

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 6334 : 1998
ASTM D 2667 : 1995**

**PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỘ PHÂN HUỶ SINH HỌC
CỦA ANKYLBENZEN SUNFONAT**

Standard test method for biodegradability of ankylbenzen sunfonates

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 6334 : 1998 hoàn toàn tương đương với ASTM D 2667:1995.

TCVN 6334 : 1998 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC47 *Hoá chất cơ bản* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Phương pháp thử độ phân huỷ sinh học của ankylbenzen sunfonat

Standard Test Method for Biodegradability of Ankylbenzen Sunfonates

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Phương pháp này trình bày việc xác định mức độ phân huỷ sinh học của ankylbenzen sunfonat. Mức độ này là một chỉ số về sự phù hợp của sunfonat thường sử dụng như một chất hoạt động bề mặt.

1.2 Nhìn chung, phương pháp này phân biệt giữa các sunfonat có ankyl mạch thẳng với loại có ankyl mạch nhánh, vì loại mạch thẳng dễ bị phân huỷ sinh học hơn. Nếu cần kiểm tra ankylbenzen sunfonat có trong các sản phẩm có phối chế công thức đầy đủ thì phải được chiết ra theo phương pháp ghi trong phụ lục A.1 (xem thêm số liệu trong bảng phụ lục X.1).

1.3 Tiêu chuẩn này không chủ ý đề cập đến mọi vấn đề liên quan đến an toàn. Trong khi tiến hành người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các thao tác đảm bảo an toàn và sức khoẻ và phải xác định khả năng áp dụng của các điểm hạn chế có tính nguyên tắc trước khi sử dụng tiêu chuẩn. Hiện đã có sẵn các số liệu an toàn đối với các chất dùng cho thuốc thử và nguyên liệu. Hãy xem lại độc tính của chúng trước khi dùng.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ASTM D 1293 Phương pháp thử pH của nước.

TCVN 6336:1998 (ASTM D 2330) Phương pháp thử chất hoạt động metylen xanh.

ASTM E 1625 Phương pháp thử về xác định khả năng phân huỷ sinh học của các hoá chất hữu cơ trong bùn hoạt tính bán liên tục (SCAS).

3 Tóm tắt phương pháp thử

3.1 Trước hết mẫu phải được thử dự đoán dựa trên việc nuôi cấy lactic. Khi cần thiết, mẫu có thể phải được thử khẳng định trên cơ sở xử lý bán liên tục với bùn hoạt tính.

3.2 Trong trường hợp phép thử dự đoán, các vi sinh vật được cấy vào trong một bình có chứa một môi trường nuôi cấy vi khuẩn, có thành phần hoá học (môi trường cơ bản) và chất hoạt động bề mặt cần kiểm tra. Sục khí bằng cách lắc bình liên tục. Sau hai lần cấy chuyển, xác định độ phân huỷ sinh học bằng cách đo sự giảm hàm lượng chất hoạt động trong quá trình thử.

3.3 Trong phép thử khẳng định dùng bùn hoạt tính được lấy từ các nhà máy xử lý nước thải. Bùn, chất hoạt động bề mặt cần kiểm tra và một chất thải tổng hợp được sử dụng như một nguồn năng lượng cho các vi sinh vật trong bùn được đặt vào một buồng sục khí được thiết kế đặc biệt. Hỗn hợp này được sục khí trong 23 giờ, để lắng và loại bỏ những chất nổi lên. Bùn còn lại trong buồng sục khí sau đó sẽ được bổ sung trở lại thể tích bằng lượng chất hoạt động bề mặt và chất thải tổng hợp mới và lặp lại chu trình này. Độ phân huỷ sinh học được xác định thông qua sự giảm hàm lượng chất hoạt động bề mặt trong mỗi chu kỳ.

4 Ý nghĩa và sử dụng

4.1 Phương pháp thử này được dùng để xác định xem liệu chất sunfonat được kiểm tra sẽ có thể bị loại đi một cách đáng kể theo phương pháp xử lý nước thải thông thường vì mục đích an toàn cho môi trường, mà không cần phải xử lý thêm.

4.2 Nếu sự giảm chất hoạt động bề mặt trong thử dự đoán mà bằng hoặc lớn hơn 90 % thì nguyên liệu được coi như có thể bị phân huỷ sinh học thoả đáng mà không cần thử nghiệm thêm.

4.3 Nếu sự giảm chất hoạt động bề mặt trong thử dự đoán nằm trong khoảng từ 80 đến 90 % thì nguyên liệu đó cần phải được thử khẳng định.

4.4 Nếu sự giảm chất hoạt động bề mặt trong thử dự đoán nhỏ hơn 80 % thì nguyên liệu đó coi như không bị phân huỷ sinh học đáng kể.

4.5 Nếu việc tiến hành phép thử khẳng định là cần thiết, sự giảm chất hoạt động bề mặt trong phép thử này ít nhất là 90 % mới được coi là nguyên liệu có thể bị phân huỷ sinh học thoả đáng.

4.6 Thí dụ về số liệu từ hai phép thử dự đoán và khẳng định có thể xem trong Phụ lục X.4.

Phép thử dự đoán

5 Thiết bị

5.1 Máy lắc: Nên sử dụng máy lắc ngang với tốc độ 128 lần/phút, chiều dài lắc từ 51 mm đến 101,6 mm hoặc máy lắc quay tròn tốc độ từ 225 vòng/phút đến 250 vòng/phút với biên độ từ 25 mm đến 51 mm. (Những máy lắc khác có thể dùng được nếu cho thấy khả năng sục khí tương đương).

6 Thuốc thử và nguyên liệu

6.1 Độ tinh khiết của nước

Nước cất hoặc nước qua trao đổi ion để được sử dụng trong phương pháp này. Nước phải không chứa các chất làm ảnh hưởng đến vi khuẩn. Nước lấy từ hơi nước ngưng tụ trong nhiều trường hợp có chứa các amin là chất kìm hãm sự phát triển của hệ vi khuẩn.

6.2 Môi trường cơ bản

6.2.1 Thành phần của môi trường cơ bản như sau:

NH ₄ Cl	3,0 g
K ₂ HPO ₄	1,0 g
MgSO ₄ .7H ₂ O	0,25 g
KCl	0,25 g
FeSO ₄ .7H ₂ O	0,002 g
Cao men	0,30 g
Nước	1,0 lít

6.2.2 Môi trường cơ bản có thể được chuẩn bị bằng cách hoà tan lần lượt NH₄Cl, K₂HPO₄, KCl và FeSO₄ trong khoảng 800 ml nước và điều chỉnh đến pH 7,2 ± 0,2 bằng dung dịch HCl hoặc NaOH loãng. Cao men và MgSO₄ được hoà tan trong 200 ml nước, sau đó đổ vào dung dịch trên và khuấy. Ngược lại, môi trường cũng có thể được chuẩn bị từ dung dịch gốc thích hợp của các muối, nhưng phải điều chỉnh pH trước khi thêm MgSO₄. Trong mọi trường hợp, cao men phải được thêm vào ở dạng khô ngay trước khi dùng. Điều quan trọng là sử dụng môi trường cơ bản này ngay sau khi chuẩn bị để tránh nhiễm khuẩn. Môi trường cơ bản được phân phối vào một trong các bình tam giác như sau:

500 ml vào một bình 1 lít, 1000 ml vào một bình 2 lít và 1500 ml vào một bình 4 lít.

