



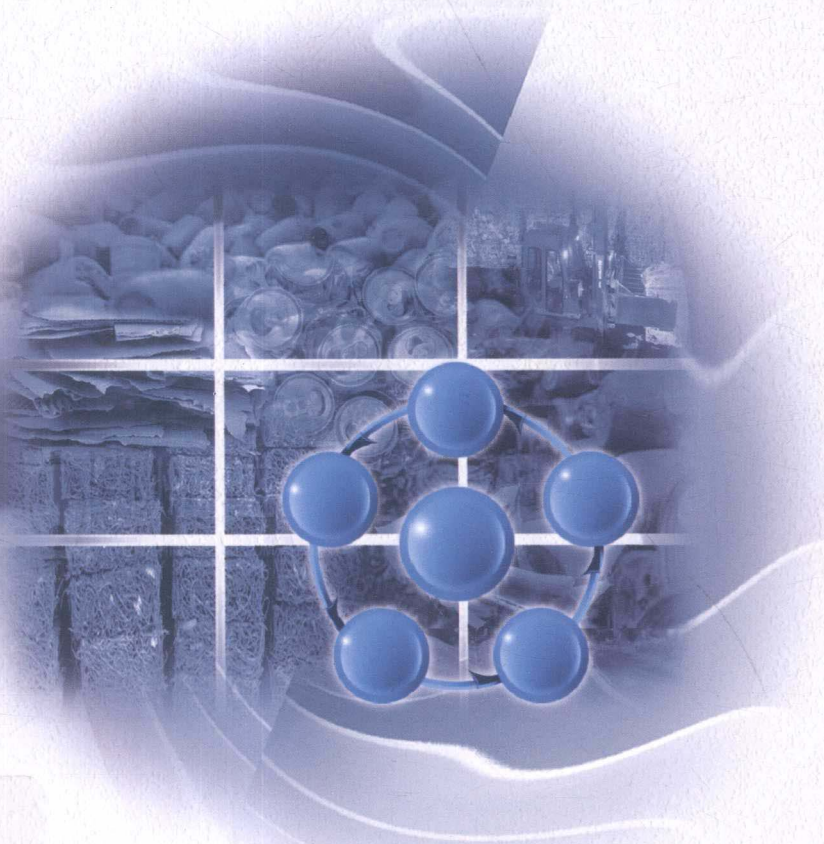
西安交通大学 “十三五”规划教材



普通高等教育能源动力类专业“十三五”规划教材

# 固体废物处理、处置与 资源化实验教程

主编 梁继东 副主编 高宁博 张瑜



西安交通大学出版社  
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS



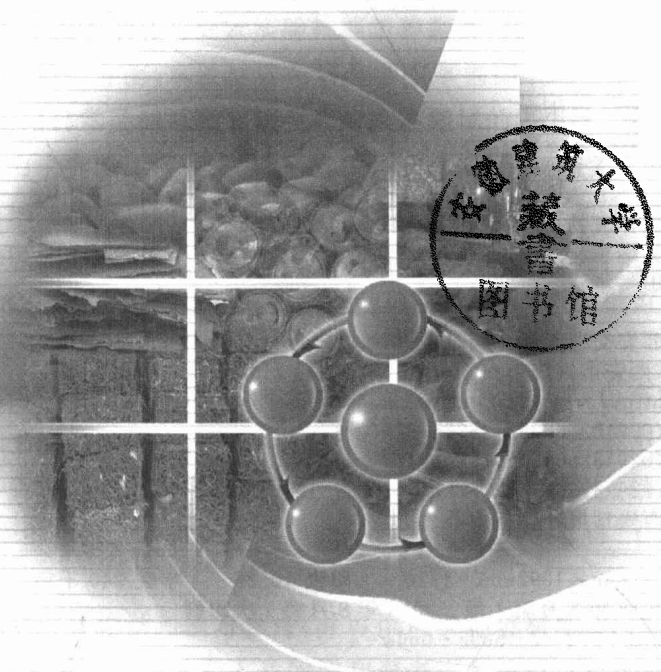
西安交通大学 “十三五”规划教材



普通高等教育能源动力类专业“十三五”规划教材

# 固体废物处理、处置与 资源化实验教程

主编 梁继东 副主编 高宁博 张瑜



西安交通大学出版社  
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS

---

图书在版编目(CIP)数据

固体废物处理、处置与资源化实验教程/梁继东主编.

