

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5365422号  
(P5365422)

(45) 発行日 平成25年12月11日(2013.12.11)

(24) 登録日 平成25年9月20日(2013.9.20)

(51) Int.Cl.		F 1	
<b>C O 2 F</b>	<b>1/52</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 2 F 1/52 G
<b>B O 1 D</b>	<b>21/01</b>	<b>(2006.01)</b>	B O 1 D 21/01 1 O 2
<b>C O 2 F</b>	<b>1/72</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 2 F 1/72 Z

請求項の数 2 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2009-200139 (P2009-200139)	(73) 特許権者	000005496
(22) 出願日	平成21年8月31日 (2009.8.31)		富士ゼロックス株式会社
(65) 公開番号	特開2011-50815 (P2011-50815A)		東京都港区赤坂九丁目7番3号
(43) 公開日	平成23年3月17日 (2011.3.17)	(74) 代理人	100075258
審査請求日	平成24年8月28日 (2012.8.28)		弁理士 吉田 研二
		(74) 代理人	100096976
			弁理士 石田 純
		(72) 発明者	田中 浩之
			神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士
			ゼロックス株式会社内
		(72) 発明者	林 繁
			神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士
			ゼロックス株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水処理装置および水処理方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

トナー製造工程から排出される、多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を含む水を処理対象とし、

前記水のフェントン処理を行うフェントン処理手段と、

前記フェントン処理を行ったフェントン処理水に無機系凝集剤を添加して凝集処理を行う凝集処理手段と、

前記多価アミノカルボン酸化合物が有する  $n$  個のカルボキシル基のうちの  $n$  個の解離についての解離定数を  $pK_a(n)$ 、 $3n/4$  個の解離についての解離定数を  $pK_a(3n/4)$  としたとき、前記無機系凝集剤の添加後の液の  $pH$  を、 $pK_a(3n/4)$  以上  $pK_a(n)$  以下になるように調整する  $pH$  調整手段と、

を有し、

前記無機系凝集剤が、シリカおよび鉄を含み、

前記多価アミノカルボン酸化合物が、エチレンジアミンテトラ酢酸または 3 - ヒドロキシ - 2 , 2 ' - イミノジコハク酸を含むことを特徴とする水処理装置。

【請求項 2】

トナー製造工程から排出される、多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を含む水を処理対象とし、

前記水のフェントン処理を行うフェントン処理工程と、

前記多価アミノカルボン酸化合物が有する  $n$  個のカルボキシル基のうちの  $n$  個の解離に

についての解離定数を  $pK_a(n)$ 、 $3n/4$  個の解離についての解離定数を  $pK_a(n/3n/4)$  としたとき、無機系凝集剤の添加後の液の  $pH$  を、 $pK_a(3n/4)$  以上  $pK_a(n)$  以下になるように調整して、前記フェントン処理を行ったフェントン処理水に無機系凝集剤を添加して凝集処理を行う凝集処理工程と、

を含み、

前記無機系凝集剤が、シリカおよび鉄を含み、

前記多価アミノカルボン酸化合物が、エチレンジアミンテトラ酢酸または 3 - ヒドロキシ - 2, 2' - イミノジコハク酸を含むことを特徴とする水処理方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、水処理装置および水処理方法に関する。

【背景技術】

【0002】

電子写真法等のように、静電潜像を経て画像情報を可視化する方法は、現在各種の分野で広く利用されており、前記電子写真法においては、帯電工程、露光工程等を経て形成された電子写真用感光体表面の静電潜像を静電潜像現像用トナー（以下、単に「トナー」と称する場合がある）により現像し、転写工程、定着工程等を経て前記静電潜像が可視化される。

【0003】

20

トナーの製造方法としては、従来、混練粉碎法で行われていたが、トナーの小径化や粒度分布の制御やオイルレス定着のための離型剤を内包させるなどの観点から、懸濁重合法や凝集合一法などの湿式製法が盛んに行われるようになってきた。これらの湿式製法では、トナー成分である樹脂、着色剤、離型剤の他にトナー製造工程で、分散性をあげるために界面活性剤や、多価アミノカルボン酸化合物等のキレート化剤が加えられることがある。このため、トナー製造工程で、これらの成分を含む水溶液が発生することがある。また、トナー用の樹脂としては、従来のスチレン - アクリル樹脂等のビニル系重合体よりも定着強度や発色性の点で優れているポリエステル系樹脂が多く用いられるようになっている。

【0004】

30

通常、一般の水処理としては、凝集沈殿処理が利用される場合が多い。凝集沈殿処理に関しては、公害防止の技術と法規水質編等の一般文献に多く記載されている。水中の難処理成分を分解させて除去する方法として、フェントン反応を用いる例が知られており（例えば、特許文献 1 参照）、キレート化剤を含有するフッ素、リン含有水の処理方法として、フェントン処理を用いた例もある（特許文献 2 参照）。また、凝集沈殿処理に用いる凝集剤としては、ポリシリカ鉄凝集剤が知られている（特許文献 3 参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】特開 2003 - 181472 号公報

40

【特許文献 2】特開 2007 - 125481 号公報

【特許文献 3】特開 2006 - 346610 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を含む水を処理対象とし、汚泥の発生量を低減する水処理装置および水処理方法である。

【課題を解決するための手段】

【0007】

請求項 1 に係る発明は、トナー製造工程から排出される、多価アミノカルボン酸化合物

50

およびポリエステル系樹脂を含む水を処理対象とし、前記水のフェントン処理を行うフェントン処理手段と、前記フェントン処理を行ったフェントン処理水に無機系凝集剤を添加して凝集処理を行う凝集処理手段と、前記多価アミノカルボン酸化合物が有する $n$ 個のカルボキシル基のうちの $n$ 個の解離についての解離定数を $pK_a(n)$ 、 $3n/4$ 個の解離についての解離定数を $pK_a(3n/4)$ としたとき、前記無機系凝集剤の添加後の液の $pH$ を、 $pK_a(3n/4)$ 以上 $pK_a(n)$ 以下になるように調整する $pH$ 調整手段と、を有し、前記無機系凝集剤が、シリカおよび鉄を含み、前記多価アミノカルボン酸化合物が、エチレンジアミンテトラ酢酸または3-ヒドロキシ-2,2'-イミノジコハク酸を含む水処理装置である。

【0009】

10

請求項2に係る発明は、トナー製造工程から排出される、多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を含む水を処理対象とし、前記水のフェントン処理を行うフェントン処理工程と、前記多価アミノカルボン酸化合物が有する $n$ 個のカルボキシル基のうちの $n$ 個の解離についての解離定数を $pK_a(n)$ 、 $3n/4$ 個の解離についての解離定数を $pK_a(3n/4)$ としたとき、無機系凝集剤の添加後の液の $pH$ を、 $pK_a(3n/4)$ 以上 $pK_a(n)$ 以下になるように調整して、前記フェントン処理を行ったフェントン処理水に無機系凝集剤を添加して凝集処理を行う凝集処理工程と、を含み、前記無機系凝集剤が、シリカおよび鉄を含み、前記多価アミノカルボン酸化合物が、エチレンジアミンテトラ酢酸または3-ヒドロキシ-2,2'-イミノジコハク酸を含む水処理方法である。

