

响应曲面法优化污泥电脱水滤液中磷的回收工艺

张国良,徐文迪,赵宏飞,赖秋伶,王佳艺,王一寒,陈宇婷,张 东

(沈阳理工大学 环境与化学工程学院,沈阳 110159)

摘要: 采用磷酸铵镁法回收污泥电脱水滤液中的磷,考察初始 pH、初始磷浓度、镁磷比、氮磷比对磷回收率的影响,利用响应曲面法优化工艺条件,并对生成的结晶体进行表征分析。结果表明:当初始 pH 为 10、初始磷浓度为 134.62 mg/L、镁磷比为 1.57、氮磷比为 1.82 时,磷回收率预测结果为 99.00%,按上述条件配制滤液中磷的回收率实测结果为 98.90%,该条件下污泥电脱水滤液中磷的回收率为 98.60%,说明响应曲面法得到的预测模型准确可靠;扫描电镜(SEM)、能谱仪(EDS)、X 射线衍射仪(XRD)分析结果均表明结晶体为六水合磷酸铵镁。采用优化后的磷酸铵镁工艺可高效回收污泥电脱水滤液中的磷,有效减少水体富营养化,缓解磷资源短缺问题。

关键词: 磷回收;污泥滤液;磷酸铵镁;响应曲面法;电脱水

中图分类号: X703.1 文献标志码: A DOI:10.3969/j.issn.1003-1251.2026.04.010

Optimization of the Phosphorus Recovery Process from Sludge Electro-dewatering Filtrate Using Response Surface Methodology

ZHANG Guoliang, XU Wendi, ZHAO Hongfei, LAI Qiuling, WANG Jiayi,
WANG Yihan, CHEN Yuting, ZHANG Dong

(Shenyang Ligong University, Shenyang 110159, China)

Abstract: The magnesium ammonium phosphate method was adopted to recover phosphorus from the filtrate of sludge electro-dewatering. The effects of initial pH, initial phosphorus concentration, magnesium-to-phosphorus ratio and nitrogen-to-phosphorus ratio on the phosphorus recovery rate were investigated. The process conditions were optimized by response surface methodology (RSM), and the generated crystals were characterized and analyzed. The results showed that when the initial pH was 10, the initial phosphorus concentration was 134.62 mg/L, the magnesium-to-phosphorus ratio was 1.57, and the nitrogen-to-phosphorus ratio was 1.82, the predicted phosphorus recovery rate was 99.00%, and the measured result of the filtrate made up under the above conditions was 98.90%. Under these conditions, the phosphorus recovery rate from the filtrate of sludge electro-dewatering was 98.60%, indicating that the prediction model obtained by RSM is accurate and reliable. The results of scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), and X-ray diffraction (XRD) analysis all indicated that the crystals were magnesium ammonium phosphate hexahydrate. The optimized magnesium ammonium phosphate method can efficiently recover phosphorus from the filtrate of sludge electro-dewatering, significantly reduce water eutrophication, and alleviate the shortage of phosphorus resources.

Key words: phosphorus recovery; sludge filtrate; magnesium ammonium phosphate; response surface methodology; electric dehydration

随着城镇化进程加速,我国污水处理能力显著提升^[1]。截至2023年,全国已建成的污水处理厂数量达到近3000座,日处理能力约为2.3亿立方米^[2],但伴生的剩余污泥处理问题日益严峻。由于剩余污泥的含水率较高(通常大于98%),增加了其处理成本且降低了其能量回收效率,因此污泥脱水是污水处理过程中最具挑战性的技术任务之一。此外,剩余污泥中含有氮、磷等植物生长所需的营养元素^[3-4],其中磷在自然界中参与几乎所有的生化反应,是生物生长、能量供应、遗传代谢等过程中不可或缺的元素^[5]。磷是一种宝贵的不可再生资源,但每年约有29万吨磷流入污水处理厂,经过化学除磷或生物强化除磷后,90%以上的磷会被截留在剩余污泥中^[6]。由此可见,污泥是具有污染性与资源性双重属性的特殊污染物,寻求有效的污泥处理方法,实现污泥的同步减量与资源化利用符合可持续发展的战略需求。

污泥脱水方法主要有污泥浓缩法、机械脱水法、干化脱水法、污泥电脱水法等^[7-8],其中污泥电脱水是一种新兴技术,通过在污泥常规压滤过程中施加电场,加速脱水过程,改善液-固分离效果,具有低能耗和有效去除病原菌的特点,展现出良好的应用前景^[9]。污泥电脱水过程中,在电渗、电迁移、阳极氧化等共同作用下,污泥中的水分从阴极排出,同时污泥破解,其中的营养物质(如氮、磷等)在电流与水分的共同裹挟作用下迁移至滤液中,进一步对污泥滤液中的磷进行高效回收,在资源化利用的同时还可防止水体富营养化^[10]。目前,磷回收的主要方法有吸附法、电渗析法、磷酸铵镁结晶法^[11],其中磷酸铵镁结晶法可以同时去除废水中的氨氮和磷酸盐,降低水体富营养化的风险,是一种高效、可持续的磷回收

