

Application Note

Анализ сточных вод и иловых осадков на ICPE-9000



■ Вступление

В связи с ростом количества иловых осадков в отводных и канализационных системах наблюдается увеличение числа очистных сооружений и предприятий по переработке жидких бытовых отходов. В настоящее время, жидкие бытовые отходы и иловые осадки в процессе переработки либо сжигаются, либо утилизируются на специальных полигонах, или производится их переработка для последующего использования в качестве сырья для строительной промышленности или производства удобрений. Поэтому в иловых осадках необходимо постоянно контролировать уровень тяжелых металлов, чтобы ограничить их проникновение в окружающую среду.

В этом приложении проведено исследование состава сточных вод и иловых осадков на многопрофильном ИСП эмиссионном спектрометре ICPE-9000. В стандартной комплектации ICPE-9000 используется наиболее чувствительный аксиальный обзор плазмы. При использовании радиального обзора (функция), возможно одновременное определение микрокомпонентов, таких как кадмий и высоких содержаний железа, цинка и алюминия и т.п. Более того, возможно одновременное измерение элементов, содержания которых изменяются в широком диапазоне концентраций.

■ Образцы

- Зола илового осадка, переработанная
- Канализационная сточная вода

■ Подготовка проб

Иловый осадок:

К навеске образца массой 10 г прилить азотной кислоты и разлагать при нагревании до полного растворения. После остывания раствора, прилить 1 мл соляной кислоты, добавить внутренний стандарт Y (иттрий) 40 мг/л и довести до объема 100 мл.

Канализационная вода:

К образцу воды добавить азотной и хлорной кислоты, и разлагать при нагревании до появления белых паров. После остывания, добавить 1 мл соляной кислоты и упарить в 5 раз. Добавить раствор внутреннего стандарта Y (иттрия) концентрацией 40 мг/л. Измерения проводились из приповерхностного слоя, поэтому фильтрование раствора не проводилось.

■ Анализ

Точность проводимых измерений на ICPE-9000 обеспечивается построением калибровочных зависимостей и методом внутренней стандартизации. Все измерения были продублированы методом ИСП МС (Shimadzu ICPM-8500).

■ Настройки прибора

Спектрометр	:	ICPE-9000
Мощность генератора	RF :	1.2 (кВт)
Охлаждающий поток	:	10 (л/мин)
Плазменный поток	:	0.6 (л/мин)
Несущий поток	:	0.7 (л/мин)
Система ввода пробы	:	Коаксиальный распылитель (Барботер)
Распыление образца	:	1.0 (мл/мин)
Распылительная камера	:	Циклонного типа
Доп. приспособления	:	Минигорелка
Направление обзора	:	Аксиальное / Радиальное

■ Результаты измерений

В таблице 1 указаны результаты анализа иловых осадков, полученные на ICPE-9000 и методом ИСП МС. Контуры спектральных линий иловых осадков и сточных вод показаны соответственно на рис. 1 и 2 и рис. 3 и 4. В обычных ИСП системах, требуемая аналитическая линия выбирается исходя из концентрации элемента и фонового содержания, в то время как в ICPE-9000, оптимальная линия выбирается автоматически для каждой пробы.

Калибровочные зависимости приведены на рис. с 5 по 7.

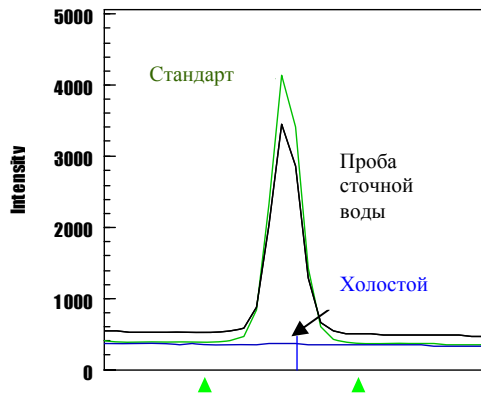
Литература

- Sewage Test Methods (Japan Sewage Works Association, 1997 Version)
- Prime Minister's Office Regulation providing assessment standards for industrial waste (Prime Minister's Office Regulation No.5, 1973)
- JIS K0102-1998 (Testing methods for industrial wastewater)