20

【発明の効果】

【0010】

本発明の請求項1によると、無機系凝集剤の添加後の液の $pH$ を $pK_a(3n/4)$ 以上 $pK_a(n)$ 以下になるように調整する $pH$ 調整手段を有さず、無機系凝集剤がシリカおよび鉄を含まない場合に比較して、汚泥の発生量を低減する水処理装置を提供する。

【0012】

本発明の請求項2によると、無機系凝集剤の添加後の液の $pH$ を $pK_a(3n/4)$ 以上 $pK_a(n)$ 以下になるように調整せず、無機系凝集剤がシリカおよび鉄を含まない場合に比較して、汚泥の発生量を低減する水処理方法を提供する。

【図面の簡単な説明】

30

【0013】

【図1】本発明の実施形態に係る水処理装置の一例を示す概略構成図である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

本発明の実施の形態について以下説明する。本実施形態は本発明を実施する一例であって、本発明は本実施形態に限定されるものではない。

【0015】

多価アミノカルボン酸化合物は、フェントン反応で酸化分解しやすいが、フェントン処理後の凝集処理における酸化分解後の分解物の凝集沈殿性が悪く、固液分離が困難な場合がある。また、フェントン反応で処理対象水中に含まれる他の成分も同様に分解されるため、処理対象水にポリエステル系樹脂などが含まれる場合、それらの分解物がポリエステル系樹脂などを沈降しにくくする場合がある。特に連続式の凝集処理装置では、沈降が遅いと処理の効率が悪くなる。沈降性を上げるために多量の凝集剤を使用すると、発生する汚泥量が多くなることもある。

40

【0016】

本発明者らは、多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を含む水を処理対象とし、この水をフェントン処理したフェントン処理水に無機系凝集剤を添加した後、液の $pH$ を、多価アミノカルボン酸化合物が有する $n$ 個のカルボキシル基のうちの $n$ 個の解離についての解離定数を $pK_a(n)$ 、 $3n/4$ 個の解離についての解離定数を $pK_a(3n/4)$ としたとき、 $pK_a(3n/4)$ 以上 $pK_a(n)$ 以下になるように調整し

50

て凝集処理を行うことにより、汚泥の発生量が低減することを見出した。

【 0 0 1 7 】

図 1 には本実施形態に係る水処理を行うための水処理装置の一例の概略構成を示す。本実施形態に係る水処理装置 1 は、フェントン処理手段としてのフェントン処理装置 1 0 と、凝集処理手段として、無機系凝集剤添加手段としての無機系凝集剤添加槽 1 2、高分子凝集剤添加手段としての高分子凝集剤添加槽 1 4、および固液分離手段としての沈殿槽 1 6 を備える凝集処理装置 2 0 とを備える。水処理装置 1 は、凝集処理装置 2 0 の後段側に、生物処理手段としての生物処理装置と、活性炭吸着処理手段としての活性炭吸着処理装置とを備えていてもよい。無機系凝集剤添加槽 1 2 には、pH 調整手段としての pH 調整剤添加配管がポンプ等を介して接続されている。無機系凝集剤添加槽 1 2 は、pH メータ等の pH 測定装置を備えていてもよい。

10

【 0 0 1 8 】

水処理装置 1 において、フェントン処理装置 1 0、無機系凝集剤添加槽 1 2、高分子凝集剤添加槽 1 4、沈殿槽 1 6 の入口と出口とがそれぞれ直列に配管等を介して接続されている。また、無機系凝集剤添加手段として無機系凝集剤添加配管、高分子凝集剤添加手段として高分子凝集剤添加配管がポンプ等を介して、無機系凝集剤添加槽 1 2、高分子凝集剤添加槽 1 4 にそれぞれ接続されていてもよい。無機系凝集剤添加槽 1 2、高分子凝集剤添加槽 1 4 には攪拌羽根等の攪拌手段が設置されてもよい。

【 0 0 1 9 】

本実施形態に係る水処理装置の動作および水処理方法を、図 1 を参照して説明する。

20

【 0 0 2 0 】

多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を含む原水に対しては、まず鉄イオンを触媒としてフェントン処理が行われる（フェントン処理工程）。

【 0 0 2 1 】

多価アミノカルボン酸化合物としては、2 つ以上のカルボキシル基、好ましくは 4 つ以上のカルボキシル基を有するアミノ化合物であればよく、特に制限はない。多価アミノカルボン酸化合物は、金属イオンと配位結合を形成する。多価アミノカルボン酸化合物は、カルボキシル基を 2 つ以上 6 つ以下有するものであることが好ましく、4 つ以上 5 つ以下有するものがより好ましい。このような多価アミノカルボン酸化合物としては、例えば、ニトリロトリ酢酸（NTA）、エチレンジアミンテトラ酢酸（EDTA）、トリエチレントトラアミンヘキサ酢酸（TTHA）、ジエチレントリアミンペンタ酢酸（DTPA）、ヒドロキシエチルイミノジ酢酸（HIDA）、ジカルボキシメチルグルタル酸テトラナトリウム塩（GLDA）、ジヒドロキシエチルグリシン（DHEG）、ヒドロキシエチルエチレンジアミンテトラ酢酸（HEDTA）、ヒドロキシエチルエチレンジアミントリ酢酸、エチレンジアミンジコハク酸（EDDS）、L - グルタミン酸ジ酢酸（GLDA）、3 - ヒドロキシ - 2 , 2 ' - イミノジコハク酸（HIDS）、L - アスパラギン酸 - N , N - ジ酢酸（ASDA）、メチルグリシンジ酢酸（MGDA）、ヘプトグルコン酸（GH - NA）、タウリン - N , N - ジ酢酸等、あるいはそれらのナトリウム等のアルカリ金属塩、水和物等が挙げられる。多価アミノカルボン酸化合物は水溶性であることが好ましい。これらのうち、多価アミノカルボン酸化合物がエチレンジアミン四酢酸四ナトリウム（EDTA・4Na）である場合に、本実施形態に係る水処理装置および水処理方法が好適に適用される。

30

40

【 0 0 2 2 】

多価アミノカルボン酸化合物が  $n$  個のカルボキシル基を有するとき、 $n$  個のカルボキシル基の解離についての解離定数を  $pK_a(n)$ 、 $3n/4$  個のカルボキシル基の解離についての解離定数を  $pK_a(3n/4)$  とする。 $3n/4$  の値が整数でない場合、前後の整数値の  $pK_a$  の値から、等比で求めた値とする。

