

国 家 级 精 品 课 程 配 套 教 材

普通高等教育“十二五”规划教材

水污染控制工程 实验教学指导书

成官文 主编

黄翔峰 朱宗强 梁 凌 副主编

X520.6
15



化学工业出版社

013042596

X520.6

15

国家级精品课程配套教材
普通高等教育“十二五”规划教材

水污染控制工程实验教学 指导书

成官文 主 编
黄翔峰 朱宗强 梁 凌 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·



北航

C1650175

X520.6/15

013045286

本书是普通高等教育“十二五”规划教材，是编者在十余年“水污染控制工程”本科教学研究基础上编写的。本书的编写重视经典理论的传承和新技术、新工艺的引进，实验包含化学絮凝沉淀、MAP法同时去除氮磷、活性炭吸附有机物、沸石吸附氨氮、Fenton试剂化学氧化、好氧生物处理、生物硝化反硝化、膜过滤等实验内容，兼顾了化学、物理、物理化学和生物化学的各种主要理论和工艺技术。

本书可作为高等院校环境工程等专业的实验教材，也可供相关领域的工作人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

水污染控制工程实验教学指导书/成官文主编. —北京:
化学工业出版社, 2013. 2

国家级精品课程配套教材

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-15864-2

I. ①水… II. ①成… III. ①水污染-污染控制-实验-
高等学校-教学参考资料 IV. ①X520.6-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 274854 号

责任编辑: 满悦芝

责任校对: 周梦华

文字编辑: 荣世芳

装帧设计: 尹琳琳

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印刷: 北京市振南印刷有限责任公司

装订: 三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 8 字数 198 千字 2013 年 1 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 19.80 元

版权所有 违者必究

前 言

近二十年来,我国水污染控制技术与工程无论在理论研究还是在工程应用方面都取得了长足的发展,脱氮除磷、高级氧化、深度处理、膜处理等新理论、新技术已广泛用于污(废)水处理中,其对应的城镇污水处理排放标准(如氮、磷)也大幅度提高。然而,我国水污染控制技术与工程的实验教学却仍然停留在20世纪中叶的实验教学内容上,基本是清一色的自由沉淀实验、成层沉淀实验、混凝沉淀实验、离子交换实验、活性污泥特性测定实验、污泥比阻测定实验、酸性废水过滤中和及吹脱实验、电解法处理含铬废水实验、折点加氯消毒实验、水的软化实验等,不仅重复了无机化学最为基础的酸碱中和、水软化、离子交换等化学教学实验,还存在折点加氯消毒、电解法处理含铬废水等与工程实际脱节、高耗能的实验内容,实验教学与新理论、新技术、新工艺、新设备、新标准不够接轨;实验教学方法基本为验证性、单因素实验,较少考虑多因素设计、多分析测试手段研究以及学校教学特色等方面的综合训练;实验教学理念、教学内容陈旧,且与理论教学和工程实际脱节,不利于水污染控制工程的理论学习、工程技术知识传授、“卓越工程师教育培养计划”实施和学生创新能力培养,改革、创新水污染控制工程实验教学已非常急迫。为此,编者编写了此实验指导书,以期在水污染控制工程实验教学方面做出一些积极的探索。

本书是编者在十余年“水污染控制工程”本科教学研究的基础上编写的。十余年来,本课程的教学经过了从校级重点课程、学校重点课程、学校精品课程、省(区)级重点课程、省(区)级精品建设课程到国家级精品建设课程的建设过程,积累了大量的教学资源 and 实践经验。本书编写重视经典理论的传承和新技术、新工艺的引进,实验包含化学絮凝沉淀、MAP法同时去除氮磷、活性炭吸附有机物、沸石吸附氨氮、Fenton试剂化学氧化、好氧生物处理、生物硝化与反硝化、膜过滤等实验内容,兼顾了化学、物理、物理化学和生物化学的各种主要理论和工艺技术,涉及了浊度、色度、COD、BOD、氨氮、硝酸氮、亚硝酸氮、总磷、MLSS、DO、pH、碱度等水污染控制工程常见分析项目及其仪器、设备的使用,标准曲线绘制、正交实验设计和多种研究方法、手段的应用,SV%、SVI、污泥负荷、硝化速率、反硝化速率、膜通量、吸附容量等重要工艺技术参数的测定等,基本涵盖了水污染控制工程的重要教学内容和工程技术要点,注重与新理论、新技术、新工艺、新标准的无缝衔接,多个实验都能给出基于不同学校实验条件、办学特色、当地水环境污染实际的多实验方案以供选择,以适应新时期环境工程专业本科教学改革以及学生创新能力培养的需要。

本书第一章由桂林理工大学成官文博士、教授编写,第二章由同济大学黄翔峰博士、教授编写,第三章由桂林理工大学朱宗强博士编写,第四章由桂林市环境保护局梁凌硕士编写,各实验指导书由桂林理工大学成官文博士、教授编写。全书由桂林理工大学成官文博士、教授负责统稿,桂林理工大学硕士研究生徐珊、王浩、徐子涵参与了全书的校核工作。

