

平成17年度環境技術実証モデル事業

非金属元素排水処理技術分野 (ほう素等排水処理技術)

実証試験結果報告書

実証機関 : 千葉県環境研究センター

環境技術開発者 : 日本電工株式会社

技術・製品の名称 : B - クルパック

全体概要

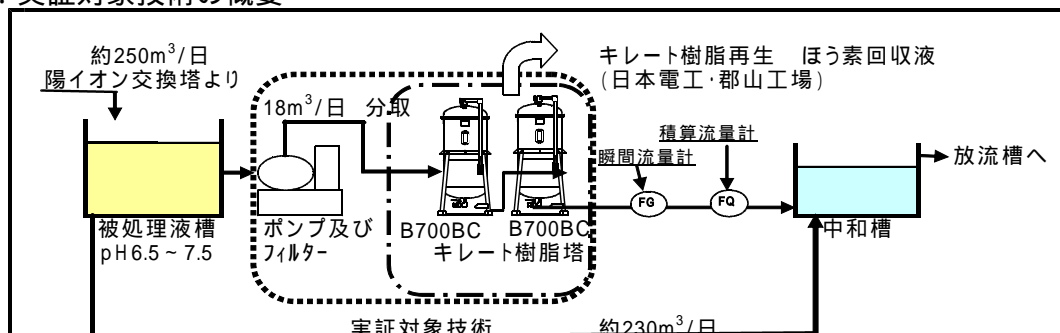
本 編

- 1 . 導入と背景
- 2 . 実証対象技術及び実証対象機器の概要
 - 2.1 実証対象技術の原理及びシステムの構成
 - 2.2 実証対象機器の仕様及び処理能力
- 3 . 実証試験場所の概要
 - 3.1 実証試験場所の名称、所在地、所有者等
 - 3.2 実証試験場所の事業状況
 - 3.3 現在の排水の状況
 - 3.4 実証対象機器の設置状況
- 4 . 実証試験の方法と実施状況
 - 4.1 実証試験全体の実施日程表
 - 4.2 監視項目
 - 4.3 水質実証項目の実証試験
 - 4.4 参考実証項目の実証試験
 - 4.5 環境負荷実証項目の実証試験
 - 4.6 運転及び維持管理実証項目
- 5 . 実証試験結果と検討
 - 5.1 監視項目
 - 5.2 水質実証項目
 - 5.3 参考実証項目
 - 5.4 環境負荷実証項目
 - 5.5 運転及び維持管理実証項目
- 6 . データの品質管理
- 7 . 異常事態への対応
 - 7.1 経緯
 - 7.2 異常事態の原因
 - 7.3 異常事態への対策
 - 7.4 対策の結果
- 8 . 品質管理システムの監査
- 9 . 付録
 - 9.1 クランプロガー測定結果
 - 9.2 現場写真
 - 9.3 二重測定結果
 - 9.4 内部監査の結果

全体概要
実証試験結果報告書 概要版フォーム

実証対象技術 / 環境技術開発者	B - クルパック / 日本電工株式会社
実証機関 (連携機関)	千葉県環境研究センター (財) 千葉県環境財団
試験実施期間	平成 17 年 9 月 14 日 ~ 平成 17 年 12 月 14 日
本技術の目的	排水中のほう素を汚泥を発生することなく排水基準以下に除去すること。

1. 実証対象技術の概要



原理

キレート樹脂塔に中和・SS 処理の済んだほう素含有排水をポンプで送水・通液し、ほう素をキレート樹脂(N-メチルグルカミン基を含むキレート樹脂)により排水中から選択的に吸着除去する。飽和したキレート樹脂は日本電工で樹脂の再生を行い、再生の際に溶離されるほう素は回収再利用する。

2. 実証試験の概要

実証試験実施場所の概要

事業の種類	めっき業 (対象技術)
事業規模	事業場面積 : 7941m ² 、操業時間 8:00 ~ 17:00 (土・日曜日は休業) めっき液に使用するほう酸量 : 約 27 ~ 32kg/日 事業場数と雇用者数 : 3 社、110 人
所在地	千葉県市川市千鳥町 11 番地
排水特性 (9月14日現在)	pH : 7.8 COD : 11 SS : <2 n-HEX : <2 F : 5.6 B : 26.6 Ni : 1.5 (単位 : mg/L (pH を除く))
試験期間中の排水量	事業所からの全排水量約 250 (m ³ / 日) のうち、18 (m ³ / 日) (= (2m ³ / 毎時)) で分取処理

実証対象機器の仕様及び処理能力

区分	項目	仕様及び処理能力
施設概要	型式	B-700BCBC 型 (2 塔直列仕様)
	サイズ	W:900mm × D:900mm × H:2,309mm (1 塔当たり)
	重量	1,200kg (運転重量) (1 塔当たり)
設計条件	時間流入水量	2m ³ /毎時
	流入水質	ほう素 20mg/L
	処理水質	ほう素 1mg/L 未満
	処理方式	キレート樹脂吸着方式
性能維持条件	水温	40 以下
	pH (流入水)	7 ~ 9

