

[研究報告]

無機系産業廃棄物の分析方法

佐々木 秀 幸*、谷 藤 眞 一**
岩手県工業試験場 化学部

Study on the Analytical Method for Inorganic Waste Sludges

SASAKI Hideyuki ,TANIFUJI Shinichi

県内から排出される産業廃棄物の中で、排出量の多く処理費用の高い無機汚泥の再利用技術を確認するために、試料の分析方法を検討した。その結果無機汚泥は、硝酸-塩酸-過塩素酸による分解が最適であることが分かった。なお、原子吸光分析法による試料の分析を行い、湿式分析やICP分析法と同様な結果が得られることが分かり、廃棄物の成分を簡易かつ迅速に分析する方法を確立した。

キーワード：廃棄物 スラッジ 再利用 機器分析 化学分析

1. 緒 言

県内から産業廃棄物として排出される各種の汚泥は年間百数十万トンにおよび、それらを再資源化するための技術開発が社会的に要求されている。それらの汚泥の一部は再資源化されているが、ほとんどは埋立処理されているのが現状である。

今後、汚泥の再資源化技術を検討する上で、含有成分の把握が最も重要であり、それを簡易、迅速に行うことができれば、各汚泥の最適処理方法の検討が容易になる。

本研究では、廃棄物処理現場に対応した分析方法の確立を目的とした。

すなわち試料の最適な溶解方法を検討するとともに、産業廃棄物の処理業者でも導入可能で、比較的安価な分析機器である原子吸光分光光度計を使用する適切な産業廃棄物の分析方法に関する検討を行った。その結果、原子吸光分析法による無機系産業廃棄物中の成分を簡易かつ迅速に定量する方法を確立した。

2. 実験方法

2-1 最適な試料の溶解方法の検討

実験に使用した無機系産業廃棄物試料は、県内のメッキ工場から発生する汚泥である。この汚泥の年間の排出量は300トン以上で、処理費用は1トン当たり

2万円程である。この費用は中小企業にとって膨大であり、再資源化が最も期待されるものである。

最適な試料の溶解方法を把握するため、各種の酸で試料を加熱溶解し、ICP分析法で定量分析を行い溶出量の比較を行った。使用した酸は塩酸(1+1)、硝酸(1+1)、王水、王水と過塩素酸の混酸各30mlである。実験は、約1gの試料を上述の酸で溶解、ろ過し、ろ液を100ml定容とした。この溶液を分析機器の感度に合わせ濃度調整をした後、成分を定量した。