—西安:西安交通大学出版社,2018.8

ISBN 978-7-5693-0664-4

I. ①固… II. ①梁… III. ①固体废物处理-实验-教材 IV. ①X705-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 120525 号

---

书 名 固体废物处理、处置与资源化实验教程  
主 编 梁继东  
责任编辑 田 华

---

出版发行 西安交通大学出版社  
(西安市兴庆南路 10 号 邮政编码 710049)

网 址 <http://www.xjtupress.com>  
电 话 (029)82668357 82667874(发行中心)  
(029)82668315(总编办)

传 真 (029)82668280  
印 刷 西安日报社印务中心

---

开 本 787mm×1092mm 1/16 印张 10.25 字数 240 千字  
版次印次 2018 年 8 月第 1 版 2018 年 8 月第 1 次印刷  
书 号 ISBN 978-7-5693-0664-4  
定 价 25.00 元

---

读者购书、书店添货,如发现印装质量问题,请与本社发行中心联系、调换。

订购热线:(029)82665248 (029)82665249

投稿热线:(029)82665640 QQ:190293088

读者信箱:190293088@qq.com

版权所有 侵权必究

## Foreword 前言

“固体废物处理、处置与资源化实验教程”是环境科学、环境工程、资源循环等专业必修课程“固体废物处理与处置”“固体废物处理与资源化”“固体废物管理”等的配套实验教材。在环境保护类相关专业人才培养领域占有重要地位,起着培养学生理论联系实践和动手操作能力的关键作用。

本实验教材内容是在大量参考国内外资料,并基于编者多年的教学和科研经验编写而成的。全书按照学科基本构架分为8章,包括固体废物样品基础理化性质分析、固体废物的预处理、固体废物的好氧堆肥、固体废物的厌氧消化、固体废物的热处理、危险固体废物的鉴别与处理、固体废物的填埋、固体废物资源化。其中,第2章到第6章为固体废物处理与处置的主流处理与处置工艺,分别按照基础实验和综合实验编汇。一方面,本教材在全面系统体现学科构架基础上,与时俱进地融合了部分创新实验内容,与固体废物处理与处置的基础理论和技术发展相辅相成,既能满足基本的固体废物处理与处置实验技能培养需要,又能较好地吸纳该学科国内外新发展的理论和技术。另一方面,本教材旨在培养学生掌握固体废物处理与处置的基础实验技能,并使学生能够运用已掌握的基础实验技能解决本领域的综合环境问题。

教材中每个实验在内容上力求实验原理叙述清楚,实验步骤简明扼要,相关实验仪器的原理、操作步骤介绍清晰,实验结果处理和总结讲解清楚。通过本课程的学习,可以加深学生对固体废物处理与处置技术基本原理的理解,提高学生的实验技能。同时,教师可根据人才培养方案和实验室的设备条件,选择开设创新性实验,开阔学生的视野,激发学生的学习兴趣,从而推动创新性人才培养。

本实验教材第1、3、4、7章由梁继东编写,第2、6章由张瑜编写,第5、8章由高宁博编写,全书由梁继东负责统稿。在本书编写过程中,研究生王金兴、高厦、滕庭庭、李宗阳、李家琦和韩映等协助收集和整理了部分资料。同时本书也参考了大量专家学者的相关文献,借鉴引用了部分内容,在此一并表示诚挚的感谢。本教材编写得到了西安交通大学本科“十三五”规划教材建设资助。

本书适用于高等院校师生的实验教学和学习参考,并可供从事环境科学、环境工程、资源循环等领域研究的研究生、科研人员及工程技术人员阅读和参考。各单位可根据实际情况选作其中部分实验项目。

由于编者水平有限,疏漏和不妥之处在所难免。恳请广大读者批评指正。

编者

2018年6月

# Contents 目录

第一章 固体废物样品基础理化性质分析实验	(001)
实验一 固体废物含水率的测定	(001)
实验二 固体废物 pH 的测定	(002)
实验三 固体废物电导率的测定	(003)
实验四 固体废物总固体(TS)和挥发性固体(VS)的测定	(005)
实验五 固体废物总有机碳(TOC)的测定	(006)
实验六 固体废物总氮(TN)的测定	(008)
实验七 固体废物总磷(TP)的测定	(010)
本章参考文献	(012)
第二章 固体废物预处理实验	(014)
第一节 固体废物预处理基础实验	(014)
实验一 固体废物样品体积密度、孔隙率及吸收率的测定	(014)
实验二 固体废物样品的工业分析	(016)
实验三 固体废物的压实与评价	(019)
实验四 固体废物的破碎与评价	(022)
实验五 生活垃圾的风力分选	(024)
第二节 固体废物预处理综合实验	(027)
实验六 板框压滤与污泥离心脱水性能测定	(027)
实验七 洞道法测定污泥干燥性能	(030)
实验八 真空抽滤法测定污泥比阻	(035)
实验九 生活垃圾制备复合板材	(039)
实验十 垃圾焚烧炉渣的综合利用	(041)
本章参考文献	(043)
第三章 固体废物的好氧堆肥实验	(044)
第一节 试样采集与性质分析基础实验	(044)
实验一 好氧堆肥生物处理固体废物样品的采集	(044)
实验二 氨氮( $\text{NH}_4^+ - \text{N}$ )和硝态氮( $\text{NO}_3^- - \text{N}$ )的测定	(045)
实验三 固体废物堆肥及腐熟度评价	(048)

