

# 城市污水厂剩余污泥中总磷的测定

张肖静, 高健磊, 刘航航, 闫怡新

(郑州大学水利与环境学院, 河南 郑州 450002)

**摘要:** 采用过硫酸钾消解、钼锑抗分光光度法测定城市污水厂剩余污泥中的总磷, 优化了预处理方法、消解方法、过硫酸钾用量、取样质量等试验条件。方法线性良好, 污泥样品平行测定的  $RSD \leq 1.0\%$ , 加标回收率为  $98.0\% \sim 104\%$ 。

**关键词:** 总磷; 钼锑抗分光光度法; 剩余污泥

中图分类号: O657.32 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2010)05-0039-03

## Determination of Total Phosphorus in Surplus Sludge of Urban Sewage Treatment Plant

ZHANG Xiao-jing GAO Jian-lei LIU Hang-hang YAN Yixin

(College of Water Conservancy and Environmental Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou, Henan 450002, China)

**Abstract** The total phosphorus in surplus sludge of urban sewage treatment plant was determined by molybdenum antimony spectrophotometry with digestion of saturated potassium persulfate solution. By optimizing pre-treatment digestion dosage of  $K_2S_2O_8$  and quality of sludge sample, good linearity was obtained. The RSD of parallel sludge samples was  $\leq 1.0\%$ . Spiked recoveries were between  $98.0\%$  and  $104\%$ .

**Key words** Total phosphorus; Molybdenum antimony spectrophotometry; Surplus sludge

近年来城市污水处理厂迅速发展, 产生的污泥量越来越多, 而剩余污泥中含有大量的磷及其他有机物, 可以作为农肥使用<sup>[1]</sup>。确定污泥中各种成分的含量, 有助于通过物料衡算分析生物处理系统的反应过程。因此, 测定污泥中的磷含量很有必要。水中总磷通常采用钼锑抗分光光度法<sup>[2]</sup>测定, 今用该法测定城市污水厂剩余污泥中的总磷, 取得了满意结果。

### 1 试验

#### 1.1 主要仪器与试剂

普析 T6 型紫外分光光度计; 立式烘箱; 立式压力蒸汽灭菌锅; 40 目样品筛。

饱和过硫酸钾溶液; 钼酸盐溶液; 100 g/L 抗坏血酸溶液。

#### 1.2 样品来源

试验污泥取自稳定运行的城市污水处理厂剩余污泥。该污水厂采用多点进水 A<sup>2</sup>O 工艺, 共有

4 个反应池, 前两个均为厌氧池, 后续缺氧池和好氧池。进水流量约  $75\,000\text{ m}^3/\text{d}$  三点 (第一厌氧池、第二厌氧池、缺氧池) 进水比例为 4:2:4, 污泥回流比为 60%, 硝化液回流比为 180%, 出水总磷质量浓度约  $1\text{ mg/L}$ , 总磷去除率达 99%, 剩余污泥排放量为  $2\,000\text{ m}^3/\text{d}$  混合液污泥浓度 (MLSS) 约  $8\,000\text{ mg/L}$ 。

#### 1.3 MLSS 的测定

取 100 mL 污泥, 经烘干滤纸过滤, 再放入烘箱内于  $105\text{ }^\circ\text{C}$  烘 2 h 后称重。测得 MLSS 后, 可以烘干泥样为基准, 计算污泥混合液中总磷质量浓度。

#### 1.4 样品预处理

取 100 mL 污泥, 用纯水淘洗 3 次, 洗去泥中杂质及上清液中溶解性磷酸盐, 只考虑污泥本身的含

收稿日期: 2010-06-04 修订日期: 2010-07-15

基金项目: 河南省重点科技攻关基金资助项目 (082102350004)

作者简介: 张肖静 (1986-), 女, 河南开封人, 硕士生, 主要研究方向为水污染控制理论与技术。

磷量。静置 15 min 弃去上清液, 经烘干滤纸过滤, 弃去滤液。取约 10 g 湿泥, 置于干净的瓷蒸发皿表面, 用玻璃棒摊开, 放入烘箱, 于 60 °C 烘干至恒重 (约需 2 h)。从蒸发皿内壁刮下烘干污泥, 放在硬纸板上, 用干燥玻璃棒碾碎, 过 40 目筛, 筛下物备用。