図1にそのフローを示す。

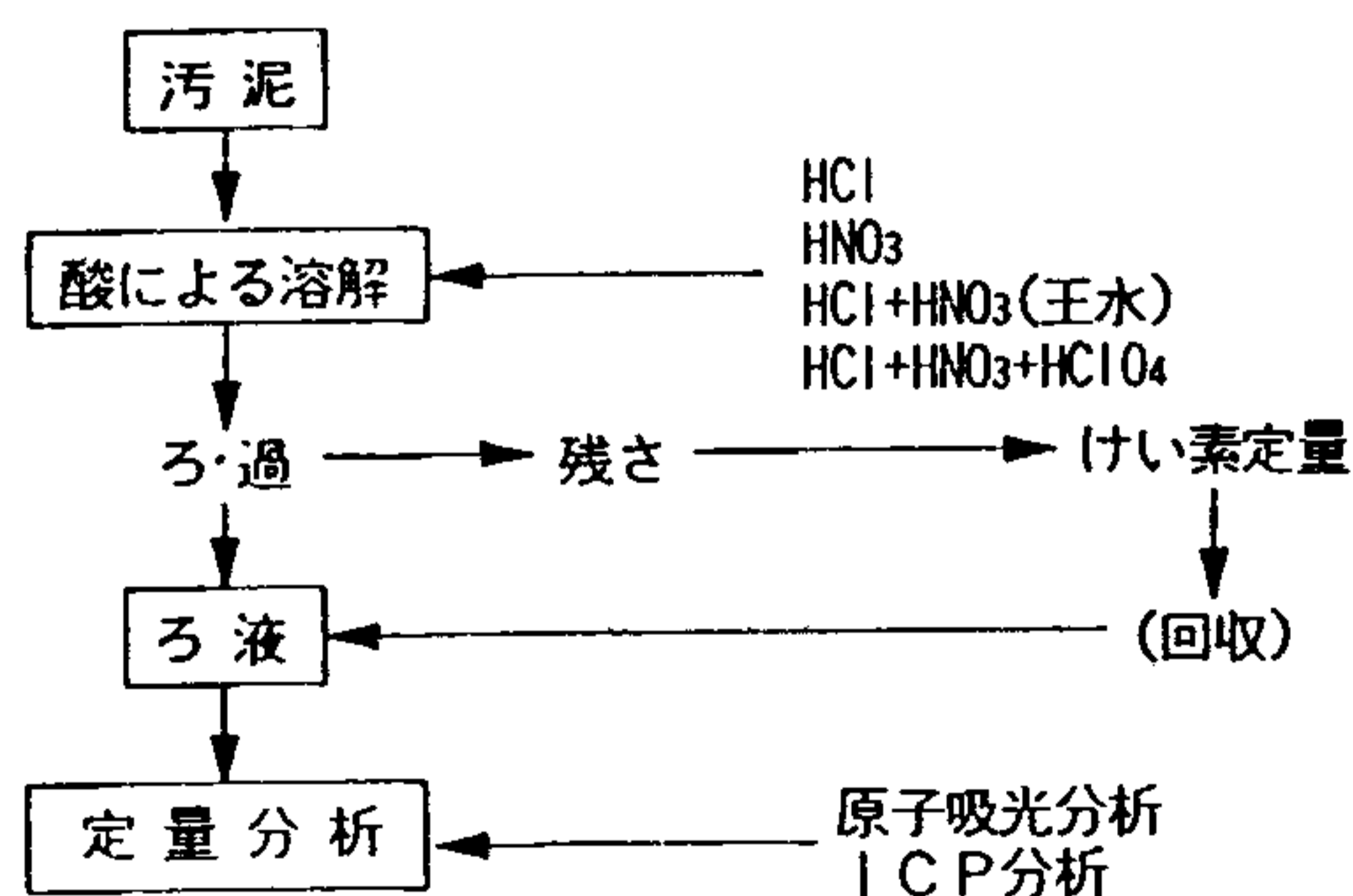


図1 実験のフロー

表1 各酸による溶出試験結果

単位：wt%

酸の種類	Al	Ca	Cr	Cu	Fe	Mg	Ni	Pb	Sn	Zn
HCl	12.86	6.80	2.31	2.14	0.64	0.19	1.99	0.13	2.29	4.65
HNO ₃	12.45	6.70	2.21	2.10	0.52	0.19	1.99	0.11	0.23	4.49
HCl+HNO ₃	12.69	6.77	2.29	2.10	0.64	0.19	1.91	0.13	2.24	4.61
HCl+HNO ₃ +HClO ₄	12.61	6.68	2.15	2.11	0.63	0.20	2.18	0.13	2.18	4.42

