



【既報】講演要旨：第 14 回環境化学討論会 (2005)

固相吸着および凝集を用いた水中ダイオキシン類捕集法の開発

○山本一樹¹⁾, 松田壮一¹⁾, 濱田典明¹⁾, 本田克久²⁾

1) 三浦工業株式会社 三浦環境科学研究所 (〒799-2430 愛媛県松山市北条辻 864-1)

2) 愛媛大学 農学部 環境産業科学研究室 (〒790-8566 愛媛県松山市樽味 3-5-7)

Development of Trapping Method by Solid-Phase Adsorption and Coagulation for PCDDs, PCDFs and Coplanar PCBs in Water.

Kazuki YAMAMOTO¹⁾, Souichi MATSUDA¹⁾, Noriaki HAMADA¹⁾, Katsuhisa HONDA²⁾

1) Miura Institute of Environmental Science, MIURA Co., Ltd. (864-1, Hojo Tsuji, Matsuyama Ehime, 799-2430)

2) Environmental Science for Industry, Ehime University (3-5-7 Tarumi, Matsuyama Ehime, 790-8566)

はじめに

水中ダイオキシン類の捕集は、液-液抽出法と固相抽出法に大別されるが、近年は固相抽出法が多く、の試料水で用いられている。中でも ODS 修飾シリカゲルをディスク型に固定化したものは、日本における水中ダイオキシン類分析の公定法 (JIS K 0312) に例示されているが、溶存態ダイオキシン類の存在状態によっては捕集率が低下することがあり、吸着破過水量を確認できない場合は、通水量が 5 L までと制限されている。

我々は既報¹⁾により、水酸化第二鉄を用いた共沈法を改良し、生成したフロックの沈降速度が速く、ろ過が効率的に行える凝集剤を開発し、水中ダイオ

キシン類の分析に応用した。その結果、凝集法は懸濁物質のみならず、コロイド等に吸着したダイオキシン類もフロックとして取り込み、効率的に水中のダイオキシン類を捕集できることを明らかにした。そこで吸着固相として活性炭と凝集剤を併用した水中ダイオキシン類の捕集方法について検討し、簡便かつ迅速な方法が得られたのでその結果について報告する。

実験方法

固相吸着・凝集剤

凝集剤には粉体状のポリ塩化アルミニウム (PAC) を用いた。予め濁度と PAC 使用量について検討し、

添加量を 50 ppm とした。また凝集剤添加後の pH 調整の手間を避けるため、炭酸ナトリウムを加えることとした。吸着固相は、親水性カーボンブラック (以下、水溶性活性炭という) および粉末活性炭の 2 種類を用いて検討した。また、沈降助剤として、カオリンと粒径の異なる 2 種類のシリカゲルについて検討を行った。

添加回収試験

精製水 20 L に、定量下限の 10 倍程度の濃度になるように native のダイオキシン類標準液を添加し、十分に攪拌した。その後固相吸着・凝集法によりダイオキシン類を捕集した。トルエン抽出液にクリーンアップスパイクを添加してから公定法に準拠した操作を行い、ダイオキシン類濃度を定量し、回収率を求めた。上記の添加回収試験を 2 回行った。

吸着保持力試験

吸着固相に native のダイオキシン類標準液を添加し、溶媒を揮散させてからガラス繊維ろ紙上に置き、水道水を 100 L 通水した。以降は前項と同様な操作を行ってダイオキシン類量を定量し、回収率を求めた。この試験を 2 回行い、その回収率により、吸着固相の吸着保持力を評価した。

従来法との比較

従来法と固相吸着・凝集法の比較を環境水と排水について行った。環境水としては河川水、湖沼水、地下水、海水を用い、ODS 法と本検討との比較を行った。また排水として最終処分場の浸出水と放流水、焼却施設のスクラバー排水と放流水、化学工場の排水について ODS 法および／もしくは液-液抽出法と比較した。抽出法の違いによる濃度や組成の一致性、クリーンアップスパイクの回収率について検証した。また、試料水の性状が捕集率に及ぼす影響

を確認するため、試料水の pH、電気伝導率、懸濁物質 (SS) 濃度、ノルマルヘキサン抽出物質濃度および溶存有機態炭素 (DOC) 濃度を測定した。

結果と考察

固相吸着・凝集剤

水溶性活性炭は、フタル酸エステルが大量に含まれており、測定時の妨害を引き起こした。粉末活性炭については測定時の妨害等はなく良好な結果を得ることができた。また、固相吸着・凝集法により捕集率の検討を行い、回収率を確認した結果、活性炭の添加量を排水では 17 ppm、環境水は 6 ppm にすることが最適であることが分かった。

