

硫黄酸化物による排ガス中水銀測定の影響について

JIS K 0222 解説 5.1.3 では、「吸収された SO_2 が測定中曝氣することにより水銀のスペクトルラインを吸光し、正の誤差を与える」とあるため、硫黄酸化物が水銀測定においてどの程度の正の誤差を与えるか標準無添加での試験を行った。

1. 酸素非共存下

(試験条件)

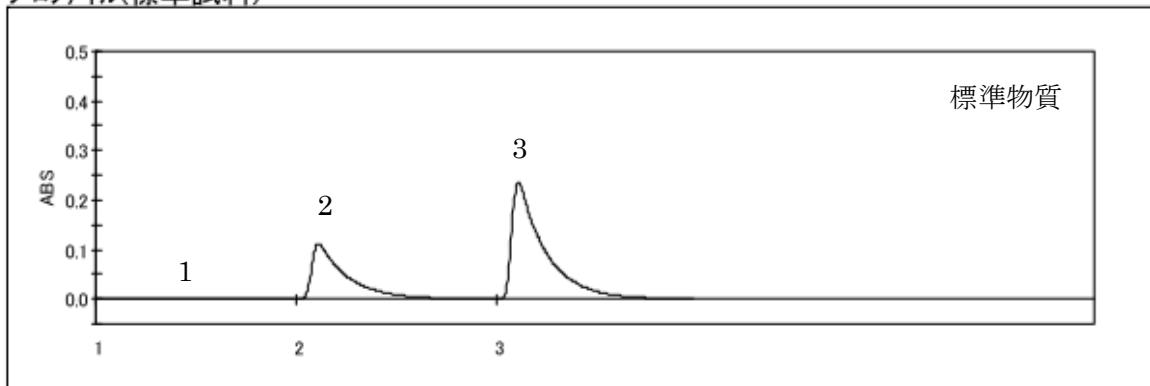
- ・吸収液：JIS K 0222 に規定されている過マンガン酸カリウム溶液 300 mL × 2 連
(過マンガン酸カリウム 1.5 g/L、硫酸 (1+30))
- ・吸収瓶：1000 mL 容積 (円筒フィルター型)
- ・硫黄酸化物濃度：463.8 ppm (標準ガスボンベより供給。バランスガスは窒素)
- ・流速：2 L/min

表1 硫黄酸化物通気（酸素非共存下）による水銀添加回収試験結果

試験番号	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5
吸収液量/吸収瓶容積	300 mL/1000 mL (円筒フィルター型)				
吸収液の種類	JIS 法 (過マンガン酸カリウム 1.5 g/L、硫酸 (1+30))				
前処理液	無し		1N KOH		5% HNO_3 10% H_2O_2
SO_2 (463.8 ppm) 通気量	50 L	100 L	50 L	100 L	100 L
通気水銀量	添加無し				
検出量 (ng)	前処理液	---	---	851	2325
	吸収液 1 連目	<20	<20	<20	<20
	吸収液 2 連目	<20	<20	<20	<20

本試験条件では、過マンガン酸カリウム吸収液及び硝酸・過酸化水素前処理液には正の誤差が確認できなかったが、水酸化カリウム前処理液からは SO_2 によると考えられる妨害ピークが検出された。

プロファイル(標準試料)



プロファイル(未知試料)