实验四 堆肥中不同形态重金属含量测试·····	(051)
第二节 好氧堆肥工艺及过程探索综合实验·····	(053)
实验五 厨余垃圾的强制通风堆肥处理与过程监控实验·····	(053)
实验六 畜禽粪便和农业秸秆的机械翻堆堆肥与过程监控实验·····	(055)
实验七 生物炭对堆肥重金属的钝化作用实验·····	(057)
实验八 含磷添加剂减排猪粪堆肥温室气体和氨气排放实验·····	(060)
本章参考文献·····	(062)
第四章 固体废物的厌氧消化实验·····	(063)
第一节 试样采集与性质分析基础实验·····	(063)
实验一 厌氧消化原料的采集与制备·····	(063)
实验二 可挥发性脂肪酸(VFAs)的测定·····	(064)
实验三 纤维素、半纤维素、木质素的测定·····	(065)
实验四 固体废物样品中粗蛋白的测定·····	(069)
实验五 产气潜力与气体组成分析实验·····	(072)
实验六 厌氧消化污泥中的重金属形态分析·····	(074)
第二节 厌氧消化工艺过程探索综合实验·····	(076)
实验七 畜禽粪便与秸秆厌氧消化的膨胀性与产气特性分析实验·····	(076)
实验八 高含固率污泥的厌氧消化实验·····	(077)
实验九 温度对厌氧消化产沼气潜力与特性影响实验·····	(079)
实验十 秸秆与粪便混合的厌氧消化产气性能测试实验·····	(082)
实验十一 碱法预处理提高秸秆厌氧消化产沼气性能实验·····	(083)
实验十二 厌氧消化过程重金属生物有效性分析实验·····	(085)
本章参考文献·····	(088)
第五章 固体废物的热处理·····	(089)
第一节 固体废物热处理基础实验·····	(089)
实验一 固体废物的预处理·····	(089)
实验二 固体废物的热值潜力测试·····	(091)
第二节 固体废物热处理综合实验·····	(094)
实验三 固体废物热解实验·····	(094)
实验四 固体废物气化实验·····	(096)
实验五 固体废物水热处理实验·····	(099)
本章参考文献·····	(101)
第六章 危险固体废物的鉴别与处理实验·····	(103)
第一节 危险固体废物的鉴别与处理基础实验·····	(103)

实验一	危险废物样品的制备(1):翻转法	(103)
实验二	危险废物样品的制备(2):水平振荡法	(105)
实验三	危险废物的易燃性鉴别	(106)
实验四	危险废物的腐蚀性鉴别	(108)
实验五	危险废物浸出毒性实验	(110)
第二节	危险固体废物的鉴别与处理综合实验	(111)
实验六	危险废物的固化实验	(111)
实验七	危险废物中废电池的综合利用	(113)
实验八	危险废物中 VOCs 浸出毒性分析方法	(115)
实验九	水泥固化对炼油废渣土样浸出液毒性的影响	(118)
	本章参考文献	(120)
<b>第七章</b>	<b>固体废物的填埋</b>	(121)
第一节	填埋垃圾的组成及特征分析基础实验	(121)
实验一	填埋垃圾样品的采集与制备	(121)
实验二	垃圾的基本组成与容重的测定	(122)
实验三	填埋垃圾渗滤液化学需氧量(COD)和生化需氧量(BOD)的测定	(123)
第二节	垃圾卫生填埋过程控制综合实验	(126)
实验四	卫生填埋垃圾沉降及渗滤液变化规律评估实验	(126)
实验五	垃圾卫生填埋填埋气动态变化监测实验	(128)
实验六	温度对垃圾填埋过程的影响实验	(130)
实验七	渗滤液回流对垃圾填埋的影响实验	(131)
实验八	城市生活垃圾与市政污泥混合对填埋过程的影响实验	(133)
实验九	准好氧填埋工艺垃圾填埋过程监控实验	(135)
	本章参考文献	(136)
<b>第八章</b>	<b>固体废物资源化</b>	(138)
实验一	废旧塑料的热裂解实验	(138)
实验二	电子废弃物资源化实验	(140)
实验三	粉煤灰的资源化(1):从粉煤灰中提取氧化铝	(142)
实验四	粉煤灰的资源化(2):利用粉煤灰制取微晶玻璃	(144)
实验五	热解半焦的重金属测定	(145)
实验六	气化半焦的比表面积测定	(149)
实验七	含油污泥油品回收实验(1):溶剂萃取法	(153)
实验八	含油污泥油品回收实验(2):热解法	(154)
	本章参考文献	(156)

