

# 煤炭中灰分檢測方法（草案）

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 (Pyritic) 分解時，會造成灰分檢測干擾。
- (二) 在金屬碳酸鹽分解前，須使硫黃鐵礦 (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），材質須能耐 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複稱量樣品及坩堝，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。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（ $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$  至  $45^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ）到  $750^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ 。

- (4) 天平：可精稱至  $0.0001\text{ g}$ 。
- (5) 風扇：應可耐受產生之熱氣，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  $1.9\text{ mg/L}$  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  $107^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  者。

(五) 坩堝：耐熱材質（如陶瓷、矽或玻璃等）淺皿（深度  $22\text{ mm}$ ，直徑  $44\text{ mm}$ ）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

採集具代表性之樣品，經縮分後之樣品量如以人工縮分法進行時應至少  $2\text{ 公斤}$  以上，如以機械縮分法進行時應至少  $4\text{ 公斤}$  以上（參考「煤炭中水分檢測方法」(NIEA M208) 表一）。採集後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) 本方法適用於「煤炭中水分檢測方法」(NIEA M208) 七、
  - (一) 2.前處理之  $0.250\text{ mm}$  風乾細煤炭樣品，前處理後之樣品必須儘速分析。
- (二) 將附有蓋子之坩堝洗淨後，置於高溫爐中，以  $800^{\circ}\text{C}$  空燒  $30\text{ 分鐘}$ 。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  $1\text{ g}$ ，置入坩堝中，立刻加蓋稱重（精稱至  $0.1\text{ mg}$ ）( $m_2$ )。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，步驟可參考儀器廠商提供之操作說明進行。

## 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。兩重複檢測值計算成乾基後之差異絕對值應小於 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(超出表一中重複性限值)，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，如表一所示。重複性限值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。

## 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)。

(2) 計算灰分中三氧化硫 (SO<sub>3</sub>)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：

$$B(\%) = A(\%) \times (100\% - \text{SO}_3)$$

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<sub>3</sub>：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：由 750°C 的高溫爐中取出之坩堝，可先放在金屬板上冷卻至 200°C 至 300°C 後再放入乾燥器內，或於高溫爐內冷卻至 200°C 至 300°C 後再放入乾燥器內，過程須盡量避免吸收水分。

表一 煤炭中灰分檢測之精密度

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