

污泥滤液中高浓度氨氮监测预处理技术研究

侣同勉 李 倩 王松叶

连云港市灌云生态环境监测站 江苏 连云港 222200

摘 要: 污泥滤液是城镇污水处理厂污泥脱水过程中产生的高污染副产物, 其氨氮浓度通常高达数百至数千毫克每升, 远超常规水质监测仪器的直接检测上限。为保障氨氮监测数据的准确性与仪器运行稳定性, 必须对滤液实施有效的预处理。本文系统梳理了当前应用于污泥滤液高浓度氨氮监测的前处理技术, 涵盖物理分离法、化学转化法、生物抑制法及联用集成策略, 重点分析了各技术对氨氮形态保持、干扰物去除及检测适配性的影响机理。在此基础上, 提出以“靶向保留—梯度稀释—干扰屏蔽”为核心的分级预处理架构, 并探讨了发展趋势。研究表明, 预处理技术的选择需兼顾氨氮浓度削减效率、基质复杂性与检测方法响应特性, 未来应着力发展低耗、快速、可在线集成的预处理新原理与新器件。

关键词: 污泥滤液; 氨氮; 水质监测; 预处理; 干扰消除; 高浓度适配

引言

污泥滤液具有悬浮物高、有机物复杂及氨氮浓度极高(常达 500~3000mg/L, 甚至超 5000mg/L)的特征, 远超常规检测手段的最佳响应区间。直接进样易导致信号饱和、读数失真, 并加速仪器管路堵塞与部件老化。当前预处理的核心矛盾在于如何在精准保留氨氮总量的前提下实现浓度降维与基质净化。传统稀释法误差大且无法消除干扰; 蒸馏吹脱法存在氨氮挥发损失风险; 化学沉淀与吸附法则可能引起氨氮共沉淀或截留。随着在线监测普及及监管要求提升, 预处理技术正由离线手工向自动化、模块化及智能决策演进。本文从监测前端视角, 系统评述适用于污泥滤液高浓度氨氮监测的预处理技术原理、适用条件及耦合策略, 旨在为检测方法标准化与装置开发提供理论支撑。

1 污泥滤液水质特征及其对氨氮监测的制约

1.1 高浓度氨氮的赋存形态与缓冲体系

污泥滤液中的氨氮主要以游离氨(NH_3)和铵离子(NH_4^+)两种形式存在, 二者比例受 pH 与温度支配。典型滤液 pH 值在 7.5~8.5 之间, 铵离子占绝对优势, 但厌氧过程产生的碳酸氢盐赋予滤液较强的酸碱缓冲容量。当采用碱化蒸馏或气提预处理时, pH 每升高一个单位, 游离氨比例可跃升数倍, 这既是分离富集的驱动力, 亦是氨氮损失的风险源。监测预处理必须记录并调控体系的酸碱平衡, 否则气态氨逸散将导致测定值系统偏低。

1.2 共存干扰物的类别与影响路径

除氨氮外, 污泥滤液富含钙、镁、铁、铝等金属离

子, 以及腐殖酸、蛋白质降解产物、表面活性剂和硫化物。这些组分对氨氮监测的干扰体现在三个层面: 其一, 金属离子在碱性条件下生成氢氧化物沉淀, 散射或吸收入射光, 使比色法结果偏高; 其二, 有机胺类、胍类化合物与显色试剂发生类似伯胺的反应, 产生非氨氮来源的色度增量, 即化学性正干扰; 其三, 硫化物和亚硫酸盐还原显色中间产物, 抑制发色团生成, 造成负干扰。离子选择性电极法则主要受钾离子、钠离子及 pH 波动的电势干扰^[1]。预处理的目的是不是彻底矿化所有有机物, 而是选择性地消除或屏蔽上述干扰路径, 同时将氨氮浓度调整至检测器线性范围。