沈降助剤として用いたカオリンは TeCDFs を高濃度に含んでおり使用に適さなかった。一方、カラムクロマトグラフ用のシリカゲルは容易にブランクを除去することができた。フロックの沈降速度を検討した結果、粒径の異なる 2 種類のシリカゲルを等量混合し、100 ppm 程度の濃度になるように試料水に添加すると、ほぼ 1 時間の静置でフロックが全て沈降することが明らかとなった。

添加回収試験

添加した標準物質の回収率は 88 % 以上であり、2 回の平均値では、すべての化合物において 90 % 以上の回収率であった。

吸着保持力試験

添加した標準物質の回収率は 100L 通水後、70 % 以上であり、2 回の平均値でも、70～106 % の回収率を示した。

従来法との比較

環境水、排水ともにいずれの試料においても、全ての化合物において平均濃度の ± 30 % 以内であり、

従来法とよく一致していた (Fig.1) . 固相吸着・凝集法におけるクリーンアップスパイクの平均回収率は、全ての化合物において ODS 法と比較してほぼ 15 ポ

イント高く、70～100 % の範囲であった (Fig.2) . また、回収率の範囲は、コプラナ PCBs においては ODS 法とほぼ同等であったが、PCDDs および PCDFs におい

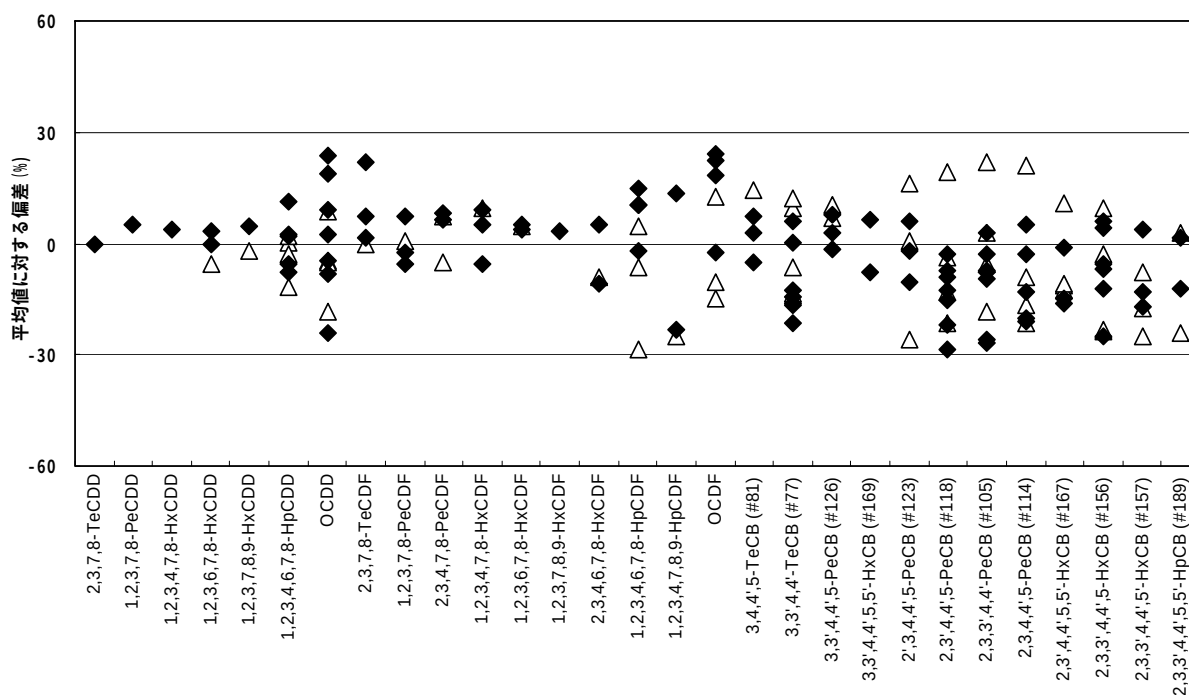


Fig.1 固相吸着・凝集法の平均値に対する偏差 (◆排水, △環境水)

