

# 煤炭中含汞量檢測方法—熱分解汞齊法

中華民國 109 年 2 月 24 日環署授檢字第 1091000744 號公告  
自中華民國 109 年 3 月 15 日生效  
NIEA M354.00C

## 一、方法概要

取經研磨及通過 0.250 mm 篩網 (60 mesh) 前處理後之風乾煤炭 (Coal) 樣品，置於加熱分解爐中乾燥及熱分解，熱分解後之產物隨即被氧氣或空氣載送至含金之汞齊器 (Amalgamator)，其中汞即可被選擇性地捕集，此捕集系統續經氧氣或空氣流沖洗，去除殘留氣體或其餘分解產物後，接著快速升溫，以使汞蒸氣釋出，攜帶汞蒸氣之氣流最後通過吸收管，由 253.7 nm 波長之吸收值求得樣品中含汞量。

## 二、適用範圍

本方法適用煤炭中含汞量之檢測。

## 三、干擾

略

## 四、設備與材料

### (一) 汞分析系統：

1. 加熱分解爐：至少可加熱至 800°C。
2. 觸媒管：將樣品氧化並捕集鹵素、氮及硫氧化物，至少可加熱至 550°C。
3. 汞齊器：含有高表面積對體積比之金汞齊，用以吸收汞蒸氣。
4. 吸收管：具加熱功能，避免水及其他分解物凝結。
5. 低壓汞燈：波長 253.7 nm。
6. 樣品燃燒船：鎳材質或陶瓷材質。

### (二) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。

## 五、試劑

檢測時使用的試劑除非另有說明，否則必須是試藥級。

- (一) 試劑水：電阻值  $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$  之純水。
- (二) 氧氣或空氣：應不含汞及干擾物，若有受汞蒸氣污染之虞，須於氣體鋼瓶與汞分析系統間安裝可去除汞之過濾器（例如金或活性碳），以避免任何汞進入分析系統。

- (三) 煤標準品：可使用煤驗證參考物質 (CRM) 或煤參考物質 (RM)，調整汞分析系統感應訊號及初始校正用。附成分證明，最大粒徑 0.250 mm (60 mesh)，含汞量以乾基表示 (註 1)。
- (四) 汞儲備溶液，1000 mg/L：將 0.1354 g 的氯化汞溶於 75 mL 的試劑水，加 10 mL 的濃硝酸，再以試劑水定量至 100 mL (1.0 mL=1.0mg)。亦可使用經確認之市售儲備溶液。
- (五) 汞標準溶液：由汞儲備溶液以 0.15 % 硝酸稀釋成 100 mg/L、10 mg/L 或其他更低的標準溶液。此標準溶液必須每日製備。

## 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)，如有混合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)。如有不同來源煤炭，則分別採不同來源煤炭樣品。
- (二) 採集之煤炭樣品攜回檢驗室進行後續破碎、過篩與縮分。
- (三) 採集後之樣品，以密封袋 (或罐) 保存，避免樣品中水分變化。

## 七、步驟

### (一) 檢量線製備

1. 調整儀器感應訊號：稱取適量煤標準品或儀器原廠建議之校正試劑，依儀器操作手冊進行儀器感應訊號最佳化。
2. 初始校正 (Initial calibration)：

- (1) 儀器開始使用或任何重要儀器參數有所改變 (如加熱分解爐、汞齊器或汞燈更換) 時必須執行。選取 3 個煤標準品，分別依高、低濃度範圍，稱取 5 個不同汞絕對重量，以吸收值及汞絕對重量 (ng) 建立檢量線。檢量線製備完成應即以另一不同來源或不同批號之煤標準品配製接近檢量線中點含汞量確認。
- (2) 煤標準品檢量線建立前，依煤炭中水分檢測方法 (NIEA M208) 測定煤標準品之水分含量，藉以計算風乾基煤標準品各取樣量之汞絕對重量 (ng)。

$$\text{汞絕對重量(風乾基) (ng)} = S \times W \times \frac{100 - R}{100}$$

S：煤標準品乾基含汞量 (μg/g)