# 第一章 固体废物样品基础理化性质分析实验

## 实验一 固体废物含水率的测定

### 1. 实验目的

掌握固体废物含水率的测试方法,分析获得固体废物样本的含水率,为固体废物处理方法选择、工艺设计、物料调配和处理过程监控提供数据参考。

### 2. 实验原理

采用重量法测定固体废物含水率。固体废物样品中的水分经 105 °C 的烘箱烘干至恒定质量,计算样品中损失的质量与样品初始质量的百分比,即得到样品的含水率  $C_w$ 。

### 3. 材料与方方法

#### 3.1 实验用仪器

- (1)小型电热恒温烘箱。
- (2)分析天平:精度 0.1 mg。
- (3)铝盒若干。
- (4)干燥器。

#### 3.2 测定步骤

(1)将采集固体废物样品破碎至粒径小于 15 mm 的细块,准确称量固体废物鲜样 20 g,放入已知质量的铝盒中(记为  $M_0$ ),盖好盒盖,称量,即铝盒加样品的湿重,记为  $M_1$ 。

(2)揭开盒盖,放入烘箱中,在  $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$  下烘干 4~8 h,取出放到干燥器中冷却 0.5 h 后称重,重复烘 1~2 h,冷却 0.5 h 后再称重,直至恒重(2 次称重之差不超过试样质量的 0.5%)。

(3)从干燥器内取出铝盒,盖好盒盖,称量,即铝盒加烘干样品的质量,记为  $M_2$ 。

#### 3.3 结果计算

固体废物含水率可通过下式计算

$$C_w(\%) = (M_1 - M_2) / (M_1 - M_0) \times 100\%$$



式中： $C_{\text{水}}$ ——固体废物的含水率，%；  
 $M_0$ ——铝盒质量，g；  
 $M_1$ ——固体废物湿基加铝盒的质量，g；  
 $M_2$ ——固体废物干基加铝盒的质量，g。

#### 4. 思考题

- (1) 对于固体废物处理，分析物料含水率的意义是什么？
- (2) 根据实验测试结果，若需将物料调配成含水率为 80% 物料进行后续处理，需要如何调配？

## 实验二 固体废物 pH 的测定

### 1. 实验目的

掌握固体废物 pH 的测试方法，分析获得固体废物样本的 pH 指标，为固体废物处理方法选择、工艺设计、物料调配和处理过程监控提供数据参考。

### 2. 实验原理

采用玻璃电极法测量固体废物的 pH，通过测量电池的电动势测定 pH。该电池以玻璃电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比电极。在 25 °C 理想条件下，氢离子活度变化 10 倍，使电动势偏移 59.16 mV，据此在仪器上直接以 pH 的读数表示。仪器上设置有温度差异的补偿装置。

### 3. 材料与方法

#### 3.1 主要仪器

- (1) pH 计。
- (2) 磁力搅拌器。
- (3) 小型电热恒温烘箱。
- (4) 分析天平：精度 0.1 mg。
- (5) 铝盒若干。
- (6) 250 mL 聚四氟乙烯烧杯。
- (7) 干燥器。

#### 3.2 主要试剂

- (1) 标准溶液 A：酒石酸氢钾 (25 °C 饱和)，pH 为 3.5~3.7。
- (2) 标准溶液 B：邻苯二甲酸氢钾 (0.05 mol/kg)，pH 为 3.9~4.3。

(3)标准溶液 C:磷酸二氢钾(0.025 mol/kg),磷酸氢二钠(0.025 mol/kg),pH 为 6.8~7.0。

(4)标准溶液 D:磷酸二氢钾(0.008695 mol/kg),磷酸氢二钠(0.03043 mol/kg),pH 为 7.3~7.6。

(5)标准溶液 E:硼砂(0.01 mol/kg),pH 为 8.8~9.5。

### 3.3 测定步骤

(1)称取烘干至恒重的样品 50 g 置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 250 mL 蒸馏水,放在磁力搅拌器上充分搅拌 0.5 h,过滤,收集上清液。液体样品(如垃圾渗滤液)则无需浸提,直接测量。

