

汚泥中VOCの迅速分析法

誌名	長野県衛生公害研究所研究報告
ISSN	03879070
巻/号	25
掲載ページ	p. 28-31
発行年月	2003年3月

農林水産省 農林水産技術会議事務局筑波産学連携支援センター
Tsukuba Business-Academia Cooperation Support Center, Agriculture, Forestry and Fisheries Research Council
Secretariat



汚泥中 VOC の迅速分析法

細井要一, 篠原邦和, 小口雄平*, 山本一海*

Rapid and Easy Method for the Determination of VOC Contained in Sludges

Youichi HOSOI, Kunikazu SHINOHARA, Yuuhei OGUCHI* and Kazumi YAMAMOTO*

汚泥中の VOC 迅速分析法について、加熱振とう法、マイクロウェーブ法の検討を行った。

模擬汚泥を作成して、前処理の簡便性、公定法溶出試験との相関性等について比較検討を行ったところ、両方法とも実際の処分場受入検査として充分利用可能であると考えられる。

キーワード：迅速分析法；揮発性有機化合物；加熱振とう；マイクロウェーブ；溶出試験

1. はじめに

廃棄物最終処分場に搬入される汚泥、燃え殻等の廃棄物を適正に管理するためには、廃棄物の種類と溶出性等の性状を的確に把握しておくことが必要である。また、処分場における廃棄物の受入管理の適正化は、処分場周辺住民の理解と協力を得るために重要である。

特に搬入時における受入検査は、廃棄物最終処分場に有害物がいったん埋め立てられてしまうと、処理費用の問題はもとより、処分場自体の信頼性が失われることになるため、単に信頼性確保という面だけではなく、住民参加型の処分場建設という今日の流れの中では、必要不可欠なものになってきている。

埋立処分される廃棄物の検定方法¹⁾ (以下、公定法) は前処理に長時間を要する溶出試験方法である。迅速性が要求される受入検査には対応できないため、迅速な分

析方法が必要である。しかし迅速分析法 (以下、迅速法) については、重金属に関する報告²⁻⁴⁾ は散見されるが、揮発性有機化合物 (以下、VOC) に関する報告⁵⁾ は非常に少ない。また、最終処分場に搬入される廃棄物のうち、VOC を含有する可能性が最も高いのは汚泥と考えられる。そこで本研究では汚泥からの VOC 溶出の迅速分析法として、加熱振とう法とマイクロウェーブ法について検討し、公定法との比較を行った。

なお、迅速法の分析時間は搬入時の運搬車両の待機時間等を考慮して30分程度とした。

2. 実験方法

2.1 実験用模擬汚泥の作成

様々な VOC 濃度で実験を行うため、本研究では次のとおり実験用模擬汚泥 (以下、模擬汚泥) を作成し、その概略を表 1 に示した。

事業者から提供された汚泥に、VOC (1,1,1-トリクロロエタン, トリクロロエチレン, テトラクロロエチレ

表 1 模擬汚泥の性状

	水分量 (%)	使用汚泥	事業者内容	VOC 濃度 (mg/l) ^{a)}		
				1,1,1-トリクロロエタン	トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン
A	53.0	I	金属表面処理	0.00015	0.00019	0.00064
B	53.3	I	金属表面処理	0.00557	0.00479	0.0222
C	81.1	II	ガラス表面処理	0.00401	0.00357	0.00322
D	81.0	II	ガラス表面処理	0.269	0.250	0.205
E	75.7	III	ガラス表面処理	0.0000	0.00013	0.00062
F	76.5	III	ガラス表面処理	0.0102	0.0194	0.0509
G	81.6	IV	下水道終末処理	0.0532	0.151	0.191
H	45.4	I	金属表面処理	0.00008	0.00012	0.00093
I	75.0	II	ガラス表面処理	0.0804	0.0702	0.105

a) 公定法による値

* (株) 長野県廃棄物処理事業団

ン)を添加した水を充分に加えて均一なスラリー状とし、2日間密閉容器中で充分浸透させた後、脱水して模擬汚泥とした。同一汚泥から複数の模擬汚泥を作成するため、1 mg/lと100mg/lの異なるVOC濃度に調製した水を使用し、さらに水分量の調整も行って、4種類の汚泥から9種類の模擬汚泥を作成した。

添加したVOCが揮発することを考慮し、模擬汚泥は冷所で密閉容器に保存した。迅速法の試験を実施する際には同時に公定法を実施して評価を行った。

2.2 VOC分析方法

VOC分析方法については、検知管法などによる簡易な方法は迅速な測定が可能であるものの、選択性や精度の面で問題があることから、GC-ECDあるいはGC-MSを使用するという前提で検討を行った。今回はGC-ECDを使用した。

