

Zweistufige Ultrafiltration zur Trinkwasseraufbereitung



Zweistufige Ultrafiltration zur Trinkwasseraufbereitung

Wien, 2019

Impressum

Medieninhaber und Herausgeber:

Bundesministerium für Nachhaltigkeit und Tourismus

Stubenring 1, 1010 Wien

Autorinnen und Autoren: R. Neunteufel, B.J. Schmidt, R. Perfler, E. Reitetschläger, S.

HamaSaid, M. Zunabovich-Pichler, R. Allabashi (Universität f. Bodenkultur Wien),

S. Jabornig (SFC Umwelttechnik GmbH) und R. Gadringer (Aqua-System GmbH)

Gesamtumsetzung: R. Neunteufel (Universität f. Bodenkultur Wien)

Fotonachweis Titelbild: R. Neunteufel

Druck:

Wien, 2019. Stand: 21. April 2021

Copyright und Haftung:

Auszugsweiser Abdruck ist nur mit Quellenangabe gestattet, alle sonstigen Rechte sind ohne schriftliche Zustimmung des Medieninhabers unzulässig.

Es wird darauf verwiesen, dass alle Angaben in dieser Publikation trotz sorgfältiger Bearbeitung ohne Gewähr erfolgen und eine Haftung des Bundeskanzleramtes und der Autorin/des Autors ausgeschlossen ist. Rechtausführungen stellen die unverbindliche Meinung der Autorin/des Autors dar und können der Rechtssprechung der unabhängigen Gerichte keinesfalls vorgreifen.

Förderung:

Das Forschungsprojekt wurde aus Mitteln des Bundesministeriums für Nachhaltigkeit und Tourismus sowie durch das Land Niederösterreich gefördert. Die Abwicklung der Umweltförderung erfolgte durch die Kommunalkredit Public Consulting.

Inhalt

1 Problemstellung und Ziele.....	7
1.1 Hintergrund.....	7
1.2 Problembereiche	7
1.3 Ziel	9
2 Lösungsansätze – UF2-Konzept.....	10
2.1 Das Konzept der Zweistufigkeit der Ultrafiltration	10
2.2 Verwendung einer modifizierten Hohlfaser-Ultrafiltrationsmembran.....	11
3 Material und Methoden.....	13
3.1 Bauteile der Anlage.....	13
3.2 Aufstellungsort und Testmedien	14
3.3 Probenahmen.....	14
3.4 Mikrobielle Analysen.....	15
3.4.1 Medien, Reagenzien, Supplemente	15
3.4.2 Probenvorbereitung	18
3.4.3 Medienvorbereitung.....	19
3.4.4 Durchführung.....	19
3.4.5 Plattengussverfahren	20
3.4.6 Membranfiltrationsverfahren	20
3.4.7 MPN Verfahren mit IDEXX Quantitray®	20
3.4.8 Auszählen der KBE	21
3.5 Phagenuntersuchungen.....	21
3.6 Durchflusszytometrie.....	24
3.7 Huminstoffe	25
3.8 Spurenstoffe.....	26
3.9 Abwasserbereitstellung	28
3.10 Messdatenaufzeichnung.....	29
4 Versuchsdurchführung Überblick.....	32

4.1	Konzeptionierung Versuchsanlage	32
4.2	Steuerung.....	32
4.3	Assembling, Aufbau, Testbetrieb	33
4.4	Challenge-Tests im Versuchstechnikum	35
4.5	Feldtest zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen	39
5	Ergebnisse des Testbetriebs	41
5.1	Anlagenkonzept	41
5.1.1	Aufbereitungsprinzip und Abwässer der Aufbereitung	41
5.1.2	Sicherheitskonzept und Versagenswahrscheinlichkeit	42
5.1.3	Fließschema.....	43
5.1.4	Ausführungsdetails.....	47
5.2	Anlagensteuerung	47
5.3	Anlagentestbetrieb zur Festlegung der Steuerparameter	49
5.3.1	Aufbau, Funktionsbeschreibung, Mess- und Steuerparameter	49
5.3.2	Integritätstests im Normalbetrieb	54
5.4	Absichtliche mechanische Beschädigung einer Membran.....	56
5.4.1	Messwerte der Integritätstests der beschädigten Membran.....	58
5.4.2	Simulation von rund 390 Tagen Normalbetrieb.....	60
5.5	Anlagentestbetrieb für Probenahmen	71
5.5.1	Desinfektion der Anlage	71
5.5.2	Ergebnisse der Probenahme vom 4.4.2017	72
5.6	Testbetrieb mit modifizierter zweiter UF-Stufe	76
5.7	Effizienz chemischer Reinigungen der Membranmodule	80
5.7.1	Basische Chlorreinigung	80
5.7.2	Saure Reinigung mit anschließender basischer Chlorreinigung	82
5.8	Energieverbrauch.....	83
5.9	Betriebskosten gesamt	85
5.10	Membranbruchwahrscheinlichkeit und Membranbrüche im Testbetrieb ..	86
5.11	Feststellung der Alarmgrenzen der Integritätstests	87

5.11.1	Wartezeiten bis zur DAF-Messung	87
5.11.2	Messung bei befüllter bzw. entleerte Feedseite.....	88
5.11.3	Veränderung des DAF-Grenzwertes mit zunehmendem Fouling	88
5.11.4	DAF-Grenzwerte für intakte Membran.....	90
6	Ergebnisse der Challenge-Tests im Versuchstechnikum	91
6.1	Standard-Mikrobiologie und Phagen-Rückhalt.....	91
6.1.1	Erster Challenge Test am 25. April 2017	93
6.1.2	Zweiter Challenge Test am 09. Mai 2017.....	97
6.1.3	Dritter Challenge-Test am 16. Mai 2017	99
6.1.4	Vierter Challenge Test am 22. Mai 2017	103
6.1.5	Fünfter Challenge Test am 13. Juni 2017	108
6.1.6	Ergebnisse der Durchflusszytometrie	111
6.1.7	Zusammenfassung - Standard-Mikrobiologie Challenge-Tests	113
6.2	Spurenstoffrückhalt.....	114
6.2.1	Vor-Ort-Parameter.....	115
6.2.2	Voruntersuchung zum Huminstoffrückhalt	119
6.2.3	Ergebnisse zum Spurenstoffrückhalt	119
6.3	Durchwachsens eines Biofilms	127
6.3.1	Vorversuche zum Biofilmwachstum.....	127
6.3.2	Erster Durchwachsversuch „Worst Case Scenario“	130
6.3.3	Zweiter Durchwachsversuch „Normalbedingungen“	134
6.3.4	Dritter Durchwachsversuch „Nährstoffverfügbarkeit“.....	136
7	Ergebnisse zum Feldversuch Huminstoffrückhalt	142
7.1	Chemische Untersuchungen	144
7.1.1	pH-Wert	144
7.1.2	DOC (Maß für den Gesamtgehalt an Huminstoffen in Wasser).....	145
7.1.3	Spektraler Adsorptionskoeffizient (SAK)	146
7.2	Spektren.....	149
7.3	Größenausschlusschromatographie (SEC)	150
8	Zusammenfassung und Schlussfolgerung.....	155

8.1 Mikrobiologische Sicherheit.....	155
8.2 Rückhalt von Huminstoffen und Spurenstoffen	157
8.3 Feststellung der Alarmgrenzen der Integritätstests	158
8.4 Wirtschaftlichkeit, Energieaufwand und Konzentratentsorgung.....	159
Tabellenverzeichnis.....	161
Abbildungsverzeichnis	163
Literaturverzeichnis	165
Anhang Lastenheft Anlagensteuerung, Visualisierung, Datenaufzeichnung	167
Anhang Datenblatt Membranmodul.....	176
Anhang Flockungsmittel Sicherheitsdatenblatt (Auszug).....	178

1 Problemstellung und Ziele

1.1 Hintergrund

Trinkwasser wird in Österreich fast ausschließlich aus Grund- oder Quellwasser gewonnen. Vielfach können diese Wasserressourcen ohne weitere konventionelle Aufbereitung als Trinkwasser genutzt werden, oftmals sogar gänzlich ohne Desinfektion. Gelegentlich auftretende Trübungen (insbesondere bei oberflächennahen Kluft- und Karstquellen) oder Belastungen durch Huminstoffe können aber in vielen Fällen vorhanden sein. Diese Beeinträchtigungen führen nicht zwingend zur Genussuntauglichkeit des Wassers, können aber Probleme im Leitungsnetz oder in Zusammenhang mit einer konventionellen Desinfektion (Chlor, Ozon oder UV) verursachen.

Einhergehend mit Trübungen und durch Einsickerungen von der Geländeoberfläche kann auch eine mikrobiologische Belastung auftreten. Wenn eine Beeinflussung der Wasserressource durch Oberflächenwässer vorliegen könnte, muss grundsätzlich von einer mikrobiologischen Verunreinigung ausgegangen werden. Je nach Gewässertyp und hydrogeologischem Umfeld können Wasserressourcen generell mit Huminstoffen oder Trübstoffen sowie zunehmend mit Spurenstoffen belastet sein (bzw. werden diese mit der immer besser werdenden Analytik in zunehmendem Umfang erkannt), die die Trinkwassernutzung beeinträchtigen bzw. neue Aufbereitungsmaßnahmen erforderlich machen.

Durch eine Möglichkeit huminstoffbelastete Wässer nicht mehr einer konventionellen Desinfektion unterziehen zu müssen, könnten Desinfektionsnebenprodukte vermieden und das Nachverkeimungspotential derartiger Wässer gesenkt werden.

1.2 Problembereiche

Huminstoffreiche Wässer weisen speziell in Kombination mit Desinfektionsmaßnahmen verschiedene Schwierigkeiten hinsichtlich Desinfektionsnebenprodukte und Nachverkeimungspotential auf.

Mit Ozon oder anderen oxidativ wirkenden Desinfektionsmitteln (Chlorierung) werden die langkettigen Huminstoffmoleküle zerstört und die organischen Bestandteile dadurch verstärkt bakterienverfügbar. Die aufbereiteten Wässer entsprechen zwar nach der

Desinfektion bakteriologisch der Trinkwasserverordnung, neigen aber deutlich stärker zur Nachverkeimung im Leitungsnetz als vor der Desinfektion. Auch bei der Behandlung stark DOC-hältiger Wässer mit Chlorverbindungen besteht die Gefahr, dass sich aus den Huminstoffen durch Aufspaltung zusätzlich Substrate im Rohrnetz bilden.

Im Fall einer UV-Desinfektion gibt es Einschränkungen durch verminderte UV-Transmission von trübstoff- oder huminstoffbelasteten Wässern. Speziell bei Kluft- und Karstquellen kann es infolge von starken Niederschlägen fallweise zur Trübung des Rohwassers kommen und damit einhergehend zur Gefahr von mikrobiologischen Verunreinigungen, die von der Oberfläche in die Wasserressource eingeschwemmt werden. Mikrobiologische Verunreinigungen können an Partikeln anhaften und sich so der Desinfektion entziehen. Bei starken Niederschlägen nach langen Trockenzeiten im Sommer kann dieser Effekt durch das Vorhandensein von Trockenrissen im Oberboden verstärkt auftreten. Die Einflüsse des Klimawandels lassen eine zukünftige Zunahme dieser Ereignisse wahrscheinlich erscheinen. Bei zu hohen Trübungswerten können UV-Anlagen wegen geringer UV-Transmission nur mit einem eingeschränkten Durchfluss betrieben bzw. muss das Wasser ausgeleitet werden, wenn keine gesicherte Desinfektion mehr gegeben wäre. Ein reales Problem bei der Ausleitung ist, dass Trübstoffbelastungen nach Starkregenereignissen bis zu 4 Tage lang andauern können, während die Behälterkapazitäten zumeist nur einen halben bis zu einem Tageswasserverbrauch betragen. Die Versorgung muss in dieser Zeit über alternative Ressourcen, Notverbände zu anderen WVU oder eine zusätzliche Desinfektionsmaßnahme mit Chlor erfolgen.

Dass die Membranfiltration prinzipiell in der Lage ist, auch mikrobiologische Verunreinigungen zurückzuhalten, gilt international als erwiesen (MUTSCHMANN und STIMMELMAYR, 2014, S 318). Da die Wasserinhaltsstoffe im Zuge der Membranfiltration nicht chemisch verändert werden, kommt es zu keiner Aufspaltung von Huminstoffen, die zusätzliche Substrate für Nachverkeimungen liefern. Auch Trübstoffe beeinträchtigen die Reinigungsleistung einer Membranfiltration nicht (XIA et al., 2005). Es kommt lediglich zu einem Anstieg des Druckverlustes an der Membran (Transmembrandruck (TMP)) bzw. zu häufiger erforderlichen Rückspülungen.

Dennoch werden in der Trinkwasseraufbereitung bislang keine Membranfiltrationsanlagen ohne nachgeschaltete Desinfektionsstufe realisiert, da Faserbrüche der Membranmodule zwar selten sind, aber nicht ausgeschlossen werden können (KRAUSE, 2007).

1.3 Ziel

Ziel des Forschungsprojektes ist der Nachweis der Anwendbarkeit einer zweistufigen Membrankonfiguration als alternatives Aufbereitungsverfahren, das eine hohe Sicherheit gegen unentdeckte Faserbrüche der Membranmodule aufweist und ohne nachgeschaltete Desinfektionsstufe betrieben werden kann.

Die Darstellung der Potentiale der zweistufigen Membrankonfiguration, wahlweise auch in Kombination mit einer modifizierten Ultrafiltrationsmembran, hinsichtlich verschiedener in der Trinkwasseraufbereitung relevanter Substanzen.

Im Detail soll die Möglichkeit der Konfiguration der zweistufigen Membranfiltration in Kombination mit automatisierten Integritätstests zur Membranüberwachung, insbesondere auch hinsichtlich der hygienischen Anforderung an einen Betrieb gänzlich ohne nachfolgender konventioneller Desinfektion dargestellt werden. Des Weiteren soll die Konfiguration aus zwei konventionellen Hohlfaser-Ultrafiltrationsmembranen oder einer konventionellen und einer modifizierten Hohlfaser-Ultrafiltrationsmembran mit geringerer nominaler Porenweite auf ihr Potential hin beschrieben werden, mehrere Aufbereitungserfordernisse der Trinkwasseraufbereitung gleichzeitig zu erfüllen.

2 Lösungsansätze – UF2-Konzept

Um die Leistungsfähigkeit des Systems feststellen zu können, werden die Membranmodule bzw. die Gesamtanlage entsprechend des eigens entwickelten Anlagenkonzeptes verschiedenen Challenge-Tests unterzogen.

Die Untersuchungen sind in folgende Themengebiete gegliedert:

- (A) mikrobiologische Sicherheit,
- (B) Rückhalt von Humin- und Spurenstoffen,
- (C) Feststellung der Alarmgrenzen der Integritätstests und
- (D) Aussage über die Wirtschaftlichkeit inkl. Energieaufwand und Konzentratentsorgung.

Die Lösungsansätze des UF2-Konzepts beruhen auf zwei Überlegungen: Erstens das Konzept der Zweistufigkeit der Ultrafiltration, um eine hohe mikrobiologische Sicherheit zu erreichen und zweitens die Möglichkeit mit einer modifizierten Ultrafiltrationsmembran als zweite Stufe eine Verbesserung der Reinigungsleistung hinsichtlich relevanter Inhaltsstoffe in der Trinkwasseraufbereitung zu erreichen.

2.1 Das Konzept der Zweistufigkeit der Ultrafiltration

Die Zweistufigkeit ist in zweierlei Hinsicht wichtig: Sie dient einerseits dem Schutz der zweiten, nachgeschalteten und gegebenenfalls modifizierten Ultrafiltrationsmembran und erfüllt andererseits die Forderung nach hoher Sicherheit gegenüber eines unentdeckten Versagens des Filtersystems. Dadurch kann ein direkter, diskontinuierlicher, dafür aber einfacher und kostengünstiger aber dennoch hoch sensitiver Integritätstest (DAF = Luftdiffusionstest) eingesetzt werden.

Damit können die Vorteile der rein mechanischen Art der Aufbereitung in mikrobiologischer Hinsicht genutzt werden. Desinfektionsnebenprodukte sind ausgeschlossen, da keinerlei reaktive Stoffe zugesetzt werden. Eine unsichere Desinfektion durch Trübstoffe ist ebenso ausgeschlossen, da diese durch die UF-Membran in hohem Maße zurückgehalten werden.

Die Aufbereitung in mikrobiologischer Hinsicht durch ausschließlichen Rückhalt an Membranen und ohne nachgeschaltete Desinfektionsstufe wurde bislang nicht realisiert, da Faserbrüche der Membranmodule zwar selten sind, aber nicht ausgeschlossen werden

können. Durch die Zweistufigkeit in Kombination mit regelmäßig (z.B. täglich) durchgeführten, automatisierten Integritätstests (mit einem Druck von z.B. 2 bar) kann die Wahrscheinlichkeit eines unentdeckten Faserbruches auf ein Minimum reduziert werden.

Selbst wenn der Integritätstest mit 1 bar (damit können Membrandefekte von 2,8 µm erkannt werden) nur einmal wöchentlich und nur für eine einstufige Membranfiltration vorgenommen wird, wären Berechnungen aus der Literatur zufolge ein Rückhaltevermögen von über 99,995 % (LRV > 4,5) gegenüber pathogenen Bakterien gegeben (Pearce, 2007).

Anm.: Laut Österreichischem Lebensmittelbuch Kap. B1 Trinkwasser muss durch Desinfektionsverfahren eine Reduktion der Krankheitserreger (pathogener Mikroorganismen) von zumindest 4 log-Stufen (LRV > 4 bzw. Faktor 10.000) erwartbar sein.

Durch den Nachweis der sicheren Anwendbarkeit und Beschreibung der Rahmenbedingungen einer zweistufigen Membranfiltration mit automatisierten Integritätstests soll diese Methode als alternatives Desinfektionsverfahren Stand der Technik werden. Insbesondere in Fällen, wo herkömmliche Desinfektionsverfahren Einschränkungen (hoher TOC Gehalt bei Chlorung, Trübe bei UV) unterliegen.