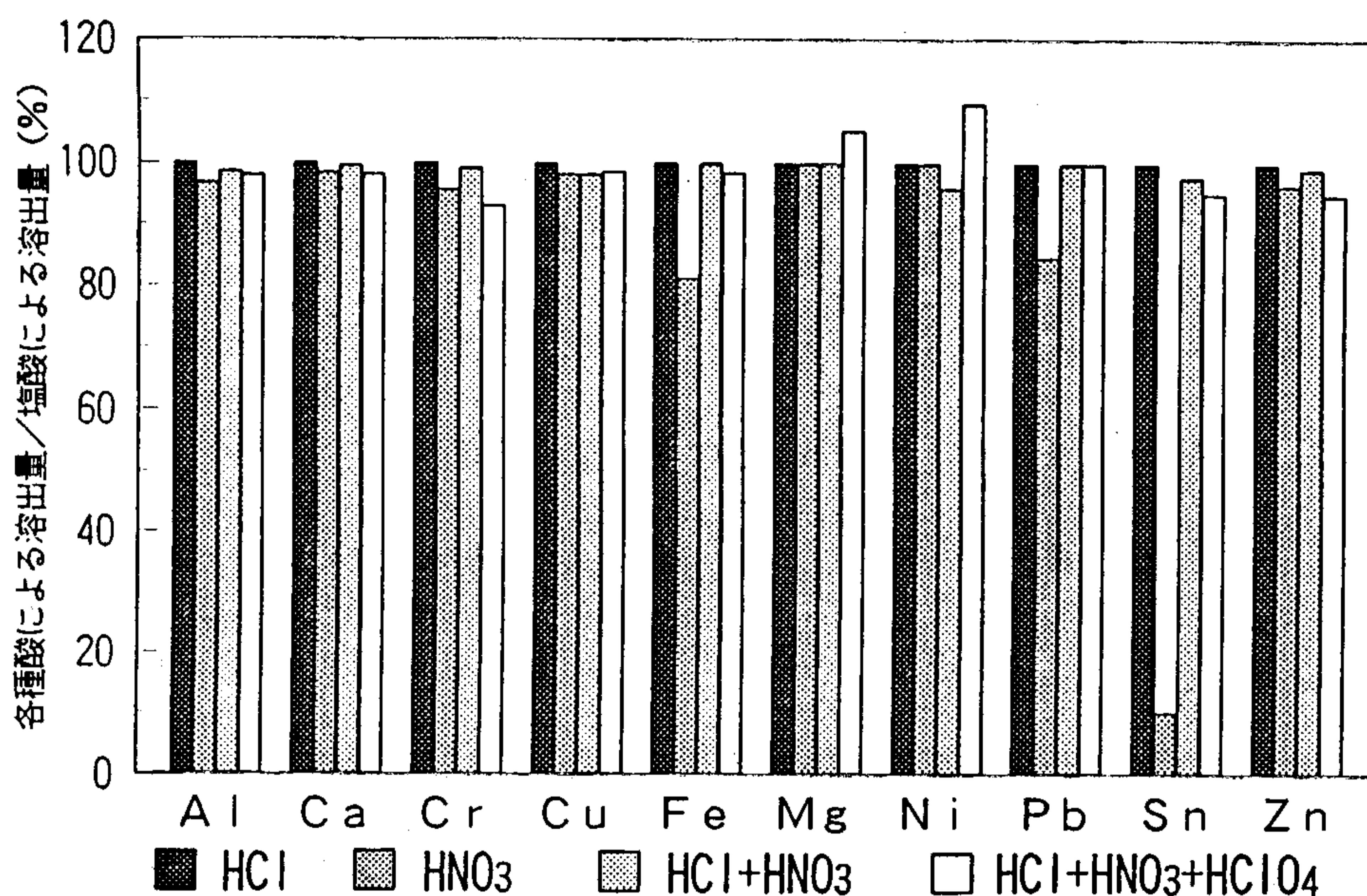


図2 酸による各成分の溶出量の比較

2-2 原子吸光分析法とICP分析法の比較検討

先の検討で得られた最適な試料溶解方法により廃棄物試料を溶解し、その溶液をICP発光分析装置（島津製作所製ICPS-1000II）と、原子吸光分光光度計（日立製207型）で含有成分の定量分析を行った。他元素の干渉がほとんどないICP分析法の分析値と、原子吸光分析法の分析値を比較し、干渉のある元素の選定を行った。干渉現象がみられた元素に対しては、その原因と除去方法の検討を行った。

2-3 各種産業廃棄物の分析

2-1、2で確立した分析方法により県内企業から排出される各種の産業廃棄物を分析し、その適用性を検討した。

3. 実験結果及び考察

3-1 最適な試料の溶解方法

実験に供した汚泥Aは、様々な金属成分を含み、現在は管理型産業廃棄物処分場に埋立処理されている。

表1に各種の酸による分析値を示す。縦軸に塩酸による溶出量を基準として、他の酸による各成分の溶出量の百分率をとったものが図2である。

硝酸による溶出量は、塩酸に比べて鉛で15%、鉄で20%程度低くなり、特にスズにおいては10%程度の溶出率しか示さなかった。これは、スズが硝酸と反応して不溶性のメタスズ酸（H₂SnO₃）を形成したためと思われる¹⁾。

他の酸では、各成分の溶出率に大きな差はなく、塩酸を中心とした酸を用いれば問題がないことがわかる。この中で全成分を平均的に溶出させる点で、王水と過塩素酸の混酸が優れている。また、この酸を用いると試料中のけい素の定量も併せて行うことができるため、最適な溶解法であると考えられる。

