



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 221—2005

城市污水处理厂污泥检验方法

Determination method for municipal sludge in wastewater treatment plant

2005-12-30 发布

2006-03-01 实施

中华人民共和国建设部 发布

前 言

为了加强城市污水处理厂的运营管理,保证城市污水处理及污泥处理设施的安全正常运行及维护,提高城市污水及污泥的综合治理和综合利用的能力,保障人民健康,维护良好的生态环境,制定本标准。

本标准依据建设部颁布 CJJ60—94《城市污水处理厂运行、维护及其安全技术规程》中规定的污泥处理运行检查指标制定。其中沼气含量的检测已列另外标准检测方法立项,污泥中苯并芘含量的检测,由于目前国内排水监测机构分析仪器设备的局限,本标准暂未列入标准方法的编制,同时根据污水处理及污泥处理工艺及技术要求,根据行业需要及监测机构的提议,在本标准中增加了污泥的悬浮固体浓度检测项目。

本标准适用于城市污水处理厂污泥检测,市政排水设施及其他相关产业污泥等的检测。

本标准制定了污泥的物理指标、化学指标及微生物指标的分析技术操作规范。

本标准共含 24 个检测项目,54 个检测分析方法。

本标准在编制的过程中,借鉴了国际、国内同行业及其他行业的先进的检测分析技术及检测标准。例如采用微波消解进行样品前处理,等离子发射光谱测定金属含量,原子荧光法分析污泥中的汞及砷等。同时兼顾到国内污泥检测方面,检测人员及检测装备的差异,在同一项目的分析检测方面,尽可能提供多种检测方法,有常规理化分析也有精密仪器分析,供使用者在测定项目时选择。

本标准由建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部给水排水产品标准化技术委员会归口。

本标准由青岛市城市排水监测站负责起草。

本标准参加起草单位:北京市城市排水监测总站,上海市城市排水监测站,广州市城市排水监测站,深圳市水务集团有限公司水质检测中心,珠海市城市排水监测站,石家庄市城市排水监测站,海口市城市排水监测站,南京市城市排水监测站,武汉市城市排水监测站,成都市城市排水监测站,厦门市城市排水监测站,杭州市城市排水监测站,昆明市城市排水监测站,太原市城市排水监测站,天津市城市排水监测站,哈尔滨市城市排水监测站,济南市城市排水监测站,合肥市城市排水监测站,北京吉天仪器有限公司,青岛市经济技术开发区供排水监测站,青岛海洋地质研究所。

本标准主要起草人:郑斌、高焱、雷鸣、王惠云、刘永波、王春顺、孙明耀、吴大为、封勇、陈红军、徐心沛、唐玉娣、曹佳红、黄艳。

本标准参加实验验证的人员:孙伟香、孙翌、于卫荣、孙爱华、季斌、林毅、李文宏、符圣卫、黄伟、刘爽、叶承明、金晓秋、戴兰华、贾立华、杨海霞、何峥嵘、陈涛、傅涛、王志刚、陈杰、龚兵、温晓露、刘波、林饶绩、姚力平、马先发、何洁、李靖、李晓霞、李学勤、穆桂荣、李冬霞、王海芹、李艳军、孙宝云、王金龙、蒋兰、周玉敬、李燕、王彩云、谈咏、黄坚萍、李静、周建文、吴红文、郁嵘、沈丽华、韩晓嫣、沈培明、卢宝光、洗慧婷、陈凌云、赵镜浩、孙雷、孟庆强、冯绮雯、周文俊、李健槟、廖斌、曾祥春、蒙拓铭、王彦雷、刘彦改、马聪士、徐健、安泳兰、张炎、张静、殷晓玲、曹轩、方林、马韬、倪丁凡、方新红、呼晋江、黄铭、梁樱、李莉、林军平、李毅、吴艳芬、咎智敏、曾勇、刘勇、李涛、罗修池、宋霞、邱静、况成尘、崔慧荣、吴琼芳、林静、吕秋霞、廖素芬、王伯辉、张启珍、殷旭慧、高颖杰、蔡红端、张洪、黄玉龙、曹晓辉、吴九如、周旭红、庞玉凯、史金才、梁延华、王昶、张石柱、田弘、刘娜、孙玉利、陈星、马烈、李颖、蒋颖、张颖、周华、杨爱民、修翠、张蔚、王蔚、王琳、曲英男、薛瑞芳、赵军星、朱少莲、王春华、高群、梁煜、叶一飞、卢明宇、李冬梅、康玲玲、张凌云、吴孟李、刘红涛、程正、赵锐、夏晓萍、聂锦凤、刘格辛、法翠萍、李芬、牛亚惠、杨天珍、

