破乳 - 混凝预处理降低污水污染负荷的 综合实验设计

叶黄凡*,唐 然,谯 华,邹 海

重庆科技大学化学化工学院, 重庆

收稿日期: 2025年10月15日: 录用日期: 2025年11月18日: 发布日期: 2025年11月27日

摘要

针对化学实验传统教学内容偏基础、缺应用的弊端,研究在教学中增加了设计性实验的教学环节,通过 提供开放课题、查阅文献、设计方案、开展实验、分析数据、撰写报告几个环节,增强学生的主观能动 性,在强化实验技能培养的同时帮助学生建立科研思维。文章以设计性实验"破乳-混凝预处理降低污 水污染负荷"为例,结合Zeta电位仪、总有机碳分析仪、色谱质谱联用仪等分析表征手段,揭示了污水 预处理前后污染负荷和污染组成的变化情况。通过该实验,加强了学生对理论知识的思考与应用,提升 了科研素养,锻炼了分析和解决问题的能力,取得了较好的教学效果。

关键词

化学实验,设计性实验,破乳-混凝

Comprehensive Experimental Design of Demulsification-Coagulation Pretreatment for Reducing Pollution Load in Wastewater

Huangfan Ye*, Ran Tang, Hua Qiao, Hai Zou

School of Chemistry and Chemical Engineering, Chongqing University of Science and Technology, Chongqing

Received: October 15, 2025; accepted: November 18, 2025; published: November 27, 2025

Abstract

In response to the limitations of traditional chemical experiment teaching, which tends to be overly

*通讯作者。

文章引用: 叶黄凡, 唐然, 谯华, 邹海. 破乳-混凝预处理降低污水污染负荷的综合实验设计[J]. 创新教育研究, 2025, 13(11): 679-686. DOI: 10.12677/ces.2025.1311919

fundamental with insufficient application, this study has incorporated a design-oriented experimental component into the teaching process. This approach involves providing open-ended research topics, guiding students through literature review, experimental design, hands-on experimentation, data analysis, and report writing. These steps aim to enhance students' initiative, strengthen their practical skills, and help them develop a scientific research mindset. This paper takes the design-oriented experiment "Demulsification-Coagulation Pretreatment for Reducing Pollution Load in Wastewater" as an example. By employing analytical characterization techniques such as the Zeta potential analyzer, total organic carbon analyzer, and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), the study reveals changes in pollution load and composition during wastewater pretreatment. Through this experiment, students deepened their understanding and application of theoretical knowledge, improved their scientific research literacy, and honed their abilities to analyze and solve problems, thereby achieving notable instructional outcomes.

Keywords

Chemical Experiment, Design Experiment, Demulsification-Coagulation

Copyright © 2025 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/



Open Access

1. 引言

化学专业通过各类实验课程实现对学生实践能力的培养,传统化学实验教学侧重于培养学生基础操作能力和对理论知识的理解,如"醋酸解离常数的测定"、"氧化还原电位的测定"、"氯化钠的提纯"等,但这些在运用知识来解决实际问题的应用方面存在局限[1]。过于注重基础技能训练的传统教学模式已经难以满足新时代对人才的需求,随着化学学科与其他学科(如生命、环境、材料等)不断地交叉融合,化学实验教学应更加注重学生思维方式、分析问题和解决问题等能力的提升[2][3]。对此,为适应新时代对化学类人才的培养目标,需对化学实验课程进行科学性、应用性、复合性的改革探索,这也是新工科建设的一项重要举措[4]。

通过提供开放性的设计性实验,学生在学习了化学、物理化学、环境化学等基础知识后,根据兴趣方向,参与一些开放性的设计实验,利用所学知识分析和解决实际问题。其在保证学生锻炼基础操作的同时,又能与其他学科或者实际应用进行接轨,增加实验趣味性并实现学生创新思维能力的培养。

2. 实验内容

设置一些开放性实验题目,如"污水预处理降低污染负荷"、"电化学处理水中酚类化合物"、"利用生物炭吸附土壤中重金属"等等。学生根据个人兴趣和研究方向选择题目、查阅文献资料、制定实验方案、进行实验操作,分析实验数据并撰写实验报告。本文以"污水预处理降低污染负荷"为例,学生在查阅文献并经小组讨论之后,决定采用先破乳后混凝的处理方法对高污染石化污水进行预处理实验,具体内容如下。