2.2 Verwendung einer modifizierten Hohlfaser-Ultrafiltrationsmembran

Durch die Modifizierung einer Hohlfaser-Ultrafiltrationsmembrane (als 2. Stufe der Anlage) wird eine nominale Porengröße ähnlich der Nanofiltration angestrebt. Die Modifizierung ist dabei durch Beschichtung (Oberflächenbeschichtung auf Polymerbasis, SPRUCK et al., 2013) und / oder durch Unterstützung mit Flockungsmitteln (ggf. „Precoating“) vorgesehen. Alternativ kann auch der Produktionsprozess der Hohlfasermembranen verändert werden (Streckfaktor), wodurch eine geringere Porengröße entsteht. Alle Verfahren haben Vor- und Nachteile.

Im Fall der Oberflächenbeschichtung wirft die gleichmäßige Benetzung der Oberflächen noch Probleme auf. Die Technologie der Modifikation ist noch in Entwicklung. In einem diesbezüglichen Forschungsprojekt („C-MEM Oberflächen und Material Optimierung“) konnte bislang keine einheitliche Qualität der Membranoberfläche sichergestellt werden. Vorteil dieser modifizierten Membran wäre, dass die Herstellung der herkömmlichen Hohlfaser-Ultrafiltrationsmembrane und auch die Modifikation kostengünstig erfolgt und

nach wie vor nur ein niedriger Transmembrandruck im Vergleich zu einer Nanofiltration nötig ist.

Das Precoating mit Flockungsmitteln stellt eine Übergangslösung dar, da dieser Prozess nach jeder Reinigung / Rückspülung wiederholt werden muss und einen höheren Geräte- und Chemikalienaufwand bedeutet.

Die Veränderung des Streckfaktors in der Produktion der Hohlfasermembranen stellt den sichersten Weg zu einer verringerten Porengröße dar, hat aber den Nachteil, dass für die so produzierten Hohlfasermembranen noch keine Erfahrungen mit der tatsächlichen Verringerung der Porengröße und mit der Aufbringung des Netzmittels in die kleineren Poren vorliegen. In einer ersten Produktionscharge entstanden Membranen, die bei dem gegebenen Transmembrandruck so gut wie dicht waren und über die kaum Permeat produziert werden konnte. Erst in weiteren Chargen entstanden Membranen die über ein besseres Verhältnis von Transmembrandruck zu Permeatausbeute verfügten.

Für die Ausstattung der UF2 Anlage mit modifizierten Membranen wurde dennoch letztere Methode (Veränderung des Streckfaktors in der Produktion) gewählt, da mit diesem Verfahren eine gezielte Variation des nominellen Porendurchmessers am einfachsten realisierbar erschien.

3 Material und Methoden

3.1 Bauteile der Anlage

Die Verrohrungen der Anlage bestehen aus Edelstahl. Es wurden kein verzinktes Eisen oder Panzerschläuche verbaut. Die Probenahmestellen sind ebenfalls aus Edelstahl und somit abflämmbar. Als Ventile wurden langsam schließende Ventile gewählt, sogenannte Motorkugelhähne, welche Rückmeldung über die Ventilstellung geben.

Die Komponenten der UF2-Anlage sind in Tabelle 1 aufgelistet:

Tabelle 1: Anlagenbauteile

Anzahl	Bauteil
2	Edelstahlzylinder (Druckgehäuse für Membranmodule (M1 und M2))
2	Hohlfasermembrankartuschen samt Schutzgehäuse
1	Spülwasserspeichertank (22 l)
1	Kompressor für Prüf- und Spülluft (Jun-Air-Kompressor)
1	Luftfilter (F7)
1	Rohwasserpumpe
1	Vorlagetank (900 l)
14	Automatische Ventile (Va) für Wasser und Luft
3	Manuelle Ventile (Vm) zur Probenahme
1	Rückschlagventil (NRV)
2	Ventile für selbsttätige Entlüftung (VV)
3	Druckmessgeräte (PICR)
3	Durchflussmessgeräte (FICR)
1	Schaltsteuerungsschrank
3	Probenahmehähne
3	Abflussrohre zum Entleeren der Membranmodule und des Spülwasserspeichers
1	Manueller Durchflussregler

Anzahl	Bauteil
1	Rührwerk zum Durchmischen des Vorlagetanks
1	Stand PC zur Visualisierung und Datenaufzeichnung

3.2 Aufstellungsort und Testmedien

Die Versuchsanlage wurde in einem speziell für die Untersuchungen abgetrennten Bereich, dem sogenannten „Glashaus“, im Technikum des Instituts für Siedlungswasserbau an der BOKU aufgestellt. Dieses Glashaus ist mit einer Lüftungsanlage ausgestattet (F7-Filter), um kontinuierlich einen Überdruck mit frischer Luft zu gewährleisten. Damit soll vermieden werden, dass Kontaminationen auf dem Luftweg aus dem Technikum in das Glashaus eingetragen werden.

In diesem Glashaus befindet sich auch der Vorlagetank (Fassungsvermögen 900 l), in den die Zugabe der verschiedenen Teststoffe erfolgte. Zur Homogenisierung der Probe wurde ein Rührwerk mit Rührpaddel eingesetzt.

Als Testmedien kamen zur Anwendung:

- Häusliches Abwasser (gewonnen aus der zentralen Abwassersammelstelle des Instituts für Siedlungswasserbau)
- Phagen-Mischung des Österreichischen Forschungsinstituts für Chemie und Technik (ofi) – MS2 Phagenreferenzstamm (ATCC 15597-B1)
- Spurenstoffmischung, im Labor des Institutes hergestellt.

3.3 Probenahmen

Die Anlage verfügt über drei Hähne zur Probenahme:

- Hahn vor der 1. Membran (=“Rohwasser“): Beprobung des entsprechend vorbereiteten Wassers (Phagen, Abwasser, Spurenstoffe) aus dem Vorlagetank (900 l Fassungsvermögen, Durchlaufrate 600 l/h)
- Hahn nach der 1. Membran (=P1, Permeat 1): Beprobung des Wassers nach der ersten Filtration
- Hahn nach der 2. Membran (=P2, Permeat 2): Beprobung des Wassers nach der zweiten Filtration

Alle Probenahmestellen wurden zu Beginn eines Durchlaufs (innerhalb der ersten 100 l Wasserdurchlauf) und gegen Ende eines Durchlaufs (nach 600 l Wasserdurchlauf) beprobt. Dafür wurden zunächst die Sofortparameter bei laufendem Hahn bestimmt (Temperatur, pH-Wert, O₂-Sättigung, Leitfähigkeit) und anschließend das Wasser für die Untersuchungen entnommen. Im Falle der mikrobiellen Probenahme für die mikrobiologische Untersuchung wurde das Wasser gemäß den Vorgaben für mikrobiologische Probenahmen entnommen: Jeder Hahn wurde nach anfänglichem laufen lassen (2 bis 5 Minuten für die Sofortparameter) mindestens 2 Minuten mit dem Bunsenbrenner abgeflammt, wieder aufgedreht, das Wasser noch einmal rund 1 Minute laufen gelassen, und dann in eine sterile Schottflasche abgefüllt. Alle Probengebinde wurden sofort gekühlt und bis zur Untersuchung bei 4°C aufbewahrt (maximal 3 Stunden zwischen Probenahme und Untersuchung).

3.4 Mikrobielle Analysen

3.4.1 Medien, Reagenzien, Supplemente

Alle verwendeten Geräte, Verbrauchsmaterialien, Medien und sonstige Reagenzien sind in Tabelle 2 bis Tabelle 5 aufgelistet.

Tabelle 2: Verwendete Verbrauchsmaterialien

Name	Hersteller	Artikelnummer
Autoklavierband	Roth	01052-IP
Desinfektionsmittel	Schülke	mikrozid® sensitive liquid
Hand- und Hautdesinfektion	Schülke	desderman® pure
Dispenser	Eppendorf	Varispenser® plus
Eprouvetten	Schott Duran	
Eprouvettenständer		
Eprouvettenverschlüsse	Schuett-Biotech	CAP-O-TEST
Glasflaschen	Schott Duran	
Hygienemasken	VWR Sterile	113-0716
Latexhandschuhe	VWR	112-1252
Messzylinder	VWR, Duran	
Nitrilhandschuhe	VWR	112-1372
Parafilm	Pechiney	PM996
Petrischalen	GREINER Bio-One GmbH	633181
Pipettenspitzen (1-25 ml)	VWR Sterile	612-1240, 612-4932, 612-4950

Tabelle 3: Verwendete Geräte

Name	Hersteller	Artikelnummer
Autoklav	Certo Clav Sterilizer GmbH	Certo Clav CV-EL 12 L
Brutschrank	Memmert	IPP110
Gaslötlampe	PROFILINE	22662
Filtrationssystem	Sartorius	16828
Heizplatte	IKA Labortechnik Staufen	IKA RCT basic
Koloniezähler	Stuart	SC6
Kühlschrank 4°C	York International GmbH	
Membranen	Sartorius	11406-50-ACN
Mikrowelle	Whirlpool easytronic	
Pipettierhilfe	Brand	Macro
UV-Licht	Sigma-Aldrich	Z169374
Vortex	VELP Scientifica	ZX3 Advanced Vortex Mixer
Waage	Sartorius AG	GP 4102
Wasserbad	GFL	1003

Tabelle 4: Verwendete Nährmedien

Name	Hersteller	Artikelnummer
Cetrimid-Agar Pseudomonas-Selektivagar (Basis)	Merck	1.05284.0500
Coliformen Agar ES (enhanced selectivity) (CCA)	Merck	1.00850.0500
Hefeextrakt Agar nach ISO 6222 (HEA)	Merck	1.13116.0500
Membranfilter-Enterokokken-Selektivagar nach SLANETZ UND BARTLEY (SB)	Merck	1.05262.0500
Peptonwasser (gepuffert); nach ISO 6579	Merck	1.07228.0500
R2A Agar	Merck	1.00416.0500

Tabelle 5: Weitere Reagenzien

Name	Hersteller	Artikelnummer
Deionisiertes Wasser (dH ₂ O)	Sartorius	arium® ultrapure water system
Glycerol	Sigma-Aldrich	G9012
Pseudalert®	IDEXX	WCMBPA-20-2K

3.4.2 Probenvorbereitung

Die abgefüllten Wasserproben wurden geschüttelt, ca. 10 ml steril entnommen und in eine Epprovette überführt. Nach EN ISO 6887-1:1999 und ISO 6887-2:2003 wurden hiervon ausgehend für die Rohwasserproben dezimale Verdünnungstufen mit 1 ml Probe bzw. vorheriger Verdünnungsstufe und 9 ml Peptonwasser hergestellt, welche in einer sterilen Epprovette gründlich gevortext wurden. Pro Rohwasserprobe wurde eine Verdünnungsreihe hergestellt. Für das Membranfiltrationsverfahren wurden die Verdünnungsstufen in sterilen Flaschen mit sterilem dH₂O hergestellt. Aufgrund der schwer abschätzbaren koloniebildenden Einheiten (KBE) der Rohwasserproben wurden die zu inkubierenden Verdünnungsstufen zunächst eher großzügig (3-4 Verdünnungsstufen) gewählt. Von den Permeatproben wurden nur die unverdünnten Originalproben inkubiert, da die zu erwartenden KBE gering sind. Alle Proben wurden im Doppelansatz untersucht.

3.4.3 Mediovorbereitung

Die Nährmedien wurden nach Herstellerangaben zubereitet, in der Mikrowelle bis zum Lösen erhitzt, wenn möglich bei 121 °C und 1 bar Überdruck 15 min. autoklaviert und im Wasserbad auf 50 °C abgekühlt. Medien, die nicht autoklaviert werden können, wurden ohne Druck gekocht. Die Nährmedien für die Membranfiltration (Cetrimidagar, SB Agar und CCA) wurden in kleine Petrischalen (55 mm Durchmesser) gegossen, Nährmedien für das Koch'sche Plattengussverfahren (Hefeextraktagar, R2A) wurden bis zum Gebrauch im Wasserbad aufbewahrt.

3.4.4 Durchführung

Die mikrobiologischen Untersuchungen wurden nach den entsprechenden ISO Referenzmethoden durchgeführt. Die Permeatproben wurden hierfür als desinfiziertes Wasser betrachtet und daher 250 ml statt 100 ml bei der Membranfiltration untersucht. Tabelle 6 stellt die verwendeten Untersuchungsparameter dar. Aufgrund der sehr starken Begleitflora bei der Untersuchung auf das Vorhandensein von *Pseudomonas aeruginosa* wurde eine weitere Methode (IDEXX Quantitray®) zur Identifizierung und Quantifizierung dieser Mikroorganismengruppe herangezogen.

Zusätzlich wurde die Koloniezahl bei 27°C auf R2A Medium bestimmt. Dieses Nährmedium hat eine geringe Konzentration an Nährstoffen, um die realen Bedingungen im Wasser widerzuspiegeln. Wenn Kolonien in diesem Nährmedium nach der Desinfektion nachweisbar sind, deutet dies auf eine mögliche Nachverkeimung im Wasser hin und auch, dass heterotrophe Bakterien unter geringen Nährstoffanspruch kultivierbar sind.

Tabelle 6: Untersuchungsparameter und die dazugehörigen Normen

Mikroorganismen	ISO Norm	Medium	Verfahren	Inkubations- bedingung Temp. [°C]	Inkubations- bedingung Zeit [h]
Gesamtkeimzahl	ISO 6222:1999	HEA	Plattenguss	22	72
Gesamtkeimzahl	ISO 6222:1999	HEA	Plattenguss	37	48
Gesamtkeimzahl	ISO 6222:1999	R2A	Plattenguss	27	7 Tage
Pseudomonas aeruginosa	EN 12780:2002	Cetrimid Agar	Membranfiltration	37	48
Coliforme und E. coli	ISO 9308- 1:2014	CCA	Membranfiltration	37	24
Enterokokken	ISO 7899- 2:2000	SB	Membranfiltration	37	48

3.4.5 Plattengussverfahren

1 ml der Probe bzw. Verdünnungsstufe wurde in eine sterile Petrischale pipettiert und ca. 20 ml des entsprechenden Mediums hinzugefügt. Die Petrischale wurde mehrmals vorsichtig in Achterschleifen geschwenkt, um eine homogene Mischung von Medium und Inokulum zu erreichen. Nach dem Festwerden des Agars wurde die Petrischale kopfüber bei der entsprechenden Temperatur für eine definierte Zeit inkubiert.

3.4.6 Membranfiltrationsverfahren

Ein Filtrationssystem wurde zunächst durch gründliches Abflämmen sterilisiert und abkühlen gelassen. Anschließend wurde ein Membranfilter auf die Vorrichtung gelegt und ein Trichter aufgesetzt. 100 ml Rohwasser oder eine Verdünnungsstufe davon bzw. 250 ml der Permeatproben wurden in den Trichter gefüllt und mittels einer Wasserstrahlpumpe durch den Filter gesaugt. Der Filter wurde auf ein entsprechendes Medium gelegt und kopfüber inkubiert.

3.4.7 MPN Verfahren mit IDEXX Quantitray®

100 ml Probe wurden mit einer Portion Pseudalert® Medium in einer sterilen Flasche gründlich geschüttelt, bis sich alles gelöst hat. Der Inhalt wurde in einen Quantitray®, bestehend aus 49 großen und 48 kleinen Kammern, gegossen und versiegelt. Der Tray wurde 24 h bei 37 °C inkubiert und anschließend unter UV Licht bei 366 nm auf Fluoreszenz

überprüft. Fluoreszierende Kammern wurden positiv, nicht fluoreszierende Kammern negativ bewertet. Anhand der Anzahl an positiven Kammern erfolgt mittels einer MPN Tabelle eine Abschätzung über die Anzahl an *Pseudomonas aeruginosa* in der Probe. Von den Permeatproben wurde ein presence/absence Test durchgeführt: 250ml Probe wurden mit Pseudalert® versetzt und in einer Flasche inkubiert. Die Flaschen wurden ebenfalls unter UV Licht auf Fluoreszenz untersucht.

3.4.8 Auszählen der KBE

Nach der Inkubation wurden die KBE auf jeder auszählbaren Petrischale gezählt. Abhängig vom Medium wurden entweder alle KBE oder nur Spezifische gezählt. Tabelle 7 listet die zu zählenden Kolonien jedes Mediums.

Tabelle 7: Untersuchungsparameter und die dazugehörigen Normen

Mikroorganismen	Medium	KBE	Erscheinungsbild der Kolonien
Gesamtkeimzahl	HEA, R2A	≤300	kleine bis große, durchsichtig bis weiße, gelbliche oder orange Kolonien
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Cetrimid Agar	≤300	blaugrüne Kolonien., fluoreszierende Kolonien
Coliforme	CCA	≤300	rote und blaue Kolonien
<i>E. coli</i>	CCA	≤300	blaue Kolonien
Enterokokken	SB Agar	≤300	rotbraune Kolonien

3.5 Phagenuntersuchungen

Phagen sind Viren, die ausschließlich Bakterien befallen. Da sie widerstandsfähiger sind als ihre Wirte, ist der Nachweis von Phagen prinzipiell ein Indikator dafür, dass diese Wirtsbakterien im Wasser vorhanden waren oder noch aktiv sind. Weiterhin wird das Indikatorkonzept für enterale Viren oder anderer Krankheitserreger kontrovers diskutiert. Nichtsdestotrotz werden Bakteriophagen als Modellorganismen für humanpathogene Viren im Wasser genutzt. Bakteriophagen sind aufgrund ihrer Größe und Durchgängigkeit in Bodenschichten Viren ähnlich. Auch die Konzentration an Phagen im Wasser ist üblicherweise höher als jene von Viren, was ein geringes Probenahmenvolumen erforderlich macht (FEUERPFIL und BOTZENHART, 2008).