2.3 迅速法

2.3.1 加熱振とう法

模擬汚泥5gと水50mlを、ヘッドスペース法で使用するバイアルびん(容量約70ml)に入れて密栓したのち、加熱振とう機(TAITEC Personal H-10型)を用いて50°C、毎分160回、振幅2.7cmの条件で15分間、加熱振とうを行った。バイアルびんの気相部分をGC-ECDに注入し、VOC標準溶液を同様に操作して得られた検量線から検液中濃度を算出した。

GC-ECDの所要時間が約15分であり、全測定時間を30分と設定したことから、加熱振とう時間を15分間とした。

2.3.2 マイクロウェーブ法

模擬汚泥1gをバイアルびん(容量22ml)に入れ密栓し、2分間電子レンジ(500W)で加熱し、気相部分をGC-ECDに注入した。VOC標準溶液を直接GC-ECDに注入して得られた検量線を用いて気相部分のVOC濃度を求め、これから模擬汚泥中のVOC含有量を算出した。このVOC全量が公定法における検液に溶出したと仮定し、その場合の検液中濃度を算出した。

今回の使用量1gではほぼ1分間で加熱後のバイアルびん中の模擬汚泥から水が完全に気化し、スポンジ状に固化、乾燥していた。このため、添加した各化合物も完全に気化していると判断し、加熱時間を2分間と設定した。

3. 結果及び考察

3.1 公定法と迅速法の比較

3.1.1 加熱振とう法

各化合物について、加熱振とう法と公定法で得られた

検液中濃度比を模擬汚泥ごとに算出し、その平均を比較すると、いずれも公定法よりやや高い値で検出された(図1)。本法は振とう機による比較的激しい攪拌であり、全ての模擬汚泥が15分間の加熱振とうで非常に細かに破碎され、振とう直後の検液は均一な状態であった。これに対し公定法はスターラーを用いた比較的穏やかな攪拌であり、この差が検出値に影響していると考えられる。

VOC濃度による本法と公定法の関係を図2に示した。模擬汚泥中の各化合物濃度が検出下限値未満から判定基準を超過するまでの広い範囲であったにも拘わらず、いずれの化合物も危険率1%で有意な相関関係が認められた。

3.1.2 マイクロウェーブ法

本法で得られた測定値の平均を公定法と比較すると、いずれの化合物も公定法より高い値で検出された(図1)。マイクロウェーブ法は汚泥中の水を加熱することでVOCを気化させる方法であり、水への溶出過程がなく、また吸着等による溶出率の低下もないため、公定法より高い値を示したと考えられる。

VOC濃度による本法と公定法の関係を図3に示した。加熱振とう法と同様に両者の間には危険率1%で有意な相関関係が認められた。

3.2 汚泥水分量による影響

加熱振とう法では汚泥の固さが振とう時の破碎状況に影響すると考えられ、固さの差は汚泥水分量が主な要因である。またマイクロウェーブ法では汚泥中の水を加熱するため、水分量が検出量に直接影響すると考えられる。