教材编写过程中,得到了桂林理工大学教材科和环境科学与工程学院的大力支持和帮助。

由于编者时间和水平有限,疏漏之处在所难免,敬请广大读者批评指正。

编 者

2013年1月

目 录

第一章 水污染控制工程实验的教学目的和

要求 1

一、水污染控制工程实验的教学目的 1

二、水污染控制工程实验的基本程序 2

三、水污染控制实验的教学要求 2

第二章 实验设计 4

第一节 实验设计简介 4

一、实验设计的目的 4

二、实验设计的几个基本概念 5

三、实验设计的步骤 6

四、实验设计的应用 7

第二节 单因素实验设计 9

一、均分法和抛物线法 9

二、分批实验法 10

三、对分法、0.618法和分数法 10

第三节 双因素实验设计 13

一、好点实验法 13

二、平行线法 14

第四节 正交实验设计 14

一、正交表 14

二、正交设计法多因素实验步骤 15

三、结果分析与讨论 17

第三章 水样的采集、管理运输、保存及其预

处理 20

第一节 采样点的设置 20

一、地表水污染防治监测采样断面和采样点的设置 20

二、地下水污染防治监测采样断面和采样点的设置 23

三、污染源污(废)水调查和监测采样 24

四、其他监测采样 24

第二节 水样的采集、管理运输和保存 25

一、水样的分类 25

二、采样前的准备 26

三、采样方法 28

四、水样的管理运输 29

五、水样的保存 30

第三节 水样的预处理 31

一、水样的稀释 31

二、水样的消解 32

三、水样的分离与富集 33

第四章 分析测试的数据处理与成果解释 39

第一节 基本概念 39

一、测试数据的“五性” 39

二、灵敏度 40

三、检出限、测定下限和测定上限 40

四、最佳测定范围 41

五、校准曲线 41

第二节 误差的基本概念 41

一、真值与平均值 41

二、误差的分类 42

三、误差的表示方法 43

第三节 实验数据的统计处理 46

一、有效数字与运算 46

二、可疑数据的取舍 47

第四节 实验数据的表示法 51

一、列表表示法 52

二、图形表示法 52

三、回归分析表示法 54

实验一 混凝沉淀实验 59

实验二 化学沉淀法处理重金属废水正交

实验 66

实验三 化学沉淀法处理高氨磷废水正交

实验 73

实验四 活性炭吸附实验 81

实验五 沸石氨氮吸附实验 85

实验六 Fenton 试剂化学氧化有机废水实验 ... 89

实验七 曝气充氧实验 93

实验八 活性污泥评价指标测定 100

实验九 活性污泥法好氧生物处理生活污水

实验 104

实验十 SBR 生物硝化反硝化实验 110

实验十一 膜分离实验 115

实验十二 水污染控制工程综合实验 121

参考文献 124

第一章 水污染控制工程实验的教学目的和要求

水污染控制工程是建立在水体自净作用、水处理试验研究与技术开发、水污染治理工程基础之上的学科。水环境污染成因剖析、污染防治机理探讨、污染治理技术开发、工艺技术参数确定、设备设计加工和操作运行管理都需要基于实验研究加以解决。例如,水处理中混凝沉淀或混凝气浮所用药剂种类的选择和生产运行条件的确定,较高氨氮浓度进水如垃圾渗滤液、畜禽废水的硝化和反硝化工艺参数的确定,化学除磷剂投加量及其投加位置的确定等,都需要通过实验测定才能较合理地进行工程设计。

水污染控制工程实验是环境工程学科的重要组成部分,是科研和工程技术人员解决各种水环境污染治理问题的一个重要手段。通过水污染控制工程实验研究,可以解决下述问题。

① 可以观察、发现有关水环境污染的科学现象,并通过研究和掌握水环境污染物在水体以及污水和废水中的稀释、扩散、迁移、转化、降解、吸附、沉淀等基本规律,为水环境保护和污染防治提供依据。

② 掌握水环境污染防治过程中污染物的去除原理、处理技术及其影响因素,不断发现新的科学现象,开发新的工艺技术,并逐步完善现有的水处理工艺技术及其工程设备。

③ 解决水污染治理技术开发中的工程放大问题、自动化控制问题,促进水污染控制工艺技术优化控制、水处理工程优化设计以及配套工程设备优化设计。

一、水污染控制工程实验的教学目的

实验教学是使学生理论联系实际,培养学生观察问题、综合所学知识分析问题和解决问题能力的一个重要环节。实验安排除一般验证性实验外,还应该包含部分具有综合性、设计性和探索性实验。

综合性实验是指综合所学知识或综合应用科学方法、实验手段以及科学技术,对学生进行知识综合应用能力、独立实践能力和分析解决问题能力训练与培养的实验。

设计性实验是指学生在教师的指导下,根据给定的实验目的和实验条件,独立设计实验方案、选择实验方法、确定实验器材、拟定实验操作程序,自己加以实现并对实验结果进行分析处理的实验。

探索性实验是指学生在导师指导下,在自己的研究领域或导师选定的学科方向,针对某一选定研究目标所进行的具有研究、探索性质的实验,是学生参加科学研究或实践的一种重要形式。探索性实验需要结合水污染防治的发展方向、学校的研究特色、导师的研究项目以及现有实验基础开展。

近年来,随着教学改革的不断深入和精品课程建设的不断推进,人们越来越意识到一般验证性实验的教学局限性,许多学校开设了一些综合性、设计性和探索性实验,并取得了较好的实验教学效果,有力地促进了水污染控制工程实验教学。

水污染控制工程的实验教学目的如下:

① 促进学生在水污染控制工程的基本概念、基本理论及主要工艺技术的理解和掌握。

② 使学生了解环境问题的提出、实验方案的设计和实验研究的开展,并初步掌握水污

染控制工程的实验研究方法及相关分析测试技术。

③ 初步掌握数据的基本处理,较为科学合理地分析和归纳实验数据,验证已有的概念和理论,或确定其工程应用价值。

总之,水污染控制工程实验在于推动和促进学生深入探究水环境污染及其控制的主要科学问题和基本理论问题,掌握实验研究的作用,理解科学研究及其工程应用的价值。

二、水污染控制工程实验的基本程序

1. 提出科学问题

结合水环境问题,提出打算验证的基本概念或需要探索研究的问题。

2. 设计实验方案

研究制定工艺技术路线,设计实验研究方案,明确实验目的、实验装置、实验步骤、测试项目和测试方法,确定实验必需的实验设备、分析仪器、工程技术、环保材料、药剂及工作人员等。

3. 实验研究

① 根据设计好的实验方案开展实验,并及时进行样品的采集、保存和分析测试。

② 对实验数据进行计算,获取实验结果。

③ 对实验结果进行分析讨论,并对污染成因、污染控制的作用机理或机制进行探讨。

在实验过程中,确保实验数据的可靠性以及及时整理十分重要。水样测定数据的精密度和准确度必须满足水污染控制分析测试的质量控制要求和相关分析测试标准的相应浓度范围。实验结束时,测试的水样要待实验数据处理后,并基本确定数据的可靠性以及实验结果接近或达到预期效果时才能处理,否则,测试水样需要妥善保存,以待重新分析,或检查实验设备、操作运行、测试方法和实验方案等是否存在问题,以便及时解决。切不可实验数据长时间放置,否则日后处理时发现实验过程或者分析测试有问题时,已无法弥补,只能重新进行实验。

