



**INSTITUTET FÖR VATTEN- OCH LUFTVÅRDSFORSKNING**

DROTTNING KRISTINAS VÄG 47 · 114 28 STOCKHOLM · TELEFON 08 - 22 25 40 (VÅXEL)

SPÅRMETALLANALYS I SLAM FRÅN AVLOPPSRENINGSVÄRK

Knut Lundstedt

B 61  
Stockholm  
December  
1969

## Spårmetallanalys i slam från avloppsreningsverk

Knut Lundstedt

### Inledning

Avlopp från små industrienheter leds ofta ut till befintliga kommunala avloppsledningsnät. Detta innebär att kommunala reningsanläggningar kan belastas med avloppsvatten, som egentligen borde behandlas och rensas enligt helt andra och mera specifika metoder. Känsligheten för "främmande" avloppsvattentyper är stor hos anläggningar som arbetar enligt biologiska förfaranden, den biologisk reningsprocessen störs av t.ex. mineralolja eller vissa metalljoner.

Önskvärdheten att tillräckligt exakt, men samtidigt någorlunda enkelt kunna påvisa de för biologiska anläggningar "farligaste" metallerna har motiverat utarbetandet av ett lämpligt förfarande för metallanalys i slam från reningsverk.

### Diskussion

De kolorimetriska analysmetoder som finns för olika metaller är i regel känsliga för störningar från en rad faktorer. Det är därför ofta vanskligt att utföra kolorimetriska metallanalyser på prover av så sammansatt karaktär som vatten och slam från kommunalt reningsverk.

Eftersom atomabsorptionsmetodik för metallanalys börjat bli ganska allmän, har undersökningen haft till syfte att ta fram en ändamålsenlig förbehandlingsmetod för slam från avloppsverk. Själva analysen skall sedan utföras med atomabsorptionsmetodik. Noggrannheten vid detta förfarande är i hög grad beroende av att man vid analysen har provet som en lösning, s fri från suspenderat material som möjligt. I aktivt slam är dessutom ev. närvarande metaller mer eller mindre hårt bundna till slammet. Dessa faktorer gör att någon form av uppslutning eller extraktion för frigörande av metalljonerna blir aktuell.

Undersökningen avsågs ge svar på följande frågor:

För att få förekommande metaller i lösning, är det då lämpligt att:

- a) uppsluta med salpetersyra och perklorosyra?
- b) autoklavera en sur slamsuspension?
- c) smälta ett indunstat och glödगत prov med natriumperoxid?

De metaller som inkluderades i undersökningen var: Cu, Cr, Fe, Ni, Zn och Cd. Slamproverna härrör från två kommunala reningsverk i Stockholms-trakten, här betecknade (H) och (V).

a) Uppslutning med salpetersyra och perklorosyra

Behandlingen utfördes i enlighet med "Standard Methods" rekommendationer avseende kolorimetrisk metallanalys i industriella avloppsvatten.

Vid ifrågavarande uppslutningsmetod är det inte möjligt att eliminera all fast substans, eftersom åtminstone silikatmaterial återstår efter behandlingen. För att avgöra om den fasta återstoden efter uppslutningen fortfarande innehöll någon rest av den ifrågavarande metallen, avskiljdes och tvättades den varpå den kokades med syra en andra gång.

Tabell a

Metall- slag	Slam	U t l ö s t		Totalt
		1:a kokn (som mg/l i uttaget prov)	2:a kokn	
Cu	(V)	21,5	0,12	21,6
	(H)	23,4	0,2	23,6
Cr	(V)	4,17	0	4,17
	(H)	7,75	0,25	8,0
Fe	(V)	350	5,5	355
	(H)	337	12	349
Ni	(V)	11	0	11
	(H)	-	-	-
Zn	(V)	3,88	0,25	5,13
	(H)	49,7	0,08	49,8
Cd	(V)	0,20	0,02	0,22
	(H)	0,50	0	0,50

