

図 4-3-8 PCDDs 分画試験結果

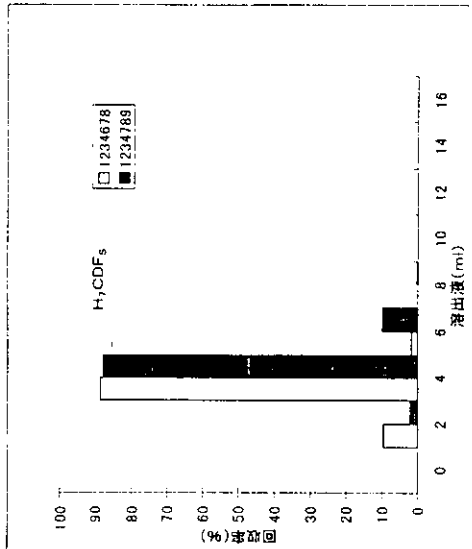
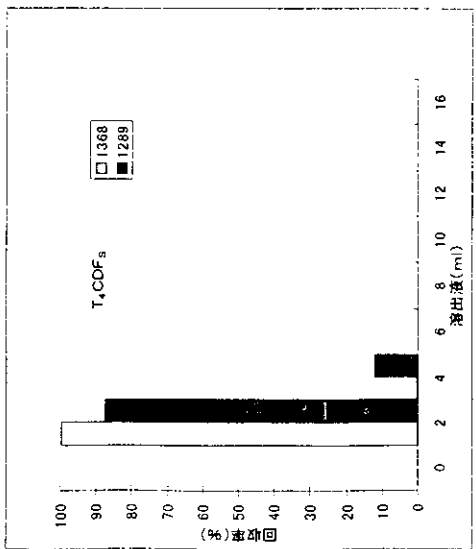
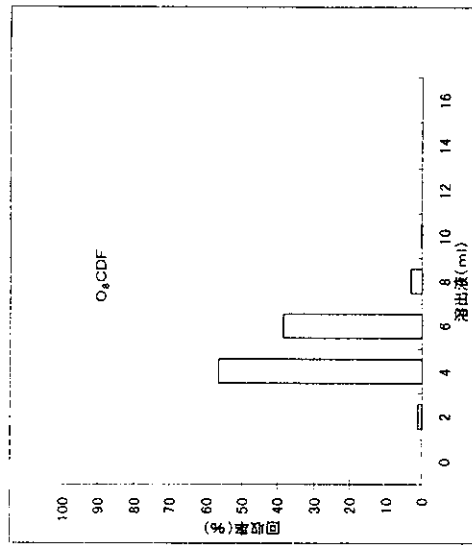
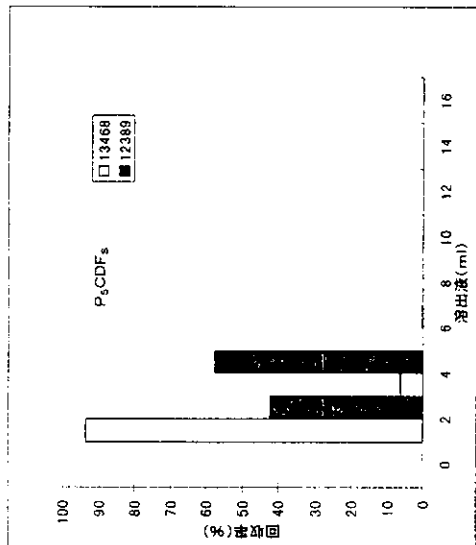
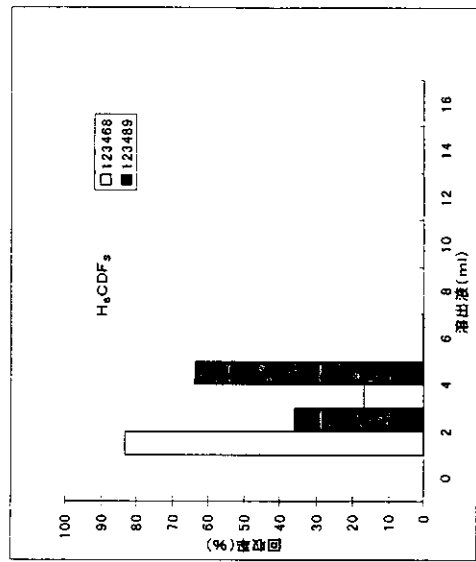


圖 4-3-9 PCDFs 分画試驗結果

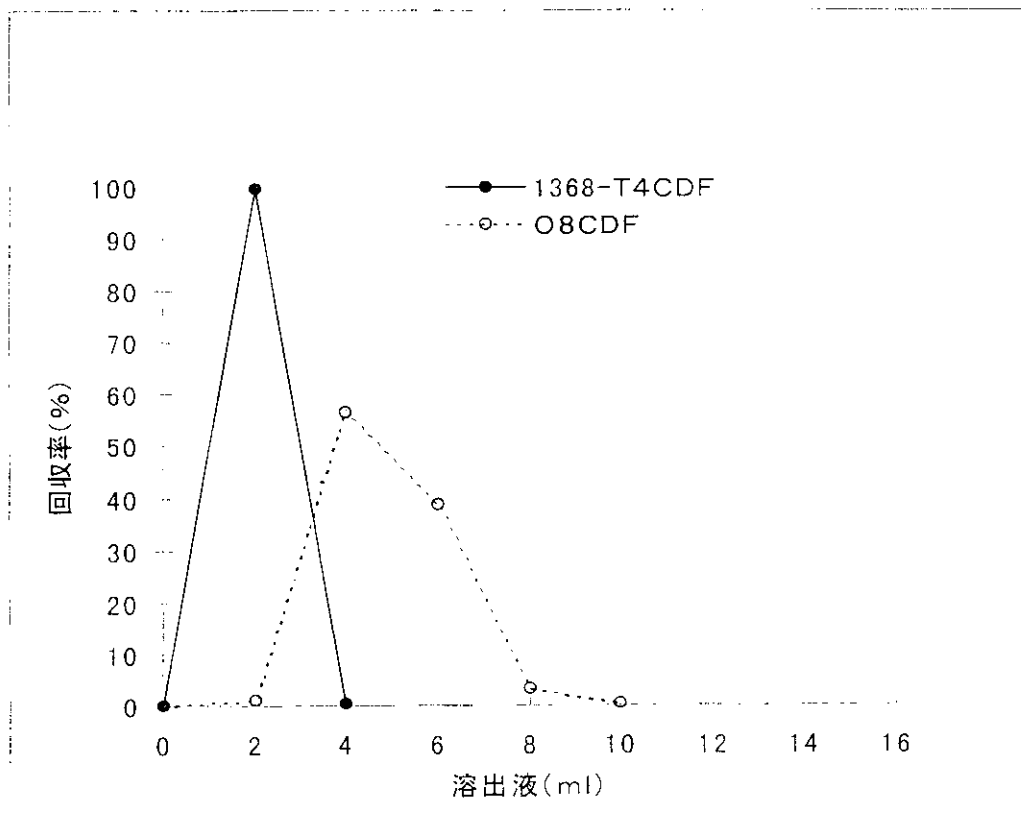
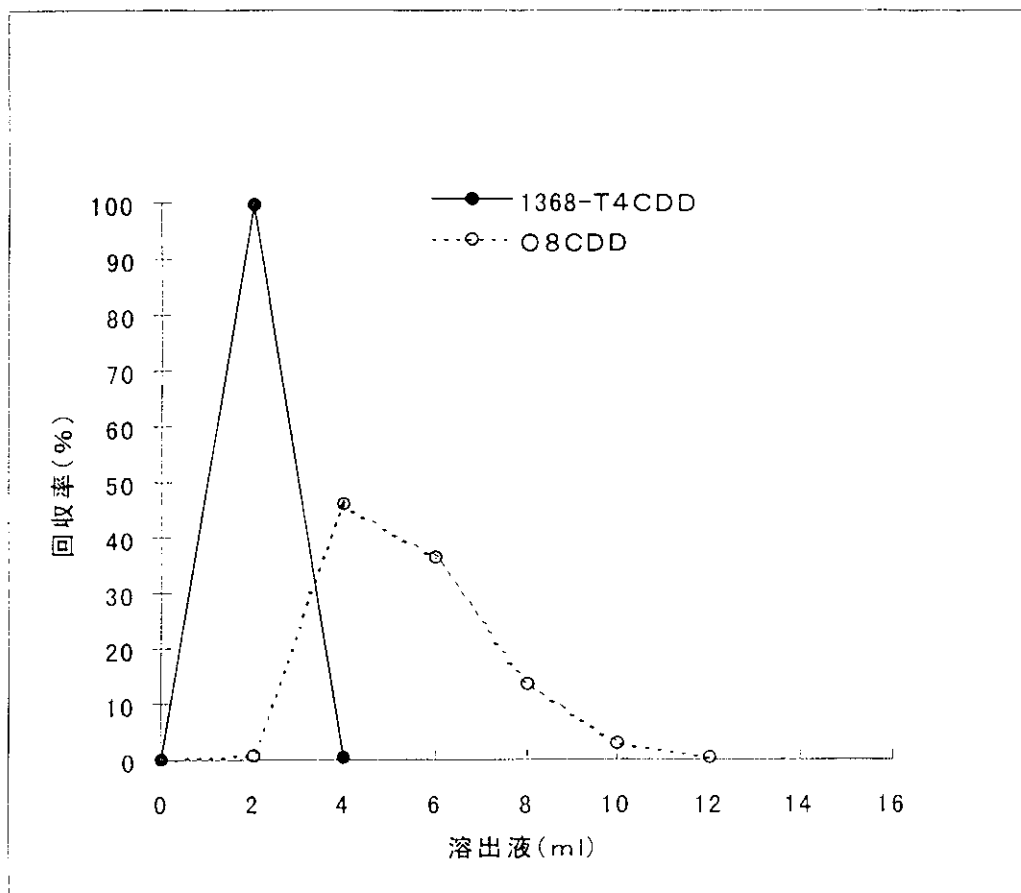


