

## 2. 研究方法

### 2. 1 メタンマイクロバブル発生装置及びこれを組み込んだリアクター開発

#### 2. 1. 1 振動多孔板による微細気泡発生装置の概要

図1に振動多孔板を用いた微細気泡発生装置の概略図を示す。微細加工した多孔板をガスが通過でき、かつ発振機の信号を受信できるようにメタンマイクロバブル発生装置を設計し、作製した。実験装置は、バイオリアクター本体、エアポンプ、発振機、オプトニクス精密社製の振動多孔板とアンプからなる。振動多孔板は、噴孔径4~8  $\mu\text{m}$ 、噴孔のピッチ間隔は100~150  $\mu\text{m}$ の千鳥配置である。エアポンプからの気体は、振動多孔板を通り微細気泡化される。これをメタンマイクロバブル用に設計したリアクターに組み込み、マイクロバブルの噴射速度、マイクロバブルの粒子径（粒度分布）を操作因子として、メタンガスの溶解性、マイクロバブルの滞留時間を解析した。

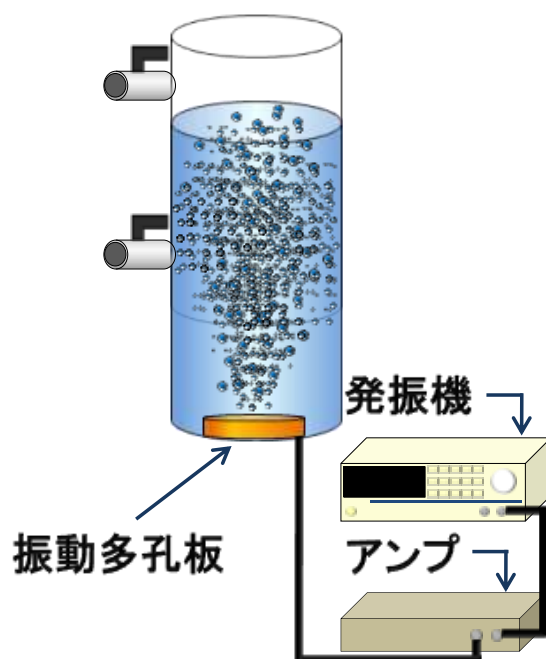


図1 振動多孔板を用いた微細気泡化バイオリアクターの構成

振動多孔板の断面図と概略図を図2に示す。振動は発振機の信号をアンプで増幅して圧電素子に送ることによって与えられる。約20種類の構造の異なる振動多孔板に対して発振機の周波数を80～170 kHzの間で変化させ、最も微細な気泡が発生するように周波数および通気流量を変化させた。振動多孔板は多孔板が1枚のものや2枚が重ねてあるものがあり、2枚重ねのものは上面下面ともに凸があるもの、上面だけ凸部があるもの、2枚とも平面のもの、2枚の多孔板の間に厚さ50 μmのスペーサーメッシュを挟んだものに分けられる。振動多孔板の噴孔にはノズルの向きがあり、上下の多孔板のノズルの向きによっても構造を分類する。多孔板1枚のものは上に凸であり、ノズルが上向きであるが、噴孔の数や配置が異なるものを用いた。