技术,具有广阔的应用前景^[12]。磷酸铵镁结晶法的基本原理是:镁离子(Mg^{2+})、磷酸根(PO_4^{3-})和铵根(NH_4^+)离子浓度的乘积大于磷酸铵镁的溶度积(K_{sp})时生成难溶于水的磷酸铵镁晶体($MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$,俗称鸟粪石),从而将氮和磷从废水中去除并回收。

响应曲面法(RSM)^[13]是一种结合数学和统计学技术的实验优化方法,通过多个多项式回归方程拟合影响因素与响应变量之间的函数关系,利用回归分析优化工艺参数并预测响应值,能够分析多个因素及其相互作用对多个响应变量的影响,可用于多种优化场景。

本文采用污泥电脱水方法实现污泥的强化脱水与磷在污泥滤液中的富集,利用磷酸铵镁结晶法回收磷。首先通过单因素实验初步确定最优工艺参数,然后采用响应曲面法考察初始磷浓度、镁磷比、氮磷比及各因素之间的交互作用对正磷酸盐回收率的影响,再采用配制滤液和电脱水污泥滤液进行磷回收实验,通过将两组实验的实际回收率与模型预测值进行对比,进一步确定最优工艺参数,以实现磷的高效回收,减少水体富营养化。

1 实验部分

1.1 实验材料

1) 污泥

本实验中污泥样品取自某污水处理厂(污水来源主要为生活污水,采用厌氧-缺氧-好氧(AAO)污水处理工艺)。样品保存在4℃冰箱中,并在7天内进行实验。原污泥基本特性如表1所示。

表1 原污泥基本特性

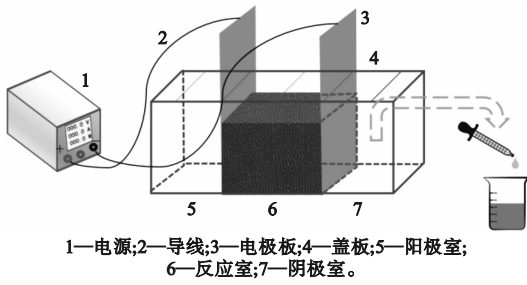
Table 1 Basic characteristics of raw sludge

性质	含水率/%	有机质含量/%	pH	毛细吸水时间/s	污泥浓度/($g \cdot L^{-1}$)	电导率/($\mu S \cdot cm^{-1}$)
测量值	98.20	65.61	6.38	32.4	18.05	164.17 ± 0.17

2) 污泥滤液

通过电动污泥脱水装置对污泥进行电动脱水,收集污泥滤液。图1为实验装置图,采用钛电极板,污泥厚度为6.5cm。收集污泥滤液操作过程:取一定量污泥混合均匀后倒入实验装置的反应室中,盖上盖板(防止水分蒸发);接通直流电源,电压梯度为2.5V/cm,电动处理8h,在电场

作用下,污泥实现脱水;污泥滤液在阴极室富集,用胶头滴管移出后保存于4℃冰箱中备用。测得脱水后污泥的平均含水率为88.96%,阳极污泥含水率为87.23%,实验中可见靠近阳极板的污泥出现板结现象。污泥滤液主要组成及含量:溶解性化学需氧量(SCOD)为(390 ± 20)mg/L、正磷酸盐浓度为(415 ± 15)mg/L、氨氮浓度为(210 ± 10)mg/L。



1—电源;2—导线;3—电极板;4—盖板;5—阳极室;
6—反应室;7—阴极室。

图1 实验装置图

Fig. 1 Experimental set-up

3) 主要试剂

磷酸二氢钾 (KH_2PO_4)、氯化铵 (NH_4Cl)、氯化镁 (MgCl_2), 均为分析纯, 购自天津市大茂化学试剂厂。蒸馏水为实验室自制 (电导率为 $2.36 \mu\text{S}/\text{cm}$)。

1.2 实验方法

采用磷酸铵镁结晶法对污泥滤液中的磷进行回收, 通过单因素实验与响应曲面法相结合进行工艺条件优化。采用单因素实验确定各工艺参数范围, 采用响应曲面法进行参数优化。

1) 单因素实验

通过单因素实验考察初始 pH、初始磷浓度、镁磷比、氮磷比等四个因素对磷酸铵镁结晶法回收磷的影响。

取 100 mL 正磷酸盐溶液置于 250 mL 锥形瓶中, 按照比例投加一定量的铵盐与镁盐, 调节初始磷浓度、镁磷比及氮磷比, 用 1 mol/L NaOH 溶液调节 pH; 在恒温水浴振荡器 (HZS-HA 型, 哈尔滨市东联电子技术开发有限公司) 中进行反应, 反应结束后取上清液过滤, 测定滤液中 NH_4^+ 和 PO_4^{3-} 浓度。每组实验重复 3 次, 取浓度平均值, 计算正磷酸盐回收率 (简称磷回收率, 用 η 表示), 计算公式为

$$\eta = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中: C_0 为初始正磷酸盐溶液中 PO_4^{3-} 的浓度, mg/L; C_1 为上清液中 PO_4^{3-} 的浓度, mg/L。

