

## 凝集採取装置（環境水）取り扱い説明書

### 添加剤

A 剤 （アルミニウムイオン，カルシウムイオン等）

B 液 （高分子凝集剤水溶液）

### 採取操作手順

#### 凝集

試料水 40L をタンクに入れる

攪拌装置のダイヤルを 6 にセットして A 剤を投入，2 分間攪拌 [急速攪拌]

攪拌装置のダイヤルを 3 にセットして 10 分間攪拌 [緩速攪拌]

B 液を投入（徐々に），5 分間攪拌 [緩速攪拌，フロック成長]

攪拌装置のダイヤルを 2 にセットして 3 分間攪拌 [緩速攪拌，フロック沈降]

#### ろ過

テフロンホースの吸引口をフロックを吸い込まない位置に合わせる

バタフライ弁は閉じたまま，上澄み液をテフロンチューブから抜く（ポンプ作動，流量 2L/min）

テフロンホースの吸引及び通水確認後，ポンプを停止

空気弁を開放（上澄み液が吹き出したら閉める．流量調整）

上澄み液が無くなったらバタフライ弁を開放にする

流量調整

液が下から出なくなるまで放置

### 抽出操作手順

ガラスホルダーから PUF を取り出す．周りに付着したフロックは PUF 等で拭き取る．

外気からの汚染を避け，脱水及び乾燥

ソックスレー抽出器を用いトルエン溶媒で 16 時間以上抽出を行う．

### 凝集採取装置の仕様

種類	材質
タンク・配管	ステンレス（鏡面仕上げ）
バタフライバルブパッキン	EPDM
フェルールパッキン	シリコーンゴム

# 凝集剤を用いた現場処理対応型 水中ダイオキシン類捕集法の開発

○清家伸康、山下正純、大内宗城、本田克久  
(三浦工業(株))

# 水中のダイオキシン類分析における問題点

## 最大の要因

水中のダイオキシン類濃度が極めて低濃度である

- 大量の試料(20L以上)が必要
- 試料の輸送が必要

- 輸送コスト
- 試料ビンの破損
- 試料ビンへの吸着
- コンタミネーション

現場処理(捕集)が望まれる

# 現在の水中ダイオキシン類捕集法と問題点

## 現在の方法

## 問題点

### ◎ 固相抽出

◆ ODS法

◆ PUF法

◆ XAD-2

● 目詰まり → 交換(GFF等)