(2)将水样与标准溶液调到同一温度,记录测定温度,并将仪器温度补偿旋钮调至该温度上。

(3)选取一种上述标准溶液(A、B、C、D 或 E)校正仪器,其与样品 pH 值相差应不超过 2 个 pH 单位,从该标准溶液中取出电极,彻底冲洗并用滤纸吸干。再将电极浸入第二个标准溶液中,其 pH 值大约与第一个标准溶液相差 3 个 pH 单位,如果仪器响应的示值与第二个标准溶液的 pH 值之差大于 0.1 个 pH 单位,就要检查仪器、电极或标准溶液是否存在问题。当三者均正常时,方可用于测定样品。

(4)测定样品时,先用蒸馏水认真冲洗电极,再用水样冲洗,然后将电极浸入样品中,小心摇动或进行搅拌使其均匀,静置,待读数稳定时记下 pH 值。

## 4. 注意事项

(1)每种样品取两个平行样测定 pH 值,结果差值不应大于 0.5,否则应再取 1~2 个样品重复测定,结果应用测得的 pH 值范围表示。

(2)每次测量后,必须仔细清洗电极数次后方可测量另一样品。

(3)对于高 pH 值( $>10$ )或低 pH 值( $<2$ )的试样,两个平行样品的 pH 测定结果允许差值不应超过 0.2,否则应再取 1~2 个样品重复测定。

(4)在测定 pH 值的同时,应报告环境温度、样品来源、粒度大小、实验过程中的异常现象,特殊情况下实验条件的改变及原因等。

## 5. 思考题

(1)对于固体废物处理,分析物料 pH 值的意义是什么?

(2)根据实验数据,若某一处理工艺需将物料调整为中性范围( $\text{pH}=6\sim 8$ ),可采用哪些措施?

## 实验三 固体废物电导率的测定

### 1. 实验目的

掌握固体废物电导率的测试方法,分析获得固体废物样本的电导率指标,为固体废物处理

方法选择、工艺设计、物料调配和处理过程监控提供数据参考。

## 2. 实验原理

电导率为距离 1 cm 和截面积 1 cm<sup>2</sup> 的两个电极间所测的电阻的倒数,由电导率仪直接读数。

## 3. 材料与方法

### 3.1 主要仪器

- (1)电导率仪(附配套电导电极)。
- (2)恒温水浴锅。
- (3)100 mL 或 250 mL 烧杯。

### 3.2 测定步骤

(1)0.0100 mol/L 氯化钾标准溶液配置:取少量氯化钾(优级纯),在 110 °C 烘箱内干燥 2 h,冷却后精确称取 0.7456 g,溶于新煮沸放冷的重蒸馏水中(电导率小于 1 μs/cm),转移到 1000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度。此溶液在 25 °C 时的电导率为 1411.83 μs/cm。溶液储存在具有玻璃塞的硬质玻璃瓶中。

(2)按电导率仪使用说明,选好电极和测量条件,并调校好电导率仪,将电极用待测溶液洗涤 3 次后,插入盛放待测溶液的烧杯中。选择适当量程,读出表上读数,即可计算出待测溶液的电导率值。

### 3.3 其他说明

(1)电极维护:电极引线不要受潮,否则将影响测量的准确度。盛放待测溶液的烧杯应用待测溶液清洗 3 次,以避免离子污染。

(2)精密度和准确度:同一实验室对电导率为 1.36 μs/cm 的水样,经 10 次测定,其相对标准偏差为 1.0%。

(3)电极常数的测定:取未知电极常数的电极,用氯化钾标准溶液洗涤 5 次后,插入盛放氯化钾标准溶液的烧杯中,测量一定温度下的电导率,即可计算出电极的电极常数

$$\text{电极常数} = K/S$$

式中:K——一定温度下氯化钾标准溶液的电导率,可从 GB 6682 附录 A 中查出。

S——同一实验条件下,测出的氯化钾标准溶液的电导。

注:有的电导率仪出厂时已标明配套电极的电极常数,可直接进行电极常数的补偿校正。未知电极的电极常数,可用本法测定。

## 4. 注意事项

- (1)温度补偿采用固定的 2% 的温度系数补偿。
- (2)为确保测量精度,电极使用前应用小于 0.5 μs/cm 的蒸馏水(或去离子水)冲洗两次,

然后用被测试样冲洗三次后方可测量。

(3) 电极插头、插座绝对禁止沾水, 以免造成不必要的测量误差。

(4) 电极应定期进行常数标定, 电极常数不必经常测定, 但当重新镀铂黑时, 必须重新测定。

## 5. 思考题

(1) 对于固体废物处理, 分析电导率的意义是什么?

(2) 电导率反映了固体废物中哪类组分信息?

