

**TCVN 6826 : 2001**

**ISO 11733 : 1995**

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC – ĐÁNH GIÁ SỰ KHỬ  
VÀ SỰ PHÂN HUỶ SINH HỌC CÁC HỢP CHẤT  
HỮU CƠ TRONG MÔI TRƯỜNG NƯỚC –  
THỬ MÔ PHỎNG BÙN HOẠT HOÁ**

*Water quality – Evaluation of the elimination and biodegradability of  
organic compounds in an aqueous medium – Activated sludge simulation test*

**HÀ NỘI - 2001**

## **Lời nói đầu**

TCVN 6826 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 11733 : 1995;

TCVN 6826 : 2001 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F13 Các phương pháp phân tích và lấy mẫu biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

# Chất lượng nước – Đánh giá sự loại trừ và sự phân hủy sinh học các hợp chất hữu cơ trong môi trường nước – Thử mô phỏng bùn hoạt hoá

*Water quality – Evaluation of the elimination and biodegradability of organic compounds in an aqueous medium – Activated sludge simulation test*

**CẢNH BÁO – CHÚ Ý AN TOÀN – Bùn hoạt hoá và nước thải có thể chứa sinh vật gây bệnh. Do đó hết sức chú ý khi tiếp xúc với chúng. Cần cẩn thận khi làm việc với những chất thử độc và hoá chất thử khi chưa biết rõ các đặc tính của chúng.**

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đánh giá sự loại trừ và sự phân hủy sinh học các hợp chất hữu cơ ở nồng độ đã cho, do vi sinh vật hiếu khí. Các điều kiện được mô tả mô phỏng trạm xử lý nước thải.

Phương pháp này áp dụng cho các hợp chất hữu cơ đáp ứng được các điều kiện sau:

- a) có thể hoà tan trong nước ở nồng độ thử đã chọn;
- b) có thể phân tán tốt trong nước và cho phép đo được cacbon hữu cơ hoà tan (DOC);
- c) không bay hơi hoặc có áp suất hơi không đáng kể;
- d) không gây ức chế các vi sinh vật của chất cấy ở nồng độ thử đã chọn;

Sự ức chế có thể xác định được bằng phương pháp thử thích hợp [thí dụ, xem TCVN 6226: 1996 (ISO 8192:1986)].

## 2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6491 : 1999 (ISO 6060 : 1989) Chất lượng nước - Xác định nhu cầu oxi hoá học.

TCVN 6226 :1996 (ISO 8192 :1986) Chất lượng nước – Thử ức chế khả năng tiêu thụ oxi của bùn hoạt hoá.

TCVN 6634 : 2000 (ISO 8245 : 1987) Chất lượng nước – Hướng dẫn xác định cacbon hữu cơ tổng số (TOC).

## **TCVN 6826 : 2001**

TCVN 6827 : 2001 (ISO 9408:1991) Chất lượng nước – Đánh giá sự phân huỷ sinh học hiếu khí hoàn toàn các hợp chất hữu cơ trong môi trường nước bằng cách phân tích nhu cầu oxy trong máy đo hô hấp kín.

TCVN 6489 : 1999 (ISO 9439 : 1990) Chất lượng nước – Đánh giá khả năng phân huỷ sinh học hiếu khí “hoàn toàn” của các chất hữu cơ trong môi trường nước. Phương pháp dựa trên sự phân tích cacbon dioxit được giải phóng.

ISO 9888 : 1991 Chất lượng nước – Đánh giá sự phân huỷ sinh học hiếu khí các hợp chất hữu cơ trong môi trường nước – Phép thử tĩnh (phương pháp Zahn-Wellens).

TCVN 6494 - 2 : 2000 (ISO 10304 – 2 : 1995) Chất lượng nước – Xác định các anion hoà tan bằng phương pháp sắc ký lỏng ion – Phần 2 : Xác định brom, clorua, nitrat, nitrit, octophosphat và sunfat trong nước thải.

ISO 10634 :1995 Chất lượng nước – Hướng dẫn chuẩn bị và xử lý các chất hữu cơ khó tan trong nước để đánh giá sự phân huỷ sinh học của chúng trong môi trường nước.

ISO 11732 Chất lượng nước – Xác định nitơ amoni bằng phân tích dòng và phát hiện bằng đo phổ.

TCVN 6625 : 2000 (ISO 11923) Chất lượng nước – Xác định chất rắn lơ lửng bằng cách lọc qua cái lọc sợi thuỷ tinh.

### **3 Định nghĩa**

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các định nghĩa sau đây:

**3.1 Sự phân huỷ sinh học hoàn toàn :** Mức phân huỷ đạt được khi các hợp chất thử bị phân huỷ hoàn toàn bởi các vi sinh vật tạo thành cacbon dioxit, nước, muối khoáng và các thành phần tế bào vi sinh vật mới (sinh khối).

#### **3.2 Sự phân huỷ sinh học ban đầu**

Mức phân huỷ đạt được khi hợp chất thử bị thay đổi cấu trúc, không phải vô cơ hoá mà do kết quả hoạt động của vi sinh vật.

#### **3.3 Hàm lượng chất rắn lơ lửng**

Lượng chất rắn thu được bằng cách lọc hoặc ly tâm một thể tích đã biết của bùn hoạt hoá dưới các điều kiện qui định và sấy ở 105°C đến khối lượng không đổi.

**3.4 Phơi nhiễm trước:** Ủ trước chất cấy với hợp chất thử nhằm cải thiện khả năng của chất cấy để phân huỷ hợp chất thử. Nếu đạt được mục đích này thì chất cấy được coi là đã thích ứng.

## 4 Nguyên tắc

Phương pháp này dùng để xác định sự loại trừ và trong một số trường hợp để xác định sự phân huỷ sinh học ban đầu hoặc phân huỷ sinh học hoàn toàn các hợp chất hữu cơ có thể tan trong nước nhờ các vi sinh vật hiếu khí trong hệ thống thử nghiệm mô phỏng quá trình bùn hoạt hoá hoạt động liên tục. Môi trường hữu cơ để phân huỷ sinh học và hợp chất thử hữu cơ là nguồn cacbon và năng lượng cho các vi sinh vật.