● 通水時間が長い

### ◎ 液-液抽出

● 大量の試料処理には不適

## 共沈法 ★水中のほとんどのダイオキシン類が粒子吸着態で存在

### 利点

- コロイドも捕集可能
- 環境水、排水に対応可能

### 欠点

- フロックの沈降速度が遅い

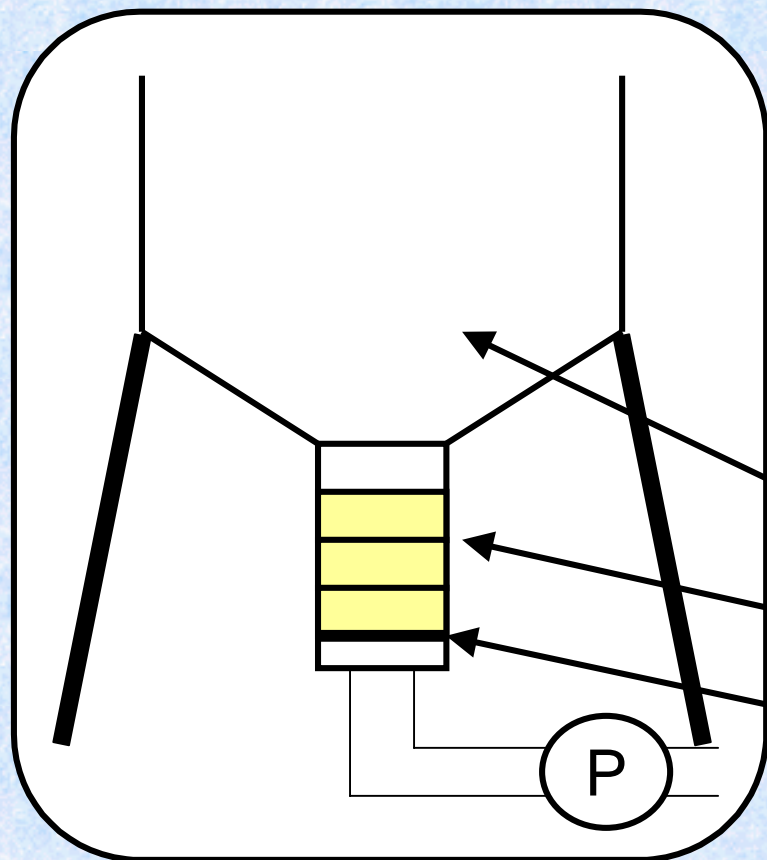
## 凝集法

- フロックの沈降速度が速い
- フロックのろ過性に優れた
- 凝集剤の添加量が少ない

### 目的

現場処理(捕集)が可能な捕集方法の開発

# 装置の概要



## 凝集剤

アルミニウムイオン、ゼオライト、  
高分子凝集剤、カルシウムイオン

## 装置

凝集沈殿槽

PUF(ポリウレタンフォーム)

GFF(ガラス繊維ろ紙)

## 特徴

★ 1L/min以上で通水可能

★ 固相抽出法が可能

## 検討項目

- 凝集剤の量
- 凝集剤のブランクチェック
- 環境水を用いた添加回収試験
- 界面活性剤の影響について
- ODS法との比較

# 凝集剤量について

## 方法

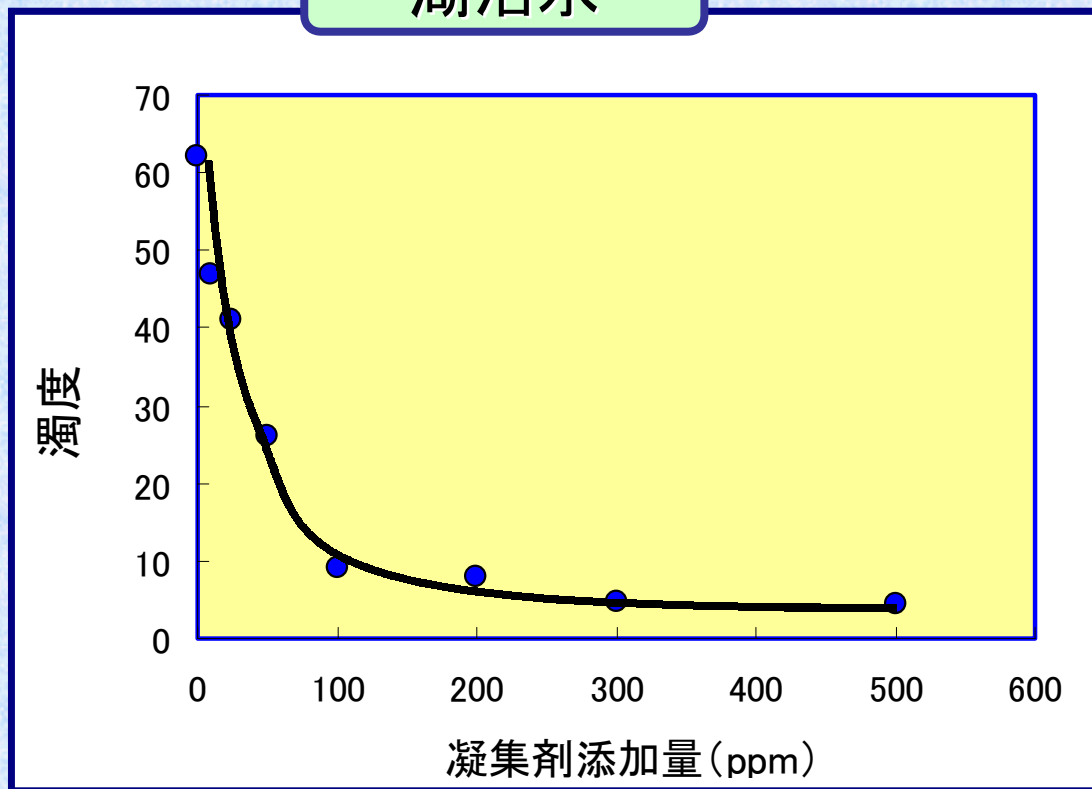
- 湖沼水 (アオコ水)  
(環境水の代用として)