2) 响应曲面法优化实验

根据单因素实验结果, 确定初始 pH 为 10, 选取初始磷浓度、镁磷比、氮磷比作为自变量, 磷回收率作为响应变量, 利用 Box-Behnken 设计原理^[14], 采用 Design-Expert 软件进行实验设计, 并对实验数据进行模型拟合及响应曲面分析, 得到理论最佳参数组合。通过实验对模型进行验证, 进而确定最佳工艺条件。

3) 污泥电脱水滤液中磷回收实验

根据响应曲面法确定的最佳工艺条件, 对污泥滤液中的磷进行沉淀回收。将电脱水污泥滤液过滤后稀释至设定浓度, 取 100 mL 稀释后的滤液置于 250 mL 锥形瓶中, 调节 pH、磷初始浓度、镁磷比及氮磷比; 放入振荡器中进行反应, 待充分反应后静置, 取上清液过滤, 测定滤液中 NH_4^+ 和 PO_4^{3-} 浓度。每组实验重复 3 次, 取浓度平均值, 计算磷回收率。生成的结晶物质置于 40 °C 烘箱 (YLE-2000 型, 上海力辰邦西仪器科技有限公司) 中烘干备用。

1.3 测试与分析方法

使用钼锑抗分光光度法测定正磷酸盐浓度^[15]; 使用纳氏试剂分光光度法测定氨氮浓度^[16]。使用扫描电子显微镜 (SU8600 型, 日本日立公司) 分析晶体的表面形貌; 使用 X 射线能谱仪 (X-MAX 80 型, 英国牛津仪器公司) 分析元素组成; 使用 X 射线衍射仪 (Smartlab 型, 日本理学公司) 分析晶体的结构。

2 结果与分析

2.1 单因素实验

单因素实验结果如图 2 所示, 为更清晰地展示数据特征, 图 2(b) ~ 2(d) 中横坐标采用不均匀刻度标注。由图 2(a) 可见, 随着初始 pH 升高, 磷回收率先增大后减小, 氮、磷剩余浓度先减小后增大。pH 为 7 ~ 8 时, 磷回收率小于 5%, 氮、磷剩余浓度几乎不变; pH 由 8 增至 12 时, 磷回收率呈上升趋势, 且上升速度逐渐减缓, 氮、磷剩余浓度则显著降低; 随着 pH 增至 13, 磷回收率降低, 氮、磷剩余浓度升高。pH 为 12 时, 磷回收率最高, 但考虑到 pH 大于 11 时磷酸铵镁结晶过程中会产生 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 、 $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$, 同时 pH 过高会使溶液中的氮生成氨水而被消耗^[17]。因此, 为得到更纯净的磷酸铵镁晶体, 选择初始 pH 为 10, 此时磷回收率为 66.21%。

由图 2(b) 可见, 随着初始磷浓度增加, 磷回收率逐渐升高。初始磷浓度由 10 mg/L 增至 130 mg/L 时, 磷回收率增加显著; 初始磷浓度由 130 mg/L 增至 180 mg/L 时, 磷回收率增加逐渐趋于平稳。初始磷浓度为 180 mg/L 时磷回收率最高, 且氮、磷剩余浓度相对较小, 但初始磷浓度过高会对水体造成磷的二次污染。因此, 选取初始磷浓度为 130 mg/L, 此时磷回收率为 83.49%。

污泥滤液中含有一定浓度的 PO_4^{3-} 和 NH_4^+ , 为生成磷酸铵镁晶体, 需要投加镁盐, 其投加比例直接影响磷酸铵镁结晶质量^[18-19]。由图 2(c) 可见, 随着镁磷比由 1.0 增至 3.0, 磷回收率逐渐上升, 过量的镁在一定浓度范围内会促进磷酸铵镁的结晶。当镁磷比超过 1.4 后, 磷回收率变化逐渐趋于平稳, 故选择镁磷比为 1.4, 此时磷回收率为 92.51%。由图 2(d) 可见, 随着氮磷比由 1.0 增至 3.0, 磷回收率逐渐增加, 但氮磷比超过 1.7 后, 磷回收率变化趋于平稳。因此, 选择氮磷比为 1.7, 此时磷回收率达到 97.02%。

