

日本大学 生産工学部 正会員 金井昌邦

〇正会員 野原邦介

〃 学生会員 永見智隆

(結 論)

我々の研究室においては、これまで多くの有害物質に対して、フッ素電解処理を行ない、良好な結果を得てきた。本実験のPCBに対するフッ素電解処理においても、前回発表した様に良好な結果を得ることが出来た。しかし、PCBの分析には多くの障害があり、分析方法によっても大きな違いが有るなど、多くの問題が指摘されている現在である。分析方法を明記しない分析結果は、意を無さないとさえ言われている程である。

そこで、今年は、我々が行った分析方法を追いながら、昨年行った実験の確認を目的に追実験を行った結果を著きあげ、フッ素電解処理によってPCBという物質が非常に減少する事実を発表する。

PCBのフッ素電解処理とは、簡単に言えば、PCB中のCをFに置換させ、水、油などの中に存在するPCBの性質そのものを変え無害なものとして除去するという考えである。実験方法としては、実験検体を自然界に求める事が良いのだが、分析の都合上、和光純薬のKC-300を次の方法にて検体とした。

1 水道水にPCBを添加し、エマルジョン的物質を持つ増質の検体

2 汚泥にPCBを添加し、工場排水汚泥中にPCBが存在すると考える検体 以上をフッ素電解処理した。

(実験方法)

第1次実験：〈目的〉— フッ素電解法によるPCB処理効果の確認

PCB200mgをn-ヘキサン60mgで溶かし1000mlの水を加えて急速攪拌を5分間行ない、その後、使用薬品を必要量添加する。攪拌を続けながら電解処理（使用電力は、40V:500mA/1ℓ）をする。処理後、コロイド状の凝集物を濾過して検水を2000ml作った。

第2次実験：〈目的〉— 経済的見地から使用電力を10V:50mA/1ℓとし、PCB処理効率の変化を見る。

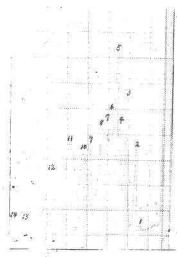
実験は、上記の第1次実験と同様である。電解処理は、使用電力を10V:50mA/1ℓとする。

第3次実験：〈目的〉— 汚泥中のPCBのフッ素電解法によるPCB処理効率の確認

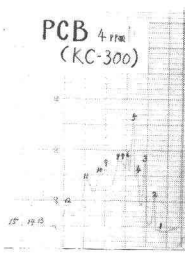
500mlの汚泥にn-ヘキサン200mlを溶剤とし、PCB200mgを加え、断続攪拌を10分間行ない、その後、使用薬品を必要量添加する。良く攪拌した後、電解処理（使用電力は、30V:500mA/0.5ℓ）をする。汚泥が浮上分離した後、分離水を下からぬき取り、汚泥は、80℃乾燥炉で十分に乾燥させ、集鉢で粉末状とした後、漏斗内で毎時1000mlの速度で2時間、2000mlの通水実験をする。この透過水を検体として使用する。この場合の対照検体作製は、汚泥中にn-ヘキサンを溶有としたPCB200mgを添加し、電解処理せずに乾燥汚泥とした後は、処理汚泥と同様の方法で通水を行った。

(分析方法)

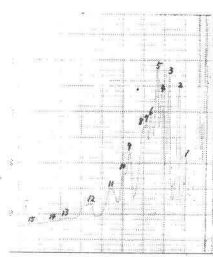
分析方法は、ピークパターン法を用いた。処理した検水を別図の様な方法でn-ヘキサンで抽出し、蒸発、脱水濃縮の後、第1次実験では、そのままガスクロマトグラフィーに掛ける。しかし検水中に共存物が含まれていると思われる第3次実験では、アルカリ分解を行なう。アルカリ分解は、1N-KOHエタノール溶液50mlと石灰2-3個を試料に加え、還元冷却器を使用し70℃で約1時間加熱処理する。又、シリカゲルクロマトグラフィーを用いるのは、同一画分に含まれているPCBと有機塩素剤（農薬）を分離、クリーンアップする為の操作である。カラムクロスト管にガラスウール等を詰め、これにワコーゲル、1650 μ の層を作り、その上から5mlに濃縮した試料を流し、さらに、カラムの上からn-ヘキサンを滴下し、PCBを抽出させ、それを5mlに濃縮しガスクロマトグラフィーに掛ける。濃縮に際しては、クデルナー・ダニッシュ型濃縮器を使用した。



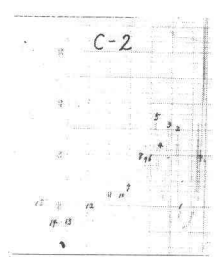
PCB 10ppm の標準液の
チャート



PCB 4ppm の標準液の
チャート



A-2 の処理水 400 倍
濃縮のチャート 23.4 ppb
(クリーンアップ無し)



C-2 の処理水 400 倍
濃縮 100 倍 レンジの
チャート 0.1 ppb

測定カス cromatogラフィー: 東芝ベックマン製 GC-75A (カラム: glass カラム 長さ 2m 剤 3% OV-17) カラム 温度 180°C