3-2 原子吸光分析法における干渉とその除去

上記の汚泥Aを先の混酸で溶解しICP分析法と原子吸光分析法で分析した。その分析値を比較し干渉の有無を検討した。また、比較のため、別の汚泥Bについても同様に分析した。その結果を表2、及び図3、

表2 原子吸光法及びICP法による分析結果

単位：wt%

試料名	分析方法	Al	Ca	Cr	Cu	Fe	Mg	Ni	Pb	Sn	Zn
汚泥A	原子吸光法(Sr添加前)	12.25	1.39	2.24	2.13	0.64	0.20	2.30	0.16	2.14	4.58
	原子吸光法(Sr添加後)	—	6.93	—	—	—	—	—	—	—	—
	ICP法	12.65	6.69	2.18	2.11	0.63	0.20	2.18	0.16	2.20	4.42
汚泥B	原子吸光法(Sr添加前)	0.10	1.41	—	1.85	46.38*	0.04	—	0.65	—	3.18
	原子吸光法(Sr添加後)	—	1.64	—	—	—	—	—	—	—	—
	ICP法	0.11	1.67	—	1.89	46.38*	0.04	—	0.61	—	3.01

* 滴定法による定量値

4に示す。図の縦軸はICP分析法の分析値を基準として、原子吸光法の分析値の百分率をとったものである。両方法の分析値に大差はなかったが、カルシウムの分析値に大きな差が認められた。汚泥Aでは原子吸光分析法が80%程度も低値を示し、汚泥Bでも20%程度低値を示した。

汚泥Aのみに多く含まれる成分はアルミニウム・クロム・ニッケル・スズで、カルシウムの分析を干渉するのはアルミニウムとクロムであることが知られている。²⁾ このことから、これは試料溶液中に含まれるアルミニウムとカルシウムがフレーム中で、難解離性のアルミン酸カルシウム ($n\text{CaO} \cdot m\text{Al}_2\text{O}_3$) を形成するためと考えられる³⁾。

この干渉を除去するため、干渉除去剤として通常使用されるストロンチウムを濃度を変えて添加し²⁾、相対吸光度の変化を測定した。その結果を図5に示す。

これらの試料溶液はそれぞれ100ml中に汚泥Aがカルシウム0.34mg、アルミニウム0.65mg、汚泥Bがカルシウム0.34mg、アルミニウム0.02mgを含む。

汚泥Aではストロンチウムの添加とともに相対吸光度は増加し、10mg添加した時点でほぼ100%となった。汚泥Bはアルミニウムが少なく干渉が少ないが汚泥Aと同様の結果が得られた。このことから、アルミニウムを含む試料のカルシウムを分析する場合は、ストロンチウムを10mg以上添加することが有効であることがわかる。

