

# 污泥中去除杂质和其它成分检测方案(冷冻干燥机)

## 方案摘要

1.冻干法可以大幅缩短样品检测周期，而且不会造成易挥发元素汞的损失 2.冻干研细后污泥的均匀性更好，样品更具有代表性 3.污泥冻干后测定重金属，可以避免含水率导致的结果偏差 4.对于湿污泥，不需要另外测定含水率，可以减少工作量

## 方案详情



### 一、背景

污泥是污水处理的副产物，含有多种菌胶体、有机物、无机物的一种复合产物，未经处理的污泥成分复杂，除含有灰分外，还含有大量的有机质、难降解的有机物、多种微量元素、病原微生物、寄生虫、重金属及盐类等成分。污水和污泥体系复杂、干扰组分多，给分析带来一定的困难。因此就要求必须去除杂质和其它成分的方法要合理有效，另外由于目标化合物含量低(通常处于痕量或超痕量级别)，要保证分析方法的灵敏外，还要求去杂质方法

对目标研究组分的安全性，因普通干燥方法对某些研究组分有一定破坏作用，因此真空冷冻干燥技术被认为是一种有效干燥污泥的方法应用于此类研究中。

## 二、冷冻干燥法污泥前处理上的优点

1. 整个冻干过程是在低温下进行，避免汞等挥发性物质损失；
2. 整个冻干过程在密闭条件下进行，避免环境污染；
3. 干燥后污泥疏松多孔，便于研磨处理；
4. 冻干法效率高，16小时能冻干20个以上样品；
5. 冻干操作步骤简单，冻干过程无需人员值守，可以在夜间进行，不影响日常检测工作。

## 三、冷冻干燥法污泥前处理流程介绍

(1) 预冻:产品在进行冷冻干燥时，需要装入适宜的容器，然后进行预先冻结，才能进行升华干燥。预冻过程不仅是为了保护物质的主要性能不变:而且要获得冻结后产品有合理的结构以利于水份的升华:还要有恰当的装量，以便日后的应用。产品分装到容器有一定的表面积与厚度之比。表面积要大一些，厚度要小些。表面积大有利于升华，产品厚度大不利于升华。一般分装厚度不大于10mm。预冻可以在超低温冰箱中进行。

(2) 第一阶段解析干燥。此阶段主要是升华干燥。一般认为冻干箱的合适压强是在**0.1~0.3**毫巴之间，在这个压强范围内，既利于热量的传递又利于升华的进行。

(3) 第二阶段干燥。一旦产品内冰升华完毕，产品的干燥便进入了第二阶段。在该阶段虽然产品内不存在冻结冰，但产品内还存在**10%左右的水分**，为了使产品达到合格的残余水份含量，必须对产品进一步的干燥。在此阶段，使产品的温度迅速地上升到**该产品的最**

**高允许温度**，并在该温度一直维持到冻干结束为止。迅速提高产品温度有利于降低产品残余水份含量和缩短解吸干燥的时间。产品的允许温度视产品的品种而定。

几种污泥干燥方法的比较			
	冻干法	晾干法	烘干法
处理量	20个左右	若干	若干
干燥时间	16小时左右	3至7天	3个小时
对检测影响	无污染，无损失（汞）	有可能引入污染	汞损失
设备	冻干机	无	烘箱
干燥后状态	松软	坚硬	坚硬

#### 四、结论

- 1.冻干法可以大幅缩短样品检测周期，而且不会造成易挥发元素汞的损失
- 2.冻干研细后污泥的均匀性更好，样品更具有代表性
- 3.污泥冻干后测定重金属，可以避免含水率导致的结果偏差
- 4.对于湿污泥，不需要另外测定含水率，可以减少工作量