Hai thiết bị thử liên tục (trạm bùn hoạt hoá hoặc các bình thấm) được tiến hành song song dưới cùng điều kiện thử, với thời gian lưu nước trung bình là 6 h và thời gian sử dụng bùn trung bình từ 6 ngày đến 10 ngày. Hợp chất thử được bổ sung thường xuyên ở nồng độ từ 10 mg/l DOC đến 20 mg/l DOC cho một trong hai thiết bị thử (môi trường hữu cơ); còn thiết bị kia được dùng làm thiết bị kiểm tra để xác định sự phân huỷ của môi trường hữu cơ.

Thông thường, các mẫu được lấy sau xử lý thì DOC hoặc nhu cầu oxi hoá học (COD) và / hoặc nếu cần, cả nồng độ hợp chất thử đều được đo bằng phép phân tích riêng. Chênh lệch giữa các nồng độ trong mẫu thử sau xử lý của thiết bị thử và thiết bị kiểm tra so với nồng độ của hợp chất thử trước xử lý được dùng để xác định sự loại trừ của hợp chất thử. Dựa vào các đặc tính loại trừ có thể xác định được giá trị phân huỷ sinh học.

## 5 Môi trường thử

Tiến hành thử trong ánh sáng khuếch tán hoặc nơi tối, trong môi trường cách ly không có chất bay hơi làm hại đến các vi sinh vật và ở nhiệt độ khống chế từ 20°C đến 25°C. Đối với các mục đích đặc biệt thì cho phép sử dụng khoảng nhiệt độ thử khác.

## 6 Thuốc thử và vật liệu

**6.1 Nước máy**, chứa ít hơn 3 mg/l DOC.

**6.2 Nước đã loại ion**, chứa ít hơn 2 mg/l DOC.

### 6.3 Môi trường hữu cơ

Cho phép sử dụng nước thải tổng hợp, nước thải sinh hoạt hoặc hỗn hợp của chúng làm môi trường hữu cơ. Nên xác định trước độ axit và độ kiềm của môi trường hữu cơ này. Đo nồng độ DOC hoặc COD trong từng mẻ môi trường hữu cơ mới.

#### 6.3.1 Nước thải tổng hợp

Pepton	160 mg
Cao thịt	110 mg
Ure	30 mg

## TCVN 6826 : 2001

Kali dihydrophosphat khan ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )	28 mg
Natri clorua ( $\text{NaCl}$ )	7 mg
Canxi clorua ngậm 2 nước ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )	4 mg
Magie sunfat ngậm 7 nước ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )	2 mg
Nước máy (6.1)	1 lít

Nước thải tổng hợp này là một thí dụ và có nồng độ DOC ở khoảng 100 mg/l. Cách khác, sử dụng các thành phần có nồng độ DOC xấp xỉ nồng độ của nước thải thực tế.

Chú thích 1 – Nếu cần đến mẫu nước thải trước xử lý ít đậm đặc hơn, thì nên pha loãng nước thải tổng hợp (1:1) bằng nước máy để thu được nồng độ DOC khoảng 50 mg/l. Nồng độ nước thải tổng hợp giảm sẽ cho phép các vi sinh vật nitrat hoá phát triển tốt hơn. Sử dụng sự thay đổi này nếu thực hiện mô phỏng trạm xử lý nước thải có quá trình nitrat hoá.

### 6.3.2 Nước thải sinh hoạt

Sử dụng nước thải sinh hoạt mới đã để lắng và nếu cần, phải trung tính và không chứa các hạt thô. Nước thải có thể được lưu giữ vài ngày ở 4°C nếu đảm bảo được rằng DOC hoặc COD giảm không đáng kể (tức là nhỏ hơn 20%) trong suốt quá trình lưu giữ.

### 6.3.3 Môi trường hữu cơ được đệm

Chất đệm thích hợp có thể bổ sung vào nước thải sinh hoạt có độ axit hoặc độ kiềm thấp hoặc nước thải tổng hợp được chuẩn bị từ nước máy có độ axit hoặc độ kiềm thấp, thí dụ như chất đệm cacbonat hoặc phosphat được bổ sung để duy trì pH trong bình sục khí trong suốt quá trình thử ở khoảng  $7,5 \pm 0,5$ . Trong trường hợp này, thí dụ : cho thêm 196 mg natri hidro cacbonat ( $\text{NaHCO}_3$ ) hoặc 1,5 g kali dihydro phosphat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) vào 1 lít môi trường hữu cơ. Lượng chất đệm cần thêm vào là bao nhiêu và lúc nào cần, tùy thuộc vào từng trường hợp cụ thể, vào độ axit hoặc độ kiềm của môi trường hữu cơ và giá trị pH đo được trong bình sục khí.

### 6.4 Hợp chất thử

Chuẩn bị một dung dịch có nồng độ thích hợp, thí dụ : 5 g/l hợp chất thử trong nước đã loại ion (6.2).

Xác định DOC và cacbon hữu cơ tổng số (TOC) của dung dịch gốc và lặp lại phép đo đối với từng mẻ mới. Nếu chênh lệch giữa DOC và TOC lớn hơn 20%, thì kiểm tra độ hoà tan trong nước của hợp chất thử ở nồng độ thử mong muốn. So sánh DOC hoặc nồng độ hợp chất thử, đo được bằng phép phân tích đặc biệt của dung dịch gốc với giá trị lý thuyết để chắc chắn rằng độ thu hồi phân tích đã đạt được (thông thường có thể đạt > 90%). Cần khẳng định, đặc biệt đối với sự phân tán, DOC có thể được sử dụng làm thông số phân tích hay không hoặc chỉ có thể sử dụng một kỹ thuật phân tích đặc biệt đối với chất thử. Việc ly tâm các mẫu là cần thiết cho sự phân tán.

Đối với từng mẻ mới, đo DOC, COD hoặc nồng độ hợp chất thử bằng các phép phân tích cụ thể.

Xác định pH của dung dịch gốc. Các giá trị pH cao cho thấy hợp chất thử có thể ảnh hưởng đến pH của bùn hoạt hoá trong hệ thống thử. Trong trường hợp này, trung hoà dung dịch gốc đến pH  $7 \pm 0,5$  bằng các lượng nhỏ axit vô cơ hoặc bazơ, nhưng tránh để hợp chất thử kết tủa.