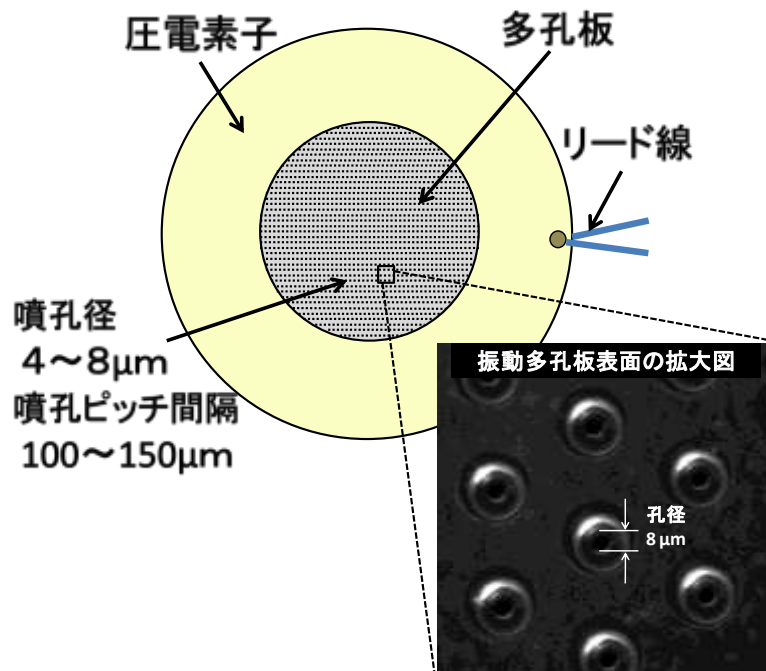


図2 振動多孔板の概要図と多孔板表面の顕微鏡写真

## 2. 1. 2 マイクロバブル化リアクターが気体を溶解させる能力の評価

リアクターに溶存酸素濃度0 mg/L付近の蒸留水を入れ、そこにコンプレッサーにより空気を振動多孔板を通して蒸留水に送り込み、溶存酸素メーターにより一定間隔時間で溶存酸素濃度を読みとった。得られた溶存酸素濃度の数値を用いて $K_{La}$  (総括酸素移動容量係数)を求めた。振動多孔板のほかに観賞魚の飼育に使用される散気球でも同じ実験を行った。流量計を使用した場合と使用しない場合の二通りの実験を行った。流量計を使用した場合での振動多孔板、散気球を使用した実験は流量9 ml/minの空気量で行った。また、散気球に関しては散気球では実用的な流量900 ml/minの空気量での実験も行った。

また、この実験で使用した溶存酸素メーターのセンサーの先端部分には直接気泡が当たらないようスポンジを設置した。溶存酸素メーターの先端にスポンジを装着せずに同じ実験を行ったが、振動多孔板、散気球ともに30分程度で飽和付近まで溶存酸素濃度が上昇した。この結果から、発生している泡が直接溶存酸素メーターに付着してしまうと考えられ、溶存酸素メーターの先端にスポンジを設置して実験を行った。

$$K_{La} = \frac{1}{t_2 - t_1} \times \ln \left( \frac{C_{s1} - C_1}{C_{s2} - C_2} \right) \times 60$$

$K_{La}$ : 総括酸素移動容量係数(1/hr)

t: 測定経過時間(min)

C: tでの溶存酸素濃度(mg/L)

$C_s$ : tでの飽和溶存酸素濃度(mg/L)

表1. マイクロバブル化リアクターが気体を溶解させる能力評価の実験条件

流量計	振動多孔板		散気球	
	使用	不使用	使用	不使用
流量	9 ± 1(ml/min)		9 ± 1(ml/min)	900(ml/min)
空気圧	0.27~0.3(kg/cm <sup>2</sup> )	0.42~0.38(kg/cm <sup>2</sup> )		0.06~0.08(kg/cm <sup>2</sup> )

2. 1. 3 マイクロバブル化リアクターが気泡を残留させる能力の評価実験

リアクターに溶存酸素濃度0 mg/L付近の蒸留水を入れ、そこにコンプレッサーにより空気を蒸留水へ送り込み、ある時間でエアレーション（空気の送り込み）を止め、そこから60分間の溶存酸素濃度の変化をみた。この実験も振動多孔板、散気球のどちらも使用した。また、エアレーションを止めてから、窒素脱気をした場合の溶存酸素濃度の変化をみた。

表2. マイクロバブル化リアクターが気泡を残留させる能力評価の実験条件

脱気方法	振動多孔板		散気球	
	自然	窒素	自然	自然
初期DO濃度(%)	約50%	約90%	約90%	約90%

脱気方法の自然とは特別な操作はせずに静置状態で大気の侵入と拡散に任せること

## 2. 1. 4 振動多孔板の性能評価

リアクター内に0.5 Lの超純水を入れ、振動多孔板から微細気泡を発生させ、溶存酸素濃度の上昇の時間変化を飽和溶存酸素濃度に達するまで測定し、総括酸素移動容量係数 $K_{La}$ を求めた。さらに、酸素移動効率 $E_A$ を $K_{La}$ から求めた。 $K_{La}$ と $E_A$ は多孔板に振動を与え微細気泡を発生させた状態と観賞魚用の散気球の気泡を比較した。発生した気泡はマクロスコープを取り付けたデジタルカメラで撮影し、画像処理ソフトを用いて実際の微細気泡の気泡径、粒径分布、発生状況を確認した。気体は空気その他、窒素、メタンでも微細気泡化を試みた。