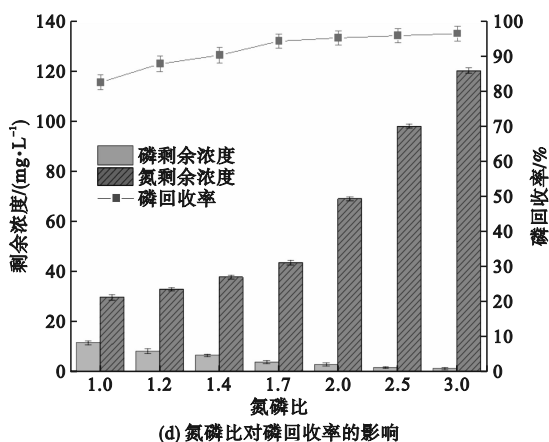
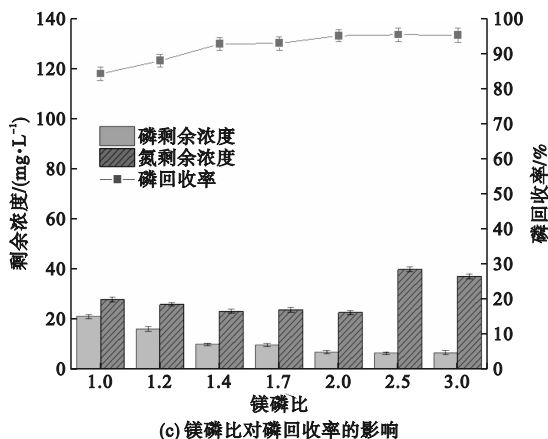
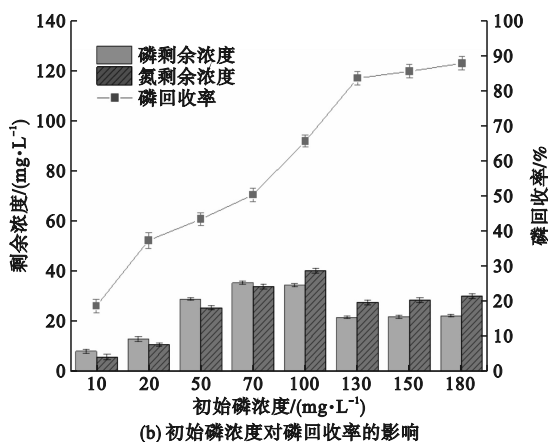
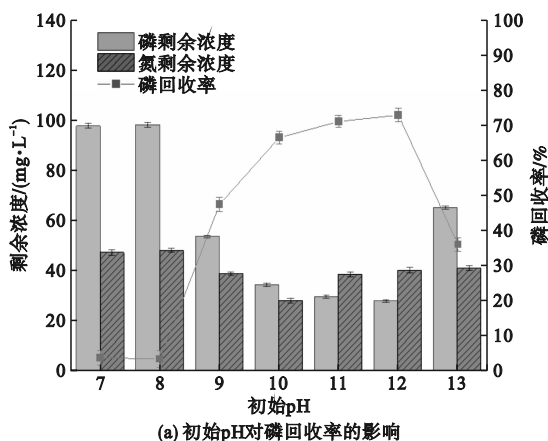


图2 单因素实验结果

Fig. 2 Single-factor experimental results

2.2 响应曲面法优化实验

2.2.1 实验设计方案及结果

以初始磷浓度、镁磷比、氮磷比为自变量, 磷回收率作为响应变量, 设计三因素三水平实验方案。根据单因素实验确定的工艺条件设置各因素水平, 如表 2 所示。具体实验设计方案及结果如表 3 所示。

表2 响应曲面法实验设计因素和水平

Table 2 RSM experimental design factors and levels

因素	水平		
	-1	0	1
初始磷浓度(A)/(mg·L ⁻¹)	120	130	140
镁磷比(B)	1.2	1.4	1.6
氮磷比(C)	1.5	1.7	1.9

表3 响应曲面法实验设计方案及结果

Table 3 RSM experimental design scheme and results

实验序号	各因素水平			磷回收率/%
	A	B	C	
1	-1	-1	0	91.62
2	1	-1	0	93.38
3	-1	1	0	94.89
4	1	1	0	98.88
5	-1	0	-1	90.94
6	1	0	-1	94.77
7	-1	0	1	98.01
8	1	0	1	98.96
9	0	-1	-1	89.76
10	0	1	-1	95.65
11	0	-1	1	97.97
12	0	1	1	98.41
13	0	0	0	97.02
14	0	0	0	96.99
15	0	0	0	97.67
16	0	0	0	97.33
17	0	0	0	97.09

2.2.2 模型方差分析及显著性检验

采用最小二乘法对表3中的实验数据进行二次多项式拟合,得到的回归方程见式(2),式中 Y 表示磷回收率。由式(2)计算得到磷回收率的预测值,将其与相同条件下的实测值进行对比,如图3所示,实测值 x 与预测值 y 间的线性拟合关系为 $y=0.9914x+0.8314$,决定系数 R^2 为0.9909,可见两者吻合较好,模型准确度较高^[20]。

$$Y=97.22+1.32A+1.89B+2.78C+0.56AB-0.72AC-1.36BC-1.15A^2-1.37B^2-0.40C^2 \quad (2)$$

