

# Application News

## No.J107

ICP 発光分光分析  
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

### 下水汚泥・下水処理水中重金属の分析： ICPE-9820

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

#### ■はじめに

##### Introduction

特定事業場からの排水や生活排水等は、下水処理場において浄化された後、公共用水域に放流、または工業用水等に再利用されます。処理水を公共用水域に放流する場合、排水基準を満たすことが求められます。

一方、下水処理の過程で発生する下水汚泥の増加が問題となっています。このため、下水汚泥は、廃棄量の削減と再資源化を目的として、焼却の後、セメント原料や土木資材、肥料等に再利用されています。下水汚泥を再利用するためには、人体への健康被害や環境保護の観点から、有害な重金属の含有量を調べる必要があります。下水汚泥焼却灰は、埋め立て等で廃棄する場合は、産業廃棄物に該当し、廃棄物処理法に従いますが、再利用する場合は、有価物の位置づけとなり、土壤汚染対策法や肥料取締り法などの規制に準拠することになります。

下水処理水は排水基準を満たすために高感度で、また下水汚泥焼却灰は Pb、Cd などの微量元素から高濃度元素までを正確に定量する必要があります。

今回、島津マルチ型 ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用い、下水処理場で浄化処理された処理水および下水汚泥焼却灰の分析を行いました。

ICPE-9820 は、独自設計のプラズマ発光部により、微量から高濃度まで、高感度、高精度でスループット良く分析できます。

S. Hashimoto

#### ■試料

##### Sample

下水処理水（放流水）  
下水汚泥焼却灰

#### ■試料の前処理

##### Sample Preparation

下水処理水：

試料 50 mL に硝酸、過塩素酸を加え、ホットプレート上で白煙が発生するまで加熱分解を行いました。放冷後、内標準元素として Y（イットリウム）を添加し、塩酸（1 mol/L）で 10 mL に定容し分析用試料としました。

下水汚泥焼却灰：

試料 10 g に硝酸を加え、ホットプレート上で加熱分解を行いました。放冷後、内標準元素として Y（イットリウム）を添加し、塩酸（1 mol/L）で 100 mL に定容し分析用試料としました。

#### ■装置と測定条件

##### Instrument and Analytical Conditions

測定には、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用いました。測定条件を Table 1 に示します。ICPE-9820 は、高感度な軸方向観測（AX）と高濃度分析に適した横方向観測（RD）を自動で切り換えて測定でき、汚泥焼却灰などの微量元素から高濃度元素まで幅広い濃度領域を一斉に分析できます。また、プラズマトーチは縦方向に配置されており、メモリー効果を軽減できます。ホウ素などメモリーの残りやすい元素はもちろん、下水処理水と下水汚泥焼却灰など、試料ごとに同一元素で濃度が大きく異なる場合でも、短いリンス時間で効率よく分析できます。

Table 1 測定条件  
Analytical Conditions

装置	: ICPE-9820
高周波出力	: 1.2 kW
プラズマガス流量	: 10 L/min
補助ガス流量	: 0.6 L/min
キャリアーガス流量	: 0.7 L/min
試料導入	: ネプライザー10
チャンパー	: サイクロンチャンパー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸 (AX) / 横 (RD)

#### ■分析

##### Analysis

検量線法・内標準法で下水汚泥焼却灰分解液、下水処理水の定量分析を行いました。（下水処理水に関しては、ICP-MS（島津 ICPM-8500）でも同様の定量を行い、極微量の分析値の確認を行いました。）

[参考資料]

- 1) 肥料取締法に基づき普通肥料の公定規格を定める等の件（昭和 61 年 2 月 22 日農林水産省告示第 284 号、平成 24 年 8 月 8 日改正農林水産省告示第 1985 号 施行 平成 24 年 9 月 7 日）
- 2) 土壤汚染対策法施行規則（平成 14 年 12 月 26 日環境省令第 29 号）
- 3) 下水の水質の検定方法等に関する省令（昭和 37 年 12 月 17 日厚生省・建設省令第 1 号、平成 24 年 5 月 23 日改正国土交通省・環境省令第 2 号）
- 4) 排水基準を定める省令（昭和 46 年 6 月 21 日総理府令第 35 号、平成 25 年 9 月 4 日改正 環境省令第 20 号）
- 5) JIS K0102-2013（工場排水試験法）