に凝集剤の量を変え添加



濁度を測定

## 湖沼水

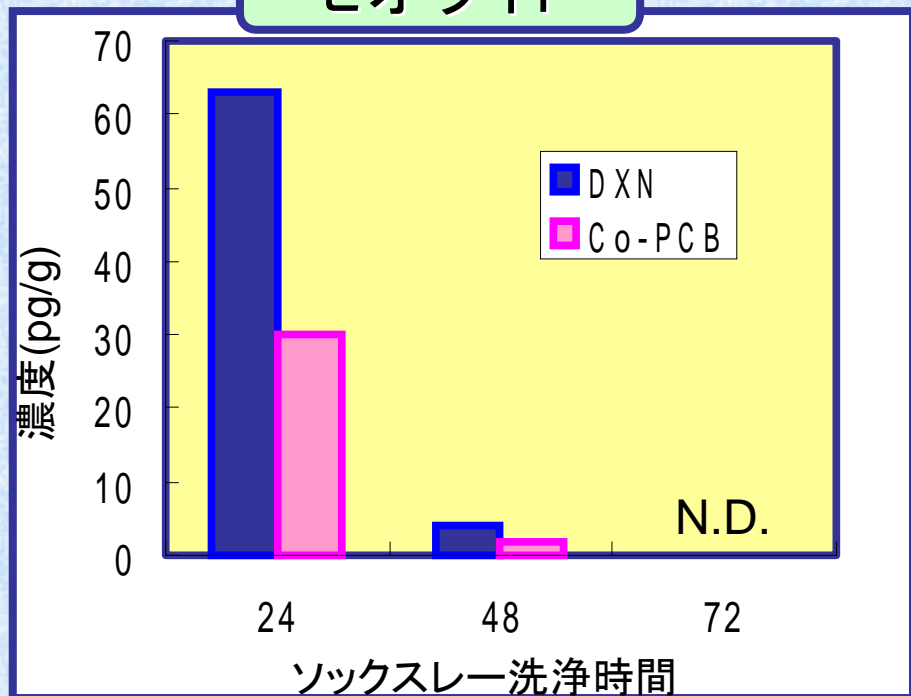


# 凝集剤のブランク

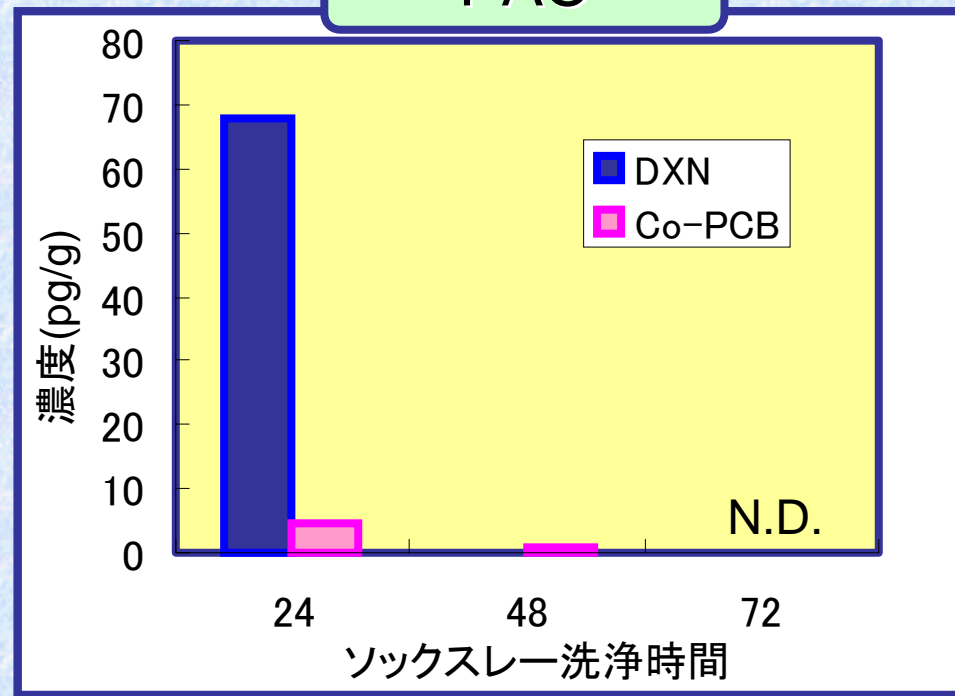
## 方法

- 凝集剤をトルエンでソックスレー洗浄

### ゼオライト



### PAC

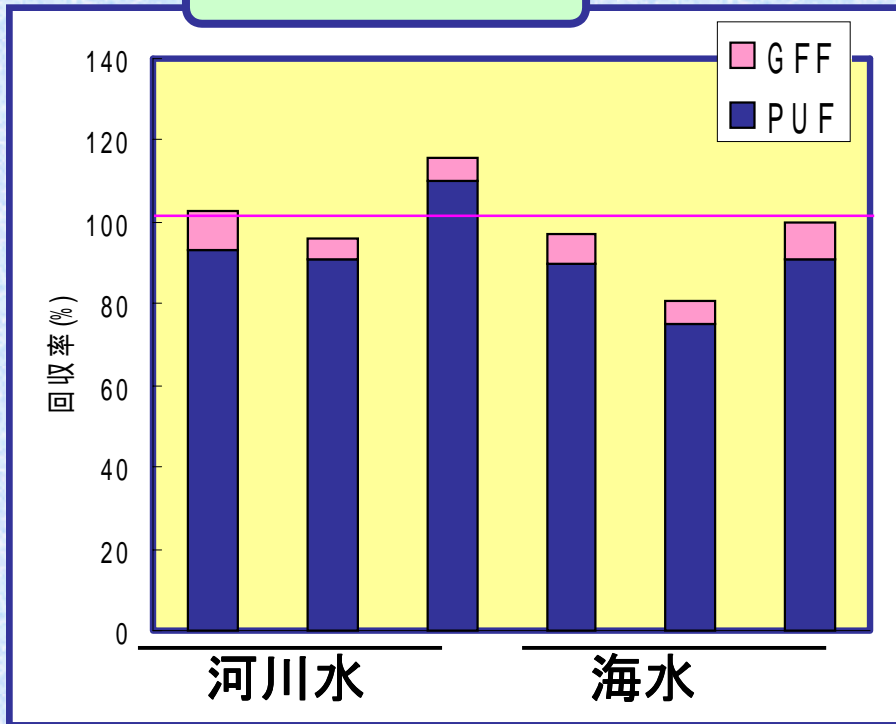


# 添加回収試験

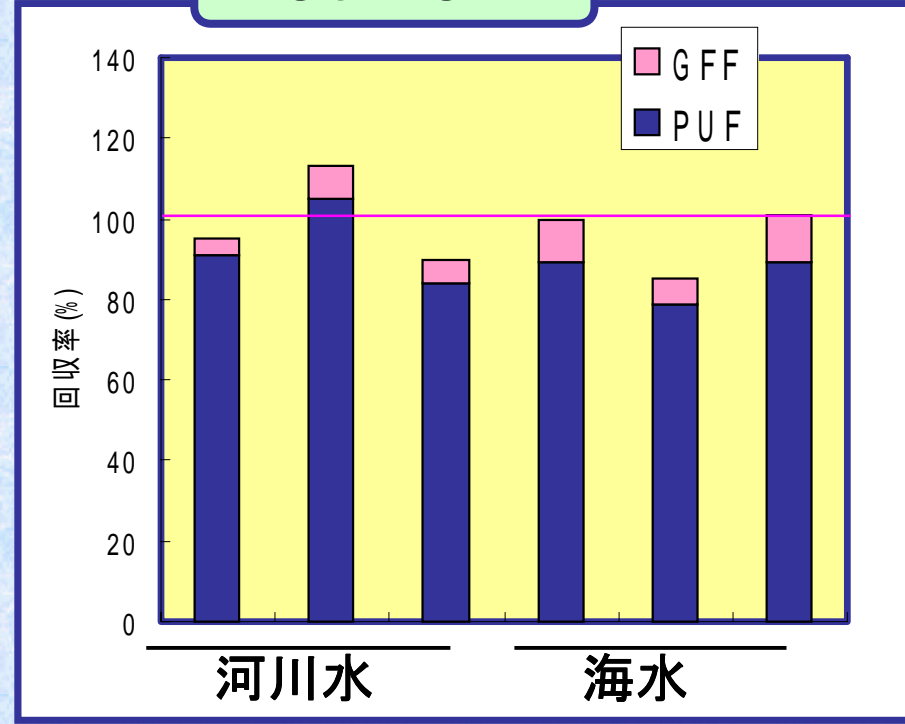
## 方法

- 河川水及び海水にDXN,Co-PCB標準溶液(各異性体;2ng)を添加

### DXN



### Co-PCB



# 界面活性剤による影響

## 方法

- 河川水及び海水にDXN,Co-PCB標準溶液(各異性体;2ng)を添加