## 实验四 固体废物总固体(TS)和挥发性固体(VS)的测定

### 1. 实验目的

分析获得固体废物中总固体(total solid, TS)和挥发性固体(volatile solid, VS)含量, 为固体废物处理工艺设计和过程控制提供依据。

### 2. 实验原理

根据固体废物中水分和有机质在一定温度下蒸发或挥发导致的重量变化进行测试。具体操作流程如图 1-1 所示。

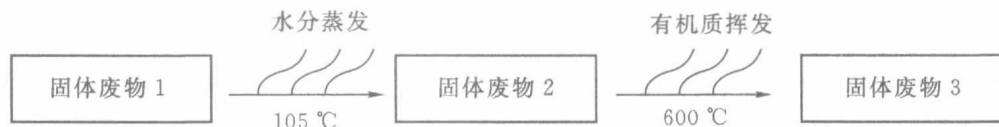


图 1-1 固体废物水分和有机质分析

### 3. 总固体(TS)的测定

采用烘干重量法测定固体废物样品 TS。具体测试步骤如下。

(1) 将坩埚放在烘箱(105±5)°C下烘 1 h 左右至恒重, 称重并记录数据  $M_1$  (g)。

(2) 将待测固体样品置于以上恒重坩埚中, 记录此时质量  $M_2$  (g)。再将其置于(105±5)°C下烘干至恒重, 并记录此时的数据  $M_3$  (g)。

(3) 按下式计算固体废物样品的 TS

$$\text{TS}(\%) = \frac{M_2 - M_3}{M_2 - M_1} \times 100\%$$

#### 4. 挥发性固体(VS)的测定

采用高温灼烧法测定固体废物中的 VS,具体步骤如下。

(1)将坩埚放在烘箱(105±5)℃下烘 1 h 左右至恒重,称重并记录数据  $M_1$  (g)。

(2)将待测固体样品置于以上恒重坩埚中,将其置于(105±5)℃下烘干至恒重,记录该质量  $M_2$  (g)。

(3)将样品置于 600 ℃的马弗炉里灼烧 2 h 左右至恒重,取出冷却至室温,称重并记录数据  $M_3$  (g)(灼烧残留量+坩埚重)。

(4)按下式计算固体废物样品的 VS

$$VS(\%) = \frac{M_2 - M_3}{M_2 - M_1} \times 100\%$$

#### 5. 思考题

(1)简述 TS 与 VS 的关系。

(2)根据实验测试结果,尝试为该固体废物选择合适的处理工艺,并说明选择原因。

### 实验五 固体废物总有机碳(TOC)的测定

#### 1. 实验目的

掌握固体废物总有机碳(total organic carbon, TOC)的测试方法,分析获得固体废物 TOC 含量,这可为物料属性的判断、固体废物处理方法选择、工艺设计、物料调配和处理过程监控等提供数据参考。

#### 2. 实验原理

在加热条件下,样品中的有机碳被过量重铬酸钾-硫酸溶液氧化,重铬酸钾中的六价铬( $Cr^{6+}$ )被还原为三价铬( $Cr^{3+}$ ),其含量与样品中有机碳的含量成正比,于 585 nm 波长处测定吸光度,根据三价铬( $Cr^{3+}$ )的含量计算有机碳含量。

#### 3. 实验材料与方法

##### 3.1 主要仪器

(1)分光光度计:具有 585 nm 波长,并配有 10 mm 比色皿。

(2)分析天平:精度 0.1 mg。

(3)恒温加热器:温控精度为 135 ℃±2 ℃。恒温加热器带有加热孔,其孔深应高出具塞

消解玻璃管内液面约 10 mm,且具塞消解玻璃管露出加热孔部分约 150 mm。

(4)具塞消解玻璃管:具有 100 mL 刻度线,管径为 35~45 mm。注意:具塞消解玻璃管外壁必须能够紧贴恒温加热器的加热孔内壁,否则不能保证消解完全。

(5)离心机:0~3000 r/min,配有 100 mL 离心管。

### 3.2 主要试剂

(1)1.84 g/mL 硫酸( $H_2SO_4$ )。

(2)硫酸汞( $HgSO_4$ )。

(3)0.27 mol/L 重铬酸钾( $K_2Cr_2O_7$ )溶液:称取 80.00 g 重铬酸钾溶于适量水中,溶解后移至 1000 mL 容量瓶,用水定容,摇匀。该溶液贮存于试剂瓶中,4 °C 下保存。

(4)10.00 g/L 葡萄糖( $C_6H_{12}O_6$ )标准使用液:称取 10.00 g 葡萄糖溶于适量水中,溶解后移至 1000 mL 容量瓶,用水定容,摇匀。该溶液贮存于试剂瓶中,有效期为一个月。

### 3.3 测定步骤

(1)标准曲线的绘制。

①分别量取 0.00、0.50、1.00、2.00、4.00 和 6.00 mL 葡萄糖标准使用液于 100 mL 具塞消解玻璃管中,其对应有机碳质量分别为 0.00、2.00、4.00、8.00、16.0 和 24.0 mg。