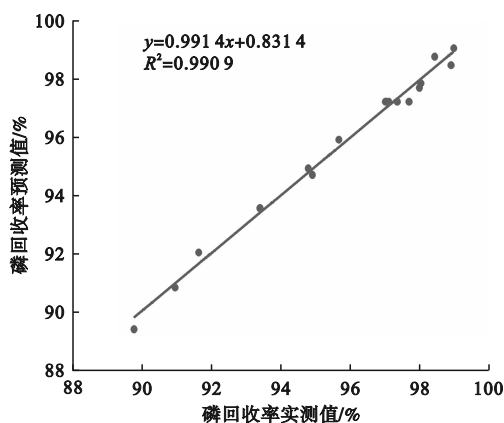


图3 实测值与预测值的关系

Fig.3 The relationship between measured values and predicted values

利用Design-Expert软件对实验数据进行回

归分析,得到各单因素项、双因素交互项和单因素平方项对磷回收率的影响情况。回归方程的方差分析结果如表4所示。

由表4可见:各单因素的 P 值均小于0.0001,说明三个单因素对磷回收率的影响非常显著,且由 F 值大小可知各因素对磷回收率的影响程度顺序为 $C>B>A$;交互项 AB 、 AC 、 BC 的 P 值分别为0.0308、0.0102、0.0003,均小于0.05,表明 AB 、 AC 、 BC 交互作用对磷回收率均有显著影响;二次项 A^2 、 B^2 的 P 值分别为0.0007、0.0002,均小于0.05,表明 A^2 、 B^2 对磷回收率均有显著影响,二次项 C^2 的 P 值为0.0891,大于0.05,表明 C^2 对磷回收率没有显著影响,意味着因素 C 与磷回收率之间的关系可能更接近线性。模型失拟度的 P 值为0.1246,大于0.05,说明该拟合模型可信有效,没有失拟现象。

对模型拟合得到的其他结果进行分析:决定系数为0.9909,校正决定系数为0.9903,说明该模型具有一致性,模型拟合较好;模型的信噪比为30.355(大于4),说明模型的信号强度远大于噪声(随机波动)强度,模型预测能力较强;模型的变异系数为0.43%(小于10%),说明实验的重复性和精密度非常高。

综上,拟合得到的二次回归方程可以合理反映磷回收率与初始磷浓度、镁磷比及氮磷比之间的关系,能够分析及预测磷酸铵镁结晶法回收正磷酸盐的情况。

表4 回归方程的方差分析结果

Table 4 Analysis of variance results of the regression equation

方差来源	平方和	自由度	均方差	F 值	P 值	显著性
模型	130.40	9	14.49	84.75	<0.0001	显著
A	13.86	1	13.86	81.07	<0.0001	
B	28.50	1	28.50	166.71	<0.0001	
C	61.77	1	61.77	361.32	<0.0001	
AB	1.24	1	1.24	7.27	0.0308	
AC	2.07	1	2.07	12.13	0.0102	
BC	7.43	1	7.43	43.43	0.0003	
A^2	5.59	1	5.59	32.71	0.0007	
B^2	7.96	1	7.96	46.56	0.0002	
C^2	0.67	1	0.67	3.89	0.0891	
残差	1.20	7	0.17			
失拟度	0.87	3	0.29	3.59	0.1246	不显著
纯误差	0.32	4	0.081			
总离差	131.59	16				

2.2.3 响应曲面分析

为分析初始磷浓度、镁磷比及氮磷比中任意两个因素对磷回收率的交互影响,根据回归方程绘制响应曲面图,结果如图4所示。

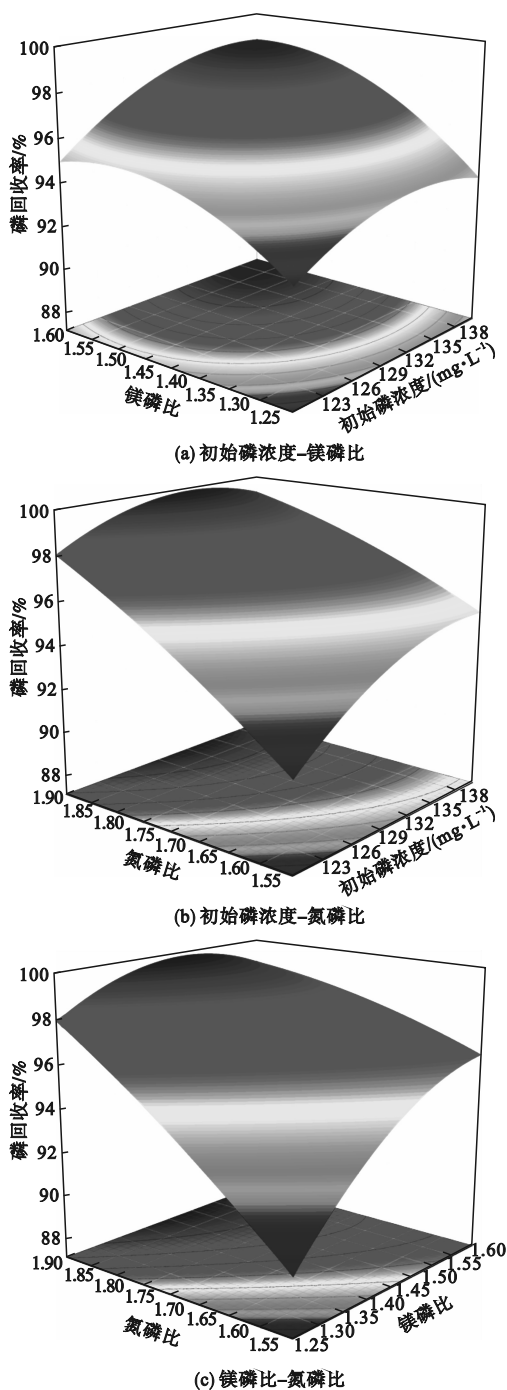


图4 不同因素间交互作用对磷回收率影响的响应曲面图
Fig.4 Response surface plots of the effect of interaction of different factors on the phosphorus recovery rate

