

DOI:10.19853/j.zgjsps.1000-4602.2020.17.010

城市污泥两种低温协同干化法的比较研究

韩媚玲, 朱芬芬, 张荣岩, 董 仪
(中国人民大学 环境学院, 北京 100872)

摘 要: 污泥包含大量有机质,通过索氏提取法和超声波提取法可提取污泥中脂质;此外还发现,该过程可同时降低污泥渣含水率,达到污泥低温干化的效果。从不同角度探究了索氏提取和超声波提取法的最佳反应条件。结果表明,索氏提取法的最佳条件如下:提取剂正己烷与乙醇的体积比为1:1、固液比为1:20、提取温度为75℃、提取时间为8 h,最佳提取条件下脂提取率可达到22%,污泥渣含水率降至5%~10%;超声波提取法最佳条件如下:功率密度为0.2 W/cm³、固液比为1:20、提取时间为30 min、提取温度为50℃,最佳提取条件下脂提取率也可达到22%,污泥渣含水率降至50%~60%。

关键词: 城市污泥; 低温热干化; 索氏提取法; 超声波提取法

中图分类号: TU992 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-4602(2020)17-0057-05

Comparison of Two Sewage Sludge Low Temperature Drying Methods

HAN Mei-ling, ZHU Fen-fen, ZHANG Rong-yan, DONG Yi

(School of Environment & Natural Resources, Renmin University of China, Beijing 100872, China)

Abstract: Sewage sludge contains abundant organic matters. Lipid in the sludge can be extracted by Soxhlet extraction method and ultrasonic extraction method. Meanwhile, it is also found that this process could simultaneously reduce the moisture content of the sludge residue and achieve the effect of low-temperature drying of the sludge. The optimal reaction conditions of Soxhlet extraction and ultrasonic extraction were explored from different perspectives. The optimal reaction conditions of Soxhlet extraction method were as follows: volume ratio of n-hexane and ethanol of 1:1, solid-liquid ratio of 1:20, extraction temperature of 75℃, and extraction time of 8 hours. Under the above conditions, the extraction rate of lipid was up to 22%, and the moisture content of the sludge residue was reduced to 5%~10%. The optimal extraction conditions of ultrasonic extraction method were as follows: power density of 0.2 W/cm³, solid-liquid ratio of 1:20, extraction time of 30 min, and extraction temperature of 50℃. Under the optimal extraction conditions, the extraction rate of lipid could reach 22%, and the moisture content of the sludge residue could be reduced to 50%~60%.

Key words: sewage sludge; low temperature drying; Soxhlet extraction; ultrasonic extraction

随着污水排放标准的日益严格,污水处理率不断提高,城市污泥产量随之提高。目前我国的污泥处理处置方法主要有填埋、干化、焚烧、制肥、建材以

及其他资源化利用^[1]。城镇污泥经过机械脱水后,含水率约为80%,污泥仍然处于流动态,体积较大,不利于后续运输转移及进一步处理处置。即使将污

泥应用于焚烧、堆肥,其含水率也要低于60%,污水厂经机械脱水的污泥显然达不到该要求,而污泥干化可使污泥含水率降到30%~50%,且干化后剩余物质比较稳定,恶臭味和病原微生物得到极大去除,并使污泥体积减少4~5倍,同时保留其热值和营养成分。因此,污泥干化是污泥处理处置技术的前提和关键^[2-6]。传统的污泥热干化技术设备投资大、能耗高、运行费用高,且存在爆炸风险^[7]。因此,面对日益突出的能源危机和环境压力,污泥节能降耗干化技术应是污泥干化研究的重点^[8]。

低温干化是一种新兴的污泥干化技术,干化温度在100℃以内,相较之下,这种技术的能耗大大降低,同时有效避免了有机物的大量挥发、减少了恶臭气体(如 H_2S 、 NH_3)的释放、保存了污泥热值、简化了尾气处理系统^[9-12]。此外,污泥的资源化与其中的脂质息息相关,相关研究表明,城镇污泥中的脂质浓度较高,其比例高达27.4%,并可以通过酯化或酯交换反应转化为生物柴油,污泥中脂质的提取将促进生物柴油的生产^[13-15]。本研究将介绍两种脂质提取方法,分别是索氏提取法和超声波提取法,既满足了污泥低温热干化,同时又能有效提取污泥中的脂质,使污泥资源化利用与污泥的处理处置技术有机结合在一起,提高了污泥的资源化性能,并降低了污泥处理处置成本。