CHÚ THÍCH 1 Bình 1 lít và 2 lít là phù hợp nhất cho máy lắc quay tròn và bình 4 lít là phù hợp nhất cho máy lắc ngang.

CHÚ THÍCH 2 pH của môi trường cần được kiểm tra trước khi sử dụng và điều chỉnh pH từ 6,8 đến 7,2 nếu cần.

6.2.3 Các bình phải nút bông hoặc loại nút tương đương để tránh tạp nhiễm hoặc bay hơi.

6.3 Giống vi sinh vật để thử nghiệm

6.3.1 Nguồn – Vi sinh vật để cấy có thể được lấy từ các nguồn sau:

6.3.1.1 Nguồn tự nhiên (đất, nước sông hồ, nước cống rãnh, bùn hoạt tính, nguồn thải thứ cấp,...).

6.3.1.2 Các giống nuôi cấy trong phòng thí nghiệm (bùn hoạt tính, sông bị ô nhiễm nặng,...).

6.3.2 Duy trì giống nuôi cấy – Nếu cần, giống nuôi cấy có thể duy trì bằng cách nuôi cấy lắc trong bình hàng tuần cấy chuyển vào môi trường cơ bản có thêm 10 mg/l ankylsunfonat mạch thẳng (LAS). Mỗi lần cấy chuyển hàng tuần dùng 1 ml dịch nuôi cấy cho mỗi lượng 100 ml môi trường mới chuẩn bị.

7 Chuẩn hoá

Khi kiểm tra trên giống nuôi cấy và các điều kiện thử, toàn bộ quá trình sẽ không có giá trị nếu như kết quả LAS trong mẫu so sánh giảm đi ít hơn 90 % khi xác định bởi lượng mất đi của chất hoạt động bề mặt metylen xanh (MBAS).

8 Cách tiến hành

8.1 Bổ sung chất hoạt động bề mặt vào môi trường cơ bản

8.1.1 Thêm 10 mg/l chất hoạt động bề mặt vào các bình chứa môi trường cơ bản. Nếu sử dụng các dung dịch chất hoạt động bề mặt gốc thì cần khẳng định lại độ ổn định trong quá trình bảo quản.

8.1.2 Sử dụng một bình cho mỗi chất hoạt động bề mặt cần kiểm tra, thêm một bình đối chứng với LAS, các bình kiểm tra phụ nếu cần (xem chú thích 3) và một bình trắng chứa tất cả thành phần của môi trường cơ bản nhưng không có chất hoạt động bề mặt.

CHÚ THÍCH 3 Một mẫu LAS chuẩn đáp ứng được các tiêu chuẩn về khả năng phân huỷ sinh học đối với cả hai phép thử dự đoán và khẳng định thì sẵn có ở cơ quan bảo vệ môi trường (EPA). Mẫu này là một hợp chất của một vài sản phẩm thương mại sẵn có, được coi là điển hình về phương diện phân huỷ sinh học của chất hoạt động bề mặt LAS trong thương mại. Khi xác định khả năng phân huỷ sinh học của chất hoạt động bề mặt, nên sử dụng nguyên liệu này cho một phép thử đối chứng. Các giá trị về độ phân huỷ sinh học của EPA LAS chuẩn được ghi trong các tài liệu kèm theo của EPA. Phân tích gần đây và đầy đủ hơn nằm trong bản phụ lục X2.

CHÚ THÍCH 4 Việc không đạt được sự lặp lại các giá trị về độ phân huỷ sinh học như mô tả đối với chất hoạt động bề mặt đối chứng (LAS) chứng tỏ rằng các điều kiện là không thuận lợi cho hoạt động bình thường của vi khuẩn hoặc có vấn đề về phân tích. Những vấn đề này phải được nghiên cứu bởi một nhà sinh học có kinh nghiệm hoặc một nhà hoá học phân tích.

8.2 Cấy vi sinh vật

Dùng các giống nuôi cấy đã nói ở 6.3 cấy vào bình. Sử dụng cùng một loại giống nuôi cấy cho tất cả các bình, kể cả bình đối chứng và bình trắng. Dùng 1 ml giống nuôi cấy cho từng lượng 100 ml môi trường cơ bản trong bình.

8.3 Nuôi

Đặt các bình chứa môi trường cơ bản, chất hoạt động bề mặt và mầm cấy lên một máy lắc có khả năng thông khí và khuấy trộn thoả đáng cho sự phân huỷ sinh học. Duy trì nhiệt độ bình ở $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, đo và nếu cần điều chỉnh pH của dung dịch từ 6 đến 8 tại thời điểm bắt đầu mỗi chu trình nuôi.

8.4 Cấy chuyển (thuần hoá)

Trước khi bắt đầu phép thử độ phân huỷ sinh học, thực hiện hai lần cấy chuyển thuần hoá, mỗi lần 72 giờ từ các bình ở điều 8.3 theo hình vẽ mô tả các bước liên tiếp bao gồm 8.2, 8.3 và 8.4.

8.5 Phân tích (xem phương pháp thử TCVN 6336 :1998 (ASTM D 2330 :1988)).

CHÚ THÍCH 5 Điều rất quan trọng là phải theo phương pháp thử TCVN 6336:1998 (ASTM D 2330:1988) một cách chính xác để loại trừ ảnh hưởng của các ion cản trở có thể có mặt.

8.5.1 Để theo dõi quá trình phân huỷ sinh học, lấy các mẫu từ các bình lắc ra để phân tích. Trong phép thử 8 ngày các mẫu phải được lấy tại thời điểm 0 (ngay sau khi cấy và trộn với các chất trong bình) và vào các ngày thứ bảy và thứ tám. Các mẫu tại thời điểm 0 của hai bước chuyển thuần hoá phải chắc chắn có nồng độ đúng như nồng độ ban đầu. Trừ trường hợp phân tích tiến hành ngay lập tức, nên thêm 1 ml fomandehit/100 ml mẫu để bảo quản bất kỳ mẫu nào (tại thời điểm 0 hoặc các ngày thứ bảy hoặc thứ tám). Khi sử dụng chất bảo quản phải thêm vào tất cả các mẫu, kể cả mẫu trắng và giữ mẫu ở 4°C .

8.5.2 Vì kết quả mẫu trắng để hiệu chỉnh kết quả các bình khác nên sử dụng cùng một cỡ mẫu (hoặc hệ số pha loãng) cho mẫu trắng như đối với các mẫu khác.

9 Tính toán

9.1 Tính nồng độ chất hoạt động bề mặt bằng cách lấy giá trị phân tích của các bình khác nhau trừ đi giá trị phân tích mẫu trắng.

9.2 Tính phần trăm mất đi từ sự giảm nồng độ chất hoạt động bề mặt như sau:

$$\text{Phần trăm mất đi (ngày x)} = [(S_o - B_o) - (S_x - B_x) / (S_o - B_o)] \times 100$$

trong đó

S_o và S_x là các kết quả phân tích trên mẫu nuôi cấy có chất hoạt động bề mặt cần thử nghiệm biểu thị theo nồng độ MBAS, mg/l;

B_o và B_x là các kết quả phân tích trên mẫu nuôi cấy trắng ở các ngày 0 và x, biểu thị theo nồng độ MBAS, mg/l.