図4-3-10 T4およびO8 PCDDsおよびPCDFs分画試験結果

3-4 抽出液基準試料によるクリーンアップ工程の信頼性確認

表4-3-10の抽出液を用いてシリカゲルおよびアルミナミニカラムによるクリーンアップ工程の信頼性確認試験を行った。

抽出液（トルエンベース）2mlをピアースバイアル瓶に分取し、その中に内標準物質（17種類）を加え、窒素気流で乾固直前まで濃縮したのち、n-ヘキサン約2mlを加えて、これを検液とした。検液は、3検体調製し、以後、クリーンアップ処理し、窒素気流で乾固直前まで濃縮したのち、n-デカン50 μ lを加えてGC/MSにより定量分析した。

表4-3-11に実測濃度の結果を、表4-3-12に毒性等量の結果を示す。3検体のバラツキは小さくPCDDsの変動係数率（標準偏差： 1σ ）は実測濃度で約2%、毒性等量で約4%、PCDFsは、実測濃度および毒性等量ともに、約1%で、PCDDsの方が、PCDFsより若干バラツキが大きい。PCDDsとPCDFsの総和では、実測濃度および毒性等量ともに約2%であった。しかし、抽出液の基準値と比較すると、いずれも低値を示した。基準値に対する3検体の回収率を図4-3-11（実測濃度）および図4-3-12（毒性等量）に示す。実測濃度および毒性等量は、PCDDsの方がPCDFsより低く、PCDDsは約80%、PCDFsは88%で、PCDDsおよびPCDFsの総和では84%であった。なお3検体の内標準物質の回収率（ピーク面積比）は、85%~120%で平均102%であった。

内標準物質の回収率が高いのに対し、抽出液の回収率が低い理由は、抽出液を分取する時に用いたシリンジの誤差および操作の不慣れに起因しているためと考える。

本操作は、9時頃より開始し、12時過ぎに終了した。操作時間は、約3時間半強であった。

表4-3-11 抽出液の分析値（実測濃度）

	分析項目	抽出液基準値	液検1	液検2	液検3
ダイオキシン	2, 3, 7, 8-T ₄ CDD	0.95	0.79	0.79	0.82
	T ₄ CDDs	56	37	39	37
	1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDD	9.5	8.4	8.1	8.4
	P ₅ CDDs	150	130	130	130
	1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDD	19	16	15	16
	1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDD	37	27	27	28
	1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDD	27	22	22	22
	H ₆ CDDs	390	310	320	305
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDD	340	270	260	270
	H ₇ CDDs	640	490	470	500
	O ₈ CDD	880	730	730	650
	Total PCDDs	2120	1700	1690	1620
	ジベンゾフラン	2, 3, 7, 8-T ₄ CDF	3.6	3.2	3.1
T ₄ DCFs		120	110	100	100
1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDF		14	14	14	14
2, 3, 4, 7, 8-P ₅ CDF		20	16	16	17
P ₅ CDFs		230	220	210	220
1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDF		36	30	30	30
1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDF		34	30	32	31
1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDF		2.8	4.5	4.1	4.6
2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₆ CDF		56	50	49	49
H ₆ CDFs		410	320	340	320
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDF		240	240	230	230
1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-H ₇ CDF		26	26	25	26
H ₇ CDFs		390	400	390	400
O ₈ CDF		210	180	170	170
Total PCDFs	1360	1230	1210	1210	
Total PCDDs +		3480	2930	2900	2830
Total PCDFs					

注1 実測濃度：ダイオキシン、ジベンゾフラン濃度（ng/ml）

表 4 - 3 - 1 2 抽出液の分析値 (毒性等価濃度)

	分析項目	抽出液基準値	液検 1	液検 2	液検 3
ダイオキシン	2, 3, 7, 8-T ₄ CDD	0.95	0.79	0.79	0.82
	T ₄ CDDs				
	1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDD	4.75	4.2	4.1	4.2
	P ₅ CDDs				
	1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDD	1.9	1.6	1.5	1.6
	1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDD	3.7	2.7	2.7	2.8
	1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDD	2.7	2.2	2.2	2.2
	H ₆ CDDs				
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDD	3.4	2.7	2.6	2.7
	H ₇ CDDs				
	O ₈ CDD	0.88	0.73	0.73	0.65
	Total PCDDs	18.3	14.9	13.9	15.0
	ジベンゾフラン	2, 3, 7, 8-T ₄ CDF	0.36	0.32	0.31
T ₄ DCFs					
1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDF		0.70	0.70	0.70	0.70
2, 3, 4, 7, 8-P ₅ CDF		10	8.0	8.0	8.5
P ₅ CDFs					
1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDF		3.6	13.0	3.0	3.0
1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDF		3.4	3.0	3.2	3.1
1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDF		0.28	0.45	0.41	0.46
2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₆ CDF		5.6	5.0	4.9	4.9
H ₆ CDFs					
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDF		2.4	2.4	2.3	2.3
1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-H ₇ CDF		0.26	0.26	0.25	0.26
H ₇ CDFs					
O ₈ CDF		0.21	0.18	0.17	0.17
Total PCDFs	26.8	23.3	23.2	23.7	
Total PCDDs +		45.1	38.2	37.1	38.7
Total PCDFs					

注 1 毒性等価濃度 : 2,3,7,8-T₄CDD 毒性等価濃度 (ng-TEQ/ml)