1.3 监测预处理的技术需求层级

鉴于上述制约, 有效预处理应满足四个递进层级: 第一层为浓度适配, 即通过稀释或分离将氨氮水平降至检测上限以下; 第二层为物相均一化, 去除悬浮颗粒与胶体, 防止物理堵塞; 第三层为化学干扰抑制, 消除或掩蔽非目标反应性物质; 第四层为形态稳定, 确保预处理前后氨氮总量不发生不可逆损失。四个层级相互关联, 单一方法难以全面兼顾, 催生了多种技术联用的预处理流程。

2 物理法预处理技术

2.1 稀释与膜过滤

稀释是最原始的浓度调节手段, 但纯水稀释会改变滤液离子强度和缓冲能力, 可能改变氨氮的电离平衡, 且无法去除溶解性干扰物。为降低稀释误差, 工程上常采用重量法替代体积法, 并辅以在线动态稀释系统, 根

据初测信号反馈调节稀释倍数。膜过滤（微滤或超滤）可有效截留粒径大于 $0.1\mu\text{m}$ 的悬浮物和微生物絮体，但对溶解态氨氮无截留作用，通常与稀释串联。需注意，滤膜对疏水性有机物的吸附可能改变滤液基质，且高压过滤可能促使溶解性气体（包括少量 NH_3 ）脱除，故建议采用低压死端过滤并收集初滤液弃去前段。

2.2 吹脱与气提

吹脱法利用空气或惰性气体将游离氨从液相转移至气相，再经酸吸收液回收，实现氨氮与干扰物的彻底分离。该法对高浓度氨氮（ $>1000\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ）具有较高的去除效率，但作为预处理用于监测时，面临两大矛盾：一是吹脱效率取决于 pH（需调至 10.5 以上）和温度（ $30\sim 50^\circ\text{C}$ ），调节过程可能引发铵盐沉淀或有机胺水解，改变氨氮原始形态；二是完全吹脱后需用吸收液重新定容，操作繁琐且吸收效率受气液比影响^[2]。因此，吹脱更适用于总量测定前的富集步骤，而非日常监测的快速预处理。

2.3 蒸馏预处理

蒸馏是经典氨氮前处理方法，通过加热使氨随水蒸气馏出，以硼酸或硫酸吸收。蒸馏能有效去除色度、浊度和大部分金属离子干扰，回收率可达 $95\%\sim 102\%$ 。但传统蒸馏装置耗时较长（通常 $40\sim 60\text{min}$ ），且需严格控制蒸馏速率以避免暴沸和氨氮夹带损失。近年发展出的微波辅助蒸馏和电热定向蒸馏，将加热时间压缩至 10min 以内，同时配备温度-压力反馈控制，减少氨氮分解风险。然而，蒸馏过程仍无法区分无机铵与部分易水解有机氮（如尿素），对于含脲类物质的滤液需加酸预水解，否则测定结果偏低。

3 化学转化与沉淀法

3.1 碱性沉淀与絮凝共沉

向滤液中投加氢氧化钠或石灰乳，使 pH 升至 $9.5\sim 10.5$ ，可促使镁、钙等离子生成氢氧化物或碳酸盐沉淀，同时部分磷酸根以磷酸钙形式析出。该过程可通过絮凝剂（聚合氯化铝、聚丙烯酰胺）的架桥作用加快沉降速度，上清液清澈度显著提升。但沉淀物表面具有较强的吸附能力，可携带部分铵离子共沉淀，尤其当 pH 波动或沉淀物量过大时，氨氮损失可达 $5\%\sim 15\%$ 。为降低这一损失，可采用分段沉淀策略：先在弱碱性（pH8.0）下沉淀多数金属，再快速调节至目标 pH 并立即过滤，缩短氨氮与新生沉淀的接触时间。