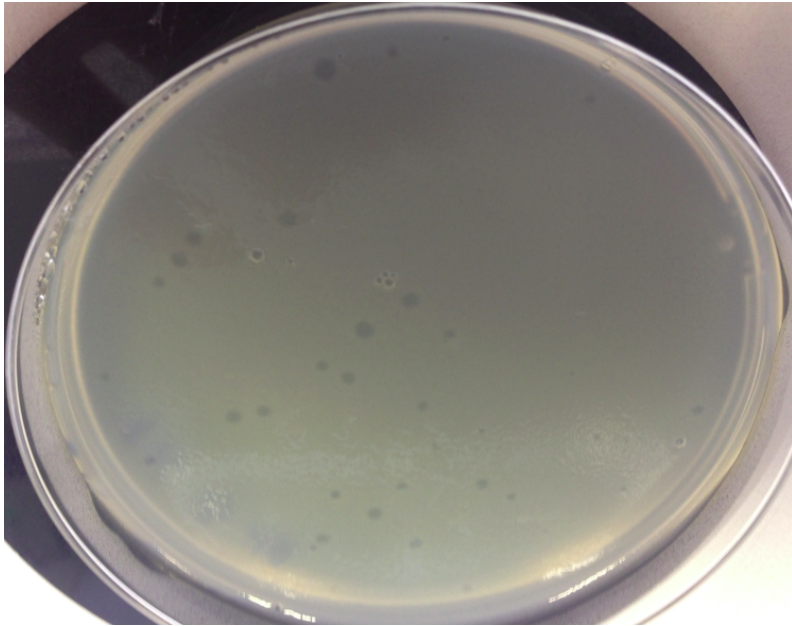
Die Analysen wurden durch das OFI - Österreichisches Forschungsinstitut für Chemie und Technik - durchgeführt.

In einem ersten Schritt wurde am Vortag der Untersuchung der Wasserproben der Phagenwirtstamm Escherichia coli ATCC 700891 in einer Flüssigkultur (0,1 ml Bakteriensuspension in 50 ml Casein-Soja-Pepton-Bouillon) für 24 h bei 37 °C und 110 rpm kultiviert.

Am Tag der Untersuchung wurden frische Agarplatten mit Nutrient-Hart-Agar gegossen und aushärten gelassen. Pro Agarplatte bzw. auszuplattierender Probe wurde jeweils ein Verdünnungsröhrchen mit 0,2 ml Bakteriensuspension (Konzentration ca. 10⁸-10¹⁰ KBE/ml) sowie 4 ml Nutrient-Weichagar befüllt, kurz geschüttelt und im Wasserbad bei 48 °C temperiert.

Die Wasserproben wurden je nach erwartetem Phagengehalt in 1:10er Schritten in Nutrientmedium verdünnt. Anschließend wurden pro Probe und Verdünnungsstufe 1 ml entnommen, zu einem mit Wirtsbakterien beimpften Nutrient-Weich-Agar Röhrchen hinzupipettiert, kurz geschüttelt und der Weichagar auf eine ausgehärtete Nutrient-Hart-Agar Platte gegossen. Die Nutrient-Agarplatten wurden nach einer Inkubationsdauer von 24 h bei 37 ± 1 °C ausgezählt. Bei diesen Platten wurden nicht Kolonien, sondern die durch Phagen verursachten Plaques ausgezählt. Plaques sind Flecken auf einem konfluenten Bakterienrasen, die durch Lyse der bakteriellen Zellen und deren unmittelbaren Nachbarzellen nach einer Infektion mit Viruspartikeln entstehen (siehe Abbildung 1).

Abbildung 1: Positivkontrolle Plaquebildung im festen Medium



In Tabelle 8 sind die verwendeten Medien für die Phagenuntersuchungen aufgelistet. Alle Medien wurden vor der Verwendung für 20 min bei 121 °C autoklaviert.

Tabelle 8: Verwendete Reagenzien - Phagenuntersuchungen

Name	Rezeptur
CASO-Boullion von Merck	hergestellt nach Herstellerangabe
Nutrientmedium	Caseinpepton, 5 g Fleischextrakt, 3 g MgSO ₄ *7H ₂ O, 1,25 g Deionisiertes Wasser, 1000 ml
Nutrient-Hart-Agar	Caseinpepton, 4 g Fleischextrakt, 2,4 g Agar, 12 g MgSO ₄ *7H ₂ O 1 g Deionisiertes Wasser, 800 ml
Nutrient-Weich-Agar	Caseinpepton, 4 g Fleischextrakt, 2,4 g Agar, 6 g Deionisiertes Wasser, 800 ml
Physiologische Kochsalzlg.	NaCl, 9 g Deionisiertes Wasser, 1000 ml

3.6 Durchflusszytometrie

Unter „Zytometrie“ versteht man das „Zählen von Zellen“, beispielsweise mittels automatisierter Epifluoreszenzmikroskopie, Coulter Counter oder der Durchflusszytometrie. Das Prinzip der durchflusszytometrischen Methode (DFZ) basiert auf der Färbung von in einer Probe befindlichen Zellen (z.B. Trinkwasser) mit einem Fluoreszenzfarbstoff. Wird die gefärbte Probe nun dem Durchflusszytometer zugeführt, werden die Zellen hydrodynamisch fokussiert und von einem Laserstrahl erfasst, wodurch jede einzelne Zelle zu einer Lichtstreuung und aufgrund des Farbstoffs zu einer Fluoreszenz mit unterschiedlicher Intensität führt. Diese Signale werden über Filter und Spiegel auf Detektoren geleitet und erfasst. Dieser Prozess wird tausend Mal pro Sekunde wiederholt, wodurch mehrere Tausend Zellen in kürzester Zeit mit hoher Präzision mittels Laser detektiert werden. Da abiotische Partikel wie Kristalle und Staub ebenso eine Lichtstreuung verursachen, wird dieses Hintergrundsignal eliminiert bzw. ausgegrenzt. Das Probenvolumen liegt im Bereich von

Millilitern und ist im Vergleich zu standardmäßigen mikrobiologischen Verfahren sehr gering. Die Probenahme erfolgt ähnlich wie bei den klassischen mikrobiologischen Proben, jedoch in einem kleineren (Kunststoff-) Gebinde (ca. 50 ml). Nach Färbung von aquatischen Proben mit DNA-Farbstoffen bilden sich sogenannte Cluster basierend auf der Fluoreszenzintensität und dem Seitwärtsstreulicht im Durchflusszytometer aus. Diese Gruppierung wird ausschließlich in der DFZ beobachtet und konnte bis heute nicht mit anderen Methoden verifiziert werden. Die Cluster stehen für Zellen mit einem niedrigen Nukleinsäuregehalt (LNA-low nucleic acid content) und einem hohen Nukleinsäuregehalt (HNA-high nucleic acid content). Die Fluoreszenzintensität wird in diesem Kontext als Indikator für den Nukleinsäuregehalt einer Zelle herangezogen und das Seitwärtsstreulicht wird als Index für die Zellgröße verwendet. Das Vorkommen von LNA/HNA-Fraktionen konnte in diversen aquatischen Systemen (marine und Süßwasser) beobachtet werden, jedoch ist über die Identität, Kultivierbarkeit und Charakteristika dieser Gruppen noch sehr wenig untersucht. Die LNA-Fraktion wird üblicherweise als „inaktiv“ bezeichnet, während die HNA-Fraktion üblicherweise als der „aktive“ bzw. vermehrungsfähige Part der bakteriellen Gemeinschaft angesehen und teilweise auch mit erhöhter Kultivierbarkeit assoziiert wird. Ein plötzlicher Anstieg an HNA-Zellen könnte möglicherweise als ein Hinweis auf Biofilmlösung bei Netzproben oder Auftreten einer Kontamination bei Rohwässern (Veränderung Wasserzusammensetzung) gedeutet werden. Mit den unterschiedlichen Parametern, die man aus dem DFZ herauslesen kann, lassen sich, oft in Kombination mit Betriebsdaten sowie Vor-Ort-Parametern, mikrobiologische Stabilitätszustände ableiten. Mit Hilfe der DFZ können aufgrund der sehr sensitiven Untersuchungsmethode Prozesse genauer beschrieben und Prozessparameter (z.B. als Vorwarnparameter) abgeleitet werden.

3.7 Huminstoffe

Natürliche organische Wasserinhaltsstoffe (NOM) - auch Huminstoffe genannt - sind Substanzen die als Ab- und Umbauprodukte von pflanzlichem und mikrobiologischem Material ubiquitär im Wasser und im Boden vorhanden sind. Unterschiedliche Gewässer haben unterschiedliche NOM-Zusammensetzungen.

Die meist verwendeten Methoden zur Untersuchung der NOM in Wasser oder Boden sind neben den Summenparametern TOC, DOC und SAK254, auch die UV-VIS-Spektrometrie, die Flüssigchromatographie und im Speziellen die Größenausschlusschromatographie / Size Exclusion Chromatographie (SEC).

Das SAK/DOC-Verhältnis - auch als Spektrale UV-Absorption (SUVA) bekannt - ist ein Indikator für den aromatischen Anteil der organischen Kohlenstoffverbindungen und wird als Maß für die Aromatizität dieser Verbindungen verwendet.

Die Analysemethoden zur Untersuchung der Huminstoffwässer umfassen dabei chemische Standardanalysen, UV-VIS-Spektrenmessungen und Untersuchungen mittels Hochdruck-Flüssig-Chromatographie (HPLC nach dem Größenausschlussverfahren SEC).

Verwendete Analysegeräte und Messbedingungen des HPLC-Verfahrens:

- HPLC: Agilent Technologies; 1200 Series mit Diodenarray-Detektor (DAD) und entsprechende Software (HP: Chem Station)
- Trennsäule: Agilent; PL aquagel-OH 20 5µm, 300 x 7,5 mm
- Vorsäule: Agilent; PL aquagel Guard 5µm, 50 x 7,5mm

Die chromatographische Analyse erfolgt mittels folgender Parametereinstellung:

- Säulentemperatur: 25 °C
- Runtime 18 min
- Fluss: 0,7 ml/min
- Detektor (DAD)
- Injektionsvolumen: 25 µl
- Wellenlänge: 200, 254, 280, 300 nm
- Eluent: 100 % Phosphatpuffer

Die Proben wurden unbehandelt (original) gemessen, soweit deren pH < 6,6 war (dieser pH-Wert ist HPLC-Methodenbedingt), ansonsten wurden sie auf pH 6,6 gebracht. Bei der Messung wurden beide Huminstoff-Fractionen (Fulvinsäuren und Huminsäuren) erfasst. Eine Behandlung der Proben mit Säure (Ansäuerung auf pH 2-3) führt hingegen zur Ausfällung der Huminsäuren. Somit wurden aus angesäuerten Proben die Fulvinsäuren bestimmt.

3.8 Spurenstoffe

Ziel dieses Versuches war es, die Frage zu beantworten, ob trinkwasserrelevante Spurenstoffe aus Grundwasser in der Membrananlage entfernt werden können. Für diese Aufgabe wurden 3 Pestizide (Simazin, Atrazin, Diuron) und 2 Arzneimittel (Diclofenac, Carbamazepin) als zu untersuchende Analyten festgelegt.

Dazu wurde im Labor des Inst. f. Siedlungswasserbau der Universität für Bodenkultur Wien eine Methode entwickelt, bei der die Analyten durch Festphasenextraktion (SPE) angereichert, mit Lösungsmittel eluiert und anschließend mit der HPLC unter Anwendung der UV-Detektion identifiziert und quantifiziert werden.

Verwendete Analysegeräte und Messbedingungen des HPLC-Verfahrens:

- HPLC; Agilent Technologies; 1200 Series mit Diodenarray-Detektor (DAD) und entsprechende Software (HP: Chem Station) Informationsaustausch mit dem Fördergeber und innerhalb des Konsortiums (Erstellung von Kurzberichten).
- Trennsäule: Zorbax Eclipse (Agilent) XDB-C18 (2,1mm x 150mm x 5µm)
- Analysengefäße: Cramp-Vials; 2ml mit passenden Glasinserts (100µl)
- Verschlusskappen (Aluminium) + PTFE Septum
- Verschlusszange für die Analysengefäße
- Druckfiltrationsapparatur
- Eprovetten (Glas)
- SPE-Vakuumapparatur mit Ventilen, Luer-Anschlüssen und Trocknungsaufsatz
- SPE-Säulchen: OASIS HLB 3cc (60mg, WATERS)
- Vakuumpumpe zum Absaugen von Lösungen
- Pipetten und Injektionsspritzen
- Pasteurpipetten 250 mm und Pipettierhilfen: Peleusball, Saugball
- Messkolben diverser Größen + Stopfen (Glas)

Als Vorbereitung auf die Analyse wurden alle Geräte, die mit der Probe in Berührung kamen, sorgfältig gereinigt, getrocknet oder/und ausgeheizt (120 °C). Die fünf Stoffe wurden in einer Konzentration von jeweils 1 µg/l dem Vorlagewasser der Anlage beigegeben.

Eine Anreicherung der zu bestimmenden Stoffe um einen Faktor von 100 ist für deren Bestimmung mittels HPLC-DAD notwendig. Daher wurde 100ml Probe mittels Membranfiltration (Filterporenweite 0,45µm) filtriert und mittels Solid Phase Extraction (SPE) unter Verwendung von OASIS SPE-Anreicherungssäulen auf 1 ml angereichert. Folgende Schritte wurden dabei durchgeführt:

- Konditionierung der SPE-Säulen zuerst mit 3 ml Methanol und dann mit 3 ml Reinstwasser.
- Anreicherung: Die zu analysierende Wasserproben (100 ml mittels Mensur abmessen), wurden durch das SPE-Säulchen gesaugt. Dabei wurde die Geschwindigkeit so dimensioniert (Regulierung des Unterdrucks), dass dieser Vorgang rund 40 Min. betrug. Anschließend wurden OASIS SPE-Säulen mit 9 ml Reinstwasser gewaschen.

- Nach dem Waschvorgang empfiehlt es sich, die Säulchen für 10 min „trocken zu saugen“, damit möglichst viel Waschwasser entfernt wird.
- Elution: Je Säulchen wurde mit 3 ml Methanol eluiert und das Eluat in einem Glasgefäß mit konischem Boden (Epruvetten) aufgefangen.
- Einengen: Das Eluat wurde mittels N₂-Stroms eingeeengt (30 Min.).
- Aufnahme: Anschließend wurde der Rückstand in 1 ml Reinstwasser aufgenommen und gut gevortext.
- Danach wurden die Proben (Doppelansatz) in die entsprechenden Gefäße abgefüllt und sorgfältig verschlossen. Es erfolgte die Analyse mittels HPLC-DAD.

Für jede Analyse mittels HPLC ist eine Kalibrierkurve notwendig, die mit bekannten Standardlösungen im jeweiligen Konzentrationsbereich erstellt wird. Ausgehend von den jeweiligen Stocklösungen (100 mg/l jeder Substanz in Acetonitril) wurden Standardlösungen in Reinstwasser hergestellt, wodurch sich für die zu analysierenden Parameter ein Kalibrierbereich von 10 – 100 µg/l ergibt.

HPLC Messung:

Die anschließende chromatographische Analyse erfolgte mittels des genannten HPLC-Gerätes und folgender Parametereinstellung:

- Chromatographische Säule: Zorbax Eclipse XDB-C18 (2,1mm x 150mm x 5µm)
- Säulentemperatur: 40°C
- Eluentenfluss: 0,35 ml/min; Gradientenprogramm
- Detektor (DAD)
- Injektionsvolumen: 100 µl
- Detektor-Wellenlänge: 254 nm
- Eluent A: Acetonitril (30 % zu Beginn)
- Eluent B: 2mmol Natriumacetat (70 % zu Beginn)

Durch die Anwendung dieses Verfahrens wurden für alle fünf Spurenstoffe analytische Bestimmungsgrenzen zwischen 0,02 und 0,08µg/l erreicht.

3.9 Abwasserbereitstellung

Um entsprechende Verschmutzungen im Rohwasser zu simulieren, wurde dem Vorlagetank vorgefiltertes Schwarzwasser zugefügt. Dieses Schwarzwasser wurde direkt im Technikum des Instituts für Siedlungswasserbau der Univ. f. Bodenkultur aus einem hausinternen

Abwassersammeltank (Zwischentank) bereitgestellt. Das Prozedere für die Abfüllung stellt sich wie folgt dar:

- Spülung der Entnahmeleitung, um frisches Abwasser aus dem Zwischentank zu erhalten
- Abfüllen der entsprechenden Abwassermenge und Grobfilterung über ein Fließ in einen Eimer
- Weitergehende Filterung über ein Wettex und Abfüllen in Probenahmeflaschen
- Homogenisierung der Proben im Ultraschallbad (15 Min.) kurz vor Durchführung der Probennahme

3.10 Messdatenaufzeichnung

Die Aufzeichnung der Messdaten erfolgte durch die SPS auf einem Windows-Rechner. Pro Tag wurden hierbei 5 Dateien angelegt. Diese enthalten sowohl Messwerte, als auch Metadaten wie Seriennummer der verbauten Membranen oder Zeitpunkte der Probenahmen (Aktivierung der Schaltfläche „Probennahme“) – siehe Tabelle 9. Diese in binärem Format gespeicherten Dateien mussten mit der Software „FactoryTalk View File Viewer“ in lesbare *.csv Dateien umgewandelt werden. Die Konvertierung erfolgte über ein Programm in R. Die die Weiterverarbeitung und Diagrammerstellung basierte anschließend auf MS Excel.

Wesentlich waren hierbei vor allem die Drücke (PICR) als auch die Durchflüsse (FICR). Neben diesen Messwerten gingen auch die berechneten Werte TMP1 und TMP2 in die Grafikerstellung ein. Beispiele zur Diagrammerstellung aus der Messdatenaufzeichnung finden sich in Kapitel 6.

