

浄水汚泥から作製する A 型ゼオライトの効果的合成条件に関する研究

京都学園大学大学院 学生員 ○藤院 里依子
 京都学園大学 正会員 石本 弘治

1. はじめに

浄水場ではおもに河川や湖沼から取水し、PAC(ポリ塩化アルミニウム)などを用い原水中の浮遊物質を沈殿・ろ過させ、消毒し水道用水を生産している。この沈殿物が浄水汚泥と呼ばれる産業廃棄物であり、細砂や珪藻由来のケイ素やPAC由来のアルミニウムがおもな成分である。

この浄水汚泥には、その性格上人の健康に関わる物質はほとんど含まれておらず、種々の用途材料として利用が考えられるが、園芸用土やランド用材など比較的単純な利用に留まっており、大半は産業廃棄物として廃棄処分されているのが現状である。類似の産業廃棄物においても、その処分量の減量に困窮しており多用途利用を目的とした材料の高付加価値化などの検討がなされている。そのひとつとして、これらの元素を利用したアルカリ水熱合成法によるゼオライト転換を試みる研究がいくつか行われている⁽¹⁾⁽²⁾。

本稿では、浄水汚泥から高付加価値のある汎用性の高い A 型ゼオライトに転換するために必要なアルカリ水熱合成法による最適合成条件について検討した結果を報告する。

2. 試料の前処理と合成方法

試料は京都府営乙訓浄水場から 2009 年 9 月に排出された浄水汚泥を用いた。採取した浄水汚泥は、約 60%の水分を含有していたため室内にて気乾させ、取扱い性を考慮してディスクペレッター(フジパウダルトン社製 F-5 型)にてペレット化した。その後、ゼオライト転換に不要な有機物の除去を目的に、650℃にて炭化处理を施した。ゼオライト合成は水酸化ナトリウムを用いたアルカリ水熱合成を行った。表-1 に合成条件を示した。

炭化した浄水汚泥と各々の濃度に調整した水酸化ナトリウム水溶液をそれぞれの比率で、PTFE 内筒型密閉圧力容器(耐圧硝子社製 TAF-SR-100)に入れ、定温乾燥機内(島津理化製 STAC-P50K)にて合成を行った。設定時間到達後直ちに水冷し、吸引ろ過法により固液分離を行った。合成物は乾燥させ、デジタル顕微鏡(キーエンス社製 VE9800)にて表面観察を行った。また X 線回折装置(リガク社製 RINT-Ultima III)により結晶同定した。

3. 実験結果と考察

写真-1~4 に合成温度ごとのデジタル顕微鏡による表面観察結果を示した。合成温度 110℃付近までは、A 型ゼオライトの生成が認められる。しかし、合成温度が高くなるに従い、A 型ゼオライトのピーク強度が減少していくことがわかる。図-1 に合成温度別の X 線回折パターンを示した。

表-1 合成条件

| | |
|------------------------------|--------------------------|
| 固液比 | 1:2, 1:4, 1:6, 1:8, 1:10 |
| NaOH濃度(mol・L ⁻¹) | 2, 3, 4 |
| 合成温度(℃) | 8, 110, 140, 170 |
| 合成時間(h) | 3, 6, 12, 18, 24, 36, 48 |

*固液比：炭化浄水汚泥/NaOH 水溶液

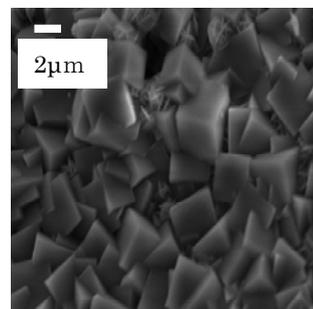


写真-1 合成温度 80℃

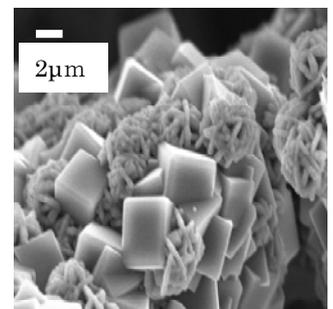


写真-2 合成温度 110℃

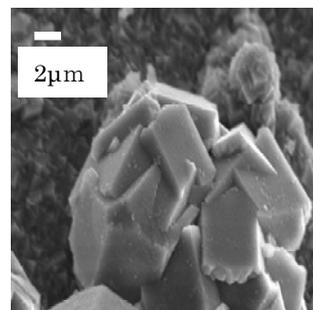


写真-3 合成温度 140℃

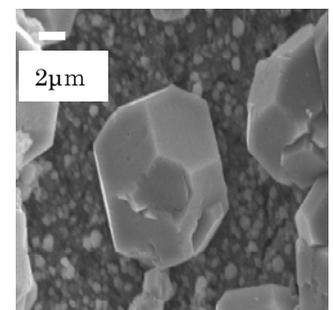


写真-4 合成温度 170℃

キーワード 浄水汚泥, 再資源化, A 型ゼオライト, 合成条件

連絡先 〒621-8555 京都府亀岡市曾我部町大谷 1-1 京都学園大学大学院バイオ環境研究科 TEL 0771-29-3467

アルカリ合成前の浄水汚泥(炭化物)には石英のピークがあったが、アルカリ水熱合成後は石英とともに A 型ゼオライトに起因するピークの出現が認められた。また、図-2 に最大強度と合成時間、合成温度の関係を示した。80~110℃で合成したものと比べると、140~170℃で合成したものでは、A 型ゼオライトの回折強度が低下している。回折強度の最大値は合成温度の要因の影響を受けることがわかる。