9.3 Kết quả của phép thử được tính, là giá trị trung bình của phần trăm chất hoạt động bề mặt mất đi của ngày thứ bảy và thứ tám.

10 Độ chính xác và sai số

10.1 Tóm tắt

Các kết quả phân tích thống kê dùng để xác định độ tái lập của phương pháp và định lượng tốt nhất phần trăm thực mất đi. Sử dụng phép thống kê đối với mỗi chất hoạt động bề mặt, để tính giới hạn tin cậy nằm xung quanh phần trăm thực mất đi và các giới hạn cho các kết quả riêng rẽ.

10.2 Dùng phép thống kê gần đúng

10.2.1 Ba thí nghiệm phối hợp được tiến hành trong chu kỳ 15 tháng. Mỗi thí nghiệm được thiết kế để cung cấp cho những đơn vị lặp lại trong mỗi tiến trình và các tiến trình lặp lại cho mỗi phòng thí nghiệm. Thêm vào đó, trong thí nghiệm đầu tiên thu được những phân tích lặp lại đối với từng đơn vị. Vì thế bốn mức hoặc nguồn biến số được khảo sát : giữa các phòng thí nghiệm, giữa các tiến trình trong nội bộ các phòng thí nghiệm, giữa các đơn vị trong các tiến trình và giữa các lần phân tích trong các đơn vị.

10.2.2 Khi tất cả các phòng thí nghiệm tham gia không có đủ điều kiện để thực hiện trọn vẹn sơ đồ thử, thì phân tích thống kê được thực hiện bằng sự chấp nhận số biến đổi của bậc tự do trong phương án thí nghiệm. Các kết quả thử ở mỗi mức biến đổi sẽ được lấy trung bình để thu được giá trị trung bình cho bậc cao hơn tiếp theo. Thí dụ : giá trị trung bình tổng (trung bình lớn) sẽ là trung bình cộng của giá trị trung bình của các phòng thí nghiệm chứ không phải là trung bình cộng của (tất cả) các giá trị trung bình từ các mẫu thử hoặc lần thử đơn lẻ. Người ta đã chứng minh rằng sự hơi thiếu chính xác về giới hạn độ tin cậy thì sẽ ít quan trọng hơn việc làm lệch quá nhiều các kết quả, khi một vài phòng thí nghiệm đưa ra một tỷ lệ các phép thử lớn hơn.

10.2.3 Điều nhận thấy từ tập hợp số liệu đầu tiên là, biến số tăng dần khi phần trăm "chuyển hoá" giảm dần và sự phân bố các kết quả bị nghiêng về phía các giá trị phần trăm chuyển hoá thấp hơn. Như một bước làm ổn định phương sai, phép biến đổi căn bậc hai được qui theo Yates và được trao đổi bởi Bartlett sẽ được áp dụng cho các số liệu trước khi phân tích. Phép biến đổi này được sử dụng như sau:

$$X = (100 - Y + Z)$$

trong đó

Y là giá trị phần trăm chuyển hoá quan sát được;

Z là giá trị nhỏ.

Khi tất cả các phép tính được thực hiện trên máy tính, một dãy các giá trị Z từ 0 tới 2,0 được khảo sát. Người ta nhận thấy rằng giá trị Z = 0,1 đã làm ổn định một cách đáng kể độ biến thiên. Ở chế độ biến đổi này tập hợp phát hiện được sẽ xấp xỉ với mức chuẩn.

10.2.4 Sau khi chuyển đổi, xác định các giá trị trung bình và thực hiện một phân tích phương sai để đánh giá các phần cấu thành phương sai đối với các nguồn kể trên. Bằng cách sử dụng thuật thống kê như vậy, các giới hạn độ tin cậy sẽ gần với phần trăm chuyển hoá thực và các giới hạn dưới đối với các kết quả riêng rẽ sẽ tính toán được.

Bảng 1 – Các nguồn biến đổi

Nguồn biến đổi	Bình lác		Bán liên tục	
	Phương sai	Bậc tự do	Phương sai	Bậc tự do
Giữa các phòng thí nghiệm	0,1920	14	0,2045	10
Giữa các tiến trình	0,0585	66	0,0425	39
Giữa các đơn vị	0,0120	97	0,0033	36
Tổng các lần phân tích	0,2633	31	0,2503	20

10.3 Các kết quả

10.3.1 Các thành phần phương sai – Trong giai đoạn đầu tiên, việc phân tích các thành phần cấu thành phương sai đã chỉ ra không cần thiết phải phân tích đúp và chỉ cần tiến hành các phân tích đơn lẻ đối với phần nghiên cứu còn lại. Khi xem xét các nguồn biến đổi khác, độ sai lệch giữa các phòng thí nghiệm với nhau có ý nghĩa lớn hơn nhiều so với độ sai lệch giữa các lần thử trong cùng một phòng thí nghiệm. Bảng 1 đã tổng kết tầm quan trọng tương đối của các nguồn biến đổi. Những số liệu này đã thu thập các phương sai từ 5 nguồn nguyên liệu LAS.

10.3.2 Độ tin cậy và các giới hạn chấp nhận – Bảng 2 giới thiệu các giá trị trung bình và các giới hạn thu nhận được. Mức chấp nhận dưới là giá trị mà trên đó 95,0% các kết quả phân tích đơn lẻ được kỳ vọng rơi vào (với 95,0% độ tin cậy).

Phép thử khẳng định (Bùn được hoạt tính bán liên tục)

11 Dụng cụ

11.1 Buồng thông khí (xem Hình 1)

11.1.1 Cấu tạo – Dùng ống metyl metacrylat đường kính trong 83 mm. Đầu dưới vuốt thon 30° so với thành ống, đáy hình bán cầu. Cuối ống có để một lỗ đường kính 25,4 mm để luồn ống dẫn khí qua, cách điểm tiếp giáp giữa thành thẳng đứng và thành vuốt thon của ống 25,4 mm về phía trên. Tổng chiều dài buồng thông khí ít nhất là 600 mm. Một lỗ thoát phụ có thể được bố trí ở mức 500 ml để thuận tiện cho việc lấy mẫu. Buồng được để thông với khí quyển. Có thể dùng ống thủy tinh để thay cho metyl metacrylat.

11.1.2 Lắp ráp – Các chi tiết được lắp ráp vuông góc nhau.

11.1.3 Lấy mẫu – Lấy mẫu tùy ý bằng ống xi phông qua miệng bình hoặc qua lỗ thoát ở mức 500 ml.

11.1.4 Cung cấp không khí – Dùng một ống mao quản có đường kính ngoài 8 mm, đường kính trong 2 mm. Đầu ống mao quản đặt cách đáy bình thông khí 7 mm.

12 Thuốc thử và nguyên liệu

12.1 Bùn hoạt tính – Đối với những thử nghiệm ban đầu, lấy bùn hoạt tính từ một xí nghiệp xử lý nước thải chủ yếu các chất thải sinh hoạt. Để bắt đầu thử nghiệm, điều chỉnh lượng các chất rắn lơ lửng đến 2 500 mg/l với nước máy. Nếu cần thiết có thể sử dụng bùn đã được "phòng thí nghiệm hoá" (tức là đã

được thích ứng với nguồn nước thải tổng hợp và chu trình nuôi). Duy trì lượng chất rắn lơ lửng trong hỗn hợp chất lỏng ở mức $2\ 500\ \text{mg/l} \pm 500\ \text{mg/l}$ bằng cách loại bớt chất rắn khi cần trong suốt quá trình thử. Nếu lượng chất rắn lơ lửng trong hỗn hợp chất lỏng này nhỏ hơn $2\ 500\ \text{mg/l}$ thì có thể phải làm đặc bùn (xem phương pháp thử E 1625 về làm đặc chất rắn lơ lửng trong bùn hoạt tính).