4. 实验小结

实验是培养学生严谨的科学态度、踏实的工作作风的实践过程。学生通过实验,结合所学理论和知识,对实验数据进行系统分析和评价,对实验结果进行分析研究、机理探讨和潜在工程价值探索。小结的内容包括以下几个方面。

① 回答实验数据的可靠性如何。当实验数据出现不合理时,应分析其原因,提出新的实验方案。

② 解决了实验提出的哪些科学问题或验证了哪些科学原理、哪些水处理工艺技术。

③ 通过实验加深了哪些工艺技术或科学理论的理解和掌握,掌握了哪些新的知识和技能,获取了哪些认知和技能。

④ 实验结果是否可用于已有工艺设备、工艺运行条件或工艺技术的改进、完善。

三、水污染控制实验的教学要求

对于验证性教学实验,学生实验时应遵循下列要求。

(1) 提前预习和准备

为开展实验研究,学生必须提前认真阅读实验教材,清楚地了解所开展实验项目的目的要求、实验原理和实验内容,熟悉实验所需分析测试项目的测试方法,了解实验有关注意事项,准备好实验记录表格。

(2) 充分做好实验方案设计

实验设计是培养学生综合利用所学知识和技能独立分析和解决水污染防治问题实际能力的重要环节,是获取有效实验结果的基本保障。实验过程中,学生需要先基于实验内容和实验要求,并结合所学理论和知识设计实验方案,选择实验方法,确定实验器材,明确测试项目和分析方法,拟定实验操作程序,做好实验分工。

(3) 严格按实验步骤操作

实验前应仔细检查实验设备、仪器仪表是否完好和正常。

实验时要严格按照操作规程操作,仔细观察实验现象,认真测试实验数据,并翔实填写实验记录。

实验结束后,要对实验室和实验设备进行清扫或清理,把仪器仪表恢复原状,填写相关使用记录。

(4) 尽快进行数据处理和分析

实验结束后,必须尽快对实验数据进行统计处理,获取有效的实验结果,并进行科学、合理的分析,得出正确、可信的结论。

(5) 认真编写实验报告

编写实验报告是训练和规范学生科学研究报告或文本书写必不可少的环节,它包括:

- ① 实验目的。
- ② 实验原理。
- ③ 实验设备及材料。
- ④ 实验步骤。
- ⑤ 实验数据整理。
- ⑥ 结果分析讨论。

对于综合性、设计性和探索性实验,除上述要求外,学生还必须结合自己的实验内容和要求,查阅有关书籍、文献资料,了解和掌握与本实验研究有关的国内外技术状况、发展动态,并在此基础上,根据实验课题要求和实验室条件,提出具体的实验方案,包括实验工艺技术路线、实验条件要求、实验设备及材料、实验步骤、实验进度安排等。综合性、设计性和探索性实验研究报告的内容应包括:

- ① 课题研究意义。
- ② 课题研究进展。
- ③ 实验研究方案。
- ④ 实验过程描述与实验结果分析讨论。
- ⑤ 实验结论与建议。
- ⑥ 参考文献等。

第二章 实验设计

实验有物理的、化学的和生物的，有单因素的、双因素的和多因素的，有验证性的、析因性的、设计性的、探究性的等，实验条件、要求、目的各不相同，这就需要基于具体情况科学设计实验。

实验设计是一种针对具有普遍性的教学问题，构建具有教学理论特征的数学模型，并通过不断应用、评估、修正的渐近过程来探索实际问题的解决方案。具体地说，它是在理论框架和现实条件约束下，基于具体实验条件和要求、实验因素水平以及数理统计学规律，构建合理的实验方案，提高实验效率，缩小随机误差，并使实验结果利于有效统计分析的一种方法。

传统实验着重于学生验证、理解教学的若干现象和内容，实验多采用假设、验证的思路，且严格控制实验条件，实验缺乏启迪性和教育性，对工程或生产实际少有指导价值和科学价值。而设计性实验却不同，它具有两个并重的教学目标：构建解决实际问题的方案和理解并掌握相关专业理论及其应用。具体表现为通过实际教学环境和设计实验途径，促进学生综合利用所学知识，掌握实验研究手段，解决实际问题，培养综合能力。

实验设计重点在于探索专业理论和工程（或生产）实践中具有代表性的问题，强调理论构建和问题解决并重，关注科学方法和知识技能应用整合，积极鼓励师生尤其是不同学科、不同观点、不同思路学生的共同参与和协作配合，并不断对研究目标、研究方法和研究手段进行修正、完善，最终实现研究目标。因此，了解和掌握实验设计，并自始至终参与这一过程，对于在校学生以及环境专业工作者都具有现实意义。

第一节 实验设计简介

一、实验设计的目的

实验设计的目的是选择一种对所研究的特定问题最有效的实验安排，以使用最少的人力、物力和时间获得满足要求的实验结果。广义地说，它包括明确实验目的、确定测定参数、确定需要控制或改变的条件、选择实验方法和测试仪器、确定测量精度要求、实验方案设计和数据处理步骤等。科学合理的安排实验应做到以下几点。

- ① 实验次数尽可能少。
- ② 实验数据要便于分析和处理。
- ③ 通过实验结果的计算、分析和处理寻找出最优方案，以便确定进一步实验的方向。
- ④ 实验结果要令人满意、信服。

实验设计是实验研究过程的重要环节，通过实验设计，可以使我们的实验安排在最有效的范围内，以保证通过较少的实验步骤得到预期的实验结果。下面以生化需氧量（BOD）的测定分析说明。