注 2 毒性等価換算係数 International-TEF を適用

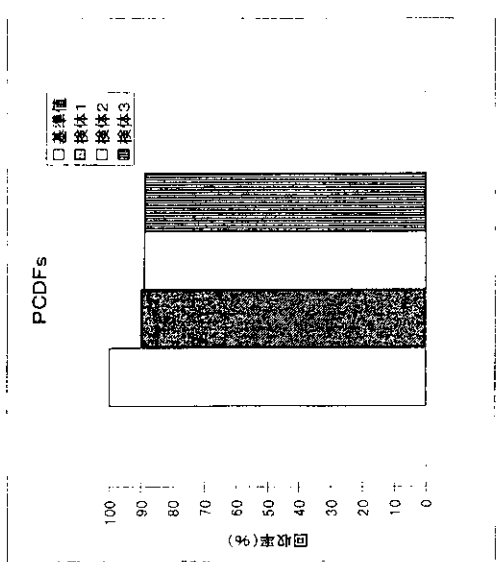
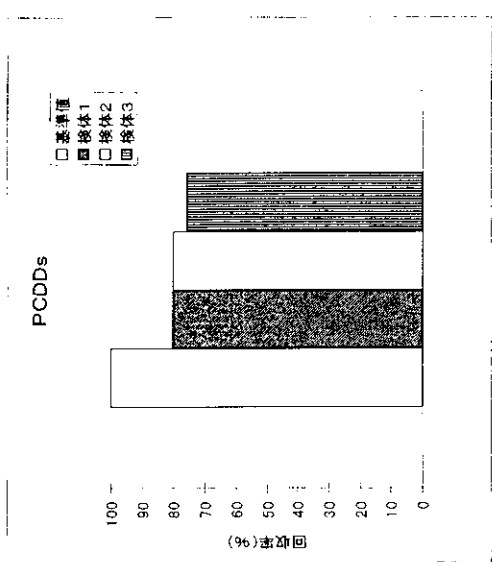
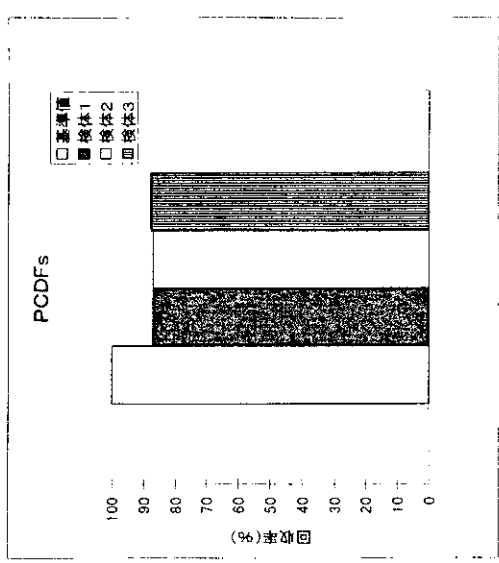
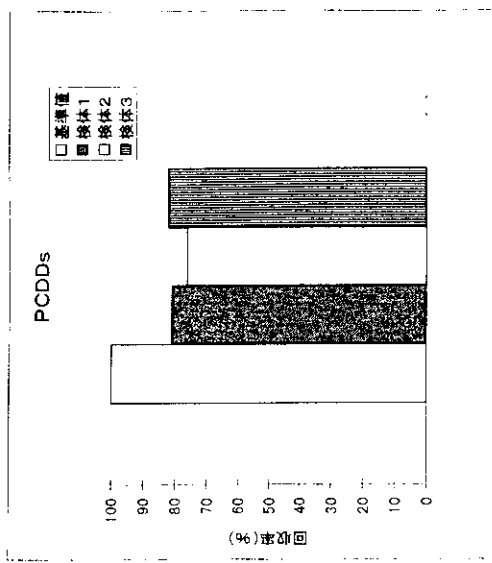


図4-3-1-1 実測濃度の基準値に対する回収率 図4-3-1-2 毒性当量の基準値に対する回収率

3-5 還流抽出法の検討

検体からDXNsを抽出する場合、マニュアルでは、塩酸処理、ろ過・洗浄、ろ過・洗浄液の液々抽出、残渣（焼却灰、飛灰および土壌等）の風乾（数日間）、そしてソックスレー抽出と手間と時間をかけて粗液抽出液を調製する。この工程を一括して処理する方法（還流抽出法）について検討した。

図4-3-13に還流抽出法のフローを示す。本試験では、表4-3-10に示す焼却灰基準試料を用いて行った。試料を蒸留フラスコに秤量後、conc HCl、アセトン、トルエンの順に加え、ソックスレー抽出装置の冷却器に直接蒸留フラスコを取付け、加熱し、抽出した。抽出時間は、1、3、5および16時間（一晚）、その後ろ過、洗浄したのち、分液ロートに移し入れ、水洗4回行った。水洗2回目は、0.25N-NaOH 10mlを加えた。有機溶媒相を再び蒸留フラスコに移し入れ、濃縮し、粗液抽出液を調製した。この一部を分取し、クリーンアップを行い定量分析した。

結果から先に述べれば、16時間抽出しても焼却灰の基準値に対して50%程度の回収率しか得られなかった。以下に検討結果を述べる。

写真4-3-1に抽出後の検液を示す。検液は有機溶媒（トルエン）相と水相（塩酸、水に溶解したアセトン）の2相に分かれ、抽出時間が長くなるにつれて着色が濃くなり黄色から黄褐色、黒褐色に変化している。HClにより焼却灰が溶解し、特に塩化鉄が多量に生成されるとともに、有機物が溶解したためと考える。この検液をろ過、水洗洗浄すると写真4-3-2に示すように黄色透明になり、抽出時間が長いほど黄色が濃く、有機物が多く溶解していることを示す。

写真4-3-3は、AgNO₃/シリカゲルクリーンアップ後の検液でAgNO₃/シリカゲルは、淡褐色から黒色に着色し、検液は無色透明となっている。写真4-3-4は、H₂SO₄/シリカゲルクリーンアップ後の検液でH₂SO₄/シリカゲルは着色し、5および16時間抽出検液では、黒色となっている。この様に、簡易クリーンアップ法は、有効であることが証明された。クリーンアップ後の検液は、濃縮後、n-デカンに転溶しGC/MSにより定量分析した。分析結果を表4-3-13（実測濃度）および4-3-14（毒性等量）を示す。分析値は、抽出時間が長くなるにつれて高い値を示す傾向にある。しかし、いずれの分析値も基準値より低く、抽出が不十分であった。

蒸留フラスコ内では、アセトンのほとんどが塩酸側に移行し、フラスコの下部に溜り、トルエンと分離していた。加熱沸騰させてもトルエンとは混合せず、そのため、トルエンと焼却灰との接触が少なく、アセトンによる抽出が主となり、アセトンに対する抽出率の低いDXNsは、抽出されなかったためと考える。一方、アセトンに溶解しやすい有機物は、抽出時間が長くなるにつれて溶解される。検液の着色が抽出時間が長いほど濃くなっているのは、そのためと考える。

PCDDsとPCDFsの基準値に対する回収率を求めた結果を図4-3-14に示す。回収率は、PCDDsの方がPCDFsより低くその差は、実測濃度で約9%、毒性等量では約6%となり、毒性等量の方が実測濃度より若干その差が小さい。PCDDsとPCDFsの総和での回収率は、実測濃度と毒性等量では大差なく抽出1時間で36%、3時間で39%、5時間で42%となり約1.5%/時間で回収率が上がっている。しかし、16時間では49%で時間当たり回収率は上がっていない。この理由は長時間加熱することにより、沸点の低いアセトンが揮散し、十分に抽出できなくなったためと考える。