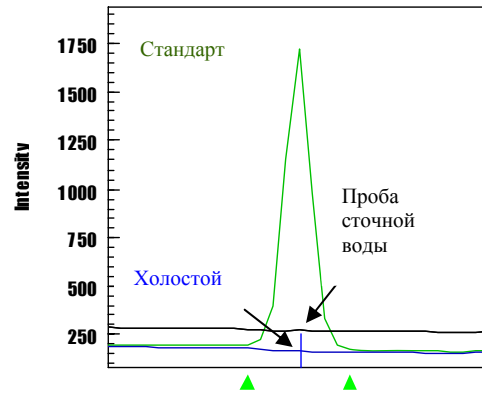
Таблица 1 Результаты анализа сточных иловых осадков и сточных вод.

Название образца	Зола илового осадка ICPE-9000 (мг/кг)	Сточная вода ICPE-9000 (мг/л)	Сточная вода ICP-MS (мг/л)
Элемент			
B	20	0.083	0.084
Cd	2.5	0.00004	0.00005
Cr	130	0.0013	0.0015
Cu	620	0.012	0.011
Fe	22200	0.097	0.101
Mn	640	0.027	0.028
Ni	77	0.018	0.017
Pb	57	0.001	0.0011
Zn	970	0.048	0.050

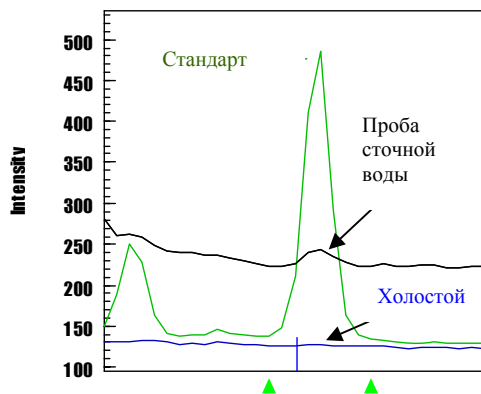
B 249.773 Best
Условия 1



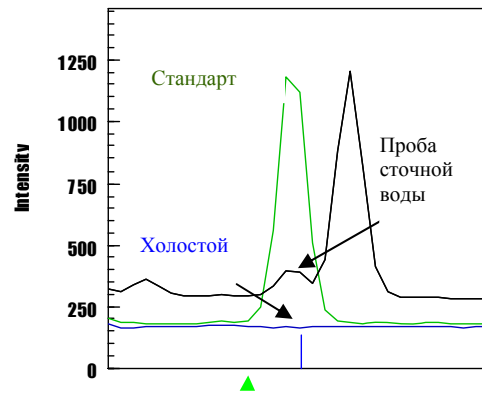
Cd 214.438 Best
Условия 1



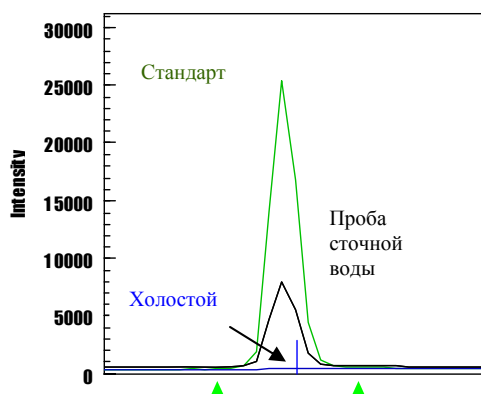