生化需氧量（BOD）测定往往需要估计最终生化需氧量（ BOD_u ）和生化反应速率常数

k_1 , 完成这一实验需对 BOD 进行大量的、较长时间的 (约 20 d) 测定, 既费时又费钱, 此时如有较合理的实验设计就可能以较少的时间得到较正确的结果。从数学角度看, 有机物的生化降解耗氧 (BOD) 是一级反应模型 (图 2-1), 实验曲线的起点变化较快, 而后期的变化很小, 如果实验设计按时间均匀取样, 则会出现曲线中段的拐点难以确定, 曲线后端很少变化, 设计再多实验点意义也不大。从微生物学角度看 (图 2-2), 微生物降解有机物的速率与底物浓度有关, 有机物浓度越低, 其一级反应的比降解速率或斜率越大, 曲线起始段的变化越快, 其实验设计的取样密度应越大。相反, 如果有机物浓度很高, 有机物降解速率达到最高, 当比降解速率为零 (即零级反应), 此时将取样点安排得较稀疏为宜。从水污染控制工程角度

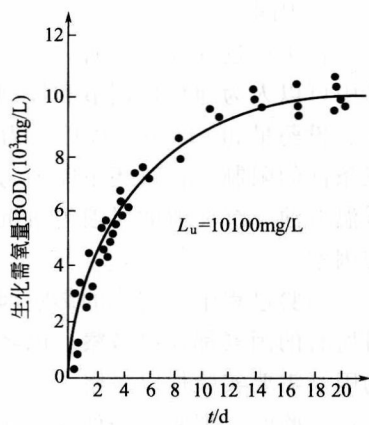


图 2-1 有机物的生化降解曲线

看 (图 2-3), 生化需氧量 (BOD_u) 的变化既与水质类型有关, 如生活污水和工业废水; 也与水质浓度高低、是否含有有毒有害组分、实验进水稀释倍数以及实验微生物是否接种驯化有关。图中曲线 A 为生活污水的 BOD 曲线, 曲线 B 为驯化较慢的工业废水 BOD 曲线, 曲线 C 为未接种驯化的工业废水 BOD 曲线, 曲线 D 为未经驯化或含有有毒有害物质废水的 BOD 曲线。这一实例说明, 实验过程中必须充分了解水质情况, 掌握相关的理论知识, 熟悉相关研究进展, 科学设计实验方案, 才能使实验测试次数精简, 使实验工作量显著减少, 并把实验误差控制在一定范围内。如果实验点设计不好 (如均匀布置取样点或接种微生物未经驯化等), 实验就难以获得正确的结果而达不到预期目的。此外, 即使实验观测的次数完全相同, 如果实验点的安排不同, 所得结果可能出现较大差距。因此, 正确的实验设计不仅可以节省人力、物力和时间, 并且是得到可信的实验结果的重要保证。

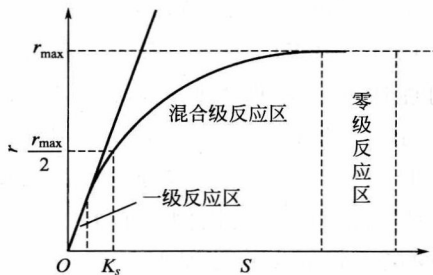


图 2-2 底物比降解速率与底物浓度的关系

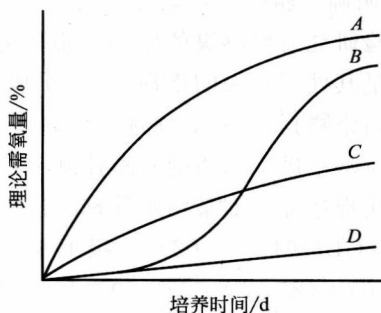


图 2-3 不同水样 BOD 随培养时间的变化曲线

二、实验设计的几个基本概念

1. 指标

在实验设计中用来衡量实验效果好坏所采用的标准称为实验指标, 或简称指标。例如, 在进行地表水和微污染水源水的混凝沉淀实验时, 常常把反映或代表水中悬浮物 (包括泥土、砂粒、细小颗粒状有机物和无机物、悬浮生物、微生物) 和胶体物质多少的指标浊度作为评定悬浮物和胶体等污染物去除效果的标准, 即浊度是混凝沉淀实验的指标。

2. 因素

在生产过程和科学研究中，对实验指标有影响的条件通常称为因素。有一类因素，在实验中可以人为地加以调节和控制，称为可控因素。例如，混凝沉淀实验中的源水污染物的浓度、投药量和 pH 值是可以人为调节的，属于可控因素。另一类因素，由于技术、设备和自然条件的限制，暂时还不能人为控制，称为不可控因素。例如，冬季地表水尤其是水库水的低温低浊、沉淀池的风浪等对沉淀效率的影响是不可控因素。实验方案设计一般只适用于可控因素。

实验过程中，实验的影响因素通常不止一个，由于时间、人力、物力的限制，我们不能对所有的因素都加以考察，已经比较清楚的因素可暂时不考察，对于未知的、可能比较重要的因素需要实验加以考察。

实验时，把实验条件固定在某一状态上，只考察一个因素变化带来影响的实验，称为单因素实验；同时考察两个因素影响的实验称为双因素实验；同时考察两个以上因素的实验称为多因素实验。

3. 水平

因素变化的各种状态称为因素的水平。某个因素在实验中需要考察它的几种状态，就称它是几水平的因素。因素在实验中所处状态（即水平）的变化，可能引起指标发生变化。例如，在污水生物硝化实验时要考察 3 个因素——水力停留时间、泥龄和污泥负荷，水力停留时间因素选择为 8h、10h、12h，这里的 8h、10h、12h 就是水力停留时间因素的 3 个水平。

因素的水平有的能定量表示，可以用数量表示水平的因素称为定量因素；有的则不能定量表示。例如，在采用不同混凝剂进行印染废水脱色实验时，要研究哪种混凝剂较好，在这里多种混凝剂数就表示混凝剂这个因素的各个水平。凡是不能用数量表示水平的因素，称为定性因素。对于定性因素，只要对每个水平规定具体含义，就可与定量因素一样对待。