12.2 Dung dịch gốc nước thải tổng hợp:

Đường gluco	13,0 g
Môi trường canh thang dinh dưỡng	13,0 g
Cao thịt	13,0 g
Kali hydrophotphat	13,0 g
Amoni sunfat	2,5 g

Bổ sung đủ 1 lít bằng nước máy, hoà tan bằng cách đun nóng vừa tới điểm sôi. Bảo quản trong tủ lạnh ở nhiệt độ nhỏ hơn 7°C . Loại bỏ dung dịch gốc này nếu thấy xuất hiện dấu hiệu vi sinh vật phát triển (nhìn thấy đục, nếu cần khẳng định qua kính hiển vi).

Bảng 2 - Độ chính xác và sai số về sự giảm chất hoạt động bề mặt, tính bằng phần trăm

Mẫu	Thử nghiệm bình lắc					Thử nghiệm bán liên tục				
	Trung bình	95 % độ tin cậy	Giới hạn sai số dưới	Số PTN	Số Rope	Trung bình	95 % độ tin cậy	Giới hạn sai số dưới	Số PTN	Số Rope
LAS-1	93,5	92,1 ÷ 98,4	86,8	11	52	97,4	95,9 ÷ 98,6	92,3	7	27
LAS 3 S	95,6	94,5 ÷ 96,5	89,7	15	56	98,3	97,1 ÷ 99,2	93,9	11	33
ABSlot3	21,5	14,0 ÷ 29,0	0	13	43	58,2	46,5 ÷ 69,9	9,4	12	12
Chưa biết :										
A	94,5	92,2 ÷ 96,5	88,2	7	23	97,5	95,6 ÷ 98,8	92,5	4	11
B	90,0	87,2 ÷ 92,5	82,0	8	25	94,5	92,8 ÷ 99,0	87,8	5	15
C	94,0	91,3 ÷ 96,1	87,4	7	25	97,4	95,0 ÷ 99,1	92,4	4	10

12.3 Chất khử bọt silicon (loại union carbide SAG 470 đáp ứng được yêu cầu).

12.4 Không khí nén – Lọc qua bông thuỷ tinh hoặc một môi trường phù hợp khác để loại bỏ chất tạp nhiễm (dầu,...).

13 Hiệu chỉnh và chuẩn hoá

13.1 Các mẫu đối chứng trắng – Mỗi lần thí nghiệm, duy trì một mẫu trắng để nuôi, như đối với các mẫu thử khác, nhưng không có chất hoạt động bề mặt (các số liệu phân tích chất hoạt động bề mặt đầu vào và đầu ra trong mẫu này sẽ được trừ đi từ số liệu phân tích như vậy trên mẫu thử).

13.2 Chất hoạt động bề mặt làm nội chứng – mỗi lần thí nghiệm, phải có một mẫu nạp LAS kiểm tra độ ổn định của bùn và các điều kiện thao tác.

13.3 Hợp thức hoá

13.3.1 Đối với mỗi chất hoạt động bề mặt, kết quả thu được sẽ không có giá trị nếu các điều kiện hoạt động cân bằng không đạt được (xem 15.2).

13.3.2 Vì là một kiểm chứng về bùn và các điều kiện của quá trình hoạt động nên nếu kết quả đối với LAS (chú thích 3) không được đáp ứng thì các kết quả trong cả quá trình phân tích sẽ không có giá trị.

14 Cách tiến hành

14.1 Buồng thông khí

14.1.1 Thể tích chất lỏng hoạt động – 1 500 ml.

14.1.2 Thể tích chất nuôi và phần lấy đi – 1 000 ml hàng ngày (500 ml bùn sa lắng và chất lỏng còn lại trong ống sau khi lấy đi).

14.1.3 Tốc độ dòng không khí – Duy trì ở 500 ml/phút.

14.1.4 Nhiệt độ – Duy trì ở $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.

14.2 Quá trình sục khí và sa lắng

Thời gian sục khí trung bình là 23 giờ/ngày với độ lệch không quá 1 giờ. Giai đoạn lắng đọng cần ít nhất là 1/2 giờ.

14.3 Chất khử bọt

Nếu có quá nhiều bọt sử dụng một lượng tối thiểu chất khử bọt silicon để giữ bọt chỉ trong phạm vi buồng.

14.4 Bảo dưỡng buồng

Để ngăn chặn sự tích tụ các chất rắn và chất hoạt động bề mặt bên trên chất lỏng, thành buồng phải được rửa định kỳ. Dùng một chổi để cạo hoặc chải cho từng ống nhằm giảm bớt sự tạp nhiễm. Ngay

sau khi nạp liệu, cạo và tráng các chất rắn dư bám ở thành buồng xuống và sau đó cô mẫu khi cần thiết, nhưng không được cạo trong vòng 8 giờ cuối cùng của chu trình nuôi.

14.5 Nạp lần đầu chất hoạt động bề mặt cần thử vào bùn mới

Nếu bùn chưa thích nghi được với chất hoạt động bề mặt cần thử hãy sử dụng một lịch trình nạp chất hoạt động bề mặt tăng dần như sau:

- Ngày 0 nạp 4 mg/l chất hoạt động bề mặt;
 - Ngày 1 nạp 8 mg/l chất hoạt động bề mặt;
 - Ngày 2 nạp 12 mg/l chất hoạt động bề mặt;
 - Ngày 3 nạp 16 mg/l chất hoạt động bề mặt;
 - Ngày 4 nạp 20 mg/l chất hoạt động bề mặt;
- và tiếp tục hàng ngày trong suốt phép thử.

14.6 Chương trình hàng ngày

14.6.1 Nếu cần thiết hãy loại bỏ vừa đủ lượng chất lỏng hỗn hợp hoặc làm đặc bùn lên để duy trì lượng chất rắn lơ lửng trong khoảng giữa 2 000 và 3 000 mg/l (xem 12.1).

14.6.2 Ngừng thông khí và để sa lắng trong 30 phút.

14.6.3 Đục thể tích bùn đã sa lắng trong 30 phút này (xem 14.10), bước này không bắt buộc.

14.6.4 Loại bỏ 1 000 ml bên trên (lấy đi) cho những phân tích tiếp theo, chừa lại 500 ml bùn sa lắng và chất lỏng trong buồng thông khí.

14.6.5 Tiếp tục thông khí lại.

14.6.6 Thêm 1 000 ml dịch nuôi vào buồng thông khí, thành phần yêu cầu của dịch nuôi này là:

- Đường gluco, canh thang dinh dưỡng, cao thịt và photphat 130 mg/l
- Amoni sunfat 25 mg/l
- Chất hoạt động bề mặt 20 mg/l (hoặc 0 với mẫu trắng)

14.6.7 Khi cần phân tích đầu vào (xem 14.7) phối hợp các thành phần sau:

- 10 ml dung dịch nước thải tổng hợp gốc (12.2);
- 20 mg chất hoạt động bề mặt (nếu sử dụng dung dịch gốc, độ ổn định trong quá trình bảo quản phải được khẳng định);
- Nước máy cho đủ thể tích 1 000 ml.