## 7 Thiết bị, dụng cụ

### 7.1 Hệ thống thử

Hệ thống thử cho một hợp chất thử gồm một thiết bị thử và một thiết bị kiểm tra. Một thiết bị kiểm tra có thể được dùng cho vài thiết bị thử. Trong trường hợp kết hợp (xem 8.2) sử dụng một thiết bị kiểm tra cho từng thiết bị thử. Hệ thống thử phải là loại thiết bị xử lý bùn hoạt hoá hoặc bình thấm (xem phụ lục A). Trong cả hai trường hợp, cần có các bình bảo quản với đủ kích cỡ cho nước thải trước và sau xử lý, và các loại bơm để định lượng nước thải trước khi xử lý.

Mỗi một thiết bị xử lý bùn hoạt hoá gồm có bình sục khí có dung tích khoảng 3 lít cho bùn hoạt hoá và bộ tách (bộ lọc thứ cấp) chứa được khoảng 1,5 lít. Cho phép sử dụng các bình có các cỡ khác nhau nếu chúng hoạt động có các tải thuỷ lực tương thích. Nếu không thể giữ được nhiệt độ thử trong phòng thử nghiệm nằm trong phạm vi mong muốn thì nên sử dụng các bình được bọc nước để điều nhiệt. Dùng bơm định lượng hoặc bơm khí nén để chuyển tuần hoàn liên tục hoặc gián đoạn bùn hoạt hoá từ máy tách sang bình sục khí.

Hệ thống bình thấm gồm ống đồng xoắn bên trong có đáy hình nón, đặt trong một bình rộng hơn có hình dáng tương tự nhưng được chế tạo từ vật liệu không thấm nước. Tách bùn từ môi trường hữu cơ đã xử lý được thực hiện bằng cách cho đi qua thành xoắn. Trong trường hợp này không có sự lắng và do đó không tạo lại bùn. Ở các giai đoạn đầu, bình thấm đôi khi bị tắc và có thể làm tràn nước. Trong trường hợp đó cần thay bình sạch khác, cẩn thận khi chuyển bùn vào bình mới. Làm sạch bình bị tắc bằng cách ngâm trong dung dịch natri hipoclorit loãng, sau đó ngâm trong nước, rồi tráng kỹ bằng nước.

Chú thích 2 – Có thể sử dụng polyetylen xoắn (thí dụ: Vyon có cỡ lỗ tối đa là 90  $\mu\text{m}$  và dày 2 mm ) để làm vật liệu chế tạo ống đồng xoắn.

Để sục khí bùn trong các bình sục khí của cả hai hệ thống cần có kỹ thuật thích hợp, thí dụ: sử dụng đá viên hình lập phương (máy khuấy tán đá viên) và khí nén. Không khí cần được làm sạch, nếu cần, bằng cách cho đi qua bộ lọc thích hợp. Phải có đủ một lượng không khí đi qua hệ thống để duy trì các điều kiện hiếu khí trong suốt quá trình thử nghiệm.

### 7.2 Thiết bị phân tích

Máy phân tích cacbon phòng thí nghiệm để xác định DOC và TOC [TCVN 6634 : 2000 (ISO 8245)] hoặc thiết bị xác định COD [TCVN 6226 :1996 (ISO 8192 :1986)]. Nếu cần, thì dùng thiết bị thích hợp cho các phép phân tích đặc biệt. Thiết bị để xác định chất rắn lơ lửng, pH, nồng độ oxi trong nước, nhiệt độ, độ axit và độ kiềm và, nếu phép thử được thực hiện trong các điều kiện nitrat hoá thì cần có thiết bị để xác định amoni, nitrat và nitrit.

### **7.3 Thiết bị lọc hoặc ly tâm**

Dụng cụ lọc với các màng lọc có độ xốp thích hợp (đường kính danh định của lỗ là 0,45  $\mu\text{m}$ ) để hấp phụ các hợp chất hữu cơ hoặc để giải phóng cacbon hữu cơ đến mức tối thiểu. Nếu sử dụng các bộ lọc giải phóng cacbon hữu cơ, thì làm sạch cẩn thận bộ lọc này bằng nước nóng để loại bỏ cacbon hữu cơ có thể ngấm chiết được.

Máy ly tâm thích hợp có gia tốc 40 000  $\text{m/s}^2$ .

## **8 Cách tiến hành**

Qui trình này được mô tả cho các loại thiết bị dùng bùn hoạt hoá. Qui trình này cũng được điều chỉnh một chút đối với hệ thống bình thấm.

### **8.1 Chuẩn bị chất cấy**

Khi bắt đầu thử nghiệm, cấy bùn hoạt hoá hoặc một chất cấy có nồng độ thấp các vi sinh vật vào hệ thống thử. Giữ chất cấy đã được sục khí ở nhiệt độ phòng cho đến khi sử dụng và chỉ dùng trong 24 h.

Trong trường hợp đầu, lấy mẫu bùn hoạt hoá từ bể sục khí của trạm xử lý nước thải bằng phương pháp sinh học, hoặc từ thiết bị xử lý phòng thí nghiệm nơi chủ yếu nhận nước thải sinh hoạt.

Chú thích 3 – Nên sử dụng bùn hoạt hoá từ trạm xử lý nước thải nitrat hoá nếu cần phải mô phỏng các điều kiện nitrat hoá.

Xác định nồng độ chất rắn lơ lửng (thí dụ sử dụng TCVN 6625 : 2000 (ISO 11923)). Nếu cần, cô đặc bùn bằng cách để lắng sao cho thể tích được đưa vào hệ thống thử là nhỏ nhất. Đảm bảo rằng nồng độ ban đầu của chất khô ở khoảng 2,5 g/l.

Trong trường hợp thứ hai, sử dụng từ 2 mg/l đến 10 mg/l nước thải thu được từ trạm xử lý sinh học nước thải sinh hoạt làm chất cấy. Thu lấy càng nhiều loại vi khuẩn khác nhau càng tốt, điều này có thể có ích cho việc bổ sung chất cấy từ các nguồn gốc khác nhau, thí dụ : nước bề mặt. Trong trường hợp này, bùn hoạt hoá sẽ phát triển và tăng dần trong hệ thống thử.