三、实验设计的步骤

1. 明确实验目的，确定实验指标

实验研究需要解决的问题一般不止一个，且彼此常常相互关联。例如，生活污水处理时，衡量其处理效果的指标有 12 项基本控制项目（COD、BOD、总氮、氨氮、总磷等）、7 项一类污染物指标和 43 项选择控制项目。我们不可能通过一次实验把三大类污染物全部去除，而应基于进水水质把基本控制项目指标实现，即出水 COD、BOD、氨和磷、SS 以及微生物等实现达标。如某污水处理厂进出水见表 2-1，排放执行《城镇污水处理厂污染物排放标准》（GB18918—2002）一级 B 标准，则污水需要去除的污染物比例为 $BOD_5 : N : P = (120 - 20) : (25 - 8) : (8 - 1) = 100 : 17 : 7$ ，氮和磷高于好氧生物处理 $100 : 5 : 1$ 的比例，故生物处理的重点在于脱氮除磷。因此，实验前应首先确定这次实验究竟是解决哪一个或者哪几个主要问题，然后确定相应的实验指标。

表 2-1 污水处理厂设计进、出水水质

项 目	pH	SS	BOD ₅	CODCr	NH ₃ -N(TN)	TP
进水水质	6~8	160	120	300	25(33.3)	8.0
出水水质	6~9	≤20	≤20	≤60	≤8	≤1

2. 挑选因素

在明确实验目的和确定实验指标后，要分析研究影响实验指标的因素，从所有的影响因

素中排除那些影响不大或者已经掌握的因素,让它们固定在某一状态上,而对那些对实验指标可能有较大影响的因素进行考察。例如,在混凝沉淀实验时,确定了浊度作为最主要的指标后,紧接着需要解决的问题就是混凝沉淀的适宜投药量、适宜 pH 值、混凝沉淀的速度梯度、预处理和投药点位置等。我们不可能通过一次实验把这些问题都解决,需要把某些因素控制在一定状态上,如控制速度梯度和 pH 值,考察投药量与出水水质的关系,以此实验结果来评估药剂投加量这一因素对混凝沉淀工艺的影响。

3. 选定实验设计方法

实验设计的方法很多,有单因素实验设计、双因素实验设计、正交实验设计、析因分析实验设计、序贯实验设计等。各种实验设计的目的和出发点不同,在进行实验设计时,应根据研究对象的具体情况选择适宜的方法。例如,对于单因素问题应选用单因素实验设计法;三个以上因素的问题,可以用正交实验设计法;若要进行模型筛选或确定已知模型的参数估计,可采用序贯实验设计法。

4. 确定实验器材,明确测试项目和分析方法

一旦确定实验设计方案,实验所需设备、测试项目及其分析方法、所需仪器及试剂材料需要与之相互配套。为确保实验顺利进行,实验前需要到实验室核实所需设备、仪器是否处于正常状态,所需试剂材料是否齐备。

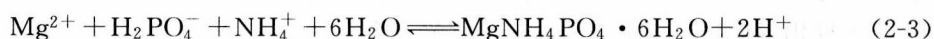
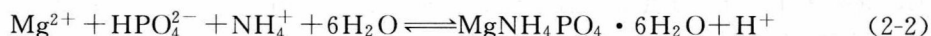
5. 拟定实验操作程序,做好实验分工

由于实验研究往往时间要求紧,且工作量较大。为确保实验研究的顺利进行,实验设计方案一旦确定,需要及时做好实验安排,包括操作程序、工作分工,使工作任务落实到人。

四、实验设计的应用

在生产和科学研究中,实验设计方法已得到广泛应用,主要应用如下。

① 基于理论或数学模型合理设计实验,确定参数变量及其变化范围等,以较少的实验次数或较短的实验时间获得较精确的实验结果。例如,利用磷酸铵镁法去除污泥浓缩上清液和污泥脱滤液中的磷和氨。磷酸铵镁法的化学反应如下:



其化学反应的溶度积常数为 $5.05 \times 10^{-14} \sim 4.36 \times 10^{-10}$, 适宜 pH 值范围为 7.5~9.0 (图 2-4), 理论质量比 $n(\text{PO}_4^{3-}) : n(\text{NH}_4^+) : n(\text{Mg}^{2+})$ 为 1 : 1 : 1。实验过程中,其实验设计选择 pH=8~9, 并过量投加镁盐,其适宜镁盐投加量采用 $n(\text{PO}_4^{3-}) : n(\text{NH}_4^+) : n(\text{Mg}^{2+}) = 1 : 1 : (1.1 \sim 1.5)$ 。基于理论研究设计实验方案,能够较快获得适宜的实验结果。

又如,在物理化学吸附实验中,利用吸附等温模型研究的结果设计生产或实验研究过程。以某自来水厂有机物微污染水源水应急处理为例,其粉末活性炭对有机物的吸附符合 Freundlich 数学模型,其吸附等温线方程为 $q_e = 8.7640C^{0.9663}$, 相关系数 0.9752, 等温线常数 K 和 $1/n$ 分别为 8.7640 和 0.9663, 等温线的 COD_{Mn} 范围为 1.0~6.5mg/L。当自来水厂出现水源水有机污染时,如果其测定的进水 COD_{Mn} 浓度处于 1.0~6.5mg/L 范围内,就可以基于粉末活性炭吸附等温线公式,结合进水 COD_{Mn} 浓度计算粉末活性炭的理论投加量,后按 120%~150% 的理论投加量进行微污染水源水应急处理,进水 COD_{Mn} 浓度越高,其过