14.6.8 Khi không cần phân tích đầu vào, thêm trực tiếp những thành phần sau đây vào buồng:

TCVN 6334 : 1998

- 10 ml dung dịch nước thải tổng hợp gốc (12.2);
- 20 mg chất hoạt động bề mặt;
- Nước máy cho đủ thể tích 1 000 ml.

14.6.9 Làm sạch thành buồng thông khí (xem 14.4).

14.6.10 Nếu cần lấy mẫu xác định chất rắn lơ lửng sau khi nạp liệu từ 2 đến 3 giờ.

14.7 Phân tích chất hoạt động bề mặt (MBAS) (xem phương pháp thử TCVN 6336 : 1998 (ASTM D 2330))

14.7.1 Các mẫu phân tích

14.7.1.1 Dung dịch đưa vào cho mỗi mẫu, kể cả mẫu trắng (xem 14.6.7).

14.7.1.2 Dung dịch lấy ra chưa lọc từ mỗi mẫu gồm cả mẫu trắng (14.6.4).

14.7.2 Tần số phân tích

14.7.2.1 Phân tích đầu vào – Cứ năm ngày một lần, không kể thời gian thích nghi chất hoạt động bề mặt tăng dần (xem 14.5). Ít nhất 3 trong số các mẫu này phải nằm trong giai đoạn "hoạt động cân bằng" (15.2).

14.7.2.2 Phân tích đầu ra – Hàng ngày.

14.7.3 Bảo quản mẫu – Bảo quản mẫu với 1 ml dung dịch fomandehyt 37 % trên 100 ml mẫu và ở 4 °C, nếu như không tiến hành phân tích ngay sau khi lấy mẫu.

14.7.4 Phân tích mẫu trắng – Vì kết quả phân tích mẫu trắng được dùng để tính chuyển các kết quả phân tích các mẫu khác, sử dụng cùng một thể tích mẫu (hoặc hệ số pha loãng) cho mẫu trắng giống như cho các mẫu khác.

14.8 Phân tích pH dịch lấy ra (tuỳ ý) (xem Phụ lục X3) – Xác định pH của dịch lấy ra chưa lọc.

14.9 Phân tích các chất rắn lơ lửng (xem Phụ lục X3).

14.9.1 Lấy mẫu chất lỏng hỗn hợp sau từ 2 đến 3 giờ nạp liệu. Cạo thành buồng trong vòng 30 phút trước khi lấy mẫu. Để loại trừ sự phân tầng (nếu có) của bùn, tăng tạm thời dòng không khí từ 2 đến 5 phút trước khi lấy mẫu.

14.9.2 Lấy mẫu cứ sau 3 đến 4 ngày.

14.10 Xác định chỉ số thể tích bùn (tuỳ ý) (xem Phụ lục X3).

14.10.1 Xác định vào cùng một ngày như đối với chất rắn lắng đọng.

14.10.2 Quan sát thể tích bùn lắng đọng trong buồng sau thời gian sa lắng 30 phút.

14.11 Thời gian thử nghiệm – Thời gian tối thiểu cần thiết cho việc thử nghiệm một chất hoạt động bề mặt mới là 15 ngày, như dưới đây:

- 5 ngày để tích lũy chất hoạt động bề mặt tăng dần (xem 14.5);
- 3 ngày để duy trì chất hoạt động bề mặt ở mức 20 mg/l;
- 7 ngày ở mức hoạt động ổn định như sẽ định rõ dưới đây (xem 15.2).

15 Tính toán

15.1 Sự chuyển hoá

15.1.1 Tính phần trăm mất đi của chất hoạt động bề mặt hàng ngày, bắt đầu với ngày thứ tư, khi mà sự nạp chất hoạt động bề mặt là 20 mg/l

$$\text{Phần mất đi (ngày } x) \% = [S_i - S_e] / S_i \times 100$$

trong đó

S_i là giá trị trung bình của 5 số liệu phân tích đầu vào đã được hiệu chỉnh bằng cách trừ đi số liệu phân tích đầu vào của mẫu trắng;

S_e là số liệu phân tích đầu ra trừ đi số liệu phân tích đầu ra của mẫu trắng trong cùng ngày đó.

15.1.2 Kết quả của phép thử là số trung bình của phần trăm mất đi sau giai đoạn 7 ngày ở mức hoạt động cân bằng như xác định ở 15.2.

15.2 Hoạt động ở mức cân bằng

Hoạt động cân bằng được xác định riêng rẽ đối với từng mẫu và được xác định là một giai đoạn 7 ngày, trong đó độ chênh lệch giữa phần trăm mất đi trong bất kỳ 2 ngày liên tiếp nào cũng không vượt quá 5% và độ chênh lệch giữa giá trị trung bình phần trăm trong 3 ngày đầu và trong 3 ngày cuối cùng không quá 3%. Nếu không tiến hành phân tích ngay lập tức, cần phải thêm 1 ml fomandehyt / 100 ml mẫu để bảo quản đối với bất kỳ mẫu nào. Khi thêm chất bảo quản, thì thêm vào tất cả các mẫu kể cả mẫu trắng.

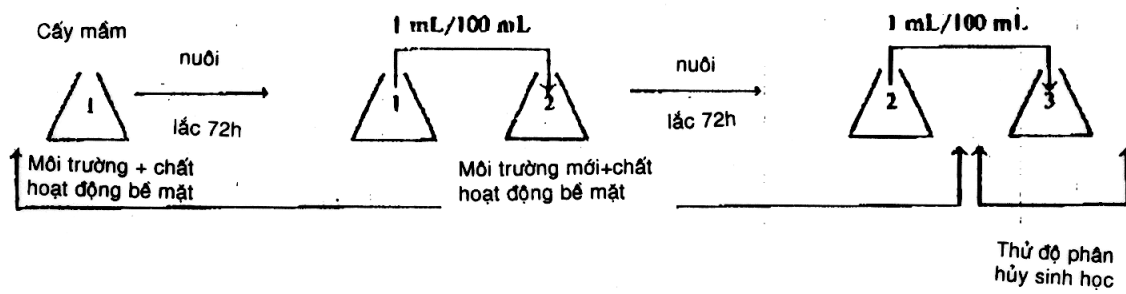
15.3 Chỉ số thể tích bùn (chú thích 6)

Chỉ số thể tích bùn = thể tích bùn sa lắng (ml) sau 30 phút/chất rắn lơ lửng (mg/l) x 667