Tabelle 9: Aufgezeichnete Parameter der SPS

Tagname	Format	Bedeutung	Einheit / Info
[PLC]FICR01.VALUE	REAL	Durchfluss FICR01 Messwert	l/h
[PLC]FICR02.VALUE	REAL	Durchfluss FICR02 Messwert	l/h
[PLC]FICR03.VALUE	REAL	Durchfluss FICR03 Messwert	ml/min
[PLC]PICR01.VALUE	REAL	Druck PICR01 Messwert	bar

Tagname	Format	Bedeutung	Einheit / Info
[PLC]PICR02.VALUE	REAL	Druck PICR02 Messwert	bar
[PLC]PICR03.VALUE	REAL	Druck PICR03 Messwert	bar
[PLC]TMPO1.VALUE	REAL	TMP1 Rechenwert	bar
[PLC]TMP02.VALUE	REAL	TMP2 Rechenwert	bar
[PLC]PO1OUT.FREQUENCY	REAL	Pumpe P01 Ausgangsfrequenz	Hz
[PLC]UF2MC.TIME	ELAPSED	DINT	abgelaufene Zykluszeit
[PLC]UF2MC.DURATION	DINT	eingestellte Gesamtzykluszeit	Sekunden
[PLC]UF2MC.STATUS	DINT	Betriebszustand	0=GESTOPPT 1= GESTARTET 2= WARTEN 3= BEFÜLLEN 4= FILTRIEREN 5= REINIGEN
[PLC]UF2MC.PROG_STANDBY	DINT	automatisches Stop- Flag	BIT0= INTEGRITÄT UF1 BIT1= INTEGRITÄT UF2 BIT2= TMP1 > HHIGH BIT3= TMP2 > HHIGH
[PLC]UF2MC.CTRL_CLEAN	BOOL	Befehl REINIGEN / TESTEN / ENTLEEREN"	1
[PLC]UF2MC.CTRL DESINFECT	BOOL	nicht verwendet	
[PLC] UF2MC.CTRL SAMPLE	BOOL	Befehl "PROBENAHE"	1
[PLC]UF2MC.CTRL STANDBY	BOOL	Befehl "NACH ZYKLUSENDE WARTEN"	1
[PLC]DAFx.DATE_TIME[0]	DINT	Zeitpunkt Berechnung DAF und DAF SO	Jahr
[PLC]DAFx.DATE_TIME[1]	DINT	Zeitpunkt Berechnung DAF und DAF SO	Monat
[PLC]DAFx.DATE_TIME[2]	DINT	Zeitpunkt Berechnung DAF und DAF SO	Tag

Tagname	Format	Bedeutung	Einheit / Info
[PLC]DAFx.DATE_TIME [3]	DINT	Zeitpunkt Berechnung DAF und DAF SO	Stunde
[PLC]DAFx.DATE_TIME[4]	DINT	Zeitpunkt Berechnung DAF und DAF SO	Minute
[PLC]DAFx.DATE_TIME[S]	DINT	Zeitpunkt Berechnung DAF und DAF SO	Sekunde
[PLC]DAFx.DAF_SD_VALUE	REAL	DAF Standardabweichung Rechenwert	ml/min
[PLC]DAFx.PAR_SD_REFERENCE	REAL	Referenzwert DAF Standardabweichung	ml/min
[PLC]DAFx.DAF_VALUE	REAL	DAF Rechenwert	ml/min
[PLC]DAFx.PAR_REFERENCE	REAL	Referenzwert DAF	ml/min
[PLC]UF2MC.UF1_SERIAL	STRING	Seriennummer UF1	max. 15 Zeichen
[PLC]UF2MC.UF2_SERIAL	STRING	Seriennummer UF2	max. 15 Zeichen

4 Versuchsdurchführung Überblick

Das folgende Kapitel gibt einen Überblick über die im Forschungsprojekt durchgeführten Arbeiten. Es ist nach Arbeitspaketen gegliedert und zeigt die Chronologie der Versuchsdurchführungen.

4.1 Konzeptionierung Versuchsanlage

- Entwurf des Anlagenkonzeptes und der Steuerung der Versuchsanlage unter Einbeziehung bisheriger Erfahrungen und theoretischer Überlegungen.
- Anordnung der Anlagenteile zur Optimierung von Filtrationsbetrieb, Rückspülung / Reinigung, Entleerung, Integritätstest, Wiederbefüllung, Entlüftung, Membrantausch.

Die Konzeptionierung der Versuchsanlage erfolgte direkt ab Projektbeginn. Das Anlagenkonzept wurde in mehreren Versionen mit dem Partner für Anlagenbau und dem Partner für Membrantechnik abgestimmt. Kleinere Änderungen sowie die Dokumentation des Anlagenkonzeptes wurden auch noch während des Testbetriebes der Anlage vorgenommen.

4.2 Steuerung

- Erstellung eines Lastenheftes für die Anlagensteuerung, Visualisierung und Datenaufzeichnung inkl. Fernwirktechnik für die Versuchsdurchführungen in Form von SOPs für den Betrieb (Filtration, Rückspülung / Reinigung, Entleerung, Integritätstest, Wiederbefüllung, Entlüftung).

Die Anlagensteuerung, Visualisierung und Datenaufzeichnung der Versuchsanlage erfolgte im Entwurf direkt nach der Erstellung des Anlagenkonzeptes. Die Realisierung erfolgte durch den Partner für Membrantechnik bis zum Beginn des Anlagenaufbaues im Februar 2017.

Kleinere Änderungen der Steuerung wurden weiterhin nach den Erfordernissen des Testbetriebes und der laufenden Challenge-Tests vorgenommen. Die Anpassungen der Steuerung betrafen ausschließlich softwaremäßige Änderungen und wurden im Zuge von Fernwartungen vom Partner für Membrantechnik vorgenommen.

4.3 Assembling, Aufbau, Testbetrieb

- Einkauf und Fertigung der Anlagenteile für die Versuchsanlage durch den Partner für Anlagenbau.
- Einkauf und Programmierung der Steuerung inkl. Visualisierung und Datenaufzeichnung durch den Partner für Membrantechnik.
- Aufbau der Anlage im Versuchstechnikum des Inst. f. Siedlungswasserbau der Universität für Bodenkultur durch den Partner für Anlagenbau und BOKU.
- Herstellen der Anschlüsse (Zu- und Abläufe, Vorlagetank für Testmedien) durch BOKU.
- Verkabelung der Versuchsanlage mit der Steuerung und der Visualisierung und Datenaufzeichnung durch BOKU und den Partner für Membrantechnik.
- Durchführung von Funktionstest durch BOKU.
- Inbetriebnahme und Testbetrieb zur Optimierung der Anlagensteuerung durch BOKU.

Trotz der erfahrungsgemäß nötigen und bereits großzügigen Kalkulation des Zeitrahmens für dieses Arbeitspaket kam es durch längere Lieferzeiten für Anlagenteile externer Firmen zu Verzögerungen über den Projektzeitplan hinaus, sodass der Testbetrieb der Anlage erst ab Anfang März 2017 begonnen werden konnte.

Die chronologischen Eckdaten des Aufbaus und Testbetriebs der Versuchsanlage sind in Tabelle 10 dargestellt.

Tabelle 10: Chronologie des Aufbaues und Testbetriebs der Versuchsanlage

Datum	Tätigkeit
September 2016 bis Anfang Februar 2017	Einkauf bzw. Bestellung der Anlagenteile und Fertigung der Versuchsanlage sowie der Steuerung inkl. Softwareprogrammierung
Mitte bis Ende Februar 2017	Anlagenaufbau sowie Herstellung der Anschlüsse und Verkabelung im Versuchstechnikum der BOKU Wien
ab 22. Februar 2017	Elektrischer Test der Anlage (Pump- und Ventilstellungstest sowie Durchflussmessgeräte), Nachbesserungen an der Steuerung und Einbau verspätet gelieferter Anlagenteile (Durchflussmessung)
ab 08. März 2017	Drucktest und anschließender Testbetrieb
15. März 2017	Überprüfung der Integritätstests mit mechanisch beschädigter M1 bzw. reparierter M1, anschließender Testbetrieb unter verschiedenen Bedingungen der Integritätstests
22. März 2017	Vorlagewasser auf Brunnenwasser umgestellt
27. März 2017	Membranbruch an M2 (nach rund 390 Prüfzyklen)
28. März 2017	Austausch M2 # 1724 gegen C-Membran # 214, Rücktausch nach Reparatur der Membran # 1724
30. März 2017	Reinigung des Glashauses mit Flächendesinfektionsmittel (Boden, Wände, Ablageflächen und Tank), Reinigung der Luftfilter (Fliegengitter, Hauptfilter F7), Austausch des Vorfilters (G3); Anlage gestoppt, Kompressor ausgeschaltet
03. April 2017	Desinfektion der Anlage mit Lauge (NaOH) und Chlorbleichlauge (NaOCl)
04. April 2017	Durchführung der ersten Probenahme (2 Proben mit 2 Durchgängen)
ab 05. April 2017	Einbau der ersten modifizierten Membran als M2 und Testbetrieb, Notwendigkeit einer neuen modifizierten Membran wegen zu geringer Durchlässigkeit
ab 13. April 2017	Einbau einer neuen modifizierten Membran als M2 und Testbetrieb
19. April 2017	Strommessung am Kompressor
ab 20. April 2017	Strommessung an der Pumpe für zwei konventionelle UF Membranen
10. Mai 2017	Einbau einer neuen modifizierten Membran als M2 und Testbetrieb
ab 10. Mai 2017	Strommessung an der Pumpe für konventionelle und modifizierte UF Membranen

4.4 Challenge-Tests im Versuchstechnikum

- Untersuchung des Bakterien- und Virenrückhalts. Die bakteriologischen Untersuchungen erfolgen gemäß Trinkwasserverordnung. Für den Virenrückhalt wurde stellvertretend der Rückhalt von MS2 Phagen untersucht.
- Untersuchung des Spurenstoffrückhalts unter verschiedenen Rahmenbedingungen.
- Langzeitversuch zur Untersuchung des Durchwachsens eines Biofilms (Pseudomonaden) durch die Membran.

Aufgrund von verspäteten Lieferungen von Anlagenteilen und einer nötigen Verlängerung der Testphase mit den modifizierten Membranen musste der Beginn der Challenge-Tests von ursprünglich Mitte März 2017 auf Anfang Mai 2017 verschoben werden.

Die chronologischen Eckdaten der Challenge-Tests im Versuchstechnikum sind in Tabelle 11 dargestellt.

Tabelle 11: Chronologie der Challenge-Tests im Versuchstechnikum

Datum	Tätigkeit
25.04. 2017	1. Challenge-Test zu Bakterien- und Phagenrückhalt – M1 und M2 sind konventionelle UF Membranen
26.04.2017	Strommessung
28.04.2017	Chlorreinigung der Versuchsanlage
09.05.2017	2. Challenge-Test zu Bakterien- und Phagenrückhalt – konventionelle Membran
10.05.2017	Membrantausch – Einbau der Membran # UF2 A „modifizierte Membran“ als zweite Stufe (M2)
15.05.2017	Chlorreinigung der Versuchsanlage
16.05.2017	3. Challenge-Test zu Bakterien- und Phagenrückhalt – Membran UF2 A
19.05.2017	Chlorreinigung der Versuchsanlage
22.05.2017	4. Challenge-Test zu Bakterien- und Phagenrückhalt – Membran UF2 A
12.06.2017	Basische und saure Reinigung der Anlage
13.06.2017	5. Challenge-Test zu Bakterien- und Phagenrückhalt – Membran UF2 A
14.06.2017	Membrantausch der beschädigten M2 Membran (modifizierte Membran # UF2 A wird durch modifizierte Membran # UF2 B ersetzt)
14.06.2017	1. Spurenstofftest (2-malige Wiederholung jedes Tests) – Membran # UF2 B

Datum	Tätigkeit
19.06.2017	2. Spurenstofftest (Wiederholung des 1. Tests zur Methodenentwicklung) – Membran UF2 B
20.06.2017	3. Spurenstofftest (2 malige Wiederholung jedes Tests) – Membran # UF2 B
21.06.2017	1. Huminstoff- und Spurenstofftest (2-malige Wiederholung jedes Tests) – Membran # UF2 B
22.06.2017	2. Huminstoff- und Spurenstofftest (2-malige Wiederholung jedes Tests) – Membran # UF2 B
26.06.2017	Chlorreinigung der Versuchsanlage (zur Reinigung der Huminstoffabscheidungen und zur Wiederherstellung des ursprünglichen, sauberen Zustandes) – Membran # UF2 B
27.06.2017	1. Spurenstofftest mit Flockungsmittel (2-malige Wiederholung jedes Tests) – Membran # UF2 B
28.06.2017	2. Spurenstofftest mit Flockungsmittel (2-malige Wiederholung jedes Tests) – Membran # UF2 B
29.06.2017	1. Huminstoff- und Spurenstofftest mit Flockungsmittel – Membran # UF2 B
30.06.2017	2. Huminstoff- und Spurenstofftest mit Flockungsmittel – Membran # UF2 B
30.06.2017	Chlorreinigung der Versuchsanlage
18.07. – 31.08.2017	Vorversuche hinsichtlich Biofilmbildung für die Langzeitversuche zur Untersuchung des Durchwachsens eines Biofilms durch die Membran
18.07.2017	Zugabe von 2 l grob vorgefiltertem Abwasser (Nährstoffe und Keime) in den Vorlagetank und stehen lassen
20.07.2017	Mikrobiologische Probenahme aus dem Vorlagetank
31.07.2017	Probenahme Mikrobiologie
03.08.2017	Probenahme Mikrobiologie und Durchflusszytometrie; Anlagendefekt, Integritätsprüfung an M2 fehlgeschlagen
04.08.2017	Probenahme Durchflusszytometrie
ab 07.08.2017	Mehrfacher Membrantausch M2 wegen fehlgeschlagener Integritätsprüfung am 3.8.; weiterhin modifizierte Membranen als 2. Stufe (M2); eventuelle Biofilmbildung dadurch gestört
21.08.2017	Probenahme Mikrobiologie; normale Filtration seit 17.08. mit getauschten Membranmodulen; Chlordesinfektion nach Probenahme
22.08.2017	Probenahme Mikrobiologie
28.08.2017	Probenahme Mikrobiologie und Durchflusszytometrie; Umbau der Anlage, Zuleitung von frischem Grundwasser zur Temperatursenkung, Rückspülwasser wird zurück in den Vorlagetank geführt
29.08.2017	Probenahme Durchflusszytometrie, manuelle Rückspülung nach Probenahme
30.08.2017	Probenahme Durchflusszytometrie, ohne Rückspülung nach Probenahme

Datum	Tätigkeit
31.08.2017	Probenahme Durchflusszytometrie, manuelle Rückspülung nach Probenahme
06.09. – 29.09.2017	1. Durchwachsversuch „worst case Bedingungen“ Membranen: M1 konventionelle UF, M2 modifizierte UF hohe Wassertemperatur (Grundwasser mit rd. 25 – 28 °C), Rezyklieren des Permeates und des Rückspülwassers
06.09.2017	Probenahme Abstriche; danach Chlordesinfektion
11.09.2017	Probenahme Mikrobiologie und Durchflusszytometrie
18.09.2017	Probenahme Mikrobiologie und Durchflusszytometrie vor und nach Einbringung von 3 l grob vorgefiltertem Abwasser (Nährstoffe und Keime)
19.09.2017	Probenahme Durchflusszytometrie
20.09.2017	Probenahme Durchflusszytometrie
21.09.2017	Probenahme Mikrobiologie und Durchflusszytometrie
22.09.2017	Probenahme Mikrobiologie und Durchflusszytometrie
25.09.2017	Anlagendefekt, Integritätsprüfung an M2 fehlgeschlagen
26.09.2017	Probenahme Abstriche; danach Chlordesinfektion
02.10.2017 bis 5.1.2018	2. Durchwachsversuch „Normalbedingungen“ Membranen: M1 und M2 konventionelle UF, Chlordesinfektion 26.9., Einbau der neuen Membranen am 2.10. ohne nachherige Desinfektion. normale Wassertemperatur (frisches Grundwasser mit rd. 17 °C), Verwurf des Permeates, Rezyklieren des Rückspülwassers (ab der Abwasserzugabe)
09.10.2017	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter; danach Einbringung von 1 l grob vorgefiltertem Abwasser (Nährstoffe und Keime)
16.10.2017	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter
30.10.2017	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter
13.11.2017	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter
27.11.2017	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter
11.12.2017	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter
18.12.2017	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter; Anlagendefekt, Integritätsprüfung an M2 fehlgeschlagen
05.01.2018	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter, Anlagendefekt, Integritätsprüfung an M2 fehlgeschlagen
15.1.2018 bis 27.3.2018	3. Durchwachsversuch „Normalbedingungen und erhöhte Nährstoffverfügbarkeit“ Membranen: M1 und M2 konventionelle UF, normale Wassertemperatur (frisches Grundwasser mit rd.17,5 °C), erhöhte Nährstoffverfügbarkeit durch Glucosedosierung, Verwurf des Permeates, Rezyklieren des Rückspülwassers (ab der Abwasserzugabe)

Datum	Tätigkeit
15.01.2018	Einbau neuer Membranen: M1 (#2809) und M2 (# 1271) konventionelle UF
16+17.1.2018	Dichtheitsprüfung der Anlage und Integritätstests
18.01.2018	Chlordesinfektion; stetiger Druckanstieg (TMP1) an M1 gemessen (bis 25.01. auf 1,7 bar) - Ursachen ev. Scaling
25.01.2018	Saure Reinigung um Scaling zu beseitigen, danach TMP wieder normal bei 0,5 bar
29.01.2018	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter vor und nach Einbringung von 1 l grob vorgefiltertem Abwasser (Nährstoffe und Keime); Start der Glucosedosierung (TOC von 0,5 mg/l durch Dosierung auf 1,2 mg/l erhöht)
01.02.2018	Probenahme Durchflusszytometrie
05.02.2018	Probenahme Durchflusszytometrie
06.02.2018	Kontinuierlicher Druckanstieg an M1 (TMP1), Ausschaltkriterium wäre wegen TMP erreicht. Probenahme Trübung, danach saure Reinigung (Scaling vermutet), Feeddruck wird begrenzt (Pumpe 25 Hz), weitere Abnahme des Durchflusses, saure Reinigung war wirkungslos. TMP-Anstieg wegen Biofouling (starke Biofilmbildung) vermutet; Anlage wird weiter betrieben um Durchwachsen festzustellen
08.02.2018	Probenahme Durchflusszytometrie, Ausschaltkriterium wäre auch bei verringertem Durchfluss wegen TMP erreicht, Anlage wird weiter betrieben um Durchwachsen festzustellen, Glucosedosierung wird reduziert (TOC nur noch auf 0,8 mg/l erhöht)
12.02.2018	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter, Ausschaltkriterium wäre weiterhin wegen TMP erreicht, Integritätstest (DAF1 / DAF2 Werte) vom starken Biofouling unbeeinflusst
15.02.2018	Probenahme Durchflusszytometrie
16. bis 18.02. 2018	Ausfall bzw z.T. stark eingeschränkter Zufluss aus dem Vorlagetank
19.02.2018	Probenahme Durchflusszytometrie
22.02.2018	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter, Ausschaltkriterium wäre weiterhin wegen TMP erreicht
01.03.2018	Einbringung von 1 l grob vorgefiltertem Abwasser (Nährstoffe und Keime), Probenahme Durchflusszytometrie
06.03.2018	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter, Ausschaltkriterium wäre weiterhin wegen TMP erreicht
09. bis 12.03.2018	Probenahme Durchflusszytometrie, danach Stagnationssimulation, Anlage befüllt aber ohne Durchfluss vom 09.03. bis 12.03.
13.03.2018	Probenahme Durchflusszytometrie nach Wiederinbetriebnahme und Rückspülung
14.03.2018	Ausfall bzw z.T. stark eingeschränkter Zufluss aus dem Vorlagetank
15.03.2018	Probenahme Durchflusszytometrie, Einbringung von 1 l grob vorgefiltertem Abwasse

Datum	Tätigkeit
16.03.2018	Maximaldruck durch Fouling / Biofouling erreicht, Durchflussrückgang, Ausschaltkriterium wäre weiterhin schon lange wegen TMP erreicht
17.03.2018	Anlagendefekt, Integritätsprüfung an M1 fehlgeschlagen, Anlage wird weiter betrieben, um die Sicherheit durch die Zweistufigkeit festzustellen
19.03.2018	Probenahme Mikrobiologie, Durchflusszytometrie und für chemische Parameter, Ausschaltkriterium wäre weiterhin wegen TMP und Integritätsfehler an M1 gegeben
26.03.2018	Probenahme Abstriche an Membran M1: Außenseite (starker Biofilm sichtbar - Fotos), danach basische Chlorreinigung
27.03.2018	Durchflussüberprüfung nach der Chlorreinigung

4.5 Feldtest zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen

- Abbau, Verlegung und Wiederaufbau der Versuchsanlage zu einem WVU.
- Untersuchungen hinsichtlich des Rückhaltes von Huminstoffen an einem Standort mit einer huminstoffhaltigen Wasserressource, da Huminstoffwässer im Labor nicht ausreichend identisch mit nativen Wässern und in benötigtem Umfang hergestellt werden können.
- Probenahmen vor Ort (jeweils Rohwasser, Permeat 1, Permeat 2).