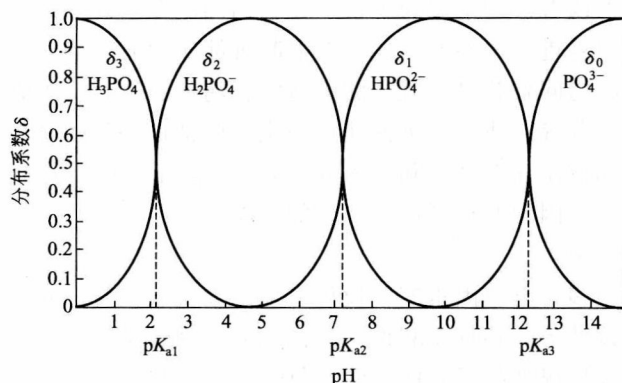
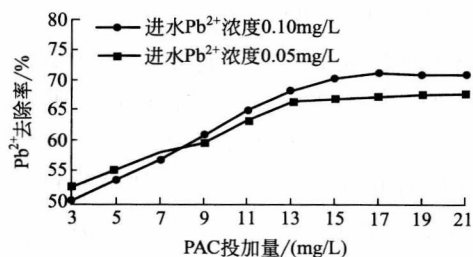
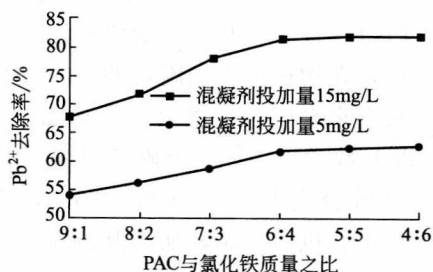


图 2-4 磷酸盐各种存在形式的分布系数与溶液 pH 值的关系曲线

量投加比例也越高。

② 基于实验研究、生产过程和需要设计实验。人们为了达到优质、高效、降耗等目的，常需把有关实验和生产的主要因素控制在适宜范围。这种适宜范围需要通过实验设计研究而得。如混凝剂是水污染控制常用的化学药剂，其投加量因水质污染类型、污染物浓度、共存物质、pH 值等具体情况不同而异。以某自来水厂水源水铅污染的应急处理为例，原水水温 8°C ， COD_{Mn} $1.34 \sim 1.50\text{mg/L}$ ，pH 值 7.66，浊度 2.0NTU 和色度 25， Pb^{2+} $0.05 \sim 0.10\text{mg/L}$ ，需通过小试实验快速确定水厂现有技术条件下的处理方法，保证水厂供水水质。小试实验结合水厂现有工艺和技术，拟投加 3mg/L 、 5mg/L 、 7mg/L 、 9mg/L 、 11mg/L 、 13mg/L 、 15mg/L 、 17mg/L 、 19mg/L 、 21mg/L PAC，实验设计快速搅拌 30s、中速搅拌 270s、慢速搅拌 600s，后测定 30min，清水过 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜，过滤后水样检测残余 Pb^{2+} 浓度、 COD_{Mn} 、浑浊度、色度、pH 值，其中铅实验结果见图 2-5。可见随着 PAC 投加量增加，对 Pb^{2+} 的去除率有较大幅度提高，但投加量高于 13mg/L 后，效果不明显，且出水 Pb^{2+} 均超过 0.01mg/L 的标准。究其原因，可能与 PAC 的絮凝沉淀不够密实有关。于是在原实验基础上，适度补充铁盐，改善絮凝沉淀效果。原水水质同前， Pb^{2+} 浓度为 0.10mg/L ，混凝剂中 PAC 与氯化铁的质量之比为 $6:4$ ，二者投加量为 15mg/L 时， Pb^{2+} 最大去除率可达到 81.7% （图 2-6）。采用铁铝复合混凝剂较单一 PAC 有一定程度提高，但出水 Pb^{2+} 浓度仍未能达标。为进一步提高铝铁复合混凝剂对 Pb^{2+} 的去除效果，在上述铁铝复合混凝剂实验基础上分别投加 0.2mg/L 、 0.4mg/L 、 0.6mg/L 、 0.8mg/L 、 1.0mg/L 、 1.2mg/L PAM 溶液，具体实验结果见表 2-2，增加助凝剂投加量能使 Pb^{2+} 去除率最高达到

图 2-5 不同 PAC 投加量下的 Pb^{2+} 去除率图 2-6 混凝剂组分与 Pb^{2+} 去除率关系图

93.0%，比单独投加复合混凝剂 Pb^{2+} 的去除率提高了 11.3%，且 PAM 投加量达到 0.8mg/L 时，处理出水浓度低于 0.10mg/L，达到了《生活饮用水卫生标准》（GB 5749—2006）的要求，为微污染水源水应急处理提出了一种应急处理技术。可见，实验设计常需要多次才能获得满意的结果。实验设计不仅要从科学研究角度看其污染物的去除率，还要从工程或生产实际看其水质是否达到了标准要求，只有满足相关标准的工艺技术方法才是适宜的。实验设计是在减少研究工作量的条件下快速寻求解决生产实际问题的最适宜方法之一。

表 2-2 不同 PAM 投加量去除 Pb^{2+} 实验的主要指标

PAM 投加量 /(mg/L)	混凝剂投加量为 5mg/L					混凝剂投加量为 15mg/L				
	残余 Pb^{2+} /(mg/L)	COD_{Mn} /(mg/L)	pH 值	色度	浑浊度 /NTU	残余 Pb^{2+} /(mg/L)	COD_{Mn} /(mg/L)	pH 值	色度	浑浊度 /NTU
0.2	0.038	0.98	7.75	5	0.3	0.018	0.89	7.69	5	0.2
0.4	0.032	0.96	7.72	5	0.2	0.015	0.86	7.72	5	0.2
0.6	0.029	0.94	7.73	5	0.2	0.012	0.83	7.71	5	0.1
0.8	0.026	0.91	7.69	5	0.1	0.008	0.79	7.67	10	0.1
1.0	0.024	0.90	7.71	10	0.1	0.007	0.78	7.73	10	0.1
1.2	0.023	0.89	7.68	10	0.1	0.007	0.78	7.68	10	0.1
水质标准 ^①	0.01	3.00	6.5~8.5	15	1.0	0.01	3.00	6.5~8.5	15	1.0

① 《生活饮用水卫生标准》（GB 5749—2006）。

第二节 单因素实验设计

单因素实验指只有一个影响因素的实验，或影响因素虽多，但在安排实验时只考虑一个对指标影响最大的因素，其他因素尽量保持不变的实验。单因素实验设计方法有均分法、抛物线法、分批实验法、对分法、0.618 法（黄金分割法）、分数法等。