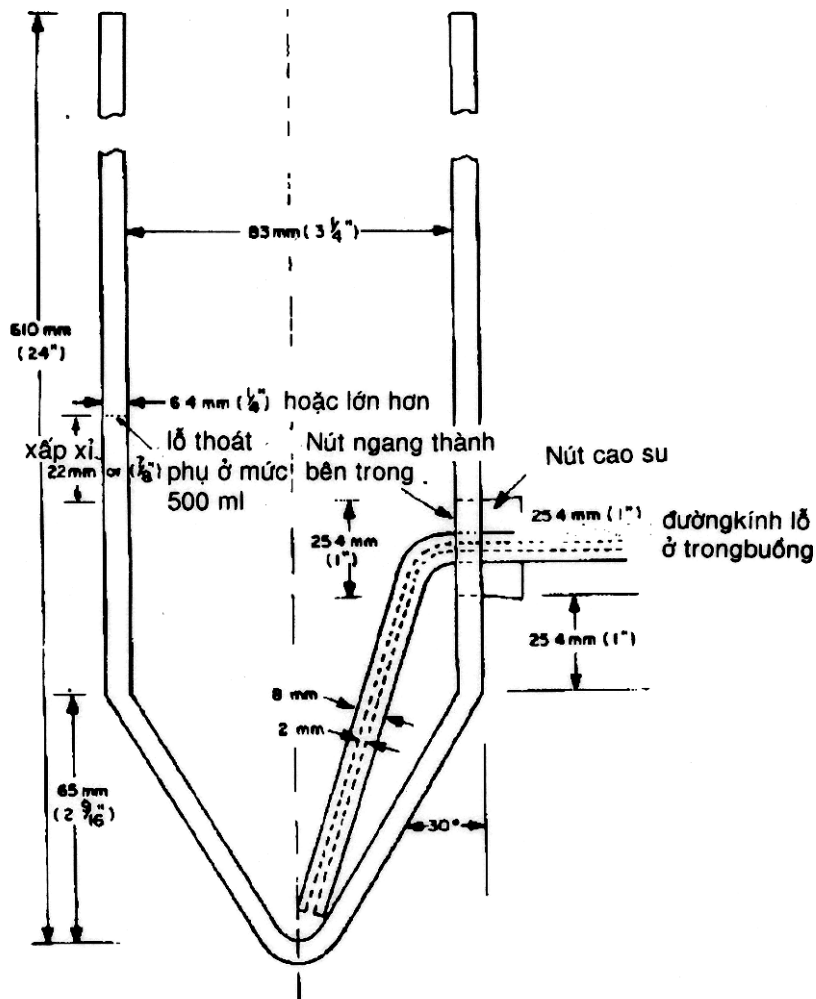
CHÚ THÍCH 6 Hệ số 667 sử dụng khi tổng thể tích được sa lắng là 1 500 ml. Cách tính này sẽ cho cùng một kết quả như phương pháp ghi trong Phụ lục X3.

16 Độ chính xác và độ lệch

16.1 Xem Điều 10.



Cây chuyển (thuần hoá)



Hình 1 - Buồng thông khí hoạt tính liên tục

Phụ lục A

(qui định)

A.1 Chiết ankylbenzen sunfonat (ABS) từ sản phẩm tẩy rửa

A.1.1 Phương pháp được kiến nghị để chiết chất hoạt động bề mặt từ sản phẩm dựa trên cơ sở tài liệu của Tổ chức hợp tác và phát triển kinh tế (OECD) "Sự ô nhiễm bởi chất tẩy rửa – Xác định khả năng phân huỷ sinh học của chất hoạt động bề mặt tổng hợp anion". Một phạm vi rộng của các điều kiện được quy định, tùy thuộc vào sản phẩm liên quan, nhưng tỷ lệ giữa sản phẩm : nước : isopropanol là không nghiêm ngặt lắm, miễn là pha nước có chứa ít nhất 70 g kali cacbonat khan/100 ml trong suốt quá trình chiết. Điều này đảm bảo rằng sự tạo muối của isopropanol và ABS từ pha nước là hoàn toàn.

A.1.2 Lượng thu hồi chất hoạt động bề mặt từ sản phẩm phải lớn hơn 90 % (w/w), và cần phải xác định hàm lượng chất hoạt động bề mặt anion của sản phẩm nếu như chưa biết. Giá trị này và nồng độ của dung dịch gốc của chất hoạt động bề mặt sử dụng trong phép thử về độ phân huỷ sinh học có thể được xác định bằng chuẩn độ với một dung dịch chuẩn chất hoạt động bề mặt cation là Hyamin.

A.1.3 Lượng sản phẩm, nước và isopropanol sử dụng để chiết thay đổi theo dạng sản phẩm và hàm lượng chất hoạt động bề mặt, và tỷ lệ này cần được thiết lập cho từng trường hợp, theo qui trình chung đưa ra dưới đây.

A.1.4 Lượng mẫu dạng bột được sử dụng phải đủ để có xấp xỉ 1 g chất hoạt động bề mặt. Cân mẫu vào một cốc khô dung tích 250 ml và thêm một thể tích thích hợp nước tinh khiết thuốc thử để tạo thành dạng bột nhão mịn. Cho que khuấy từ vào mẫu đã đặt trên một đĩa khuấy. Tốc độ khuấy được điều chỉnh sao cho chất lỏng được khuấy mà không bị bắn. Cân lượng kali cacbonat khan cần thiết vào một cốc dung tích 50 ml khô và thêm dần vào chất lỏng đang được khuấy. Hỗn hợp này được khuấy trong 10 phút và sau đó bổ sung một lượng thích hợp isopropanol. Hỗn hợp có thể đặc lên ở giai đoạn này, và có thể cần phải tăng tốc độ khuấy để tránh tách pha hữu cơ. Độ nhớt của hỗn hợp sẽ giảm xuống sau vài phút và lúc này cần phải giảm tốc độ khuấy để tránh bắn. Khuấy hỗn hợp ít nhất trong 30 phút, bắt đầu từ lúc cho thêm isopropanol. Hỗn hợp được lọc qua giấy lọc Whatman N^o 541 dùng phễu Buchner và rửa bình Buchner bằng lượng nhỏ isopropanol.

A.1.5 Sau khi tách ra, phần rượu được chuyển vào một cốc dung tích 100 ml đã được cân trước. Phễu chiết được rửa bằng isopropanol và gộp với phần chiết. Cho bay hơi phần chiết đến khô trên bếp cách thuỷ với dòng khí nitơ thổi nhẹ qua bề mặt chất lỏng. Phần chiết được sấy khô đến khối lượng không đổi, cho tới khi độ chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 0,1 g.

A.1.6 Hàm lượng ABS của phần chiết được xác định bằng chuẩn độ hai pha với dung dịch Hyamin chuẩn có mặt chỉ thị hỗn hợp dimidi bromua/disunfin xanh (xem phụ lục A2) và tính khối lượng của chất hoạt động bề mặt được chiết ra từ sản phẩm. Lượng này phải lớn hơn 90 % để chắc chắn rằng chất được chiết là đại diện của chất hoạt động bề mặt có trong sản phẩm.

A.1.7 Dung dịch gốc chất hoạt động bề mặt được sử dụng trong các phép thử độ phân huỷ sinh học được chuẩn bị bằng cách hoà tan một lượng cân thích hợp của phần chiết trong 1 lít nước tinh khiết, thuốc thử và hàm lượng của chất hoạt động bề mặt cũng sẽ được xác định bằng cách chuẩn độ với Hyamin.

