

石油焦中水分檢測方法

中華民國 109 年 4 月 1 日環署授檢字第 1091001737 號公告
自發布日生效
NIEA M211.00C

一、方法概要

稱取已知重量之石油焦 (Petroleum coke) 樣品置於 104°C 至 110°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，此水分作為計算石油焦乾基之用。

二、適用範圍

本方法適用於石油焦樣品中水分檢測。

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：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（人工縮分用）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 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：空氣循環式烘箱，且可均勻保持在 104°C 至 110°C。
 3. 熱重分析儀（註 1）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復稱量樣品及坩堝，並記錄之。
- (3) 高溫爐：腔體結構須為耐火且絕緣材料，腔體須可容納多個樣品坩堝，且能從環境溫度快速加熱（30°C/min 至 45°C/min）至 104°C 至 110°C。
- (4) 分析天平：可精稱至 0.0001 g。
- (5) 風扇：可耐受產生之熱氣，以利有效排除廢氣。
- (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°C 以下）、氮氣或氫氣（純度 99.5% 以上）。
- (7) 氧化氣體：可使用純度 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：須使用密封之不透氣袋子或耐腐蝕罐，附墊圈密封之玻璃容器亦可使用，但須避免破損。

五、試劑

略

六、採樣與保存

- (一) 於進入燃燒設施前適當位置採集足夠石油焦樣品(如表一)，如有混合石油焦以外之其他燃料，則在石油焦堆置場採集樣品（靜態堆置石油焦若有粒度偏析現象，取樣位置數可酌予增加，且採樣點儘可能平均分布於料堆）。如有不同來源石油焦，則分別採不同來源石油焦樣品。
- (二) 採集之樣品，以密封袋（或罐）保存，避免樣品中水分變化，攜回檢驗室進行後續破碎、過篩與縮分。

七、步驟

- (一) 樣品前處理及注意事項

1. 注意事項

- (1) 樣品製備應於涼爽且沒有過多空氣流動之空間下操作。
- (2) 樣品須先破碎才能進行縮分，縮分後之重量不可少於表一中各粒度之規定重量。
- (3) 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

- (1) 若接收樣品表面夠乾燥則可直接進行(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（石油焦厚度不可超過最大粒徑的 2 倍），風乾時間依石油焦之濕度而定，風乾期間應適當攪拌石油焦樣品，以縮短風乾時間（因多數石油焦暴露於空氣時有氧化傾向，故風乾時間不宜太長），並避免損失石油焦顆粒。此步驟亦於烘箱內進行，烘箱設定溫度為室溫加 15°C，但最高溫不超過 40°C，在石油焦表面呈現乾燥後，每小時取出石油焦樣品盤稱重，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 2）小於 0.1% 時取出，避免使石油焦樣品過度乾燥。
- (2) 第 1 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% 之樣品通過篩網，再以縮分設備將樣品縮分至符合表一之規定量。
- (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（石油焦層厚度不可超過 25 mm），稱樣品含盤總重至 0.1 g，依（1）方式風乾至每小時重量變化率（註 2）0.1% 以下。
- (4) 第 2 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，再以縮分設備將樣品縮分至符合表一之規定量，立刻盛裝於樣品容器中並鎖緊以防水分損失。

（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

坩堝連蓋稱重 (m_1)。

2. 將已通過 0.250 mm 細石油焦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 (104°C 至 110°C) 之烘箱中，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，烘乾過程使用之乾燥氣體，應可提供腔體每分鐘 0.4 次至 1.4 次之換氣量，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，兩次測值之絕對差值應小於 $0.09 + 0.01 X$ (X 是單一樣品兩次測值之平均值 (%))。
- (二) 若以熱重分析儀進行檢測，每半年以七、(二) 1 至 七、(二) 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 $0.09 + 0.01 X$ (X 為單一樣品兩次測值之平均值 (%)))，則儀器應進行校正或調整使一致。

十、精密度與準確度

略

十一、參考資料

- (一) 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。

(二) Standard Test Method for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke, ASTM D3173/D3173M – 17a, 2017。

(三) Standard Practice for Collection and Preparation of Coke Samples for Laboratory Analysis, ASTM D346/D346M-11, 2019。

註 1：以熱重分析儀可同時分析水分、灰分及揮發性物質等。

註 2：每小時重量變化率計算如下：

每小時重量變化率(%)=第 n 小時重量變化(%)－第(n+1)小時重量變化(%)

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

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

表一 檢驗室樣品前處理準備量

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