Der Abbau der Versuchsanlage im Versuchstechnikum erfolgte ab Anfang April 2018. Der Transfer zu dem ausgewählten WVU an einem Standort mit einer huminstoffhaltigen Wasserressource erfolgte am 18.04.2018. Der Wiederaufbau und die Wiederinbetriebnahme der Versuchsanlage verzögerten sich wegen eingeschränkter Zugänglichkeit des Aufstellungsortes durch gemeindeinterne Kapazitätsengpässe, sodass mit dem Probenahmeprogramm zu den Huminstoffuntersuchungen erst Ende Juni 2018 begonnen werden konnte.

In Tabelle 12 sind die Probenahmen und Rahmenbedingungen des Feldtest zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen aufgelistet.

Tabelle 12: Probenahmen des Feldtest

Datum	Tätigkeit
28.06.2018	Probenahme zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen, Membranen: M1 konventionelle UF, M2 modifizierte UF
03.08.2018	Probenahme zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen, Membranen: M1 konventionelle UF, M2 modifizierte UF
06.08.2018	Probenahme zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen, Membranen: M1 konventionelle UF, M2 modifizierte UF
08.08.2018	Probenahme zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen, Membranen: M1 konventionelle UF, M2 modifizierte UF Anlagendefekt, Integritätsprüfung M2 fehlgeschlagen; Membrantausch
05.09.2018	Probenahme zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen, Membranen: M1 und M2 konventionelle UF, Probenflasche P2 beim Transport beschädigt; danach Einbau der Flockungsmitteldosierung
24.09.2018	Probenahme zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen, Membranen: M1 und M2 konventionelle UF, Probenflasche P2 beim Transport beschädigt; Flockungsmitteldosierung 2µg/l
28.09.2018	Probenahme zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen, Membranen: M1 und M2 konventionelle UF, Flockungsmitteldosierung 5µg/l
22.10.2018	Probenahme zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen, Membranen: M1 und M2 konventionelle UF, Flockungsmitteldosierung 10µg/l
24.10.2018	Probenahme zur Untersuchung des Rückhaltes von Huminstoffen, Membranen: M1 und M2 konventionelle UF, Flockungsmitteldosierung 20µg/l

5 Ergebnisse des Testbetriebs

Zur Festlegung der Steuerparameter und Optimierungen der Steuerung der Versuchsanlage wurde ein umfangreicher Testbetrieb vor Beginn der eigentlichen Untersuchungen durchgeführt.

5.1 Anlagenkonzept

5.1.1 Aufbereitungsprinzip und Abwässer der Aufbereitung

Die Aufbereitung insbesondere in mikrobiologischer Hinsicht erfolgt in diesem Anlagenkonzept ausschließlich durch den Rückhalt an der Membranoberfläche und ohne nachgeschaltete Desinfektionsstufe. Dadurch können die folgenden Vorteile der rein mechanischen Art der Aufbereitung in mikrobiologischer Hinsicht genutzt werden. Desinfektionsnebenprodukte sind ausgeschlossen, da keinerlei reaktive Stoffe zugesetzt werden. Eine unsichere Desinfektion durch Trübstoffe ist ebenso ausgeschlossen, da diese durch die UF-Membran in hohem Maße zurückgehalten werden. Durch regelmäßige Rückspülungen werden die zurückgehaltenen Stoffe und Organismen aus der Anlage entfernt. Das Rückspülwasser der regelmäßigen Rückspülungen beinhaltet lediglich die in der Wasserressource vorkommenden und von der Ultrafiltration zurückgehaltenen Substanzen (i.d.R: Trübstoffe, Mikroorganismen und Huminstoffe) in höher konzentrierter Form. Das Rückspülwasser kann über das Abwassersystem entsorgt bzw. ggf. vor Ort versickert oder direkt in einen Vorfluter eingeleitet werden.

In Fällen besonderer Belastung des Rohwassers mit Substanzen, die von der Ultrafiltration zurückgehalten werden können, muss eine Entsorgung über das Abwassersystem in Übereinstimmung mit der Indirekteinleitungsverordnung erfolgen. Das Gleiche gilt für Abwässer aus chemischen Reinigungen der Anlage, die bei der Wiederherstellung der Transmissivität der Membranen nach starken Verschmutzungen anfallen können. Als Reinigungschemikalien sind von der Herstellerfirma Zitronensäure - saure Reinigung zur Auflösung von Kalkausfällungen - sowie Natronlauge (NaOH) und Chlorbleichlauge (NaOCl) - basische Chlorreinigung zur Auflösung von Biofilmen und zur Desinfektion - vorgesehen.

Es besteht aber auch die Möglichkeit des Austauschs der Membranmodule gegen neue Module oder gegen Tauschmodule, die außerhalb der UF2-Anlage gereinigt werden. Die

chemische Reinigung der Membranen innerhalb der Aufbereitungsanlage (CIP: Cleaning In Place) stellt somit nur eine Alternative dar. In diesem Fall ist ein erfassenes und geregeltes Entsorgen der Reinigungschemikalien notwendig. Dies kann gegebenenfalls nach entsprechender Abklingzeit (Zerfall des Restchlors) und anschließender Neutralisation wieder indirekt über das Abwassersystem erfolgen.

5.1.2 Sicherheitskonzept und Versagenswahrscheinlichkeit

Kern des UF2-Anlagenkonzeptes ist die Zweistufigkeit der Ultrafiltration.

Einerseits dient die erste Membran dem Schutz der zweiten, nachgeschalteten Membran, wodurch eine Beschädigung der zweiten Membran durch scharfkantige Partikel weitestgehend ausgeschlossen wird. Dadurch wird die Ursache für einen Membranbruch an der nachgeschalteten Membran im Wesentlichen auf Materialermüdung oder Bedienungsfehler (Druck außerhalb des vom Hersteller angegebenen Normalbereichs oder Verwendung falscher chemischer Reinigungsmittel) reduziert.

Andererseits erfüllt die Zweistufigkeit die Forderung nach hoher Sicherheit gegenüber eines unentdeckten Versagens des Filtersystems. Dies gilt insbesondere dann, wenn ein direkter, diskontinuierlicher, dafür aber hoch sensibler Integritätstest zur Überprüfung der Membranen eingesetzt wird. Im UF2-Anlagenkonzept kommt ein Luftdiffusionstest (engl. Diffusiv Air flow = DAF) zum Einsatz. Diese Prüfmethode ist einfach anzuwenden, automatisierbar und daher kostengünstig. Die Messung der durch die wassergefüllten Poren der Membran diffundierenden Luftmenge erfolgt mittels eines thermischen Messgeräts mit dem der Massenstrom der Luft als Normvolumenstrom (Normmilliliter pro Minute = mln/min) gemessen wird.

Durch die Zweistufigkeit in Kombination mit täglich durchgeführten, automatisierten Integritätstests mit einem Druck von 2 bar wird die Wahrscheinlichkeit eines unentdeckten Faserbruchs auf ein Minimum reduziert. Die überschlägige Berechnung aus Literaturangaben basiert auf einer jährlichen Membranbruchwahrscheinlichkeit bei handelsüblichen Membranen zwischen 1 und 10 pro 1 Million Fasern (GIJSBERTSEN-ABRAHAMSE et al., 2006). Umgelegt auf das eingesetzte Membranmodul mit 2.000 Hohlfasern wäre das im schlechtesten Fall eine jährliche Membranbruchwahrscheinlichkeit an einem Modul von 0,02 Fasern. Mit Hinblick auf die Zweistufigkeit der UF-Anlage beträgt die gemeinsame jährliche Membranbruchwahrscheinlichkeit 0,0004 Fasern pro Jahr oder anders ausgedrückt: Ein Membranbruch an einer Faser in 2.500 Jahren. Bei einem täglichen Integritätstest würde somit die Wahrscheinlichkeit einen Membranbruch an beiden Stufen zu übersehen bei 1:912.500 liegen, bei einem wöchentlichen Integritätstest bei 1:130.000.

Selbst wenn der Integritätstest nur mit 1 bar (damit können laut Literatur Membrandefekte von 2,8 µm erkannt werden), einmal wöchentlich und nur für eine einstufige Membranfiltration vorgenommen wird, wäre Berechnungen aus der Literatur zufolge ein Rückhaltevermögen von über 99,995 % ($LRV > 4,5$) gegenüber pathogenen Bakterien gegeben (PEARCE, 2007). Laut Österreichischem Lebensmittelbuch Kap. B1 Trinkwasser muss durch Desinfektionsverfahren eine Reduktion der Krankheitserreger (pathogener Mikroorganismen) von zumindest 4 log-Stufen ($LRV > 4$ bzw. Faktor 10.000) erwartbar sein.

Mit dem vorhandenen Prüfdruck von 2 bar können entsprechend der Literatur (siehe in Kapitel 5.3.1: Kapillargleichung bzw. Bubble Point Druck) Membranschäden von 0,76 µm erkannt werden. Diese Größenordnung entspricht dem unteren Ende der Bandbreite der Bakteriengrößen (MUTSCHMANN und STIMMELMAYR, 2014, S 318).

5.1.3 Fließschema

Abbildung 2 zeigt das Fließschema anhand eines vereinfachten Anlagenplanes. Das Rohwasser wird mit einer Feed-Pumpe (oder bei Quellzuläufen durch den Druck aus dem freien Gefälle) durch zwei hintereinanderliegende Ultrafiltrationsmembranen gefiltert. Die 2. Stufe kann dabei aus einer modifizierten Ultrafiltrationsmembran bestehen. In einem Spülwasserspeicher wird die nötige Menge Reinwasser für Rückspülungen zwischengespeichert. Der Spülwasserspeicher ist dabei ständig von frischem Reinwasser durchflossen, um Stagnation zu vermeiden.

Die Rückspülungen erfolgen intervallmäßig oder zustandsorientiert (z.B. durch steigenden Transmembrandruck oder sinkende Durchflussmenge ausgelöst). Die Rückspülung wird feedseitig durch Spülluft unterstützt, um die Scherkräfte zur Partikelablösung auf der Membranoberfläche zu erhöhen. Permeatseitig wird Reinwasser aus dem Spülwasserspeicher rückwärts durch die Membran gedrückt und die Partikelablösung von der Membranoberfläche dadurch unterstützt. Das Reinwasser wird direkt unter Ausnutzung der Prüfluft aus dem Spülwasserspeicher gedrückt. Eine zusätzliche Rückspülpumpe entfällt dadurch. Direkt im Anschluss an die Rückspülung wird mit der Prüfluft die Integrität des jeweiligen Moduls überprüft.

Abbildung 2: Vereinfachtes Schema der Versuchsanlage

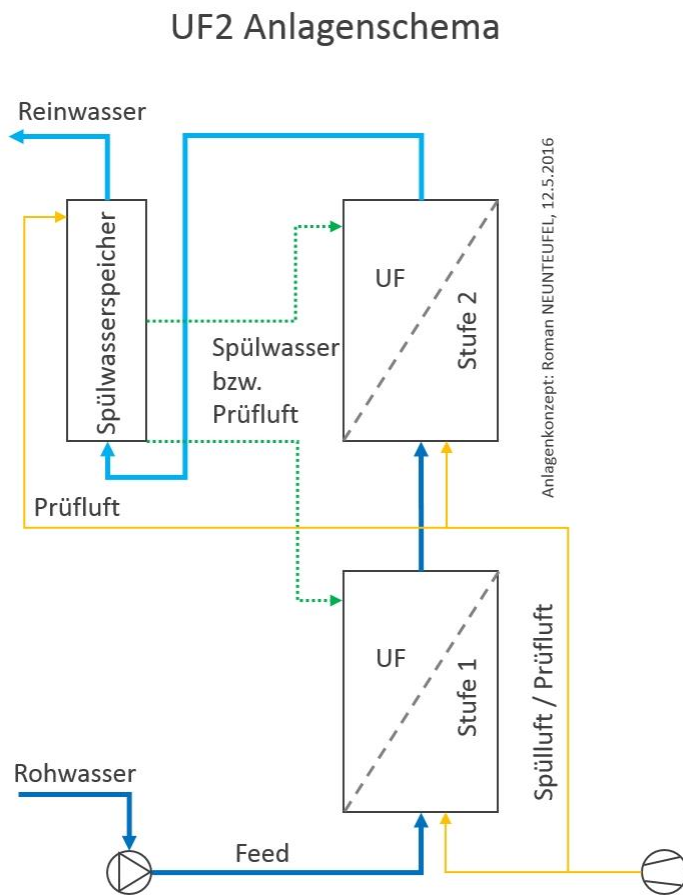


Abbildung 3 zeigt das endgültige Anlagenschema mit allen Ventilen und Messgeräten zur Steuerung und Datenaufzeichnung. Abbildung 4 zeigt das Schaubild der Versuchsanlage wie es in der Steuerung visualisiert wurde.