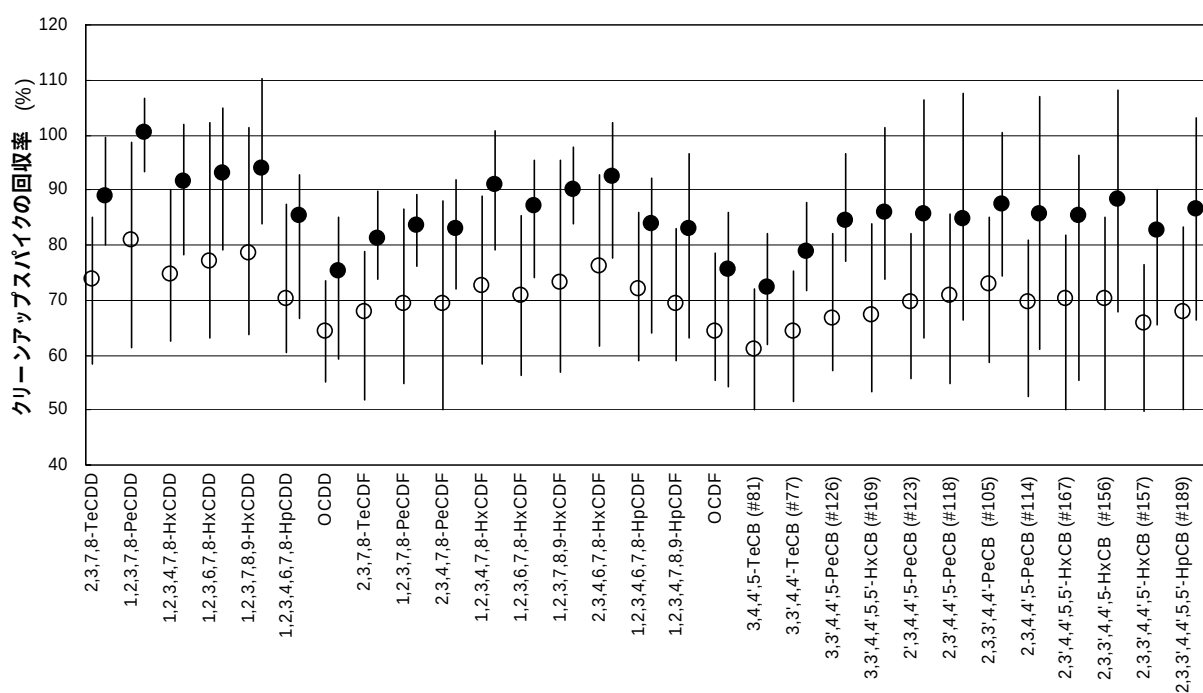


Fig.2 固相吸着・凝集法 (●) と従来法 (ODS 法:○) の回収率の平均および範囲

ては ODS 法より明らかに狭く、回収率の変動係数も ODS 法の 14 % に対し、固相吸着・凝集法は 8 % と明らかに小さかった。検討した試料水の pH は 6.8 ～ 7.9、電気伝導率は 10 ～ 4600 mS/m、SS 濃度は 0.9 ～ 52 mg/l、ノルマルヘキサン抽出物質濃度は 0.04 ～ 5.3 mg/l、DOC 濃度は 1.1 ～ 63 mg/l の範囲であった。上記の結果より、これらの範囲において捕集率に影響を及ぼす要因は認められなかった。

まとめ

開発した固相吸着・凝集剤を用いた固相吸着・凝集法は、操作は簡便 (Fig.3) であり、実作業時間も短く、使用する器具も最小限である。加えて、安定した高い捕集率が得られ、広範な性状の水試料に適用可能であると考えられた。

参考文献

- 1) 清家伸康ら：凝集剤を用いた水中ダイオキシン類捕集法の開発，環境化学，**10**，P.841-848 (2000)

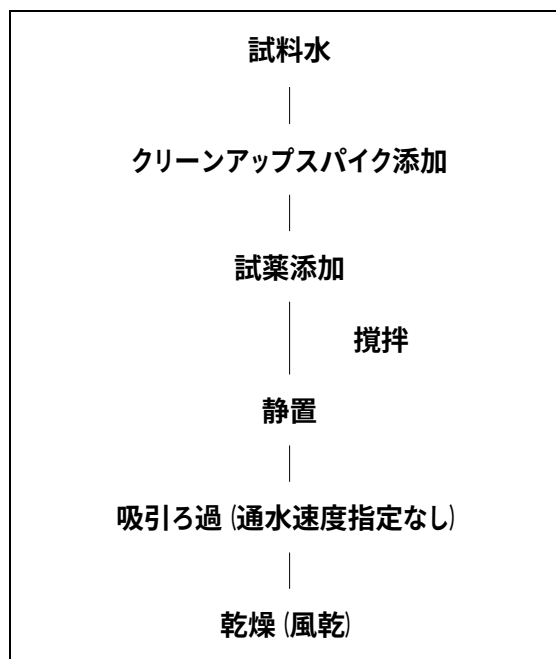


Fig.3 分析フロー



グリーンテクノロジーを創成する
三浦環境科学研究所
愛媛県松山市北条辻864番地1 〒799-2430
TEL 089-960-2350 FAX 089-960-2351
三浦工業株式会社
<http://www.miuraz.co.jp>