【 0 0 2 3 】

ポリエステル系樹脂としては、エステル結合を分子の主鎖中に有する重合体であればよく、特に制限はない。ポリエステル樹脂としては、主として多価カルボン酸類と多価アル

50

コール類との縮重合により得られるものである。前記多価カルボン酸としては、例えばテレフタル酸、イソフタル酸、無水フタル酸、無水トリメリット酸、ピロメリット酸、ナフトレンジカルボン酸などの芳香族カルボン酸類；無水マレイン酸、フマル酸、コハク酸、アルケニル無水コハク酸、アジピン酸などの脂肪族カルボン酸類；シクロヘキサンジカルボン酸などの脂環式カルボン酸類；等が挙げられ、これらの多価カルボン酸を1種または2種以上用いればよい。これら多価カルボン酸の中では、芳香族多価カルボン酸が用いられ、架橋構造あるいは分岐構造を導入するためにジカルボン酸とともに3価以上のカルボン酸（トリメリット酸やその酸無水物等）を併用してもよい。前記多価アルコールとしては、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ブタンジオール、ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、グリセリンなどの脂肪族ジオール類；シクロヘキサジオール、シクロヘキサジメタノール、水添ビスフェノールAなどの脂環式ジオール類；ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物、ビスフェノールAのプロピレンオキサイド付加物などの芳香族ジオール類；等が挙げられ、これら多価アルコールの1種または2種以上用いればよい。これら多価アルコールの中では、芳香族ジオール類、脂環式ジオール類が好ましく、芳香族ジオール類がより好ましい。分岐構造を導入するために、ジオール類とともに3価以上の多価アルコール（グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール）を併用してもよい。

10

#### 【0024】

フェントン処理は、過酸化水素と2価の鉄イオンとの反応により生成したヒドロキシラジカルにより、有機物を酸化分解する方法である。フェントン処理装置10において、原水に過酸化水素と2価の鉄塩が添加され、多価アミノカルボン酸化合物等の有機物が酸化により分解される。

20

#### 【0025】

フェントン反応液は酸等によりpH1.5以上4.0以下の酸性に調整されることが好ましい。また、酸化分解処理後、フェントン反応液中の残留過酸化水素を分解するために例えばpH7.5以上11.0以下の条件で重亜硫酸ソーダ等の還元剤を用いて還元処理されてもよい。

#### 【0026】

2価の鉄塩としては、例えば、硫酸第一鉄、塩化第一鉄などが挙げられる。フェントン反応は、2価の鉄イオンが触媒として働いていると見られるが、硫酸第二鉄や塩化第二鉄などの3価の鉄イオンでもよい。この場合、系内で還元されて、反応が進むと見られる。

30

#### 【0027】

過酸化水素の添加量は、例えば、多価アミノカルボン酸化合物1質量部に対して0.1質量部以上10質量部以下の範囲である。鉄塩の添加量は、例えば、多価アミノカルボン酸化合物1質量部に対して鉄量が0.01質量部以上1.0質量部以下の範囲である。

#### 【0028】

本実施形態において、処理対象である原水中の多価アミノカルボン酸化合物の量が、0.001質量%以上1質量%以下の範囲である場合に、本実施形態に係る水処理装置および水処理方法が好適に適用される。原水中の多価アミノカルボン酸化合物の量が0.001質量%未満の場合は、分解効率が悪い場合があり、1質量%を超えると、分解生成物が多量に発生して、分解が進まなくなる場合があるので、別の処理方法で前処理を行うのが望ましい。

40

#### 【0029】

また、処理対象である原水中のポリエステル系樹脂の量が、0.001質量%以上1質量%以下の範囲である場合に、本実施形態に係る水処理装置および水処理方法が好適に適用される。

#### 【0030】

フェントン処理が行われたフェントン処理水は、凝集処理装置20へ送液され、凝集剤が添加されてフロックを成長させ、凝集処理が行われる（凝集処理工程）。凝集処理装置20は、凝集処理を行うことができるものであればよく、特に制限はない。図1の例では

50

、凝集処理装置 20 は、無機系凝集剤添加槽 12、高分子凝集剤添加槽 14、沈殿槽 16 を備える。凝集処理は、例えば、無機系凝集剤添加槽 12 における、フェントン処理水への無機系凝集剤の添加および凝集反応を行い、凝集物を得る無機系凝集剤添加工程（凝集反応工程）と、高分子凝集剤添加槽 14 における、凝集反応した凝集反応液への高分子凝集剤の添加および凝集物からフロックを形成するフロック形成工程と、沈殿槽 16 における、凝集沈殿によりフロックを含む汚泥スラリーと分離液とに分離する固液分離工程と、を含む。なお、凝集沈殿処理の代わりに加圧浮上処理等による固液分離処理を行ってもよい。

【0031】

フェントン処理水に対しては、無機系凝集剤添加槽 12 において攪拌羽根等の攪拌手段により急速攪拌されながらポンプ等により無機系凝集剤が添加され、凝集反応が行われる（無機系凝集剤添加工程）。

10

【0032】

無機系凝集剤添加工程において攪拌羽根等の攪拌手段によって急速攪拌することにより凝集反応が行われるが、攪拌速度は、50rpm以上500rpm以下の範囲であることが好ましい。攪拌速度が50rpmより小さいと、凝集反応が十分に行われず、細かい粒子が減らない場合があり、500rpmより大きいと、一度形成された凝集物が再び細くなってしまう場合がある。

【0033】

無機系凝集剤添加槽 12 において、無機系凝集剤が添加された液に、攪拌羽根等の攪拌手段により攪拌されながらポンプ等により pH 調整剤が添加され、液の pH が、 $pK_a(3n/4)$  以上  $pK_a(n)$  以下になるように調整される（pH 調整工程）。

20

【0034】

液の pH を  $pK_a(n)$  以下とすることにより、少なくとも 1 つのカルボキシル基が非解離状態となる。液の pH が  $pK_a(n)$  を超えると、多価アミノカルボン酸化合物のカルボキシル基が全て解離状態となり、凝集処理が困難となる。また、液の pH が  $pK_a(3n/4)$  未満になると、凝集沈降がしにくくなり、多量の凝集剤が必要となる。凝集効果等の点から、 $pK_a(3n/4)$  以上  $pK_a(n)$  以下になるように液の pH を調整することが好ましい。

【0035】

30

フェントン処理後の凝集処理において、フェントン処理水中の鉄イオンが多量に水中に溶解していると着色が生じることがある。pH が低い方が鉄イオンの溶解性が高く、pH が高すぎると凝集沈降性が悪くなる。凝集 pH を多価アミノカルボン酸化合物の  $pK_a(3n/4)$  以上  $pK_a(n)$  以下に制御することで、溶解する鉄イオンの量が減り、かつ凝集反応液の分散安定性が下がって凝集沈降性が良好となり、少ない凝集剤の量で沈降するため汚泥量が低減すると考えられる。さらに、後述するポリシリカ鉄凝集剤を用いることで、上記の pH 域で良好な凝集沈降性を示し、用いる凝集剤量が減ることで汚泥量が減ると考えられる。

【0036】

例えば、エチレンジアミンテトラ酢酸（EDTA）は 4 つのカルボキシル基を有し、それらの解離定数（25）は、 $pK_{a1}:1.99$ 、 $pK_{a2}:2.67$ 、 $pK_{a3}:6.16$ 、 $pK_{a4}:10.26$  である。原水が多価アミノカルボン酸化合物として EDTA を含む場合は、EDTA の  $pK_{a2}$  以上  $pK_{a4}$  以下、好ましくは  $pK_{a3}$  以上  $pK_{a4}$  以下になるように、無機系凝集剤添加後の液の pH を調製すればよい。