2.1. 实验要求

学生以小组(2~3人)为单位,在四周内,针对提供的炼化废水和药剂,通过"破乳-混凝"两步法,自行设计实验关键参数以优化实验条件(如药剂选择、药剂投加量等),将出水中某参数降至规定目标(如将污水中油类降至100 mg/L 以下或者 COD 去除30%)。实验前须提交实验设计方案,包括文献调研综

述、初步的药剂选择理由、详细的实验设计,采用单因素实验确定关键影响因素的大致范围,再采用正 交实验设计法、优化多因素协同作用,不断优化参数,找到最佳操作条件。最后对获得的数据进行详细 分析,并得出结论。本文以最优条件为例进行介绍。

2.2. 水样信息

水样为某炼化企业电脱盐装置排水,取样后于 4℃暗处保存待用。原水外观呈不透光黑色,pH 值 8.61, 浊度 1020 NTU,利用光学显微镜可以明显观察到不同粒径大小油滴状物质(图 1(a))。

2.3. 药剂与仪器

破乳 - 混凝所需药剂:工业常用水处理破乳剂-A1,絮凝剂-1500万阴离子 PAM 均采购自艾森环保科技有限公司,混凝剂为分析纯硫酸铝,采购于天津市精细化工有限公司。配制 A1 浓度 $0.25\,\mathrm{w/w\%}$,硫酸铝 $5\,\mathrm{w/w\%}$,PAM $0.1\,\mathrm{w/w\%}$ 。

仪器: 浊度计(Hach, 2100Q), pH 计(Mettler Toled, FE28), Zeta 电位仪(Malvern Instruments, Zetasizer Nano Z), 光学显微镜, COD 速测仪(承德华通环保仪器公司, CTL-12), TOC/TN 仪(Shimadzu, TOC-L CPH/CPN 200), 红外测油仪(北京华夏科创公司, Oil 480 型), 色谱质谱联用仪(GC-MS, Agilent, 7890B/GC-5977B/MSD)。

2.4. 破乳 - 混凝实验

取原水(命名为样品 A) 100 ml 置于 80℃水浴锅,恒温后,投加破乳剂浓度为 150 ppm,使用搅拌器 以 400 rpm 搅拌 1 min,此时获得破乳后污水命名为样品 B。随后进行混凝实验,在恒温水浴 60℃下,投加硫酸铝 200 ppm、PAM 4 ppm,使用搅拌器以 100 rpm 缓慢搅拌 1 min 后冷却静置 20 min,此时获得破乳 - 混凝预处理后的污水并利用注射器取出,排除沉积物和絮体,命名为样品 C。

2.5. 样品检测

对原水及处理后污水进行污染负荷和污染组成两方面的检测。

污染负荷指标主要包括化学需氧量(COD)、总有机碳(TOC)、生化需氧量(BOD₅)、油类(包括石油类和动植物油)。其中,COD 表征还原性污染物的总量,但一些难降解有机物(如部分杂环类、稠环芳烃类等)因不能被 $K_2Cr_2O_7$ 氧化,并未包含在 COD 数值中;TOC 表示有机物总量,比 COD 更能准确表征有机污染负荷;石油类反应水体中烃类化合物总量,动植物油是指可被硅酸镁吸附的物质总量。

污染组成利用 GC-MS 检测。50 mL 样品经 0.45 μ m 纤维滤膜过滤后,利用二氯甲烷进行萃取,萃取 液通过无水硫酸钠吸水后浓缩至 1 mL,放于-18 \mathbb{C} 暗处保存。GC-MS 色谱柱采用 DB-35 (30 m×0.25 mm×0.25 μ m),离子源温度设置为 230 \mathbb{C} ,MS 四级杆 150 \mathbb{C} ,升温程序:GC 初始 50 \mathbb{C} 保持 5 min 后,以 2 \mathbb{C} /min 升至 150 \mathbb{C} ,再以 5 \mathbb{C} /min 升至 300 \mathbb{C} 保持 10 min。利用 Analysis 分析软件 Qualitative Analysis B.07.00 对离子流图进行有机化合物分析,获得样品中的有机组成。