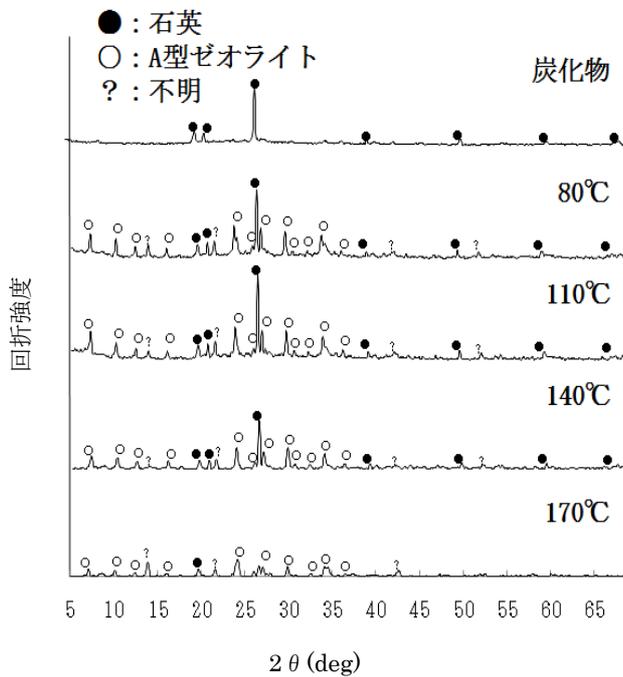


図-1 X線回折パターン

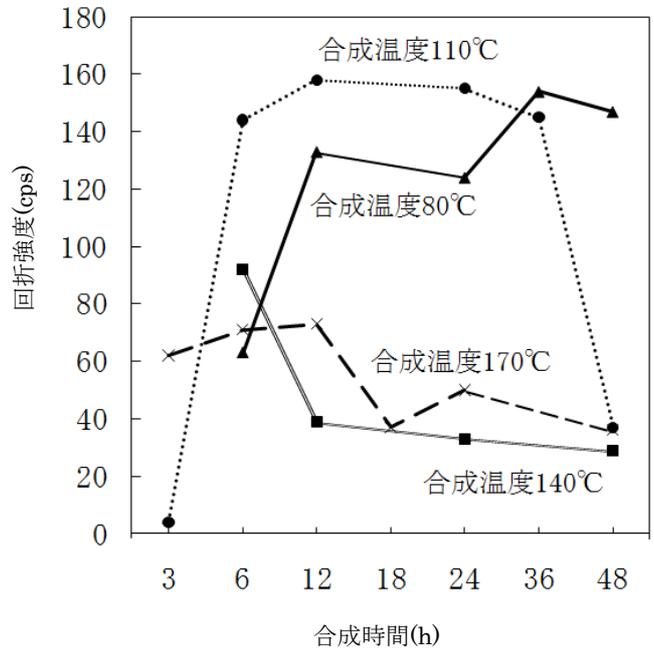


図-2 回折強度と合成時間の関係

固液比および水酸化ナトリウム水溶液濃度を一定にした場合、合成温度 80℃と 110℃における A 型ゼオライトの回折強度の極大値はほぼ同じであるが、前者は 36 時間付近で、後者は 6~12 時間付近で極大回折強度が発現している。この範囲がそれぞれの合成温度における A 型ゼオライトの最適合成時間と考えられる。これは、合成温度を高く設定すると浄水汚泥からのケイ素とアルミニウムの溶出が増加し、A 型ゼオライトの生成が促進されるが、合成温度 140℃以上では合成に必要なケイ素およびアルミニウムの溶出比率などが異なり A 型ゼオライトの生成が抑制されたものと考えられる。

今回の実験試料は秋期に採取した浄水汚泥を用いたが、季節や水質により出現する珪藻が異なるため、合成結果も異なることも十分考えられるので、季節毎の検討も必要である。また、今回生成した A 型ゼオライトの X 線回折ピーク強度は、試薬合成 A 型ゼオライトと比べると決して大きくはない。このことは、ゼオライト生成率が低いことを意味しており、多用途への実用化にあたってこの生成率を高める合成法の検討も今後の課題である。

謝辞

本研究において、X線回折装置の利用に際し京都府中小企業技術センターの基盤技術課の田中主任、宮内主任のご好意に感謝の意を表します。実験試料の提供を快く引き受けていただきました京都府営水道事務所および乙訓浄水場の皆様に感謝の意を表します。

<参考文献>

- (1) 村山憲弘他 製紙スラッジ焼却灰からのゼオライトの水熱合成とその物性評価, 資源と素材, Vol. 116, No. 1, pp. 31-36, 2000.
- (2) Takaaki Wajima et. al. Zeolite synthesis from paper sludge ash at low temperature (90℃) with addition of diatomite, journal of Hazardous Materials B132, pp. 244-252. 2006