- 界面活性剤を添加し1L/minで通水した

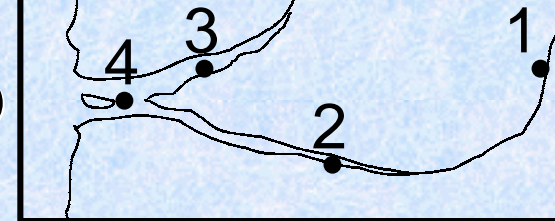
界面活性剤濃度(ppm)		凝集法				回収率(%)			
		0	0.2	2	20	ODS法			
		0	0.2	2	20	0	0.2	2	20
PCDDs	TeCDDs	84	97	81	87	78	78	82	82
	PeCDDs	85	104	95	90	88	74	75	85
	HxCDDs	105	75	80	81	65	63	55	69
	HpCDDs	93	82	92	86	61	60	59	67
	OCDDs	98	88	113	81	53	51	52	60
PCDFs	TeCDFs	98	99	114	95	80	85	88	80
	PeCDFs	87	109	109	85	81	65	75	77
	HxCDFs	88	89	91	93	69	61	69	70
	HpCDFs	96	91	84	87	62	65	58	67
	OCDFs	88	89	100	89	58	51	46	48
PCBs	TeCBs	113	95	94	92	78	83	78	75
	PeCBs	82	104	101	95	72	74	67	63
	HxCBs	85	81	82	87	66	60	70	63
	HpCBs	98	83	91	89	64	62	61	60

# ODS法との比較

## 方法

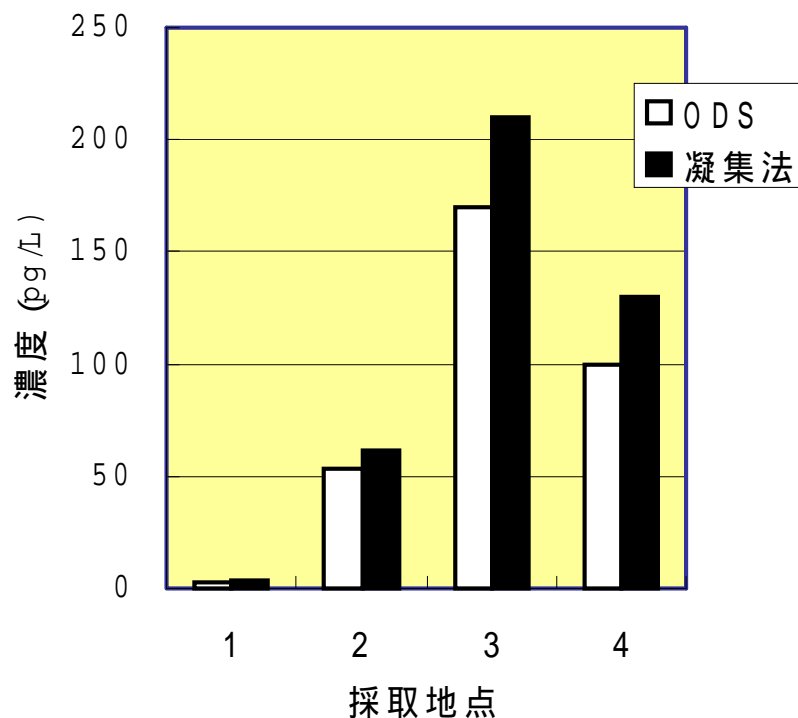
● 河川水20LをODS法と凝集法で分析し、濃度と組成を比較（ODSは200mL/min，凝集法は1L/minで通水）

