

# 煤炭中水分檢測方法（草案）

NIEA M208.00C

## 一、方法概要

已知重量之煤炭(Coal)樣品置於 107°C 烘箱內，經一定時間後取出稱重，計算損失重量，即為樣品之水分，此水分作為計算煤炭乾基之用。

## 二、適用範圍

本方法適用於煤炭樣品之水分檢測，但煤水漿或 0.5 mm 篩徑以下之粉碎煤則不適用。

## 三、干擾

略

## 四、設備與材料

- (一) 風乾用樣品盤：不銹鋼盤或在室溫下重量穩定之材質皆可使用，樣品盤之盤緣高度不超過 38 mm，且盤內面積之大小應能滿足樣品平鋪於盤內後高度不超過 25 mm。
- (二) 分析天平：可精稱至 0.0001 g。
- (三) 天平或秤：可稱至 0.1 g。
- (四) 破碎機（如顎式破碎機）、棍或大槌。
- (五) 粉碎機或研磨機：錘磨機、瓷罐球磨機、壓板或研鉢和杵等。
- (六) 縮分設備：二分器或機械式樣品縮分器。
- (七) 混合輪 (Mixing Wheel)。
- (八) 乾燥器（或乾燥箱）。
- (九) 乾燥設備：依需求選用
  1. 風乾用烘箱：使樣品在略高於環境溫度 10°C 至 15°C，（易氧化的煤（註 1）則不應超過 10°C）下加速乾燥，但最高溫度不應超過 40°C，若環境溫度超過 40°C 則直接以環境溫度風乾，烘箱溫度在 30°C 至 40°C 時，可均勻保持在設定溫度  $\pm 3^\circ\text{C}$ ，並可提供每分鐘 1 次至 4 次空氣換氣量。

2. 水分測定用烘箱：須為最少空氣空間 (Minimum of air space) 式，烘箱內須可均勻保持在  $107^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ ，並可提供每分鐘 2 次至 4 次乾燥空氣之換氣量（註 2），此乾燥空氣中水分含量須在 1.9 mg/L 以下，露點  $-10^{\circ}\text{C}$  以下（註 3）。烘箱底部須留約 3.2 mm 的小孔，使空氣能流動。
3. 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，並具有最少空氣空間 (Minimum of air space)。腔體須可容納多個樣品坩堝，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  $107^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。
  - (4) 天平：可精稱至 0.0001 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 mg/L 以下，露點  $-10^{\circ}\text{C}$  以下）、氮氣或氫氣（純度 99.5% 以上）。
  - (7) 氧化氣體：可使用 99.5% 以上之氧氣或空氣。
  - (8) 坩堝：配合熱重分析儀。
- (十) 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。
- (十一) 標準篩：4.75 mm 篩網 (4 mesh)、2.36 mm 篩網 (8 mesh)、0.850 mm 篩網 (20 mesh)、0.250 mm 篩網 (60 mesh)，可依實際需求選用。
- (十二) 樣品容器：須使用密封的不透氣袋子或耐腐蝕性罐，附墊圈密封的玻璃容器亦可使用，但須避免破損。

## 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 公斤以上，如以機械縮分法進行時應至少 4 公斤以上（參考表一）。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) 樣品前處理及注意事項

#### 1. 注意事項

- (1) 因多數的煤炭暴露於空氣時有氧化傾向，故風乾時間不宜太長。
- (2) 樣品製備應於有屋頂、涼爽且沒有過多空氣流動的空間下操作。
- (3) 樣品須先破碎才能進行縮分，縮分後的重量不可少於表一中各粒度之規定重量。
- (4) 破碎和縮分樣品過程，水分會受粉碎時間、大氣溫濕度及破碎設備等因素影響造成變化，應儘可能快速完成。

2. 前處理：此步驟可於採樣現場之檢驗室完成或依下列方式處理，若樣品已經過前處理，或已達到處理效果（樣品已充分混合均勻且研磨至 250  $\mu\text{m}$ ）者，亦可直接進行七、步驟（二）。

- (1) 若接收樣品表面夠乾燥則可直接進行步驟 (2)，若樣品太潮濕無法進行破碎縮分，則依下列方式步驟進行。第一階段風乾時，樣品應全數風乾，若樣品量太多則可先稱總重後，將樣品分散於數個樣品盤一併執行風乾程序。風乾前先稱取乾燥清潔空盤重至 0.1 g，再將樣品全數倒入並平鋪在空盤內(煤層厚度不可超過最大粒徑的 2 倍)，風乾時間依煤的濕度而定，風乾期間應適當的攪拌煤炭樣品，以縮短風乾時間，並避免損失煤炭顆粒。此步驟亦於烘箱內進行，烘箱設定溫度為室溫加 15 $^{\circ}\text{C}$ （易氧化的煤（註 1）則不應超過 10 $^{\circ}\text{C}$ ），但最高溫不超過 40 $^{\circ}\text{C}$ ，在煤炭表面呈現乾燥後，每小時取出煤盤稱重，計算重量變化率，再繼續置入烘箱內風乾。直到每小時重量變化率（註 4）小於 0.1%時取出，避免使煤炭樣品過度乾燥。
- (2) 第一階段風乾樣品以混合輪或其他方式充分混合均勻後，將樣品全數破碎至 2.36 mm 篩網(8 mesh)，過篩時至少 95%的樣品通過篩網，再以縮分器將樣品縮分至符合表一之規定量（500g 以上）。
- (3) 縮分後樣品進行第二階段風乾，再將過篩後樣品平鋪在空盤內（煤層厚度不可超過 25 mm），稱樣品含盤總重至 0.1 g，依步驟(1)方式風乾至每小時重量變化率（註 4）0.1%以下。