Cr 205.552 Best
Условия 1



Cu 213.598 Best
Условия 1



Fe 238.204 Best
Условия 1



Mn 257.610 Best
Условия 1

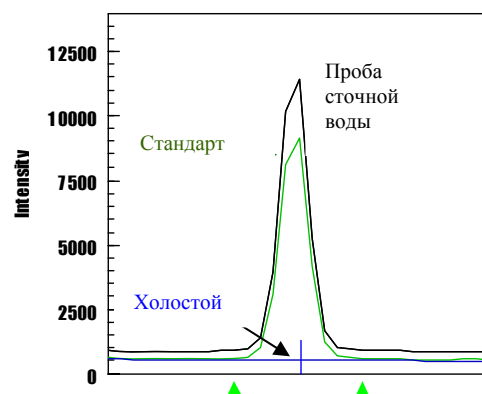
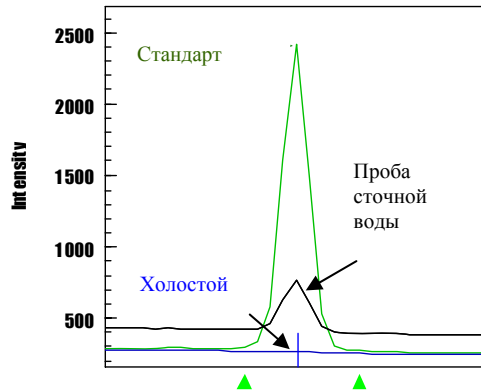


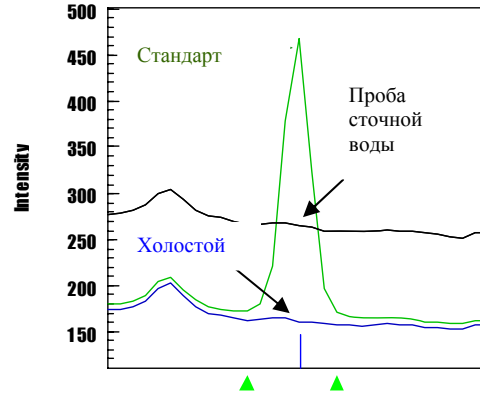
Рис. 1. Контурсы спектральных линий анализа сточных вод
Условия 1: Аксиальный обзор, Условия 2: Радиальный обзор

Ni 231.604 Best

Условия 1

**Pb 220.353 Best**

Условия 1

**Zn 213.856 Best**

Условия 1

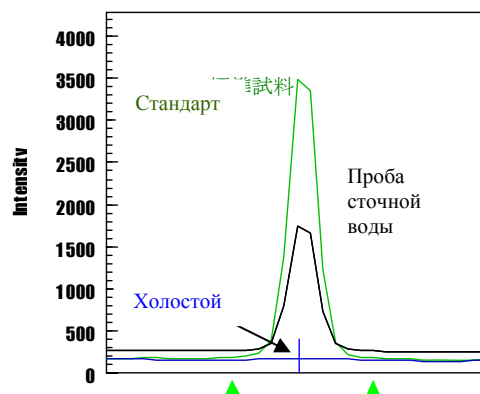


Рис. 2. Контурные спектральные линии анализа сточных вод
Условия 1: Аксиальный обзор, Условия 2: Радиальный обзор

