

Optimization and efficiency improvement of sample pretreatment method in chemical oxygen demand detection of sewage treatment

Xiaofen Wang

Yuncheng Ecological environment Monitoring Center, Yuncheng, Shanxi, 044000, China

Abstract

Chemical oxygen demand (COD) serves as a critical indicator for assessing the pollution level of water bodies from reductive substances, with its detection accuracy being vital for water quality evaluation and process control. As the primary step in COD analysis, sample pretreatment directly determines data reliability through its efficiency and quality. This study systematically optimizes pretreatment methods for wastewater treatment applications by addressing three dimensions: homogenization and suspended solids management, interference control, and enhanced digestion processes. The implementation of physical techniques like ultrasonic disruption and microwave homogenization, combined with chemical-physical approaches such as mercury sulfate substitution and microwave digestion, significantly improves sample representativeness, interference resistance, and batch processing efficiency. These innovations provide an improved methodology for water quality monitoring laboratories to achieve precise, efficient, and environmentally friendly COD detection.

Keywords

Chemical oxygen demand detection; Sample pretreatment; Microwave digestion; Ultrasonic homogenization; Method optimization

污水处理化学需氧量检测中样品前处理方法的优化与效率提升

王晓芬

山西省运城生态环境监测中心, 中国·山西 运城 044000

摘要

化学需氧量是衡量水体受还原性物质污染程度的关键指标, 其检测结果准确性对水质评估与工艺控制很重要。样品前处理是化学需氧量检测首要环节, 其效率与质量决定最终数据可靠性。本文针对污水处理领域化学需氧量检测的样品特性, 从样品均质化与悬浮物处理、干扰物质控制、消解过程强化三个维度, 系统优化前处理方法。引入超声破碎、微波均质等物理技术, 采用硫酸汞替代与微波消解等化学物理结合手段, 提升了样品代表性、抗干扰能力及批处理效率, 为水质监测实验室实现精准、高效、环保的化学需氧量检测提供改进路径。

关键词

化学需氧量检测; 样品前处理; 微波消解; 超声均质; 方法优化

1 引言

化学需氧量 (Chemical Oxygen Demand, 化学需氧量) 表示的是在强酸性且加热的条件下, 以重铬酸钾作为氧化剂处理水样时所消耗的氧化剂的量, 用氧的毫克/升表示。它体现了水体受还原性物质污染的状况, 是污水处理厂进出水水质核心监测指标及工艺调控的重要凭据。在化学需氧量检测的标准手段中, 样品前处理是保证分析结果精确、可靠的关键要素, 不规范或低效的预处理会引发样品代表性欠缺、

共存离子干扰、反应不彻底等一系列状况, 进而造成明显误差。不少实验室依旧采用传统的前处理方法, 有耗时费力、试剂消耗多、干扰排除不完全等缺陷, 有系统地优化化学需氧量检测样品的前处理方法, 对提高检测效率、保障数据质量、降低运营成本和减少二次污染有着重要现实意义。本文着眼于前处理过程中的核心痛点, 探究切实管用的优化方法。

2 样品均质化与悬浮物处理方法的优化

2.1 超声破碎技术的应用

超声处理技术凭借其特有的空化效应, 在液体介质中营造局部极端情形, 包含瞬间的高温、高压以及强烈的微射

【作者简介】王晓芬 (1987-), 女, 中国山西永济人, 本科, 工程师, 从事污水处理研究。

流与剪切力,这些物理作用可有效瓦解样品里菌胶团的稳定架构,促使有机颗粒物分解,还可穿透微生物的细胞壁,让原本被包裹或吸附在颗粒内部的有机物充分释放到水相,此过程大幅提升了水相里有机物的含量与均匀度,给后续化学氧化流程(化学需氧量测定时的重铬酸钾氧化)营造了更完备的反应条件,进而切实增强了有机物的氧化效率^[1]。

与传统的化学需氧量前处理方法(静置、均质或过滤)相比,超声处理一般用300~500W功率处理2~5分钟,可有效实现复杂样品的分散与破碎。该技术已在市政污水处理厂活性污泥检测、食品加工废水化学需氧量分析中广泛推广:某市政厂处理活性污泥混合液时,350W超声处理4分钟,化学需氧量测值相对标准偏差从传统静置法的7.9%降至3.2%;某乳制品厂处理废水样品,有机物释放率较均质法提升38%,氧化效率提高24%。此方法不但操作便捷、耗时少,还大幅提升样品代表性,降低因颗粒物分布不均或细胞结构残留造成的测量误差,最终呈现出化学需氧量测值精准度提升以及数据重现性增强的结果,特别适配易生成生物聚集体的高悬浮物体系,为水质分析给予更可靠的前期处理保障^[1]。

2.2 微波均质技术的引入

微波加热是依托物质内部分子级能量传递来实现的高效预处理技术。当样品处于微波环境中,极性分子(如水分子)会随高频电磁场方向变动而高速振动与摩擦,进而在物料内部瞬间产生大量热量。“内加热”机制让样品从中心到表面同时升温,可有效规避传统加热方法因从外向内传热引发的受热不均、局部过热或结壳等状况。

