

(365) 改良フェノールジスルホン酸法による排ガス中の低濃度NOx分析  
 における正確度の向上および分析時間の短縮

川崎製鉄 技術研究所

○河野吉久 阪野洋子  
 畑 俊彦

1. 緒言

脱硝技術の進歩とともにNOx濃度を10ppm以下まで正確かつ迅速に測定できる化学分析法が望まれているが、現行JISのフェノールジスルホン酸法(PDS法)は、測定範囲が10~2000ppmであるが、低濃度領域で相当低値を示し、また、分析に長時間(約20時間以上)を要し現場的でない。そのために酸化装置を考案してPDS法の酸化方法などを改良し、分析の正確度を向上するとともに、分析所要時間を相当短縮できたので報告する。

2. 分析方法

試料ガス採取方法: NOの酸化を促進するためにH<sub>2</sub>O<sub>2</sub>の多いフラスコにO<sub>2</sub>またはO<sub>3</sub>を吸引できるように図に示す装置を用いた。

測定操作: 約1ℓのフラスコに吸収液(0.3% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 0.3% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 25 mlを入れ、フラスコ内を減圧にしたのち試料ガス及びO<sub>2</sub>またはO<sub>3</sub>を導入する。フラスコを一定時間振とうし、窒素酸化物を硝酸にまで酸化し吸収させる。吸収液の一定量を分液してビーカーに移し、KOHを加えてアルカリ性にしたのち蒸発乾固し、フェノールジスルホン酸により発色させ、50mmセルを用いて410nmの吸光度を測定して検量線から定量を行なう。

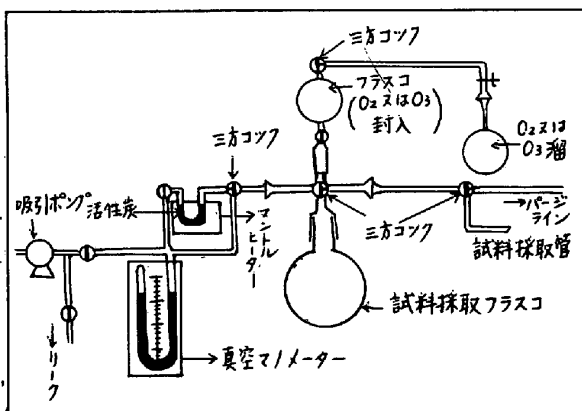


図 PDS 試料採取装置

3. 実験結果

O<sub>2</sub>の添加量と放置時間との関係: NO濃度50ppm程度の場合、O<sub>2</sub>量を増ると放置時間は短くて済む。又30ppm位の時は、O<sub>2</sub>量を変えても放置時間による影響は小さく、10ppm位の濃度ではO<sub>2</sub>量を変えて17時間放置しても、かなり低値を示した。

O<sub>3</sub>の添加量と放置時間との関係: O<sub>3</sub>の場合は、試料ガスは瞬間的に酸化吸収される。またO<sub>3</sub>量としては試料ガス約1ℓに対し、O<sub>3</sub>約10mlで充分酸化できることがわかった。

振とう時間の効果: O<sub>2</sub>酸化の場合、試料ガス吸収後の振とう時間が定量値に大きく影響する。吸収後2.5時間連続的に振とうすることによりほぼ標準値に近い値が得られた。

分液による分析時間の短縮: 吸収液25mlからその10mlを分液して操作することにより、現行JISでは乾固に3~4時間要するの比べ、約1.5時間で終了し、分析時間を短縮する事ができた。

分析結果: 標準ガス(NO/N<sub>2</sub>バランスガス)の分析を行なった結果を表に示す。ここに示すように現行JISの方法と比較して、改良法ではほぼ標準値に近い値が得られた。

表 標準ガス分析結果

標準ガス (PPM)	現行JIS PDS法	改良法 O <sub>2</sub> 酸化	改良法 O <sub>3</sub> 酸化	NOx-9
10	3.4	9.0	9.2 9.1	9.5
30	4.4	28.9	29.8 29.2	29.5
50	12.2	49.9	49.7 49.9	49.5

\* 2.5時間振とう

4. 結言

現行JISのPDS法の酸化方法等を改良することにより、20ppm以下の低濃度のNOxを正確にかつ分析所要時間を短縮でき、(現行JISの1/5~1/7)現場で充分実用できる。