

(364) 燃焼法によるコークス・石炭中の窒素定量法

新日本製鐵(株) 基礎研究所 ○工博山口直治 鈴木良一

1 結 言

コークス中に含まれる窒素は焼結排ガス中のNOX濃度に大きく影響し、この窒素分のNOXへの転換率を求めるために正確な分析法の確立が必要となった。従来窒素分析には湿式のケールダール法が採用されていたが、酸による試料の分解が不完全な場合、また生成した硫酸アンモニウムの分解が起る場合には低値を与える。そこでデュマ法にもとづく窒素自動分析計(パーキンエルマー社製コールマンM-29B型)、燃焼・熱伝導度法にもとづく炭窒素自動分析計(柳本製作所製高感度検出器付MT500型)を設置し、分析最適条件、燃焼ガス成分の確認、試料への吸着窒素の影響、などの検討を行なった。

2 実 験

- (1) コークス、石炭試料を用いて、両装置における各種の分析条件を変えて分析を行なった。
- (2) 両装置で補集された燃焼ガスを採取し、質量分析計(日立製作所製M-52型)によってガス成分の分析を行なった。
- (3) 分析値におよぼす試料への吸着窒素の影響について実験した。

3 結果と考察

- (1) 両装置における分析最適条件を表1に示す。

これらの条件でコークス試料を分析した結果、両装置間で良く一致した値が得られた(表2)。

- (2) 燃焼ガスの質量分析結果は、不完全燃焼ガス、SO₂など窒素以外の成分は検出されなかった。

ただ、コールマンM-29B型の場合、石炭試料を10回程度分析すると後部酸化銅が劣化し、OH₂などの不完全燃焼ガスが多量に検出された。コークス試料については認められなかった。

- (3) ガラス製容器内にコークス試料を入れ、CO₂によって容器内の空気を置換し、短時間排気した後容器を密封したままで400℃、1時間加熱を行ない、容器内に発生したガスを質量分析計で分析し、その後容器内にCO₂を導入して試料を取り出し窒素分析した。その結果、吸着窒素量は0.02%以下であり、無視できる程度であることが認められた。

- (4) 以上の結果から、燃焼、検出法の異なる二方法によって良く一致した値が得られ、また燃焼法で考えられる正誤差を与える要因(吸着窒素、窒素以外のガスの混入)が無視できる事から、本分析条件でより正しい分析が行なえるものと考えられる。

表1 分析条件

項 目	コールマンM-29B型	MT500型
試料粒度	65メッシュ以下	65メッシュ以下
試料量	80~100mg	80~100mg
助燃剤	CuO(l)+Co ₂ O ₃ (l)	CuO
助燃剤量	1g	2g
燃焼温度	970~1000℃	1000~1100℃
分析時間	60分間	15分間

表2 コークス分析結果 (単位W%)

試料	M-29B型	MT500型	ケールダール
Aコークス	0.46	0.47	0.23
	0.46	0.47	
	0.47	0.46	
Bコークス	1.05	1.06	0.72
	1.06	1.08	
	1.06	1.07	