Abbildung 3: Schema der Versuchsanlage

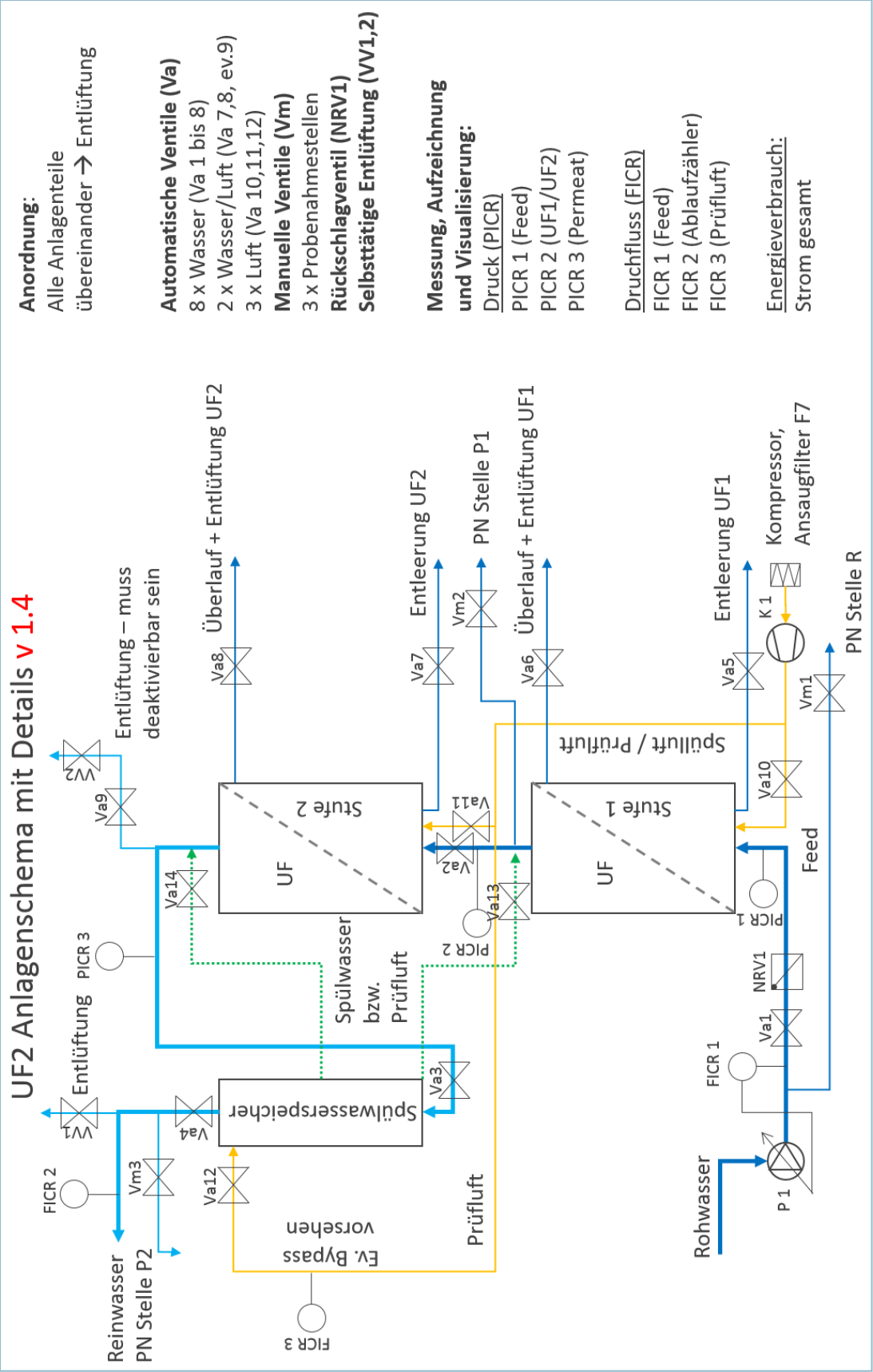
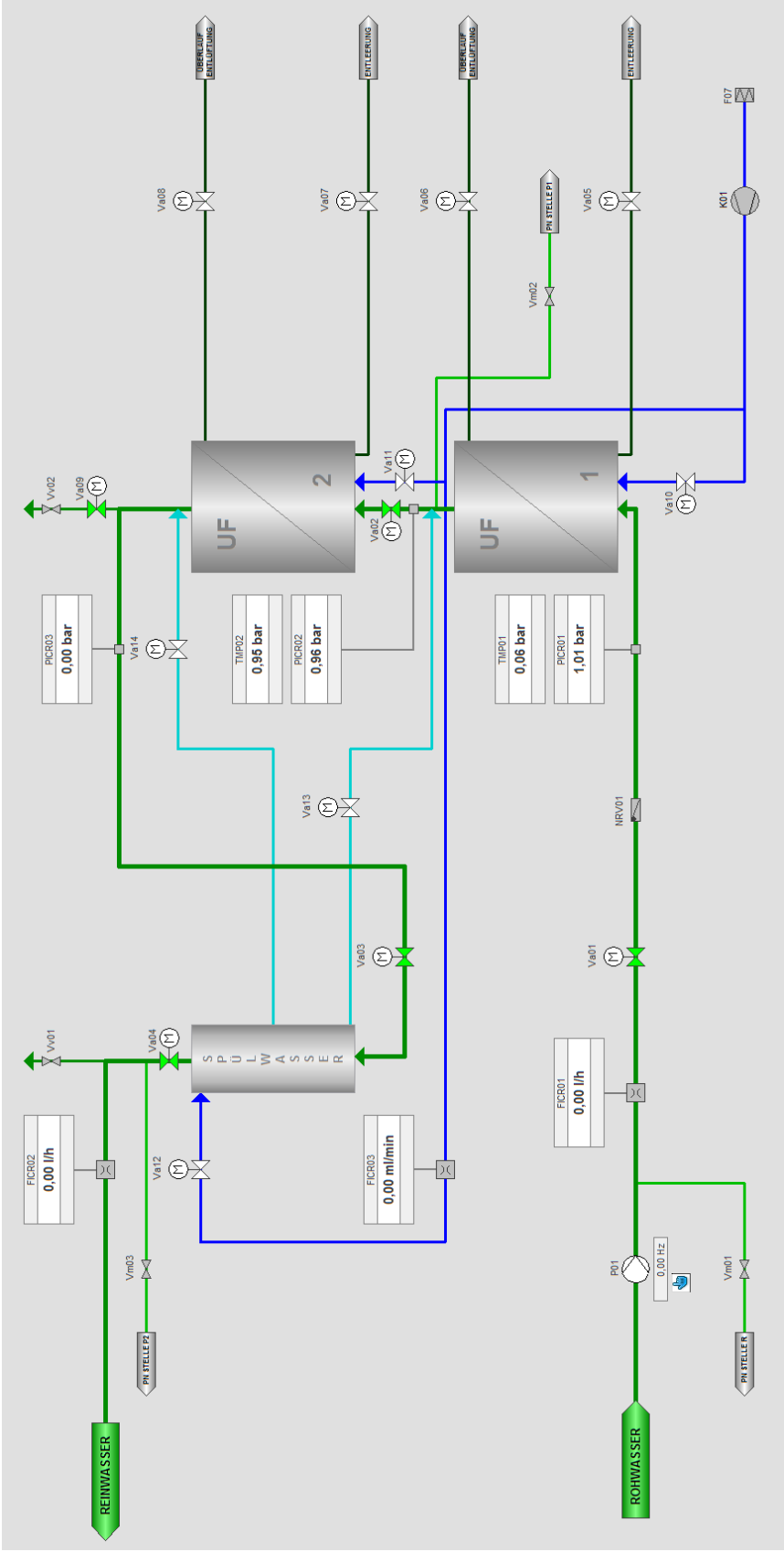


Abbildung 4: Schaubild der Versuchsanlage in der Visualisierung



5.1.4 Ausführungsdetails

Bezüglich der Ausführung der Versuchsanlage wurde in Besprechungen im Projektkonsortium folgendes festgehalten:

- Die Anordnung der Anlagenteile soll einen optimalen Betrieb von Filtration, Rückspülung / Reinigung, Entleerung, Integritätstest, Wiederbefüllung und Entlüftung ermöglichen. Insbesondere ist eine einfache Membrantauschmöglichkeit vorzusehen.
- Die Membrankartuschen samt Schutzgehäuse sind in einem Stahlzylinder einzubauen, um den Filtrationsdruck aufbauen zu können.
- Auslegung der Versuchsanlage auf max. 600 l/h
- Dimensionierung aller Leitungen auf maximal $v = 1 \text{ m/sek.}$
- Verrohrung aus Edelstahl (kein verzinktes Eisen, keine Panzerschläuche); Realisierung: Edelstahl Pressleitungen
- Alle Probenahmestellen inkl. PN Hähne müssen abflämmbar ausgeführt werden;
- Die Ventile müssen langsam schließend sein; Realisierung: Motor Kugelhähne mit Rückmeldung über Ventilstellung
- F7 Luftfilter in der Ansaugung des Prüfluft- / Spülluftkompressors
- Der Kompressor muss in der Lage sein Spülluft, 6.000 l/h bei 0,2 bar, Rückspüldruckluft (WBW (Water Back Wash) 600 l/h bei 2 bar und Prüfluft 100 ml/min bei 2 bar zu liefern. Realisierung: Jun-Air Kompressor
- Luftspülung und Rückspülung zeitlich trennen; Realisierung: 1. Luftspülung, 2. Rückspülung, 3. DAF Test
- Größe des Spülwasserspeichers: für 1 Min / UF = 10 lt / UF; Realisierung: mind. 20 lt.

5.2 Anlagensteuerung

Basierend auf dem Anlagenkonzept wurde ein Lastenheft für die Anlagensteuerung, Visualisierung und Datenaufzeichnung inkl. Fernwirktechnik für die Versuchsdurchführungen seitens der BOKU erstellt, vom Partner für Anlagenbau überprüft und von der Automatisierungsabteilung der SFC Umwelttechnik GmbH softwaremäßig umgesetzt.

Abbildung 5 zeigt die wesentlichen Betriebszustände und deren Abfolge innerhalb eines Filtrationszyklus. Der Zyklus beginnt jedenfalls mit der Entlüftung der Anlagenteile. Sobald alle Leitungen und Druckzylinder mit Wasser (Vorlagewasser bzw. Permeat) gefüllt sind, schließen sich die Entlüftungsventile und die Anlage geht direkt in den Filtrationsprozess über.

Die Filtration macht im zukünftigen Betrieb der Anlage den größten Zeitanteil aus. Es wird zumindest von einer Filtrationszeit von 23 Stunden pro Tag ausgegangen. Durch eine Optimierung der Befüll-, Reinigungs- und Prüfzeiten kann dieser Wert wahrscheinlich noch verbessert werden.

Am Ende jedes Filtrationszyklus erfolgt die Reinigung der Membran durch Rückspülung und Luftspülung. Danach erfolgen der automatisierte Integritätstest und die Entleerung der Zylinder, um das Rückspülwasser aus der Anlage zu entfernen. Daraufhin beginnt ein neuer Filtrationszyklus.

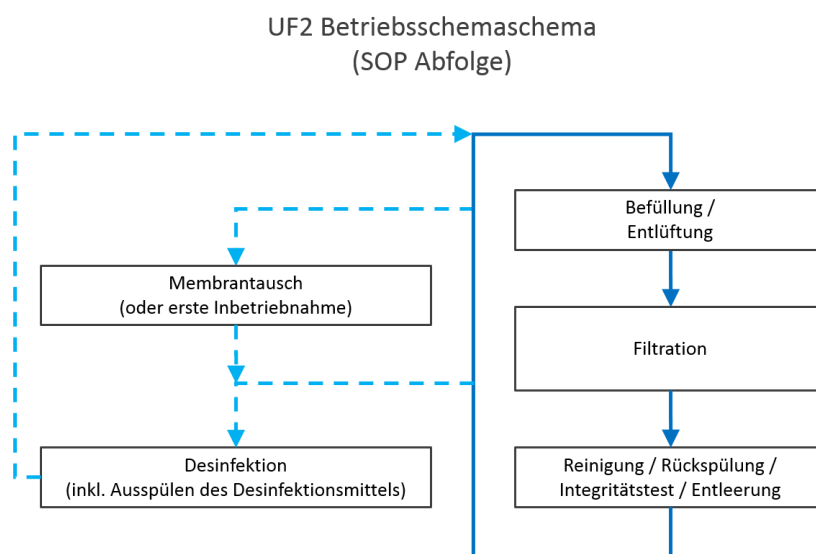
Sonderbetriebszustände:

- Membrantausch (oder erste Inbetriebnahme)
- Desinfektion (inkl. Ausspülen des Desinfektionsmittels)

Vor einem Membrantausch muss die Anlage entleert sein (SOP: Reinigung / Rückspülung / Integritätstest / Entleerung).

Nach der Erstinbetriebnahme oder nach einem Membrantausch muss eine Desinfektion der Anlage erfolgen. Dazu ist keine gesonderte SOP erforderlich. Die Desinfektion erfolgt während eines Filtrationszyklus. Konzentrationen und Einwirkdauer der Reinigungschemikalien bzw. des Desinfektionsmittels sind dem Datenblatt des Membranherstellers zu entnehmen.

Abbildung 5: Betriebsschema



Weitere Details finden sich im Anhang "Lastenheft Anlagensteuerung, Visualisierung, Datenaufzeichnung".

5.3 Anlagentestbetrieb zur Festlegung der Steuerparameter

Um das Verhalten der Versuchsanlage kennenzulernen, Optimierungen in der Steuerung durchzuführen und die relevanten Mess- und Steuerparameter festzulegen, wurde ein umfangreicher Testbetrieb vor Beginn der eigentlichen Untersuchungen vorgesehen.

5.3.1 Aufbau, Funktionsbeschreibung, Mess- und Steuerparameter

Die Lieferung der vorgefertigten Anlagenteile und der Steuerung sowie die Herstellung aller Anschlüsse und Verkabelung der Versuchsanlage erfolgte im Zeitraum von Mitte bis Ende Februar 2017. Die Anlage wurde gemäß des in Abbildung 3 (siehe Seite 45) dargestellten Schemas aufgebaut. Abbildung 6 zeigt die aufgebaute Versuchsanlage im Technikum der BOKU Wien, Inst. f. Siedlungswasserbau.

Abbildung 6: Versuchsanlage im Technikum der BOKU Wien



Die Anlage besteht aus zwei Membranmodulen (M1 und M2), die in Edelstahlzylindern mit einem Volumen von je 16 l eingebaut sind. In diesen Zylindern kann der nötige Transmembrandruck mittels der Rohwasserpumpe aufgebaut werden. Die Druckmessung erfolgt jeweils vor und hinter den beiden Membranmodulen, woraus der jeweilige Transmembrandruck berechnet wird. Der Spülwasserspeicher hat ein Volumen von 22 l.

Insgesamt hat die Versuchsanlage ein Wasservolumen von rund 50 l (Zylinder und Speicher abzüglich der eingebauten Membranmodule und zuzüglich der Leitungsvolumina).

Die **Messdatenaufzeichnung** aller Drücke und Durchflüsse erfolgten im Sekundentakt.

Während der **Filtration** befördert die Rohwasserpumpe das Wasser durch beide Membranmodule und durch den Spülwasserspeicher. Eine Stagnation des Spülwassers wird dadurch vermieden.

Im Zuge der **Rückspülung** wird Wasser aus dem Spülwasserspeicher entgegen der Filtrationsrichtung durch die Membran gedrückt. Sobald aus dem Spülwasserspeicher kein Spülwasser mehr zur Membran befördert wird (nach dem halben Spülwasservolumen bei der 2. Membranstufe bzw. bei gänzlich leerem Spülwasserspeicher bei der 1. Membranstufe), steht an den wassergefüllten Membranporen die Prüfluft an. Nach einer im Testbetrieb festgestellten Wartezeit (Nachrinnen von Spülwasser) erfolgt der **Integritätstest** in Form der DAF-Messung. Hierbei handelt es sich um einen direkten Integritätstest, den sogenannten Druck-Diffusionstest (DAF-Test), bei welchem die Luft auf der Permeatseite der vollständig benetzten Membran mit 2 bar Druck aufgebracht und der diffundierende Luftstrom gemessen wird. Aus der Anordnung der Membranen und der Abläufe aus dem Spülwasserspeicher ergibt sich, dass die 2. Membranstufe (M2) immer vor der 1. Membranstufe (M1) geprüft wird.

Danach erfolgt die gänzliche Entleerung der Zylinder, um die bei der Rückspülung abgelösten Stoffe aus dem System auszutragen. Anschließend werden die Zylinder nacheinander wieder über die Rohwasserpumpe befüllt und gleichzeitig entlüftet, bevor wieder ein Filtrationszyklus beginnt. Abbildung 5 (siehe Seite 48) zeigt diesbezüglich die Abfolge der Betriebszustände.

Mit dem vorhandenen **Prüfdruck** von 2 bar können entsprechend der Literatur (siehe nachstehende Kapillargleichung bzw. Bubble Point Druck) Membranschäden von 0,76 µm erkannt werden. Die nominale Porenweite der 20 nm Membran würde theoretisch einem Prüfdruck von 74 bar standhalten bevor das Wasser aus den Poren verdrängt wird.

Kapillargleichung: $h = \frac{2\sigma \cos \theta}{\rho g r}$ bzw. $P = \frac{4k \cos \theta}{d} \sigma$

h bzw. P = Kapillare Steighöhe bzw. Bubble Point Druck

σ = Oberflächenspannung = 0,0728 J/m² bei 20 °C

θ = Kontaktwinkel = 60° (Annahme für PE-Materialien; Bandbreite: 50 bis 70 °für Membranmaterialien)

ρ = Dichte der Flüssigkeit = 1000 kg/m³

g = Schwerebeschleunigung = 9,81 m/s²

k als Konstante zur Berücksichtigung von ρ und g

r bzw. d = Radius der Röhre bzw. Durchmesser der Pore (in m)

(FARAHBAKHSI und SMITH, 2004 zit. in GUO et al., 2010)

Ein Vorversuch mit langer Wartezeit hat gezeigt, dass auch durch den Prüfdruck von 2 bar ein möglicherweise vorliegender Membranschaden langsam ausgeweitet wird, bis ein Riss in der Membran entstanden ist, der von 2 bar Prüfdruck dann eindeutig als Schaden erkannt wird. Der entstehende Schaden hat sich durch sukzessiv steigende Messwerte bereits Tage zuvor angekündigt.

Zur Überprüfung der Versuchsanlage wurde der gesamte Aufbau vor der Inbetriebnahme einer Dichtheitsprüfung unterzogen. Dazu wurde das anlageneigene, für die Integritätstests vorgesehene, hochempfindliche Luftdurchflussmessgerät (FICR3) verwendet.

Abbildung 7 zeigt die Ausgangsstellung der Ventile für die Dichtheitsüberprüfung. Die rot markierten Ventile sind geschlossen, während die grün markierten Ventile geöffnet sind. Die Dauer des Tests lag bei rund 50 Minuten. Innerhalb dieser Zeit hatte sich an allen Drucksensoren ein Druck von 2 bar eingestellt und es gab keine Luftflüsse innerhalb der Anlage mehr. Ab diesem Zeitpunkt konnte festgestellt werden, dass kein Luftzufluss in die Anlage mehr messbar war. Damit konnte die Luftdichtheit bei 2 bar (und somit auch die Wasserdichtheit) nachgewiesen werden.

Abbildung 8 zeigt den Luftdurchfluss über das hochempfindliche Luftdurchflussmessgerät (FICR3) während der Dichtheitsüberprüfung. Der Wert 100 Normmilliliter / Minute ist der maximale Anzeigewert und steht für eine Messwertüberschreitung während der Umverteilung der Druckluft in der Anlage. Sogar das Schließen des Ventils Va12 nach bestandener Dichtheitsüberprüfung wurde dabei vom Luftdurchflussmessgerät registriert.