40

【0037】

pH の調整方法は、特に制限はなく、図 1 のように無機系凝集剤添加槽 12 において pH 調整剤を添加して行ってもよいし、無機系凝集剤添加槽 12 の後段側に別途 pH 調整槽を設けて行ってもよいし、後段側の高分子凝集剤添加槽 14 において pH 調整剤を添加して行ってもよい。pH 調整剤としては、酸またはアルカリ等を用いればよい。

【0038】

50

次に、pH調整され、凝集反応が行われた凝集反応液は、高分子凝集剤添加槽14に送液される。高分子凝集剤添加槽14において、必要に応じて高分子凝集剤が添加され、無機系凝集剤添加槽12から移送された凝集反応液に対して攪拌羽根等の攪拌手段により緩速攪拌が行われ、水中の懸濁物質が凝集したフロックが形成される（フロック形成工程）。このフロック中には、主に、トナー製造において使用された着色剤、離型剤、トナー粒子等が含まれている。フロックは、緩速攪拌されることにより成長する。このとき得られるフロックの懸濁液（処理液）の固形分濃度は0.5%以上1.5%以下程度である。なお、無機系凝集剤添加槽12と高分子凝集剤添加槽14とを一体化した槽を使用して、1つの槽内で無機系凝集剤添加工程と、pH調整工程と、フロック形成工程とが行われてもよい。

10

#### 【0039】

フロック形成工程において攪拌羽根等の攪拌手段によって攪拌することによりフロックを成長させるが、攪拌は、羽根の先端速度が、1m/分以上2,000m/分以下の範囲であることが好ましく、100m/分以上1,200m/分以下の範囲であることがより好ましい。攪拌速度が1m/分より小さいと、フロックの形成が十分ではなく、細かい粒子が減らない場合があり、2,000m/分より大きいと、一度形成されたフロックが再び細かくなってしまう場合がある。

#### 【0040】

この凝集処理工程において使用される凝集剤としては、一般の無機系凝集剤、有機系凝集剤を用いればよい。無機系凝集剤としては、例えば、硫酸アルミニウム、塩化第二鉄、ポリ塩化アルミニウム、ポリシリカ鉄凝集剤等が用いられ、安価であること、凝集性が良好であること等から、塩化第二鉄が用いられることが好ましい。また、汚泥の発生量を低減する点等から、シリカおよび鉄を含むポリシリカ鉄凝集剤が用いられることが好ましい。ポリシリカ鉄凝集剤における、Si/Feのモル比は、凝集効果の点から0.1~4.0の範囲であることが好ましく、1.0~3.0の範囲であることがより好ましい。

20

#### 【0041】

また、有機系凝集剤としては、例えば、ポリアクリルアミド系、ポリアクリル酸ソーダ系等のアニオン性高分子凝集剤；ポリアクリルアミド系、ポリアクリル酸エステル系、ポリメタクリル酸エステル系、ポリアミン系、ポリジシアンジアミド系等のカチオン性高分子凝集剤；ポリアクリルアミド系、ポリエチレンオキサイド系等のノニオン性高分子凝集剤；アクリル酸ジメチルアミノエチル系等の両性高分子凝集剤を使用すればよい。凝集性が良好であること等から、ポリアクリルアミド系アニオン性高分子凝集剤を使用することがより好ましい。また、凝集剤として、上記無機系凝集剤および有機系凝集剤から選択される2つ以上の凝集剤を組み合わせ使用してもよく、無機系凝集剤として塩化第二鉄を使用し、さらにフロックを成長させるために有機系凝集剤としてポリアクリルアミド系アニオン性高分子凝集剤を併用することが好ましい。有機系凝集剤は無機系凝集剤添加工程において添加してもよい。

30

#### 【0042】

無機系凝集剤を使用する場合の添加量は、処理する原水に対して500mg/L以上5,000mg/L以下の範囲の濃度であることが好ましく、1,000mg/L以上3,000mg/L以下の範囲の濃度であることがより好ましい。

40

#### 【0043】

また、有機系凝集剤を使用する場合の添加量としては、処理する原水に対して0.5mg/L以上100mg/L以下の範囲の濃度であることが好ましく、10mg/L以上50mg/L以下の範囲の濃度であることがより好ましい。

#### 【0044】

高分子凝集剤添加槽14においてフロック形成された処理液は、次に沈殿槽16に送液される。フロック形成工程において、凝集反応液は通常、高分子凝集剤添加槽14に連続的に流入され、フロック形成された処理液は連続的に沈殿槽16へ送液される。このとき、高分子凝集剤添加槽14における滞留時間としては、5分以上20分以下の範囲である

50

ことが好ましく、10分以上15分以下の範囲であることがより好ましい。滞留時間が5分より小さいと、フロックの形成が十分ではなく、細かい粒子が減らない場合があり、20分より大きいと、処理効率が低下する場合がある。また、高分子凝集剤添加槽14においてバッチ式で水の凝集処理が行われてもよい。この場合、処理時間は5分以上15分以下の範囲であることが好ましく、5分以上10分以下の範囲であることがより好ましい。

【0045】

凝集処理工程における処理する水の温度としては、通常、10以上40以下の範囲で行われ、好ましくは、15以上30以下の範囲で行われる。

【0046】

沈殿槽16に送液された処理液は、沈殿槽16において自然沈降分離によって、フロックが濃縮された沈殿物（汚泥スラリ）と分離液（処理水）とに分離される（固液分離工程）。なお、固液分離工程において、凝集沈殿処理の代わりに加圧浮上処理等を行ってもよいが、汚泥の発生量の点から凝集沈殿処理および加圧浮上処理のうち少なくとも1つを行うことが好ましい。なお、加圧浮上処理とは、加圧水が減圧されることにより加圧状態で溶け込んだ空気が微細気泡となって放出される特性を利用した水処理方法であり、加圧浮上槽内に加圧水を流入させ、発生した微細気泡に水内の浮遊物質を付着させ、浮遊物質を浮上分離させる処理方法である。

【0047】

凝集処理工程において凝集処理された処理水は、再利用あるいは河川等に放流される。必要に応じて、凝集処理の後に、生物処理、活性炭吸着処理、砂ろ過処理等が行われてもよい。

【0048】

例えば、沈殿槽16において汚泥スラリと分離された分離液は、生物処理装置へ送液される。生物処理装置において分離液に対して生物処理が行われ、溶存有機物が除去される（生物処理工程）。生物処理では、例えば、生物処理槽で活性汚泥に生息するバクテリア等で溶存有機物が分解処理され、次の汚泥沈殿槽で自然沈降等により、活性汚泥と上澄み水に分離される。

【0049】

生物処理装置において分離された上澄み水（生物処理水）は、活性炭吸着処理装置へ送液される。活性炭吸着処理装置において上澄み水に対して活性炭吸着処理が行われ、活性炭により上澄み水に含まれるCOD成分が主に吸着除去される（活性炭吸着処理工程）。