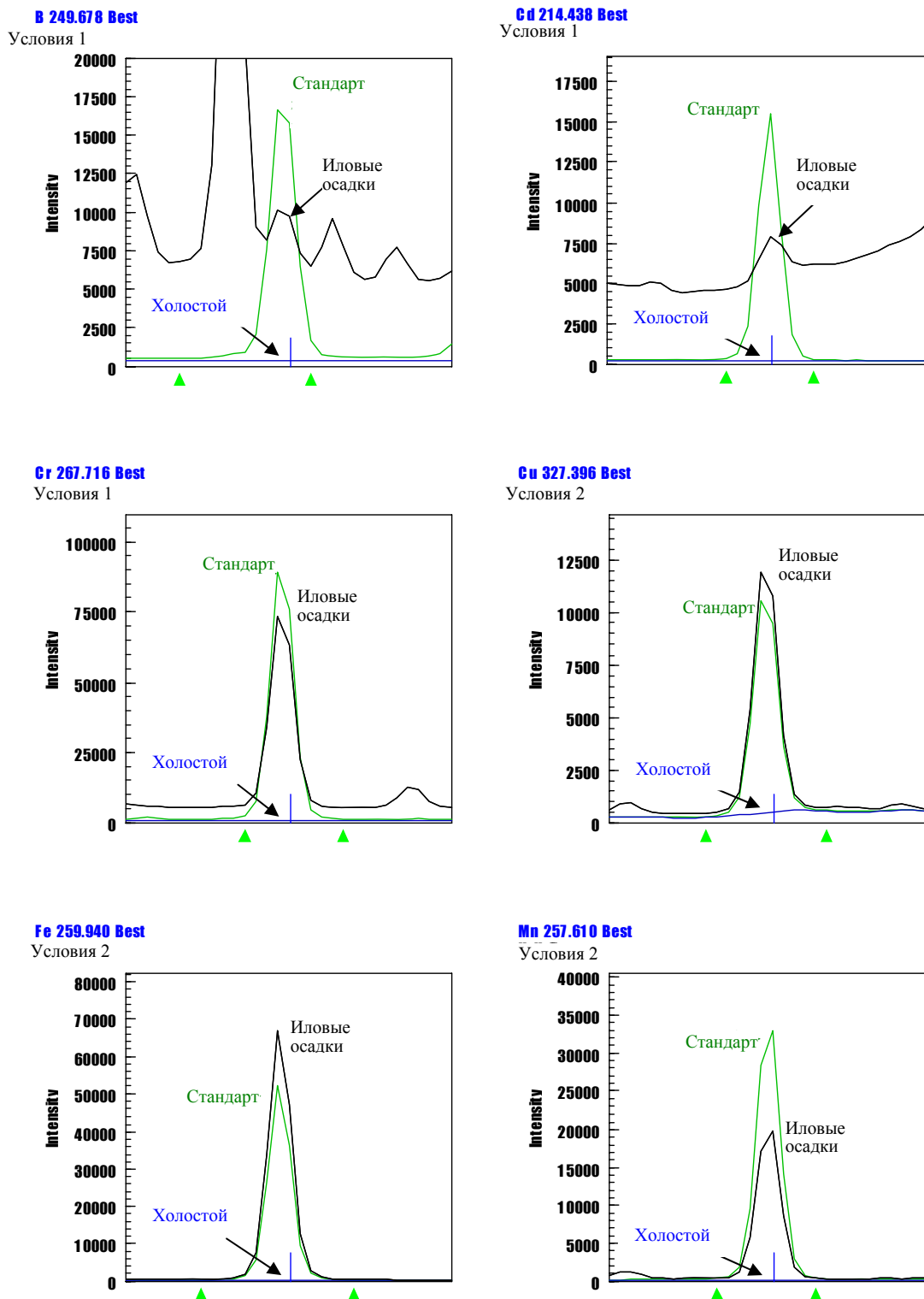


Рис. 3. Контуры спектральных линий анализа сточных вод
Условия 1: Аксиальный обзор, Условия 2: Радиальный обзор