由图4(a)可以看出:当初始磷浓度一定时,镁磷比的升高使磷回收率得到提升;当镁磷比小于1.4且保持一定时,初始磷浓度的增加对磷回收率影响不大,当镁磷比大于1.4且保持一定时,

初始磷浓度的增加对磷回收率影响较大;响应曲面表现为明显的拱形,其在平面上的投影显示等高线为密集的椭圆形,说明初始磷浓度与镁磷比两个变量的交互作用对磷回收率的影响比较显著。由图4(b)可以看出:当初始磷浓度不变时,磷回收率随着氮磷比的升高而逐渐增大;当氮磷比不变时,磷回收率随着初始磷浓度的升高而逐渐增大,但当氮磷比过大时,磷回收率随着初始磷浓度的升高先增大后减小,这可能是由于过多的 NH_4^+ 消耗了更多的 OH^- ,导致溶液pH降低,从而难以形成磷酸铵镁结晶;初始磷浓度与氮磷比的响应曲面近似为拱形曲面,等高线近似椭圆形,表明两者的交互作用对磷回收率的影响显著。由图4(c)可以看出,镁磷比与氮磷比的响应曲面同样近似为拱形曲面,且曲率更大,等高线同样接近椭圆形,说明两者的交互作用对磷回收率的影响显著。响应曲面分析结果与方差分析结果一致。

2.2.4 最佳工艺条件确定及模型验证

利用 Design-Expert 软件对各影响因素进行优化组合,得到磷酸铵镁结晶法回收正磷酸盐的优化条件:初始磷浓度为 134.62 mg/L,镁磷比为 1.57,氮磷比为 1.82,此时磷回收率预测值为 99.00%。验证实验中修正工艺条件:初始磷浓度为 135 mg/L,镁磷比为 1.6,氮磷比为 1.8,测得磷回收率为 98.90%。实测值接近预测值,说明模型预测准确,可信度高。

2.3 电脱水污泥滤液中磷回收实验

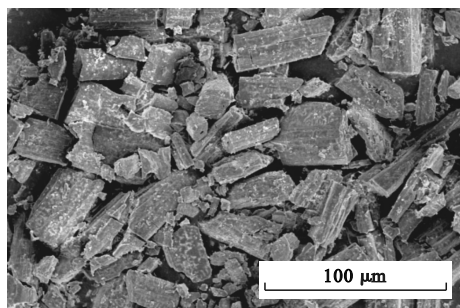
将上述优化条件用于电脱水污泥滤液中磷的回收,并与配制滤液的实验结果相比较。电脱水污泥滤液中正磷酸盐浓度为 400 ~ 430 mg/L、氨氮浓度为 200 ~ 220 mg/L,其中正磷酸盐浓度较磷酸铵镁结晶法工艺条件优化时配制的溶液浓度(为 135 mg/L)高,故在磷回收前对其进行稀释。稀释后氨氮浓度稍低于配制溶液浓度,需加入一部分氮源。电脱水污泥滤液与配制滤液中磷、氮初始浓度保持一致,按照优化条件添加镁盐。经过相同反应时间后,配制滤液中磷剩余浓度为 1.49 mg/L,磷回收率为 98.90%;电脱水污泥滤液中磷剩余浓度为 1.90 mg/L,磷回收率为 98.60%,与前者仅相差 0.30 个百分点。工艺条件优化后的磷酸铵镁结晶法可用于电脱水污泥滤液中磷的回收,且回收效果较好。

2.4 结晶体表征分析

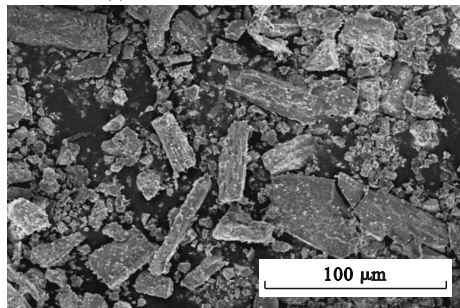
2.4.1 扫描电镜及能谱分析

配制滤液与电脱水污泥滤液分别经过振荡反

应、静置、过滤、干燥后,得到结晶样品,将样品研磨处理后,置于扫描电镜(SEM)下进行观察,结果如图5所示。在500倍视镜下,由配制滤液生成的结晶样品可观察到棱柱状晶体,符合磷酸铵镁特征形状;由电脱水污泥滤液生成的结晶样品亦可观察到棱柱状晶体,符合磷酸铵镁特征形状,但较配制滤液生成样品中的晶体稀疏,同时还观察到一些块状物,这可能由于研磨不充分或污泥滤液中存在有机物所致,有机物的存在会影响晶核聚沉过程,降低磷酸铵镁纯度^[21]。



(a) 由配制滤液生成的结晶样品

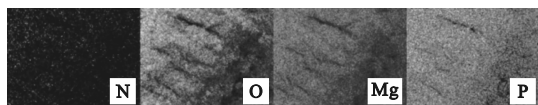


(b) 由电脱水污泥滤液生成的结晶样品

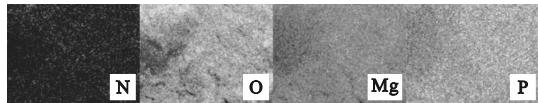
图 5 扫描电镜图

Fig. 5 Scanning electron microscope images

图6为由配制滤液和电脱水污泥滤液生成的结晶样品表面元素分布图。由图6可清晰观察到两种晶体中的四种元素分布,高信号强度区域与低信号强度区域的位置和范围几乎完全对应,两者均呈现出明暗、亮度不同的分布,且亮度位置一致,证明了由两种滤液生成的结晶样品具有极高的相似度。