### **8.2 Tiến hành thử**

#### **8.2.1 Định lượng môi trường hữu cơ**

Chuẩn bị các hệ thống thử (7.1) trong phòng có nhiệt độ kiểm soát được (xem điều 5) hoặc sử dụng thiết bị thử được bọc nước.

Chuẩn bị đủ một lượng môi trường hữu cơ cần thiết (6.3). Đầu tiên, làm đầy bình sục khí và máy tách với môi trường hữu cơ và bổ sung chất cấy (xem 8.1). Bắt đầu sục khí sao để giữ được bùn ở trạng thái huyền phù và hiếu khí và bắt đầu định lượng nước thải cần xử lý.

Đưa môi trường hữu cơ từ các bình bảo quản vào các bình sục khí (xem 7.1) của các thiết bị thử và thử trắng. Để có được thời gian lưu nước thông thường là 6 h, thì bơm môi trường hữu cơ với tốc độ 0,5 l/h



vào bình sục khí, tốt nhất là theo từng khoảng thời gian, để tăng khả năng lắng của bùn. Đo lượng môi trường hữu cơ đã bơm vào các thiết bị.

Nếu môi trường hữu cơ được chuẩn bị quá 1 ngày, thì làm lạnh môi trường này ở 4°C hoặc phải có các phương pháp bảo quản thích hợp khác để ngăn ngừa vi khuẩn phát triển và phân huỷ xảy ra ngoài thiết bị thử (xem 6.3.2).

Nếu sử dụng nước thải tổng hợp thì có thể bổ sung riêng rẽ dung dịch nước thải tổng hợp gốc đậm đặc (thí dụ : gấp 10 lần nồng độ trong 6.3.1) và lượng nước máy tương ứng để thu được nồng độ DOC hoặc COD mong muốn. Bảo quản dung dịch gốc ở 4°C trong tủ lạnh và dùng trực tiếp.

### 8.2.2 Định lượng hợp chất thử

Cho các lượng thích hợp dung dịch gốc của hợp chất thử (6.4) vào bình đựng nước thải trước xử lý hoặc bơm định lượng trực tiếp, liên tục hoặc không liên tục bằng cách bơm riêng rẽ vào bình sục khí. Nồng độ thử trung bình DOC thông thường trong nước thải trước xử lý nên từ 10 mg/l đến 20 mg/l, hoặc với nồng độ cao hơn nhưng không quá 50 mg/l. Nếu độ tan trong nước của hợp chất thử thấp hoặc nếu thấy có ảnh hưởng của chất độc thì giảm nồng độ thử đến 5 mg/l DOC hoặc thậm chí thấp hơn, nhưng chỉ khi có sẵn phép phân tích thích hợp và thực hiện được. Có thể bổ sung các chất thử phân tán ít tan trong nước sử dụng các kỹ thuật định lượng đặc biệt. Về các thông tin cụ thể xem ISO 10634.

Cho thêm hợp chất thử khi bắt đầu phép thử hoặc chỉ sau khi hệ thống đã ổn định và việc loại DOC của môi trường hữu cơ đã có hiệu quả (khoảng 80%). Việc quan trọng là kiểm tra tất cả các thiết bị đã làm việc có hiệu quả chưa. Thêm trực tiếp với các lượng tăng dần tính từ khi bắt đầu làm cho bùn hoạt hoá có thể thích nghi tốt hơn với hợp chất thử.

Chú thích 4 – Nên xác định định kỳ thể tích trong các bình bảo quản hoặc đo tốc độ dòng chảy để biết chính xác lượng hợp chất thử đã được thêm vào hệ thống.

### 8.2.3 Xử lý bùn hoạt hoá

Nồng độ của bùn hoạt hoá thường được ổn định trong suốt quá trình thử mà không phụ thuộc vào chất cấy được sử dụng, nằm trong khoảng từ 1 g/l đến 3 g/l phụ thuộc vào chất lượng và nồng độ của môi trường hữu cơ, các điều kiện thực hiện, bản chất của các vi sinh vật có mặt và ảnh hưởng của hợp chất thử.

Ít nhất hàng tuần, xác định chất rắn lơ lửng trong các bình sục khí và gạt bỏ lượng bùn dư để duy trì được nồng độ từ 1 g/l đến 3 g/l, hoặc tốt nhất là khống chế thời gian trung bình của bùn ở các giá trị cố định trong khoảng từ 6 ngày đến 10 ngày. Thí dụ: nếu chọn 8 ngày thì mỗi ngày gạt bỏ 1/8 thể tích bùn hoạt hoá trong bình sục khí. Thực hiện điều này hàng ngày hoặc dùng bơm tự động không liên tục.

Chú thích 5 – Sự lắng ít hoặc thất thoát bùn có thể xảy ra trong thiết bị xử lý bùn hoạt hoá. Điều này có thể được chỉnh lại bằng một số hoạt động có thể được tiến hành song song trong các thiết bị thử và kiểm tra :

## TCVN 6826 : 2001

- Có thể bổ sung định kỳ bùn mới hoặc chất keo tụ (thí dụ : hàng tuần);
- Có thể bơm định lượng môi trường hữu cơ vào bình sục khí ở từng khoảng thời gian (thí dụ : mỗi giờ từ 3 phút đến 10 phút);
- Có thể bơm bùn một cách gián đoạn từ bình tách vào bình sục khí (thí dụ : cứ 2,5 h bơm 5 phút để phục hồi lại 1 l/h đến 1,5 l/h);
- Có thể thay bằng bơm nhu động và có thể sử dụng lưu lượng bùn quay vòng xấp xỉ bằng lưu lượng nhánh vào trước xử lý;
- Có thể cho khí sục qua bùn trong bình tách trong khoảng thời gian rất ngắn (thí dụ : mỗi giờ 10 giây);
- Có thể sử dụng chất chống tạo bọt không độc ở nồng độ tối thiểu để tránh làm thất thoát do tạo quá trình tạo bọt gây ra (thí dụ : dầu silicon);
- Có thể bổ sung chất keo tụ thích hợp, thí dụ : khoảng 2 ml dung dịch sắt (III) clorua ( $50 \text{ g/l FeCl}_3$ ) trên mỗi bình để đảm bảo rằng không xuất hiện phản ứng hoặc kết tủa hợp chất thứ.