3. 実証試験結果

水質実証項目及び目標水質

項目	単位	目標水質	実証結果(下隣接値～上隣接値、中央値)		
			流入水	処理水	除去率(%以上)
ほう素	mg/L	10 以下	11.8 ~ 26.4、20.8	<0.1	99.2 ~ 99.6、99.5

$$\text{除去率(\%)} = \{1 - (\text{処理水のほう素濃度}/\text{流入水のほう素濃度})\} \times 100$$

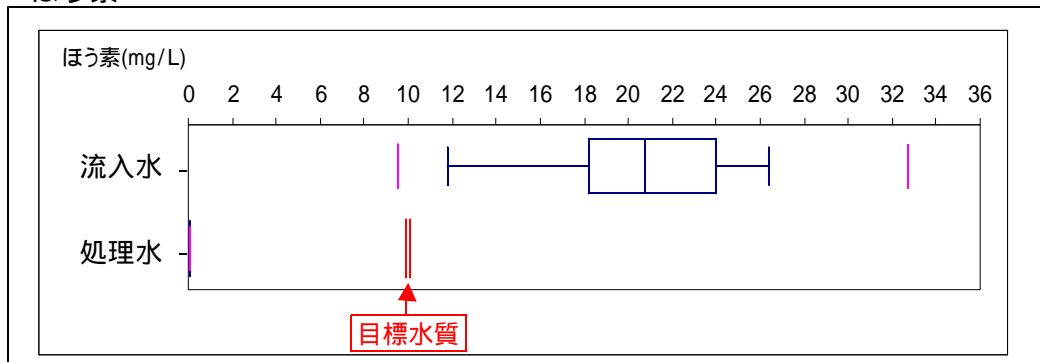
データ数：14

(参考実証項目)

項目	単位	実証結果(平均値)
平均ほう素回収率	%	101

データ数：B-クルパック 5 塔分の結果を基に算出

ほう素



(監視項目データ(流入水))

項目	単位	実証結果(下隣接値～上隣接値、中央値)
pH	-	7.50 ~ 7.80、7.60
BOD	mg/L	14 ~ 25、18
COD	mg/L	11 ~ 14、12
SS	mg/L	<2
n-ヘキサン抽出物質	mg/L	<2
Ni	mg/L	3.1 ~ 4.5、3.9
Cr	mg/L	<0.05
BF ₄ ⁻	mg/L	<0.2 ~ 1.0、<0.2

(注1) n-ヘキサン抽出物質：ノルマルヘキサン抽出物質

(注2) BF₄⁻：ほうふっ化物(ただし、遊離ほう素イオン量と化合ほう素イオン量の差から算出した)

$$\text{BF}_4^- = \{ \text{BF}_4 \text{ 分子量 (86.8046) } / \text{F 分子量 (18.9984)} \times 4 \} \times (\text{上記の差})$$

環境影響項目

項目	単位	実証結果
汚泥発生量	kg/日	汚泥の発生は認められなかった
廃棄物発生量	本 / 期間	ハックテストチューブ 47 本
騒音	dB	装置稼働時：71 装置停止時：69
におい		装置稼働時：臭気指数・臭気濃度 10 未満 周辺環境への影響なし


使用資源項目

項目	単位	実証結果
電力使用量	kWh	300.4 (稼働日数 46 日)
排水処理薬品等使用量	kg/日	薬品使用技術でないため実証せず

運転及び維持管理性能項目

管理項目	一回当たりの管理時間	管理頻度
日常点検 (通液量、エアータまりの有無、漏れの有無の確認)	5 分	1 回 / 日
処理水質の確認(ハックテスト)	5 分	1 回 / 日

定性的所見

項目	所見
水質所見	
立ち上げに要する期間	搬入開始から設置、通水試験まで約 2 時間。
運転停止に要する期間	ポンプのスイッチオフとバルブ操作に数分要した。
維持管理に必要な人員数	0.03 人/日
維持管理に必要な技能	特に専門知識及び経験を必要としない。
運転及び維持管理マニュアルの評価	改善を要する問題点は特になし。
実証対象機器の信頼性	特にトラブルなく稼働することを確認した。
トラブルからの復帰方法	特にトラブルはなかった。
その他	B-クルパック樹脂塔の交換：ホース付け替えはカプラーによるワンタッチ式、1 人で対応可能 所要時間：約 50 分 必要技能：特別な技能は必要としない。 交換回数：6 回(10 月 7 日～12 月 14 日)

(参考情報)

注意：このページに示された情報は、全て環境技術開発者が自らの責任において申請した内容であり、環境省及び実証機関は、内容に関して一切の責任を負いません。

製品データ

項目		環境技術開発者 記入欄					
名称		B-クルパック					
型式		B-700BCBC 型					
製造(販売)企業名		日本電工株式会社					
連絡先	TEL / FAX	TEL (03) 3546 - 9333 / FAX (03) 3546 - 9607					
	Web アドレス	http://www.nippondenko.co.jp					
	E-mail	e-system@nippondenko.co.jp					
サイズ・重量		サイズ：W 900mm × D900 mm × H2,309 mm 運転重量：1200kg/塔					
前処理、後処理の必要性		・前処理の必要性：めっき排水の場合、ほう素のみ選択的に除去するため、 中和、凝集沈殿処理がある場合は、必要無し。 中和、凝集沈殿設備が無い場合は、設置が必要。 ・後処理の必要性：中和処理が必要な場合がある。					
付帯設備		・ポンプの電源以外、特に無し。					
実証対象機器寿命		ほう素吸着塔は以外のため、考慮する必要なし。					
立ち上げ期間		設置後すぐに使用可能。					
コスト概算 * 本実証試験結果 1) 試験期間：3ヶ月間 2) 積算処理水量：1024m ³ 3) 平均処理水量：341m ³ /月 4) 700BC 塔再生本数 ：8塔/3ヶ月(2.7塔/月) 5) 流入水質(ほう素濃度) ：平均 21mg/L 6) 処理水質(ほう素濃度) ：0.1mg/L 未満 * 平均月間ほう酸回収量 ：36.7kg/月 * 電気使用量 ：300.4kWh/2ヶ月間		費目		単価(円)	数量	計(円)	
		イニシャルコスト					
		1) ND ミニフィルタ-BL 型		671,000	1 台	671,000	
		2) 接続用カプラ L 型		16,000	2 個	32,000	
		接続用カプラ I 型		14,700	3 個	44,100	
		3) 耐圧ホース 25 mm		22,700	50m/1 巻	22,700	
		4) フィルターカートリッジ		4,400	4 本	17,600	
		5) フード弁		10,000	1 個	10,000	
		6) 据付、試運転立会費		50,000	1 日	50,000	
		合計				847,400	
		ランニングコスト(月間)					
		1) 700BCBC 型基本料金		157,000	1 系列/月	157,000	
		2) 700BC 塔再生料金		180,600	2.7 塔/月	487,620	
		3) 電力料金		9.75	150.2kWh/月	1,460	
		4) 運賃		10,000	2.7 塔/月	27,000	
合計				673,180			
処理水量 1m ³ あたり		1,974 円	341m ³ /月				