3. 结果与讨论

3.1. 污染负荷的去除情况

从原水数据可知,该样品 COD 数值高达 2040 mg/L, TOC 730 mg/L,油类 346 mg/L,有机污染负荷较高,此外高 Zeta 电位值(-50.0 mV)阻止了油滴和带电粒子的聚集[5],使样品处于强稳定状态。

在破乳过程中,发现有明显的黑色丝状物质缠绕于搅拌器上(图 1(b)),随着破乳剂投加浓度的增加,污水色度和浊度不断降低,COD、TOC、石油类不断减少,在破乳剂投加 150 ppm 时,以上宏观污染负

荷分别降至 1617 mg/L、547 mg/L、9.8 mg/L (图 2),去除率分别为 20.7%、25.1%、95.7%。可以发现,破乳对污水中各污染负荷指标的去除均产生一定的效果,尤其是对石油类即非极性石油烃类有机化合物的去除效果极为显著,但对动植物油即极性非烃类有机化合物的负荷去除作用不佳。此外,从 Zeta 电位的变化(从-50.0 mV 到-20.1 mV,见表 1)可以发现污水的稳定性被打破,浊度也明显降低,猜测是由于破乳剂 A1 为阳离子型,对显负电性的含油污水具有反相破乳作用。

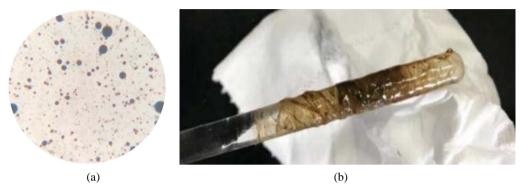


Figure 1. (a) Optical microscope result of raw sample; (b) Black filamentous substance produced during the demulsification of raw sample

图 1. (a) 原水的光学显微镜观察图; (b) 原水破乳过程产生的黑色丝状物质

在破乳剂投加浓度 150 ppm 的基础上进行混凝试验,混凝后污水基本澄清,在硫酸铝投加量 200 ppm、PAM 4 ppm 下,浊度降至 5 NTU,pH 值在 8 以下,Zeta 电位升至-7.9 mV,可能为硫酸铝水解成多核羟基配合物,例如 $Al_2(OH)_2^{4+}$ 、 $Al_6(OH)_{15}^{3+}$ 、 $Al_7(OH)_{17}^{4+}$ 等,造成了电性中和作用的发生,该作用可使带负电油滴和大分子 TOC 被去除[6]。所以有机负荷持续降低,COD、TOC、动植物油的去除率分别为 20.5%、8.4%、24.2%。相比破乳阶段,混凝去除石油烃类有机化合物的效果并不好。但分析动植物油数据(从 120 mg/L 降至 91 mg/L)可发现,混凝对极性有机化合物的去除效果明显高于破乳。

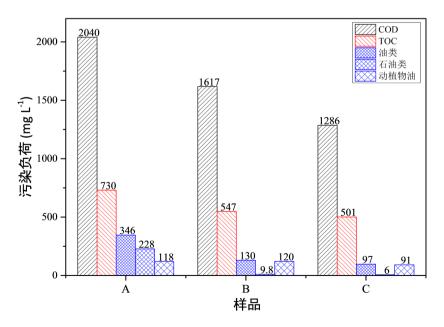


Figure 2. Pollution load after wastewater demulsification-coagulation treatment 图 2. 污水破乳 - 混凝处理后的污染负荷

Table 1. Physical parameters of wastewater after demulsification-coagulation treatment 表 1. 污水破乳 - 混凝处理后的物理参数

宏观指标	原水/A	破乳后/B	混凝后/C
pH 值	8.61	8.44	7.97
浊度/NTU	1020	105	5
Zeta 电位/mV	-50.0	-20.1	-7.9