依靠此作用机制,微波可迅速且完全地对复杂体系里的颗粒物、胶体或乳化态物质进行撕裂与分散。把样品放进专业微波消解仪,用较低功率开展短时间(一般为1到3分钟)的辐照,能大幅破坏胶体稳定性、瓦解油水界面膜,让被包裹或吸附的有机物释放并在水相中均匀分散。该技术已在工业园区化工废水、城镇生活污水批量检测中规模化应用:某化工园区污水处理站用400W微波处理废水样品2分钟,批量处理30个样品耗时从传统过滤法的2小时缩短至25分钟,处理效率提升4.8倍;某城镇污水厂对悬浮物含量120mg/L的样品预处理后,化学需氧量检测重现性(RSD)从6.5%降至2.1%。此过程极大增强了样品的均一性,还利于后续分析步骤中反应试剂充分接触并高效发挥作用,因具备处理速度快、加热均匀和重现效果好的特点,成为契合现代实验室高通量、自动化发展潮流的关键样品前处理方法,有效提高了实验效率与数据可靠性。

2.3 均质化方法的选择与标准化

因水样来源多样且成分繁杂,其物理状态与化学组成常存在明显差异。生活污水里存在大量呈悬浮态与胶态的有机物;印染废水构成繁杂,有染料、助剂等不易降解的物质,同时色度高、变化幅度大;造纸废水中大量含有纤维、木质

素以及化学添加剂,很容易形成稳定的乳化体系或者悬浮聚集体。这种强烈的异质性与不稳定性,让样品前处理成为影响化学需氧量等关键指标测定准确性的关键步骤。

实验室应按照常见水样类型进行系统性规划,确立并推行标准化的均质化操作规范。此规程应包括不同类型具代表性的水样,确定各类水样预处理的推荐方法、操作流程及质量控制标准。针对成分较为简单、均匀性佳的常规样品,可借助涡旋振荡达成短时高效的混合分散;若样品包含难被破碎的菌胶团、稳定乳化物以及复杂悬浮颗粒,应选用破坏力更强的超声处理、微波均质等方法,通过空化效应或者分子内加热机制达成更深层次的组分释放。

3 干扰物质选择性去除与样品预处理优化

3.1 还原性无机物选择性掩蔽技术

在污水处理时,亚硝酸盐(NO_2^-)作为常见干扰物,在化学需氧量测定期间容易被氧化,造成检测结果偏高,可采用氨基磺酸掩蔽法达成有效去除,具体做法为:向待测样品添加浓度为0.5-1.0g/L的氨基磺酸,在室温环境中反应10-15分钟。氨基磺酸可与亚硝酸盐进行定量的化学反应,产生氮气与硫酸,该反应呈现出高度选择性,几乎不与其他有机污染物反应,研究数据显示,倘若样品中亚硝酸盐浓度不超过50mg/L,该掩蔽方法可实现超98%的去除效率,可把化学需氧量检测偏差严格控制于 $\pm 2\text{mg/L}$ 以内,大幅提高了检测精度^[2]。若存在硫化物(S^{2-})的干扰情况,建议采用乙酸锌-氢氧化钠沉淀法,通过按1:10的体积比加入5%乙酸锌溶液,借助10%氢氧化钠溶液把体系pH值调节到8-9,能让硫离子生成稳定的硫化锌沉淀,接着以3000r/min的转速离心5分钟,提取上清液开展后续检测,可有效排除硫化物的干扰,还不会明显改变样品原本的化学需氧量值,适用性强。

3.2 样品净化与富集技术优化

在处理低浓度化学需氧量样品(像污水处理厂出水这类,其化学需氧量值小于50mg/L,传统前处理手段容易带来较大误差,故而需引入有效的富集技术以增强检测灵敏度。真空旋转蒸发浓缩法是一种行之有效的途径:把100mL样品在40-45℃、0.08MPa的温和真空环境中,把50mL样品浓缩到5-10mL。为降低挥发性有机物的损耗,浓缩时每隔10分钟需补充约5mL蒸馏水,此方法平均富集效率达95%以上,能让化学需氧量检测下限从10mg/L大幅降至2mg/L,有效契合低浓度污水精准检测要求。针对含有油类物质的干扰样本,适合运用正己烷萃取法开展净化工作,按1:5的体积比以加入正己烷,振荡萃取10分钟后让其静置分层,倒掉上层含油的有机相,再进行2次萃取操作。该流程能够达成超过92%的油类去除率,并且对水相有机物的化学需氧量贡献影响极小,保障了后续检测结果能代表实际情况。