### 試料採取地点



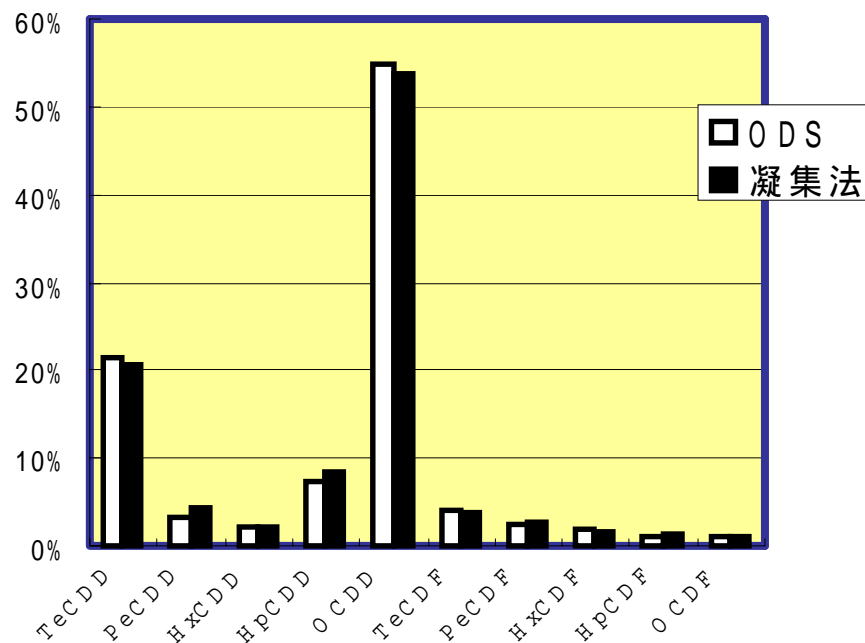
## DXN

### 濃度



### 組成

(採取地点4)



# TeCDFsのクロマトグラム (採取地点4)

ODS法

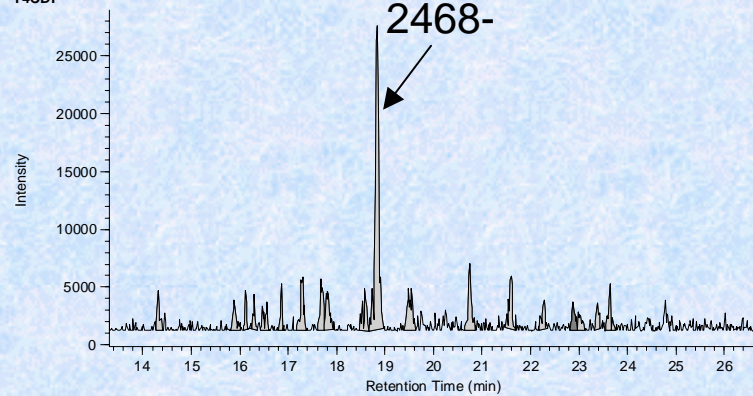
凝集法

DQ Main View

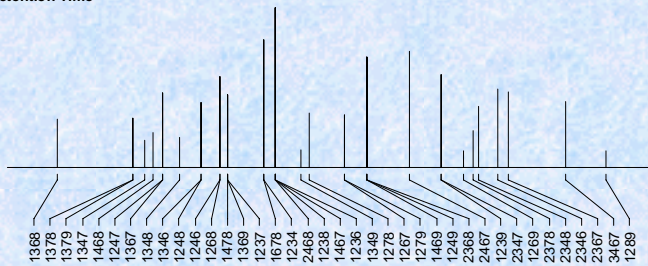
DqData : m:\DioK1DqData\A0D0174D45F  
Injection : A0D017007E