1 材料和方法

1.1 污泥样品

实验所用市政污泥样品来自于北京某污水处理厂离心机房的新鲜污泥,含水率约为86.67%。

1.2 实验方法

1.2.1 索氏提取法

索氏提取法(连续提取法)即利用溶剂连续不断萃取待提取物质的高效提取方法。目前我国的粮油分析标准方法就是索氏提取法,索氏提取器也称为脂肪提取器。之前已经做过索氏提取的溶剂选择^[16],所以保留提取剂种类为正己烷和乙醇。

采用单因素实验分别对提取剂浓度(纯正己烷;正己烷:乙醇=1:3;正己烷:乙醇=1:1;正己烷:乙醇=3:1;纯乙醇)、固液比(1:10、1:20、1:30、1:40)、提取时间(4、6、8、10 h)、提取温度(70、75、80℃)4个工艺参数进行优化,测得脂提取率、脂提含水率、污泥渣含水率。其中,脂提含水率是指在提取过程中转移到脂类中的水分占比。

1.2.2 超声波提取法

超声波提取法是利用外加声场介入强化提取的过程,常用于天然产物中有效成分提取。超声波的空化作用、机械作用能显著减少反应时间,降低污泥渣含水率,同时提高脂提取率,降低反应温度。同样采用单因素实验分别对超声功率密度(0、0.05、0.1、0.15、0.2、0.25、0.5、0.75、1 W/cm³)、固液比(1:5、1:10、1:20、1:30、1:40)、提取时间(10、20、30、40、50 min)、提取温度(20、35、50、65、80℃)4个参数进行优化,测得脂提取率、脂提含水率、污泥渣含水率。

1.2.3 脂提取率的计算

脂提取率计算以污泥干基计,公式如下:

$$w = \frac{m}{n} \times 100\% \quad (1)$$

式中: w 为污泥中脂质的提取率,%; m 为105℃下烘干水分的脂类质量,g; n 为污泥干基,以含水率为86.67%计,g。

2 结果与讨论

2.1 索氏提取法

2.1.1 提取剂浓度

提取剂浓度对污泥索氏提取的影响见图1。

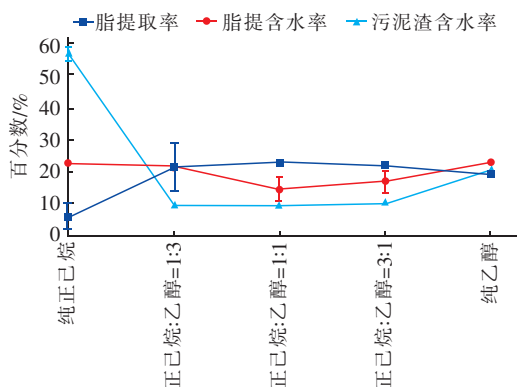


图1 提取剂浓度对污泥索氏提取的影响

Fig. 1 Effect of extractant concentration on Soxhlet extraction of sludge

随着提取剂极性的增大,污泥渣含水率先降后升,在正己烷:乙醇=1:1时,污泥渣含水率最低,为 $(9.1 \pm 0.22)\%$,说明索氏提取对于污泥的低温热干化有很好的作用。脂提取率先升后降,说明污泥中大多数脂类的极性是介于正己烷极性(0.06)和乙醇极性(4.3)之间的,当正己烷:乙醇=1:1时脂提取率最高,为 $(22.7 \pm 1.04)\%$ 。总体趋势

上,脂提取率越高,脂提含水率和污泥渣含水率越低,说明提取过程越充分,索氏提取器内的溶剂循环次数越多,部分水分可能在冷凝过程中被溶剂携带而挥发到空气中。

2.1.2 固液比

在提取过程中,固液比对脂提取效率的影响不大,但随着固液比的进一步增大(由1:20增至1:10),脂提含水率和污泥渣含水率均明显上升;另外,相对于固液比为1:20时,固液比为1:10时的脂提取率有所下降(减少了1.4%),故合适的固液比应为1:20(见图2)。在固液比为1:20、1:30时,污泥渣含水率达到较低值,分别为 $(8.7 \pm 0.2)\%$ 、 $(8.3 \pm 0.4)\%$ 。

