

**長期連続試験によるリン除去型浄化槽好気槽試料の鉄形態解析****Long term analysis of iron form in aerobic tank of small scale wastewater treatment plants for phosphorus removal**

見島 伊織<sup>a</sup>, 太田和宏<sup>b</sup>, 中島淳<sup>b</sup>  
Iori Mishima<sup>a</sup>, Kazuhiro Ohta<sup>b</sup>, Jun Nakajima<sup>b</sup>

<sup>a</sup> 埼玉県環境科学国際センター, <sup>b</sup> 立命館大学理工学部

<sup>a</sup> Center for Environmental Science in Saitama, <sup>b</sup> Department of Science and Engineering, Ritsumeikan University,

リン除去を目的として使用される鉄電解法を組み込んだ小規模分散型の浄化槽においては、好気槽や嫌気槽があることから槽内の鉄形態は多岐にわたっていると考えられる。リン除去の解析のためにはこうした各槽の鉄形態解析が有効となり得る。そこで、今回は、実際のリン除去型浄化槽を長期的に調査し、好気槽汚泥の XAFS スペクトルを測定し、その変化について考察した。

The iron electrolysis method has been installed in small scale wastewater treatment plants for phosphorus removal. The plants have anaerobic and aerobic tanks, so chemical conditions of iron would be various in it. Therefore, it is important to get the information of chemical iron state for evaluation of the phosphorus removal. The XAFS spectra of produced sludge sample obtained from aerobic tank was analyzed for a long term in this study.

**Keywords:** Fe K-XANES, iron electrolysis, phosphorus removal

**背景と研究目的:** 既存のリン除去型浄化槽に採用されている鉄電解法とは、浄化槽内に設置した鉄電極に通電し、電極より溶出した鉄イオンと水中のリン酸イオンを反応させ不溶化することで水中のリン酸イオンを除去する方法である。化学凝集によってリンを除去できるが、工学的な視点から実際の排水処理装置としてのリン除去の安定化が今後の課題とされている。Fe は 2 価や 3 価の状態を取り、リンとの結びつきにも変化が生じるため、リン除去の解析のためには Fe の形態解析が有効となる。筆者らは、XAFS (X-ray absorption fine structure) 測定による Fe 形態解析を用い、リン除去機構を明らかにすることで、本浄化槽におけるリン除去の安定化に寄与する情報を整理することを最終目的としている。

本浄化槽においては、大きく分けて好気槽 1 槽、嫌気槽 2 槽の合計 3 つの槽がある。好気槽で常時曝気および鉄電解が行われており、好気槽から嫌気槽へ流入水量に対して数倍の循環をしている。こうしたことから槽内の Fe 形態は多岐にわたっている。今回は、実際のリン除去型浄化槽の Fe 形態の変動特性を長期に渡って考察することを目的とし、同浄化槽を長期的に調査し、好気槽汚泥の XAFS スペクトルの変化について考察した。

**実験方法:** リン除去型浄化槽 3 基における好気槽蓄積試料を 2015 年 5 月から 2016 年 2 月までの間、月に 1 回の頻度で採取した (試料 A~J)。直ちに、凍結乾燥を施した上でデシケーター内に保存した。別途行った ICP-AES を用いた化学分析からは、試料中に Fe を平均 162mg/g、最大 714mg/g 含有していた。今回は、これらの調査試料の Fe の XAFS 測定を行うこととした。

立命館大学 SR センター BL-3 において透過法にて調査試料の XAFS 測定を行った。信頼性のあるスペクトルを得るため、各試料につき 3 回以上の測定を行い、スペクトルを加算、平均することに努めた。別途、標準物質として、FeCO<sub>3</sub>、Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>、 $\alpha$ -FeOOH、 $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、FePO<sub>4</sub> のスペクトルも測定した。なお、試料、標準物質ともに窒化ホウ素と混合し、錠剤成形したものを XAFS 測定に供している。

得られたスペクトルを 7300eV で規格化し、試料のスペクトルとパターンフィッティングすることで試料中の Fe 形態を推定した。スペクトルの処理およびパターンフィッティングには XAFS 解析ソフトウェア REX2000 ((株) リガク) を使用した。