(a) 由配制滤液生成的结晶样品

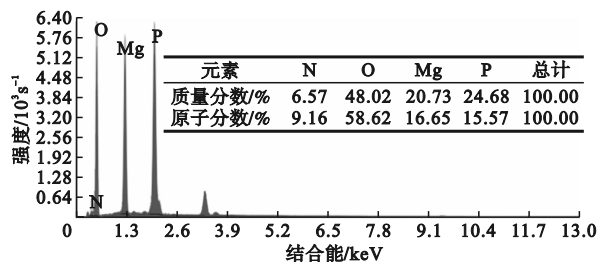


(b) 由电脱水污泥滤液生成的结晶样品

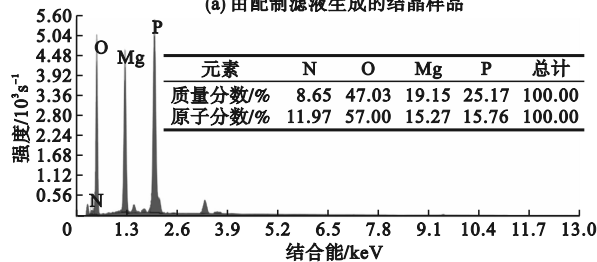
图 6 表面元素分布图

Fig. 6 Surface element distribution map

图7为由配制滤液和电脱水污泥滤液生成结晶样品的X射线能谱(EDS)图,可见两种晶体确由N、O、Mg、P元素组成,且在四种元素的特征峰位置上表现出高度一致性,说明两种晶体具有相同的化学成分,属于同一种物质。EDS定量分析结果显示,两种晶体的元素组成与磷酸铵镁晶体基本一致,但两种晶体的N元素占比均偏低,原因是峰谱在识别过程中易出现和峰、逃逸峰和系统峰等假峰,采用面扫能谱分析时检测不到晶体内部元素分布,表面存在干扰元素会导致出现重复峰^[21]。



(a) 由配制滤液生成的结晶样品



(b) 由电脱水污泥滤液生成的结晶样品

图 7 X 射线能谱图

Fig. 7 X-ray energy dispersive spectra

2.4.2 X 射线衍射分析

对由配制滤液和电脱水污泥滤液生成的结晶样品进行X射线衍射(XRD)分析,结果如图8所示,可见两种滤液生成结晶样品的特征峰与磷酸铵镁标准卡(PDF#97-001-4269)相对应,判断两种物质均为六水合磷酸铵镁。

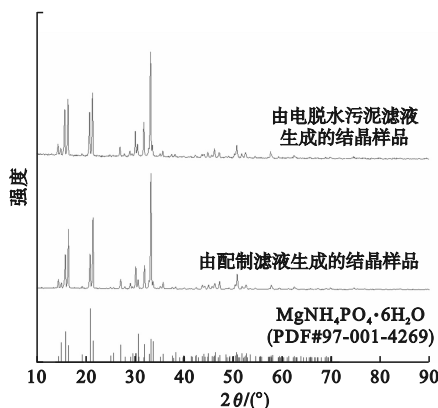


图 8 XRD 图谱

Fig. 8 XRD patterns

3 结论

1)通过单因素实验初步确定了磷酸铵镁结晶法回收磷的实验条件:初始 pH 为 10,初始磷浓度为 130 mg/L,镁磷比为 1.4,氮磷比为 1.7。在上述实验条件下正磷酸盐回收率达到 97.02%。

2)以初始磷浓度、镁磷比、氮磷比为自变量,正磷酸盐回收率为响应变量,采用响应曲面法对工艺条件进行优化。优化后的条件为:初始磷浓度为 134.62 mg/L,镁磷比为 1.57,氮磷比为 1.82。优化条件下的磷回收率预测值为 99.00%,采用磷酸铵镁结晶法对同样条件下的配制滤液进行磷回收实验,实测磷回收率为 98.90%,按该条件进行电脱水污泥滤液中磷的回收,测得磷回收率达到 98.60%,三个数值非常接近,说明采用响应曲面法得到的预测模型准确可靠,采用工艺条件优化后的磷酸铵镁结晶法可有效回收电脱水污泥滤液中的正磷酸盐。

3)将配制滤液与电脱水污泥滤液生成的结晶样品进行 SEM、EDS、XRD 表征分析,证明生成的物质为六水合磷酸铵镁。

参考文献 (References):

[1] Huang Y Q, Zhen Y H, Liu L L, et al. Comprehensive competitiveness assessment of four typical municipal sludge treatment routes in China based on environmental and techno-economic analysis[J]. *Science of the Total Environment*, 2023, 895:165123.

