

Application News

J107K

Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry, ICPE-9820

ICPE-9820을 이용한 하수 및 하수 슬러지 중 중금속 분석

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

■ 서론

생활폐수나 특정 사업장의 배출수는 공공수역으로만 배출하거나 하수처리시설에서 정화 후 공업용수로 재사용이 가능하다. 이러한 처리수를 공공수역으로 배출할 경우에는 방류수 수질기준을 충족하도록 하고 있다.

그러나, 하수 처리 공정에서 발생하는 하수 슬러지의 증가가 문제가 되고 있다. 따라서, 폐기물 저감과 재활용을 목적으로, 소각 후의 하수 슬러지는 시멘트 재료, 토목 재료, 비료 등으로 재사용되고 있다. 하지만, 하수 슬러지의 재사용은 환경 보호 및 잠재적인 건강 위해성의 관점에서 독성 중금속 함량을 신중하게 검토할 필요가 있다.

일본에서는 하수슬러지를 매립지 등에 폐기할 경우, 산업폐기물로 간주하여 '일본 폐기물 처리 및 공공 정화에 관한 법률(폐기물 관리법)'에 의한 규제를 받는다. 다만, 재사용하고자 할 경우 귀중한 자원으로 간주하여 '일본 비료관리법 및 토양오염대책법'에 따른 규제를 받는다.

처리된 하수가 방류수 기준을 만족하는 것을 명확히 하기 위해서는 하수 슬러지의 회분은 미량부터 고농도까지 존재할 수 있는 Pb, Cd 등의 원소를 정확하게 정량할 수 있도록 고감도로 분석되어야 한다.

여기서는 유도결합플라즈마 원자방출분광기(이하 ICP-AES, Shimadzu multi-type ICPE-9800 시리즈)를 이용하여 하수 슬러지 회분과 함께 하수 처리장의 처리수에 대한 분석을 수행하였다. ICPE-9820은 미량에서 고농도 수준의 원소까지 높은 감도와 정확도로 고성능의 분석을 수행할 수 있다.

■ 대상 시료

- 하수 처리수 (방류수)
- 하수 슬러지 회분

■ 시료 전처리

1. 하수 처리수:

시료 50 mL에 질산과 과염소산을 첨가한 후, 백연이 발생할 때까지 핫 플레이트에서 가열 분해 하였다. 냉각 후 내부 표준 원소로 Y(이트륨)를 첨가하고, 1 mol/L의 염산을 첨가하여 부피를 10 mL로 한 용액을 분석 시료로 사용하였다.

2. 하수 슬러지 회분:

시료 10 g에 질산을 첨가하여 핫 플레이트에서 가열 분해 하였다. 냉각 후 내부 표준 원소로 Y(이트륨)를 첨가하고, 1 mol/L의 염산을 첨가하여 부피를 100 mL로 한 용액을 분석 시료로 사용하였다.

■ 기기 및 분석 조건

분석에는 ICP-AES(Shimadzu ICPE-9820)를 사용하였고, 분석 조건은 표 1과 같다. ICPE-9820은 고감도 분석을 위한 축 방

(Axial, 이하 AX) 측정과 고농도 분석에 적합한 횡방향 (Radial, RD) 측정을 자동으로 전환하면서 분석을 수행할 수 있다. 이를 통해 하수 슬러지 회분에서 나타나는 미량에서 고농도까지 넓은 농도 범위에 걸쳐 존재하는 원소들을 동시에 분석할 수 있다. 또한, 플라즈마 토치(Torch)는 메모리 효과를 감소시키기 위해 수직방향으로 배치되어 있다. 붕소와 같이 쉽게 메모리 현상을 일으키는 원소들은 예를 들어, 매우 다른 농도로 동일한 원소가 존재하는 경우에도 하수 처리수와 하수 슬러지 회분의 분석 사이에 짧은 시간의 세정만으로도 효율적으로 분석할 수 있다.

표 1. ICP-AES 분석 조건

Instrument	: ICPE-9800 series
Radio frequency power	: 1.2 kW
Plasma gas flowrate	: 10 L/min
Auxiliary gas flowrate	: 0.6 L/min
Carrier gas flowrate	: 0.7 L/min
Sample introduction	: Nebulizer 10
Spray chamber	: Cyclone chamber
Plasma torch	: Mini torch
Observation	: Axial (AX) / Radial (RD)

■ 분석

하수 슬러지 회분과 하수 처리수의 시험용액을 내부표준법 - 검정곡선법을 이용하여 정량 분석하였다. [하수 처리수의 경우는 분석에서 얻어진 미량 원소의 결과를 비교하기 위해 ICP-MS(Shimadzu ICPM-8500)로도 동일한 정량 분석을 수행 하였다.]

■ 참고 문헌

- 1) Official Specifications Related to Typical Fertilizer Based on the Fertilizer Control Act (Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries Notification No. 284, February 22, 1986, Revised on August 8, 2012 by the Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries Notification No. 1985, Enforced from September 7, 2012)
- 2) Enforcement Regulations Regarding the Soil Contamination Countermeasures Law (Ministry of the Environment Ordinance No. 29, December 26, 2002)
- 3) Ordinance on Test Method for Water Quality of Sewage (Ministry of Health and Welfare/Ministry of Construction Ordinance No. 1, December 17, 1962, Revised on May 23, 2012 by the Ministry of Land, Infrastructure, Transport and Tourism/Ministry of the Environment Ordinance No. 2)
- 4) Ordinance for Determination of Effluent Standards (Prime Minister's Office Ordinance No. 35, June 21, 1971, Revised on September 4, 2013 by the Ministry of the Environment Ordinance No. 20)
- 5) JIS K0102-2013 (Industrial Wastewater Test Method)

■ 분석 결과

고농도 시료 측정 후 연이어 바탕시료를 측정하여 얻은 값(메모리 효과 관련)은 표 2와 같다. 바탕시료의 값이 배출 기준의 1/1000 미만으로 낮아진 것으로부터 고농도 하수 슬러지 시료 도입 후에 미량의 하수 처리수를 분석하더라도 문제가 없음을 알 수 있다.