②分别加入 0.1 g 硫酸汞和 5.00 mL 重铬酸钾溶液,摇匀,再缓慢加入 7.5 mL 硫酸,轻轻摇匀。

③开启恒温加热器,设置温度为 135 °C。当温度升至接近 100 °C 时,将上述具塞消解玻璃管开塞放入恒温加热器的加热孔中,以仪器温度显示 135 °C 时开始计时,加热 30 min。然后关掉恒温加热器,取出具塞消解玻璃管水浴冷却至室温。向每个具塞消解玻璃管中缓慢加入约 50 mL 蒸馏水,继续冷却至室温。再用水定容至 100 mL 刻线,加塞摇匀。

④于波长 585 nm 处,用 10 mm 比色皿,以水为参比,分别测量吸光度。

⑤以零浓度校正吸光度为纵坐标,以对应的有机碳质量(mg)为横坐标,绘制标准曲线。

(2)样品测量。

①准确称取适量风干后的待测样品,小心加入至 100 mL 具塞消解玻璃管中,避免沾壁。

②按照标准曲线的绘制步骤②加入试剂,按照标准曲线的绘制步骤③进行消解、冷却、定容。

③将定容后试液静置 1 h,取约 80 mL 上清液至离心管中以 2000 r/min 的转速离心分离 10 min,再静置至澄清;或在具塞消解玻璃管内直接静置至澄清。

④取上清液按照标准曲线的绘制步骤④测量吸光度。

⑤根据标准曲线确定测得的吸光度对应的 TOC 浓度。

### 3.4 注意事项

(1)当样品有机碳含量超过 16.0% 时,应增大重铬酸钾溶液的加入量,重新绘制标准曲线。

(2)一般情况下,试液离心后静置至澄清约需 5 h,直接静置至澄清约需 8 h。

## 4. 思考题

(1)根据实验结果计算物料的干基碳含量(%)和湿基碳含量(%)。

(2)对于固体废物的生物处理或燃烧处理,试分析测试物料 TOC 的意义是什么?

## 实验六 固体废物总氮(TN)的测定

### 1. 实验目的

分析获得固体废物中总固体氮含量特征,氮是固体废物中重要的组成元素,是影响生物处理的营养因素之一。因此总氮(total nitrogen, TN)分析对于固体废物的生物处理工艺设计和过程控制具有重要指导意义。

### 2. 实验原理

采用凯氏定氮法测试 TN。TN 在硫代硫酸钠、浓硫酸、高氯酸和催化剂的作用下,经氧化还原反应全部转化为铵态氮。消解后的溶液碱化蒸馏出的氨被硼酸吸收,用标准盐酸溶液滴定,根据标准盐酸溶液的用量来计算样品中总氮含量。

### 3. 实验材料

#### 3.1 主要仪器

- (1)研磨机。
- (2)玻璃研钵。
- (3)60 目筛。
- (4)分析天平:精度为 0.1 mg。
- (5)电热板(温度可达 400 °C)。
- (6)凯氏定氮蒸馏装置(见图 1-2)。

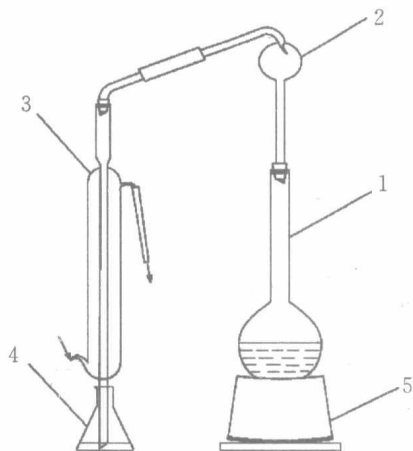


图 1-2 凯氏定氮蒸馏装置

1—凯氏蒸馏瓶;2—定氮球;3—直形冷凝管;4—接收瓶;5—加热装置

(7)凯氏氮消解瓶(50 mL)。

(8)酸式滴定管(25 mL)。

(9)锥形瓶(250 mL)。

### 3.2 主要试剂

(1)无氨水。

(2)浓硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ): $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

(3)浓盐酸( $\text{HCl}$ ): $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。

(4)高氯酸( $\text{HClO}_4$ ): $\rho=1.768\text{ g/mL}$ 。

(5)无水乙醇( $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$ ): $\rho=0.79\text{ g/mL}$ 。

(6)催化剂:将 200 g 硫酸钾( $\text{K}_2\text{SO}_4$ )、6 g 无水硫酸铜( $\text{CuSO}_4$ )、6 g 二氧化钛( $\text{TiO}_2$ )于玻璃研钵中充分混匀,研细,贮于试剂瓶中保存。