その他メーカーからの情報(今回の試験の場合)

・本処理技術では、原水中 B(ほう素)濃度 20mg/L をキレート樹脂にて吸着除去するため、処理水中のほう素濃度は 0.1mg/L 以下まで除去されます。排水規制が B:10mg/L 以下とした場合、原水の約 1/2 程度の処理をし、放流すれば、排水基準の B:10mg/L 以下を遵守することが可能です。
従って、処理水量の約 2 倍弱の 650m³/月程度の処理が可能であり、この場合の処理単価は、上記@ 1,974 円/m³ に対し@ 1,036 円/m³ となります。

- 目 次 -

- 1 . 導入と背景
- 2 . 実証対象技術及び実証対象機器の概要
 - 2.1 実証対象技術の原理及びシステムの構成
 - 2.2 実証対象機器の仕様及び処理能力
- 3 . 実証試験場所の概要
 - 3.1 実証試験場所の名称、所在地、所有者等
 - 3.2 実証試験場所の事業状況
 - 3.3 現在の排水の状況
 - 3.4 実証対象機器の設置状況
- 4 . 実証試験の方法と実施状況
 - 4.1 実証試験全体の実施日程表
 - 4.2 監視項目
 - 4.3 水質目標
 - 4.4 水質実証項目の実証試験
 - 4.5 参考実証項目の実証試験
 - 4.6 環境負荷実証項目の実証試験
 - 4.7 運転及び維持管理実証項目
- 5 . 実証試験結果と検討
 - 5.1 監視項目
 - 5.2 水質実証項目
 - 5.3 参考実証項目
 - 5.4 環境負荷実証項目
 - 5.5 運転及び維持管理実証項目
- 6 . データの品質管理
- 7 . 異常事態への対応
 - 7.1 経緯
 - 7.2 異常事態の原因
 - 7.3 異常事態への対策
 - 7.4 対策の結果
- 8 . 品質管理システムの監査
- 9 . 付録
 - 9.1 クランプロガー測定結果
 - 9.2 現場写真
 - 9.3 二重測定結果
 - 9.4 内部監査の結果

1. 導入と背景

環境技術実証モデル事業は、既に適用が可能な段階にありながら、環境保全効果等について客観的な評価が行われていないために、普及が進んでいない先進的環境技術について、その環境保全効果等を第三者機関が客観的に実証する事業を試行的に実施することにより、環境技術実証の手法・体制の確立を図るとともに、環境技術の普及を促進し、環境保全と環境産業の発展に資することを目的として実施される。

本実証試験は、平成17年3月29日 環境省環境管理局水環境部が策定した「非金属元素排水処理技術（ほう素等排水処理技術）実証試験要領」に基づいて選定された実証対象技術について、同実証試験要領に準拠して実証試験を実施することで、以下に示す環境保全効果等を客観的に実証するものである。

（実証項目）

環境技術開発者が定める技術仕様の範囲内での、実際の使用状況下における環境保全効果

運転に必要なエネルギー、物資及びコスト

適正な運用が可能になるための運転環境

運転及び維持管理にかかる労力

本報告書は、その結果をとりまとめたものである。

2. 実証対象技術及び実証対象機器の概要

2.1 実証対象技術の原理及びシステムの構成

この技術は、ほう素を選択的に吸着除去するキレート樹脂を充填した樹脂塔にほう素を含有した排水を通液させることにより排水中のほう素を除去するものである。さらに、ほう素で飽和したほう素回収イオン交換塔は日本電気株式会社郡山工場のイオン交換樹脂再生工場に運搬し、硫酸溶液によるキレート樹脂の再生とほう素の回収を行う。ほう素はほう酸として回収され、合金鉄の原料として再利用されている。