CJ/T 221—2005

陈晓霞、谢姬弘、赵丽霞、罗变香、刘晓琼、徐春梅、付晓娟、杨洁、许维荣、陈美莲、马明娟、王蕾、赵德霜、徐永利、王玉梅、邱霞、岳冰、李世文、朱敬丽、卢萍、陈红军、何颖、方子江、支魁珍、吴晓晖、陈玉、陈建军、曲燕、张福贵、刘静波、谢伟、徐风琴、范文飘。

本标准为首次制定。

城市污水处理厂污泥检验方法

1 城市污泥 有机物含量 重量法

1.1 范围

本标准规定了城市污泥中有机物含量的测定。

本标准适用于污水处理厂和城市其他污泥中的有机物含量的测定。

1.2 定义

有机物含量是指污泥中有机物总量的综合指标。它是污水中各种有机污染颗粒的总和。

1.3 原理

将混合均匀的污泥样品,放在称至恒重的瓷坩埚内,先将水分大的样品放置于水浴锅上蒸干,然后放进烘箱内烘至恒重,干燥样品直接放入恒温箱烘至恒重,再将它放进马弗炉内灼烧。根据公式计算有机物含量。用有机物含量可以间接评价污水中有机物污染的程度,对污泥的处理及利用也具有重要意义。

1.4 仪器

1.4.1 瓷坩埚:100 mL。

1.4.2 电热板。

1.4.3 烘箱。

1.4.4 马弗炉。

1.4.5 天平:感量0.001 g。

1.5 采样

测定有机物含量的样品应剔除各类大型纤维杂质和大小碎石块等无机杂质,特别注意样品的代表性。采集的样品应尽快分析测定。如需放置,应密闭贮存在4℃冷藏冰箱中,保存时间不能超过24 h。

1.6 步骤

1.6.1 用已恒重为 m_1 的瓷坩埚在天平上称取约10 g的样品。

1.6.2 将称有样品的瓷坩埚放在水浴锅上蒸,待其中水分蒸发近干,将其移入烘箱内103℃~105℃烘干2 h,取出放入干燥器内,冷却约0.5 h后称重,反复几次,直到恒重为 m_2 。

1.6.3 将烘干后的样品和瓷坩埚放入马弗炉中(550±50)℃灼烧1 h,关掉电源,待炉内温度降至200℃左右时取出,放入干燥器,冷却后称重为 m_3 。

1.7 计算

污泥中有机物含量 ω 的数值,以%表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——恒重瓷坩埚加烘干后样品的质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——恒重瓷坩埚加灼烧后样品的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——恒重瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

1.8 精密度与准确度

经过6个实验室,对10个不同浓度污泥样品的有机物含量测定时,实验室内相对标准偏差为0.2%~1.7%。

1.9 注意事项

1.9.1 烘干恒重应视为：每次烘干后称重相差不大于 0.001 g。

1.9.2 在马弗炉中灼烧 1 h 应视样品灼烧的完全程度，时间可适当延长或缩短。

2 城市污泥 含水率的测定 重量法

2.1 范围

本方法规定了用重量法测定城市污泥中的含水率。

本方法适用于污水处理厂和城市其他污泥中含水率的测定。

2.2 定义

将均匀的污泥样品放在称至恒重的蒸发皿中于水浴上蒸干，放在 103℃～105℃ 烘箱内烘至恒重，减少的重量以百分率计为污泥含水率。

2.3 仪器

2.3.1 瓷蒸发皿：100 mL。

2.3.2 烘箱。

2.3.3 天平：感量 0.001 g。

2.3.4 干燥器。

2.4 采样

测定含水率的样品应剔除各类大型纤维杂质和大小碎石块等无机杂质，特别注意样品的代表性。采集的样品应放入密封容器中尽快分析测定。如需放置，应密闭贮存在 4℃ 冷藏冰箱中，保存时间不能超过 24 h。