Page 1

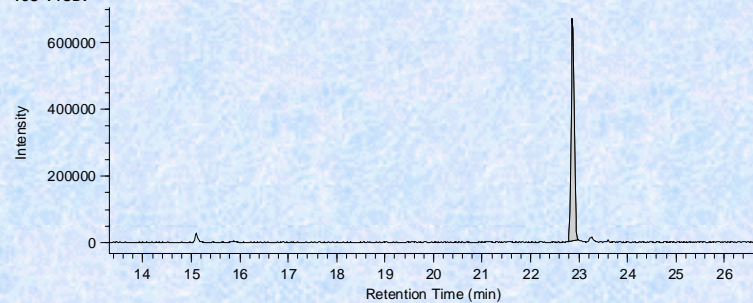
T4CDF



Calculated Retention Time



13C-T4CDF

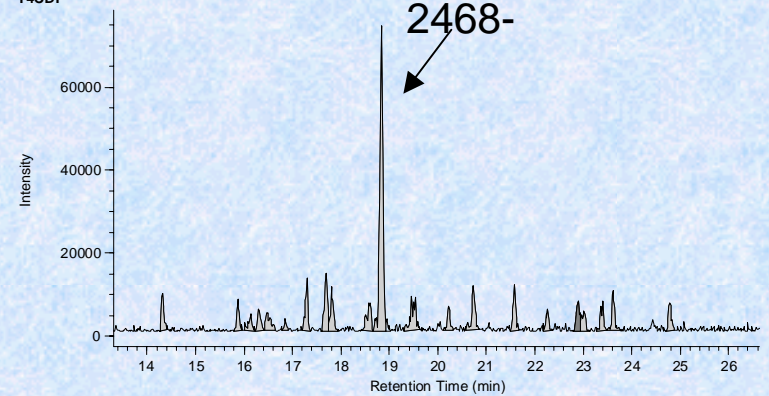


DQ Main View

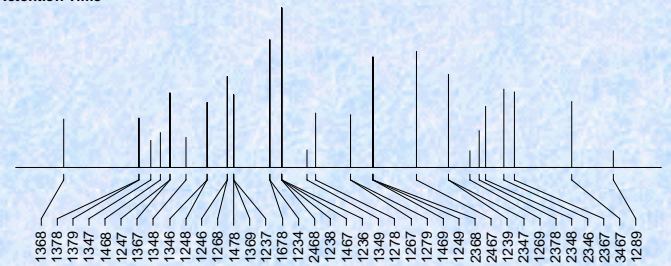
DqData : m:\DioK1DqData\A0D0174D45F  
Injection : A0D017008E