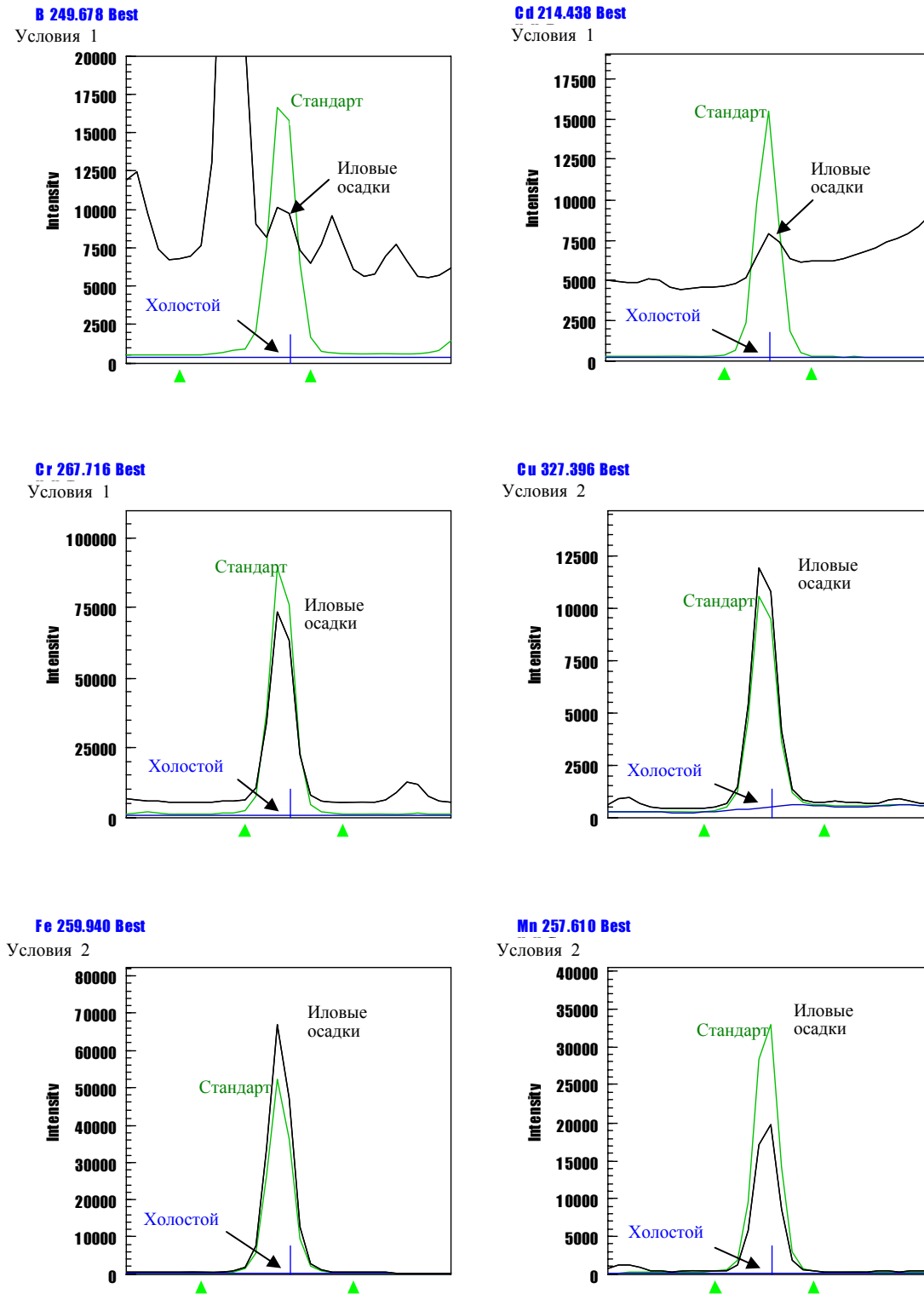


Рис. 4. Контуры спектральных линий растворов иловых осадков
Условия 1: Аксиальный обзор. Условия 2: Радиальный обзор