3-3 各種産業廃棄物の分析結果

前記の考察によって決定した分析方法により、県内の企業から排出される各種の廃棄物を分析した結果を表3に示した。

この結果は湿式分析で行った結果とほとんど同じであった。このことにより原子吸光分析法でめっき工場から排出される無機系産業廃棄物を分析する手法が確立できた。

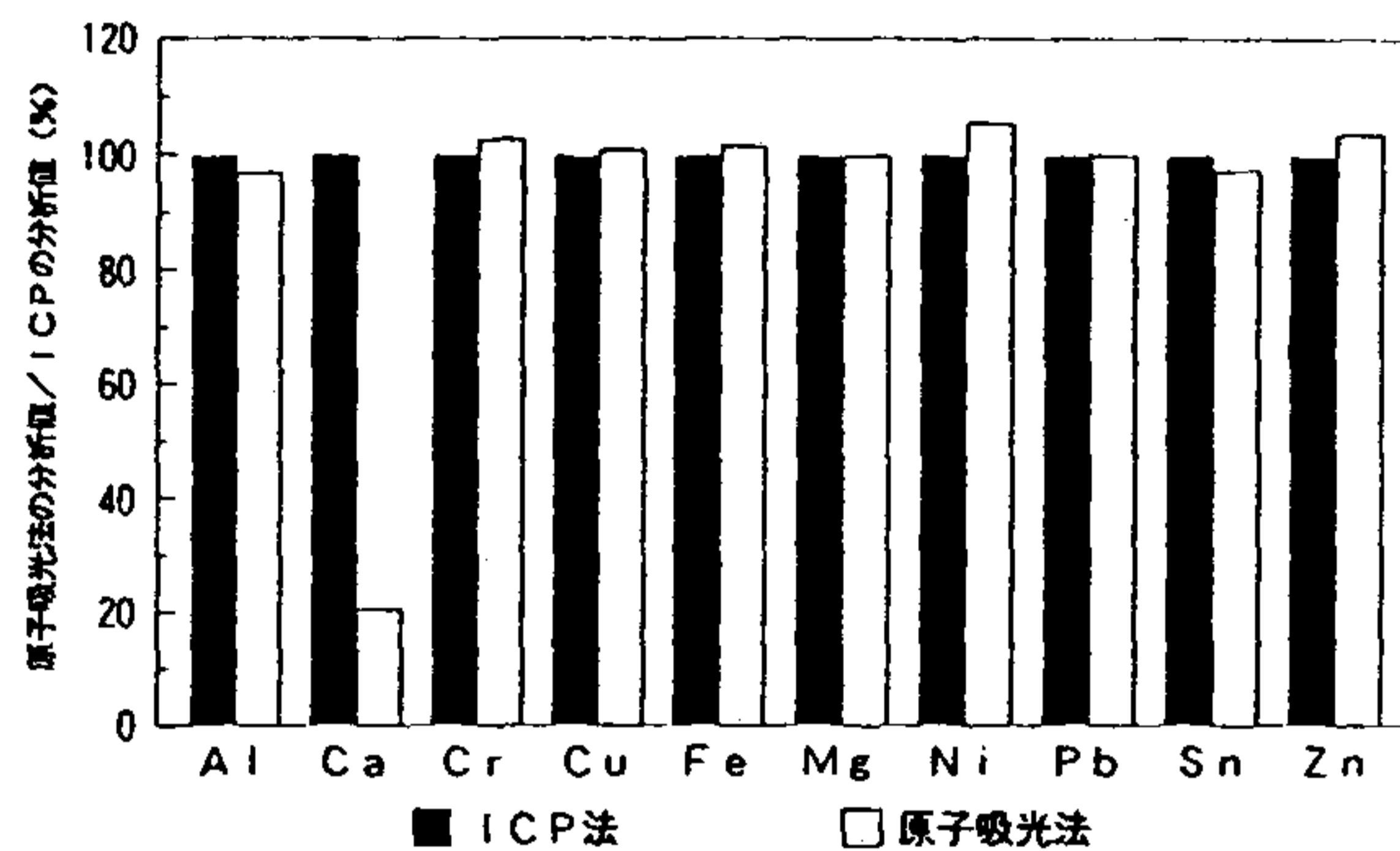


図3 原子吸光法とICP法の分析値比較 (汚泥A)