Page 1

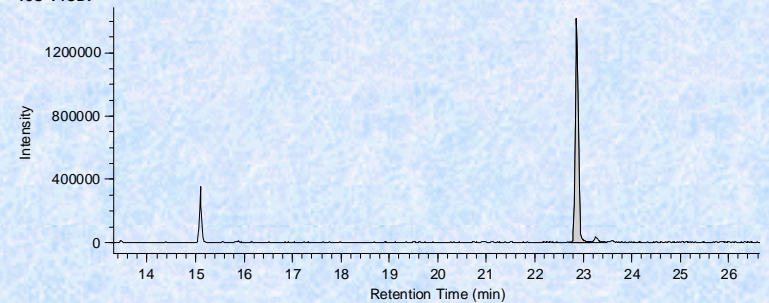
T4CDF



Calculated Retention Time

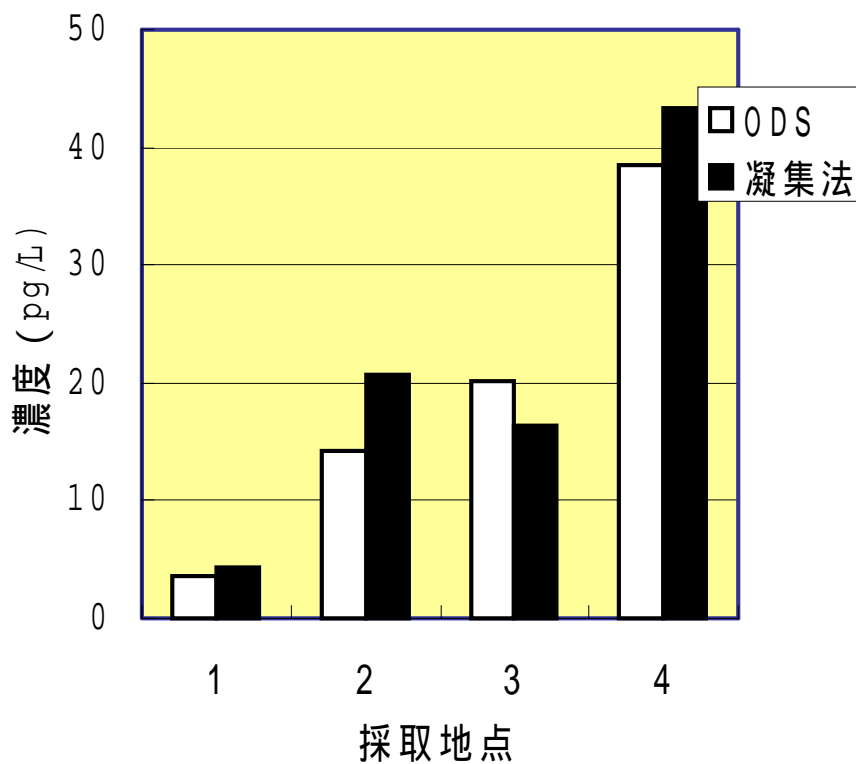


13C-T4CDF



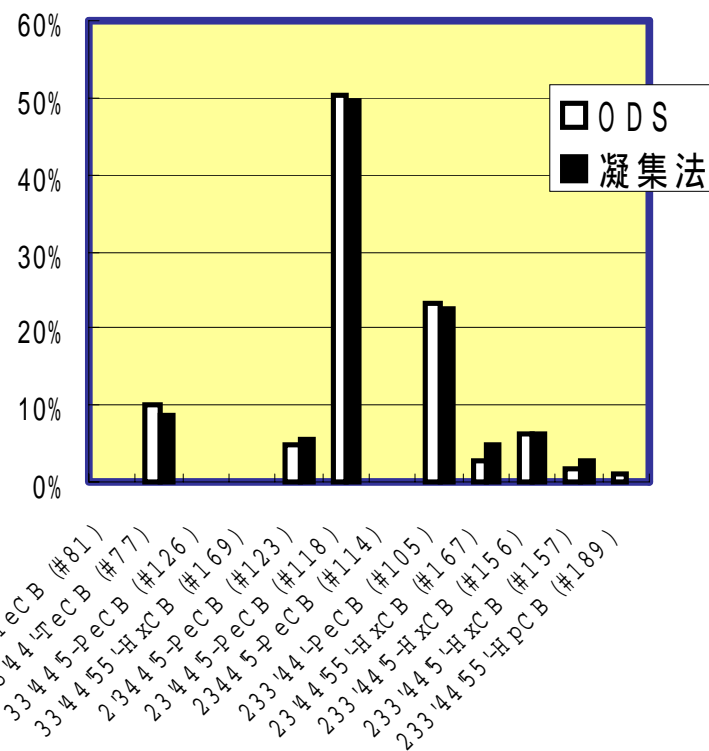
# Co-PCB

## 濃度



## 組成

(採取地点4)



## まとめ

### 凝集剤を用いた現場処理対応型水中ダイオキシン類捕集法の開発

- 少なくとも1L/minでの採水が可能であり、一つの現場につき1時間以内で捕集でき、現場処理が可能となった。
- ダイオキシン類(DXN,Co-PCB)の捕集率は80から120%の範囲であり、良好な結果が得られた。
- 固相抽出法(ODS法)と同等、或いはそれ以上の測定結果が得られ、水中ダイオキシン類の捕集法として適応可能であることが分かった。

# ODS及び凝集法における捕集効率概念図