Resultaten visar att det mesta av metallen finns tillgängligt för analys efter uppslutningen. Den lilla rest som ev. finns kvar i det svårlösta silikatmaterialet är av mindre betydelse eftersom det endast tycks röra

sig om några få procent. Den för uppslutningen använda syran skall kontrolleras med avseende på ev. störande bakgrundsförekomst av de analyserade metallerna.

b) Autoklivering av slamsuspensioner

Två serier slamprover, i vilka surhetsgraden varierades genom  $\text{HNO}_3$ -tillsats, autokliverades vid ca 1 kg övertryck under 1 timme. För den ena serien användes slam (H) med  $\text{HNO}_3$ -halterna 0,14 och 0,84 M. För den andra serien med slam (V) var syrehalterna 0,47, 1,2 och 2,3 M.

I en del fall var autoklivering ej tillräcklig för upplösning av slammet. Proven centrifugerades därför och behandlades med  $\text{HNO}_3$  och  $\text{HClO}_4$  enligt a.

Tabell b.

Metallslag	Slam	$\text{HNO}_3$ -M i prov	Utlöst vid autoklaver	Utlöst vid syrauppslutn.
Cu	(H)	0,14	0,5	21,4
		0,84	23,4	0,2
	(V)	0,47	24,8	
		1,2	25,1	
		2,3	24,9	<0,2
Cr	(H)	0,14	5,45	2,46
		0,84	7,45	0,51
	(V)	0,47	3,31	
		1,2	3,40	
		2,3	3,30	<0,15
Fe	(H)	0,47	303	29
		0,84	292	48
	(V)	0,47	299	
		1,2	320	
		2,3	333	~14
Ni	(H)	0,14	8,5	0,6
		0,84	8,9	0,2
Zn	(H)	0,14	49,5	3,4
		0,84	51,1	0,3
	(V)	0,47	2,47	
		1,2	2,53	
		2,3	2,59	~0,12
Cd	(H)	0,14	0,50	0
		0,84	0,55	0

Dessa resultat visar att autoklavering av en sur slamsuspension, frigör metallerna ur slammet lika effektivt som uppslutning i koncentrerade syror, under förutsättning att provet surgöres tillräckligt före autoklavbehandlingen. Syrakoncentrationen bör vara minst 0,5 M.

Proverna minskar något i volym under kokningen. Antingen måste förlusten ersättas - vilket är enklast - eller måste korrektion för volymminskningen göras vid slutberäkningarna. Vid de här redovisade försöken var volymminskningen i regel omkring 15 %.

#### c) Upps slutning av glödrest i natriumperoxidsmälta

Askan från indunstade och glödgade slamprover gick inte att lösa upp i syra varför upplösning av glödresten i natriumperoxidsmälta prövades. Smältningen utfördes i både järn och nickeldeglar. Återstoden efter denna behandling gick lätt att lösa upp i vatten.

<sup>1</sup>Analysresultaten tydde på att metall i störande mängd tillfördes provet genom detta förfarande, varför smältningsproceduren bedömdes vara mindre lämplig speciellt vid bestämning av låga metallhalter.

#### Kommentarer

De båda behandlingssätten med uppslutning i koncentrerade syror och autoklavkokning i utspädd syra tycks vara lika effektiva när det gäller att ur slam frigöra de metalljoner som är av intresse för analys.

Behandling med koncentrerade syror är ett ganska effektivt sätt att fullständigt bryta ned den organiska substansen och således frigöra bundet metall, men förfarandet kräver noggrann passning av proverna under behandlingen, speciellt som perklorosyra användes.

Autoklaveringen å andra sidan "sköter sig själv" under själva kokningen. En ganska enkel tryckkokare bör kunna användas, eftersom inga höga övertryck krävs. För att förhindra överkokning av syra bör provbehållarna (t.ex. E-kolvar) ej fyllas mer än till hälften. Volymminskningen ersätts sedan proverna fått svalna genom tillsats av salpetersyra till en koncentration av minst 0,5 M, varefter den kvarvarande fasta substansen avskiljs genom filtrering. Vid analysen skall de använda standardlösningarna ha samma syrehalt som proverna.

Eventuellt kan s.k. "inre standard" tillämpas.