一、均分法和抛物线法

均分法适于生物作用实验研究和具有一次线性关系的单因素实验研究。如氨氮沸石吸附实验研究（图 2-7）。这类实验设计往往是基于研究者实验研究水平和分析测试速度按一定时间间隔设计的，比如说，一般三天左右可以完成一个实验点各种样品的分析，则按三天实验间隔取样，研究生物反应器随时间变化的污染物生物降解效果。这类实验的做法是如果要测某因素的 n 个水平状态，就将因素的实验范围等分成 n 份或者按等距水平，在各因素水平上做实验，获得该因素各水平的变化规律或趋势，从而确定实验控制的适宜条件。该实验方法的优点是实验可以控制某一因素的变化水平，设计研究另一因素不同水平的变化情况，适宜实验室小试研究和应急研究，减少实验次数。如通过六联搅拌器搅拌一次获得一个因素六个水平的实验样品。缺点是因素的水平设计较多或实验的取样点较多时，实验分析的工作量较大。

抛物线法适于二次和多次线性关系的单因素实验研究，如活性炭和沸石吸附等温线、膜过滤的膜通量测定（表 2-8）。其做法是基于线性关系的变化趋势，在因素变化较大或较快的区间，尤其是拐点附近设置较密集的取样点，而在因素变化较小的区间设置较稀的水平分布。其优点是实验可以同时安排，减少实验次数，并获得较为精准的曲线，适宜实验室小试研究和应急研究；缺点是因素的水平设计较多或实验的取样点多时，实验分析的工作量较大。

均分法和抛物线法为本科生和研究生实验研究中较为普遍的使用方法，但要求学生实验前必须对前人的研究有所了解，对该因素多水平的变化趋势和变化范围有较充分的了解，并在此基础上设计实验。

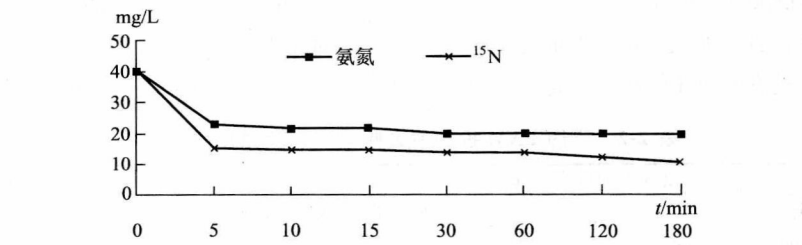


图 2-7 时间-氨氮沸石吸附曲线

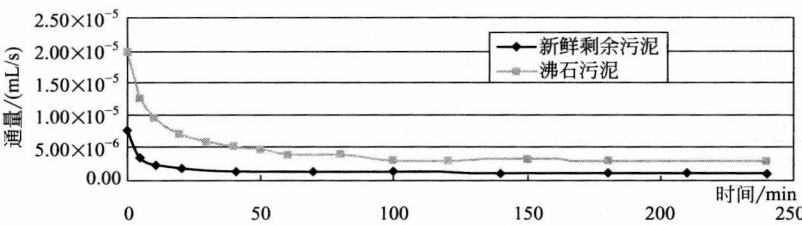


图 2-8 好氧条件下含沸石污泥与新鲜活性污泥的膜通量

二、分批实验法

当完成实验需要时间较长，而测试样本所需时间、人力或费用较少时，采用分批实验法较好。分批实验法有均匀分批实验法和比例分割实验法，这里仅介绍常用的均匀分批法。如有毒物质进入生化处理构筑物的最大允许浓度实验就可以用这种方法。实验每批一般均匀设计 4 个实验点，即在实验范围 (a, b) 内均分为 5 份（图 2-9），将 4 个实验样本同时进行测试分析，如果 x_3 好，则去掉小于 x_2 和大于 x_4 的部分，留下 (x_2, x_4) 范围。然后将留下部分分成 4 份，重新分成 4 个分点实验，并逐步做下去，就能找到最佳点。由于这种方法每批要取 4 个实验点，第一次实验后能确定的有效范围缩小为 $2/5$ ，以后每次实验后缩小为前次余下的 $1/3$ 。

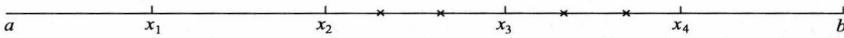


图 2-9 分批实验法示意图

三、对分法、0.618 法和分数法

在中试和实际生产过程中，由于反应器体积大、实验反应投加材料或药剂等用量大，且实验反应过程所需时间长，难以密集设计实验次数寻找实验适宜条件，如污水处理厂化学除磷剂适宜投加量的确定，每次需要投加大量除磷剂和数倍二沉池水力停留时间确保泥水分离运行稳定后才能取出水样进行分析，且一次只能得出一个实验结果，实验研究的代价很大。因此，对于规模或范围大的实验需要探索一种尽可能少的实验次数和小的代价方法。对分法、0.618 法和分数法就是利用数学原理开发出来的采用较少实验次数、一次只能得出一个实验结果、快速找到适宜条件的实验方法。对分法效果最好，每做一个实验就可以去掉实验

范围的一半。分数法应用较广，它还可以应用于实验点只能取整数或某特定数的情况，以及限制实验次数和精确度的情况。

下面分别介绍对分法、0.618法和分数法。

1. 对分法

采用对分法时，首先要根据经验确定实验范围。设实验范围在 (a, b) 之间，第一次实验点就取在 (a, b) 的中点 x_1 ($x_1 = \frac{a+b}{2}$)，若实验结果表明 x_1 取大了，则弃去大于 x_1 的一半，第二次实验点安排在 (a, x_1) 的中点 x_2 ($x_2 = \frac{a+x_1}{2}$)。如果第一次实验结果表明 x_1 取小了，则弃去小于 x_1 的一半，第二次实验点就取在 (x_1, b) 的中点。这个方法的优点是每做一次实验便可以去掉一半，且取点方便。适用于预先已经了解所考察因素对指标的影响规律，能够从一个实验的结果直接分析出该因素的值是取大了或取小了的情况。如前面提到的污水处理厂化学除磷就可以采用对分法，先依据需要化学去除的量，按化学除磷反应确定理论投加量作为最小投加量，后基于其他污水处理厂实际运行经验或理论投加量放大一个安全系数确定最大投加量。如按理论投加量的 200% 作为最大值，第一次实验按 150% 理论投加量投加，后依据出水磷含量的结果确定第二次实验是在 100%~150% 范围内按 125% 理论投加量实验，还是在 150%~200% 范围内按 175% 理论投加量实验。并依次逐步进行，直至获得满意实验结果。