### 1.5 试验方法

称取过筛后污泥 0.10 g ~ 0.15 g (精确至 0.000 1 g), 放入 250 mL 具塞烧瓶, 加入 100 mL 纯水和 50 mL 饱和过硫酸钾溶液, 置于压力蒸汽灭菌锅中, 待压力上升至 1.1 kg/cm<sup>2</sup>, 保持此压力消解 0.5 h。消解后的水样中会存在少量褐色颗粒物 (此为不能消解的部分), 将消解液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后, 转移至 250 mL 容量瓶中定容, 之后再移取 2 mL 样液于 50 mL 比色管中定容。参照文献 [2], 加入抗坏血酸溶液与钼酸盐溶液, 于 700 nm 波长处测量吸光值, 由校准曲线查得总磷质量 ( $m$ , g)。

污泥混合液中总磷质量浓度 ( $C$ , mg/L) 由下式计算:

$$C_1 = \frac{m}{M}$$

$$C = \frac{C_1 \times \text{MLSS}}{1000} + C_2$$

式中:  $C_1$ ——单位质量干泥中总磷质量比, mg/g;  $M$ ——污泥样品质量, g;  $C_2$ ——污泥上清液中总磷质量浓度, mg/L。

## 2 结果与讨论

### 2.1 试验条件优化

#### 2.1.1 样品预处理

污泥样品预处理一般采用自然风干的方法, 可以避免污泥中磷的流失, 但耗时较长。取 9 份同一批过滤后的污泥样品, 分别经自然风干、60 °C 烘干和水浴锅蒸干 3 种干燥方法处理后, 用上述方法消解和测定, 结果表明, 风干和烘干泥样的测定结果差异不大, 但风干法耗时长, 且 RSD 值较烘干法高; 蒸干法虽然耗时短, 但可能由于温度太高、样品置于水浴锅上暴露在空气中等原因, 造成了磷的流失, 测定结果低于前两种方法, 且 RSD 值高。因此, 该试验选择在烘箱内于 60 °C 烘 2 h 的方法处理污泥样品。

#### 2.1.2 样品消解

烘干且过筛后的污泥样品需经消解才能测定, 目前常用的方法有酸溶法和碱熔融法。酸溶法一般选用高氯酸和浓硫酸消解, 试验过程会消耗大量的酸并产生酸雾, 对实验人员造成危害。此外, 酸溶法加热时需严格控制电炉温度, 避免有机物和酸混合后在过高温度下发生爆炸, 存在着安全隐患。碱熔融法将污泥样品与氢氧化钠放在镍坩埚内, 置于高温炉中密闭式消解, 工作量较大, 且坩埚内壁容易有残留, 带来误差。该试验选择与水样中总磷相同的消解方法 (过硫酸钾消解法), 并比较了 3 种消解方法对 9 份同一批烘干后污泥样品测定结果的影响, 见表 1。

表 1 3 种样品消解方法的测定结果比较

Table 1 Comparative result of 3 kinds of digestion methods

消解方法	样品	时间	质量比 <sup>①</sup> $w/(mg \cdot g^{-1})$	平均值 $w/(mg \cdot g^{-1})$	RSD /%
酸溶法	1	约 1.5 h (加热 1 h)	29.7	29.9	0.6
	2		30.1		
	3		29.9		
碱熔融法	4	约 2 h (加热 1 h)	30.0	29.9	0.4
	5		29.8		
	6		29.9		
过硫酸钾消解法	7	约 1 h (消解 0.5 h)	30.1	30.1	0.5
	8		29.9		
	9		30.2		

① 干泥。

由表 1 可见, 3 种消解方法的测定结果差异不大, 过硫酸钾消解法更省时, 测定值也较高, 适用于污泥样品中总磷的消解。由于与水样中总磷的消

解方法相同, 避免了增加仪器和试剂, 降低了成本。

#### 2.1.3 过硫酸钾用量

将同一批污泥样品烘干后, 分成质量相近的 6

份,加入 100 mL 纯水,再分别加入不同体积的饱和过硫酸钾溶液,置于压力锅内消解,测定结果见表 2。

表 2 过硫酸钾用量对测定结果的影响  
Table 2 Comparative result of  $K_2S_2O_8$  addition

样品	过硫酸钾 体积 $V$ / mL	污泥质量 $m$ / g	总磷质量 $m$ / $\mu$ g	质量比 <sup>①</sup> $w$ /( $mg \cdot g^{-1}$ )
1	40	0.119 7	3 573	29.8
2	45	0.120 3	3 609	30.0
3	50	0.120 6	3 640	30.2
4	55	0.120 0	3 620	30.2
5	60	0.120 8	3 644	30.2
6	70	0.121 0	3 651	30.2

