

Application News

No. J107

ICP 发射光谱分析
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

使用 ICPE-9820 测定污泥和污水中的重金属元素

Analysis of Heavy Metals in Sewage Sludge and Sewage by ICPE-9820

■ 前言

Introduction

工业污水和生活污水经污水处理厂净化处理后，被排放到公共水域，或作为工业用水再次利用。如果净化处理后的水达不到排放标准要求或不符合环境限量要求，会严重污染影响水环境质量。因此，将处理水排放到公共水域时，需要满足排放标准。

另外，在污水处理过程中产生的污泥也是一大问题。为了减少污泥的排放量，并作为资源再次利用，目前的解决办法是将其焚烧后用作水泥原料、土木资材和肥料。为保护人体健康和环境，在污泥的再利用过程中，必须检测有毒有害重金属的含量。在日本，通过填埋方式处理污泥焚烧灰时，焚烧灰被视为工业垃圾，需要按照工业垃圾处理法进行处理；进行再利用时，污泥焚烧灰被视为有价值物质，需要按照土壤污染对策法和肥料管制法等法规进行处理。

为了使污水处理水满足排放标准，需要对 Pb、Cd 等微量元素至高浓度元素进行宽范围定量分析；对污泥焚烧灰则需要进行准确的定量分析。

本文向您介绍使用岛津全谱型 ICP 发射光谱仪 ICPE-9820，对经净化处理的水及污泥焚烧灰进行分析的示例。

ICPE-9820 采用独家设计的等离子体光学系统，可以高通量高灵敏度高精度地对微量至高浓度的元素进行同时分析。

■ 样品

Sample

污水（排放水）

污泥焚烧灰

■ 样品的预处理

Sample Preparation

污水：

向 50 mL 样品中加入硝酸和高氯酸，在电热板上进行加热分解直至产生白烟。冷却后添加内标元素钇（Y），用盐酸（1 mol/L）定容到 10 mL 容量瓶中作为待测样品。

污泥焚烧灰：

向 10 g 样品中加入硝酸，在电热板上进行加热分解。冷却后添加内标元素钇（Y），用盐酸（1 mol/L）定容到 100 mL 容量瓶中作为待测样品。

■ 测定条件

Instrument and Analytical Conditions

使用岛津全谱型 ICP 发射光谱仪 ICPE-9820 进行测定。表 1 为测定条件。ICPE-9820 可自动切换高灵敏度轴向观测（AX）与适合高浓度分析的纵向观测（RD）进行测定，从而对污泥焚烧灰中的微量元素至高浓度元素的宽浓度范围进行同时分析。另外，通过垂直放置等离子体炬管，可减少样品残留和防止炬管积盐。由此缩短了清洗时间，可高效率地分析硼等容易残留的元素，还可对污水处理水和污泥焚烧灰等样品中浓度差异较大的同一元素进行高效率分析。

表 1 测定条件
Analytical Conditions

仪器	: ICPE-9820
高频输出	: 1.2 kW
等离子体气流量	: 10 L/min
辅助气流量	: 0.6 L/min
载气流量	: 0.7 L/min
进样	: 雾化器 10
雾化室	: 旋流雾化室
等离子体炬管	: 微型炬管
观测方向	: 轴向（AX）/纵向（RD）

■ 分析

Analysis

通过标准曲线法-内标法对污水和污泥焚烧灰分解液、污水处理水进行定量分析（也使用 ICP-MS（岛津 ICPM-8500）对污水进行了相同的定量分析，并确认了极其微量的分析值）。

[参考资料]

- 1) 关于根据肥料管制法规定普通肥料法定规格等事项（1986年2月22日日本农林水产省告示第284号，2012年8月8日修订日本农林水产省告示第1985号 施行 2012年9月7日）
- 2) 土壤污染对策法施行规则（2002年12月26日 日本环境省令第二九号）
- 3) 下水水质检查方法等的相关省令（1962年12月17日 日本厚生省及建设省令第1号，2012年5月23日修订 日本国土交通省及日本环境省令第2号）
- 4) 规定排水标准的省令（1971年6月21日 日本总理府令第35号，2013年9月4日修订 日本环境省令第20号）
- 5) JIS K0102-2013（工厂排水试验法）

■ 分析结果

Analytical Results

表 2 为在测定高浓度样品后立即测定空白样品的空白值（残留值）。因为空白值小于排放标准 1/1000，因此即便在导入高浓度污泥样品后，也不会影响对污水中的微量元素进行分析。

