

碱性过硫酸钾消解测定城市污泥中总氮

陈 杰¹, 吴亦红²

(1. 石家庄市城市排水监测站, 石家庄 河北 050091;

2. 河北省环境科学研究院, 石家庄 河北 050051)

摘 要: 城市污水处理厂污泥经风干粉碎后, 用碱性过硫酸钾溶液在高压器皿中于 124 ℃ 消解, 取上清液以紫外分光光度法测定总氮。对 11 个污泥样品测定, 相对标准差 1.5 % 精密度较好。并用 L-谷氨酸标准物加入 11 个溶液样品中作回收试验, 回收率在 94 % ~ 107 % 之间, 准确度亦较好。

关键词: 总氮; 紫外分光光度法; 污水处理厂; 污泥

中图分类号: X833 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2005)01-0035-02

Alkaline potassium persulfate Digestion Determination of total Nitrogen in Municipal sludge

CHEN Jie¹, WU Yi-hong²

(1. Municipal Drainage monitoring station of Shijiazhuang, Shijiazhuang, Hebei 050091, China;

2. Environmental science academy of Hebei, Shijiazhuang, Hebei 050051, China)

Abstract: The method of determining the total nitrogen in municipal drainage monitoring station sludge with ultraviolet spectrophotometry is introduced in this paper. The pretreatment is to digest the sludge by alkaline potassium persulfate. Optimal sample quantity has been found after we did correlation and regression analysis, degree of precision and recovery analysis. The result is satisfying.

Key words: Total nitrogen; Potassium persulfate; Sewage treatment plant; Sludge

城市污水处理厂运行过程中产生大量污泥, 这些污泥含有丰富的有机物, 可作为肥料, 以实现污泥的资源化。污泥中总氮的含量是评价污泥肥料的重要指标。目前, 我国尚没有颁布测定城市污泥总氮含量的国家标准方法。今用碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法^[1,2]测定污水处理厂污泥中总氮含量取得了满意的结果。

1 实验

1.1 主要仪器与试剂

UV 2201 型紫外分光光度计, 日本岛津; 医用蒸气灭菌器; 所用玻璃器皿均用 1.2 mol/L 盐酸或 0.5 mol/L 硫酸浸泡, 清洗后再用水冲洗数次。碱性过硫酸钾溶液和硝酸盐氮标准溶液均按文献 [1]; L-谷氨酸 BR, 上海化学试剂公司。

1.2 实验方法

1.2.1 样品制备

将污泥样品风干后平铺于硬质的纸板上, 用玻璃棒压散, 除去其中异物, 用四分法缩分、玛瑙研钵研磨至全部通过 100 目 (孔径 0.149 mm) 筛, 混匀后备用。

1.2.2 样品消解

准确称取 0.015 g ~ 0.025 g 试样 (氮含量超过 1 000 μg 时, 可减少取样量) 于 250 mL 具塞磨口三角瓶中, 加无氨水 100 mL、碱性过硫酸钾溶液 50 mL 混匀, 塞紧磨口塞用布及绳等方法扎紧瓶塞, 置于医用蒸气灭菌器中, 加热, 使压力表指针处于 1.1 kg/cm² ~ 1.4 kg/cm², 温度即达 120 ~ 124 ℃, 开始计时, 加热 1 h。自然冷却, 取出三角

收稿日期: 2004-07-28; 修订日期: 2005-01-10

作者简介: 陈 杰 (1970—), 男, 天津人, 工程师, 双学士, 从事城市排水监测工作。

瓶冷至室温。

1.2.3 样品测定

将消解样品移入 250 mL 容量瓶中,用水清洗三角瓶,并入容量瓶中,加 1.2 mol/L 盐酸 10 mL 混匀,用无氨水定容,混匀后静置约 2 h~4 h 待溶液澄清(若溶液仍不澄清,用 0.45 μg 滤膜过滤)。取上清液于 10 mm 石英比色皿中,在紫外分光光度计上,以无氨水作参比,分别在波长 220 nm 与 275 nm 处测定吸光值,算出校正吸光值。

1.2.4 校准曲线

按文献 [1] 步骤绘制。

1.3 计算

在校准曲线上查出相应的总氮含量,则污泥总氮质量浓度:

$$W_N = \frac{C \times 10}{m \times (1 - f)}$$

式中: W_N ——污泥中总氮的含量, mg/kg;
 C ——校准曲线上查得总氮含量, μg;
 10——样品定容体积,为标准系列定容体积的 10 倍;
 m ——测定用污泥质量, g;
 f ——试样的含水率, %。

2 结果与讨论

我国城市污水处理厂初沉污泥中挥发性固体(有机成分)含量一般为 49.9%~51.6%,剩余污泥中有机成分含量一般为 67.7%~74.0%,该实验所用样品为混合污泥,有机成分含量为 60.7%~61.2%。

2.1 取样量与对应消解液总氮量的相关性

取样量从 0.013 g~0.025 g 共 11 个样品,分别进行测定,将所得的消解液中总氮含量对应称取污泥样量进行相关与回归性检验见图 1。

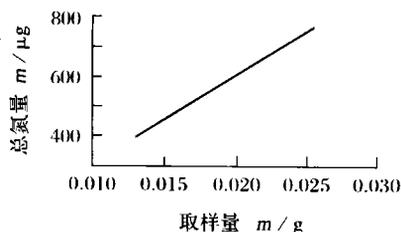


图 1 取样量与消解液中总氮量的关系

从图 1 可见,称取泥样量与所得消解液中总氮含量为一直线,线性关系非常显著。

2.2 精密度

对 11 个污泥样品(0.015 g~0.025 g)的总氮测定,相对标准差为 1.5%,由此可以认为,取样量控制在 0.015 g~0.025 g 之间,污泥消解液中的总氮量正好控制在校准曲线中部附近,所得的结果精密度较好。

2.3 加标回收

对 0.015 g 和 0.020 g 两个污泥样品加入 L-谷氨酸溶液(91.7 μg/mL)标准物进行了加标回收实验,结果见表 1。

表 1 加 L-谷氨酸回收试验

样品号	本底氮量 m/μg	加标量 m/μg	测定量 m/μg	回收量 m/μg	加收率 /%
1	503	183.4	675	172	94
2	503	183.4	683	180	98
3	503	183.4	695	192	105
4	666	183.4	863	197	107
5	676	183.4	868	192	105
6	673	183.4	860	187	102

试验样品污泥量: 1~3 号为 0.015 1 g, 4~6 号为 0.020 2 g

从表 1 可见,回收率在 94%~107% 之间,表明当取样量在 0.015 g~0.025 g 之间时,所得回收率也较好。

3 结论

利用碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定城市污水处理厂污泥中总氮,当取样量控制在 0.015 g~0.025 g 之间,使污泥消解液的硝酸盐氮浓度控制在校准曲线中部附近,所得的结果精密度及加标回收率均较好。该方法可作为城市污水处理厂污泥的检验方法参考。

[参考文献]

[1] 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]. 第四版,北京:中国环境科学出版社,2002. 254~257.
 [2] 赵庆祥. 污泥资源化技术 [M]. 北京:化学工业出版社,环境科学与工程出版中心,2002. 10, 28~30.