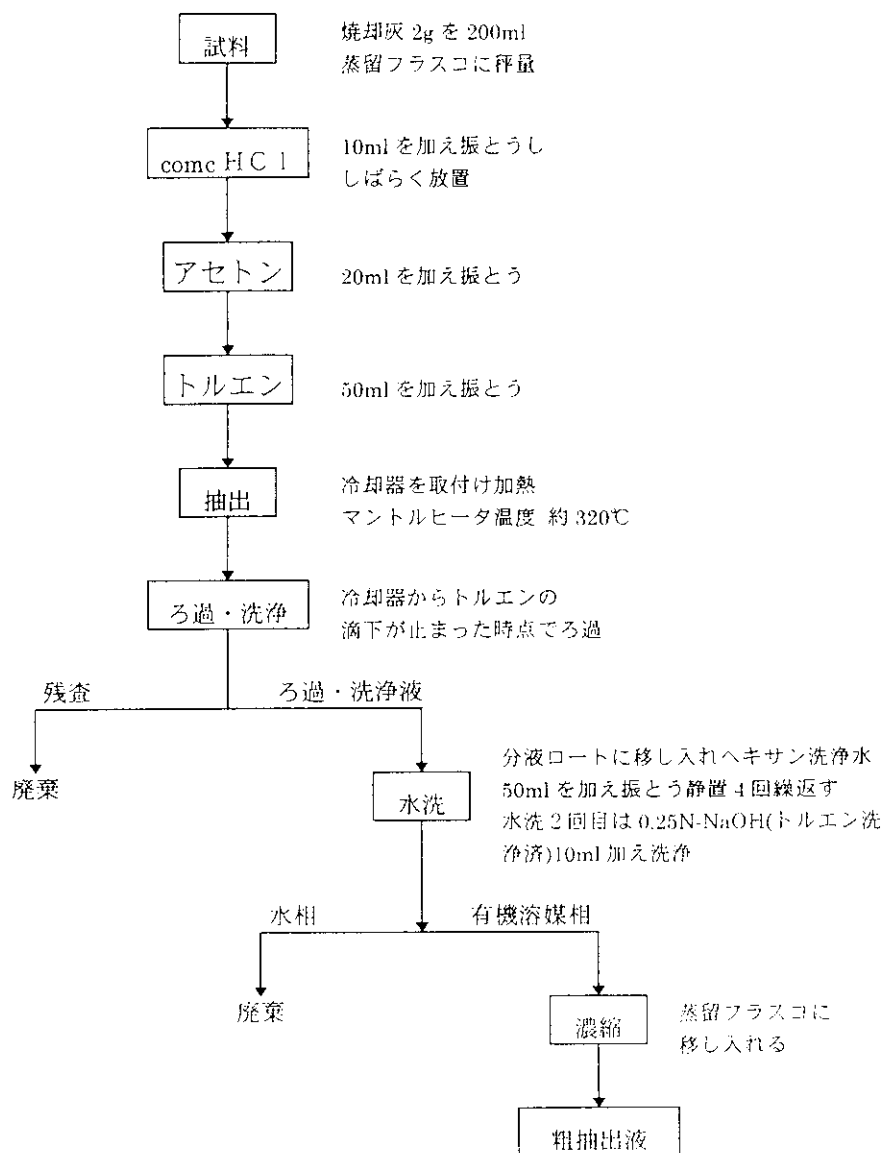


図 4 - 3 - 1 3 還流抽出法の操作フロー

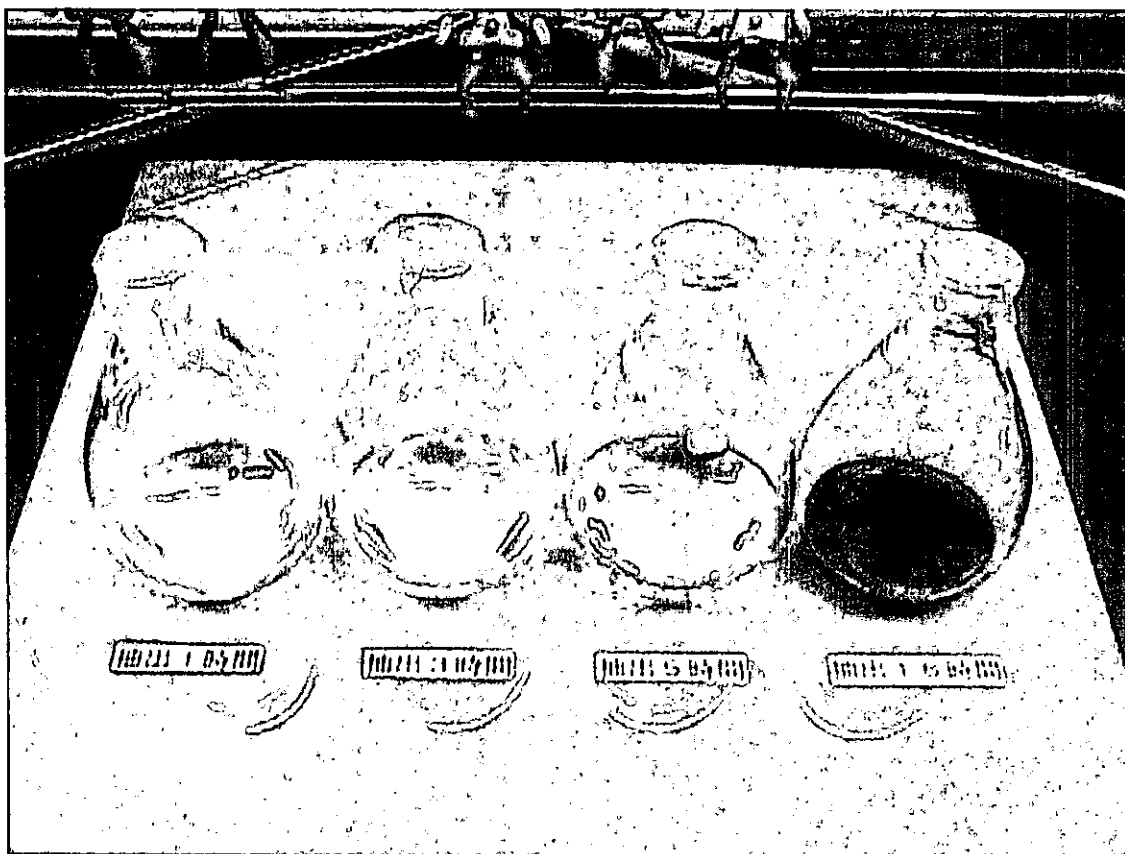


写真 4-3-1 抽出液（左から抽出 1、3、5、16 時間後）



写真 4-3-2 ろ過洗浄後の検液（左から抽出 1、3、5、16 時間後）

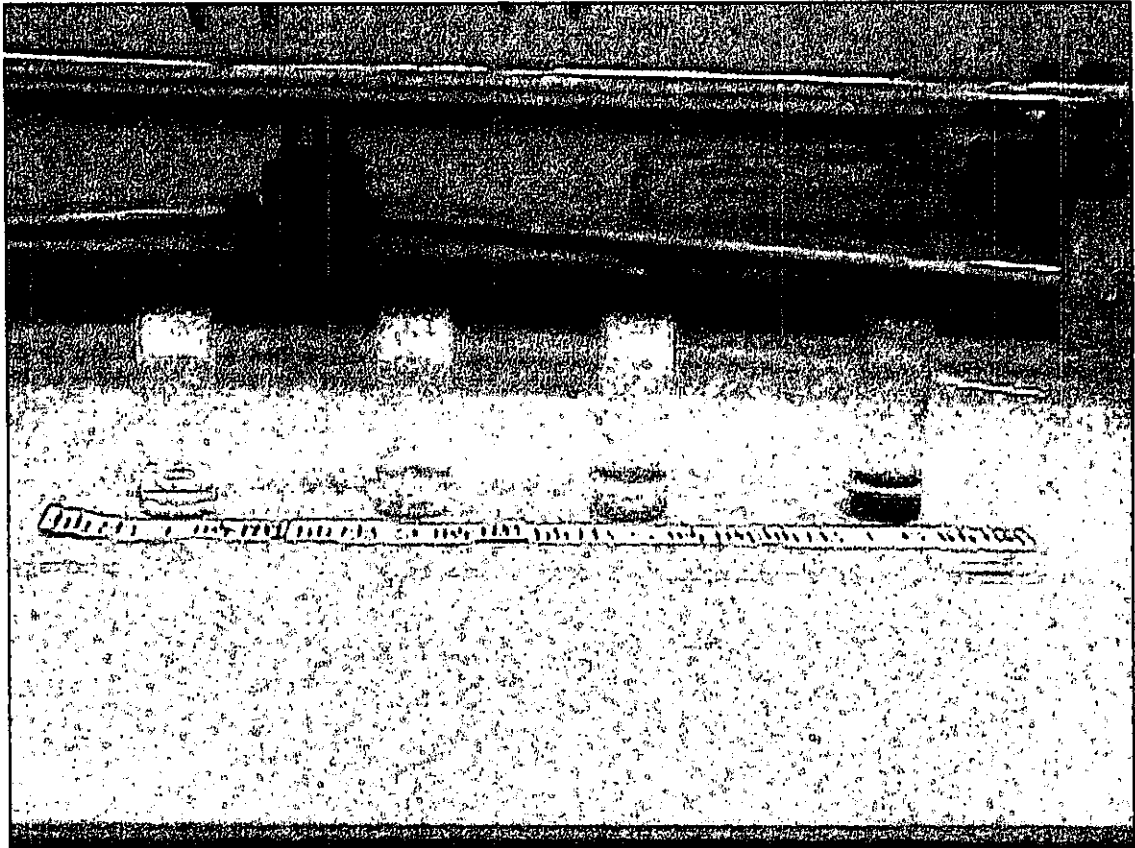


写真 4-3-3 硝酸銀／シリカゲルクリーンアップ後の検液
(左から抽出 1、3、5、16 時間後)