2.5 步骤

2.5.1 用已恒重为 m_1 的蒸发皿称取经捣碎均匀的污泥样品约 20 g，该样品准确称至 0.001 g 记为 m 。

2.5.2 对于含水较高的污泥样品，应先将盛放样品的蒸发皿置于水浴锅上蒸干；对于经脱水后的污泥样品，可直接放入 103℃～105℃ 烘箱中干燥 2 h，取出放入干燥器中冷却至室温，称重，反复多次，直至恒重记为 m_2 。

2.6 计算

污泥中的含水率 ω 的数值，以 % 表示，按式(2)计算：

$$\omega = \frac{m - (m_2 - m_1)}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m ——称取污泥样品质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——恒重后蒸发皿加恒重后污泥样品质量的数值，单位为克(g)；

m_1 ——恒重空蒸发皿质量的数值，单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

2.7 精密度和准确度

经过 7 个实验室，对 10 个不同浓度污泥样品的含水率测定，实验室内相对标准偏差为 0.4%～1.7%。

3 城市污泥 混合液污泥浓度的测定 重量法

3.1 范围

本方法规定了用重量法测定污水处理厂曝气池中混合液污泥浓度(MLSS)。

本方法适用于污水处理厂混合液污泥浓度的测定。

3.2 定义

混合液污泥浓度表示的是在曝气池单位体积混合液内所含有的经过 0.45 μm 滤膜过滤后的活性

污泥固体物的总重量。

3.3 仪器

3.3.1 吸滤瓶。

3.3.2 真空泵。

3.3.3 无齿扁嘴镊子。

3.3.4 天平:感量为 0.001 g。

3.3.5 烘箱。

3.3.6 滤膜:孔径 0.45 μm ,直径 60 mm 或同等规格的定量中速滤纸。

3.4 采样

测定 MLSS 的样品应剔除各类大型纤维杂质和大小碎石块等无机杂质,特别注意样品的代表性。采集的样品应尽快分析测定。储存混合液样品时不能加入任何保护剂,以防止破坏物质在固液相间的分配平衡,应贮存在 4℃ 冰箱中,但不能超过 12 h。

3.5 步骤

3.5.1 用无齿扁嘴镊子夹取微孔滤膜放于称量瓶里,移入烘箱中,于 103℃~105℃ 烘干 0.5 h 后取出,置于干燥器内冷却至室温,称重,反复多次,直至恒重为 m_1 。将已恒重的微孔滤膜正确地放在滤膜过滤器的滤膜托盘上,加盖配套的漏斗,并用镊子固定好,以蒸馏水湿润滤膜,并不断吸滤。

3.5.2 量取充分混合均匀的混合液 50 mL 抽吸过滤,使水分全部通过滤膜,再以每次 10 mL 蒸馏水连续洗涤三次,停止吸滤后,仔细取出载有污泥样品的滤膜,放在与滤膜一起恒重好的称量瓶里,移入烘箱中于 103℃~105℃ 下烘干 2 h 后,移入干燥器内,冷却到室温,称重,反复多次,直至恒重为 m_2 。

3.6 计算

混合液污泥浓度 ρ 的数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(3)计算:

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——恒重后样品加滤膜加称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——恒重后滤膜加称量瓶质量的数值,单位为克(g);

V ——试样体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后一位。

3.7 注意事项

滤膜上截留过多的悬浮物可能夹带过多的水分,除延长干燥时间外,还可能造成过滤困难,遇此情况,可酌情少取试样。滤膜上悬浮物过少,则会增大称量误差,影响测定精度,必要时,可增大试样体积。