Abbildung 7: Ausgangstellung der Ventile für die Dichtheitsüberprüfung

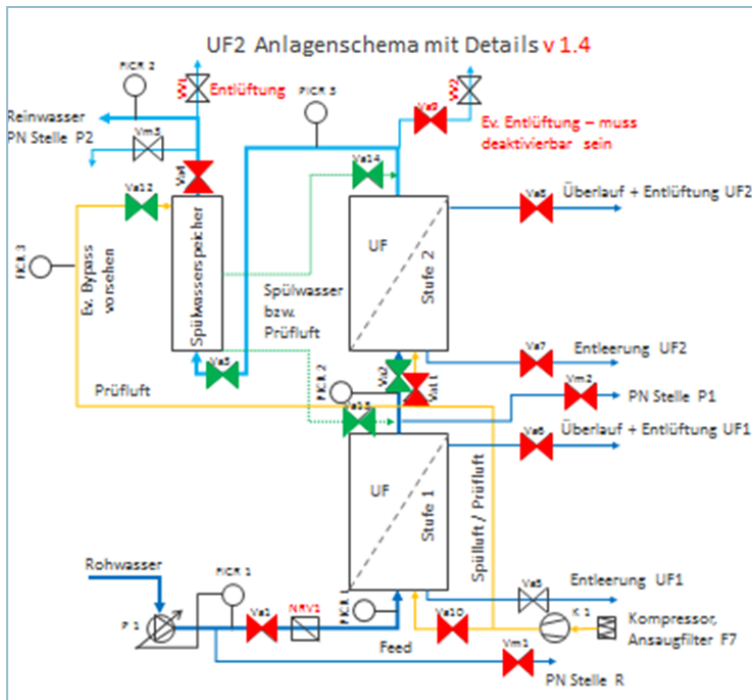
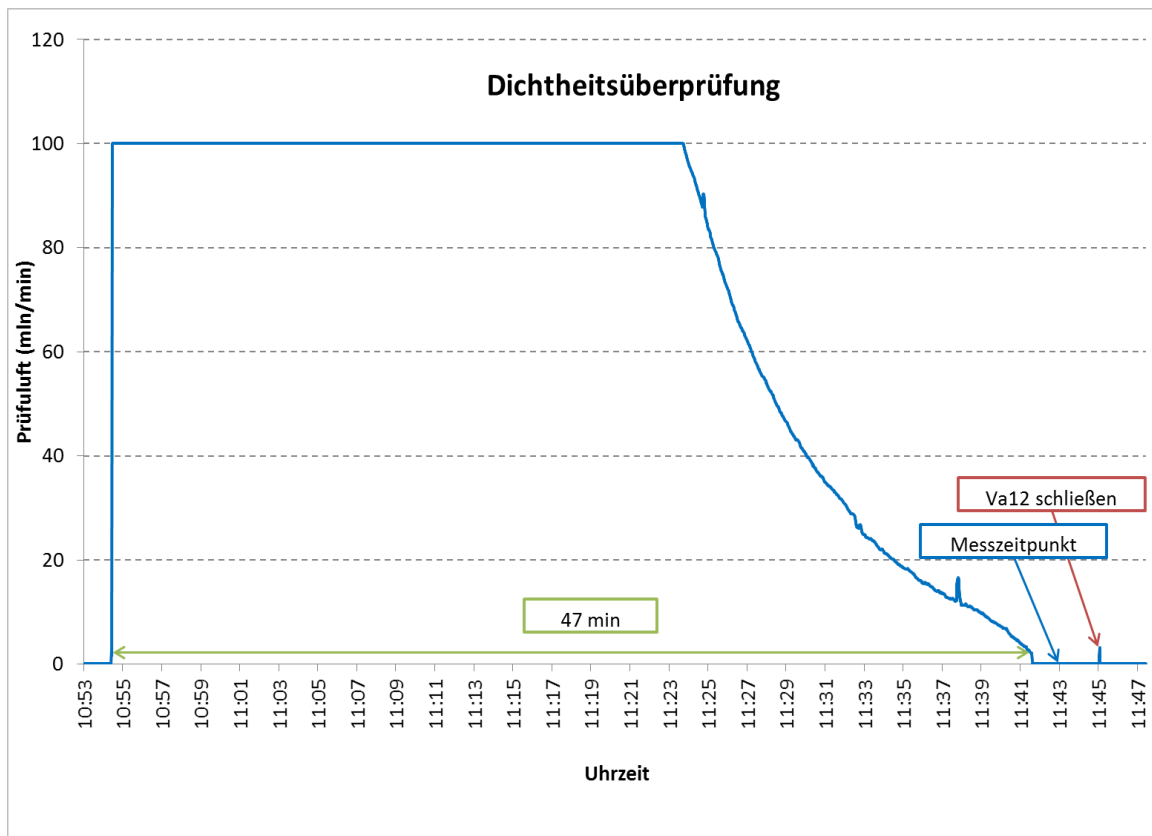


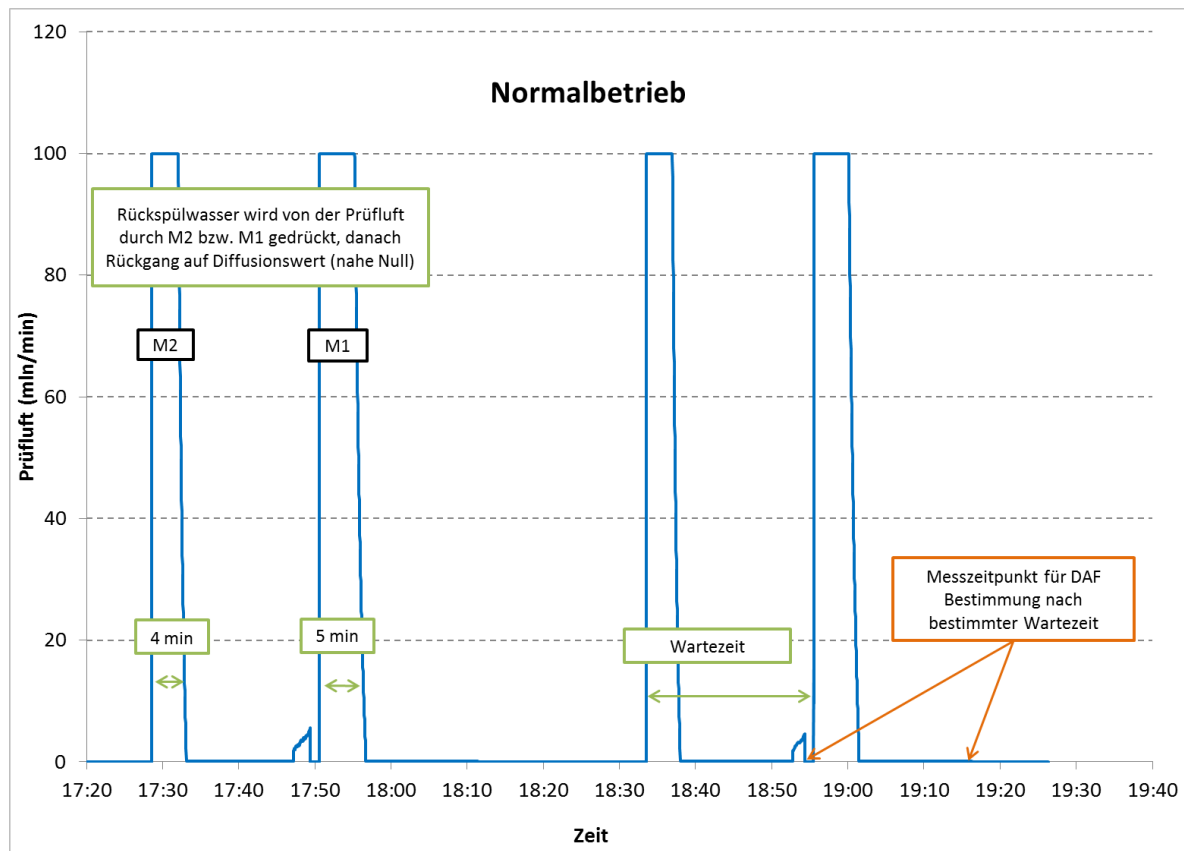
Abbildung 8: Dichtheitsüberprüfung (15. März 2017)



5.3.2 Integritätstests im Normalbetrieb

Für den Normalbetrieb der Anlage wurde festgelegt, die Membranen im feedseitig nicht entwässerten Zustand zu prüfen. Als Wartezeit für die Rückspülung und das Nachrinnen von Wasser aus dem Spülwasserspeicher wurden 20 Minuten festgelegt. In Abbildung 9 bzw. Abbildung 10 (Detail) ist der Luftdurchfluss bei den Integritätstests mit zwei intakten Membranen dargestellt.

Abbildung 9: Normalbetrieb mit intakter Membran (15. März 2017)



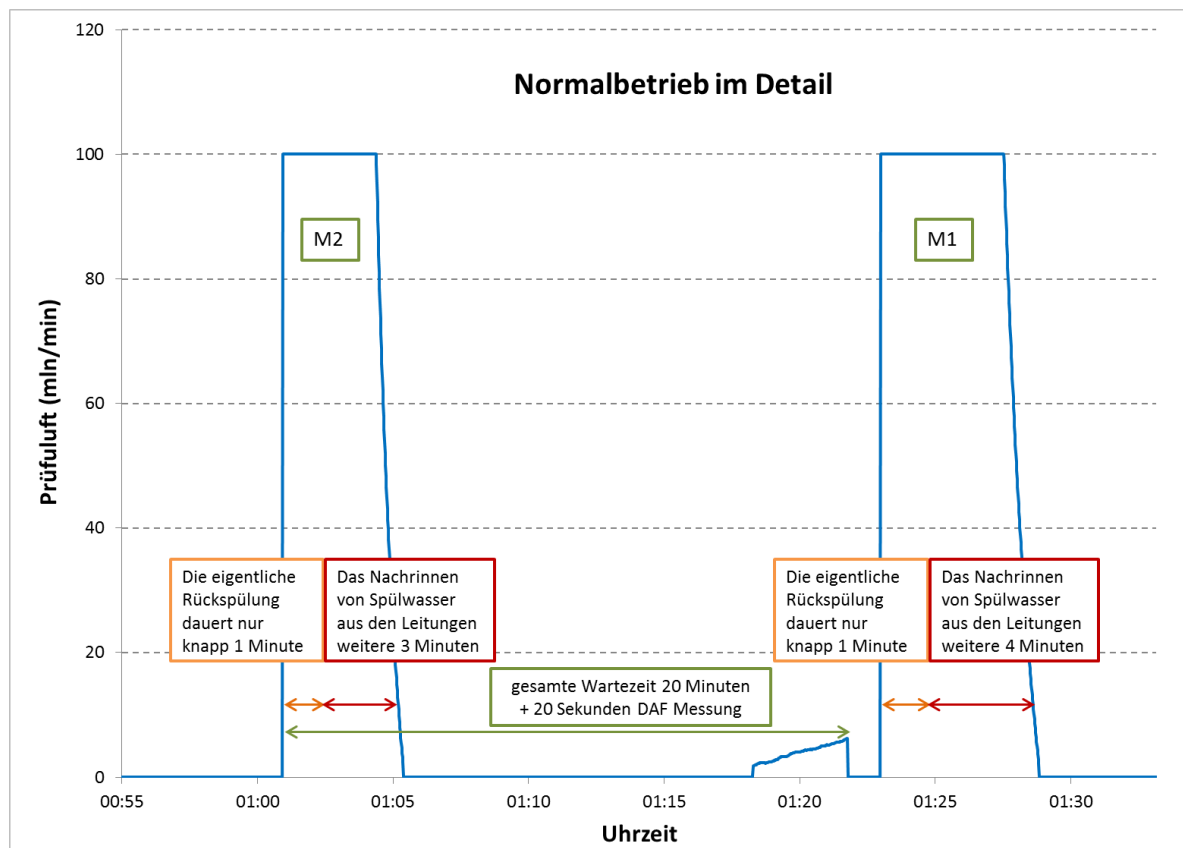
Wie bereits beschrieben, wird bei der Rückspülung das Reinwasser aus dem Spülwasserspeicher durch die Prüfluft zuerst durch M2 gedrückt und danach durch M1. Der hohe Luftstrom während der Rückspülung und des Nachrinnens von Spülwasser aus der Verrohrung wird als 100 m³/min (sprich: Normmilliliter pro Minute) angezeigt. Das ist der maximale Messbereich des Messinstrumentes. Für M2 wurde eine durchschnittliche Dauer von 273 Sekunden (4 min 33 s) mit einer Standardabweichung von rund 4 Sekunden gemessen bis der Luftdurchfluss auf Null zurückgeht und die Integritätsprüfung der M2 beginnt. Bei M1 beträgt die Dauer der Rückspülung und des Nachrinnens durchschnittlich 261 Sekunden (6 min 1 s) mit einer Standardabweichung von rund 5 Sekunden. Die etwas längere

Dauer an der M1 liegt an der längeren Zuleitung zum Spülwasserspeicher und der daraus resultierenden längeren Nachrindauer.

Zur Sicherheit wurde eine insgesamt Wartedauer von 20 Minuten für jede Membran festgelegt, bevor die DAF-Messung stattfindet. Jede DAF-Messung wird dabei aus 20 Einzelmessungen über eine Dauer von 20 Sekunden gemittelt.

An der M2 (siehe Abbildung 10) zeigt sich innerhalb der 20 minütigen Wartezeit oftmals ein leichter Anstieg der Diffusionsrate. Je nach Membran kann dieser Wert unterschiedlich hoch werden, muss aber immer unter dem Grenzwert von 60 ml/min für intakte Membranen liegen.

Abbildung 10: Normalbetrieb im Detail (15. März 2017)



Zur Maximierung der Filtrationsdauer könnte bei dem vorliegenden Setup der Versuchsanlage die Wartedauer auch auf 10 Minuten oder weniger (mind. 5 Minuten plus Sicherheitszeitraum) verkürzt werden.

5.4 Absichtliche mechanische Beschädigung einer Membran

Ziel der absichtlichen Beschädigung einer Membran ist es den Nachweis zu erbringen, dass die automatisierten Integritätstests eine Membranbeschädigung erkennen und die Anlage infolgedessen abschalten und eine Störungsmeldung angezeigt wird.

Dazu wurde am 15. März 2017 die Membran M1 ausgebaut, eine der rund 2.000 Hohlfasern mit einer Nadel punktiert und das Membranmodul danach wieder eingebaut. Vor dem Filtrationsbeginn wurde die Anlage abermals einer Dichtheitsprüfung zur Qualitätssicherung unterzogen.

Abbildung 11 zeigt den Ausbau der Membran aus dem Druckzylinder, Abbildung 12 die Größenverhältnisse des Membranmoduls, einer Hohlfaser und der zur Punktierung verwendeten Nadel und Abbildung 13 die zur Punktierung vorgesehene Hohlfaser im Detail. Die Hohlfaser wurde farblich markiert, um das Auffinden der beschädigten Stelle nach der Versuchsdurchführung zu erleichtern. Der äußere Durchmesser einer Hohlfaser beträgt rund 0,4 mm. Abbildung 14 zeigt die punktierte Membran und Nadelspitze im Detail.

Abbildung 11: Ausbau des Membranmoduls M1



Abbildung 12: Dimensionen der Nadel und einer Hohlfaser



Abbildung 13: Markierung der zur Punktierung vorgesehenen Hohlfaser

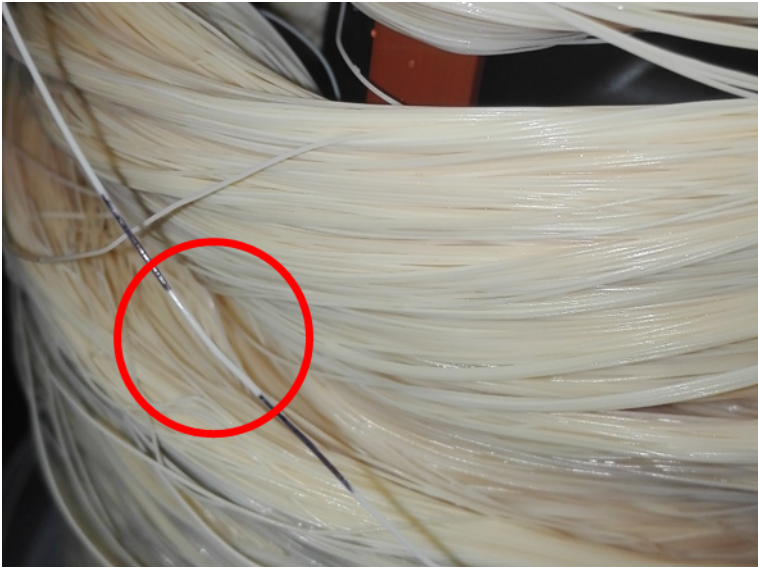


Abbildung 14: Punktierte Membran und Nadelspitze



5.4.1 Messwerte der Integritätstests der beschädigten Membran

Nach einer abermaligen Dichtheitsüberprüfung wurde die Anlage mit der beschädigten Membran normal gestartet. Abbildung 15 zeigt das Resultat der Integritätstests. Während die nicht beschädigte Membran M2 das übliche Prüfluftprofil aufwies (rund 4 Minuten voller Durchfluss und danach ein Rückgang auf Null oder zumindest einen Wert unter der Alarmgrenze), ging der Prüfluftdurchfluss an der beschädigten Membran M1 nach den üblichen 5 Minuten nicht auf Null zurück sondern blieb hoch. Da nach der Wartezeit von 20 Minuten der Luftdurchfluss weiterhin über der Alarmgrenze lag, wurde automatisiert Alarm

ausgelöst und die Anlage außer Betrieb genommen. Durch einen manuellen Reset wurde die Anlage noch zwei weitere Male gestartet und der Integritätstest ergab für die Membran M1 jedes Mal wieder eine Fehlermeldung.

Damit wurde nachgewiesen, dass die Versuchsanlage die vorliegende Beschädigung der Membran gesichert automatisch erkennt.