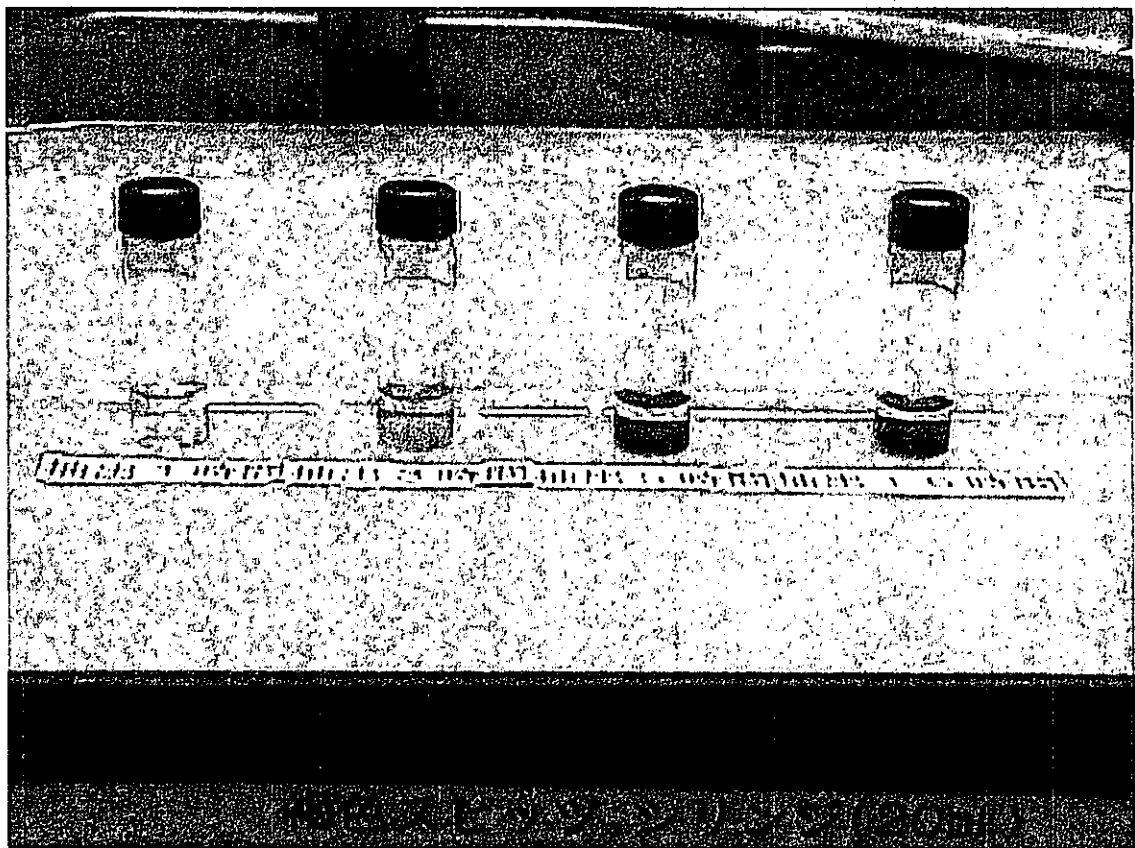


写真 4-3-4 硫酸／シリカゲルクリーンアップ後の検液
(左から抽出 1、3、5、16 時間後)

表4-3-13 焼却灰の分析値（実測濃度）

	分析項目	焼却灰基準値	抽出1時間	抽出3時間	抽出5時間	抽出16時間
ダイオキシン	2, 3, 7, 8-T ₄ CDD	0.66	0.31	0.25	0.27	0.36
	T ₄ CDDs	39	14	14	18	20
	1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDD	6.6	2.0	2.2	2.5	3.3
	P ₅ CDDs	100	37	38	39	55
	1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDD	13	4.3	4.4	5.5	5.5
	1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDD	26	7.7	8.0	9.2	10
	1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDD	19	5.5	5.6	6.6	7.9
	H ₆ CDDs	270	89	88	113	117
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDD	240	74	80	82	100
	H ₇ CDDs	440	150	150	160	190
	O ₈ CDD	610	200	220	230	260
Total PCDDs	1460	490	510	570	650	
ジベンゾフラン	2, 3, 7, 8-T ₄ CDF	2.5	1.0	1.1	1.0	1.4
	T ₄ CFs	84	38	40	41	48
	1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDF	9.5	4.5	4.7	5.2	6.0
	2, 3, 4, 7, 8-P ₅ CDF	14	4.8	5.9	6.2	7.7
	P ₅ CFs	160	69	78	79	100
	1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDF	25	7.5	9.7	9.3	11
	1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDF	23	7.4	9.6	89	11
	1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDF	1.9	0.81	0.61	1.02	0.97
	2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₆ CDF	39	14	15	19	20
	H ₆ CFs	280	92	110	113	129
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDF	170	67	77	76	97
	1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-H ₇ CDF	18	5.9	6.9	6.9	9.1
	H ₇ CFs	270	120	130	130	170
	O ₈ CDF	150	56	65	70	78
Total PCDFs	940	380	430	440	520	
Total PCDDs + Total PCDFs		2400	865	940	1000	1170

注1 実測濃度：ダイオキシン、ジベンゾフラン濃度（ng/g）

表4-3-14 焼却灰の分析値（毒性等価濃度）

	分析項目	焼却灰基準値	抽出1時間	抽出3時間	抽出5時間	抽出16時間
ダイオキシン	2, 3, 7, 8-T ₄ CDD	0.66	0.31	0.25	0.27	0.36
	T ₄ CDDs					
	1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDD	3.3	0.98	1.1	1.3	1.6
	P ₅ CDDs					
	1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDD	1.3	0.43	0.44	0.55	0.55
	1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDD	2.6	0.77	0.80	0.92	1.0
	1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDD	1.9	0.55	0.56	0.66	0.79
	H ₆ CDDs					
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDD	2.35	0.74	0.80	0.82	1.0
	H ₇ CDDs					
	O ₈ CDD	0.61	0.20	0.22	0.23	0.26
	Total PCDDs	12.7	4.0	4.2	4.7	5.7
	ジベンゾフラン	2, 3, 7, 8-T ₄ CDF	0.25	0.10	0.11	0.10
T ₄ DCFs						
1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDF		0.48	0.23	0.23	0.26	0.30
2, 3, 4, 7, 8-P ₅ CDF		7.0	2.4	3.0	3.1	3.9
P ₅ CDFs						
1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDF		2.5	0.75	0.97	0.93	1.1
1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDF		2.3	0.74	0.96	0.89	1.1
1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDF		0.19	0.081	0.061	0.102	0.097
2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₆ CDF		3.9	1.4	1.5	1.9	2.0
H ₆ CDFs						
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDF		1.65	0.67	0.77	0.76	0.97
1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-H ₇ CDF		0.18	0.059	0.069	0.069	0.091
H ₇ CDFs						
O ₈ CDF		0.15	0.056	0.065	0.070	0.078
Total PCDFs		18.6	6.5	7.8	8.2	9.6
Total PCDDs + Total PCDFs		31.3	10.5	12.0	12.9	15.3

注1 毒性等価濃度：2,3,7,8-T₄CDD毒性等価濃度 (ng-TEQ/g)

