

行政院環境保護署公告

中華民國 109 年 2 月 18 日

環署授檢字第 1091000839 號

主 旨：預告訂定「石油焦中水分檢測方法（NIEA M212.00C）」草案。

依 據：行政程序法第 154 條第 1 項。

公告事項：

- 一、訂定機關：行政院環境保護署。
- 二、訂定依據：空氣污染防制法第 49 條第 3 項。
- 三、草案如附件。本案另詳載於本署環境檢驗所網站（<https://www.epa.gov.tw/niea/C79C6CF22A0FE69D>）「草案預告」網頁及公共政策網路參與平台之眾開講（<https://join.gov.tw/policies/>）。
- 四、本草案為配合「公私場所固定污染源燃料混燒比例及成分標準」發布期程，應儘速完成相關法制作業程序，故縮短預告期間為 14 日。對於本草案內容有任何意見或修正建議者，請於本預告刊登公報之次日起 14 日內陳述意見或洽詢：
 - (一) 承辦單位：行政院環境保護署環境檢驗所
 - (二) 地址：桃園市中壢區民族路 3 段 260 號
 - (三) 電話：(03)4915818 分機 2111
 - (四) 傳真號碼：(03)4910419
 - (五) 電子郵件：ypjen@epa.gov.tw

署 長 張子敬

石油焦中水分檢測方法（NIEA M212.00C）草案總說明

為配合行政院環境保護署將發布「公私場所固定污染源燃料混燒比例及成分標準」，就其中石油焦各管制項目以風乾基為主，為計算風乾基之需，參考本署「煤炭中水分檢測方法 NIEA M208.00C」與美國材料與試驗協會試驗方法(ASTM D3173/D3173M - 17a, Standard Test Method for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke 及 ASTM D346/D346M-11, Standard Practice for Collection and Preparation of Coke Samples for Laboratory Analysis)，爰依空氣污染防治法第四十九條第三項，整併現行檢測相關規定，擬具「石油焦中水分檢測方法（NIEA M212.00C）」草案，其要點如下：

一、適用石油焦中水分檢測。

二、稱取已知重量之石油焦樣品置於 104℃ 至 110℃ 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。

石油焦中水分檢測方法（NIEA M212.00C）草案

公 告	說 明
主旨：公告「石油焦中水分檢測方法（NIEA M212.00C）」，並自中華民國一百零九年三月三十一日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：空氣污染防治法第四十九條第三項。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

石油焦中水分檢測方法草案

NIEA M212.00C

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：須為最少空氣空間 (Minimum of air space) 式，烘箱內須可均勻保持在 104°C 至 110°C，並可提供每分鐘 2 次至 4 次乾燥空氣之換氣量（註 1），此乾燥空氣中水分含量須在 1.9 mg/L 以下，露點 -10°C 以下（註 2）。烘箱底部須留約 3.2 mm 的小孔，以使空氣流動。

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，並具有最少空氣空間。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) 於進入燃燒設備前適當位置採集足夠石油焦樣品（依表一），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）。如混燒不同來源石油焦，則分別採不同來源石油焦樣品。
- (二) 採集之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) 樣品前處理及注意事項

1. 注意事項

- (1) 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。
- (2) 樣品製備應於有屋頂、涼爽且沒有過多空氣流動之空間下操作。
- (3) 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。
- (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

- (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，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℃，但最高溫不超過 40℃，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 3）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 3）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，此時須通入乾燥空氣（註 1），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

本方法煤炭及焦炭中水分檢測的精密度如表二。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。

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：換氣量之量測可用濕式流量計或適當之流量計量測空氣流量。

註 2：亦可使用純度 99.5% 以上之氮氣或氬氣。

註 3：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(%)

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

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

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

表二 煤炭及焦炭中水分檢測的精密度

樣品分類	水分含量檢測值	重複性	再現性
煤炭	1.0% 至 21.9%	$0.09 + 0.01 X^*$	$0.23 + 0.02 X^*$
焦炭	0.18% 至 1.87%	0.08	0.24