## ■分析結果

### Analytical Result

Table 2 に、高濃度試料を測定した直後にブランク試料を測定したブランク値（メモリー）を示します。ブランク値は、排水基準の 1/1000 以下の低いレベルに低減されていますので、高濃度の下水汚泥試料を導入した後に、微量の下水処理水の分析をしても問題ありません。

Table 3 に分析結果を示します。検出限界は下水汚泥焼却灰、下水処理水ともに各基準値の 1/10 以下と高感度です。処理水の定量値は、排水基準の 1/100 以下と微量ですが、ICP-MS の結果とほぼ一致した結果が得られました。

Fig. 1 に Zn の検量線を示します。軸方向／横方向観測を併用することにより、定量濃度範囲を広くすることができます。どの検量線を適用するかは、試料ごとにソフトウェアが自動で判断しますので、分析終了後のデータ評価にかかる時間も短縮できます。

## ■まとめ

### Conclusion

ICPE-9820 は、下水汚泥焼却灰および下水処理水中の微量元素を高感度に、高濃度元素も正確に分析できます。

Table 2 高濃度試料を測定した直後のブランク値 (単位: mg/L)  
Blank Level Measured After Injecting a High Concentration Sample

	Cu	B	Zn	Fe
高濃度試料溶液	100 (1000)	10 (100)	100 (1000)	2500 (25000)
高濃度試料を導入した直後のブランク値	< 0.0005 (0.005)	< 0.0005 (0.005)	0.0006 (0.006)	0.01 (0.1)

( ) : 固体換算値 (mg/kg)

Table 3 下水汚泥焼却灰と下水処理水の分析結果  
Analytical Results of Sewage Sludge and Sewage

	下水汚泥焼却灰 (mg/kg)					下水処理水 (mg/L)				
	土壤含有量基準	普通肥料の公定規格	検出限界	定量値	観測方向	排水基準	検出限界	定量値	定量値 (ICP-MS)	観測方向
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 <sup>+6</sup>	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

下水汚泥焼却灰濃度 = 測定値 × 希釈倍率 (100 mL/10 g), 下水処理水濃度 = 測定値 × 濃縮倍率 (10 mL/50 mL)

AX: 軸方向観測, RD: 横方向観測

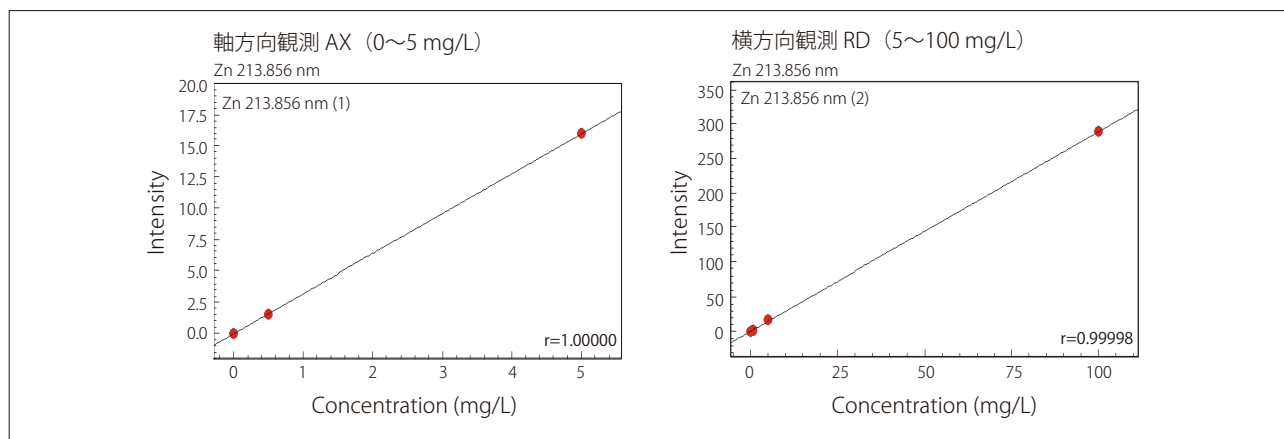


Fig. 1 軸方向観測と横方向観測による亜鉛 (Zn) の検量線  
Calibration Curves of Zn by Axial Viewing and Radial Viewing

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行: 2014年8月

島津コールセンター ☎ 0120-131691  
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。