注2 毒性等価換算係数 International-TEF を適用

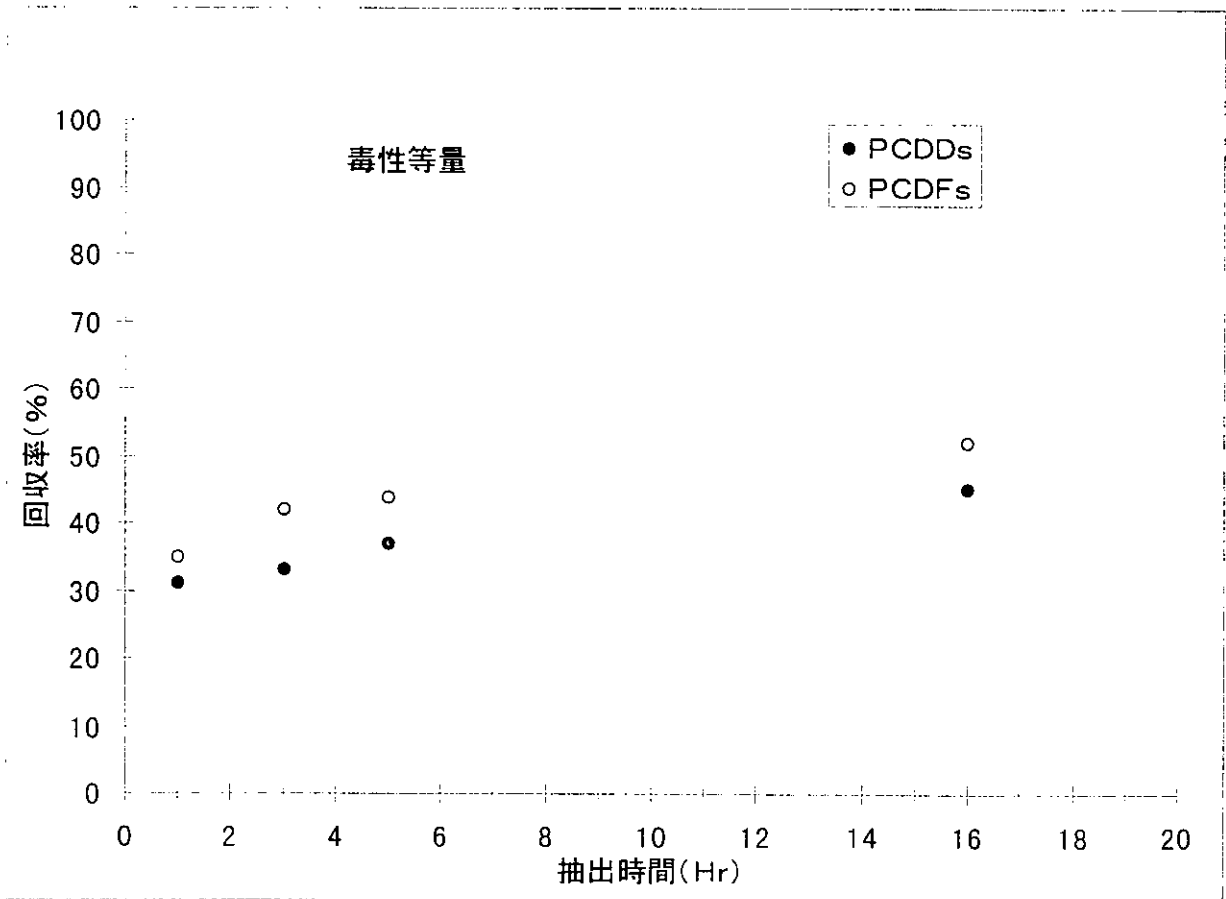
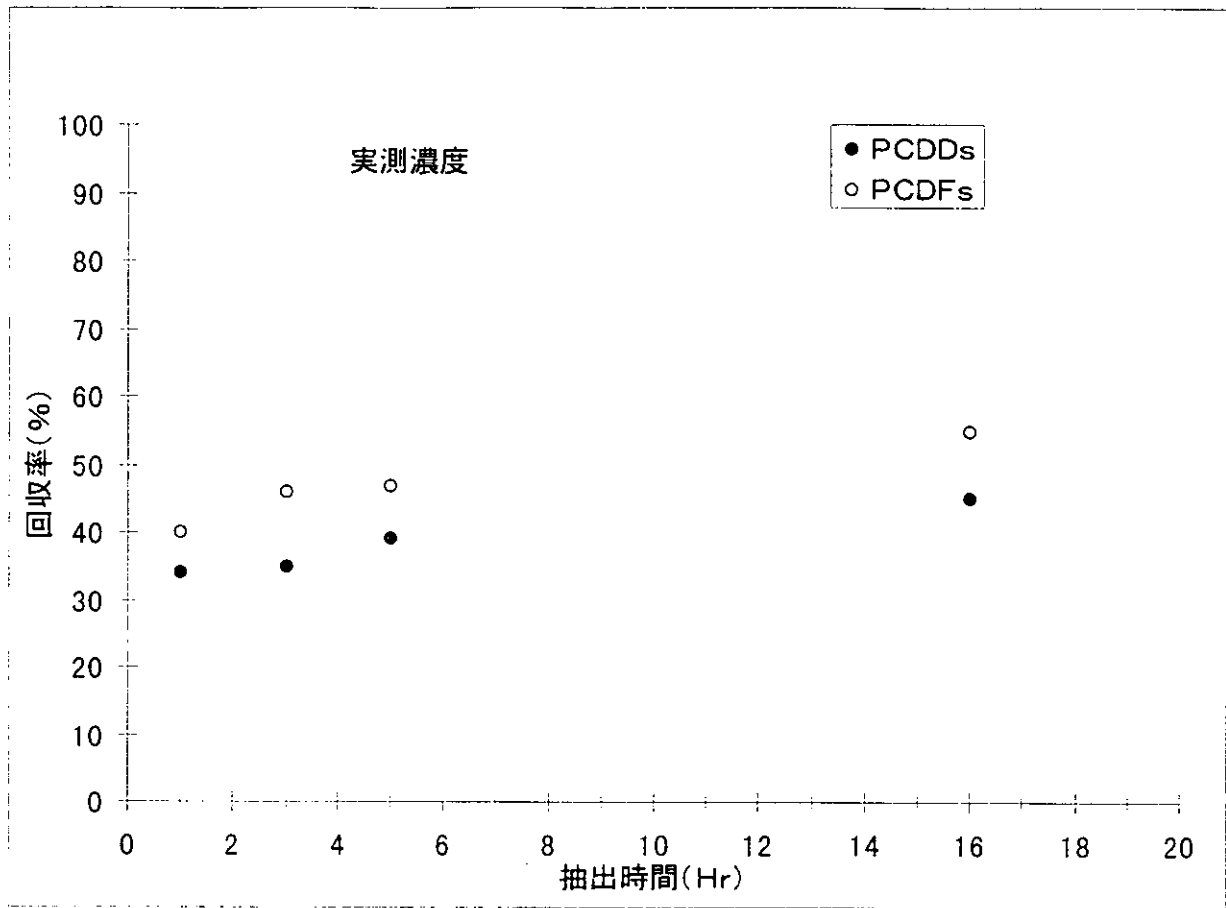


図 4 - 3 - 1 4 焼却灰基準値に対する回収率

4. まとめ

「廃棄物処理におけるダイオキシン類標準測定マニュアル」の抽出工程およびクリーンアップ工程の簡略・迅速法について検討した。

- ① 抽出工程では、試料の秤量から粗抽出液調製まで一括処理する方法（還流抽出法）を検討したが、回収率は50%以下で満足すべき結果は得られなかった。
- ② 還流抽出法について今後は、溶媒の種類、操作方法等を見直し回収率の向上を計る必要がある。
- ③ クリーンアップ工程では、検液に直接 AgNO_3 /シリカゲルおよび H_2SO_4 /シリカゲルを加え振とうする方法およびパスツールピペットを用いたアルミナカラム法を検討し、回収率85%の方法を確立した。
- ④ クリーンアップ工程の所要時間は、4時間以内で従来の約1/3に短縮できた。また分析器具は、ピアースバイアル瓶とパスツールピペット（使い捨て）のみで、器具の洗浄もピアースバイアル瓶だけである。使用するn-ヘキサンは、約35 ml/検体およびジクロロメタンは、約5 ml/検体で、有機溶媒の使用量も極めて少なく、経済的である。

以 上

文献

- 1) 高山幸司、宮田秀明、味村真弓、尾垣淳治、榎本 隆：都市焼却場試料中のPCDDs、PCDFs及びポリ塩化ベンゼン迅速分析法., 衛生化学, 34(3), 231-236(1988)

4-4 排水中のダイオキシン類分析方法の検討

1. ガラスフィルターろ紙及びC18逆相ディスクを用いた簡易迅速法の検討

1) はじめに

平成8年度に実施された全国の一般ごみ焼却場における総点検調査以降、一般住民のダイオキシン類に関する関心度は急激に高まり、今では、毎日のようにマスコミで取り上げられるまでに至っている。また、3月6日に一般廃棄物最終処分場のずさんな処分状態が公表されたのに伴い、最終処分場浸出水の河川、地下水汚染調査が急増し、水分析に対して、より高精度かつ低濃度化のニーズがますます高まってきている。

一方、平成10年7月に環境庁より示された「ダイオキシン類に係る水質調査マニュアル」において、漸く、環境水についての目標定量下限および固相抽出法の具体的方法が提示されたところである。しかし、地下水、井戸水及び湧き水などの比較的汚染度の低い環境水並びに浄水の場合は、より大量の試料をコンタメなく分析可能な簡易分析方法の開発が急務であり、低濃度の処理排水試料への適用も可能と推察される。