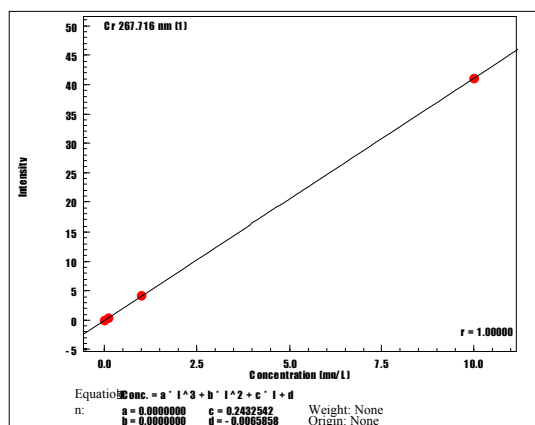
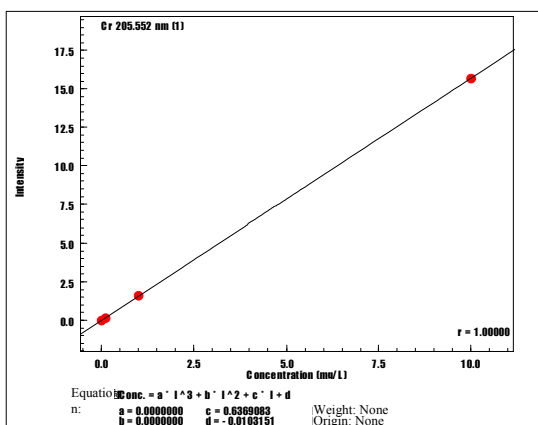
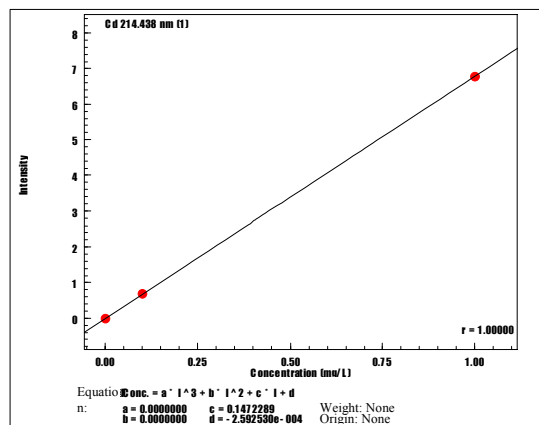
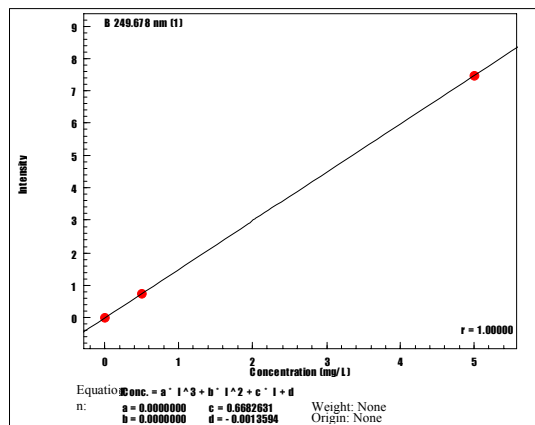
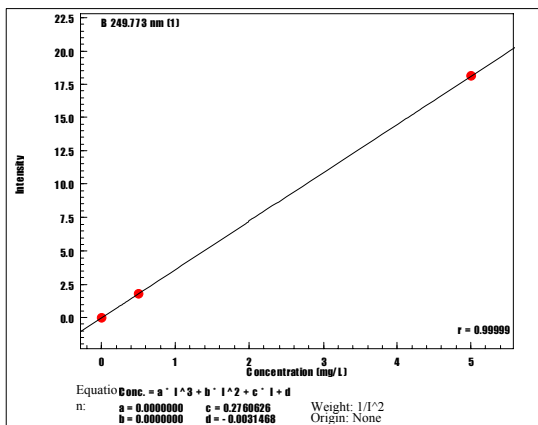