3.8 精密度和准确度

经过 6 个实验室,对 11 个不同浓度污泥样品混合液污泥浓度的测定时,实验室内相对标准偏差为 0.4%~2.1%。

4 城市污泥 pH 值的测定 电极法

4.1 范围

4.1.1 本方法规定了用电极法测定城市污泥中 pH 值。

4.1.2 本方法适用于城市污水处理厂和城市其他污泥中的 pH 值的测定。

4.1.3 干扰及消除

样品的色度、浊度、胶体物质、氧化剂、还原剂及较高含盐量均不干扰测定;但 $\text{pH} < 1$ 时会有所谓的酸误差,可按酸度测定; $\text{pH} > 10$ 时产生“钠差”,读数偏低,需选用特制的“低钠差”玻璃电极,或使用与样品的 pH 值相近的标准缓冲溶液对仪器进行校正。

脂肪酸盐、油状物质、悬浮物或沉淀物能覆盖于玻璃电极表面,致使反应迟缓,可采用延长响应时间及充分搅拌溶液来消除其影响。

温度对电极的电位和 pH 值有影响。须注意调节仪器的补偿装置与溶液的温度一致,并使被测样品与校正仪器用的标准缓冲溶液温度误差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 之内。

样品中的二氧化碳会影响 pH 值,并且二氧化碳达到平衡极为迅速。所以,采样后必须立即测定 pH 值。

4.2 原理

pH 值由测量电池的电动势而得。以玻璃电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极组成电池。在 25°C 条件下,溶液中每变化 1 个 pH 单位,电位差改变为 59.16 mV,据此在仪器上直接以 pH 的读数表示。温度差异在仪器上设有补偿装置。

用无二氧化碳水浸泡污泥样品,最终使污泥中的 $[\text{H}^+]$ 完全转化至水中,达到液固平衡后,测定此时的 pH 值。

4.3 试剂

4.3.1 标准缓冲溶液的配制方法

4.3.1.1 在分析中,采用经中国计量科学研究院检定合格的袋装 pH 标准物质时,可参照说明书使用。

4.3.1.2 配制标准溶液所用的实验用水应符合下列要求:煮沸并冷却,电导率小于 $2\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 的蒸馏水,其 pH 以 6.7~8.3 之间为宜。

4.3.1.3 测量 pH 值时,按样品呈酸性、中性和碱性三种可能,常配制三种 pH 标准溶液。

4.3.1.4 当被测样品的 pH 值过高或过低时,应参考表 1 配制与其 pH 值相近似的标准溶液校正仪器。

表 1 pH 标准溶液的配制

标准物质		pH(25℃)	每 1 000 mL 水溶液所含试剂的质量(25℃)
基本标准	酒石酸氢钾(25℃饱和)	3.557	6.4g $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6^{\text{a}}$
	柠檬酸二氢钾	3.776	11.41 g $\text{KH}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$
	邻苯二甲酸氢钾	4.008	10.12g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$
	磷酸二氢钾+磷酸氢二钠	6.865	3.388g $\text{KH}_2\text{PO}_4^{\text{b}}$ + 3.533g $\text{Na}_2\text{HPO}_4^{\text{(b,c)}}$
	磷酸二氢钾+磷酸氢二钠	8.413	1.179g $\text{KH}_2\text{PO}_4^{\text{b}}$ + 4.302g $\text{Na}_2\text{HPO}_4^{\text{(b,c)}}$
	四硼酸钠	9.180	3.80g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}^{\text{c}}$
	碳酸氢钠+碳酸钠	10.012	2.92g NaHCO_3 + 2.64g Na_2CO_3
辅助标准	二水合四草酸钾	1.679	12.61 g $\text{KH}_3\text{C}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}^{\text{d}}$
	氢氧化钙(25℃饱和)	12.454	1.5g $\text{Ca}(\text{OH})_2^{\text{a}}$
^a 近似溶解度。 ^b 在 $100^\circ\text{C} \sim 130^\circ\text{C}$ 烘干 2 h。 ^c 用新煮沸过并冷却的无二氧化碳水。 ^d 别名草酸三氢钾,使用前在 $(54 \pm 3)^\circ\text{C}$ 干燥,烘干温度不可超过 60°C 。			