模擬汚泥の水分量(約45~80%)と、各迅速法と公定法との比の関係を図4、5に示した。両迅速法とも明確な関係は認められず、汚泥水分量による迅速法/公定法

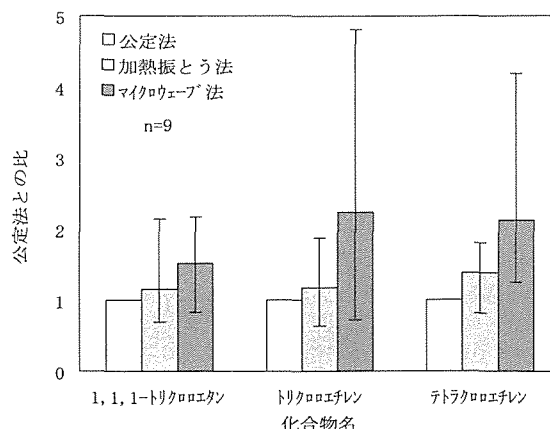


図1 公定法と迅速法の比較

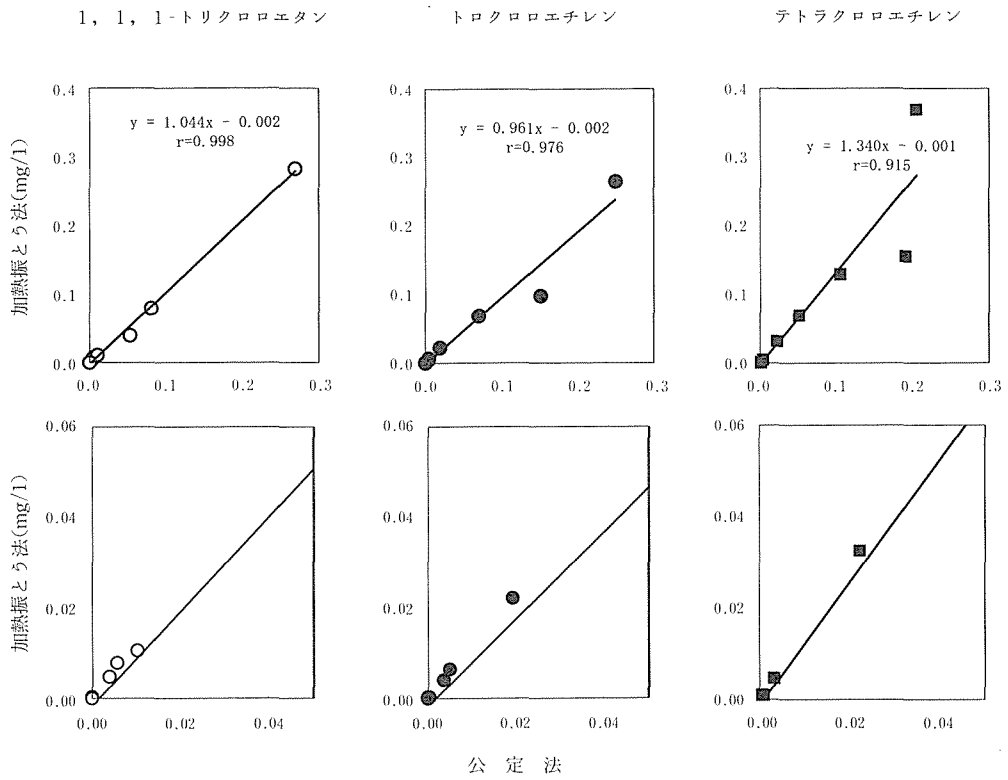


図2 公定法と加熱振とう法の比較
下段は上段の低濃度領域を拡大

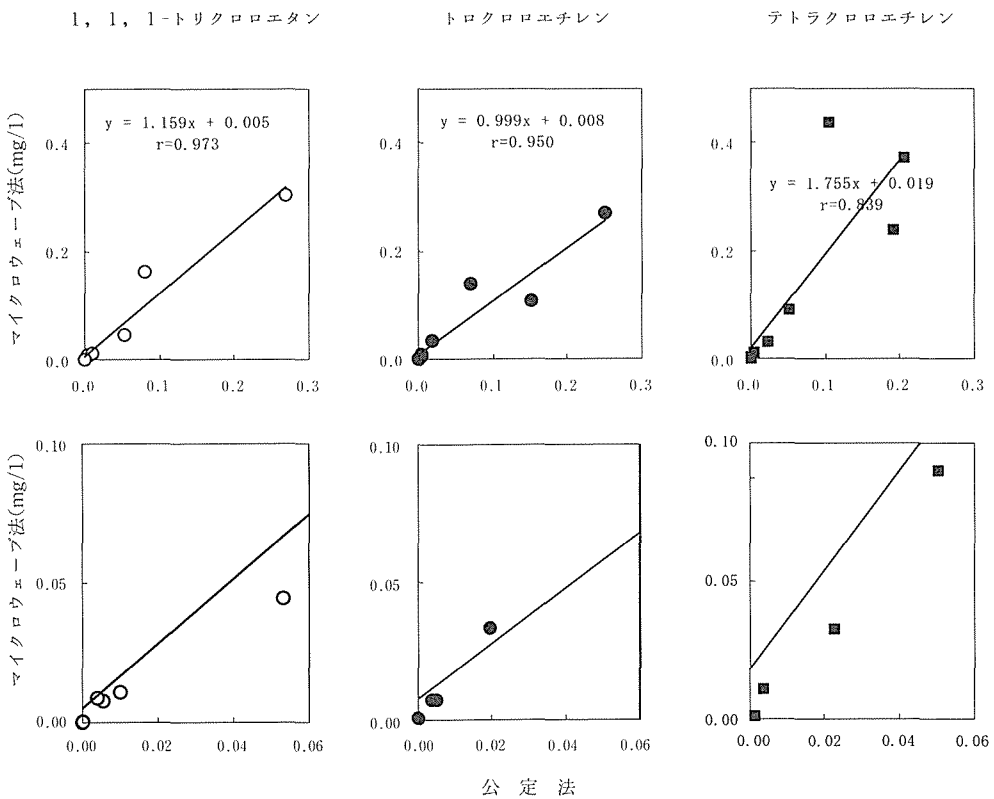


図3 公定法マイクロウェーブ法の比較
下段は上段の低濃度領域を拡大

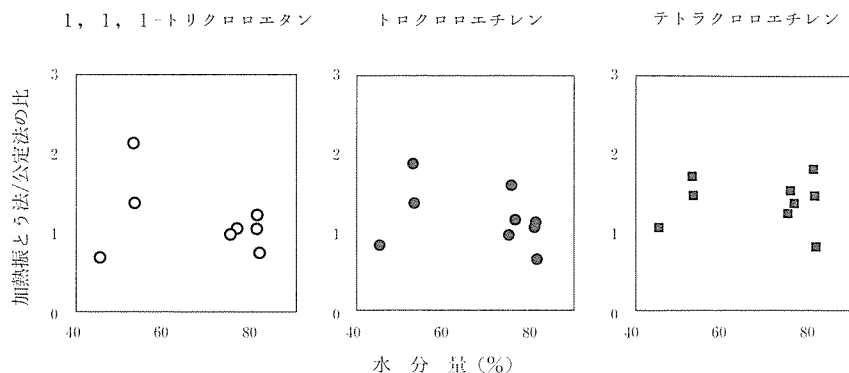


図4 加熱振とう法と水分量

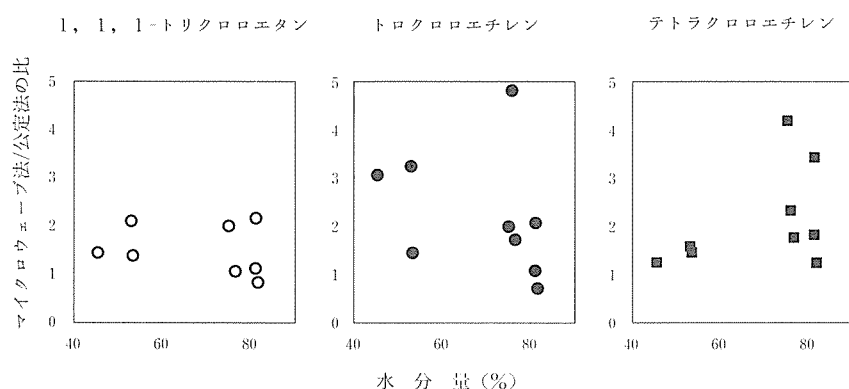


図5 マイクロウェーブ法と水分量

比への影響はないものと考えられる。また、この比は1よりも高くなる場合が多く認められた。

3.3 迅速法の比較

3.3.1 迅速性

今回の設定条件での各迅速法の所要時間はGC-ECDも含めて、加熱振とう法で約30分、マイクロウェーブ法が約17分間であり、いずれも迅速法として充分使用できると考えられる。

迅速性から両者を比較すると、マイクロウェーブ法が有利であり、数g程度の汚泥量であれば短時間の加熱で充分であった。加熱振とう法では長時間抽出によってより高い検出値となる可能性もあるが、その半面で迅速性が失われることになる。

3.3.2 検出量