【0050】

活性炭吸着処理の前に、生物処理装置において分離された上澄み水（生物処理水）のpHを5以上10以下の範囲に調整してもよい。pHの調整方法は、特に制限はなく、活性炭吸着処理装置の前段側にpH調整槽等を設けて行ってもよいし、生物処理装置と活性炭吸着処理装置とを接続する配管等へのライン注入によって行ってもよい。pHの調整は、酸またはアルカリの添加により行えばよい。

【0051】

活性炭吸着処理装置としては、活性炭による吸着処理を行うものであればよく、特に制限はないが、例えば、多段流動床式活性炭吸着装置、固定床式活性炭吸着装置等を用いればよいが、運転管理および吸着効率等の点から多段流動床式活性炭吸着装置が好ましい。

【0052】

用いる活性炭としては特に制限はないが、石炭系、ヤシガラ系等の粉末活性炭、粒状活性炭等を用いればよい。

【0053】

一方、沈殿槽16において分離液と分離された汚泥スラリは、ポンプ等にて例えば汚泥濃縮装置等に送液される。汚泥濃縮装置において汚泥スラリは水分である汚泥分離液と固形分とに分離される（分離工程）。汚泥濃縮装置においては、例えば6時間以上12時間以下程度をかけて、自然沈降にて濃縮される。濃縮前の固形分の固形分濃度は0.5質量%以上1.5質量%以下程度である。また、濃縮後の固形分の固形分濃度は2.0質量%

10

20

30

40

50



以上 4.0 質量% 以下程度である。濃縮後の固形分は、例えば脱水装置で脱水処理された（脱水処理工程）後、産業廃棄物の汚泥として処理される。なお、脱水後の汚泥ケーキの固形分濃度は 30 質量% 以上 60 質量% 以下程度である。なお、汚泥濃縮装置および脱水装置で発生した濾過液である汚泥分離液は、新たな原水と混合された後、上述の水処理方法で処理されてもよい。

【0054】

脱水装置としては、加圧葉状濾過機、加圧ヌッチェ等の加圧濾過機、フィルタプレス、加圧浮上機、真空濾過機等が挙げられるが、通常は、フィルタプレスが用いられる。また、発生する汚泥の量が減少すること、処理時間が短縮すること、凝集剤の量が減少すること、装置のメンテナンス性等の点から脱水処理工程の前に遠心分離装置を使用した遠心濃縮により脱水してもよい。

10

【0055】

本実施形態に係る水処理装置および水処理方法により、汚泥の発生量が低減する。また多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を含む水が、効率よく、連続的に処理される。

【0056】

本発明の実施の形態に係る水処理装置および水処理方法は、多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を含む水を処理対象とするが、多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を使用する静電荷像現像用トナーの製造工程から排出される水、塗料用ポリエステル分散液の製造工程から排出される水 1% の処理に適用される。このうち特に、多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を使用する静電荷像現像用トナーの製造工程から排出される水の処理に好ましく適用され、乳化重合法、懸濁重合法、溶解懸濁法などの各種化学的トナー製造方法による製造工程から排出される水の処理により好ましく適用される。乳化重合法では、結着樹脂の重合性単量体を乳化重合させて形成された樹脂分散液と着色剤、離型剤、必要に応じて帯電制御剤等を水系溶媒中で攪拌、混合しながら、凝集、加熱融合させ、所定の粒径、粒度分布、形状、構造を有する着色樹脂粒子であるトナー粒子を作製する。乳化重合法は、トナーの原材料となる樹脂粒子の製造工程と、着色剤分散液、離型剤分散液等の分散液の製造工程と、現像用トナーの製造工程とに大きく分けられる。以下に、それぞれについて例を挙げて説明する。

20

【0057】

< 静電荷像現像用トナー製造工程 >

（樹脂粒子の製造工程）

樹脂粒子を生成するには、通常、重合性単量体と界面活性剤とを水に加え、攪拌してエマルジョンとする。重合性単量体エマルジョンが生成したら、該エマルジョンの好ましくは 2.5 質量% 以下（すなわち、少量のエマルジョン）と、遊離基開始剤とを、水相に加えて混合し、所望の反応温度で種重合を開始する。種粒子の生成後、この種粒子含有組成物にさらに残りのエマルジョンを追加し、所定の温度で、所定の時間、重合を続けて重合を完了し、樹脂粒子（エマルジョン分散液）を生成させる。この樹脂粒子の製造工程から、製造工程で不要となったり、その製造工程の設備メンテナンス等にて発生した、界面活性剤、樹脂粒子等の固形分を含有するエマルジョン分散液、界面活性剤水溶液等が排出される。また、樹脂としてポリエステル系樹脂を使用した場合、この樹脂粒子の製造工程から、製造工程で不要となったり、その製造工程の設備メンテナンス等にて発生した、ポリエステル系樹脂含有溶液が排出される。樹脂粒子が生成したら、着色剤分散液、離型剤分散液等とともに凝集させて凝集体粒子とし、次にこれを融合させてトナー粒子とする。

30

40

【0058】

前記重合性単量体の種類としては、遊離基開始剤と反応しうるものであれば特に制限はない。重合性単量体の具体例としては、スチレン、パラクロロスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン等のスチレン類；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸  $n$ -プロピル、アクリル酸  $n$ -ブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸 2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸  $n$ -プロピル、メタクリル酸ラウリル、

50

メタクリル酸 2 - エチルヘキシル等のビニル基を有するエステル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類等が挙げられ、これらの重合性単量体は重合されて、単独重合体あるいは共重合体とされる。

【 0 0 5 9 】

また、自己乳化性を持つポリエステル類、ポリウレタン類のような樹脂を界面活性剤とともに水系媒体中でせん断し、分散させてもよい。また、樹脂粒子として、アンモニア成分を含むものも用いられる。あるいは転相乳化法で樹脂粒子分散液を作製してもよい。転相乳化法は、ポリエステルなどの樹脂を有機溶媒に溶解させ、必要に応じて中和剤や分散安定剤を添加して、攪拌下にて、水系溶媒を滴下して、乳化粒子を得た後、樹脂分散液中の溶媒を除去して、乳化液を得る方法である。

10

【 0 0 6 0 】

樹脂粒子の製造に使用される界面活性剤としては、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤または非イオン系界面活性剤を使用すればよく、一般的にはアニオン系界面活性剤が、分散力が強く、樹脂粒子の分散に優れているため、好ましく用いられる。非イオン系界面活性剤は、前記アニオン系界面活性剤またはカチオン系界面活性剤と併用されるのが好ましい。前記界面活性剤は、1 種単独で使用してもよいし、2 種以上を併用して使用してもよい。

【 0 0 6 1 】

遊離基開始剤としては、特に制限はない。具体的には、過酸化水素、過酸化アセチル、過酸化クミル、過酸化 t e r t - ブチル、過酸化プロピオニル、過酸化ベンゾイル、過酸化クロロベンゾイル、過酸化ジクロロベンゾイル、過酸化プロモメチルベンゾイル、過酸化ラウロイル、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム等が挙げられる。