3.2. 污染组成的变化情况

从 GC-MS 定性分析的结果可以得出,原水中共有 126 种非极性 - 弱极性有机化合物,主要有机污染物类型为有机酸类、酚类和醇类化合物,三者的总相对含量超过 80%,其中酚类的相对含量最高(47.92%,见表 2)。有机酸类物质(23.56%)主要包括较易生物降解的长链脂肪酸和降解难度较大的苯甲酸和环烷酸。酚类物质(47.92%)多含有支链,具有较高的生物毒性,高浓度的酚类物质也会对后续污水处理场中的生化处理阶段造成较大威胁。醇类物质(9.97%)的降解难度虽要小于酚类物质,但有很大一部分醇类物质带有环烷基和苯环,较难通过生化的方式对其进行降解。

破乳-混凝后污水中有机酸类物质比重增加、醇类及酚类物质减少、醛酮类增加。需要注意的是,比重的增加不代表浓度的增加。因此以各物质的峰面积作为半定量数据,利用其减少值反映污染物的去除量,需要注意峰面积主要反映物质在质谱检测器上的响应强度,而非绝对浓度,该数据主要用于横向对比处理前后关键物质相对含量的变化趋势,而非去除率。分析发现,混凝后大多数有机物的峰面积均有所降低,图 3 反映的是水样经过混凝处理后关键物质峰面积的减少值,可以看到主要是有机酸类和酚类被有效去除,包括 16 种有机酸类(C₃~C₉ 的脂肪酸)、8 种酚类(苯酚及其 C₁~C₄ 同系物)、2 种醛酮类及5-吲哚(图 3)。这些物质均带有杂原子基团,具有一定的极性,在水体中会有较高的负电荷,而破乳/混凝剂通常带正电,使其较容易受电性中和作用的影响而被去除。其中酚类因具有较强极性,易溶于水,容易通过电性中和被吸附、聚集并沉淀去除。长链脂肪酸疏水端较长,可能形成胶束或乳滴,其带负电的羧基头基被包裹,与混凝剂的电中和作用效率相对较低。但通过图 3 结果发现,链长比较长的脂肪酸去除量更多,猜测可能是其长链结构在空间上更容易与絮凝剂 PAM 缠绕而被网捕去除。此外,这些物质的去除有效贡献了污水污染负荷的降低,尤其是苯酚及其 C₁~C₂类同系物,有助于污水生物毒性的降低[7]。通过对样品中有机组成的检测和分析,引导学生从宏观到微观的探索,同时指导学生将《物理化学》《有机化学》等课上理论知识与实验现象和结果联系起来,打破学生的思维壁垒,培养他们的科学思维。

Table 2. GC-MS results for raw sample and treated samples 表 2. 样品 GC-MS 谱图解析结果

样品	污染物类型	碳数范围	相对分子质量分布	相对丰度/%
	有机酸	C5~C11	102~184	23.56
	酯类	C_{10}	170	0.99
A	醇类	$C_{10} \sim C_{15}$	154~222	9.97
	醛酮类	C_5	84	5.81
	酚类	$C_6 \sim C_{10}$	94~150	47.92
	有机酸	C ₃ ~C ₁₁	74~182	33.61
В	酯类	C9~C11	156~182	2.23
	醇类	C9~C11	134~182	8.05

	醛酮类	C ₇	110	11.32
	酚类	C ₆ ~C ₉	94~136	30.88
	有机酸	C ₃ ~C ₁₁	74~182	40.13
	酯类	C9	156~182	1.70
C	醇类	C9	134~182	1.15
	醛酮类	C ₇	110	14.10
	酚类	C ₆ ~C ₉	94~136	30.49

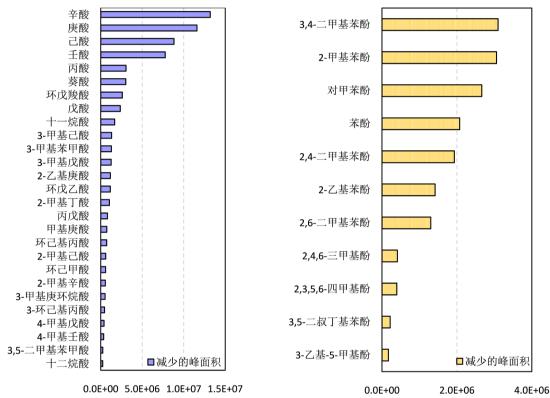


Figure 3. Reduction of peak areas of major pollutants in wastewater after demulsification-coagulation treatment **图 3.** 污水破乳 - 混凝处理后关键污染物峰面积减少情况