検液中のVOC濃度を公定法と比較すると、両迅速法とも同等あるいはそれ以上の検出量であり、いずれも迅速法として充分使用できると考えられるが、公定法との整合性については課題がある。

実際の処分場受入検査では、迅速法でスクリーニングを行い、有害物質が検出された場合に公定法で確認する方法が想定される。この観点に立てば、公定法より検出

量が高い方法での受入管理は、処分場の信頼性を確保するために非常に有効な方法であると考えられる。

4. まとめ

VOCに関する廃棄物溶出試験の迅速化について、加熱振とう法及びマイクロウェーブ法の検討を行った。

模擬汚泥を作成して、公定法との比較検討を行ったところ、両法のいずれも有効な迅速分析法であり、実際の処分場受入検査として利用可能であると思われる。

文 献

- 1) 安田憲二：産業廃棄物中における有害物質などの簡易分析法に関する研究，神奈川県環境科学センター研究報告，18，96～100（1995）。
- 2) 斎藤邦彦，安田憲二，大津岩雄，関 猛彦，産業廃棄物最終処分場受け入れ物等の迅速溶出法に関する研究：第9回廃棄物学会研究発表会講演要旨集，873-875（1997）。
- 3) 斎藤邦彦，安田憲二，大津岩雄，関 猛彦，産業廃棄物最終処分場受け入れ物等の迅速溶出法に関する研究（第2報）：第9回廃棄物学会研究発表会講演要旨集，1053-1055（1998）。
- 4) 産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法（環境庁告示第十三号，昭和48年2月17日）。
- 5) 廃棄物埋め立て処分における有害物質の挙動解明に関する研究，国立環境研究所特別研究報告（2001）。