20

【 0 0 6 2 】

本実施形態において、樹脂粒子の大きさは、レーザ回折式粒度分布測定装置（日機装社製マイクロトラック）で測定した体積平均粒径で、0 . 0 5  $\mu$  m 以上 1  $\mu$  m 以下程度である。

【 0 0 6 3 】

（着色剤分散液、離型剤分散液の製造工程）

着色剤分散液は、着色剤、界面活性剤等を、水相中で混合し、分散処理をすることによって得られる。同様にして、離型剤分散液は、離型剤、界面活性剤等を、水相中で混合し、分散処理をすることによって得られる。この着色剤分散液、離型剤分散液の製造工程から、製造工程で不要となったり、その製造工程の設備メンテナンス等にて発生した、界面活性剤、着色剤等の固形分を含有する着色剤分散液や、界面活性剤、離型剤等の固形分を含有する離型剤分散液、界面活性剤水溶液等が排出される。

30

【 0 0 6 4 】

着色剤としては、例えばカーボンブラック、クロムイエロー、ハンザイエロー、ベンジジンイエロー、スレンイエロー、キノリンイエロー、パーマネントオレンジ G T R、ピラゾロンオレンジ、バルカンオレンジ、ウオッチヤングレッド、パーマネントレッド、プリリアントカーミン 3 B、プリリアントカーミン 6 B、デュポンオイルレッド、ピラゾロンレッド、リソールレッド、ローダミン B レーキ、レーキレッド C、ローズベンガル、アニリンブルー、ウルトラマリンブルー、カルコオイルブルー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、マラカライトグリーンオキサレート、などの種々の顔料；アクリジン系、キサンテン系、アゾ系、ベンゾキノ系、アジン系、アントラキノ系、ジオキサジン系、チアジン系、アゾメチン系、インジコ系、チオインジコ系、フタロシアニン系、アニリンブラック系、ポリメチン系、トリフェニルメタン系、ジフェニルメタン系、チアゾール系などの各種染料などが挙げられる。これらの着色剤は 1 種単独で使用してもよいし、2 種以上を併用してもよい。

40

【 0 0 6 5 】

また、着色剤分散液中の着色剤の大きさは、例えば、上記レーザ回折式粒度分布測定装

50

置（日機装社製マイクロトラック）で測定した体積平均粒径で、 $0.05\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下程度である。

【0066】

また離型剤として働くワックスの種類としては特に制限はないが、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の低分子量ポリオレフィン類；軟化点を有するシリコン類；オレイン酸アミド、エルカ酸アミド、リシノール酸アミド、ステアリン酸アミド等の脂肪酸アミド類；カルナウバワックス、ライスワックス、キャンデリラワックス、木ロウ、ホホバ油等の植物系ワックス；ミツロウ等の動物系ワックス類；モンタンワックス、オゾケライト、セレシン、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、フィッシュアトロプッシュワックス等の鉱物・石油系ワックス類；ステアリン酸ステアリル、ベヘン酸ベヘニル等の高級脂肪酸と高級アルコールとのエステルワックス類；などが挙げられる。

10

【0067】

また、離型剤分散液中の離型剤の大きさは、例えば、上記レーザ回折式粒度分布測定装置（日機装社製マイクロトラック）で測定した体積平均粒径で、 $0.05\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下程度である。

【0068】

界面活性剤としては、上記樹脂粒子の製造に使用される界面活性剤と同様のものが挙げられる。

【0069】

20

（トナーの製造工程）

上記調製法により得られた樹脂粒子は、次のような方法でトナーの調製に用いられる。上記調製法により得られた樹脂粒子と、着色剤分散液と、離型剤分散液と、必要に応じて凝集剤と、必要に応じて帯電制御剤と、および必要に応じて他の添加剤とを混合し、得られた混合物を樹脂粒子のガラス転移温度（ $T_g$ ）近辺の温度、好ましくは、樹脂粒子の $T_g \pm 10$ で、凝集体を生成するのに効果的な時間、例えば1時間以上8時間以下加熱して、トナー大の凝集体を生成する。次に、この凝集体懸濁液を、樹脂粒子の $T_g$ またはそれより高い温度、好ましくは樹脂粒子の $T_g + 40$ 、例えば約 $60$ 以上約 $120$ 以下に加熱して合体または融合させてトナー粒子を造粒し、このトナー粒子をろ過などの手段で母液から分離して、イオン交換水などで洗浄（洗浄工程）した後、乾燥する。

30

【0070】

樹脂粒子は、通常トナーの結着樹脂として用いられ、トナーの固形分に対して $60$ 質量%以上 $98$ 質量%以下程度トナー内に存在する。

【0071】

着色剤は、通常トナー中に、着色に効果的な量、例えばトナーの固形分に対して $1$ 質量%以上 $25$ 質量%以下程度、好ましくは $3$ 質量%以上 $15$ 質量%以下程度存在する。

【0072】

離型剤として働くワックス類の好ましい量としては、トナーの固形分に対して、 $5$ 質量%以上 $20$ 質量%以下程度である。

【0073】

40

必要に応じて使用される凝集剤は、融合に効果的な量、例えばトナーの固形分に対して $0.01$ 質量%以上 $10$ 質量%以下程度を用いればよい。使用する凝集剤としては、一価以上の電荷を有する化合物が好ましく、その化合物の具体例としては、前述のアニオン系界面活性剤類；塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、シュウ酸等の酸類；塩化マグネシウム、塩化ナトリウム、硫酸アルミニウム、硫酸カルシウム、硫酸アンモニウム、硝酸アルミニウム、硝酸銀、硫酸銅、炭酸ナトリウム、ポリ塩化アルミニウム等の塩類；等が挙げられるが、これらに限るものではない。好ましい凝集剤としては、硝酸等の窒素成分を有するものが挙げられる。

【0074】

また、凝集体を生成する凝集工程等において、多価アミノカルボン酸化合物が用いられ

50

ることがある。

【0075】

帯電制御剤は、帯電させるのに効果的な量、例えばトナーの固形分に対して0.1質量%以上5質量%以下で使用してもよい。適当な帯電制御剤としては、アルキルピリジニウムハロゲン化物類、重硫酸塩類、シリカ等の帯電制御剤類、アルミニウム錯体のような陰帯電制御剤等が挙げられるが、これらに限るものではない。

【0076】

その他必要に応じて添加剤として、無機粒子等を湿式添加してもよい。湿式添加する無機粒子としては、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウムなど、通常トナー表面の外添剤として使用される全てのものを、イオン性界面活性剤や高分子酸、高分子塩基等で水に分散して、シリカ等の無機粒子分散液として湿式添加してもよい。

10

【0077】

本実施形態において使用される無機粒子の分散液中の大きさは、上記レーザ回折式粒度分布測定装置（日機装社製マイクロトラック）で測定した体積平均粒径で、4nm以上150nm以下程度である。