4.3.2 标准溶液的保存

4.3.2.1 标准溶液要在聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶中密闭保存。

4.3.2.2 在室温条件下标准溶液一般以保存 1 个月至 2 个月为宜,当发现有浑浊、发霉或沉淀现象时,不能继续使用。

4.3.2.3 如若在 4°C 冰箱内存放,且用过的标准溶液不允许再倒回去,这样可延长使用期限。

4.3.2.4 标准溶液的 pH 值随温度变化而稍有差异。一些常用标准溶液的 pH 值见表 2。

表 2 随温度变化的标准溶液 pH 值

T(°C)	A	B	C	D	E
0		4.003	6.984	8.534	9.464
5		3.999	6.951	8.500	9.395
10		3.998	6.923	8.472	9.332
15		3.999	6.900	8.448	9.276
20		4.002	6.881	8.429	9.225
25	3.557	4.008	6.865	8.413	9.180
30	3.552	4.015	6.853	8.400	9.139
35	3.549	4.024	6.844	8.389	9.102
38	3.548	4.030	6.840	8.384	9.081
40	3.547	4.035	6.838	8.380	9.068
45	3.547	4.047	6.834	8.373	9.038
50	3.549	4.060	6.833	8.367	9.011
55	3.554	4.075	6.834		8.985
60	3.560	4.091	6.836		8.962
70	3.580	4.126	6.845		8.921
80	3.609	4.164	6.859		8.885
90	3.650	4.205	6.877		8.850
95	3.674	4.227	6.886		8.833

这些标准溶液的组成是 A:酒石酸氢钾(25℃饱和); B:邻苯二甲酸氢钾,0.05 mol/kg;
C:磷酸二氢钾,0.025 mol/kg; D:磷酸二氢钾,0.008695 mol/kg;
磷酸氢二钠,0.025 mol/kg; 磷酸氢二钠,0.03043 mol/kg;
E:硼砂,0.01 mol/kg。

4.4 仪器

4.4.1 pH 酸度计。

4.4.2 玻璃电极和甘汞电极;或复合电极。

4.4.3 振荡器。

4.4.4 离心机。

4.5 步骤

4.5.1 样品的预处理

4.5.1.1 对于脱水后的污泥样品称取 5.00 g 置于 150 mL 具塞磨口锥形瓶中,加入 50 mL 无二氧化碳水浸泡,密封。置于往复式振荡器上,于室温下振摇 4 h 后,进行离心,离心 5 min 后,取上清液用于 pH 值测定。

4.5.1.2 对于含水率大于 99% 的污泥,可直接将玻璃电极插入测定,但测定数值至少要保持恒定 30 s。

4.5.1.3 对于不溶解性粘稠状污泥,则将样品进行离心 5 min 后,将上清液倒入具塞的量筒中,收取足够量的上清液,作为待测样品进行测定。

4.5.2 测定

4.5.2.1 仪器预热。

4.5.2.2 使处理后的样品与标准溶液达到同一温度,记录该温度,把仪器温度补偿旋钮调至该温度处。选用与样品 pH 值相差不超过 2 个 pH 单位的标准溶液作为第一个标准校准溶液。从第一个标准校准溶液中取出电极,彻底冲洗,并用滤纸吸干。再浸入大约与第一个标准校准溶液相差 3 个 pH 单位的第二个标准溶液中。如果仪器响应的示值与第二个标准校准溶液表 2 所示 pH 值之差大于 0.1 pH 值时,重新进行仪器校准,直至 pH 值之差小于 0.1 pH 值。

4.5.2.3 用蒸馏水仔细冲洗电极,再用处理后的样品冲洗,然后将电极浸入处理后的样品中,小心搅拌或摇动使其均匀,待读数稳定后记录 pH 值。

4.6 测定结果表示

pH 值一般情况下保留一位小数。如有特殊要求时,可根据仪器的精密度确定结果的有效数字。

4.7 精密度与准确度

经过 7 个实验室,对 13 个不同浓度污泥样品的 pH 值进行测定,实验室内相对标准偏差为 0.07%~0.74%。

4.8 注意事项

4.8.1 玻璃电极在使用前应在蒸馏水中浸泡 24 h 以上。用毕,冲洗干净,浸泡在纯水中。盛水容器要防止灰尘落入和水分蒸发。

4.8.2 测定时,玻璃电极的球泡应全部浸入溶液中,使其稍高于甘汞电极的陶瓷芯端,以免搅拌时碰坏。

4.8.3 玻璃电极的内电极与球泡之间以及甘汞电极的内电极与陶瓷之间不得有气泡,以防断路。

4.8.4 甘汞电极的饱和氯化钾液必须高于汞体,并应有适量氯化钾晶体存在,以保证氯化钾溶液的饱和。但须注意氯化钾晶体不可过多,以防止堵塞与被测溶液的通路。使用前必须先拔掉孔胶塞。