そこで、持ち帰り水試料の場合は100～200L、現地採取水道水の場合は200～2000L対応可能なダイオキシン類簡易迅速分析方法を開発する目的で、C18逆相ディスクを用いた固相抽出法について検討を試みた。

2) 目的

水中のダイオキシン類簡易迅速分析方法として、固相抽出法のうち、低ポアサイズ(0.3 μ m)のガラスフィルターろ紙およびC18逆相ディスクの適用性を検討する。

3) 概要

初年度は、文献調査を行い、ダイオキシン類への固相抽出法適用における問題点および注意点などについて整理した。また、最終処分場浸出水を用いて、pHとSSの関係について検討した。2年目の平成10年7月になって、新たに環境庁水質保全局水質規制課より“ダイオキシン類に係る水質調査マニュアル”が提示されたので、マニュアル記載の固相抽出方法をベースに、より多量の試料に対応可能な抽出方法の開発を試みた。

4) 検討結果

(1) pHとSSとの関係及び採取器材の重要性

ダイオキシン類の水への溶解度は非常に低いことより、浮遊物質(SS)に代表される懸濁態への分配の方が、溶存態よりもかなり多いことが知られている。

初年度に、最終処分場浸出水を用いたときのpHとSSとの関係について検討を行った結果、通常ダイオキシン類の前処理工程で行うHC1処理（pH=2）でのpH時にSSは最も少なく、pH8まで漸増し、以降pH11にかけて急増する予想通りの結果が得られた。また、pH2時のTEQ分布を最終処分場原水および放流水で比較した結果、予想に反し、いずれの試料においても懸濁態よりも溶存態への分布割合が多かった。そこで、通水スピードを確保しながらろ紙での懸濁態捕集効率を上げるためには、ろ過前試料水のpHは中性付近がよいと推察された。

また、きれいな水であればあるほど器材へのダイオキシン類の吸着性は高くなることより、ろ紙前通水ラインはすべて有機溶媒洗浄可能なガラスあるいはステンレス材を使用することが望ましいと考えられる。

（2） 固相抽出装置の検討

水試料中のダイオキシン類を分析する場合、最も重要なことは、コンタメなく、いかに多量の試料を処理出来るかである。そのためには、通水スピードも重要なファクターになるが、C18逆相ディスクを用いて多量の試料を処理する場合、圧力管理が大切になる。すなわち、洩れをなくし、いかに高い圧力を維持出来るかによって、通水スピードは大きく異なる。しかし、通常の吸引タイプのろ過器を用いて処理しようとした場合、フィルターセット部よりわずかではあるが漏れが生じ、つまりが大きくなったときの吸引スピードは極端に低下する。その点、加圧タイプのろ過器で処理する方が洩れに対してのハンディはなくなるが、加圧器を用いる場合は、取り扱い面でデメリットが生ずる。そこで、加圧タイプのろ過器を用いて、水道直結ろ過（現地水道水採取用）及び吸引ろ過（持ち帰り試料用）可能な固相抽出装置の検討を試みた。

1) 200～2000L処理可能な水道直結ろ過装置の検討

水道水中のダイオキシン類濃度は極めて低濃度であるため、環境水レベルの採水量では正確な濃度把握は困難であるのが現状です。そこで、現地の水道水の水圧を利用して、簡単に採水量を増やし、しかも採水容器及び実験室空気汚染からのコンタメを回避する事が可能な水道直結タイプのろ過装置について検討する。

図4-4-1は、加圧式ろ過装置をベースに水道から逆相ディスクまではテフロンあるいはステンレスとし、有機溶媒による抽出あるいは洗い出しが可能な系とした。また、水道との接続時に生ずるエアを初期段階でほぼ完全に除去可能なエア抜きを装置トップに配置し、採水量は、積算流量計で把握できるように設計した。

現在、ダイオキシン類の固相抽出法に用いられているC18固相ディスクとして、スペルコ製のENVI DISKと3M製のEmpore Diskが知られている。最近、3MはEmpore Diskの高流速型として、平均粒子径：10 μ m→40 μ m、膜圧：0.50mm→0.75mm、流路径：0.5 μ m→2.5 μ mに改良したFast Flowタイプ（以下、FFタイプと略す）を製品化した。この改良により、メーカーサイドの実測値によると、FFタイプでは従来品より約2.8倍の流速改善が期待できる。

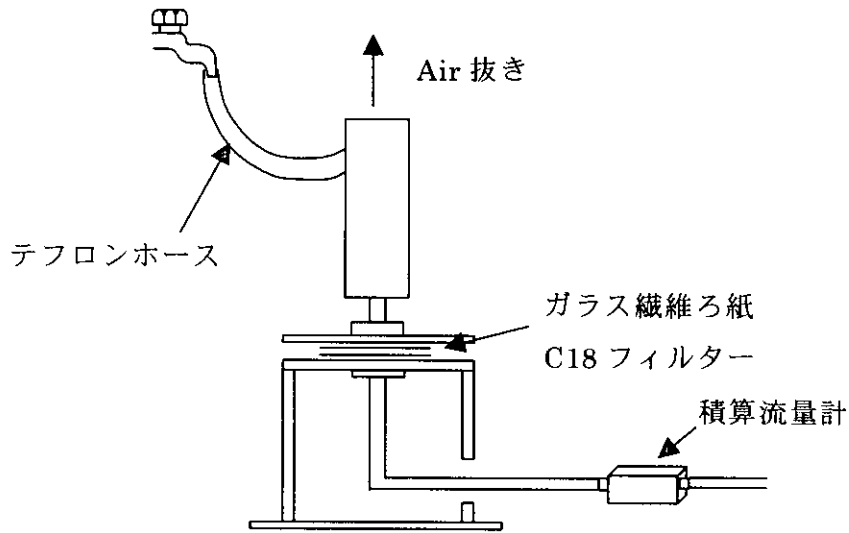


図 4-4-1 水道直結型加圧式吸引ろ過装置

図 4-4-2 は、ガラス繊維濾紙（アドバンテック GF-75, 90mm, $0.3\mu\text{m}$ ）の下に 90mm にカットした 2 種の C 1 8 逆相ディスクを重ねた系で工場内の水道水（比較的鉄錆及びカルキ類が多い水）を通したときの積算流量を比較たものである。