W：風乾基煤標準品取樣量 (mg)

R：樣品水分含量%，依煤炭中水分檢測方法 (NIEA M208)

3.每日檢量線查核 (Daily calibration)：每日使用儀器前，使用涵蓋檢測範圍之高、低濃度煤標準品確認初使始校正之有效性。

(二) 樣品分析 (依汞分析儀器之使用手冊操作)

取煤炭中水分檢測方法 (NIEA M208) 七、(一) 2 前處理之 0.250 mm (60 mesh) 風乾基細煤炭樣品 (精稱至 0.1 mg)，放入樣品燃燒船，依據樣品重量、水分含量及有機物含量設定溫度及時間參數，前處理後之樣品必須儘速進行含汞量及水分測定。

## 八、結果處理

$$\text{煤炭中含汞量 (乾基) } (\mu\text{g/g}) = \frac{A}{W} \times \frac{100}{100-R}$$

A：檢量線所得樣品含汞量 (風乾基) (ng)

W：樣品重 (風乾基) (mg)

R：樣品水分含量%，依煤炭中水分檢測方法 (NIEA M208)

## 九、品質管制

- (一) 檢量線:線性相關係數 (r 值) 應大於或等於 0.995，檢量線確認之相對誤差值應在 ±20% 以內。
- (二) 每日檢量線查核:高、低濃度煤標準品分析結果，相對誤差值應在 ±20% 以內。
- (三) 空白樣品分析：每批次或每 10 個樣品應至少執行 1 個空白樣品分析，空白樣品分析值須低於待測物法規管制標準值的 5%。
- (四) 查核樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 個煤驗證參考物質分析，回收率應在 80% 至 120% 範圍內。
- (五) 重複樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 個重複樣品分析，兩次測值絕對差值應小於  $0.008 + 0.06X$  (X 為單一樣品兩次測試結果平均值  $\mu\text{g/g}$ )。
- (六) 添加樣品分析：每批次或每 10 個樣品應執行 1 個添加樣品分析，回收率應在 80% 至 120% 範圍內。

## 十、精密度與準確度

單一試驗室、不同實驗室間之重複性及再現性如表一，準確度如表二。

## 十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，固體與液體樣品中總汞檢測方法—熱分解汞齊原子吸收光譜法 NIEA M318.01C，中華民國 101 年。

(二) Standard Test Methods for Total Mercury in Coal and Coal Combustion Residues by Direct Combustion Analysis, ASTM D6722, 2011.

註 1：因汞具熱不穩定性，乾燥可能造成汞的損失，故含汞量測定須於風乾基進行，不得使用經水分測定之煤標準品，參考煤炭中水分檢測方法 (NIEA M208) 另取 1 份煤標準品進行水分測定，再進行風乾基與乾基間含汞量之轉換。

註 2：本文引用之公告方法名稱及編碼，以環保署最新者為準。

註 3：本檢測方法產生之廢液及廢氣，依汞系重金屬廢液及廢氣排放原則處理且符合排放標準。

表一 本方法檢測煤炭中含汞量重複性與再現性

含汞量 ( $\mu\text{g/g}$ )	重複性 ( $\mu\text{g/g}$ )	再現性 ( $\mu\text{g/g}$ )
0.017 ~ 0.586	$0.008 + 0.06X$	$0.007 + 0.13X$

註：X 是單一樣品兩次測試結果平均值

表二 依本方法分析煤炭 CRM 之準確度與偏差

參考物質含汞量	分析值 ( $\mu\text{g/g}$ )	CRM 驗證值 ( $\mu\text{g/g}$ )	偏差 ( $\mu\text{g/g}$ )
NIST 1630a	0.0912	0.0938	-0.0026
NIST 2692b	0.124	0.1333	-0.0093
SARM 20	0.25	0.25	0