

## 溶出試験におけるろ過操作およびキレート樹脂濃縮操作での 重金属類の回収率の検討

○渡辺信久 湯麗君 長野良啓 岸田修一（大阪工業大学）

### はじめに

廃棄物、リサイクル製品、土壌の有害性判定に用いられる溶出試験方法は、固体と水を接触させた後、ろ過を行い、ろ液中の物質を測定するものである。重金属の分析を行う際には、塩類除去と濃縮を目的としてキレート樹脂による処理を行うことが多い。

安定した結果を得るためには、キレート樹脂での濃縮で、十分に高い回収率を得る必要がある。環境水での適用事例はすでに報告されている<sup>1,2)</sup>が、溶出試験方法での試料では、塩類をはじめとする共存物質を多量に含み、その影響が懸念される。そこでここでは、市販されているキレート濃縮に使用される樹脂：イミノニ酢酸型 (IDA) とポリアミノポリカルボン酸型 (PAPC) を用意し、精製水と人工海水に重金属標準液を添加し、pH を変化させながら、キレート樹脂カラム通過液に残る重金属イオンを計測する実験を行った。

また、溶出試験法では、ろ過の過程で重金属が吸着されることがあると、負の誤差を生じる。予備実験において、この現象が一部のメンブランフィルターで観察されたので、同時に報告する。

### 実験方法

**試料** 1 M 硝酸および 0.1 M 酢酸アンモニウムを用いて、pH を 2; 3; 4; 5; 6; 7 に調節した精製水もしくは人工海水（魚類等飼育用の指定濃度の 1/2 にしたもの）に Cd; Cu; Fe; Pb; Zn を添加し、初期濃度を 3 - 10 mg L<sup>-1</sup> とした。

**キレート処理** キレート樹脂カラムの前処理として、アセトン 5mL; 3 M 硝酸 10mL; 精製水 20 mL; 0.1 M 酢酸アンモニウム 10mL; 精製水 30 mL を順に通過させた後に、試料液を 25 mL 通過させた。通過液を、0-5; 5-10; 10-15; 15-20; 20-25 mL の各フラクションに分けて採取した。キレート通過前の試料、および各フラクション中の重金属濃度をフレーム原子吸光法で計測した。試料液を通過させた後のキレート樹脂カラムは、3 M 硝酸 4mL; 精製水 30 mL を通過させてから再使用した。なお、キレート樹脂カラムが乾燥することがないように、精製水を満たして室温で保存した。

**ろ紙への吸着** 5 種類の材質（セルロースアセテート; セルロース混合エステル; 再生セルロース; 親水 PTFE; PTFE）の孔径 0.45 (PTFE のみ 0.50)  $\mu$  m シリンジフィルターに、pH を 3 もしくは 13 に調節した Pb 水溶液 (10 mg L<sup>-1</sup>) を通過させて、濾過液中の Pb 濃度を計測した。

### 結果および考察

**データプロット** 結果の一覧を図 1 に示す。各グラフは、キレート樹脂種類 (IDA; PAPC)-重金属 (Cd; Cu; Fe; Pb; Zn)-塩分の有無 (人工海水あり; なし) ごとに作成したものである (グラフは 2 × 5 × 2 = 20 枚)。pH 2; 3; 4; 5; 6; 7 の液性での、カラム通過前の液 5 mL; 0-5; 5-10; 10-15; 15-20; 20-25 mL の各フラクションに含まれる重金属量 ( $\mu$  g) をプロットした。

**IDA について** Cd; Zn の捕集率が、pH 2-3 で 90% を下回ることがあったが、それ以外では、概ね通過させた試料液中の Cu; Fe; Pb を 90% 以上捕集した。塩分の有無による影響は Cd についてのみ、塩分の共存による吸着阻害が見られたが、それ以外では、特徴は見られなかった。

**PAPC について** pH 2 の場合に、Cd; Pb; Zn の捕集率が、pH 2-3 で 90% を下回ることがあったが、それ以外では、人工海水を添加した系では概ね通過させた系では、Cd; Cu; Fe; Pb; Zn について 95% 以上の捕集率であった。多量の塩分が共存する方が、キレートでの捕集率が高まった。