2. 0.618 法

单因素优选法中，对分法的优点是每次实验都可以将实验范围缩小一半，缺点是要求每次实验要能确定下次实验的方向。有些实验不能满足这个要求，如有些实验，其目标函数只有一个峰值，在峰值的两侧实验效果都差（图 2-10），此时采用对分法受到限制，而 0.618 法适用于目标函数为单峰函数的情形。具体实验方法如下。

设实验范围为 (a, b) ，第一次实验点 x_1 选在实验范围的 0.618 位置上，即

$$x_1 = a + 0.618(b - a) \quad (2-4)$$

第二次实验点选在点 x_1 的对称点 x_2 处，即实验范围的 0.382 位置上：

$$x_2 = a + 0.618^2(b - a) \quad (2-5)$$

设 $f(x_1)$ 和 $f(x_2)$ 表示 x_1 与 x_2 两点的实验结果，且 $f(x)$ 值越大，效果越好，则存在以下 3 种情况：

(1) 如果 $f(x_1) > f(x_2)$ ，根据“留好去坏”的原则，去掉实验范围 $[a, x_2]$ 部分，在剩余范围 $[x_2, b]$ 内继续做实验。

(2) 如果 $f(x_1) < f(x_2)$ ，则去掉实验范围 $[x_1, b]$ 部分，在剩余范围 $[a, x_1]$ 内继续做实验。

(3) 如果 $f(x_1) = f(x_2)$ ，去掉两端，在剩余范围 $[x_1, x_2]$ 内继续做实验。

根据单峰函数性质，上述 3 种做法都可使好点留下，去掉的只是部分坏点，不会发生最优优点丢掉的情况。

对于上述 3 种情况，继续做实验，取 x_3 时，则有：

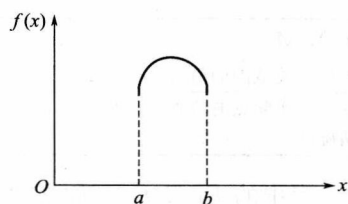


图 2-10 某单峰函数

在第一种情况下,在剩余实验范围 $[x_2, b]$ 上用公式(2-5) 计算新的实验点 x_3 :

$$x_3 = x_2 + 0.618(b - x_2)$$

在第二种情况下,剩余实验范围 $[a, x_1]$,用公式(2-6) 计算新的实验点 x_3 :

$$x_3 = a + 0.618^2(x_1 - a)$$

在第三种情况下,剩余实验范围为 $[x_1, x_2]$,用公式(2-5) 和公式(2-6) 计算两个新的实验点 x_3 和 x_4 :

$$x_3 = x_2 + 0.618(x_1 - x_2)$$

$$x_4 = x_2 + 0.618^2(x_1 - x_2)$$

然后在 x_3 、 x_4 范围内安排新的实验。

这样反复做下去,将使实验的范围越来越小,最后两个实验结果趋于接近,就可停止实验。

3. 分数法

分数法又叫菲波那契数列法,它是利用菲波那契数列进行单因素优化实验设计的一种方法。当实验点只能取整数或者限制实验次数的情况下,采用分数法较好。例如,如果只能做1次实验,就在 $1/2$ 处做,其精度为 $1/2$,即这一点与实际最佳点的最大可能距离为 $1/2$ 。如果只能做两次实验,第一次实验在 $2/3$ 处做,第二次在 $1/3$ 处做,其精度为 $1/3$ 。如果能做3次实验,则第一次在 $3/5$ 处做,第二次在 $2/5$ 处做,第三次在 $1/5$ 或 $4/5$ 处做,其精度为 $1/5$,依此类推,做几次实验就在实验范围内 $\frac{F_n}{F_{n+1}}$ 处做,其精度为 $\frac{1}{F_{n+1}}$,见表 2-3。

表 2-3 分数法实验点位置与精确度

实验次数	2	3	4	5	6	7	...	n
等分实验范围的份数	3	5	8	13	21	34	...	F_{n+1}
第一次实验点的位置	$2/3$	$3/5$	$5/8$	$8/13$	$13/21$	$21/34$	...	F_x/F_{n+1}
精确度	$1/3$	$1/5$	$1/8$	$1/13$	$1/21$	$1/34$	...	$1/F_{n+1}$

表中的 F_n 及 F_{n+1} 称为“菲波那契数”,它们可由下列递推式确定:

$$F_n = F_1 = 1, \dots, F_k = F_{k-1} + F_k \quad (k=2, 3, 4, \dots)$$

由此得

$$F_2 = F_1 + F_0 = 2$$

$$F_3 = F_2 + F_1 = 3$$

$$F_4 = F_3 + F_2 = 5$$

因此,表 2-3 的第三行从分数 $2/3$ 开始,以后的每一分数分子都是前一分数的分母,而其分母都等于前一分数的分子与分母之和,照此方法不难写出所需要的第一次实验点位置。

分数法各实验点的位置,可用下列公式求得:

$$\text{第一个实验点} = (\text{大数} - \text{小数}) \times \frac{F_n}{F_{n+1}} + \text{小数} \quad (2-6)$$

$$\text{新实验点} = (\text{大数} - \text{中数}) + \text{小数} \quad (2-7)$$

式中,中数为已试的实验点数值。

新试点 ($x_2, x_3, \dots$) 安排在余下范围内与已试点相对称的点上(图 2-11)。

下面以一具体例子说明分数法的应用。

【例 2-1】 某污水厂准备投加三氯化铁来改善污泥的脱水性能,根据初步调查,投药量