実証対象技術のフローシートを図2 - 1に示した。

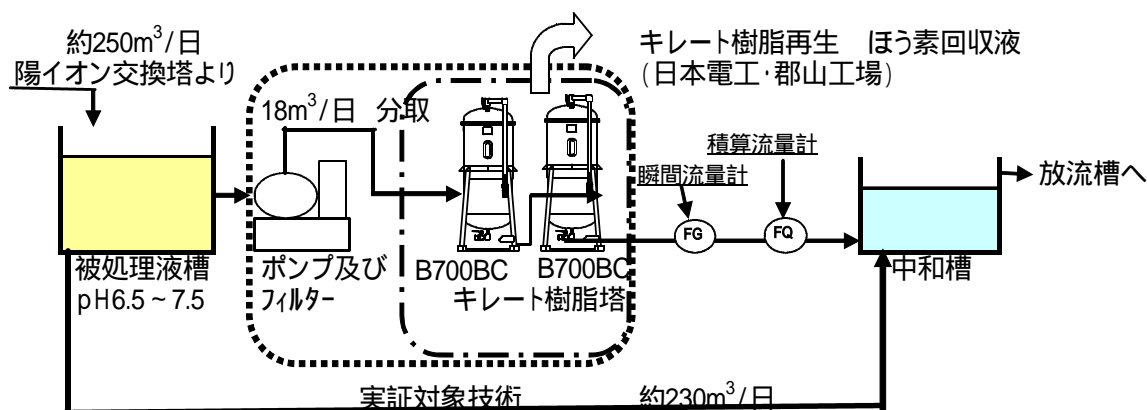


図2 - 1 実証対象技術のフローシート

2.2 実証対象機器の仕様及び処理能力

実証対象機器の仕様及び処理能力を表2 - 1に示した。

表2 - 1 実証対象機器の仕様及び処理能力

区分	仕様及び処理能力等	
施設概要	名称及び開発者 型式 サイズ(mm) 重量(kg)	B - クルパック・日本電工株式会社 B - 700BCBC型(2塔直列仕様) W:900 × D:900 × H:2,309 1,200 (運転重量)
設計条件	対象 日処理水量(m ³ /日) 処理時間(時間) 時間処理水量(m ³ /毎時) 流入水質(mg/L) 処理水質(mg/L) 処理方式	めっき排水 18 9 2 20 (ほう素濃度) <1 (ほう素濃度) キレート樹脂吸着方式(N-メチルグルカミン基を有するキレート樹脂)
設計計算	ほう素吸着量(g/L-R) 樹脂塔吸着量(kg/塔) 処理水量(m ³ /月) 流入水ほう素濃度(mg/L) 月間必要塔本数(塔)	4.5g/L-R (事前の実験から) $4.5\text{g/L} \times 600\text{L} \div 1000 = 2.7\text{kg/塔}$ $2\text{m}^3/\text{hr} \times 9\text{hr} \times 22\text{日/月} = 396\text{m}^3/\text{月}$ $20\text{mg/L} \times 1\text{月ほう素量(絶対量)} : 20\text{mg/L} \times 396\text{m}^3/\text{月} \div 1000 = 7.92\text{kg/月}$ $7.92\text{kg} \div 2.7\text{kg/塔} = 2.93\text{塔/月}$
主要機器	イオン交換塔 フィルター 送液ポンプ	B - 700BC 2式 NDミニフィルターBL型 1台 25mm、2.0m ³ /hr、0.75kWh、1台
使用薬剤		なし

3. 実証試験場所の概要

3.1 実証試験実施場所の名称、所在地、所有者等

実証試験実施場所の名称、所在地、所有者等は、表3 - 1に示すとおりである。

表3 - 1 実証試験実施場所の名称、所在地、所有者等

名称	市川表面処理協同組合
所在地	千葉県市川市千鳥町11番地
所有者	市川表面処理協同組合

3.2 実証試験実施場所の事業状況

実証試験実施場所の事業状況は表3 - 2に示すとおりである。

表3 - 2 実証試験実施場所の事業状況

事業の種類	めっき業
規模	事業場面積：7,941m ² 、延べ床面積：3989m ² めっき槽容量：電気ニッケルめっき槽 17.64m ³ シアン系めっき槽 18.955m ³ 無電解ニッケルめっき槽 1.81m ³ 操業時間：8:00 ~ 17:00 (土、日曜日は休日) めっき液に使用するほう酸量：約27 ~ 32kg/日
雇用者数	3社合計110人

3.3 現在の排水の状況

実証試験実施場所からの排水の流量及び水質について事業所による自主分析結果は、表3-3に示すとおりである。

表3-3 実証試験場所からの排水の流量及び水質

流量	250m ³ /日	
水質 (採水場所：放流槽) 単位:mg/L	p H	: 7.1 ~ 8.2(n=65)
	COD	: 9.1 ~ 17.0(n=51)
	SS	: <3(n=12)
	ルルル抽出物質	: 油膜なし(n=16)
	Cr	: 不検出(n=23)
	Cr ⁶⁺	: 不検出(n=23)
	Cu	: 不検出(n=16)
	Zn	: 不検出(n=16)
	Cd	: 不検出(n=16)
	Pb	: 不検出(n=16)
	T-N	: 10.0 ~ 52.3(n=47)
	T-P	: 0.3 ~ 5.2(n=47)
	F	: 6.0 ~ 7.6(n=3)
	B	: 27 ~ 40(n=3)
	CN	: 不検出(n=66)

上記自主分析結果は、放流水を対象としたものである。電気ニッケルめっきの排水がたどる各処理工程毎にニッケル、ほう素について事前調査を行い、その結果を表3-4に示した。各処理工程は図3-2に表3-4と同じ番号で示した。

表3-4 処理工程毎のニッケル、ほう素濃度

(事前調査・9月12日13:30~14:00)

(単位:mg/L)

採水場所	B	Ni
1. ニッケル系排水槽	100	240
2. ニッケル系排水槽ろ液水槽	76	280
3. 陽イオン交換pH調整槽入口	100	0.35
4. 明替系排水脱水濾液槽pH調整槽入口	20	0.87
5. 酸・アルカリ排水槽pH調整槽入口	8	8.2
6. pH調整槽	28	7.1
7. 酸化槽	29	10
8. 水位調整槽	28	10
9. シックナー流出水	27	11
10. 着水槽	27	9.1
11. 着水槽砂ろ過ろ液水槽	25	4.4
12. 被処理液水槽	20	2.4
13. 中和槽出口	20	2.3
14. 放流槽	20	2.3