① 干泥。

由表 2 可见,过硫酸钾用量增加至 50 mL 后,测定结果几乎不再变化。因此,该试验选择加入饱和过硫酸钾溶液 50 mL。

#### 2.1.4 取样质量

城市污泥含磷量较高,取样质量不能过大,以免消解不完全,而样品太少又会导致测定误差较大。试验表明,称取 0.100 0 g 干泥,消解完全,测定误差较小。

#### 2.2 校准曲线

参照文献 [1],以总磷质量对吸光值绘制校准曲线,回归方程为  $m = 102.4A - 0.0027$ ,相关系数  $R^2 = 0.9999$ 。总磷校准曲线见图 1。

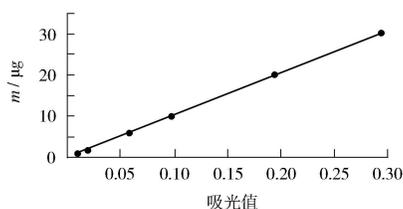


图 1 总磷校准曲线

Fig 1 Standard curve of detecting total phosphorus

#### 2.3 精密度试验

取 6 个污泥样品,用上述方法平行测定 6 次,结果见表 3。

#### 2.4 加标回收试验

取 6 个污泥样品,分别加入一定质量的固体磷酸二氢钾,消解后经适当稀释,做加标回收试验,回收率符合控制限要求<sup>[3]</sup>,结果见表 4。

表 3 精密度试验结果

Table 3 Results of precision analysis

样品	单位质量干泥中总磷质量比						平均值 $w$		RSD /%
	$w$ / ( $mg \cdot g^{-1}$ )						$w$ / ( $mg \cdot g^{-1}$ )		
1	30.1	30.3	30.3	30.2	29.5	30.0	30.1	30.1	1.0
2	30.2	30.0	30.4	30.3	29.8	30.2	30.2	30.2	0.7
3	30.2	30.3	29.8	30.0	30.1	30.2	30.1	30.1	0.6
4	30.0	30.1	29.9	30.2	30.4	30.4	30.2	30.2	0.6
5	30.0	30.2	30.6	30.2	30.3	29.6	30.2	30.2	1.0
6	30.4	30.2	30.0	30.3	29.8	30.1	30.1	30.1	0.6

表 4 加标回收试验结果

Table 4 Results of spiked recovery test

样品	污泥质量 $m$ / g	总磷质量 $m$ / $\mu$ g	加标量 $m$ / $\mu$ g	测定值 $m$ / $\mu$ g	回收率 /%
1	0.111 5	16.77	8	24.86	101
2	0.122 1	18.48	8	26.43	99.4
3	0.130 1	19.78	8	27.96	102
4	0.141 8	21.60	4	25.52	98.0
5	0.150 2	22.96	4	27.06	102
6	0.160 7	24.70	4	28.85	104

### 3 结语

(1) 污泥样品于 60 °C 烘干,操作简便,且与测定 MLSS 的干燥方式相同,减少了污泥混合液中总磷质量浓度计算过程中的误差。应注意烘箱温度不能太高,避免总磷流失。

(2) 选择过硫酸钾消解法,与水样中总磷的消解方法相同,可以使用同一条校准曲线和同样的试剂,避免了物料衡算中水样和污泥中总磷测定方法不同所带来的误差。

(3) 试验表明,在稳定运行的污水处理系统,剩余污泥中的总磷含量基本不变,该试验测定值约 30.0 mg/g 干泥,与文献 [4] 的测定结果接近。

(4) 采用钼锑抗分光光度法,污泥样品平行测定的  $RSD \leq 1.0\%$ ,加标回收率为 98.0% ~ 104%,适用于城市污水厂剩余污泥中总磷的测定。

[参考文献]

- [1] 余兰兰,钟秦.城市污泥的处置及资源化展望[J].环境监测管理与技术,2006,18(2):32-34.
- [2] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会.水和废水监测分析方法[M].4版.北京:中国环境科学出版社,2002.
- [3] 郭晓萌.环境样品加标回收率的控制限探讨[J].环境监测管理与技术,2004,16(2):42-43.
- [4] HENZE M, HARREMOES P, JANSEN J L C. Wastewater treatment—Biological and chemical processes[M]. Berlin: Springer-Verlag, 1997.