3.2 化学氧化降解法

针对硫化物、亚硝酸盐及部分还原性有机胺，可投

加低剂量高锰酸钾或过氧化氢进行预氧化，将其转化为硫酸盐、硝酸盐或羧酸类惰性产物，从而消除对纳氏试剂或水杨酸法的显色干扰。氧化剂的投加量需精确控制——过量氧化剂会自身分解产生气泡或残留氧化性物质，破坏显色体系。对于污泥滤液，过氧化氢配合微量 Fe^{2+} 的 Fenton 试剂可在室温下快速氧化硫化物，但氧化过程伴随羟基自由基生成，可能将少量铵离子氧化为氮气或羟胺，因此必须预先通过碘量法标定滤液还原性物质总量，按化学计量比投加。

3.3 离子交换与选择性吸附

阳离子交换树脂（强酸型）可从滤液中吸附铵离子，随后用氯化钠或盐酸再生洗脱，实现氨氮的浓缩或置换。该法可将氨氮与有机干扰物分离，且树脂对 NH_4^+ 具有较钾、钙更高的选择性系数。但污泥滤液的高离子强度会竞争交换位点，降低实际工作容量^[3]。近年来开发的沸石分子筛（如斜发沸石）凭借其规整孔道和对铵离子的尺寸筛分效应，在静态吸附预处理中表现出良好应用前景，吸附后的滤液可直接进样测定残余氨氮，而沸石吸附的氨氮可用碱液释放后另行测定，形成“双路校准”模式。该法瓶颈在于解吸液处理及沸石细粉对检测管路的磨损。

4 生物抑制与酶法预处理

4.1 生物活性抑制策略

污泥滤液中常含异养菌和硝化菌，若预处理放置时间过长，微生物代谢会消耗或转化氨氮，造成测定值随时间漂移。短期保存可投加氯仿、叠氮化钠或氯化汞等抑制剂，但毒性试剂残留危害操作者健康且增加废液处理负担。绿色替代方案包括低温（ 4°C ）冷藏和酸固定（ $\text{pH}<2$ ），前者抑制酶活性，后者使氨氮以铵盐形式稳定。但酸化处理可能溶解部分矿物沉淀，释放结合态铵，需在检测前重新中和并补偿体积变化。对于在线监测，可在取样管路前端设置微型紫外灭菌单元，利用 254nm 紫外线照射流经液，钝化微生物 DNA，达到稳定氨氮浓度的目的，且无化学残留。

4.2 谷氨酰胺酶与尿素酶排除法

当滤液中存在较高浓度的有机氮化合物（如氨基酸、尿素）时，常规氨氮测定会因酸解或酶解后释放额外氨氮而虚高。区分无机氮与有机氮贡献的预处理手段是加入特异性酶抑制剂或预先酶解完全后差值计算。例如，利用脲酶抑制剂（如乙酰氧肼酸）阻断尿素水解，或在测定前加酸性高锰酸钾将有机氮消解为铵态氮，再通过差值推算无机氨氮。但该方法操作周期长，且污泥

滤液成分复杂,酶活性易受重金属抑制,目前多用于科研级分析,尚未纳入标准监测流程。

5 联用集成预处理系统

5.1 分级稀释-过滤-掩蔽串联流程

针对污泥滤液的高浓度与高复杂度,当前主流离线预处理方案为“粗滤→稀释→掩蔽”三步。首先以玻璃纤维滤纸进行粗过滤去除大颗粒;然后根据预估浓度进行10~100倍梯度稀释,使氨氮浓度落入 $1\sim 10\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 区间;最后添加EDTA二钠掩蔽钙镁离子,加入柠檬酸钠缓冲液维持pH并掩蔽铁铝。该流程操作简便、成本低廉,对多数市政污泥滤液适用。但梯度稀释会放大取样误差,且掩蔽剂本身可能含微量铵杂质,需做空白校正。更为稳健的做法是采用连续流动注射分析仪(FIA)内置的在线稀释模块,将稀释比例动态调整与掩蔽剂注入集成于同一流路,实现全自动预处理-检测一体化。