3.4 実証対象機器の設置状況

実証対象機器の設置状況(平面図)は図3-1のとおりである。

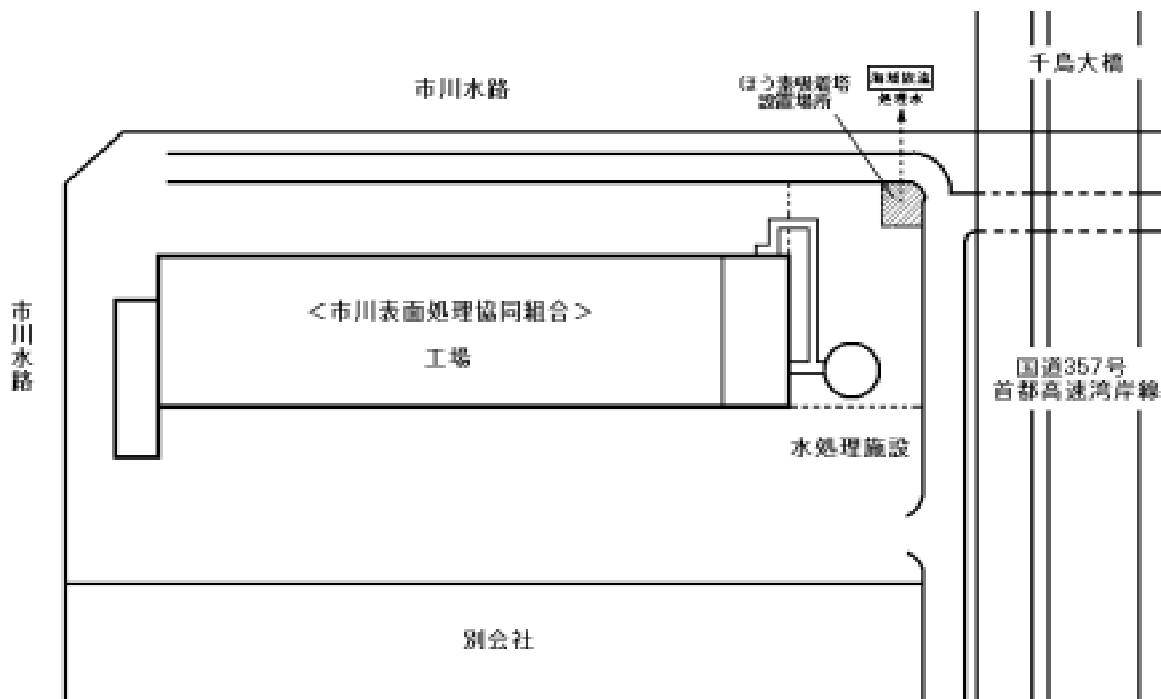


図3 - 1 実証対象機器の設置状況（平面図）

実証試験場所の排水処理フローと実証対象機器の設置状況について図3 - 2に示した。本実証試験では図中 1の被処理液槽から処理をする流入水を取水し、実証対象技術であるB - クルパックに送水してほう素を除去処理する。その際、全量进行处理するのではなく、全排水量 $250\text{ m}^3/\text{日}$ の内 $18\text{ m}^3/\text{日}$ を処理する。その処理水は2でB - クルパックに接続された耐圧ホースにより中和槽に放流される。

