

Compare the Methods of Determining Organic Matter in Municipal Sludge

Weixiang Sun*, Hui Li, Ruifang Xue

Qingdao Municipal Drainage Monitoring Center, Qingdao Shandong
Email: *13356883968@189.cn

Received: Mar. 8th, 2017; accepted: Mar. 21st, 2017; published: Mar. 29th, 2017

Abstract

The organic matter contented in the municipal sludge is an important index for municipal sludge stabilization. We measured the organic matter in two samples by gravimetric method, volumetric method (potassium dichromate method) and the instrument method, found that weight method was a little higher than the other two methods (49.7% and 44.4%; 47.1% and 44.441.0%; 48.5% and 38.1%). The results of Potassium dichromate volumetric method and the instrument method were similar (method of relative deviation between these two samples were 1.5% and 3.7%, respectively). Here, we compare the results of organic matter content in the samples by three methods, suggesting the correlation between different methods of organic matter in municipal sludge.

Keywords

Municipal Sludge, Organic Matter Content, Method

城镇污泥中有机物测定方法的比较和探究

孙伟香*, 李 慧, 薛瑞芳

青岛市城市排水监测站, 山东 青岛
Email: *13356883968@189.cn

收稿日期: 2017年3月8日; 录用日期: 2017年3月21日; 发布日期: 2017年3月29日

摘 要

污泥中有机物含量是污泥稳定化的重要指标。通过重量法、容量法(重铬酸钾法)和仪器法三种方法对两个样品中的有机物进行了检测对比, 结果发现重量法比其他两种方法结果偏高一点(分别是49.7%和

*通讯作者。

44.4%，47.1%和41.0%，48.5%和38.1%)。重铬酸钾容量法和仪器法测定结果相差不大(两个样品方法间的相对偏差分别是1.5%和3.7%)。通过三种方法测定了样品中的有机物含量，提示城镇污泥中有机物不同测定方法间的相关性及可比性。

关键词

污泥，有机物含量，方法

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

近年来，随着全国污水厂蓬勃发展，城镇污水处理厂的副产物-污泥的产量也越来越多，怎样利用和处置污泥引起越来越多人的关注。在污水处理中，不同处理过程产生的各类沉淀物、漂浮物等统称为污泥。污泥按照成分及性质可分为有机污泥和无机污泥。有机污泥以有机物为主要成分，常简称为污泥[1][2]。其主要特性是有机物含量高，容易腐化发臭，颗粒较细，密度较小含水率高且不易脱水，呈胶状结构的亲水性物质。生活污水污泥或混合污水污泥均属于有机污泥。无机污泥以无机物为主要成分，常称为沉渣。该文测定的主要是污水处理厂的污泥，属于有机污泥。

大量城镇污泥在减量化、稳定化、无害化的处置过程中，需要测定污泥中有机物的含量。有机物含量是污泥稳定化重要指标。在 GB18918 中污泥稳定化指标提到有机物降解率，而测定污泥中的有机物，目前可用的方法有重量法和容量法(重铬酸钾法)两种[2][3]。我们在实际工作中，建立了仪器法，即根据经验用总有机碳测定仪测定其中的总有机碳，再乘以 Van Bemmelen 因数把有机碳换算成有机物(有机质)。

本文通过制备两个统一的样品，分别采用重量法、容量法(重铬酸钾法)和仪器法测定其中的有机物。通过三种方法测定统一样品中的有机物，根据实验数据说明城镇污泥中有机物不同测定方法间的相关性及可比性。

2. 样品制备

对新采回的污泥，必须在污泥晾干压碎后，平摊成薄层，每天翻动一次，在空气中暴露一周后制样，两个样品命名为 TDHG 和 SMHG。将自然风干后的污泥样品置于瓷研钵或玛瑙研钵中研磨，剔除大小砾石和杂物，全部过 20 目尼龙筛，直至筛上物不含泥样，弃去筛上杂物；过 20 目筛后的样品全部置于方形无色聚乙烯薄膜上用掀角法充分混匀；将混匀后的样品堆成圆锥形，然后将圆锥顶端压成圆饼，用十字分样板自上压，分成四等分，任选对角线两等分，重复操作数次，直至该粒度对应的最小样品量。取其对角线的两份样品混合后再进行细磨；细磨后的样品全部过 100 目筛，充分混匀后装入棕色广口瓶中，冷冻保存待用。