5.2 气膜分离-酸吸收-电导检测耦合

气膜分离技术(GasMembraneSeparation)利用疏水性微孔膜(如聚四氟乙烯)作为气液界面,将碱性条件下生成的游离氨透过膜孔扩散至膜另一侧的酸性接受液,接受液电导率随铵离子增加而升高,进而间接定量氨氮。该技术将分离与检测合二为一,预处理仅需调节滤液pH至11以上并加热至 40°C 。由于膜只允许气态分子通过,所有非挥发性干扰物(色度、悬浮物、金属离子)均被阻隔,具有极佳的选择性^[4]。针对污泥滤液高浓度特性,可通过缩短膜接触时间或降低接受液酸浓度来调控响应灵敏度。该法近年在在线监测仪器中逐渐普及,但膜污染和长期稳定性仍是待解难题。

5.3 智能预处理单元的构建设想

面向未来水质监测网络化、实时化需求,预处理技术应从“固定流程”转向“自适应决策”。其核心在于集成微型传感器(电导率、pH、浊度、氧化还原电位)实时感知滤液基体参数,并由内置算法动态选择预处理路径——当浊度超标时启动离心或切向流过滤,当预测氨氮浓度超过阈值时启动串联稀释,当识别到高浓度硫化物时触发微量氧化剂注入。这种智能单元需配套微型泵阀、微流控芯片和嵌入式控制系统,将预处理时间压缩至3~5min,同时保留原始水样分样以备复检。虽然目前尚处概念验证阶段,但微电子机械系统(MEMS)加

工技术的进步已为微型化气液分离器和电化学传感器阵列提供了硬件基础。

6 预处理技术面临挑战与发展展望

当前物理法受限于效率与选择性不可兼得,化学法面临引入新干扰物的风险,生物法响应慢且适用性窄。改进突破口包括:开发超亲水/超疏水复合膜材料,实现氨氮的分子级筛分而不依赖pH调节;利用深共熔溶剂(DES)作为吸收介质,选择性捕集氨氮同时络合重金属,达到“一石二鸟”效果;将机器学习引入预处理条件优化,通过历史数据训练模型实时推荐最佳稀释倍数和掩蔽剂用量。此外,标准化工作亟待跟进,包括制定污泥滤液氨氮监测预处理的质控样制备规范和方法验证导则。

7 结语

污泥滤液中高浓度氨氮的准确监测离不开科学合理的预处理方案。本文系统剖析了稀释过滤、吹脱蒸馏、化学沉淀、离子交换、生物抑制及膜分离等预处理技术的作用机理、适用边界与局限性,指出任何单一技术均难以同时满足浓度适配、干扰消除与形态保真三大目标。联用集成系统通过分级协同可有效弥补单法缺陷,但流程冗长和操作复杂性问题依然突出。面向环境监测智慧化转型需求,未来预处理技术应着力于微型化在线耦合、智能感知决策及低化学试剂依赖方向。同时,建议行业加快建立针对高浓度污泥滤液预处理效能的评价标准,推动预处理单元与监测仪器的深度集成,从而为污水处理厂稳定运行和环保监管提供高质量数据基石。

参考文献

- [1] 王晓东,陈志强,李红岩.污水处理厂污泥脱水滤液水质特征及处理技术研究进展[J].环境工程学报,2022,16(4):1123-1134.
- [2] 赵金辉,刘颖,吴志超.高浓度氨氮废水吹脱预处理工艺优化及其对监测的影响[J].水处理技术,2023,49(2):78-83.
- [3] 孙德容,周明华,郑天龙.气膜分离技术在氨氮在线监测前处理中的应用研究[J].分析测试学报,2024,43(1):150-157.
- [4] 陈方舟,杨敏,张昱.离子交换-蒸馏联用法测定污泥厌氧消化液中氨氮的干扰消除[J].环境化学,2022,41(9):3012-3020.