4.8.5 为防止空气和样品中二氧化碳的溶入或挥发,在测定前不宜提前打开样品瓶塞。

4.8.6 玻璃电极表面受污染时,可用稀盐酸溶解无机盐污垢,用丙酮除去油污(但不能用无水乙醇)后再用实验用水清洗干净。按上述方法处理的电极应在水中浸泡一昼夜再使用。

4.8.7 注意电极的出厂日期,存放时间过长的电极性能将变劣。

5 城市污泥 脂肪酸的测定 蒸馏后滴定法

5.1 范围

本方法规定了蒸馏后用氢氧化钠滴定法测定城市污泥中的脂肪酸。

本方法适用于城市污水处理厂中消化池污泥样品的脂肪酸测定。

5.2 定义

脂肪酸(挥发性脂肪酸)属于可以在常压下蒸馏的水溶性脂肪酸,它是鉴定污泥消化好坏的标志之一。

5.3 原理

将挥发性脂肪酸从污泥上清液中加热蒸馏出来,用水吸收后与标准碱反应,测定挥发性脂肪酸的含量。

5.4 试剂

5.4.1 无二氧化碳水:将 pH 值不低于 6.0 的蒸馏水,煮沸 15 min,加盖冷却至室温。如蒸馏水 pH 值较低,可适当延长煮沸时间。最后水的 pH $\geq$ 6.0。

5.4.2 磷酸(H_3PO_4): $\rho=1.70\text{ g/mL}$,分析纯。

5.4.3 酚酞指示剂:称取 0.5 g 酚酞,溶于 50 mL 95%的乙醇中,用水稀释至 100 mL。

5.4.4 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH})\approx 0.1\text{ mol/L}$]:称取 30 g 分析纯氢氧化钠,溶于 50 mL 蒸馏水

中,转入 150 mL 聚乙烯瓶中,冷却后用橡皮塞塞紧,静置 4 d 以上。吸取上层清液 8.5 mL,置于 1 000 mL 容量瓶中,用无二氧化碳蒸馏水稀释至标线,摇匀。按下述方法进行标定:

称取在 105℃~110℃干燥过的基准试剂级苯二甲酸氢钾($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)约 0.5 g(称准至 0.1 mg),共称 3 份,分别置于 250 mL 锥形瓶中,加无二氧化碳蒸馏水 100 mL 使其完全溶解,加 4 滴酚酞指示剂,用待标定的氢氧化钠标准溶液滴定至淡红色为终点,记录消耗体积 V_1 ,滴定时应不停振摇,勿使滴定时间过长,以免空气中二氧化碳溶于溶液中引起干扰。同时用无二氧化碳水做空白滴定,记录消耗体积 V_0 ,按式(4)进行计算:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_0) \times M} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准溶液的物质的量浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——苯二甲酸氢钾的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——滴定苯二甲酸氢钾时,所耗氢氧化钠标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白时,所耗氢氧化钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

M ——苯二甲酸氢钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol),($M=204.23$)。

5.5 仪器

5.5.1 离心机。

5.5.2 带有 500 mL 烧瓶和直型冷凝管的蒸馏装置。

5.5.3 碱式滴定管:25 mL 或 50 mL。

5.6 采样

测定脂肪酸的样品应特别注意样品的代表性。采集的样品应尽快分析测定。如需放置,应密闭贮存在 4℃ 冷藏冰箱中,保存时间不能超过 24 h。

5.7 步骤

5.7.1 蒸馏及测定

取 200 mL 污泥样品离心约 10 min,倒出上清液并摇匀。准确量取 100 mL(V_1)上清液于 500 mL 蒸馏烧瓶中,加入 2 mL 磷酸(5.4.2),接好导管,用橡皮塞塞严。导管一头接烧瓶口,另一头接冷凝管,冷凝管下端导管插入 250 mL 三角烧瓶中(内盛有 25 mL 蒸馏水作为吸收液,以刚好浸没冷凝管口为宜)。如图 1 所示。