Trong suốt quá trình thử, hàng ngày phải loại bỏ hết bùn bám lên thành của bình sục khí và của máy tách để khôi phục lại dạng huyền phù. Kiểm tra và làm sạch định kỳ tất cả các ống nghiệm để tránh phát triển màng mỏng sinh học. Nếu có yêu cầu khác biệt về thời gian của bùn phải loại bỏ bùn khỏi bình sục khí, ít nhất là sau mỗi ngày làm việc. Bơm bùn lắng từ bình tách vào bình sục khí, tốt nhất là dùng bơm gián đoạn.

### 8.2.4 Lấy mẫu và phân tích

Đo nồng độ oxi hoà tan, nhiệt độ, pH của bùn hoạt hoá trong các bình sục khí ở các khoảng thời gian định kỳ. Đảm bảo rằng luôn có đủ lượng oxi ( $> 2 \text{ mg/l}$ ) và nhiệt độ được giữ trong phạm vi mong muốn (thường từ  $20^\circ\text{C}$  đến  $25^\circ\text{C}$ ). Giữ pH ở  $7,5 \pm 0,5$  bằng cách thêm định lượng một lượng nhỏ bazơ hoặc axit vô cơ cho vào bình sục khí hoặc cho vào nước thải trước xử lý, hoặc bằng cách tăng dung lượng đệm của môi trường hữu cơ (xem 6.3.3). Tần số đo phụ thuộc vào thông số cần đo và độ ổn định của hệ thống và có thay đổi đo hàng ngày hay hàng tuần.

Đo DOC, COD hoặc nồng độ hợp chất hữu cơ trong nước thải trước xử lý bằng các phép phân tích đặc biệt, hoặc đánh giá các thông số này từ nồng độ hợp chất hữu cơ của dung dịch gốc (6.4), môi trường hữu cơ (6.3) và các lượng đã được bổ sung vào thiết bị thử.

Chú thích 6 – Để giảm tính biến động nồng độ của nước thải trước xử lý, khuyến cáo rằng nên tính nồng độ DOC, COD hoặc của hợp chất hữu cơ từ dung dịch gốc và không đo trực tiếp trong nước thải. Đối với từng mẻ mới của dung dịch gốc hợp chất hữu cơ và môi trường hữu cơ, nên đo nồng độ của chúng.

Lấy các mẫu thích hợp từ nước thải sau xử lý thu được (thí dụ : tập hợp lại sau 24 h ) và lọc hoặc ly tâm chúng ở  $40\,000 \text{ m/s}^2$  trong khoảng 15 phút. Nếu khó lọc thì nên ly tâm. Xác định DOC hoặc COD ít nhất là hai lần để đo sự phân huỷ sinh học hoàn toàn và nếu cần, đo sự phân huỷ sinh học ban đầu bằng phép phân tích riêng đối với hợp chất hữu cơ.

Chú thích

7) Việc sử dụng COD như một thông số bổ sung có thể nảy sinh các vấn đề phân tích ở nồng độ thấp và do đó khuyến cáo chỉ nên sử dụng nếu nồng độ thử đủ cao (khoảng 30 mg/l).

8) Trong trường hợp hợp chất thử hấp phụ mạnh, khuyến cáo rằng nên đo lượng chất hấp phụ vào bùn sử dụng kỹ thuật phân tích đặc biệt đối với chất thử.

Tần số lấy mẫu phụ thuộc vào thời gian thử dự kiến. Tần số lấy mẫu khuyến cáo là ba lần trong một tuần. Khi các thiết bị thử đã làm việc tốt thì để yên trong khoảng từ 1 tuần đến tối đa là 6 tuần sau khi hợp chất thử được đưa vào để việc thích nghi đạt được trạng thái ổn định. Sau đó thu lấy ít nhất 15 chỉ số đúng trong pha tới hạn để đánh giá các kết quả thử. Phép thử có thể được kết thúc, nếu đạt được độ loại trừ (thí dụ > 90%) và các giá trị này là có thể sử dụng được. Thông thường, thời gian thử không vượt quá 12 tuần sau khi bổ sung hợp chất thử.

Nếu phải nghiên cứu về bùn nitrat hoá và tác dụng nitrat hoá của hợp chất thử, thì ít nhất là một tuần một lần phân tích các mẫu từ nước thải sau xử lý của các thiết bị thử và thiết bị kiểm tra về amoni và/hoặc tổng nitrit và nitrat. Sử dụng các kỹ thuật phân tích thích hợp [ thí dụ : ISO 11732, TCVN 6494-2 : 2000 (ISO 10304)].

Tiến hành tất cả các phép phân tích càng sớm càng tốt, đặc biệt là các phép xác định nitơ. Nếu các phép phân tích bị hoãn lại thì các mẫu phải được bảo quản trong các chai đầy, kín để ở nơi tối có nhiệt độ khoảng 4°C. Nếu các mẫu cần phải để quá 48 h thì chúng phải được bảo quản bằng cách làm đông lạnh sâu, axit hoá (thí dụ : 10 ml/l dung dịch axit sunfuric 400 g/l) hoặc bằng cách thêm một chất độc thích hợp [thí dụ : 20 ml/l dung dịch thủy ngân (II) clorua 10 g/l]. Phải chắc chắn rằng kỹ thuật bảo quản này không ảnh hưởng đến nồng độ của mẫu thử.

### 8.2.5 Sự kết hợp các thiết bị thử

Nếu tiến hành thử trong phương thức kết hợp thiết bị, thì trong mỗi ngày làm việc phải thay bùn hoạt hoá với lượng tương tự (từ 150 ml đến 1 500 ml đối với các bình sục khí chứa 3 lít chất lỏng) giữa các bình sục khí của các thiết bị thử và thiết bị kiểm tra. Nếu hợp chất thử hấp phụ mạnh vào bùn, thì chỉ thay lớp trên cùng của bộ phận tách. Sử dụng hệ số hiệu chỉnh để tính kết quả thử (xem 9.1) nếu sử dụng hình thức thiết bị kết hợp.