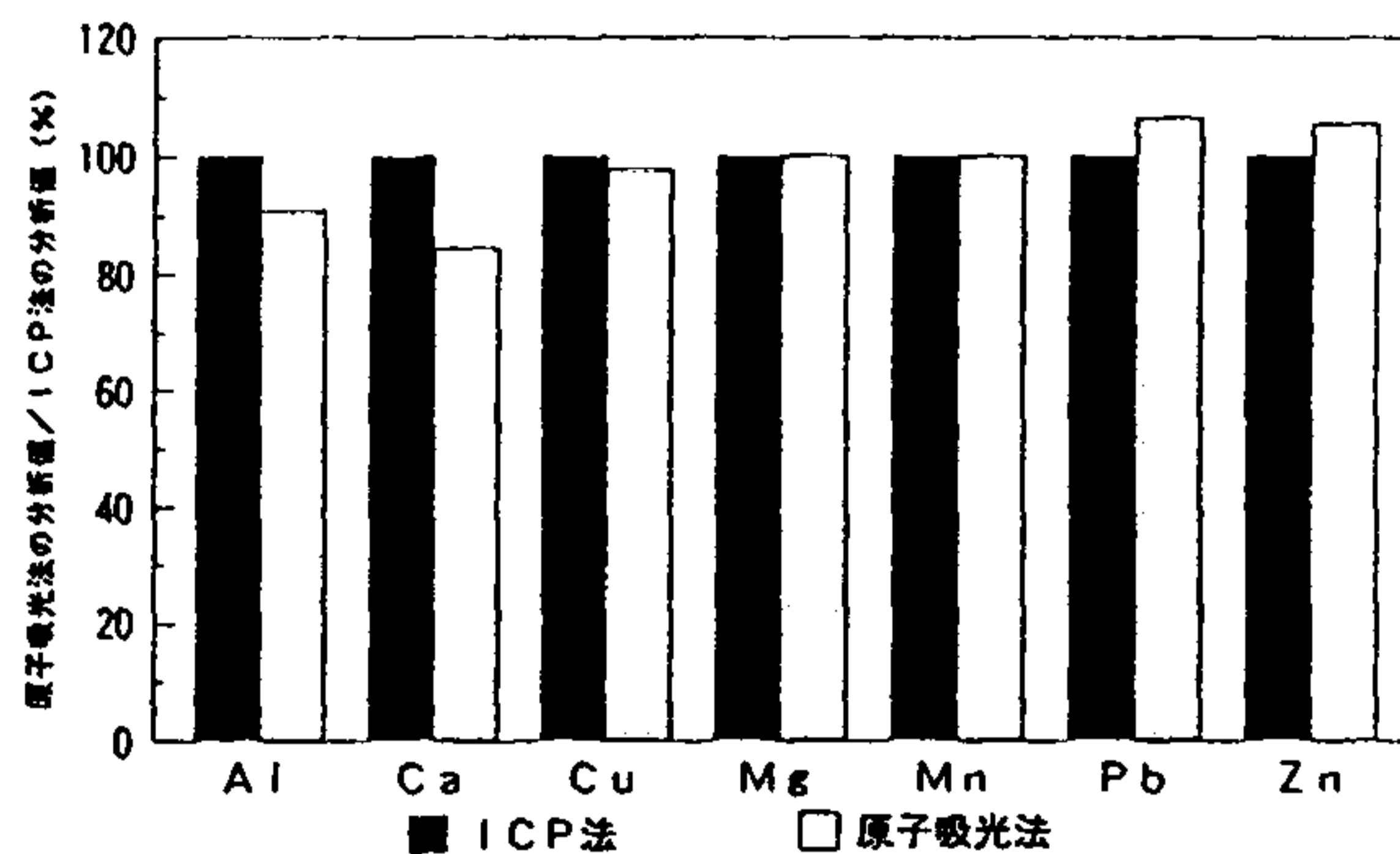


図4 原子吸光法とICP法の分析値比較 (汚泥B)