(4) 第二階段風乾後樣品以適當的研磨設備研磨樣品至 0.250 mm (全數通過 60 mesh 篩網) 後，再以縮分器將樣品縮分至符合表一之規定量 (50 g 以上)，立刻盛裝於樣品容器中並鎖緊以防水分損失。

(5) 此經前處理之 0.250 mm 之風乾細煤炭樣品，除了用於本法水分含量測定外，亦可適用於「煤炭總熱值檢測方法—燃燒彈熱卡計法」(NIEA M206)、「煤炭中灰分檢測方法」(NIEA M207)、「煤炭中含硫量檢測方法—高溫管爐燃燒法」(NIEA M209)等方法之測定。

## (二) 水分測定

(1) 將乾淨的坩堝連蓋置於 104°C 至 110°C 烘箱中烘乾至少 1 小時，放在乾燥器 (或乾燥箱) 中冷卻 15 分鐘至 30 分鐘後，取出坩堝連蓋稱重 ( $m_1$ )。

(2) 將已通過 0.250 mm 細煤炭樣品在容器中攪勻後取稱取約 1 g (精稱至 0.1 mg)，放入已烘乾稱重的坩堝中略搖動使其表面平均，立刻蓋上蓋子，稱重 (精稱至 0.1 mg) ( $m_2$ )。

(3) 將內含樣品的坩堝移除上蓋，放入已預熱至 (104°C 至 110°C) 的烘箱中，此時須通入乾燥空氣 (註 2)，在 104°C 至 110°C 下加熱 1 小時。

(4) 打開烘箱，加上坩堝蓋，取出坩堝連蓋放在乾燥器 (或乾燥箱) 中，冷卻至室溫後坩堝連蓋稱重 ( $m_3$ )，計算水分含量。

(5) 此檢測亦可使用市售之熱重分析儀在相同乾燥條件下 (104°C 至 110°C) 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。

$$\text{水分含量 } R(\%) = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100(\%)$$

$m_1$ ：空坩堝(含蓋)重量 (g)。

$m_2$ ：樣品+坩堝(含蓋)重量 (g)。

$m_3$ ：乾燥後的樣品+坩堝(含蓋)重量 (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，其絕對差異值應符合表二中重複性限值之規範。

(二) 若以熱重分析儀進行檢測，每半年以七、步驟(二)(1)至(4)手動檢測法之檢測結果進行比對，若發現結果不一致(超出表二中重複性限值)，則儀器應進行校正或調整使一致。

#### 十、精密度與準確度

本方法煤炭中水分檢測的精密度如表二所示。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 Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke, ASTM D3173/D3173M – 17a, 2017。
- (二) Standard Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke from Coal, ASTM D3174-12, 2012。
- (三) Standard Test Methods for Proximate Analysis of Coal and Coke Maco Thermogravimetric Analysis, ASTM D7582-15, 2015。
- (四) Standard Practice for Preparing Coal Samples for Analysis, ASTM D2013/D2013M-12, 2012。
- (五) Standard Test Method for Total Moisture in Coal, ASTM D3302/D3302M-17, 2017。
- (六) International Standard ISO 11722. Solid mineral fuels—Determination of moisture in the general analysis test sample by drying in nitrogen, 2013-07-01.

註1：低品級煤，如亞煙煤和褐煤。

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：亦可使用純度99.5%以上之氮氣或氫氣。

註4：每小時重量變化率計算如下：

每小時重量變化率(%)

$$= \text{第 } n \text{ 小時重量變化}(\%) - \text{第 } (n+1) \text{ 小時重量變化}(\%)$$

$$\text{第 } n \text{ 小時的重量變化}(\%) = \frac{\text{第 } n \text{ 小時之重量損失}(\text{g})}{\text{樣品總重}(\text{g})} \times 100\%$$

$$\text{第 } (n+1) \text{ 小時的重量變化}(\%) = \frac{\text{第 } (n+1) \text{ 小時之重量損失}(\text{g})}{\text{樣品總重}(\text{g})} \times 100\%$$

表一 檢驗室樣品前處理準備量

破碎至少 95% 通過篩網	縮分後最小重量(g)	
	人工縮分法	機械式縮分法
4.75mm( 4 mesh)	2000	4000
2.36mm(8 mesh)	500	1000
0.850mm(20 mesh)	250	500
0.250mm(60 mesh) (須 100%通過篩網)	50	50

表二 煤炭中水分含量檢測之精密度

樣品分類	水分含量檢測值	重複性限值	再現性限值
煤炭	1.0% 至 21.9%	0.09+0.01 $\bar{X}$ *	0.23+0.02 $\bar{X}$ *

\*:  $\bar{X}$  為樣品二次檢測之平均值(%)。