**結果および考察：** 標準物質および試料の XAFS スペクトルは図 1 に示したとおりである。いずれも 7110~7120eV 付近に吸収端があり、強度の急激な上昇がみられた。標準物質のスペクトルは固有の特徴が見受けられ、たとえば FePO<sub>4</sub> では吸収端付近とジャンプ後の右肩のスペクトルに特徴があった。一方で、試料のスペクトルは標準物質のように大きな差異は観察されず、概ね α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> や FePO<sub>4</sub> に近い形状であった。

試料中の Fe 形態の割合を、FeCO<sub>3</sub>、Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>、α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、FePO<sub>4</sub> のスペクトルからパターンフィッティングして求めると図 2 のとおりとなった。このときの R (%) は最小で 0.014、最大で 0.059 となり、既存の報告りの R と比べて低く、信頼性のあるフィッティングができた。試料によってばらつきはあるものの、FePO<sub>4</sub> の割合が概ね最も高く、FeCO<sub>3</sub> の割合は少なかった。

浄化槽の調査期間中は、試料 E、F、G を採取した期間において、ややリン除去効果が低下したものの、全体として概ね良好なリン除去が進行していた。すべての試料において FePO<sub>4</sub> の存在が推察されたことは、リン除去が良好であったことと整合していた。このように、これまで不明であったリン除去型浄化槽の好気槽内のスペクトルの長期間の変化について情報を得ることができた。

**今後の課題：** 今後、今回は対象としなかった浄化槽の嫌気槽試料の XAFS 測定を行い、パターンフィッティングなどの解析を行う予定である。ただし、嫌気槽汚泥は、好気槽汚泥よりも還元性であるので、前処理段階で酸化を防ぐための適切な前処理方法を検討することも必要である。

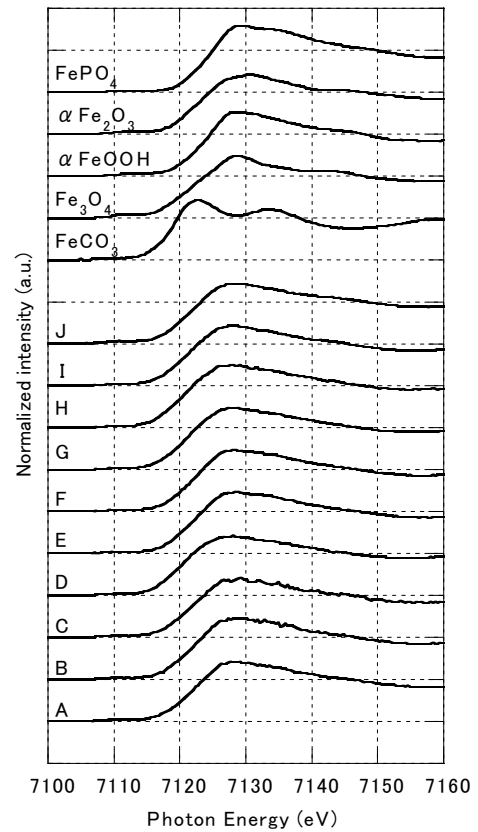


図 1 標準物質および試料の XAFS スペクトル

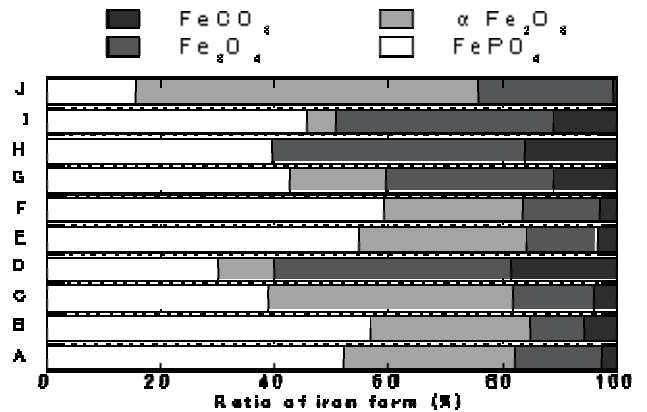


図 2 試料中の鉄形態の割合

**参考文献**

1) Mishima et al., Analysis of the chemical form of iron in water pipes using XAFS measurements, WST; WS, 2016

**論文・学会等発表 (予定)**

[1]Mishima et al., International IWA conference on sustainable solutions for small water and wastewater treatment systems, 2017.  
 [2]見島伊織ほか, 第 52 回日本水環境学会年会, 2018