【0078】

以上のような樹脂粒子の製造工程、着色剤分散液の製造工程、離型剤分散液の製造工程、トナー製造工程等の製造工程（トナーの洗浄工程を含む）から、製造工程で不要となったり、その製造工程の設備メンテナンス等にて発生した、界面活性剤、着色剤、離型剤、無機粒子、トナー等の固形分を含有する界面活性剤水溶液、エマルション分散液、着色剤分散液、離型剤分散液、無機粒子分散液、トナー分散液、装置洗浄水等の界面活性剤含有液が排出される。また、凝集体を生成する凝集工程等において、多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル系樹脂を用いた場合に、この製造工程で不要となったり、その製造工程の設備メンテナンス等にて発生した、多価アミノカルボン酸化合物含有溶液、ポリエステル系樹脂含有溶液が発生することがある。これらの原水は原水槽に集められ、上記水処理方法による処理が施される。

20

【実施例】

【0079】

以下、実施例および比較例を挙げ、本発明をより具体的に詳細に説明するが、本発明は、以下の実施例に限定されるものではない。

30

【0080】

（ポリエステル樹脂分散液の調製）

転相乳化法により、ポリエステル樹脂分散液を調製した。ポリエステル樹脂の精製品を100質量部、メチルエチルケトン50質量部および2-プロピルアルコール20質量部を混合し、スリーワンモータで撹拌させながら、樹脂を溶解させた後、10%アンモニア水溶液を5質量部加えた。さらに、イオン交換水350質量部を徐々に加えて、転相乳化を行った後、脱溶媒を行った。その後、イオン交換水を加えて固形分濃度を30質量%に調整し、ポリエステル樹脂分散液を得た。

【0081】

40

（シアン顔料分散液の調製）

シアン顔料（C.I.ピグメントブルー15:3、銅フタロシアニン、大日精化社製）100質量部、アニオン界面活性剤（ネオゲンRK、第一工業製薬社製）5質量部およびイオン交換水450質量部を混合し、高圧衝撃式分散機アルチマイザ（HJP30006、スギノマシン社製）を用いて、圧力250mPaで1時間分散させて、シアン顔料分散液を得た。

【0082】

（ブラック顔料分散液の調製）

黒顔料カーボンブラック（R660R、キャボット社製）100質量部、アニオン界面活性剤（ネオゲンRK、第一工業製薬社製）7質量部およびイオン交換水650質量部を

50

混合し、高圧衝撃式分散機アルチマイザ（HJP30006、スギノマシン社製）を用いて、圧力250mPaで1時間分散させて、ブラック顔料分散液を得た。

#### 【0083】

（離型剤分散液の調製）

パラフィンワックス（HN P - 9、日本精錬社製）60質量部、アニオン性界面活性剤ネオゲンR K（第一工業社製）6質量部およびイオン交換水200質量部を110で加熱溶解させた後、マントンゴーリン高圧ホモジナイザ（ゴーリン社製）で分散処理を行い離型剤分散液を得た。

#### 【0084】

（トナー作製と処理対象水A）

ポリエステル樹脂分散液100質量部、シアン顔料分散液10質量部、離型剤分散液15質量部と水150質量部とを丸型ステンレス製容器に加えて混合した後、凝集剤として、ポリ塩化アルミニウムの10質量%硝酸水溶液を0.75質量部加えた後、44まで昇温して、コア粒子を形成させた。その後、シェル層を形成させるためにポリエステル樹脂分散液50質量部とエチレンジアミン四酢酸（EDTA）2.5質量部とを加えて、コア粒子表面にシェル粒子を被覆させた後、さらに粒子を合一させるために90まで昇温した。90に2時間保持後、ろ過し、水により洗浄、乾燥して、体積平均粒径6.1μmのトナー粒子を得た。このときの洗浄ろ液を処理対象水Aとした。液体クロマトグラフにより測定したところ、処理対象水A中のEDTAの含有量は720ppm、ポリエステル樹脂の含有量は430ppmであった。

#### 【0085】

（トナー作製と処理対象水B）

ポリエステル樹脂分散液100質量部、ブラック顔料分散液8質量部、離型剤分散液12質量部と水150質量部とを丸型ステンレス製容器に加えて混合した後、凝集剤として、ポリ塩化アルミニウムの10質量%硝酸水溶液を0.75質量部加えた後、45まで昇温して、コア粒子を形成させた。その後、シェル層を形成させるためにポリエステル樹脂分散液50質量部と3-ヒドロキシ-2,2'-イミノジコハク酸（HIDS）2質量部とを加えて、コア粒子表面にシェル粒子を被覆させた後、さらに粒子を合一させるために90まで昇温した。90に2時間保持後、ろ過し、水により洗浄、乾燥して、体積平均粒径6.1μmのトナー粒子を得た。このときの洗浄ろ液を処理対象水Bとした。処理対象水B中のHIDSの含有量は580ppm、ポリエステル樹脂の含有量は360ppmであった。

#### 【0086】

<実施例1>

処理対象水Aを原水槽に入れた。EDTAを含む（25における解離定数はpKa1：1.99、pKa2：2.67、pKa3：6.16、pKa4：10.26）処理対象水AをポンプでpH調整槽に送液し、pHを2.5以上3.5以下に調整した後、フェントン反応槽へ送液し、硫酸第一鉄を1,500mg/L、過酸化水素を4,000mg/Lとなるように加えて、滞留時間60分にて、フェントン反応を行った。

#### 【0087】

フェントン処理水を無機系凝集剤添加槽に送液し、水酸化ナトリウム水溶液を添加してpHを9以上10以下に調整しながら、無機系凝集剤（ポリシリカ鉄凝集剤、直治薬品社製、PSI-25）を2,500mg/Lとなるように加えて、滞留時間10分にて攪拌しながら凝集反応を行った。凝集反応液を高分子凝集剤添加槽に送液して、水酸化ナトリウム水溶液を添加して凝集pHを8.66（EDTAのpKa3以上pKa4以下）に調整した後、アニオン系高分子凝集剤（栗田工業製、PA331）を20mg/L加えて、攪拌しながらフロック形成させた後、沈殿槽に送液して、固液分離して、上澄み液（処理水）と汚泥スラリとを分離した。目視によると、上澄み液は着色なく透明であった。上澄み液中のEDTAの含有量は7ppmであった。また、汚泥の発生量は70g/Lであった。結果を表1に示す。なお、表1において、上澄み液の透明性は、：透明、：やや

10

20

30

40

50

濁りあり、×：濁りありとして示した。

【0088】

<実施例2>

無機凝集剤添加後の凝集pHを6.21とした以外は、実施例1と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液は淡黄色に着色した透明であった。上澄み液中のEDTAの含有量は10ppmであった。また、汚泥の発生量は75g/Lであった。結果を表1に示す。

【0089】

<実施例3>

無機系凝集剤として塩化第二鉄3,000mg/Lを用い、無機凝集剤添加後の凝集pHを6.47とした以外は、実施例1と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液は着色なく透明であった。上澄み液中のEDTAの含有量は7ppmであった。また、汚泥の発生量は90g/Lであった。結果を表1に示す。