**ろ紙への吸着** pH 13 で調製した Pb 標準液を通過させた際、再生セルロースろ紙でのろ過で、吸着によると思われる 0-5; 5-10; 10-15 mL フラクションで看過できない濃度低下が見られた (図 2)。

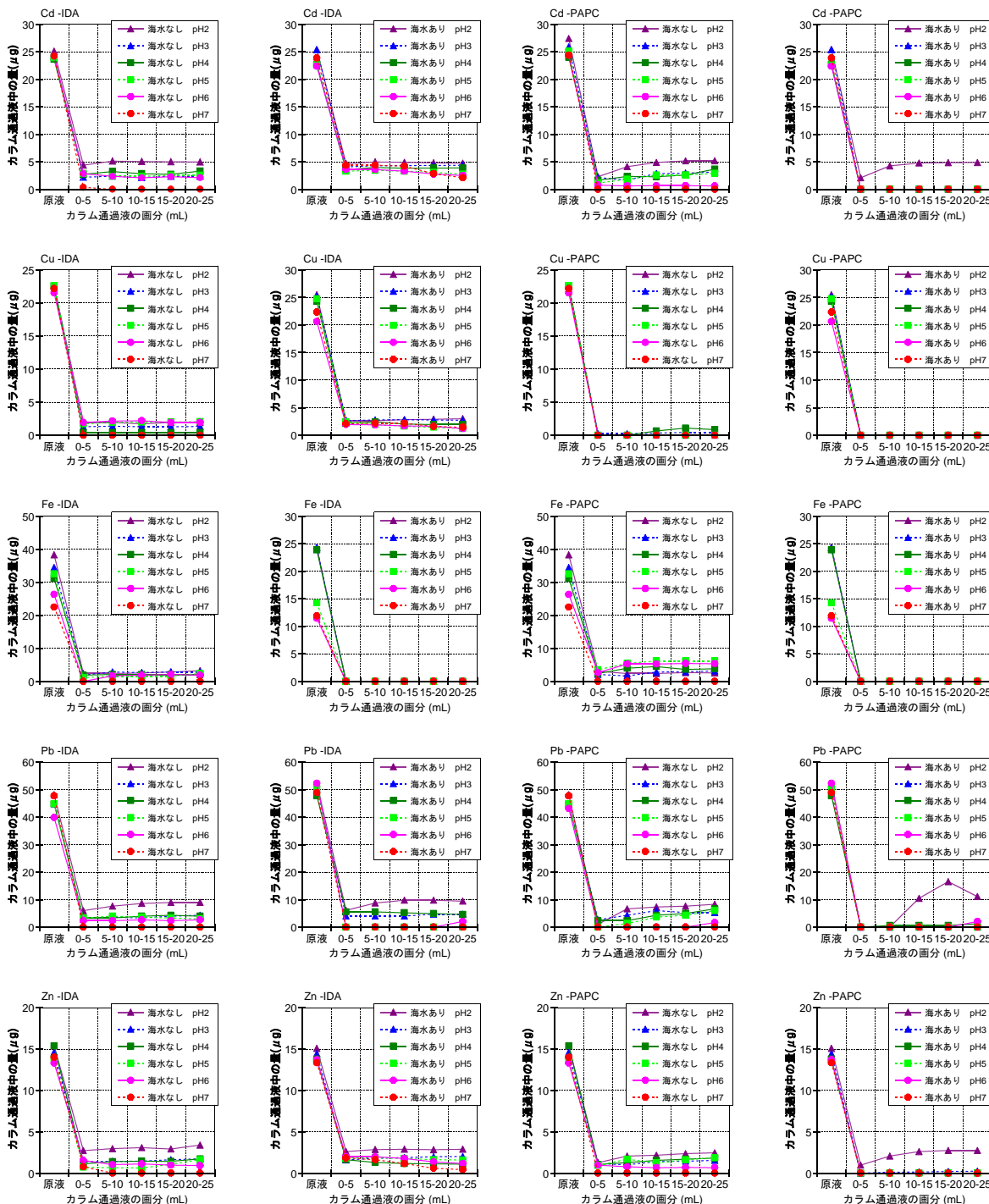


図 1 調製した重金属水溶液をキレート樹脂カラム (IDA; PAPC) を通過させた液に含まれる重金属類

- 1) 高久雄一・工藤 友華・木村 盛児・林 匠馬  
・太田 郁子・長谷川 英尚・植田 真司, 分析化学, 51: 539-544 (2002)
- 2) 坂元秀之・山本和子・白崎俊浩・井上嘉則, 分析化学 55: 133-139 (2006)

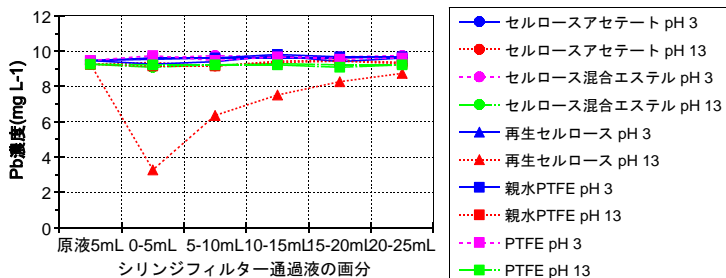


図 2 ろ紙通過による Pb の吸着