[2] 王峰,高陆令,万明辉,等. “双碳”背景下城镇污水处理厂绿色发展[J]. *土木工程与绿色建筑*, 2025, 1(5):1-7. Wang F, Gao L L, Wan M H, et al. Research on green development of urban wastewater treatment plants under the “dual carbon” background[J]. *Civil Engineering and Green Building*, 2025, 1(5):1-7. (in Chinese)

[3] Starck T, Fardet T, Esculier F. Phosphorus recycling from human excreta in French agroecosystems and potential for food self-sufficiency[J]. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, 2024, 129(3):411-425.

[4] Starck T, Fardet T, Esculier F. Fate of nitrogen in French human excreta: current waste and agronomic opportunities for the future[J]. *Science of the Total Environment*, 2024, 912:168978.

[5] Xue T Z, Dong B, Li W H, et al. Phosphorus recovery and microbial community analysis during anaerobic co-fermentation of excess sludge and food waste[J]. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2025, 13(5):117398.

[6] Liu X L, Li A J, Ma L S, et al. A comparison on phosphorus release and struvite recovery from waste activated sludge by different treatment methods[J]. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 2020, 148:104878.

[7] 李丽萍,颜蓓蓓,王智,等. 污泥脱水技术研究进展及碳排放比较分析[J]. *中国环境科学*, 2024, 44(6):3259-3269. Li L P, Yan B B, Wang Z, et al. Comparative analysis of sludge dewatering technology from research progress and car-

bon emission[J]. *China Environmental Science*, 2024, 44(6):3259-3269. (in Chinese)

[8] 吴卓宇,梁耀轩,张淑娟,等. 生活污水泥电渗脱水的最佳参数组合[J]. *中山大学学报(自然科学版)*, 2020, 59(6):33-40. Wu Z Y, Liang Y X, Zhang S J, et al. The best combination of parameters for electroosmosis dehydration of sewage sludge[J]. *Acta Scientiarum Naturalium Universitatis Sunyatseni*, 2020, 59(6):33-40. (in Chinese)

[9] Zhang Q M, Cui G D, He X, et al. Effects of voltage and pressure on sludge electro-dewatering process and the dewatering mechanisms investigation[J]. *Environmental Research*, 2022, 212:113490.

[10] 薛勇刚,吴芳芳,刘旭军,等. 磷回收技术及其在污泥资源化领域的研究进展[J]. *环境科学与技术*, 2014, 37(S2):247-251. Xue Y G, Wu F F, Liu X J, et al. A review on phosphorus recovery technology and its application in the sewage sludge recycling[J]. *Environmental Science & Technology*, 2014, 37(S2):247-251. (in Chinese)

[11] Lin H, Wang Y L, Dong Y B. A review of methods, influencing factors and mechanisms for phosphorus recovery from sewage and sludge from municipal wastewater treatment plants[J]. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2024, 12(1):111657.

[12] Astals S, Martínez-Martorell M, Huete-Hernández S, et al. Nitrogen recovery from pig slurry by struvite precipitation using a low-cost magnesium oxide[J]. *Science of the Total Environment*, 2021, 768:144284.

[13] Veza I, Spraggon M, Rizwanul Fattah I M, et al. Response surface methodology (RSM) for optimizing engine performance and emissions fueled with biofuel: review of RSM for sustainability energy transition[J]. *Results in Engineering*, 2023, 18:101213.

[14] 何茜,徐文迪,常沙. 基于响应曲面法的 Fe^{3+} 类芬顿调理污泥脱水性能优化研究[J]. *环境科技*, 2022, 35(6):13-18, 24. He X, Xu W D, Chang S. Optimization of Fe^{3+} Fenton-like conditioning process to improve the sludge dewatering performance based on response surface methodology[J]. *Environmental Science and Technology*, 2022, 35(6):13-18, 24. (in Chinese)

[15] HJ 704—2014 土壤有效磷的测定 碳酸氢钠浸提-钼锑抗分光光度法[S].

[16] HJ 535—2009 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法[S].

[17] Hao X D, Wang C C, van Loosdericht M C M, et al. Looking beyond struvite for P-recovery[J]. *Environmental Science & Technology*, 2013, 47(10):4965-4966.

[18] Wang Y Z, Mou J W, Liu X N, et al. Phosphorus recovery from wastewater by struvite in response to initial nutrients concentration and nitrogen/phosphorus molar ratio[J]. *Science of the Total Environment*, 2021, 789:147970.

[19] Carrillo V, Fuentes B, Gómez G, et al. Characterization and recovery of phosphorus from wastewater by combined technologies[J]. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*, 2020, 19(2):389-418.

[20] 马姝雅,李洋洋,郝梦亚,等. 基于 RSM 模型的微波耦合 $\text{Fe}^0/\text{H}_2\text{O}_2$ 破解污泥分析[J]. *中国给水排水*, 2021, 37(21):100-106. Ma S Y, Li Y Y, Hao M Y, et al. Analysis of microwave coupled with $\text{Fe}^0/\text{H}_2\text{O}_2$ for sludge disintegration based on response surface methodology[J]. *China Water & Wastewater*, 2021, 37(21):100-106. (in Chinese)

[21] 普轶浩. 超声-生物电化学系统对剩余污泥的降解与磷的分离回收研究[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学, 2019.