表 3 为分析结果。污泥焚烧灰和污水处理水的检测限均小于各基准值的 1/10。该方法灵敏度高，可满足分析要求。处理水的定量值为微量，小于排放标准的 1/100，得到了与 ICP-MS 基本一致的结果。

图 1 为锌（Zn）的标准曲线。同时使用轴向和纵向观测模式，可扩大定量浓度范围。软件将自动推荐最佳分析波长的标准工作曲线，由此缩短分析结束后数据处理时间。

■ 总结

Conclusion

综上所述，使用 ICPE-9820 可高灵敏度地分析污水和污泥焚烧灰中的微量元素，并可准确分析高浓度元素。

表 2 刚测定高浓度样品后的空白值（单位：mg/L）
Blank Levels Obtained Directly After Measurement of High-Concentration Sample

	Cu	B	Zn	Fe
高浓度样品溶液	100 (1000)	10 (100)	100 (1000)	2500 (25000)
刚导入高浓度样品后的空白值	< 0.0005 (0.005)	< 0.0005 (0.005)	0.0006 (0.006)	0.01 (0.1)

()：固体换算值 (mg/kg)

表 3 污泥焚烧灰与污水的分析结果
Analytical Results for Sewage Sludge Ash and Treated Sewage

	污泥焚烧灰 (mg/kg)					污水 (mg/L)				
	土壤含量基准	普通肥料的法定规格	检测限	定量值	观测方向	排放标准	检测限	定量值	定量值 (ICP-MS)	观测方向
Cd	150	5	0.002	2.3	AX	0.1	0.00004	0.00007	0.00005	AX
Cr		500	0.004	129	AX	2	0.0001	0.0014	0.0015	AX
Cr ⁺⁶	250	0.5								
Pb	150	100	0.02	59	AX	0.1	0.0004	0.001	0.0011	AX
B	4000		0.003	18	AX	10	0.0001	0.082	0.084	AX
Cu			0.006	621	RD	3	0.0001	0.01	0.011	AX
Zn			0.003	972	RD	2	0.00006	0.051	0.05	AX
Ni		300	0.004	78	AX		0.0001	0.019	0.017	AX
Mn			0.0004	637	RD	10	0.00001	0.029	0.028	AX
Fe			0.002	22400	RD	10	0.00004	0.098	0.101	AX

污泥焚烧灰浓度 = 测定值 × 稀释因子 (100 mL/10 g)，污水处理水浓度 = 测定值 × 浓缩因子 (10 mL/50 mL)

AX: 轴向观测, RD: 纵向观测

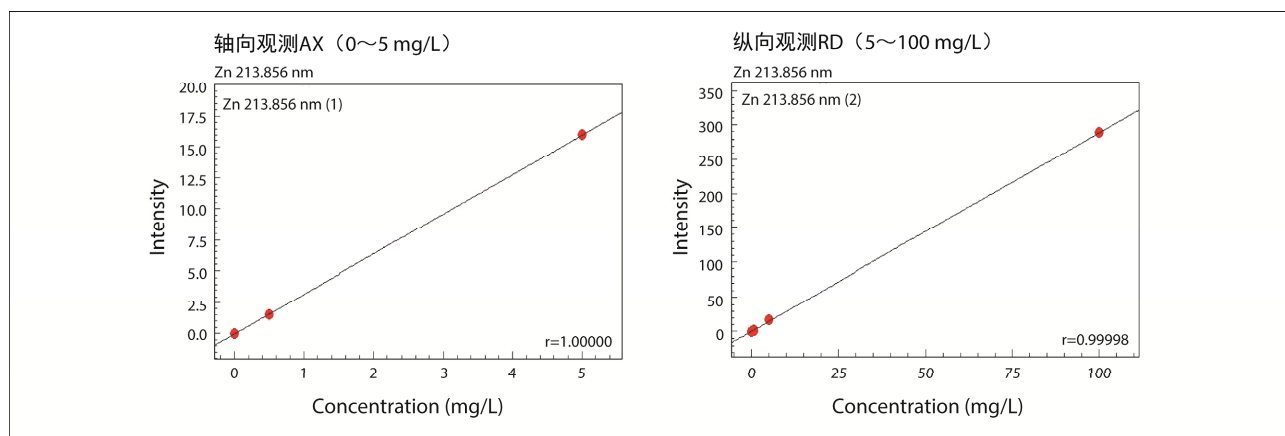


图 1 轴向观测与纵向观测条件下的锌 (Zn) 标准曲线
Calibration Curves of Zn by Axial View and Radial View



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2014 年 11 月