4. 实验教学效果评估与分析

4.1. 教学过程分析

该实验综合性较强,包括对文献的查阅与理解、实验药剂的配置、多种分析仪器的使用,最主要的是对实验数据的处理和分析,以及根据实验现象对实验方案的不断调整。考虑到课时有限,学生将 2~3 人分组开展实验,具体实验内容由学生自行分工、配合完成,由此也可提高团结合作能力。实验完成共需四周,具体安排为:第1周——开题与方案设计,第2~3周——实验探索与数据采集,第4周——数据分析与报告撰写。教师在整个课程的不同阶段扮演不同的角色,课程前期应为引导者和资源提供者,课程中期变为顾问和促进者,课程后期转为评估者和反馈者。

在实验方案设计阶段,为了学生能够更快、更好地理解实验的过程和原理,会提前向他们提供参考

资料,并辅导学生制定初步的实验方案。学生通过文献调研,了解当前的环境污染情况,认识到环境保护的重要性,通过对实际污水中污染负荷的检测和去除实验,帮助学生掌握部分分析检测的手段,以及针对此类问题的解决办法。该阶段学生应存在较多问题,教师作为顾问应该引导学生完成设计,例如:1、为什么在处理含油污水等体系时,常常需要先破乳再混凝?教师可提醒其考虑被处理污水的水质特征,如含油污水通常以乳状液形式存在,油滴粒径极小且表面带有电荷,稳定性较高,直接混凝难以有效去除;2、在选择破乳剂时应考虑哪些因素?教师可提醒学生去查阅不同类型破乳剂的特点和作用机理,如阳离子型破乳剂主要通过静电中和作用,中和乳状液中带负电的油滴表面电荷,降低油滴间的排斥力,从而实现破乳;3、学生最初设计的实验方案变量过多,教师可引导其先进行单因素实验等等。

在教学探索和数据采集阶段,教师要时刻观察学生能否通过实验现象继续完善实验方案,判断其思维建立情况,起到引导、答疑、纠错的作用。例如: 1、在进行破乳实验时,破乳剂的投加量如何确定?教师应提醒学生破乳剂投加量的确定通常需要通过预实验来完成。一般先设定一系列不同的破乳剂投加量梯度(如 10 mg/L、20 mg/L、30 mg/L、40 mg/L、50 mg/L等),在相同的实验条件(如温度、搅拌速度、搅拌时间、pH 值等)下进行破乳实验,然后通过测定破乳后水样的含油量、浊度等指标,确定破乳效果最佳时的破乳剂投加量。2、在破乳实验过程中,如何判断破乳反应是否发生?教师应提醒学生判断破乳反应是否发生可通过观察水样的外观变化来判断。在破乳反应发生前,水样通常呈现均匀的乳浊状,外观浑浊;当破乳反应发生时,水样会逐渐出现分层现象,通常会分为油层和水层,油层通常位于上层(水包油型乳状液)或下层(油包水型乳状液),水层的浑浊程度会逐渐降低。3、混凝实验中,如果出现絮体细小、难以沉淀的情况,可能是什么原因导致的?教师应提醒学生尝试不同的实验条件进行对比观察。当混凝剂投加量不足时,水中胶体颗粒的电荷未能充分中和,颗粒间的排斥力仍然较大,难以形成较大的絮体;或者搅拌条件不当,快速搅拌时间过短或搅拌速度过慢,导致混凝剂未能充分分散和水解,与水中污染物作用不充分,而慢速搅拌时速度过快,会将正在形成的絮体打碎;4、学生对实验现象 GC-MS 数据感到困惑,教师组织专题研讨会进行解读等等。

在实验结束后,由小组共同提交实验报告,实验报告以科研论文的结构呈现,应包括摘要、前言、实验方法、结果与讨论、结论等几个部分。并组织学生讲述各自确定最终方案的历程和原因以及实验最终结果,不同的小组间出现的不同方案要结合原理、数据等进一步讨论,拓宽学生的思维,使其在遇到类似方案设计时逻辑更全面。