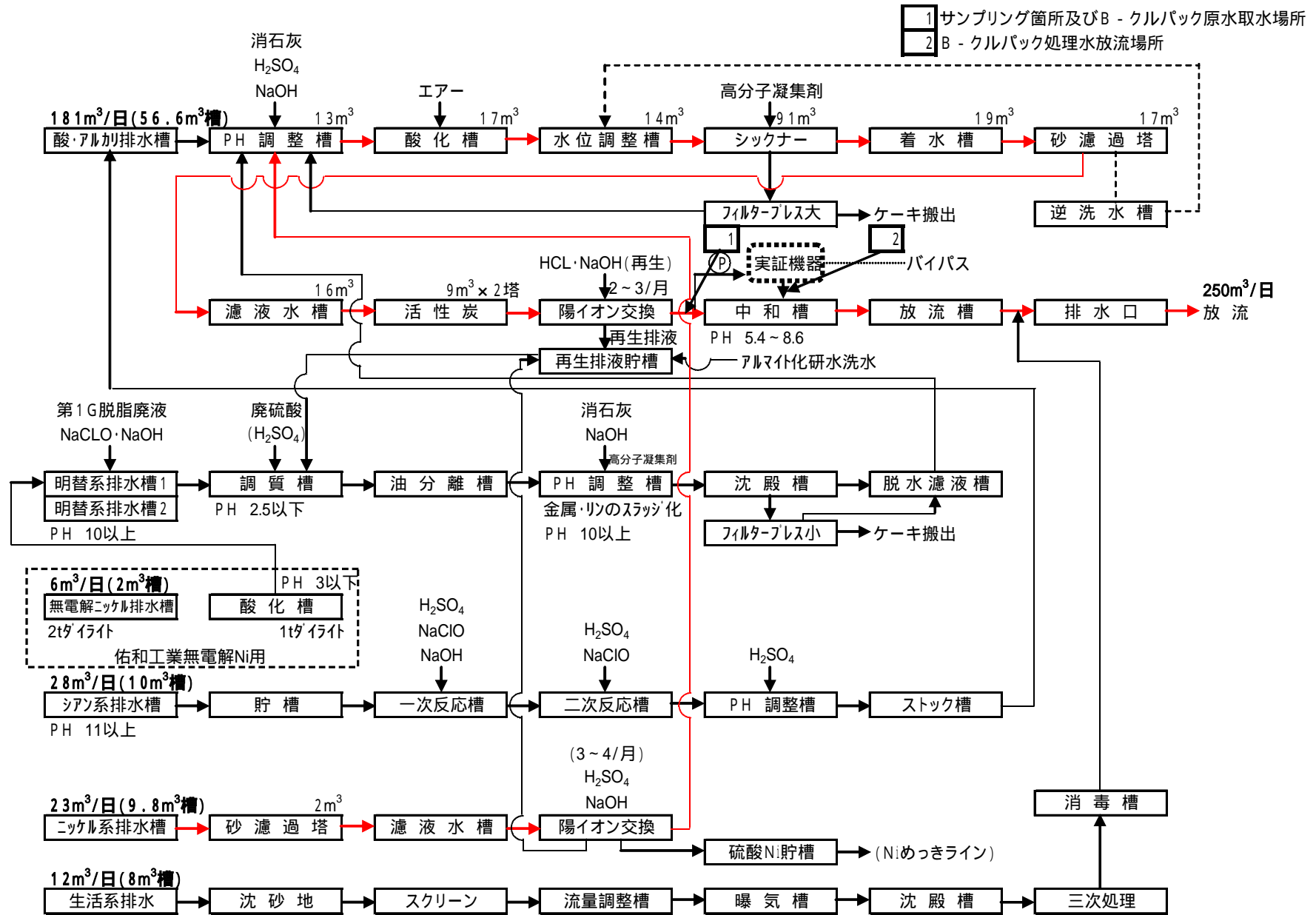


図3 - 2 市川表面処理協同組合排水処理フロー図と実証対象機器

4. 実証試験の方法と実施状況

4.1 実証試験全体の実施日程表

試験期間は、平成17年9月14日～12月14日とした。
 実証試験スケジュールを表4-1に示した。

表4-1 実証実験スケジュール

9月		10月		11月		12月		
1	木	1	土	1	火 定期	1	木	
2	金	2	日	2	水	2	金	
3	土	3	月	3	木	3	土	
4	日	4	火	4	金	4	日	
5	月	5	水 定期	5	土	5	月	
6	火	6	木	6	日	6	火	
7	水	7	金	7	月	7	水 定期	
8	木	8	土	8	火	8	木	
9	金	9	日	9	水 定期	9	金	
10	土	10	月	10	木	10	土	
11	日	11	火	11	金	11	日	
12	月	12	水 定期	12	土	12	月	
13	火	13	木	13	日	13	火	
14	水 試験開始・定期	14	金	14	月	↑	14	水 定期
15	木	15	土	15	火	↓	15	木
16	金	16	日	16	水 定期・週間・日間		16	金
17	土	17	月	17	木		17	土
18	日	18	火	18	金		18	日
19	月	19	水 定期	19	土		19	月
20	火	20	木	20	日		20	火
21	水 定期	21	金	21	月		21	水
22	木	22	土	22	火		22	木
23	金	23	日	23	水		23	金
24	土	24	月	24	木 定期		24	土
25	日	25	火	25	金		25	日
26	月	26	水 定期	26	土		26	月
27	火	27	木	27	日		27	火
28	水 定期	28	金	28	月		28	水
29	木	29	土	29	火		29	木
30	金	30	日	30	水 定期		30	金
		31	月				31	土

4.2 監視項目

(1) 監視項目

実証機器への流入水及び処理水についての監視項目は、それぞれ以下に示すとおりである。

流入水

pH、BOD、COD、SS、n-ヘキサン抽出物質、ニッケル、クロム、ほうふっ化物、流入水流量は処理水流量をもって流入水流量とした。

処理水

pH、BOD、COD、SS、n-ヘキサン抽出物質、ニッケル、クロム、ほうふっ化物、処理水流量

(2) 流量の監視地点、監視方法と監視装置、監視スケジュール

流量については、実証試験を実施するためにポンプにより陽イオン交換工程後の被処理液槽から排水の一部を樹脂塔に送液し、ほう素を処理した後、処理水を中和槽に戻すが、樹脂塔出口と中和槽の間に瞬時流量計と積算流量計を設置して処理水量を測定した。

また、実証試験結果に直接用いるデータではないが、図3-2のニッケル系排水槽のポンプにクランプロガーを設置しニッケル系排水の処理施設内における時間変動を監視した。

定期水質試験及び週間水質試験の測定

<方法>処理水量を積算流量計の指示値から装置の始動前と停止後の値を読み取って当該測定日の処理水量を求めた。

日間水質試験の測定

<方法>上記積算流量計及び瞬時流量計において30分毎に流量計の値を読み取り、記録した。1時間毎の処理水量は積算流量計の1時間毎の差を求めた。

(3) 水質監視項目の監視地点、監視方法と監視装置、監視スケジュール

監視地点と監視スケジュールは後述する水質実証項目と同じである。また、監視方法と監視装置等については水質実証項目と合わせて4.4(3)分析方法及び分析スケジュール、4.4(4)校正方法及び校正スケジュールに示した。

4.3 水質目標

本実証試験における処理水質目標は、ほう素での河川放流の恒久基準である10mg/L以下とした。水質目標を設定する位置は、陽イオン交換工程後の被処理液槽から排水の一部を実証対象機器の樹脂塔に送液し、ほう素を処理した後、処理水を既存の中和槽に耐圧ホースを介して合流させるが、その耐圧ホースの出口におけるほう素濃度とした。

4.4 水質実証項目の実証試験

(1) 水質実証項目

水質実証項目は以下のとおりとした。

[水質実証項目]

水質実証項目	処理水のほう素濃度
	ほう素除去率

ほう素除去率は次の式によって求めるものとした。

$$\text{ほう素除去率(\%)} = \{1 - (\text{処理水のほう素濃度} / \text{実証機器への流入水のほう素濃度})\} \times 100$$

(2) 試料採取

試料の採取に当たっては、流入水及び処理水について、以下の要領で行った。

試料採取方法

a) 流入水

[採取場所] 被処理液槽

[採取方法] 人力による採取器具を使った方法

[採取器具] ステンレス製バケツ

[採取量] 4リットル

b) 処理水

[採取場所] 処理水を中和槽に合流させるホース出口

[採取方法] 人力による採水器具を使った方法

[採取器具] ステンレス製バケツ
[採取量] 4 リットル

採取スケジュール

採取スケジュールは、実証対象機器の性能評価を適切に行うため、流入水水質及び処理水質について、日間変動の調査（日間水質試験）及び週間変動の調査（週間水質試験）を行うとともに、全試験期間にわたる総合的な処理性能の調査（定期試験）を合わせて行った。

a) 定期試験

[採取期間] 定期的に 10 回（1 週間毎に 1 回）
[採取間隔] 1 日 3 回のコンポジット
n-ヘキサン抽出物質用試料は 13:00 の単独試料で代表させた。
[採取時刻] 原則として 10:00、13:00、16:00

b) 日間水質試験

[採取期間] 連続した 9 時間(8:00 ~ 17:00 まで)
[採取間隔] 1 時間毎 (9 回)
[採取時刻] 毎正時

c) 週間水質試験

[採取期間] 連続した 5 日間
[採取間隔] 1 日 3 回のコンポジット
n-ヘキサン抽出物質用試料は 13:00 の単独試料で代表させた。
[採取時刻] 原則として 10:00、13:00、16:00