Рис. 5 Калибровочные зависимости

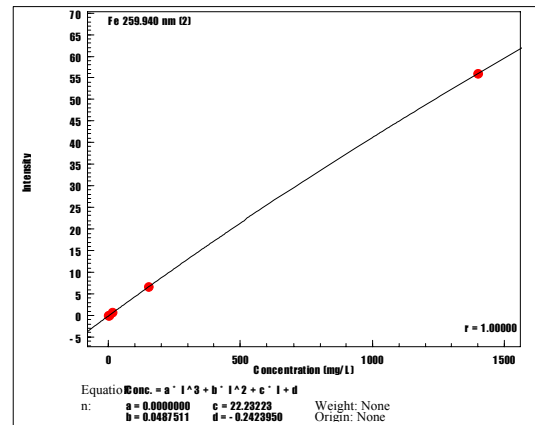
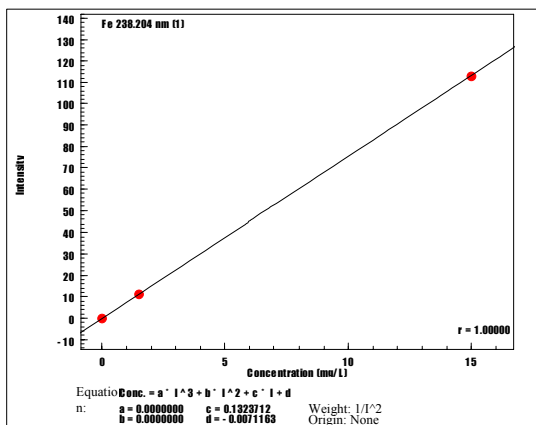
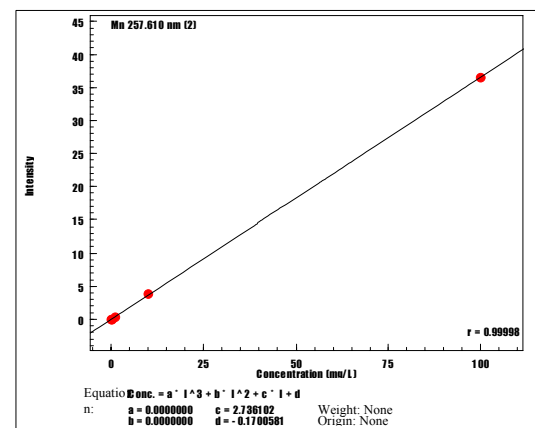
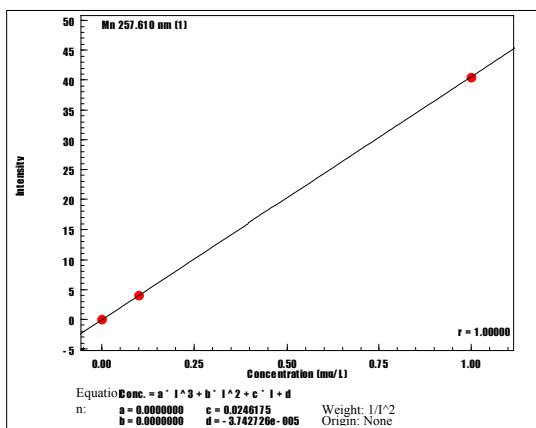
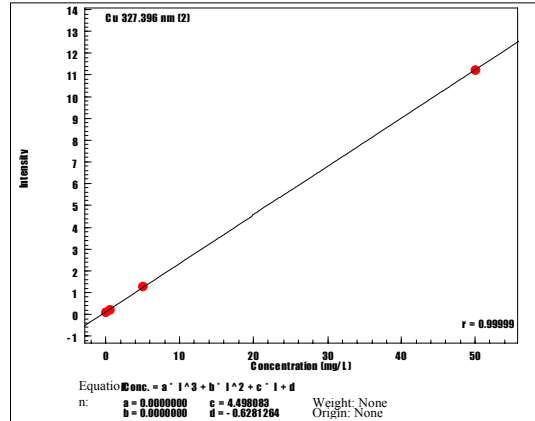
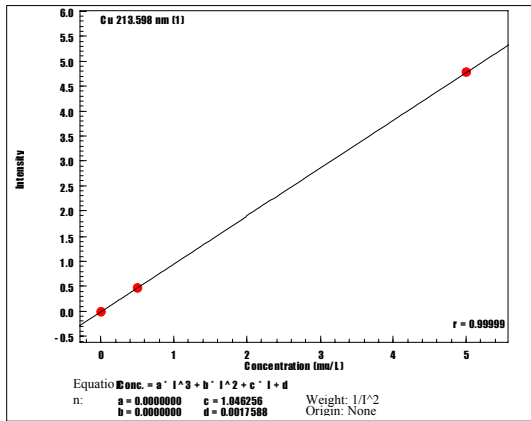