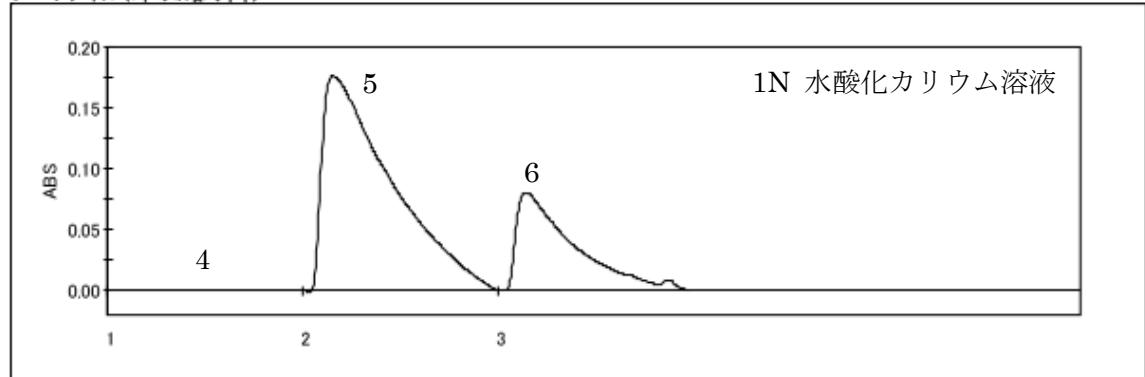


図 1 水銀分析結果チャート

1 : STD 0 ng

2 : STD 10 ng

3 : STD 20 ng

4 : 1N 水酸化カリウム溶液 (300 mL) ブランク

5 : 1N 水酸化カリウム溶液 (300 mL) SO₂ ガス 463.8 ppm 100 L 通気時 (水銀蒸気通
気なし)

6 : 1N 水酸化カリウム溶液 (300 mL) SO₂ ガス 463.8 ppm 50 L 通気時 (水銀蒸気通
気なし)

2. 酸素共存下

(試験条件)

- ・吸収液 : JIS K 0222 に規定されている過マンガン酸カリウム溶液 300 mL × 2 連
(過マンガン酸カリウム 1.5 g/L、硫酸 (1+30))
- ・吸収瓶 : 250 mL (吸収液量 : 100 mL) × 吸収液 2 連
- ・硫黄酸化物濃度 : 200 ppm (標準ガスボンベより供給。標準空気により希釈)
- ・酸素濃度 : 16%
- ・流速 : 1 L/min (通気時間 : 100 分、ガス通気量 : 100L)
- ・分析時定容量 : 300 mL

表2 硫黄酸化物通気（酸素共存下）による水銀添加回収試験結果

試験番号	水銀標準 通気量	回収率		
		前処理液	吸収液	
			1連目	2連目
2-1	10 μ g (SO ₂ 通気前に 添加)	---	98.7%	<0.2%
2-2		無し 1.0% (1N KOH)	97.5%	<0.2%
2-3		0.6% (10% H ₂ O ₂ +5% HNO ₃)	100.0%	1.0%
2-4	10 μ g (SO ₂ 通気後に 添加)	---	96.8%	<0.2%
2-5		無し 1.2% (1N KOH)	99.9%	<0.2%
2-6		0.6% (10% H ₂ O ₂ +5% HNO ₃)	99.8%	0.9%
2-7	添加無し	---	<15 ng/全量	<15 ng/全量
2-8-①		無し 340 ng/全量 検出 (1N KOH)	<15 ng/全量	<15 ng/全量
2-8-②		721 ng/全量検出 (1N KOH)	<15 ng/全量	<15 ng/全量
2-8-③		609 ng/全量検出 (1N KOH)	<15 ng/全量	<15 ng/全量
2-9-①		<15 ng/全量 (10% H ₂ O ₂ +5% HNO ₃)	<15 ng/全量	<15 ng/全量
2-9-②		<15 ng/全量 (10% H ₂ O ₂ +5% HNO ₃)	<15 ng/全量	<15 ng/全量
2-9-③		<15 ng/全量 (10% H ₂ O ₂ +5% HNO ₃)	<15 ng/全量	<15 ng/全量

SO₂ 200 ppm (酸素 16% 共存下)においても、前処理液が無い場合でも過マンガン酸カリウム溶液の変色はなかった。前処理液のうち、硝酸過酸化水素水混合溶液からは妨害となるピークは検出されなかつたが (試験番号 2-9-①～③)、水酸化カリウムの場合は、酸素非共存下と同様に正の誤差を確認した (試験番号 2-8-①～③)。