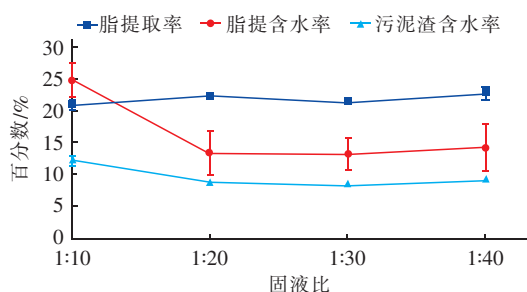


图2 固液比对污泥索氏提取的影响

Fig. 2 Effect of solid-liquid ratio on Soxhlet extraction of sludge

2.1.3 提取时间

随着提取时间的延长,脂提含水率和污泥渣含水率先升后降,脂提取率逐步上升(见图3)。说明当索提时间较短时,污泥中水分先逐渐转移至提取剂中,时间延长,含水率随提取程度而变化。提取时间为10 h时,污泥渣含水率最低为 $(7.1 \pm 0.21)\%$ 。但考虑索氏提取法加热时间久、成本损耗大,最终选择8 h为适宜的提取时间。

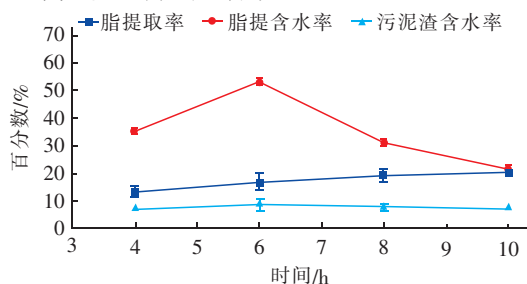


图3 提取时间对污泥索氏提取的影响

Fig. 3 Effect of extraction time on Soxhlet extraction of sludge

2.1.4 提取温度

实验结果表明,当温度低于70℃时,提取剂蒸发过程极其缓慢,无法在索氏提取器完成高效的循环;当温度在70~80℃时,污泥渣的含水率波动不大,脂提取率也变化不大,所以选择适宜的温度为75℃。脂提含水率随温度的升高而明显增大,推测是温度变化导致压力变化,从而使正己烷-乙醇-水3种组分液系的沸点发生变化。

2.2 超声波提取法

2.2.1 功率密度

随着功率密度的增加(见图4),污泥渣含水率波动较大,分别在0.2和0.75 W/cm³处取得最低值,为 $(54.7 \pm 5.78)\%$ 和 $(55.0 \pm 1.12)\%$ 。脂提取率总体呈先升后降的趋势,在0.2 W/cm³时脂提取率最高,为 $(22.7 \pm 0.19)\%$ 。分析原因是:当超声波强度增大时,更有效地破坏了污泥的菌胶团结构,更多的脂质从污泥菌胶团中释放;但当超声波强度过大(>0.2 W/cm³)时,脂提取率缓慢下降。

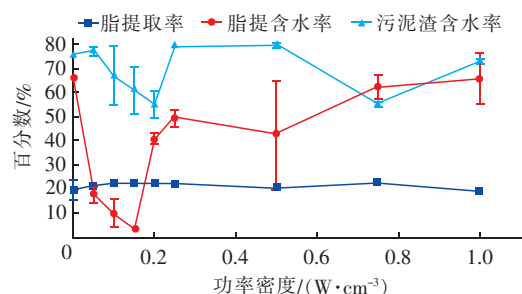


图4 超声功率密度对超声波提取法的影响

Fig. 4 Effect of ultrasonic power density on ultrasonic extraction of sludge

2.2.2 固液比

实验结果表明,随着固液比的增加,污泥渣含水率先降后升,脂提取率逐渐上升,当固液比为1:20时,污泥渣含水率达到最低,为 $(66.79 \pm 12.37)\%$,脂提取率达到最高,为 $(22.3 \pm 0.50)\%$,与索氏提取结果一致。提取剂过多时,污泥渣含水率升高,脂提取率降低,提取成本增加。

2.2.3 提取时间

随着超声时间的延长(见图5),污泥渣含水率先降后升,脂提取率先升后降。超声时间为30 min时,污泥渣含水率最低,为 $(66.79 \pm 12.37)\%$,脂提取率最高,为 $(22.31 \pm 0.50)\%$ 。与索氏提取时间为8 h相比,超声波提取不仅脂提取率接近,而且缩短了时间成本。