## 9 Tính toán và biểu thị kết quả

### 9.1 Tính toán mức độ loại trừ

Xác định phần trăm loại trừ DOC hoặc COD của hợp chất thử dùng công thức (1) :

$$DR = \frac{T - (E - E_0)}{T} \times 100 \quad \dots (1)$$

trong đó

## TCVN 6826 : 2001

DR là độ loại trừ DOC hoặc COD của hợp chất thử tại thời điểm t, tính bằng phần trăm;

T là giá trị DOC hoặc COD trong nước thải trước xử lý do hợp chất thử, tốt nhất là ước tính từ dung dịch gốc, tính bằng miligam trên lít;

E là giá trị DOC hoặc COD đo được tại thời điểm t trong nước thải sau xử lý của thiết bị thử, tính bằng miligam trên lít;

E<sub>o</sub> là giá trị DOC hoặc COD đo được tại thời điểm t trong nước thải sau xử lý của thiết bị kiểm tra, tính bằng miligam trên lít.

Độ loại trừ DOC hoặc COD của môi trường hữu cơ trong thiết bị kiểm tra là một thông tin tốt để đánh giá hoạt động phân huỷ sinh học của bùn hoạt hoá trong suốt quá trình thử. Tính độ loại trừ từ công thức (2) :

$$DB = \frac{T_m - E_o}{T_m} \times 100 \quad \dots (2)$$

trong đó

DB là độ loại trừ DOC hoặc COD của môi trường hữu cơ trong thiết bị kiểm tra tại thời điểm t, tính bằng phần trăm;

T<sub>m</sub> là DOC hoặc COD của môi trường hữu cơ trong nước thải kiểm tra đo được hoặc tính được từ dung dịch gốc, tính bằng miligam trên lít.

Xác định sự loại trừ của hợp chất thử đo được bằng các phương pháp phân tích đặc biệt dùng công thức (3) :

$$DS = \frac{T_s - E_s}{T_s} \times 100 \quad \dots (3)$$

trong đó

DS là độ loại trừ của hợp chất thử tại thời điểm t, tính bằng phần trăm;

T<sub>s</sub> là nồng độ hợp chất thử đo được hoặc ước tính được trong nước thải trước xử lý, tính bằng miligam trên lít;

E<sub>s</sub> là nồng độ hợp chất thử đo được tại thời điểm t trong nước thải sau xử lý, tính bằng miligam trên lít.

Nếu sử dụng hình thức kết hợp thì bù lại việc pha loãng hợp chất thử trong bình sục khí bằng cách trao đổi bùn dùng hệ số hiệu chỉnh (xem phụ lục C). Nếu thời gian lưu nước trung bình là 6 h và đã trao đổi nửa thể tích của bùn hoạt hoá, thì các giá trị loại trừ (DR) xác định được hàng ngày phải được chỉnh lại bằng công thức (4) để thu được độ loại trừ (DR<sub>c</sub>) của hợp chất thử như sau :

$$DR_c = \frac{4}{3} DR - \frac{100}{3} \quad \dots (4)$$

### 9.2 Biểu thị kết quả

Dụng đồ thị phần trăm loại trừ DR (hoặc DR<sub>c</sub>) và DS, nếu có thể, theo thời gian (thí dụ : xem phụ lục B). Từ đường cong loại trừ của hợp chất thử, thông tin sau đây có thể được so sánh để cho phép nhận biết đường cong phân huỷ sinh học.

### 9.2.1 Sự hấp phụ của hợp chất thử

Nếu sự loại trừ DOC cao quan sát được từ khi mới bắt đầu thử nghiệm, thì hợp chất thử có khả năng bị loại trừ do sự hấp phụ vào bùn hoạt hoá. Có thể chứng minh điều này bằng phép thử tĩnh với bùn hoạt hoá (ISO 9888) hoặc bằng cách xác định hợp chất thử bị hấp phụ bằng phương pháp phân tích riêng.

### 9.2.2 Pha trễ

Trong hệ thống thử tĩnh cũng như trong hệ thống thử liên tục, nhiều hợp chất thử cần đến pha trễ, trong đó sự thích nghi hoặc sự thích ứng và sự phát triển ban đầu của vi khuẩn phân huỷ xảy ra. Trong pha trễ này, phần lớn không quan sát thấy sự loại trừ hợp chất thử. Điểm cuối của pha trễ và điểm bắt đầu của pha phân huỷ đạt được khi loại bỏ được khoảng 10% hợp chất thử ban đầu đối với chất không hấp phụ. Pha trễ thường biến động cao và có độ tái lập thấp.

### 9.2.3 Pha tới hạn

Pha tới hạn của đường cong loại trừ trong phép thử liên tục được xác định là pha mà trong đó xảy ra sự phân huỷ tối đa. Chu kỳ của pha tới hạn phải ít nhất là 3 tuần và có khoảng 15 giá trị đúng đo được.

### 9.2.4 Độ loại trừ trung bình của hợp chất thử

Tính giá trị trung bình từ các giá trị loại trừ của pha tới hạn. Làm tròn tới số nguyên gần nhất (1%), đó là độ loại trừ của hợp chất thử. Nên tính khoảng tin cậy 95% của giá trị trung bình.

### 9.2.5 Loại trừ môi trường hữu cơ

Dụng đồ thị phần trăm loại trừ DOC hoặc COD của hợp chất hữu cơ trong thiết bị kiểm tra (DB) theo thời gian. Chỉ rõ độ loại trừ theo cách tương tự đối với hợp chất thử.

## 9.3 Chỉ thị sự phân huỷ sinh học

Nếu chất thử hấp phụ không đáng kể lên bùn hoạt hoá và đường cong loại trừ có dạng đặc trưng của đường cong phân huỷ sinh học với pha trễ và pha tới hạn thì qui sự loại trừ đo được của hợp chất thử cho sự phân huỷ sinh học. Nếu xảy ra sự hấp phụ ban đầu cao, thì phép thử mô phỏng không thể phân biệt được giữa các quá trình loại trừ sinh học và phi sinh học. Trong trường hợp này, hoặc trong trường hợp khác nếu có sự nghi ngờ về sự phân huỷ sinh học (thí dụ : nếu xảy ra sự loại trừ bề mặt), thì phân tích các hợp chất thử hấp phụ hoặc tiến hành các phép thử phân huỷ sinh học bổ sung dựa trên các thông số cho thấy rõ các quá trình sinh học, như phép thử dùng máy hô hấp [TCVN 6827 : 2001 (ISO 9408)] hoặc phép

## TCVN 6826 : 2001

thử để đo sự sinh khí cacbon dioxit TCVN 6489 : 1999 (ISO 9439 : 1990). Nếu có thể thì sử dụng chất cấy đã phơi nhiễm trước từ thử nghiệm mô phỏng.