(考察)

分析の結果, 上の写真で示したチャートは, 確かに PCB のチャートのパターンであり, その解析の結果, 下記の表から分かる様に, PCB が処理され減少している事が分かる。また実験結果を見ると, 第 1 次実験において, 電解ケイソウ土を用いた時の値が他の測定結果より高い事が分かる。それはチャートの型が, 谷の残い, ピークの不明瞭な型であるので PCB の濃度計算において, 大きな値となった。原因として, 第 1 次実験では, 水道水に PCB を添加したのど, アルカリ分解シリカゲルクロマトグラフィーの操作を省略し, その為, 電解ケイソウ土の成分が十分に影響したものと考えられる。

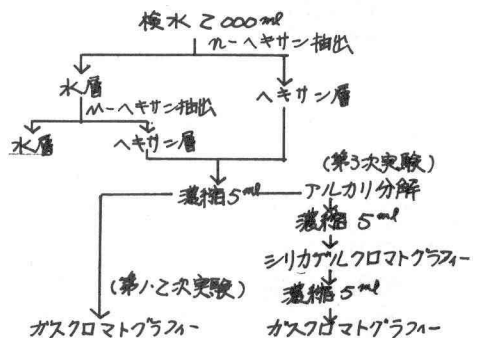
第 3 次実験では, 第 1 次実験に比べて比常に低い値が得られた。それは, 通水操作において PCB は, 水には溶けにくい為と思われる。今回, M-ヘキサンによって抽出させる事を考えたが, 以後の分析操作が困難であるのど, 本実験では, 通水によって行なった。しかし, 対照検水と比較しても低いので, 汚泥中の PCB も処理されていると考えられる。

又, 統体的に見て, 処理能力は, 薬品, 処理電力量, 処理時間の影響は, 本実験の結果からは, 見られなかった。

PCB の分析には, 誤差が多いと言われているが, 昨年の結果と考え合わせてみても, フラスコ電解処理において, 確かに, PCB は少なくなっている。この事が考えれば, 水系などに振動してしまつた PCB の処理としては, 確実に有効な処理方法であると言える。もちろん, フラスコ電解処理を他目的のために行なつたとしても, その中に存在していると思われる PCB も処理していくことは, 大要に注目すべき事であり, 重要な事であると考えられる。

本実験に当り, 共に実験を行なつた卒業生の堀野目, 武田両君や, 色々と御協力いただいた本学部工業化学科の沢次研究室の方々に對し, 本紙面を借りて, 御礼を申し上げます。

分析手法(ピークパターン法)



実験結果

	検水 記号	使用 薬品名	使用量	処理 電気値	処理 時間	測定結果
第 一 次 実 験	対照検水	C ₁₂ H ₇ Cl ₅	20 ^{ppb}			5000 ppb
	検水 A-1	MgCl ₂ Ca F ₂ 石ケン	60 ^{ppb} 40 ^{ppb} 10 ^{ml}	40V 500 ^{mA}	1時間	27.5 ppb
	検水 A-2	MgCl ₂ Ca F ₂ 石ケン	60 ^{ppb} 100 ^{ppb} 10 ^{ml}	40V 500 ^{mA}	1時間	23.4 ppb
	検水 A-3	Ca F ₂ 電解ケイソウ土	100 ^{ppb} 20 ^{ml}	40V 500 ^{mA}	1時間	49.5 ppb
	対照検水	C ₁₂ H ₇ Cl ₅	20 ^{ppb}			5000 ppb
	検水 B-1	MgCl ₂ Ca F ₂ 石ケン	120 ^{ppb} 200 ^{ppb} 10 ^{ml}	10V 50 ^{mA}	1時間	18.4 ppb
第 二 次 実 験	検水 B-2	Ca F ₂ 電解ケイソウ土	200 ^{ppb} 20 ^{ml}	20V 50 ^{mA}	1時間	47.8 ppb
	対照検水	C ₁₂ H ₇ Cl ₅	200 ^{ppb}			60 ppb
	検水 C-1	MgCl ₂ Ca F ₂ ZnCl ₂	60 ^{ppb} 10 ^{ppb} 700 ^{ppb}	3V 500 ^{mA}	3時間	0.2 ppb
	検水 C-2	Ca F ₂ ZnCl ₂ CaCl ₂ Na ₂ CO ₃	500 ^{ppb} 700 ^{ppb} 350 ^{ppb} 350 ^{ppb}	3V 500 ^{mA}	3時間	0.1 ppb
	対照検水	C ₁₂ H ₇ Cl ₅	200 ^{ppb}			60 ppb
	検水 C-1	MgCl ₂ Ca F ₂ ZnCl ₂	60 ^{ppb} 10 ^{ppb} 700 ^{ppb}	3V 500 ^{mA}	3時間	0.2 ppb
第 三 次 実 験	検水 C-2	Ca F ₂ ZnCl ₂ CaCl ₂ Na ₂ CO ₃	500 ^{ppb} 700 ^{ppb} 350 ^{ppb} 350 ^{ppb}	3V 500 ^{mA}	3時間	0.1 ppb