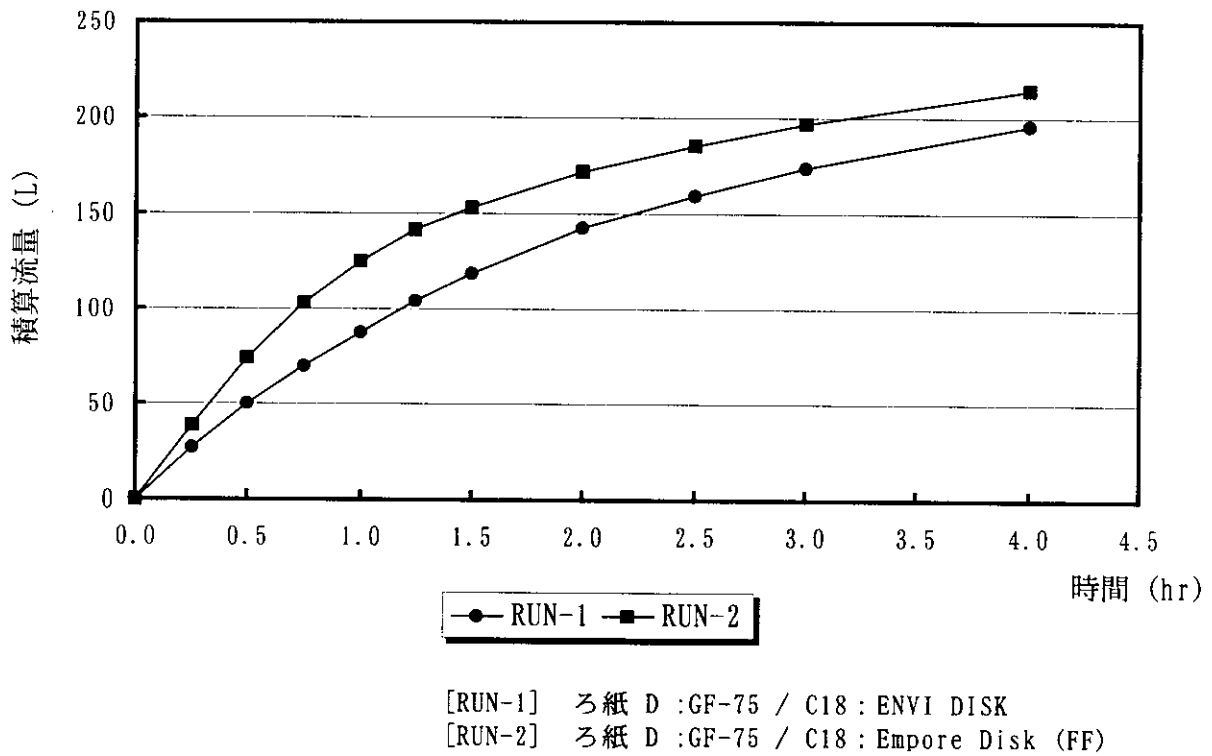


図 4-4-2 水道直結型固相法における ENVI DISK と Empore Disk FF の比較検討

この図より、 $0.3\mu\text{m}$ のガラス繊維ろ紙1枚とC18とのセットでは、通水スピードは常にFFタイプ>ENVI DISKであった。ろ過後半にRun-2の通水スピードが落ちた主原因は、FFタイプではなく $0.3\mu\text{m}$ のろ紙にあることより、両種の通水スピードには、少なくとも1.5倍もの大きな差があるものと推察される。

一方、多量の水を処理する場合、水道水でも比較的鉄錆およびカルキ類が多い水では、 $0.3\mu\text{m}$ ガラス繊維ろ紙1枚では、初期スピードを維持できず、ろ紙が律速になることも判明した。

そこで、初期目標である200~2000Lを目指すには、まず、ろ紙の組合せを詳細に検討する事が肝要と考え、ろ紙のみでの検討を繰り返した。まず、孔径の異なるガラス繊維ろ紙を2枚、3枚と比較検討したが、各孔径のろ紙に均一に固形分がトラップされる系が見出せなかった。そこで、ガラスあるいは石英繊維ろ紙を4枚重ねる系について検討したところ、図4-4-3に示すように、Run-3およびRun-4では2000Lの通水量をクリアすることができた。このうち、Run-4の系では、2000Lを25hr(平均流速 1.3L/min)で通水することが可能である。表4-4-1はRun-3・Run-4について各ろ紙ごとの目づまり度を調べた結果である。この表より、Run-3では、D3ろ紙のみが律速になっているのに対し、Run-4では各孔径のろ紙が平均的に固形分をトラップしていることが明らかとなった。また、その中では、最上段のろ紙が律速になっていることより、より大きな固形分を除去すれば、積算流量をさらにのばせる可能性を秘めた系であることも判明した。

図4-4-4は、ろ紙のみでの検討結果最適であったRun-4(ろ紙:F,G,B,D)にEmpore Disk FFタイプを2枚重ねたときの検討結果である。FFタイプは、ENVI DISKに比べると通水スピード的には1.5倍程度速いが、それでもガラスおよびシリカ繊維ろ紙よりは圧力損失がかなり高く、FF2枚をろ紙4枚と重層すると圧損が極端に増大する。従って、ろ紙4枚のみの流速に比べ、半分以下の1.5~1.9L/minの初期通水スピードまで低下する。しかし、FFタイプについては過去に破過試験のデータがないため、あえて2枚重ねについて検討を試みた。Run-1~3いずれも1000Lの通水量はクリアできたが、各Runごとで大きなばらつきが生じた。主な原因は、FFタイプのロット差と考えているが、引き続き検討中である。

また、ろ紙4枚、FF1枚目及びFF2枚目に分けてダイオキシン類をN=2で分析した。その結果、ろ紙4枚にO₈CDDの一部がトラップされているが、ほとんどのダイオキシン類はFF1枚目に存在し、FF2枚目には全く検出されなかった。採水量1100L、最終液量20 μ l、定量下限4~5Cl:<0.005 pg/L 6~7Cl:<0.010 pg/L 8Cl:<0.025 pg/Lとして定量した結果、水道水の毒性等量は0.0049~0.0057 pg-TEQ/Lで、2,3,7,8-T₄CDFの毒性寄与率は両検体とも9割以上を占めていた。詳細については、平成11年度に報告予定である。

以上の結果より、水道水を試料とする場合は、FF1枚のみで1200L処理も可能と考えられるが、実試料を用いたさらなる検討が必要である。

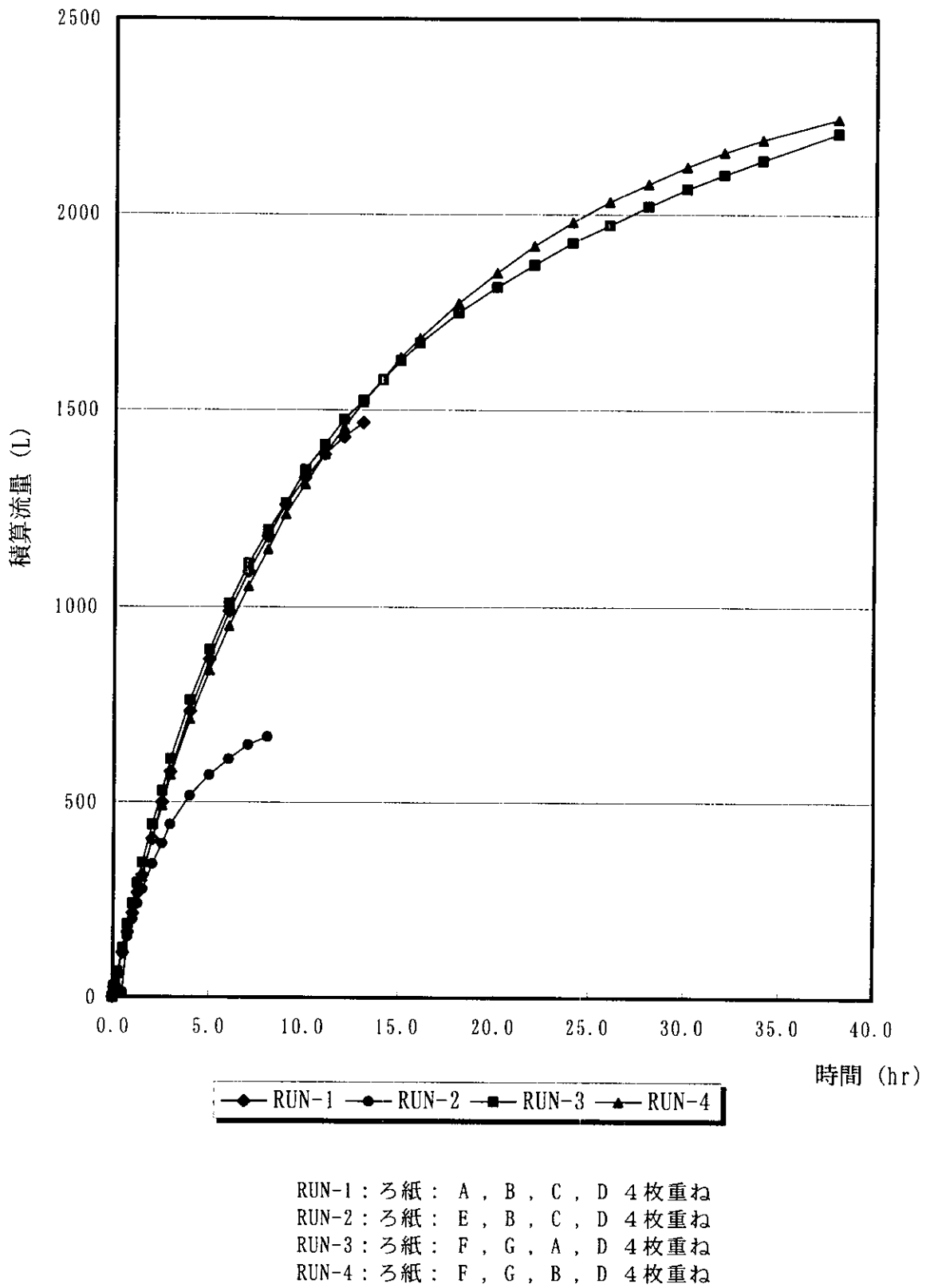


図4-4-3 水道直結型固相法におけるガラスおよびシリカ繊維ろ紙の基礎検討