## 2. 2 メタン脱窒微生物の培養とメタン脱窒反応の活性化条件

嫌気性グラニュールを用いて嫌気性メタン脱窒菌の培養を行った。サンプルの培養は嫌気条件下で行い、気相部分にメタンガス、液相部分に硝酸塩を主要基質とした人工培地を用い、定期的に培地交換する半回分培養により行った。培地の硝酸性窒素濃度は300 mg-N/Lに調整した。培養期間中、気相中のメタンおよび窒素はガスクロマトグラフィーにより、液相中の硝酸等はイオンクロマトグラフィーによって測定した。測定結果から、メタン酸化速度、脱窒速度、窒素同化速度を求めた。

## 2. 3 迅速な処理性能評価モニタリング手法の開発

埋立地浸出水を想定し、リアクターの原水と処理水から処理性能を評価・モニタリングするために、可視光領域の吸光度測定が多波長データから処理性を簡易に評価する新しい評価方法の開発を研究1年目に行い、2年目では精度を

向上させた。可視光領域の吸光度の値より刺激値と刺激純度を求めて開発した評価方法に適用した。

### 2. 3. 1 模擬着色水

使用試料として、食用色素とシンプリコールを使用した。

食用色素：赤(食用赤色 102号、モノアゾ系)、水色(食用青色 1号、トリフェニルメタン系)、黄(食用黄色 4号、ビラゾール系)を0.5 g/Lで蒸留水に溶解した。  
シンプリコール：バイオレット(№15)とパプリカレッド(№7)の粉末を、温めながら蒸留水に0.5 g/Lで溶解した。

本研究では、食用色素とシンプリコールを混合し、濃度と色みの違う紫色、緑色、橙色の模擬着色水を作成した。紫、緑、橙の基本色名だけでは、本研究の着色水の違いを表現出来ないため、JISの「物体色を系統的に分類して表現できるようにした色名」の定義の系統色名を適用し、次のように分類した。

紫系統：紫、こい紫、暗い紫、青みの紫、青紫、こい青紫、赤みの紫、赤紫の8系統140サンプル作成

橙系統：橙、黄みの橙、明るい黄みの橙、赤みの橙の4系統70サンプル作成

緑系統：緑、黄みの緑、黄緑、青みの緑、青緑A、青緑Bの6系統70サンプル作成

全18系統280サンプル作成して着色度合いの評価を行った。

### 2. 3. 2 使用装置

分光光度計①波長間隔10 nm以下で可視全域が測定出来るもの②光路長10 mmの吸収セルが使用できるもの

### 2. 3. 3 三刺激値X, Y, Zの算出方法

着色水の3つの刺激値X、刺激値Y、刺激値Zは、分光光度計を用いて、波長400～700 nmの範囲を波長間隔10 nmごとに吸光度を測定し、各波長に対応する重係関数 $f_x$ ,  $f_y$ ,  $f_z$ を相当する各波長の透過パーセントに乗じてX, Y, Zの系列ごとに合計し、三刺激値X, Y, Zを求めた。

$$X = \frac{1}{K} \sum_{400}^{700} f_x(\lambda) \times \tau(\lambda), \quad Y = \frac{1}{K} \sum_{400}^{700} f_y(\lambda) \times \tau(\lambda), \quad Z = \frac{1}{K} \sum_{400}^{700} f_z(\lambda) \times \tau(\lambda)$$