### 10 Tính đúng đắn của phép thử

Nếu độ phân huỷ của môi trường hữu cơ trong thiết bị kiểm tra xác định được thì sẽ có thông tin về sự phân huỷ sinh học thông thường của chất cấy. Phép thử coi là đúng, nếu độ phân huỷ DOC hoặc COD trong các thiết bị kiểm tra là > 80 % sau 2 tuần và không thấy có sự bất thường nào xảy ra.

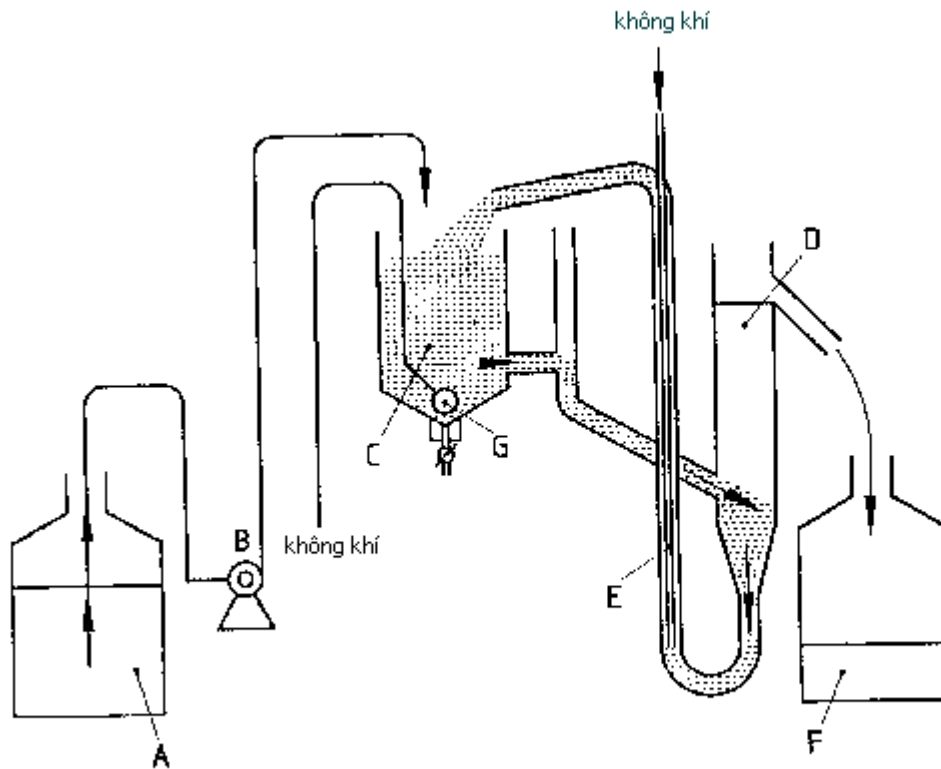
Nếu phép thử được thực hiện dưới các điều kiện nitrat hoá thì nồng độ trung bình trong nước thải sau xử lý nên là < 1 mg/l amoniac và < 2 mg/l nitrit.

### 11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau:

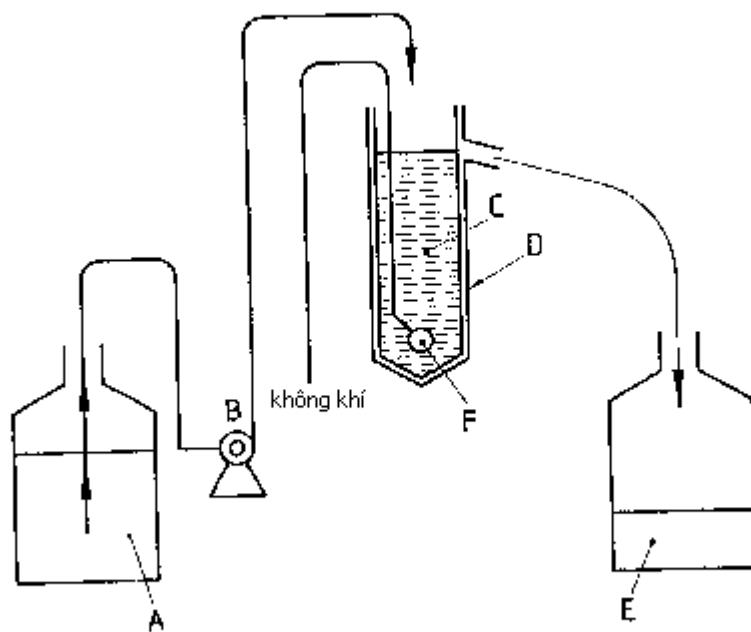
- a) trích dẫn tiêu chuẩn này;
- b) loại hệ thống thử và thời gian lưu nước trung bình;
- c) mọi thông tin cần thiết về nhận dạng hợp chất thử; nồng độ DOC và TOC của dung dịch gốc, nồng độ thử, lý do để thử nghiệm khoảng nồng độ nằm ngoài phạm vi từ 10 mg/l đến 20 mg/l DOC và ngày đưa hợp chất thử vào;
- d) thông tin về chất cấy, như liên kết thiết bị thử và thiết bị thử trắng, thời gian tồn tại trung bình của bùn, chất lượng bùn (thí dụ : sự trương, chỉ số thể tích bùn, chất rắn lơ lửng trong nước thải sau xử lý).
- e) thể loại môi trường hữu cơ và chất cấy đã sử dụng;
- f) kỹ thuật phân tích đã sử dụng;
- g) tất cả các số liệu đo được (DOC, COD, phép phân tích đặc biệt, pH, nhiệt độ, nồng độ oxi, chất rắn lơ lửng);
- h) tất cả các giá trị tính được của DR (hoặc DR<sub>c</sub>), DB, DS dưới dạng bảng và đường cong loại trừ;
- i) thông tin về pha trễ và pha tới hạn, thời gian thử, độ loại trừ của hợp chất thử và môi trường hữu cơ trong thiết bị kiểm tra, dùng thông tin thống kê và nêu khả năng phân huỷ sinh học và tính đúng đắn của phép thử;
- j) bất kỳ thay đổi nào về qui trình chuẩn và bất kỳ tình huống nào có thể ảnh hưởng đến kết quả.