Рис. 6 Калибровочные зависимости

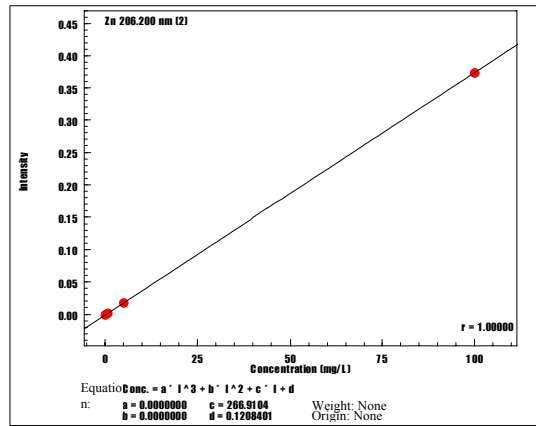
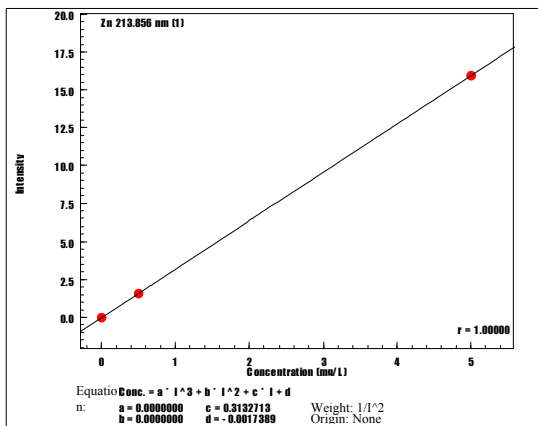
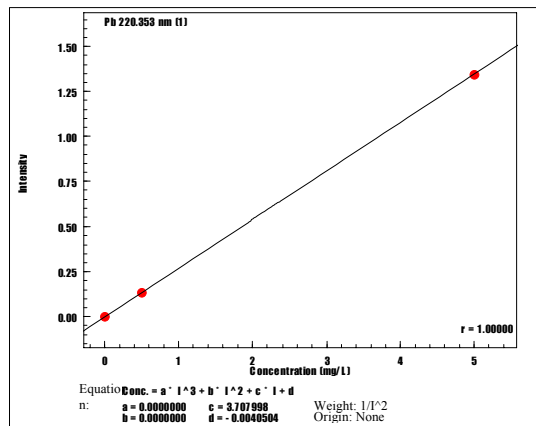
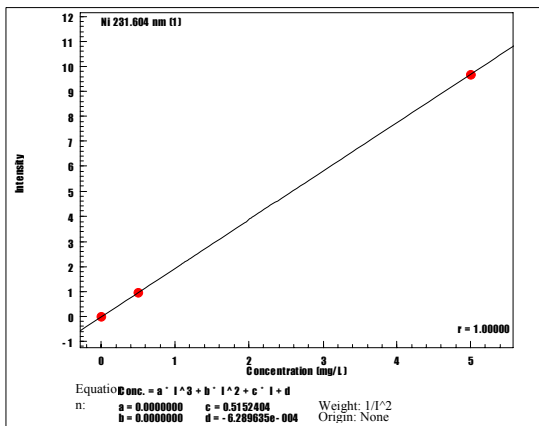


Рис. 7 Калибровочные зависимости