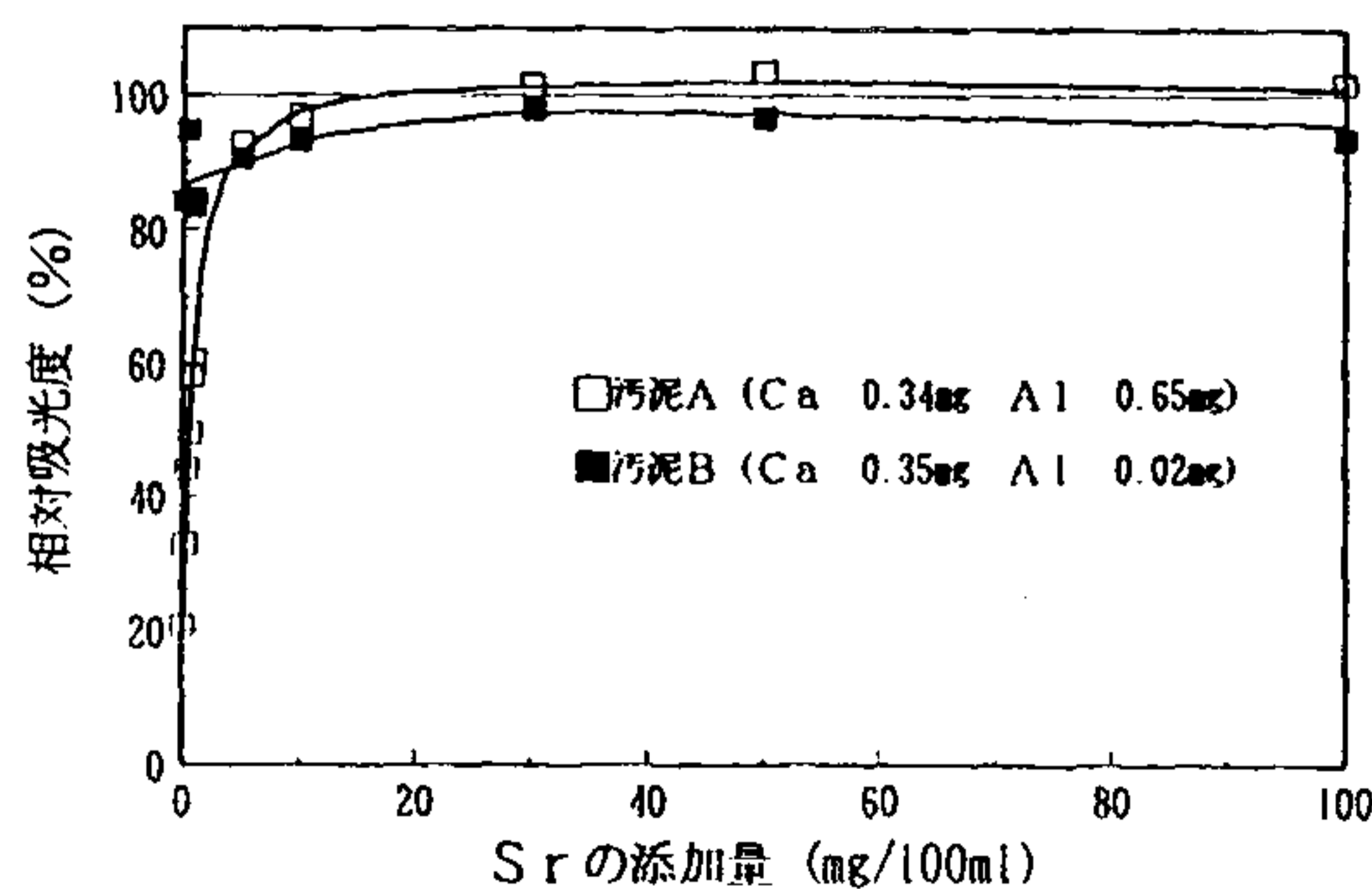


図5 Alの干渉とSr添加の効果 (分析元素Ca)

表3 県内廃棄物汚泥の分析結果

単位：wt%

	含水率	S i	C a	A l	F e	Z n	C u	N i	P b	N a	K
汚泥A	75.41	2.79	6.93	12.25	0.65	4.58	2.13	2.30	0.16	0.50	0.01
汚泥B	76.72	1.32	1.64	0.10	46.38	3.18	1.85	—	0.65	0.68	0.04
汚泥C	33.73	29.24	—	—	—	—	—	—	—	6.71	8.27
汚泥D	75.31	7.16	1.35	2.68	37.99	0.49	0.37	1.16	0.09	0.35	0.15
焼却灰E	32.60	12.77	24.74	2.88	1.80	0.13	0.01	0.01	0.02	1.31	2.34

4. 要 約

種々の金属成分を含有するめっき工場から排出される産業廃棄物の溶解方法を検討した結果、王水と過塩素酸の混酸による溶解法が迅速で且つ、けい素も同時に定量できる廃棄物の最適な溶解方法であることがわかった。

また、原子吸光分析法でカルシウムを産業廃棄物中のカルシウムを定量する際にはアルミニウムの干渉を除去するためにストロンチウムを添加する必要がある。

これらにより、廃棄物処理業者自らが行うことができる簡易で迅速な分析方法を確立することができた。

なお、本研究は県の技術パイオニア養成事業の廃棄物の処理に関する研究の一環として実施しました。今後は無機汚泥等の再利用技術の開発を行う予定としています。

また、サンプルを提供して下さった県内企業に深く感謝致します。

5. 文 献

- 1) 長島弘三、富田功：分析化学、裳華房、1981
- 2) 不破敬一郎、下村滋、戸田昭三：最新原子吸光分析Ⅱ、廣川書店、1980
- 3) 鈴木正巳、武内次夫、田村正平、不破敬一郎、武者宗一郎：原子吸光分析の実際、南江堂、1974