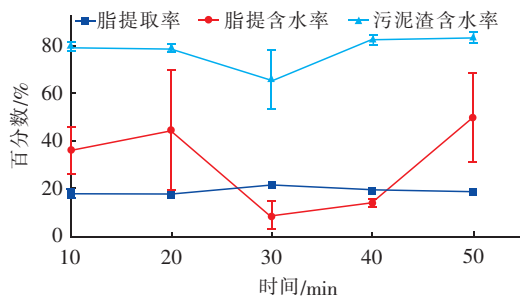


图5 提取时间对污泥超声波提取的影响

Fig. 5 Effect of extraction time on ultrasonic extraction of sludge

2.2.4 提取温度

在超声波的作用下,当提取温度为20~80℃时,污泥渣的含水率呈上升趋势,脂提含水率总体呈先降后升的趋势,在提取温度为50℃时,脂提含水率降到最低,为 $(9.72 \pm 5.67)\%$;污泥的脂提取率呈先升后降趋势,在50℃时,脂提取率达到最高,为 $(22.31 \pm 0.50)\%$ 。由于超声波的电机械能释放热能,以及空化效应和机械作用,如果不加以温度控制,超声波反应器内的温度也会上升至 $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$,故选择50℃作为超声波提取的环境温度,既可以保证脂提取率,又可以减少保温的经济成本。

进一步分析可得两种不同提取方法下各部分水分含量,如图6所示。

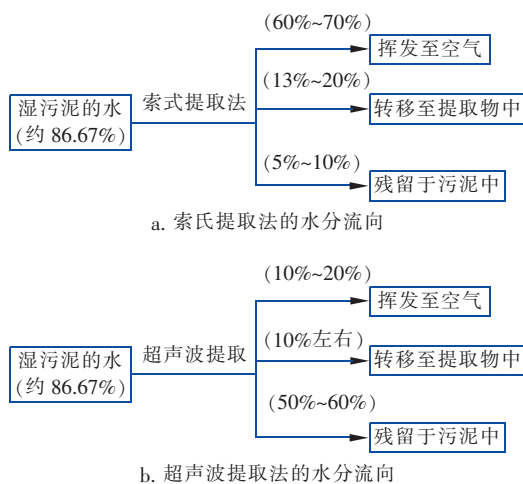


图6 索氏提取法和超声波提取法的水分流向

Fig. 6 Moisture flow of Soxhlet extraction method and ultrasonic extraction method

3 结论

从整体趋势上看,索氏提取的污泥渣含水率受提取剂浓度、固液比影响较大;脂提含水率受固液

比、提取时间、提取温度的影响较大;脂提取率受提取剂浓度的影响较大。索氏提取的最佳条件如下:提取剂正己烷与乙醇的体积比为1:1、固液比为1:20、提取时间为8 h、提取温度为75℃。超声波提取法相对于索氏提取法,提取时间大幅减少,温度控制要求不高。超声波提取法的最佳条件如下:功率密度为 $0.2 \text{ W}/\text{cm}^3$ 、固液比为1:20、提取时间为30 min、提取温度为50℃。两种提取方法对污泥的低温热干化都起到了一定的作用,其中索氏提取法对污泥低温热干化的效果更明显。

参考文献:

- [1] 马学良,肖士军,刘晗琨,等. 污泥资源化处理技术及成套设备应用[J]. 节能与环保,2015(2):68-70.
Ma Xueliang, Xiao Shijun, Liu Hankun, et al. Sludge resource treatment technology and application of complete sets of equipment[J]. Energy Conservation and Environmental Protection, 2015(2):68-70 (in Chinese).
- [2] 麻红磊. 城市污水污泥热水解特性及污泥高效脱水技术研究[D]. 杭州:浙江大学,2012.
Ma Honglei. Study on Thermal Hydrolysis Characteristics of Sewage Sludge and High Performance Dewatering Technology [D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2012 (in Chinese).
- [3] 符成龙. 机械脱水污泥热水解预处理及深度脱水的试验研究[D]. 杭州:浙江大学,2013.
Fu Chenglong. Experimental Study on Thermal Hydrolysis Pretreatment and Dewatering of Mechanically Dewatered Sewage Sludge [D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2013 (in Chinese).
- [4] 赵乐乐,储庆. 污水处理厂污泥深度脱水系统设计及调试运行[J]. 净水技术,2015,34(3):72-75.
Zhao Lele, Chu Qing. Design and debugging operation of sludge deep dewatering system in sewage treatment plant [J]. Water Purification Technology, 2015, 34(3):72-75 (in Chinese).
- [5] Ohm T I, Chae J S, Kim J E, et al. A study on the dewatering of industrial waste sludge by fry-drying technology[J]. J Hazard Mater, 2009, 168(1):445-450.
- [6] 申维真,张宏伟,张羽. 城市污泥桨叶式干化优化实验研究[J]. 环境工程学报,2013,7(11):4575-4580.
Shen Weizhen, Zhang Hongwei, Zhang Yu. Experiments