시료의 분석 결과는 표 3과 같으며, 검출한계는 하수 슬러지 회분과 하수 처리수 모두 기준치의 1/10 미만이었다. 하수 처리수의 분석 결과는 방류수 기준의 1/100 미만인 경우에서도 ICP-MS로 얻은 결과와 거의 일치하였다.

그림 1은 Zn의 검정곡선을 나타낸 것이다. 축방향/횡방향 측광의 조합을 이용하면 정량 가능한 농도 범위를 넓힐 수 있다. 또한 이 중 어떤 검정곡선을 적용할지 소프트웨어가 자동으로 결정해주기 때문에 분석 후 데이터 평가에 소요되는 시간을 단축할 수 있다.

■ 결론

ICPE-9820을 이용하면 하수 슬러지 회분과 하수 처리수 내 미량 원소와 고농도 원소를 모두 고감도로 정확하게 측정할 수 있다.

표 2. 고농도 시료 측정 후 연이어 측정된 바탕 시료의 농도 수준 (단위: mg/L)

	Cu	B	Zn	Fe
고농도 시료 용액	100 (1000)	10 (100)	100 (1000)	2500 (25 000)
고농도 시료 주입 직 후 바탕 시료 용액의 측정 값	< 0.000 5 (0.005)	< 0.000 5 (0.005)	0.000 6 (0.006)	0.01 (0.1)

괄호 안의 값은 고상 시료 기준으로 산출한 값(mg/kg)이다.

표 3. 하수 슬러지 회분과 하수 처리수의 분석 결과

원소	하수 슬러지 회분 (mg/kg)					하수 처리수 (mg/L)				
	토양 농도 기준	일반 비료 기준	검출 한계	분석 결과	측광 방향	방류수 기준	검출 한계	분석 결과	분석 결과 (ICP-MS)	측광 방향
Cd	150	5	0.002	2.3	AX	0.1	0.000 04	0.000 07	0.000 05	AX
Cr		500	0.004	129	AX	2	0.000 1	0.001 4	0.001 5	AX
Cr ⁶⁺	250	0.5								
Pb	150	100	0.02	59	AX	0.1	0.000 4	0.001	0.001 1	AX
B	4000		0.003	18	AX	10	0.000 1	0.082	0.084	AX
Cu			0.006	621	RD	3	0.000 1	0.01	0.011	AX
Zn			0.003	972	RD	2	0.000 06	0.051	0.05	Ax
Ni		300	0.004	78	AX		0.000 1	0.019	0.017	AX
Mn			0.000 4	637	RD	10	0.000 01	0.029	0.028	AX
Fe			0.002	22 400	RD	10	0.000 04	0.098	0.101	AX

하수 슬러지 회분 농도 = 측정값 × 희석배수 (100 mL/10 g),

하수 처리수 농도 = 측정값 × 희석배수 (10 mL/50 mL)

AX: Axial view, RD: Radial view

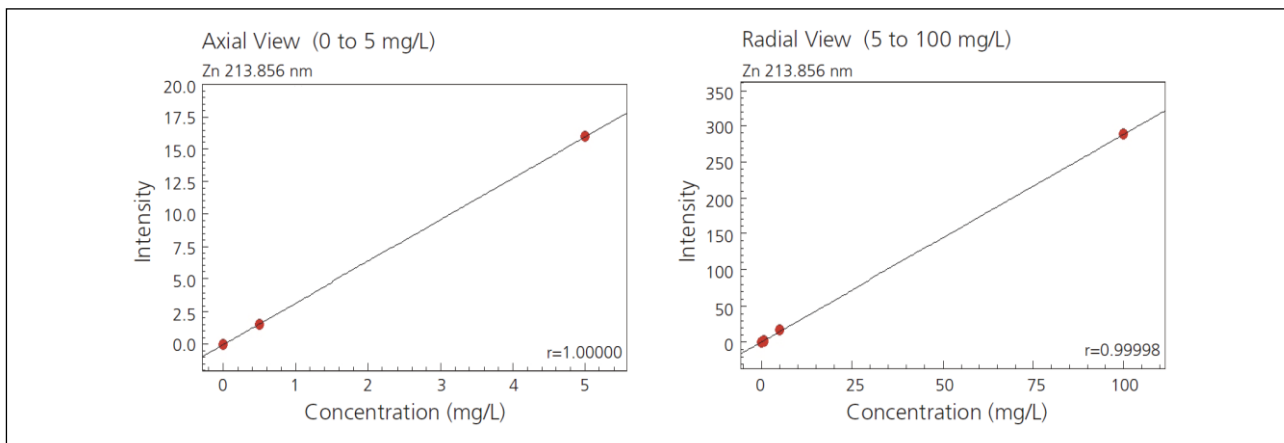


그림 1. 축방향과 횡방향 측광에 따른 Zn의 검정곡선



Shimadzu Corporation
www.shimadzu.com/an/
 Shimadzu Scientific Korea
www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. Not available in the USA, Canada, and China. This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu. Company names, products/service names and logos used in this publication are trademarks and trade names of Shimadzu Corporation, its subsidiaries or its affiliates, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®". Third-party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®". Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.

Copyright © 2023 SHIMADZU group. All rights reserved.