【0090】

<実施例4>

HIDS(25)における解離定数はpKa1:2.83、pKa2:3.56、pKa3:5.15、pKa4:9.11)を含む処理対象水Bを用い、無機系凝集剤としてポリシリカ鉄凝集剤2,000mg/Lを用い、無機凝集剤添加後の凝集pHを8.06とした以外は、実施例1と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液は着色なく透明であった。上澄み液中のHIDSの含有量は8ppmであった。また、汚泥の発生量は65g/Lであった。結果を表1に示す。

【0091】

<実施例5>

無機凝集剤添加後の凝集pHを5.26(HIDSのpKa3付近)とした以外は、実施例4と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液は淡黄色に着色した透明であった。上澄み液中のHIDSの含有量は12ppmであった。また、汚泥の発生量は60g/Lであった。結果を表1に示す。

【0092】

<実施例6>

無機系凝集剤として塩化第二鉄3,000mg/Lを用い、無機凝集剤添加後の凝集pHを6.49とした以外は、実施例4と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液は淡黄色に着色した透明であった。上澄み液中のHIDSの含有量は4ppmであった。また、汚泥の発生量は95g/Lであった。結果を表1に示す。

【0093】

<比較例1>

無機凝集剤添加後の凝集pHを5.06とした以外は、実施例1と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液の着色はなかったがやや濁っていた。上澄み液中のEDTAの含有量は10ppmであった。また、汚泥の発生量は85g/Lであった。結果を表1に示す。

【0094】

<比較例2>

無機凝集剤添加後の凝集pHを11.03とした以外は、実施例1と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液の着色はなかったが濁っていた。上澄み液中のEDTAの含有量は8ppmであった。また、汚泥の発生量は75g/Lであった。結果を表1に示す。

【0095】

<比較例3>

10

20

30

40

50

無機系凝集剤として塩化第二鉄 6,000 mg/L を用い、無機凝集剤添加後の凝集 pH を 10.66 とした以外は、実施例 1 と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液の着色はなかったがやや濁っていた。上澄み液中の EDTA の含有量は 7 ppm であった。また、汚泥の発生量は 220 g/L であった。結果を表 1 に示す。

【0096】

< 比較例 4 >

HIDS を含む処理対象水 B を用い、無機系凝集剤としてポリシリカ鉄凝集剤 3,000 mg/L を用い、無機凝集剤添加後の凝集 pH を 4.62 とした以外は、実施例 1 と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液は赤橙色に着色して濁っていた。上澄み液中の HIDS の含有量は 7 ppm であった。また、汚泥の発生量は 90 g/L であった。結果を表 1 に示す。

【0097】

< 比較例 5 >

無機凝集剤添加後の凝集 pH を 9.82 とした以外は、比較例 4 と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液の着色はなかったが濁っていた。上澄み液中の HIDS の含有量は 8 ppm であった。また、汚泥の発生量は 95 g/L であった。結果を表 1 に示す。

【0098】

< 比較例 6 >

無機系凝集剤として塩化第二鉄 7,000 mg/L を用い、無機凝集剤添加後の凝集 pH を 9.60 とした以外は、比較例 4 と同様にして処理を行った。無機系凝集剤は、凝集沈降するまで追加した。目視によると、上澄み液の着色はなかったがやや濁っていた。上澄み液中の HIDS の含有量は 5 ppm であった。また、汚泥の発生量は 240 g/L であった。結果を表 1 に示す。

【0099】

【表 1】

	処理 対象水	無機系 凝集剤	無機系 凝集剤量 [mg/L]	凝集 pH	上澄み 着色	上澄み 透明性	EDTA 量 (HIDS 量) [ppm]	汚泥量 [g/L]
実施例 1	A	シリカ鉄	2500	8.66	なし	○	7	70
実施例 2	A	シリカ鉄	2500	6.21	淡黄色	○	10	75
実施例 3	A	塩化鉄	3000	6.47	なし	○	7	90
実施例 4	B	シリカ鉄	2000	8.06	なし	○	(8)	65
実施例 5	B	シリカ鉄	2000	5.26	淡黄色	○	(12)	60
実施例 6	B	塩化鉄	3000	6.49	淡黄色	○	(4)	95
比較例 1	A	シリカ鉄	2500	5.06	なし	△	10	85
比較例 2	A	シリカ鉄	2500	11.03	なし	×	8	75
比較例 3	A	塩化鉄	6000	10.66	なし	△	7	220
比較例 4	B	シリカ鉄	3000	4.62	赤橙色	×	(7)	90
比較例 5	B	シリカ鉄	3000	9.82	なし	×	(8)	95
比較例 6	B	塩化鉄	7000	9.60	なし	△	(5)	240

【0100】

実施例 1 ~ 6 のように、多価アミノカルボン酸化合物およびポリエステル樹脂を含む水のフェントン処理水に無機系凝集剤を添加した後、液の pH を、多価アミノカルボン酸化合物が有するカルボキシル基の解離定数  $pK_a(3n/4)$  以上  $pK_a(n)$  以下になる

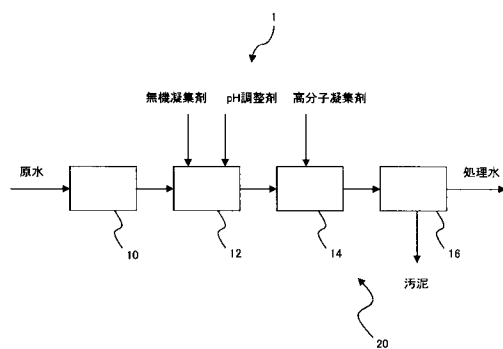
ように調整して凝集処理を行うことにより、汚泥の発生量が低減された。

【符号の説明】

【 0 1 0 1 】

1 水処理装置、10 フェントン処理装置、12 無機系凝集剤添加槽、14 高分子凝集剤添加槽、16 沈殿槽、20 凝集処理装置。

【図 1】





---

フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 修二

神奈川県南足柄市竹松１６００番地 富士ゼロックス株式会社内

審査官 伊藤 紀史

(56)参考文献 特開２０１１－０４５８０１（ＪＰ，Ａ）  
特開２００６－３４６６１０（ＪＰ，Ａ）  
特開２００９－１０１２６２（ＪＰ，Ａ）  
特開２００７－１３０５１８（ＪＰ，Ａ）  
特開２００７－１２５４８１（ＪＰ，Ａ）  
特開２００７－１２５５２１（ＪＰ，Ａ）  
特開２００５－０００８０１（ＪＰ，Ａ）  
特開２００８－１４２７００（ＪＰ，Ａ）  
特開２００８－０５５２７７（ＪＰ，Ａ）  
特開２００４－２６１７０８（ＪＰ，Ａ）  
特開平０３－０５２６９２（ＪＰ，Ａ）  
特開２００４－０８９８５４（ＪＰ，Ａ）  
特開２００７－０２９８０２（ＪＰ，Ａ）  
特開２００７－０７５６７９（ＪＰ，Ａ）  
特開２０１０－１３７１５０（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)

C 02 F 1 / 52  
B 01 D 21 / 01  
C 02 F 1 / 72