下：

$$\text{灰分中 } SO_3 (\%) = 2.5 \times S_T$$

(3) 計算無三氧化硫及乾基之灰分如下：

$$B (\%) = A (\%) \times (100\% - SO_3)$$

A：乾基之灰分 (%)，由八、結果處理計算而得

B：無三氧化硫及乾基之灰分 (%)

SO_3 ：由註 1 (2) 而得

註 2：換氣量的量測可以用濕式流量計或適當的流量計量測空氣流量。

註 3：如於 750°C 的高溫爐中取出坩堝，可先放在金屬板上冷卻至 200°C 至 300°C 後再放入乾燥器內，過程須盡量避免吸收水分。