採取頻度

定期試験、日間水質試験及び週間水質試験における試料の採取頻度は、以下のとおりとした。

a) 定期試験

定期試験は、試験期間中定期的に 10 回実施し、日程は以下のとおりとした。

[第 1 回目] 平成 17 年 10 月 12 日
[第 2 回目] 平成 17 年 10 月 19 日
[第 3 回目] 平成 17 年 10 月 26 日
[第 4 回目] 平成 17 年 11 月 1 日
[第 5 回目] 平成 17 年 11 月 9 日
[第 6 回目] 平成 17 年 11 月 16 日 1
[第 7 回目] 平成 17 年 11 月 24 日
[第 8 回目] 平成 17 年 11 月 30 日
[第 9 回目] 平成 17 年 12 月 7 日
[第 10 回目] 平成 17 年 12 月 14 日

b) 日間水質試験

日間水質試験は以下の日程のとおりとした。
平成 17 年 11 月 16 日

c) 週間水質試験

週間水質試験は以下の日程のとおりとした。

平成17年11月14日～平成17年11月18日

- 11月16日の測定は、日間水質試験時の定期試験採取時刻と同一時刻(10:00、13:00、16:00)の各々の測定値の算術平均値を定期試験結果及び週間試験結果とした。

試料の保存

採取した試料は、以下の要領で保存した。

a) 定期試験における採取試料

定期試験における試料は、採取後冷媒の入ったクーラーボックスで保存し分析機関に移送した。

日間水質試験における n-ヘキサン抽出物質用試料は 13:00 に採取するものを単独試料として保存した。

[試料保存用容器] 測定日毎、n-ヘキサン抽出物質とその他の項目の2種類準備する。

[分取器具] 漏斗

[試料の調整・保存方法]

() 採取直後

試料は、冷媒の入ったクーラーボックスで冷却保存した。n-ヘキサン抽出物質用試料はメチルオレンジと塩酸(1 + 1)を用いて pH4 以下にして密栓した後クーラーボックスで冷保存した。

() 実証試験実施場所から分析機関までの移送の間

試料は、採取直後の状態で分析機関まで車両(自動車)により移送した。

() 分析機関

搬入した試料は、採取場所毎にメスシリンダーを用いて3つの試料から同量をそれぞれ量り取り、試料保存用容器へ充填して混合試料を調整した。この混合試料は n-ヘキサン抽出物質以外の項目の分析に使用した。試料保存容器に充填した試料は、分析作業が行われるまでの間、冷蔵庫にて保存した。

n-ヘキサン抽出物質用試料は分析作業が行われるまでの間、冷蔵庫にて保存した。

b) 日間水質試験における採取試料

日間試験における試料は、採取後冷媒の入ったクーラーボックスで保存し分析機関に移送した。

[試料保存用容器] 採取毎、n-ヘキサン抽出物質とその他の項目の2種類準備した。

[分取器具] 漏斗

[試料の保存方法]

() 採取直後

試料は、冷媒の入ったクーラーボックスで冷却保存した。n-ヘキサン抽出物質用試料はメチルオレンジと塩酸(1 + 1)を用いて pH4 以下にして密栓した後クーラーボックスで冷保存した。

() 実証試験実施場所から分析機関までの移送の間

試料保存用容器に充填した試料は、採取直後の状態で分析機関まで車両(自動車)により移送した。

() 分析機関

試料保存用容器に充填した試料は、分析作業が行われるまでの間、冷蔵庫にて保存した。

c) 週間水質試験における採取試料

週間試験における試料は、採取後冷媒の入ったクーラーボックスで保存し分析機関に移送した。

週間水質試験における n-ヘキサン抽出物質用試料は 13:00 に採取するものを単独試料として保存した。

[試料保存用容器] 採取毎、n-ヘキサン抽出物質とその他の項目の 2 種類準備した。

[分取器具] 漏斗

[試料の保存方法]

() 採取直後

試料は、冷媒の入ったクーラーボックスで冷却保存した。n-ヘキサン抽出物質用試料はメチルオレンジと塩酸(1 + 1)を用いて pH4 以下にして密栓した後クーラーボックスで冷保存した。

() 実証試験実施場所から分析機関までの移送の間

試料保存用容器に充填した試料は、採取直後の状態で分析機関まで車両(自動車)により移送した。

() 分析機関

搬入した試料は、採取場所毎にメスシリンダーを用いて 3 つの試料から同量をそれぞれ量り取り、試料保存用容器へ充填して混合試料を調整する。この混合試料は n-ヘキサン抽出物質以外の項目の分析に使用した。試料保存容器に充填した試料は、分析作業が行われるまでの間、冷蔵庫にて保存した。

n-ヘキサン抽出物質用試料は分析作業が行われるまでの間、冷蔵庫にて保存した。

(3) 分析方法及び分析スケジュール

[分析方法]