- on optimization of sewage sludge drying by paddle dryer [J]. Chinese Journal of Environmental Engineering, 2013, 7(11): 4575–4580 (in Chinese).
- [7] 姚立明, 宫禹, 赵孟石, 等. 我国城市污泥处理技术现状[J]. 黑龙江科学, 2015(3): 10–11.
Yao Liming, Gong Yu, Zhao Mengshi, *et al.* Technical situation of municipal sludge treatment[J]. Heilongjiang Science, 2015(3): 10–11 (in Chinese).
- [8] 郭松林, 陈同斌, 高定, 等. 城市污泥生物干化的研究进展与展望[J]. 中国给水排水, 2010, 26(15): 102–105.
Guo Songlin, Chen Tongbin, Gao Ding, *et al.* Research progress and prospect of sewage sludge biodrying[J]. China Water & Wastewater, 2010, 26(15): 102–105 (in Chinese).
- [9] Deng W Y, Yan J H, Li X D, *et al.* Emission characteristics of volatile compounds during sludges drying process [J]. J Hazard Mater, 2009, 162(1): 186–192.
- [10] 褚赞, 翁焕新, 章金骏, 等. 污泥干化过程中苯系物(BTEX)的释放及其致癌风险评价[J]. 环境科学学报, 2009, 29(4): 777–785.
Chu Yun, Weng Huanxin, Zhang Jinjun, *et al.* BTEX release and its carcinogenic risk assessment during sewage sludge dewatering [J]. Acta Scientiae Circumstantiae, 2009, 29(4): 777–785 (in Chinese).
- [11] 翁焕新, 高彩霞, 刘瓚, 等. 污泥硫酸盐还原菌(SRB)与硫化氢释放[J]. 环境科学学报, 2009, 29(10): 2094–2102.
Weng Huanxin, Gao Caixia, Liu Zan, *et al.* Sulfate-reducing bacteria (SRB) in sewage sludge and release of H_2S [J]. Acta Scientiae Circumstantiae, 2009, 29(10): 2094–2102 (in Chinese).
- [12] 翁焕新, 章金骏, 刘瓚, 等. 污泥干化过程氨的释放与控制[J]. 中国环境科学, 2011, 31(7): 1171–1177.
Weng Huanxin, Zhang Jinjun, Liu Zan, *et al.* Characterization of ammonia release during sewage sludge drying process and its control [J]. China Environmental Science, 2011, 31(7): 1171–1177 (in Chinese).
- [13] 董仪, 朱芬芬, 张荣岩, 等. 城镇污泥中神经酰胺分离纯化工艺的初探研究[J]. 中国环境科学, 2019, 39(5): 2063–2070.
Dong Yi, Zhu Fenfen, Zhang Rongyan, *et al.* Preliminary study on separation and purification of ceramide in sewage sludge[J]. China Environmental Science, 2019, 39(5): 2063–2070 (in Chinese).
- [14] Zhu F F, Wu X M, Zhao L Y, *et al.* Lipid profiling in sewage sludge[J]. Water Res, 2017, 116: 149–158.
- [15] Zhu F F, Zhao L Y, Zhang Z L, *et al.* Preliminary study at lipids extraction technology from municipal sludge by organic solvent[J]. Procedia Environmental Sciences, 2012, 16: 352–356.
- [16] Zhu F F, Zhao L Y, Jiang H M, *et al.* Comparison of the lipid content and biodiesel production from municipal sludge using three extraction methods [J]. Energy & Fuels, 2014, 28(8): 5277–5283.



作者简介: 韩媚玲(1996–), 女, 河北沧州人, 硕士研究生, 研究方向为固体废弃物资源化。

E-mail: 15280921963@163.com

收稿日期: 2019–06–22