**Phụ lục A**  
(tham khảo)  
**Các hệ thống thử nghiệm**



- |                                       |  |
|---------------------------------------|--|
| A Bình bảo quản nước thải trước xử lý | E Bơm khí nén hoặc bơm định lượng để khôi phục bùn |
| B Bơm phân liều                       | F Bình thu nhận nước thải sau xử lý                |
| C Bình sục khí (3 lít)                | G Máy sục khí (máy khuấy tán đá)                   |
| D Bộ tách (bộ lọc thứ cấp) (1,5 lít)  |  |

**Hình A.1 – Kiểu thiết bị xử lý bùn hoạt hoá**



- A Bình bảo quản nước thải trước xử lý
- B Bơm phân liều
- C Bình sục khí bình thấm (3 lít)

- D Bình ngoài không thấm
- E Bình thu nhận nước thải sau xử lý
- F Máy sục khí (máy khuấy tán đá)

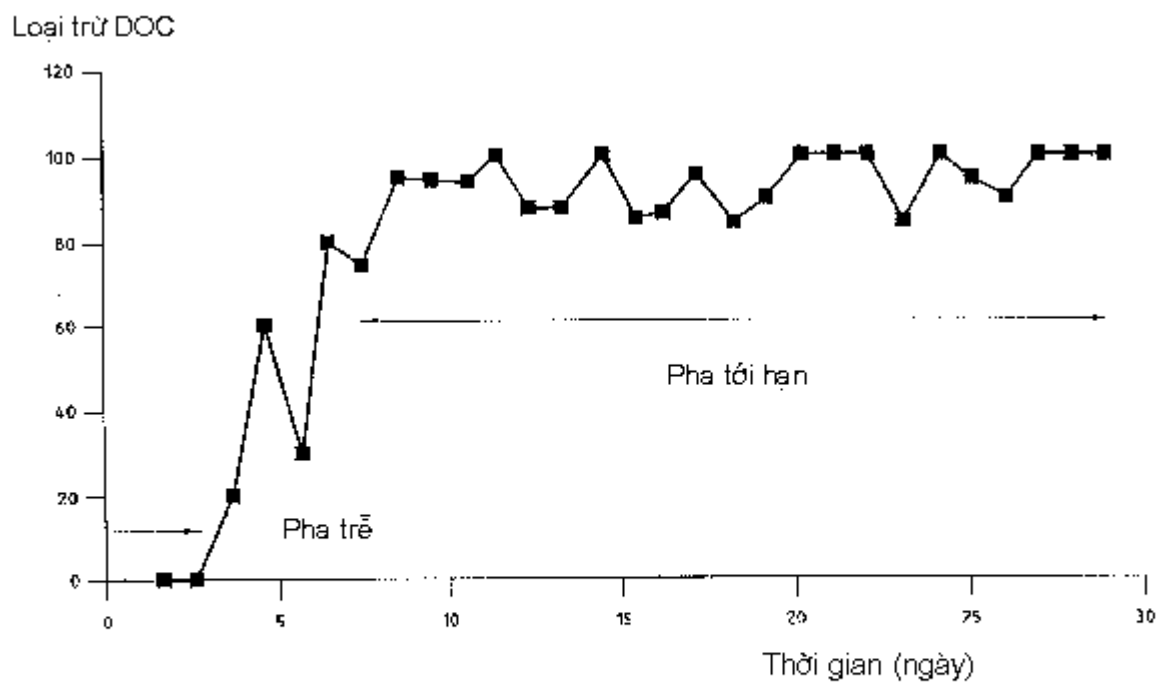
Hình A.2 – Kiểu bình thấm





**Phụ lục B**  
(tham khảo)  
**Thí dụ về đường cong loại trừ**

Polyetylen glycol 400  
Nồng độ thử : 20 mg/l DOC



**Phụ lục C**  
**(tham khảo)**  
**Kết hợp các thiết bị xử**

Sự trao đổi bùn có thể cho độ phân huỷ cao không chính xác do một số chất bị chuyển sang. Do đó, phải sử dụng hệ số hiệu chỉnh mà các hệ số này phụ thuộc vào tỷ lệ trao đổi và thời gian lưu nước trung bình. Các chi tiết để tính có thể được tìm thấy trong [1] của phụ lục D.

Tính độ loại trừ DOC hoặc COD đã hiệu chỉnh sử dụng công thức chung :

$$DR_c = \frac{DR - \frac{a \times \tau}{12} \times 100}{1 - \frac{a \times \tau}{12}}$$

trong đó

$DR_c$  là độ loại trừ DOC hoặc COD đã hiệu chỉnh của hợp chất xử tại thời điểm t, được biểu thị bằng phần trăm;

$DR$  là độ loại trừ DOC hoặc COD xác định được, biểu thị bằng phần trăm;

$a$  là tỷ lệ trao đổi thể tích bùn hoạt hoá;

$t$  là thời gian lưu nước trung bình, tính bằng giờ.

Thí dụ: Nếu như nửa thể tích của bình sục khí được trao đổi ( $a = 0,5$ ) và thời gian lưu nước trung bình là 6 h, thì công thức hiệu chỉnh là :

$$DR_c = \frac{4}{3} DR - \frac{100}{3}$$

**Phụ lục D**

(Tham khảo)

**Tài liệu tham khảo**

[1] FISCHER, W.K., GERIKE, P. và HOLTMANN, W. Xác định độ phân huỷ sinh học theo các phép phân tích không đặc trưng (Nhu cầu oxi hoá học, cacbon hữu cơ hoà tan) trong các thiết bị liên kết của phép thử xác nhận OECD. The Test-Water Res. 9 (1975), pp. 1131-1135.

---