A.2 Xác định hàm lượng ABS của sản phẩm và nồng độ ABS của dung dịch gốc

A.2.1 Quá trình chuẩn độ được sử dụng để xác định hàm lượng ABS của sản phẩm và nồng độ ABS của dung dịch gốc là một phương pháp chuẩn được dùng để xác định chất hoạt động bề mặt anion trong dung dịch nước. Các chất hoạt động bề mặt anion được xác định bằng cách chuẩn độ với dung dịch chuẩn của chất hoạt động bề mặt cation, Hyamin 1622. Sử dụng phép chuẩn độ hai pha (clorofom/nước) với chỉ thị hỗn hợp (đó là dimidi bromua/disunfin xanh).

Các bảng phụ lục

(tham khảo)

X.1 Số liệu về chiết

**Bảng X.1.1 - Chiết LAS từ các sản phẩm –
Phương pháp chiết isopropanol ^{A, B} OECD**

Sản phẩm	A	B	C ^o	D	E	F
Khối lượng sản phẩm, g	300	300	350	300	300	200
Thể tích nước, ml	1250	1250	–	1250	1250	1000
Khối lượng K ₂ CO ₃ , g	1050	1250	315	1050	1050	700
Thể tích isopropanol chiết lần 1, ml	2250	2250	525	2250	2250	1500
Thể tích isopropanol chiết lần 2, ml	750	750	175	750	750	500
Khối lượng tính toán của LAS, g	39,0	53,7	34,7	48,8	60,0	40,0
Khối lượng LAS thu được, g	39,4	54,1	34,5	48,9	56,7	47,2
LAS thu được, %	101,0	100,7	99,4	100,0	94,5	96,3

^A OECD Cục môi trường. Phương pháp đề nghị xác định độ phân huỷ sinh học của chất hoạt động bề mặt dùng trong chất tẩy rửa tổng hợp. Pari 1975 tập 5.1.2 trang 20 – 23.

^B Các kết quả thu nhận của hai chiết tách với IPA. Thử tổng PTN - Trung tâm nghiên cứu nước, Merseyside, nước Anh.

^o Sản phẩm lỏng.

**Bảng X.1.2 Chiết LAS từ các sản phẩm –
Phương pháp chiết isopropanol ^{A, B} OECD**

Sản phẩm	A	B	C ^o	D	E	F
Khối lượng sản phẩm, g	20	20	20	10	10	10
Thể tích nước, ml	–	–	–	50	50	50
Khối lượng K ₂ CO ₃ , g	14	14	14	35	35	36
Thể tích isopropanol chiết lần 1, ml	30	30	30	50	75	50
Thể tích isopropanol chiết lần 2, ml	–	–	–	–	–	–
Khối lượng tính toán của LAS, g	2,02	2,01	2,00	1,93	2,24	1,98
Khối lượng LAS thu được, g	1,83	1,81	1,83	1,91	2,35	2,15
LAS thu được, %	90,5	90,1	91,4	98,8	105,2	108,4

^A OECD Cục môi trường. Phương pháp đề nghị xác định độ phân huỷ sinh học của chất hoạt động bề mặt dùng trong chất tẩy rửa tổng hợp. Pari 1975 tập 5.1.2 trang 20 – 23.

^B Các kết quả thu nhận của hai chiết tách với IPA. Thử tổng PTN - Trung tâm nghiên cứu nước, Merseyside, nước Anh.

^o Sản phẩm lỏng.

**Bảng X.1.3 - Chiết LAS từ các sản phẩm –
Phương pháp chiết isopropanol ^{A, B} OECD**

Sản phẩm	A ^o	B	C	D
Khối lượng sản phẩm, g	350	300	200	200
Thể tích nước, ml	–	1500	1000	1000
Khối lượng K ₂ CO ₃ , g	315	1050	700	700
Thể tích isopropanol chiết lần 1, ml	525	2250	1500	1500
Thể tích isopropanol chiết lần 2, ml	175	750	500	500
Khối lượng tính toán của LAS, g	35,2	30,3	44,0	39,7
Khối lượng LAS thu được, g	35,2	34,7	45,5	38,9
LAS thu được, %	100,0	95,6	99,3	98,0

^A OECD Cục môi trường. Phương pháp đề nghị xác định độ phân huỷ sinh học của chất hoạt động bề mặt dùng trong chất tẩy rửa tổng hợp. Pari 1975 tập 5.1.2 trang 20 – 23.

^B Các kết quả thu nhận của hai chiết tách với IPA. Thử tổng PTN - Trung tâm nghiên cứu nước, Merseyside, nước Anh.

^o Sản phẩm lỏng.

X.2 Độ phân huỷ sinh học và số liệu phân tích trên dung dịch đối chứng EPA LA S

**Bảng X.2.1 - Kết quả phương pháp thử này (thử dự đoán - nuôi cấy lắc)
trên mẫu đối chứng EPA LAS lô 0990
Khối lượng phân tử trung bình 342, % hoạt tính 6,03**

Chất thử	Nồng độ đã đo, mg hoạt hoá/lít	Lượng mất đi ngày thứ 7, %	Lượng mất đi ngày thứ 8, %	Lượng mất trung bình, %
Dung dịch đối chứng EPA LAS	25,46	97,3	96,3	96.8

**Bảng X.2.2 - Kết quả phương pháp thử này (thử khẳng định -
bùn hoạt tính bán liên tục) trên mẫu đối chứng EPA LAS lô 0990
Khối lượng phân tử trung bình 342, % hoạt tính 6,03**

Chất thử	MBAS đã mất, %
Dung dịch đối chứng EPA LAS	99,6

Bảng X.2.3 - Các kết quả phân tích

RFW N ⁰	9403 F 140 - 009
Mô tả mẫu	tiêu chuẩn EPA (0990)
ITL Phòng thí nghiệm N ⁰	244088
Ngày lấy mẫu	08 - 03 - 1994
Ngày nhận mẫu (phòng thí nghiệm)	09 - 03 - 1994
Loại mẫu	Tiêu chuẩn để phân tích
Ngày chuẩn bị (tách sunfonat)	15 - 03 - 1994
Ngày phân tích	13 - 05 - 1994
Khối lượng (thể tích) mẫu	1,7198 g
Thể tích chiết	100 ml
Hệ số pha loãng	1
Thể tích dung dịch mẫu lấy để tách sunfonat	1 ml
Thể tích chiết cuối cùng	0,5 ml
Thể tích bơm	1 μ l
Tổng số chất hữu cơ (1)	N.A
Trioxit sunfua, trước khi thủy phân	1,46
Trioxit sunfua, sau khi thủy phân	1,46
Lượng hoạt tính (3)	6,19
Phân bố các đồng phân	
C ₁₀ , %	15,68
C ₁₁ , %	38,82
C ₁₂ , %	38,81
C ₁₃ , %	6,09
C ₁₄ , %	0,00
Chiều dài mạch trung bình	11,37
Khối lượng phân tử trung bình	339,2

Bảng X.2.3 (tiếp theo)