(7)还原剂:将五水合硫代硫酸钠研磨后过 60 目筛,临用现配。

(8)氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )溶液: $\rho=400\text{ g/L}$ 。

(9)硼酸( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )溶液: $\rho=20\text{ g/L}$ 。

(10)碳酸钠标准溶液( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ): $c=0.0500\text{ mol/L}$ 。

(11)甲基橙指示剂: $\rho=0.5\text{ g/L}$ 。

(12)盐酸标准贮备溶液:吸取 4.20 mL 浓盐酸(试剂(3))于 1000mL 容量瓶中,并用水稀释至标线,此溶液浓度约为  $0.05\text{ mol/L}$ 。

(13)盐酸标准溶液:吸取 50.00 mL 盐酸标准贮备溶液(试剂(12))于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

(14)混合指示剂:将 0.1 g 溴甲酚绿和 0.02 g 甲基红溶解于 100 mL 无水乙醇(试剂(5))中。

## 4. 实验步骤

(1)将样品用研磨机研磨过 60 目筛。

(2)准确称取 0.5 g 过筛后样品,放入凯式氮消解瓶中,用少量水润湿,再加入 4 mL 浓硫酸,瓶口上盖小漏斗,转动凯式氮消解瓶使其混合均匀。

(3)使用干燥的长颈漏斗将 0.5 g 还原剂加到凯式氮消解瓶底部,置于电热板上加热,待冒烟后停止加热。

(4)冷却后加入 1.1 g 催化剂,摇匀,继续在电热板上消煮,消煮时保持微沸状态,使白烟到达瓶颈 1/3 处回旋,待消煮液呈灰白色稍带绿色后,表明消解完全,再继续消煮 1 h,冷却。在样品消煮过程中,如果不能完全消解,可以冷却后加几滴高氯酸后再消煮。

(5)按照图 1-2 连接蒸馏装置,蒸馏前先检查蒸馏装置气密性,并将管道洗净。

(6)将消解液转入蒸馏瓶中,并用水洗涤凯式氮消解瓶 4~5 次,总用量不超过 80 mL,连接到凯式氮蒸馏装置上。

(7)在 250 mL 锥形瓶中加入 20 mL 硼酸溶液和 3 滴混合指示剂吸收馏出液,导管管尖伸入吸收液液面以下。

(8)将蒸馏瓶成  $45^\circ$  斜置,缓缓沿壁加入  $\text{NaOH}$  溶液 20 mL,使其在瓶底形成碱液层。迅



速连接定氮球和冷凝管,摇动蒸馏瓶使溶液充分混匀,开始蒸馏,待馏出液体积约 100 mL 时,蒸馏完毕。用少量已调节至 pH 为 4.5 的水洗涤冷凝管的末端。

(9)用盐酸标准溶液滴定蒸馏后的馏出液,至溶液颜色由蓝绿色变为红紫色,记录所用盐酸标准溶液体积。

(10)凯式氮消解瓶中不加入试样,按照步骤(1)到(9)测定,记录所用盐酸标准溶液体积。

## 5. 结果计算

根据下式计算样品中 TN 含量

$$w_{\text{N}} = \frac{(V_1 - V_0) \cdot C_{\text{HCl}} \times 14.0 \times 1000}{m \cdot w_{\text{dm}}}$$

式中: $w_{\text{N}}$ ——样品中总氮含量,mg/kg;

$V_1$ ——样品中消耗盐酸标准溶液的体积,mL;

$V_0$ ——空白实验消耗盐酸标准溶液的体积,mL;

$C_{\text{HCl}}$ ——盐酸标准溶液的浓度,mol/L;

14.0——氮的摩尔质量,g/mol;

$w_{\text{dm}}$ ——样品的干物质含量,%;

$m$ ——称取样品的质量,g。

结果保留 3 位有效数字,按科学计数法表示。样品的干物质含量根据含水率进行计算。

## 6. 思考题

(1)根据实验结果计算物料的干基氮含量(%)和湿基氮含量(%)。

(2)对于固体废物的生物处理,分析物料 TN 的意义是什么?

## 实验七 固体废物总磷(TP)的测定

### 1. 实验目的

分析获得固体废物中总固体磷含量。磷是微生物生长必需的营养元素,因此总磷(total phosphorus, TP)的分析对于固体废物生物处理的营养调配具有重要指导意义。

### 2. 实验原理

采用钼锑抗分光光度法测试总磷,即在酸性条件下,正硫酸盐与钼酸铵、酒石酸锑氧钾反应,生成磷钼杂多酸,被还原剂抗坏血酸还原,则变成蓝色络合物,通常称为磷钼蓝。