X : 刺激値X、 Y : 刺激値Y、 Z : 刺激値Z、 K : 100.000

$f_x(\lambda)$  : 波長 $\lambda$ での $f_x$

$f_y(\lambda)$  : 波長 $\lambda$ での $f_y$

$f_z(\lambda)$  : 波長 $\lambda$ での $f_z$

$\tau(\lambda)$  : 波長 $\lambda$ での透過パーセント

### 2. 3. 4 色度座標x, yの算出方法

目視により判断される色彩を、数値化したもの。

$$x = \frac{X}{X+Y+Z}, \quad y = \frac{Y}{X+Y+Z}$$

### 2. 3. 5 刺激純度(%)の算出方法

色の鮮やかさを表す指標。主波長のスペクトル軌跡から白色点までの距離と、色度座標と白色点までの距離の比率より表すことができる。

$$P_e = \frac{x - x_c}{x_l - x_c} \times 100$$

x, y : 色度座標

x<sub>c</sub>, y<sub>c</sub> : 点Cの座標 (x=0.3100, y=0.3162)

### 2. 3. 6 評価方法

三刺激値について、刺激値X 赤色を代表する色刺激を表し、刺激値Y 明度の代表値であると共に緑色の色刺激を表し、刺激値Z 色を代表する色刺激を表す。各々の系統色の着色度合いを評価するとき、無希釈時の着色水を分光光度計から吸光度を測定し、JIS規格の色度から算出した刺激値X、刺激値Y、刺激値Zの平均をとった、三刺激値の平均と刺激純度から評価を行った。刺激純度を横軸、三刺激値の平均を縦軸に適用し、グラフ化による評価を試みた。一方、自作の撮影ボックス内で着色水の着色度合いをデジタルカメラで撮影し、三刺激値の平均と刺激純度による評価（本評価手法）が撮影画像（目視観察）と相関が取れているか確認をしながら階層化を行った。

### 2. 3. 7 着色水の標準液

色度標準液は、下水道試験方法の比色法の試薬を参照した。色度標準液1,000



度を原液として、超純水で希釈し、1～1,000度を作成した。溶解性のフミン酸は、ALDRICH製のフミン酸ナトリウムを用いて作成した。100mg/Lのフミン酸溶液を原液とし、0.1～1 mg/Lを作成した。

## 2. 3. 8 明彩色度評価方法

明彩色度評価法は、10 cmガラスセルを使用した試料の380～780nmの波長スキャン結果を用いる。その結果から三刺激値平均と刺激純度またはC\*abを算出、縦軸に三刺激値平均、横軸に刺激純度またはC\*abをとるグラフに試料の計算結果をプロットし、そのグラフ上の座標で評価を行う方法である。明彩色度評価法において、縦軸が明度、横軸が彩度を表している。横軸の彩度は、刺激純度とC\*abの両方により評価を行った。両者は算出方法がそれぞれ異なっている。刺激純度はCIExy色度図から求め、C\*abはCIE LAB均等色空間から求める(以下グラフではこれらをxyやLABと略す)。三刺激値平均が100付近になるほど、刺激純度またはC\*abが0付近になるほど対象の水は透明ということになる。ただし濁りの見られる試料は、ガラス繊維ろ紙によるろ過の前処理を施してから上記の操作を行った。

評価条件は、JIS Z8720, JIS Z8719を参照して改良し、光源D65、使用波長領域380～780 nm、重係数の波長間隔5 nm、視野角10 度とした。

三刺激値平均算出方法は、JIS Z8701のP.2の5.1光源色の三刺激値を参照した。波長スキャン結果からX10値,Y10値,Z10値を算出し、この3つの値を平均した。

刺激純度(%)の算出方法は、下水道試験方法を参照した。

C\*abは、a\*,b\*の値を算出して、下式に代入して算出した。

$$C^*_{ab} = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad \text{----- 式}$$

### 2. 3. 9 各濃度の標準液評価方法

三刺激値平均－刺激純度または $C^*ab$ のグラフで、測定試料の計算で求めた座標をプロットし、同グラフ上にある超純水の座標と測定試料の座標との距離を三平方の定理で算出した。算出した距離を超純水からの距離として横軸にとり、縦軸には色度あるいは濃度をとるグラフを作成した。これを明彩色度評価法による検量線とした。