Báo cáo N^o : 94 - 03 - 00993		
Khách hàng : Weston		
ITL Phòng thí nghiệm N ^o	244088	
Mô tả mẫu	Tiêu chuẩn EPA (0990)	
Ngày tách sunfonat	15 - 03 - 1994	
Ngày phân tích (ngày, tháng, năm)	13 - 05 - 1994	
Số tiến trình	19	
Số sắc kí đồ	12	
Phân bố các đồng phân, %, diện tích		Thời gian lưu (phút)
C ₁₀₋₅	3,352	24,65
C ₁₀₋₄	3,003	25,07
C ₁₀₋₃	3,375	25,97
C ₁₀₋₂	4,937	27,70
C ₁₀ tổng cộng, %, diện tích	15,68	-
C ₁₁₋₆	3,595	22,47
C ₁₁₋₅	8,112	29,62
C ₁₁₋₄	6,620	30,10
C ₁₁₋₃	7,594	31,10
C ₁₁₋₂	10,207	32,57
C ₁₁ tổng cộng, %, diện tích	38,62	-
C ₁₂₋₆	7,110	34,29
C ₁₂₋₅	7,320	34,51
C ₁₂₋₄	5,796	35,07
C ₁₂₋₃	7,494	38,06
C ₁₂₋₂	8,580	37,83
C ₁₂ tổng cộng, %, diện tích	38,81	-

Bảng X.2.3 (tiếp theo)

C _{13-7,6}	1,632	38,97
C ₁₃₋₅	1,391	39,26
C ₁₃₋₄	1,082	39,88
C ₁₃₋₃	1,407	41,02
C ₁₃₋₂	1,033	43,18
C ₁₃ tổng cộng, %, diện tích	6,89	
C ₁₄₋₇	0,000	
C ₁₄₋₆	0,000	
C ₁₄₋₅	0,000	
C ₁₄₋₄	0,000	
C ₁₄₋₃	0,000	
C ₁₄₋₂	0,000	
C ₁₄ tổng cộng, %, diện tích	0,000	
Chiều dài mạch trung bình	11,37	
Khối lượng phân tử	339,2	
Diện tích tổng cộng	93,54	
Báo cáo N^o : 94 - 03 - 00993		
Khách hàng : Weston		
ITL Phòng thí nghiệm N ^o	244088 – 2 (đúp)	
RFW N ^o	9403 F140 – 009	
Mô tả mẫu	EPA tiêu chuẩn	
Ngày tách sunfonat	15 – 03 – 1994	
Ngày phân tích (ngày, tháng, năm)	13 – 05 – 1994	
Số tiến trình	18	
Số sắc kí đồ	13	
Phân bố các đồng phân, %, diện tích		Thời gian lưu (phút)
C ₁₀₋₅	3,197	24,65

Bảng X.2.3 (tiếp theo)

C ₁₀₋₄	2,873	25,08
C ₁₀₋₃	3,191	25,98
C ₁₀₋₂	4,796	27,76
C ₁₀ tổng cộng, %, diện tích	1,101	–
C ₁₁₋₆	3,585	29,48
C ₁₁₋₅	8,009	29,62
C ₁₁₋₄	8,814	30,10
C ₁₁₋₃	7,022	31,10
C ₁₁₋₂	10,411	32,87
C ₁₁ tổng cộng, %, diện tích	38,17	–
C ₁₂₋₆	7,340	34,29
C ₁₂₋₅	7,474	34,50
C ₁₂₋₄	5,773	35,07
C ₁₂₋₃	7,764	36,06
C ₁₂₋₂	9,184	37,83
C ₁₂ tổng cộng, %, diện tích	38,53	–
C _{13, 7, 6}	1,789	38,97
C ₁₃₋₅	1,412	39,29
C ₁₃₋₄	1,202	39,89
C ₁₃₋₃	1,537	41,03
C ₁₃₋₂	1,174	43,18
C ₁₃ tổng cộng, %, diện tích	7,49	–
C ₁₄₋₇	0,000	
C ₁₄₋₆	0,000	
C ₁₄₋₅	0,000	
C ₁₄₋₄	0,000	
C ₁₄₋₃	0,000	

Bảng X.2.3 (kết thúc)

C ₁₄₋₂	0,000
C ₁₄ tổng cộng, %, diện tích	0,000
Chiều dài mạch trung bình	11,40
Khối lượng phân tử	339,6
Diện tích tổng cộng	94,96

X.3 Phương pháp phân tích

X.3.1 Chất rắn lơ lửng

X.3.1.1 Phạm vi áp dụng – Phương pháp này dùng đối với mẫu lấy từ phép thử khẳng định.

X.3.1.2 Dụng cụ

X.3.1.2.1 Đĩa nhôm có đáy thủng lỗ tương tự như phễu Buchner, có đường kính trong 92 mm và chiều cao 25 mm.

X.3.1.2.2 Giấy lọc, định tính, đường kính 90 mm.

X.3.1.2.3 Vòng cao su xốp, đường kính ngoài 93 mm, đường kính trong 75 mm, dày khoảng 3 mm.

X.3.1.2.4 Phễu Buchner N^o 2A đường kính trong đáy là 93 mm.

X.3.1.2.5 Bình lọc, cỡ 1-L có ống ở bên.

X.3.1.3 Tiến hành thử – Đặt giấy lọc vào trong đĩa nhôm và sấy cả hai trong tủ sấy ở 103 °C đến 105 °C. Làm nguội trong bình hút ẩm và cân. Thấm ướt giấy lọc. Đặt đĩa lên vòng cao su trong phễu Buchner và chạy chân không khoảng 51 cm (khoảng 20 inch) Hg. Thêm ngay vào đĩa từ 20 ml đến 100 ml có 0,1 g đến 0,4 g chất rắn khô. Sau khi tách nước, đĩa và lượng chứa trong đĩa được sấy khoảng 30 phút trong tủ sấy có nhiệt độ từ 103°C đến 105°C. Làm nguội trong bình hút ẩm và cân.

X.3.1.4 Tính toán

$$\text{Chất rắn lơ lửng, mg/l} = (w_1 - w_0)/\text{ml mẫu} \times 1000$$

trong đó

w₁ là khối lượng khô của đĩa và chất chứa trong đĩa sau khi lọc;

w₀ là khối lượng khô của đĩa và giấy lọc.

X.3.1.5 Độ lệch chuẩn – 0,6 mg với mỗi 100 g mẫu.

X.3.2 pH (không bắt buộc)

X.3.2.1 pH có thể xác định bằng so màu hoặc theo phương pháp thử ASTM D1293, thử pH của nước, nếu yêu cầu độ chính xác cao hơn.

X.3.3 Chỉ số thể tích bùn (không bắt buộc)

X.3.3.1 Định nghĩa – Chỉ số thể tích bùn (SVI) – Thể tích 1 g bùn đã hoạt tính chiếm chỗ sau khi để lắng 30 phút.

X.3.3.2 Tiến hành thử – Lấy 1-L mẫu ở buồng thông khí; để lắng 30 phút trong bình chia độ 1000 ml; đọc thể tích bùn chiếm chỗ tính bằng mililit.

X.3.3.3 Tính toán:

$$SVI = \text{ml bùn sa lắng} \times 1000 / \text{mg/l chất rắn lơ lửng}$$

X.4 Số liệu độ phân huỷ sinh học của mẫu LAS chuẩn

Bảng X.4.1 - Độ phân huỷ sinh học của LAS trong phép thử dự đoán

Nồng độ ban đầu	94 mg/l (MBAS)
Độ phân huỷ sinh học (ngày 7), %	93,6
	94,7
	97,9
Độ phân huỷ sinh học (ngày 8), %	96,8
	97,9
	96,8

Bảng X.4.2 Độ phân huỷ sinh học của LAS trong phép thử khẳng định

Mẫu thử	Độ phân huỷ sinh học, trung bình %
Bột nhão LAS	97,0