3.3 预处理过程质量控制方法

为保障化学需氧量检测前处理流程的可靠与统一，应构建一套系统的质量控制体系。执行严格的空白试验把控：每一批次的样品都要同步开展试剂空白试验，目的是量化并减掉试剂本身可能引入的化学需氧量背景值，规定空白值要低于 5mg/L，实施平行样本验证：处理每十个样品就要设置一组平行样，测定结果的相对偏差要控制在 5% 以内，借此检测预处理操作的稳定性^[9]。实施标准样品验证流程：采用浓度为 100mg/L 和 500mg/L 的化学需氧量标准溶液来模拟实际水样，经全程预处理后进行检测，要求回收率稳定维持在 95% - 105% 区间，以此验证方法的准确性。为提高检测效率，要对关键预处理步骤明确规定时间界限：样品均质化控制在 30 分钟以内，40 分钟内完成干扰物去除，60 分钟内完成富集过程，以保证总预处理时间不超过 2 小时，该套质量控制举措有效促成了数据质量与检测效率的协同保障。

4 消解过程的强化与效率提升

4.1 微波消解技术的全面应用

微波消解技术是现代分析化学样品前处理方面的一次突破性进展，该技术借助微波能量促使极性分子（尤其是水分子）高速振荡，使样品介质在高温高压的密闭消解罐中迅速吸纳能量，分子间产生强烈的碰撞摩擦，进而在极短时间内达成剧烈且均匀的热反应。该机制让有机物在强酸环境里的氧化分解速率呈指数式增长，全面改变了传统电热消解的慢速升温模式。

与传统回流消解方法需持续加热 2 小时以上相比，微波消解只需 10~15 分钟便可完成同样乃至更充分的消解过程，极大提升了分析效率。现代微波消解仪一般采用多罐体并行设计，单次能够同时处理 8 至 16 个甚至更多的样品，大幅提高了实验室的样品批处理效能和检测通量。在节能领域，因消解时间大幅缩短，仪器功耗大幅下降，还规避了传统回流装置长时间运行带来的大量冷却水消耗，既提高了效率，又兼具经济与环保优势^[4]。

4.2 消解试剂体系的微量化改进

当搭配微波消解或者传统回流法这类标准化学需氧量测定方法时，能够选用微量法或者半微量法来开展分析过程绿色化以及微型化工作。这类方法着重于显著缩小反应体系规模，例如，将回流水样微量化至 2 - 3ml，其他试剂也按照相应比例进行缩减，以此替代常规 20mL 样品与试剂总体积。按照这样微缩化处理方式，不但维持了标准方法原理以及准确性，同时还从根本上极大程度降低了单次检测物料消耗。

凭借上述水样微量化以及试剂减量操作，微量法与半

微量法显著降低了单个样本检测成本，减少了昂贵催化剂硫酸银以及有毒重铬酸钾使用量，特别关键。此方法直接从源头对含铬含汞含银等高危废液排放进行把控，大幅减轻了实验室废液处理压力以及二次污染风险。此类微量化技术不仅提升了实验室经济效能以及操作安全性，还与绿色化学所倡导减量减排准则相契合，是推动分析实验室朝着高效低碳、可持续发展方向迈进关键实践方法^[5]。

4.3 消解过程的安全与自动化控制

在优化化学消解进程中，必须在提升效率的同时，着重保障操作安全并提升自动化程度。对于普遍应用的微波消解技术，优先选用具备实时压力和温度传感器的密闭式消解系统是十分必要的。该系统可实时动态监控各消解罐内部状态，一旦超压或超温便自动调整功率或结束运行，大幅降低反应失控引发的爆罐风险，保障人员与设备的安全，即使是传统回流消解过程，也推荐用多联电加热板替换传统明火燃气装置。这种加热板加热均匀性更好、温度控制更精确，且不存在明火引发的安全隐患，尤其适合易燃易爆环境下的长时间加热反应。

5 结语

综上所述，针对污水处理 COD 检测样品前处理的痛点，通过三方面优化实现技术突破：样品均质化环节，采用超声-微波组合技术解决悬浮物不均问题，建立标准化选择方法；干扰控制环节，形成还原性无机物掩蔽、油类萃取、低浓度富集的分级处理体系，结合质量控制保障准确性；消解环节，通过微波强化、试剂微量化与自动化控制，提升效率并降低污染。优化后的前处理流程，使 COD 检测总耗时从传统 4h 缩短至 2h，检测误差控制在 $\pm 3\%$ 以内，适用于生活污水、工业废水等不同类型污水处理样品，为水环境监测与污水处理效果评估提供可靠技术保障。后续可进一步探索智能化预处理设备，实现样品前处理-检测一体化，推动污水处理 COD 检测技术升级。

参考文献

- [1] 王鹏.基于机器学习的污水处理化学需氧量预测模型及检测系统设计[D].北方民族大学,2025.
- [2] 左光栋.污水处理技术及水质检测质量控制分析[J].清洗世界,2024,40(11):30-32.
- [3] 董伟,刘晓林,腾媛.城市污水中重金属检测方法及其处理技术研究[J].皮革制作与环保科技,2024,5(20):6-8.
- [4] 刘娥,张丽丽.水环境保护中城市废水处理及污泥处理、检测新技术研究[J].生态与资源,2024,(06):10-12.
- [5] 范晓伟.浅谈如何做好污水处理厂污水水质检测[J].皮革制作与环保科技,2024,5(08):137-139.