分析項目	分析方法
p H	JIS K 0102 12.1 ガラス電極法
BOD	JIS K 0102 21 及び JIS K 0102 32.3 隔膜電極法
COD	JIS K 0102 17 過マンガン酸カリウム酸性法
SS	昭和 46 年環境庁告示第 59 号 付表 8 る過重量法
ノルマルヘキサン抽出物質	昭和 49 年環境庁告示第 64 号 付表 4 抽出分離重量法
Ni	JIS K 0102 59.3 ICP 発光分光分析法
Cr	JIS K 0102 65.1.4 ICP 発光分光分析法
B	JIS K 0102 47.3 ICP 発光分光分析法
ほうふっ化物	F K 0102 34.1 吸光光度法で全ふっ素を測定し、告示 59 号付表 6 イオンクロマトグラフ法でふっ素イオンを測定。 全ふっ素 - ふっ素イオン = ほうふっ化物イオンのふっ素量として換算 $BF_4^- = (BF_4 \text{ 式量 } (86.8046) / F \text{ 原子量 } (18.9984) \times 4) \times (\text{ 上記の差 })$

[分析スケジュール]

分析項目	分析スケジュール
p H	採取後直ちに測定
BOD	採取当日もしくは翌日に分析開始
COD	採取当日もしくは翌日に分析
SS	採取当日もしくは翌日に分析
ノルマルヘキサン抽出物質	採取時に酸固定、採取当日もしくは翌日に分析
Ni	採取当日もしくは翌日に分析開始
Cr	採取当日もしくは翌日に分析開始
B	採取当日もしくは翌日に分析開始
ほうふっ化物	採取当日もしくは翌日に分析開始

(4) 校正方法及び校正スケジュール

[校正方法及びスケジュール]

機器	校正方法	校正スケジュール
p Hメータ	JCSS 付標準溶液にて、ゼロ(pH7)・スパン(pH4or9)校正 計量法に係る検定・検査の実施	毎測定開始時 各部位毎に検定検査実施
DOメーター	亜硫酸ナトリウム溶液によるゼロ合わせ後、酸素飽和蒸留水にてスパン校正	毎測定開始時(1日連続作業の場合午前午後実施)
直示天秤	標準分銅による指示値確認 機器指示値ゼロ合わせ その他	1回/6ヶ月 毎測定開始時 1回/年メーカー校正
ICP発光分光分析装置	測定開始時に装置備え付けの波長校正を実施 標準原液から混合標準溶液を調製し濃度と応答値の関係から検量線を作成 その他	毎測定開始時 毎測定開始時 1回/年メーカーメンテナンス実施
吸光光度計	JCSS 付標準原液から混合標準溶液を調製し発色させ、その標準液の濃度と吸光度の関係から検量線を作成 ベースラインの安定及び波長測定精度を確認する その他	毎測定開始時 1回/月実施 1回/年メーカーメンテナンス実施
イオンクロマトグラフ	JCSS 付標準原液から混合標準溶液を調製し濃度と応答値の関係から検量線を作成 その他	毎測定開始時 1回/年メーカーメンテナンス実施

4.5 参考実証項目の実証試験

(1) 参考実証項目

参考実証項目を以下に示す。

[参考実証項目]

参考実証項目	ほう素回収率
--------	--------

ほう素回収率は、次式によるものとした。

ほう素回収率(%) = (回収ほう素量 / 吸着ほう素量) × 100

回収ほう素量 = (溶出可能ほう素量 - 実ライン残存ほう素量)

吸着ほう素量 = { (流入水濃度* - 処理水濃度*) × 1000 × 樹脂塔処理期間
処理水量 }

* : 流入水濃度、処理水濃度には定期試験、週間試験のデータを平均して用いた。

溶出可能ほう素量 : 各樹脂塔の樹脂に吸着していたほう素を溶出させたほう素量。

実ライン残存ほう素量 : 日本電工株式会社郡山工場の樹脂再生実ラインにおいて樹脂を再生した時に、各樹脂塔の樹脂に残存しているほう素量。

吸着ほう素量 : 各樹脂塔の処理期間に対応した B - クルパック樹脂塔の入口、出口の濃度差と処理水量から計算される吸着処理ほう素量。

溶出可能ほう素量は、日本電工株式会社郡山工場にて搬入された B - クルパック樹脂塔を水で逆洗混合した後、上、中、下部より樹脂を抜き取り等量を合わせて 1 試料とし、樹脂に吸着しているほう素を溶出させた。

実ライン残存ほう素量は、上記サンプリング後、残りの樹脂を B - クルパック機体に再度充填し、実ラインの再生工程にて再生後、樹脂を抜き取り樹脂に残留しているほう素を溶出させた。

これらの作業は実証機関の立ち会いの下に行い、得られた溶出液は千葉県環境財団に搬入し分析を行った。

(2) 試料採取及び溶出液の調製

吸着済み樹脂及び再生済み樹脂の試料採取及び溶出液の調製については、以下の要領で行った。

試料採取方法

a) 吸着済み樹脂

吸着済み樹脂については、日本電工株式会社郡山工場に搬入された B - クルパックを水で逆洗混合した後、樹脂を B - クルパック機体から取り出し、上、中、下部から樹脂を抜き取り等量を合わせて、試料とした。

b) 再生済み樹脂

再生済み樹脂については、吸着済み樹脂を採取した後再び B - クルパック機体に樹脂を充填して再生作業を行った。樹脂の再生を行った後、吸着済み樹脂と同様にして試料採取を行った。

樹脂の採取スケジュール

実証試験場所に設置した B - クルパックがほう素で飽和したものを日本電工株式会社郡山工場に送って再生するが、飽和する時期はあらかじめ決めることはできず、本実証試験では B - クルパック第 1 塔の出口のほう素濃度を、パックテストにより測定し 5 mg / L を超えた時点で第 1 塔が飽和したこととした。従って、あらかじめスケジュールを決めることは困難であるが、実証試験期間に再生する全塔数について実証機関が立ち会いの下で日本電工株式会社郡山工場において樹脂の採取を行った。

樹脂からの溶出試験

溶出試験は に述べた吸着済み樹脂と再生済み樹脂をカラムに詰めて、それぞれ一定濃度の硫酸溶液を一定時間で一定容量流下させて行った。