4.2. 教学效果分析

为了解学生对课程的适应及对知识的获得、应用情况,采用问卷调查的方式,从学生自我效能感、学习兴趣与投入度、科研思维能力、团队协作与沟通能力等几个维度,在实验结束后对参与学生进行调研。问卷调查结果(表 3)显示,学生在四个维度上的自我评价均得到了极其显著的提升。此项教学有效增强了学生解决复杂工程问题的信心,学生内在学习的动机被有效激发,实验设计方法填补了传统实验课的空白。

Table 3. Analysis of questionnaire survey results 表 3. 问卷调查结果分析

维度	测评项	前测均值	后测均值	均值差值	t 值	p 值
	1. 我能自信地将理论知识用于解决实际问题。	3.22	4.35	1.13	8.75	< 0.001
	2. 我认为自己有能力设计一个完整的实验方案。	2.95	4.18	1.23	9.12	< 0.001
能感	3. 面对不理想的实验结果,我知道如何分析原因并改进。	3.05	4.02	0.97	7.43	< 0.001

续表						
学习兴 趣与投 入度	4. 这个实验激发了我对环境化学/水处理领域的兴趣。	3.35	4.28	0.93	7.21	<0.001
	5. 我愿意在课外投入更多时间查阅相关文献。	3.18	4.11	0.93	6.98	< 0.001
	6. 完成这样一个复杂的项目让我有很强的成就感。	3.68	4.52	0.84	7.85	< 0.001
科研思维能力	7. 我学会了如何设计(如正交实验法)来优化多因素实验。	2.78	4.25	1.47	10.56	<0.001
	8. 我能够批判性地审视实验数据,并判断其可靠性。	3.25	4.15	0.90	7.89	< 0.001
	9. 我能根据实验结果,分析和优化实验方案。	3.11	4.05	0.94	8.01	< 0.001
团队协 作与沟 通	10. 在小组中,我能有效地与同伴分工合作。	3.85	4.45	0.60	5.87	< 0.001
	11. 我能清晰地陈述和辩护自己的实验设计。	3.42	4.08	0.66	5.94	< 0.001

由此可见,此类实验不仅能够激发学生对实验的思考和探索,还可帮助他们建立科研思维,并能将知识应用到分析和解决实际问题上,有效提升了教学质量,助力学生的职业发展。

5. 结语

高校是培养高质量人才的重要基地,高校实验室是教育教学的重要场所。本实验主要围绕环境污水的减污降碳处理,实验贴近生活,满足社会需求,涉及化学、环境等学科,有助于提升学生创新能力和科学素养,促进理论与实践相结合,推动知识的应用,增加学生的社会责任感。同时,这也是培养高素质技能型人才的重要举措,满足当前国家对应用型人才的需要。

参考文献

- [1] 杨骏. 物理化学设计性实验——Ag-BiOBr/BiOI 异质结制备和表征[J]. 广州化工, 2025, 53(13): 196-199.
- [2] 马海凤,田笑丛,王凤彬,等.基于产品质量控制的大学化学实验设计——以"富马酸亚铁合成工艺的优化"为例[J].大学化学, 2025, 40(7): 321-327.
- [3] 沈晓静, 赵蕾, 袁文娟, 等. 新农科背景下公共基础课"普通化学实验"教学改革研究[J]. 化工时刊, 2025, 39(2): 61-64.
- [4] 李胜英, 韦联强, 赖红芳, 等. 新工科背景下"物理化学实验"课程教学改革探索[J]. 西部素质教育, 2025, 11(16): 174-177.
- [5] Larsson, M., Hill, A. and Duffy, J. (2012) Suspension Stability; Why Particle Size, Zeta Potential and Rheology Are Important. Annual Transactions of the Nordic Rheology Society, 20, 209-214.
- [6] Verma, S., Prasad, B. and Mishra, I.M. (2010) Pretreatment of Petrochemical Wastewater by Coagulation and Flocculation and the Sludge Characteristics. *Journal of Hazardous Materials*, 178, 1055-1064. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.02.047
- [7] Abbas, M., Adil, M., Ehtisham-ul-Haque, S., Munir, B., Yameen, M., Ghaffar, A., *et al.* (2018) Vibrio Fischeri Bioluminescence Inhibition Assay for Ecotoxicity Assessment: A Review. *Science of the Total Environment*, **626**, 1295-1309. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.01.066