3. 测定方法和结果

3.1. 重量法测定有机物含量

测定步骤：

称取重量为 m_2 的样品置于恒重为 m_1 的蒸发皿中，将样品和蒸发皿放入马弗炉中 600℃灼烧 1 h，待

炉内温度降至 200℃时取出，放入干燥器，冷却至室温后称重为 m_3 。

计算：

有机物含量按下式计算：

$$\text{有机物}(\%) = \frac{m_2 - m_3 + m_1}{m_2} \times 100\%$$

结果：实验共重复 8 次。结果见表 1。重量法检测样品结果显示 TDHG 样品平均值为 49.7%，SMHG 样品平均值为 44.4%。

3.2. 容量法 - 重铬酸钾法测定有机物含量

方法原理：

在加热条件下，用过量的重铬酸钾-硫酸溶液氧化污泥有机碳，多余的重铬酸钾用硫酸亚铁铵标准溶液滴定，由消耗的重铬酸钾量按氧化校正系数计算出有机碳量，再乘以 van bemmelen 因数 1.724，即为污泥有机质含量。共重复 8 次。

测定步骤：

准确称取污泥样品 0.02 g~0.03 g (准确到 0.0001 g)，放入玻璃试管中，加入约 0.1 g 硫酸银粉末，用微量滴定管准确加入 10.00 mL 0.4 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液，摇匀后将试管插入铁丝笼中，再将铁丝笼沉入预先加热至 185℃~190℃的油浴锅内，使管中的液面低于油面，维持在 170℃~180℃，5 分钟后将铁丝笼从油浴锅内提出，擦去试管外的油液。把试管内的消煮液全部转入 250 mL 锥形瓶中，并用水洗涤试管 2~3 次，洗液并入锥形瓶中，使锥形瓶内溶液的总体积控制在 40 mL~50 mL。向试液中加入 3 滴邻菲罗啉指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定至棕红色即为终点，消耗硫酸亚铁铵溶液体积为 V (mL)。样品操作的同时，用 0.2 g 灼烧过的土壤代替样品作全程序空白试验，消耗硫酸亚铁铵溶液体积为 V_0 (mL)

计算：

污泥中有机质含量的数值，以%表示，按下式计算：

$$\text{有机质}(\%) = \frac{(V_0 - V)C \times 0.003 \times 1.724 \times 1.08}{m} \times 100\%$$

Table 1. The results of organic matter with different methods

表 1. 三种方法对两个样品中有机物含量的测定结果

测定次数 样品编号	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值
重量法									
TDHG (%)	50.2	49.1	50.1	49.0	50.0	49.8	50.1	49.2	49.7
SMHG (%)	44.6	43.4	42.8	44.3	44.2	44.9	45.3	44.7	44.4
容量法									
TDHG (%)	46.9	47.1	47.2	46.9	46.4	47.8	47.1	47.8	47.1
SMHG (%)	40.4	40.8	41.4	40.8	41.2	41.0	41.0	41.3	41.0
仪器法									
TDHG (%)	48.3	48.9	49.4	47.9	48.1	48.1	49.2	48.4	48.5
SMHG (%)	37.6	38.1	37.5	38.3	38.6	38.5	38.3	37.8	38.1

式中:

V ——空白试验所消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积, 单位为毫升(mL);

V ——试样测定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积, 单位为毫升(mL);

C ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

0.003—— $\frac{1}{4}$ 碳原子的毫摩尔质量, 单位为克(g);

1.724——由有机碳换算成有机质的系数(van bemmelen 因数);

1.08——氧化校正系数; 在本方法的加热条件下, 有机碳的氧化效率约为 90%;

m ——称取烘干样品的重量, 单位为克(g)。

结果: 实验共重复 8 次。结果见表 1。容量法检测样品结果显示 TDHG 样品平均值为 47.1%, SMHG 样品平均值为 41.0%。

3.3. 仪器法测定有机物含量

方法原理:

用总有机碳测定仪测定污泥中的总有机碳, 再乘以 van bemmelen 因数 1.724, 将有机碳换算成有机质。共重复 8 次。

测定步骤:

称量污泥样品(0.002~0.005) g, 放入样品舟内, 按照仪器的提示, 将样品舟推入高温燃烧炉内, 记录相应的响应值, 从而得到样品总碳峰面积。

称量污泥样品(0.002~0.005) g, 放入样品舟内, 样品用磷酸酸化, 按照仪器提示, 通入加热到 200℃ 燃烧管内, 记录相应的响应值, 从而得到样品无机碳峰面积。调试应按 TOC 分析仪说明书设定条件参数进行。

计算:

根据所测试样响应值, 由校准曲线计算出总碳和无机碳浓度。试样中总有机碳浓度为:

$$TOC = TC - IC$$

式中:

TOC ——试样总有机碳浓度, 以%表示;

TC ——试样总碳浓度, 以%表示;

IC ——试样无机碳浓度, 以%表示。

污泥中有机质的数值, 以%表示, 按下式计算:

$$\text{有机质}(\%) = TOC \times 1.724$$

结果: 实验共重复 8 次。结果见表 1。仪器法检测样品结果显示 TDHG 样品平均值为 48.5%, SMHG 样品平均值为 38.1%。

3.4. 结果分析

从统一样品的三种方法比对结果来看, 重量法比其他两种方法结果偏高一点, 主要是在 600℃ 高温灼烧下, 失去的不仅是有机物, 还有部分易挥发的无机成分, 比如碳酸盐等。重铬酸钾法和仪器法实质上测定的都是污泥中的有机碳(Van Bemmelen 因数就是假定有机质中含有 58% 的有机碳, 因而测定的有机碳需要除以 58%, 也就是乘以 1.724 的换算系数), 所以测定结果相差不大, 两个统一样品方法间的相对偏差分别是 1.5% 和 3.7%(见表 2)。

Table 2. Compare the results of different methods
表 2. 重铬酸钾法和仪器法对样品测定结果的比对

	TDHG (%)	SMHG (%)
重铬酸钾法	47.1	41.0
仪器法	48.5	38.1
相对偏差	1.5	3.7

从重铬酸钾法和仪器法测定结果看, 统一样品的测定数值相差不大, 这也从侧面验证了重铬酸钾法在规定的实验条件下(维持在 170℃~180℃之间, 反应时间 5 分钟)其氧化效率约为 90%的可信性, 也就是公式中乘以 1.08 系数的合理性。由于重铬酸钾法是条件实验, 必须严格按照规定的温度和时间才能取得重现性较好的结果。如果实验中随便改变了实验条件, 譬如温度或时间, 那么得到的实验数据将会差别很大。而仪器法测定的总有机碳则是全部的有机碳, 所以计算时不必乘以氧化系数。两种方法都是测定污泥中的有机碳含量, 所以数据是有可比性的, 两种方法也可以相互验证数据的准确性。

4. 讨论

有机物含量是污泥中有机物总量的综合指标, 是污泥中有机污染颗粒的总和。目前关于城市污泥处理等方面的文章多有报道[4] [5], 而我们根据实际工作, 总结出三种测定污泥中有机物含量的方法, 这些方法都能反应出污泥中有机成分的含量。在方法的选择上可根据实验室条件选择合适的方法: 仪器法简便易行, 但对实验室配置要求高, 必须要有总有机碳测定仪; 重量法测定的有机物含量虽然包含了少量易挥发无机盐, 但对实验室配置要求低, 操作简便, 易于实现; 重铬酸钾法测定污泥中有机质, 由于是条件实验, 必须严格按照操作规程, 才能取得满意结果。因此, 我们的数据可以为不同实验室选择合适的测定方法提供了依据和参考。

参考文献 (References)

- [1] 李静. 土壤有机质测定方法比对分析[J]. 绿色科技, 2012(5): 203-204.
- [2] 中华人民共和国建设部. CJ/T 221-2005 城市污水处理厂污泥检验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- [3] 国家环境保护总局, 国家质量监督检验检疫总局. GB18918-2002 城镇污水处理厂污染物排放标准[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2002.
- [4] 陈苏, 孙丽娜, 孙铁珩, 等. 城市污泥处理技术及资源利用研究[J]. 生态科学, 2006, 25(4): 375-378.
- [5] 张肖静, 高健磊, 刘航航, 等. 城市污水厂剩余污泥中总磷的测定[J]. 环境监测管理与技术, 2010, 22(5): 39-41.

期刊投稿者将享受如下服务：

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：hjctet@hanspub.org