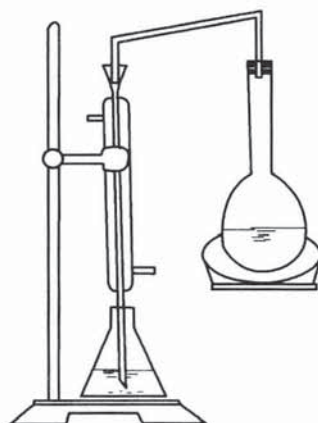


图 1

以约每分钟 5 mL 的速度蒸馏。加热蒸馏至蒸馏烧瓶内剩余上清液约为 20 mL 左右,停止加热使其冷却。再加入 50 mL 蒸馏水,继续蒸馏至蒸馏烧瓶内剩余液体约为 25 mL 左右,收集蒸馏液至

150 mL左右。停止加热。取下盛有吸收液的三角烧瓶,在电炉上加热至沸,趁热加 10 滴酚酞指示剂(5.4.3),用氢氧化钠标准溶液(5.4.4)滴定至酚酞变为粉红色即为终点,记录氢氧化钠溶液消耗量 V_2 。

5.7.2 计算

脂肪酸的含量以乙酸(CH_3COOH)的浓度 ρ 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(5)计算:

$$\rho = \frac{c \times V_2 \times M \times 1\,000}{V_1 \times 0.7} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——滴定水样时,消耗氢氧化钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——乙酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol),($M=60.05$);

V_1 ——取样体积的数值,单位为毫升(mL);

0.7——修正系数;由于该方法是经验性方法,参考美国公共卫生协会编著的《水和废水标准检验法》,假定蒸馏液中只会得到 70% 的脂肪酸,计算中用此值校正。

计算结果表示到小数点后两位。

5.8 精密度与准确度

经过 4 个实验室,对 8 个不同浓度污泥样品进行脂肪酸含量测定时,实验室内相对标准偏差为 0.9%~1.6%。

5.9 注意事项

5.9.1 蒸馏装置应注意使连接处不漏气,并防止倒吸。

5.9.2 蒸馏时应使用小功率加热装置,避免暴沸,否则,可造成吸收不完全而使测定结果偏低。

6 城市污泥 总碱度的测定 指示剂滴定法

6.1 范围

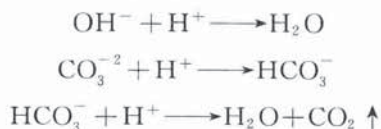
本方法规定了指示剂滴定法测定城市污泥中的总碱度。

本方法适用于城市污水处理厂和城市其他污泥中总碱度的测定。

6.2 原理

用无二氧化碳蒸馏水浸泡振荡污泥样品,过滤,得到浸出液用标准酸溶液滴定浸出液至规定的 pH 值,其终点可由加入的酸碱混合指示剂溴甲酚绿甲基红在该 pH 值的颜色变化来判断。

当滴定至混合指示剂由绿色变成微红色时,溶液的 pH 值为 4.4~4.5,浸出液中的氢氧根离子(OH^-),重碳酸盐和碳酸盐均已被中和。反应如下:



根据终点时所消耗的盐酸标准滴定液的数量计算出总碱度。

6.3 试剂

6.3.1 无二氧化碳水:将 pH 值不低于 6.0 的蒸馏水,煮沸 15 min,加盖冷却至室温。如蒸馏水 pH 值较低,可适当延长煮沸时间。最后水的 $\text{pH} \geq 6.0$ 。

6.3.2 溴甲酚绿甲基红混合(3:1)指示剂:称取 0.06 g 溴甲酚绿溶于 60 mL 95% 酒精中配制成 0.1% 溴甲酚绿酒精溶液,称取 0.04 g 甲基红溶于 20 mL 95% 酒精中配制成 0.2% 甲基红酒精溶液,将两种溶液混合。

6.3.3 活性炭。

6.3.4 盐酸: $\rho=1.19 \text{ g/mL}$,分析纯。