Abbildung 15: Betrieb mit beschädigter Membran (15. März 2017)

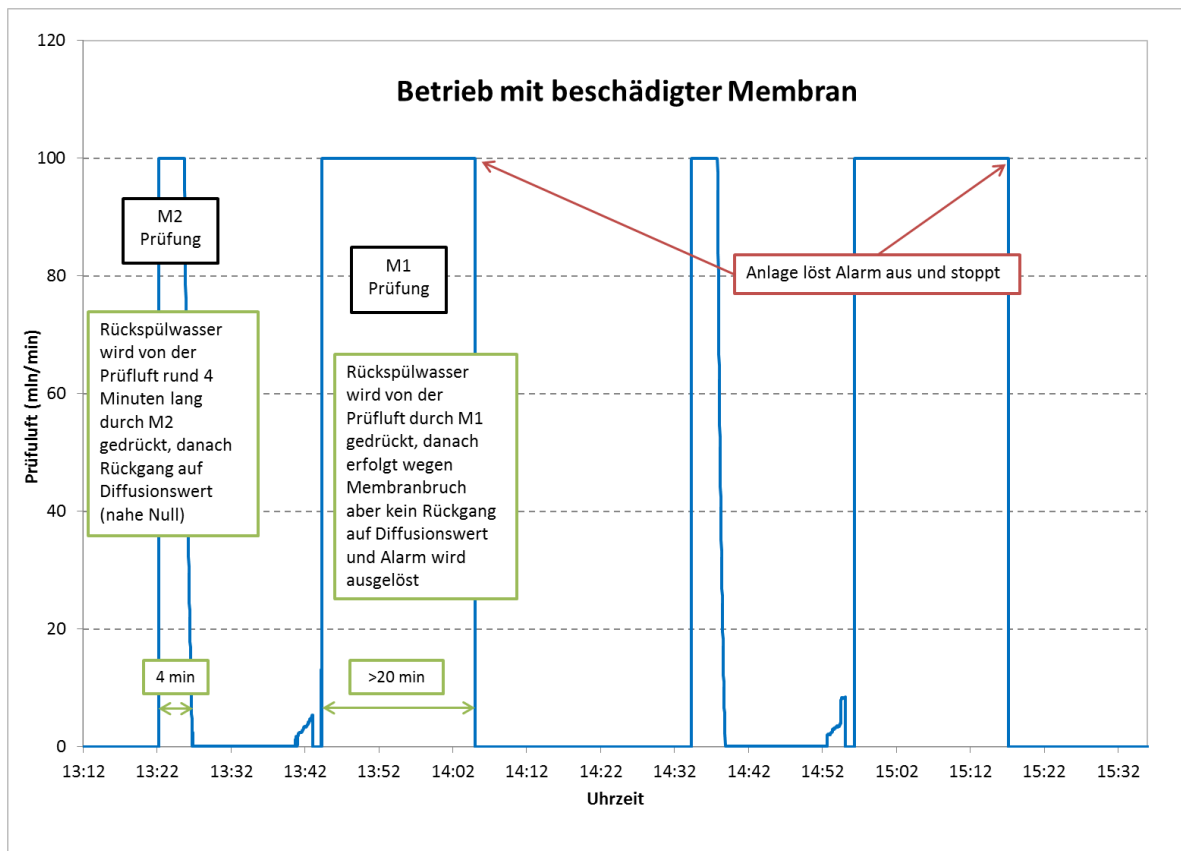
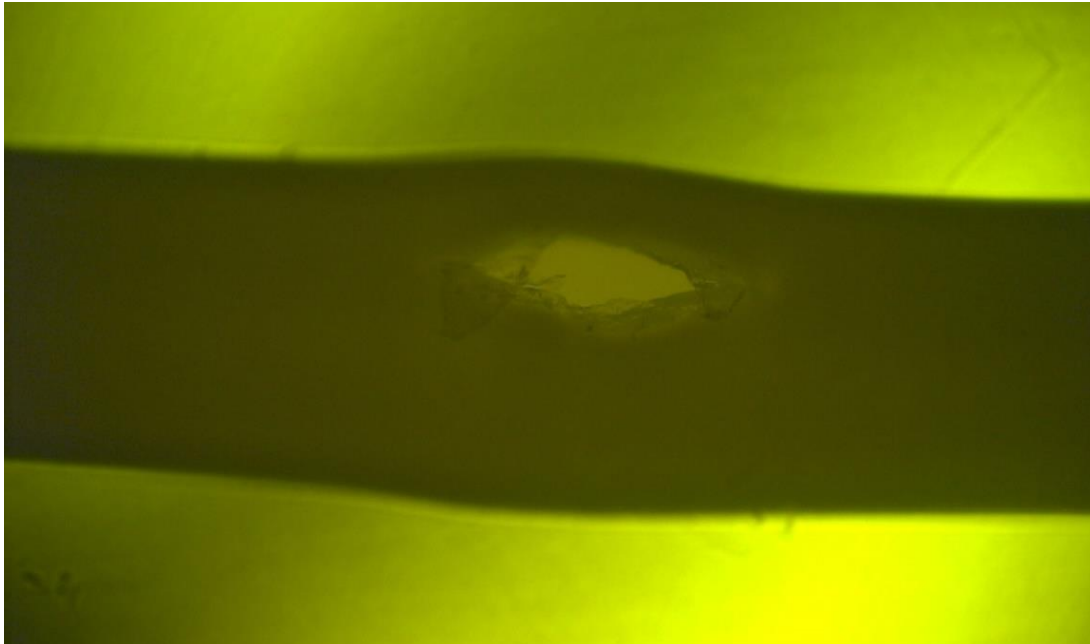


Abbildung 16 zeigt das im Zuge der Reparatur herausgeschnittene punktierte Hohl-faserstück. Das Nadelloch ist deutlich zu erkennen.

Abbildung 16: Mikroskopbild des herausgeschnittenen punktierten Hohlfaserstückes



Nach dem erfolgreichen Erkennen der Membranbeschädigung wurde die beschädigte Membran abermals ausgebaut, das punktierte Stück der Hohlfaser herausgeschnitten und die offenen Enden der Hohlfaser jeweils mit einem Knoten verschlossen. Dies stellt die übliche Reparaturmethode einer beschädigten Hohlfaser dar und wird auch bei Produktionsfehlern durch den Hersteller angewendet.

Ein bereits erkannter Membranbruch kann durch Eintauchen des Moduls in ein Wasserbad und permeatseitiges Anlegen eines Luftdrucks lokalisiert werden. An der Schadstelle steigen kleine Luftblasen auf.

Nach der Reparatur wurde die Membran wieder in die Versuchsanlage eingebaut und der Regelbetrieb fortgeführt. Die Messwerte der Integritätstests entsprachen wieder den in Abbildung 9 bzw. Abbildung 10 gezeigten Werten einer intakten Membran.

5.4.2 Simulation von rund 390 Tagen Normalbetrieb

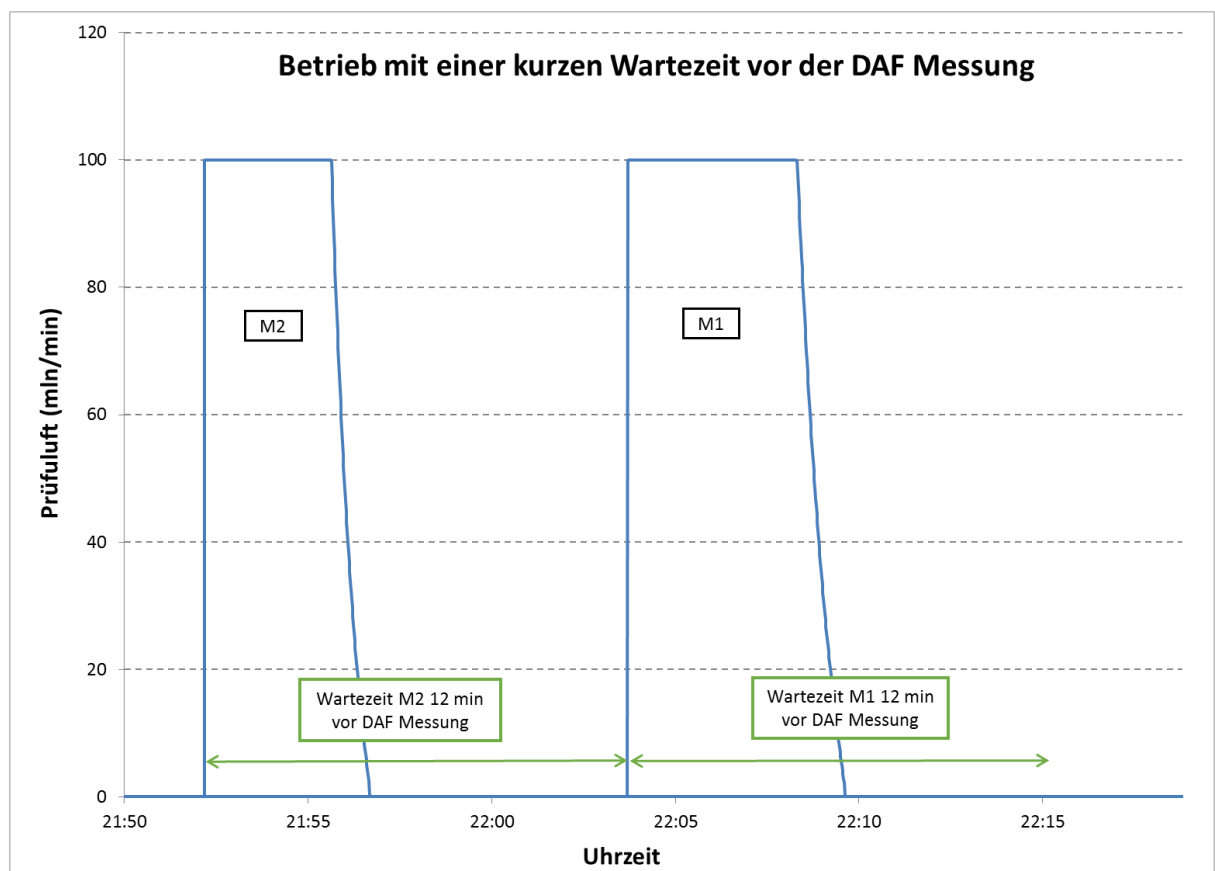
Im Zeitraum von 6. März 2017 bis 27. März 2017 wurden 392 Prüfzyklen unter verschiedenen Bedingungen (Bewässerungszustand bzw. Dauer der Wartezeit vor der DAF-Prüfung) vorgenommen, um die Luftdiffusionsraten (DAF-Messung) der Membranen zu charakterisieren und die nötige bzw. praktikable Wartezeit vor der Prüfung festzulegen.

Versuche mit kurzer Wartezeit (12 Minuten)

Am 7. März 2017 wurde die Versuchsanlage auf eine Wartezeit von 12 Minuten vor der DAF-Messung eingestellt (Abbildung 17: Betrieb mit einer Wartezeit von 12 min (7. März 2017)).

Wie üblich wurde das Rückspülwasser von der Prüfluft zuerst durch die M2 gedrückt, später durch die M1. Innerhalb der Wartedauer von 12 Minuten erfolgte an beiden Membranen kein messbarer Anstieg der Luftdiffusion (DAF-Werte).

Abbildung 17: Betrieb mit einer Wartezeit von 12 min (7. März 2017)



Versuche mit befüllten Zylindern und mit entwässerten Zylindern.

Am 8. März 2017 wurde die Steuerung der Anlage geändert, sodass die Zylinder während des DAF-Tests feedseitig entwässert sind. Abbildung 18 zeigt den Betrieb mit entwässerten Zylindern M2 und M1 bei einer Wartezeit von 20 Minuten. Der Luftdiffusionswert stieg bei beiden Membranen schneller an als wenn die Membranen feedseitig nicht entwässert waren.

Je nach Membran kann dieser Wert unterschiedlich schnell ansteigen, muss jedoch für eine intakte Membran innerhalb der Prüfzeit unter dem Grenzwert von 60 mln/min bleiben.

Ab dem 10. März 2017 wurde die Steuerung der Anlage wieder auf den ursprünglichen Zustand geändert (Abbildung 19). Die Wartezeit beträgt weiterhin 20 Minuten, der Luftdiffusionswert stieg bei feedseitig befüllten Zylindern langsamer an (Vergleich Abbildung 18 und Abbildung 19). Die M1 zeigte in diesem Zeitraum noch gar keine Diffusion.

Abbildung 18: Betrieb mit entwässerten Zylindern der M2 und M1 bei einer Wartezeit von 20 min (8. März 2017)

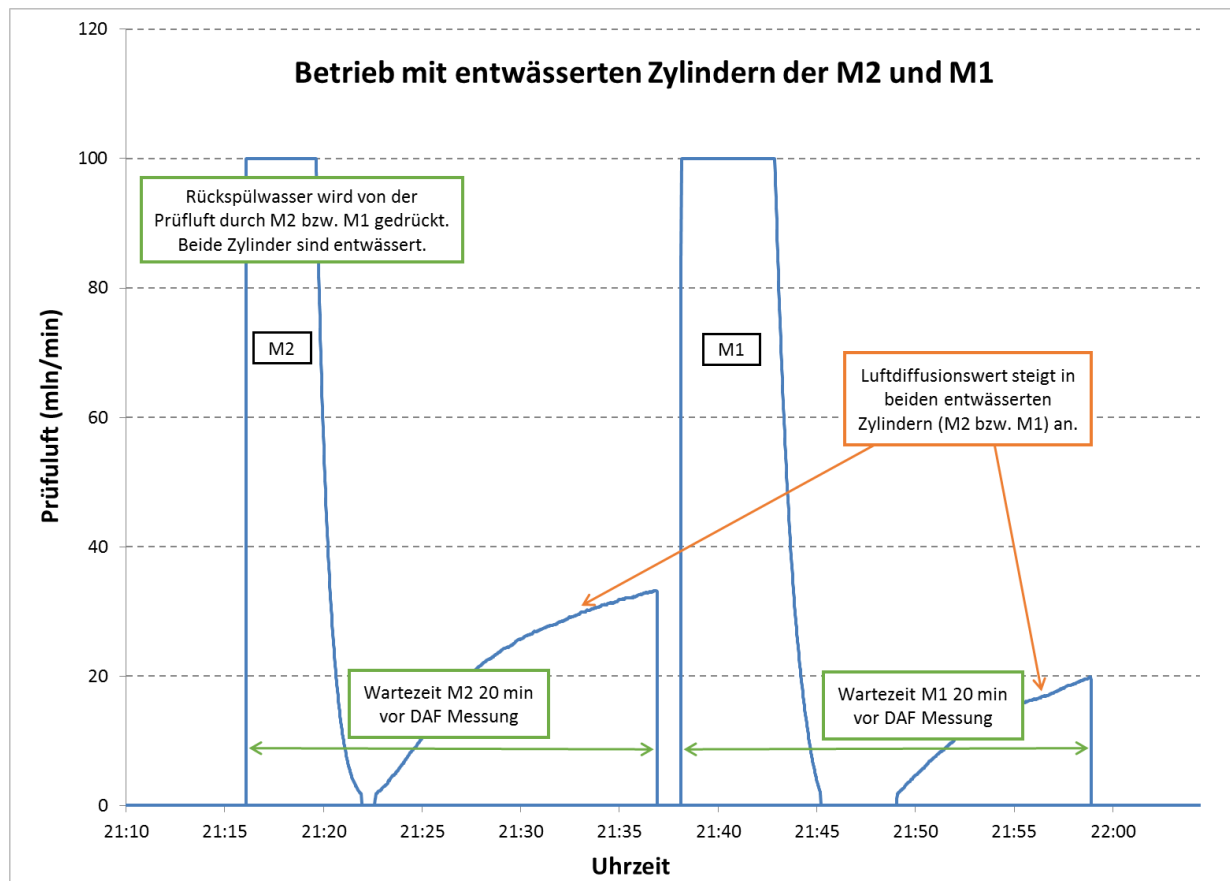
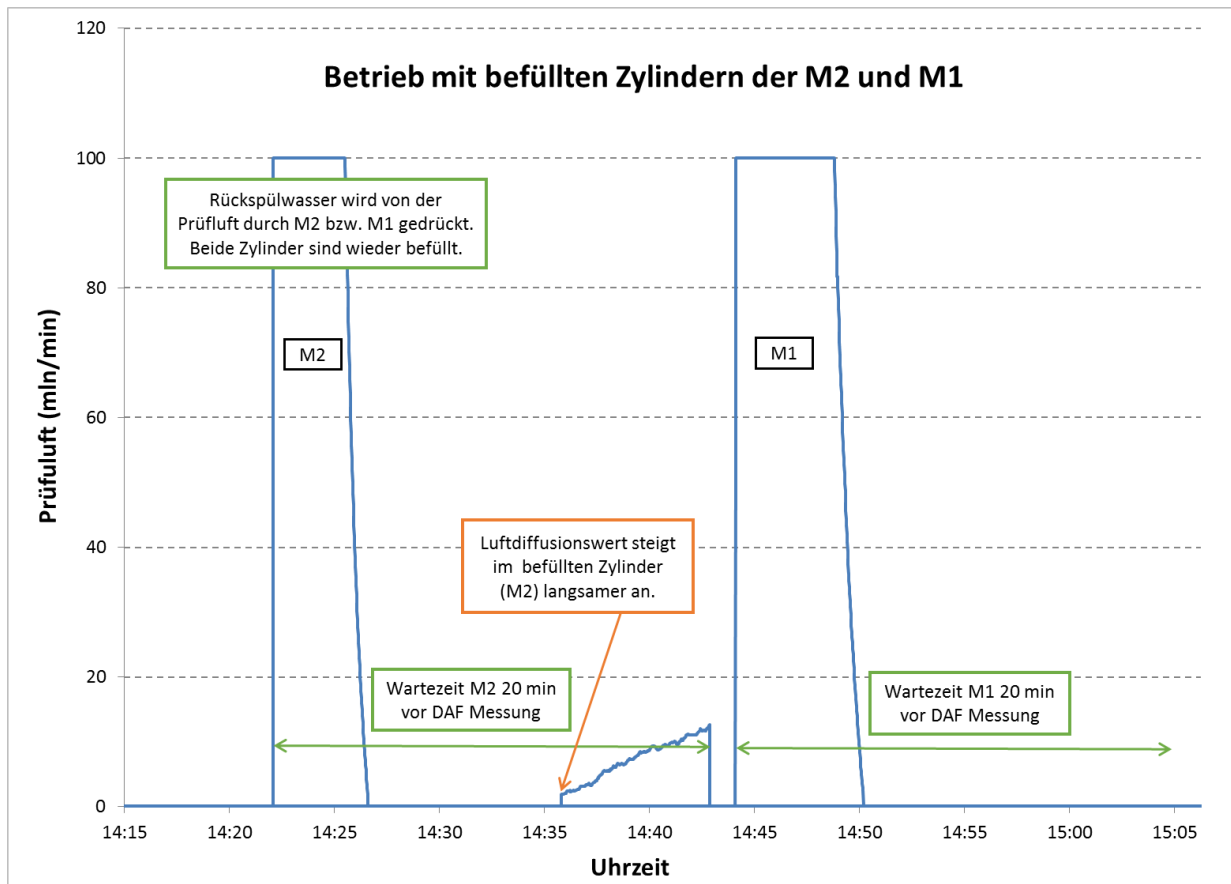


Abbildung 19: Betrieb mit befüllten Zylindern der M2 und M1 bei einer Wartezeit von 20 min (10. März 2017)



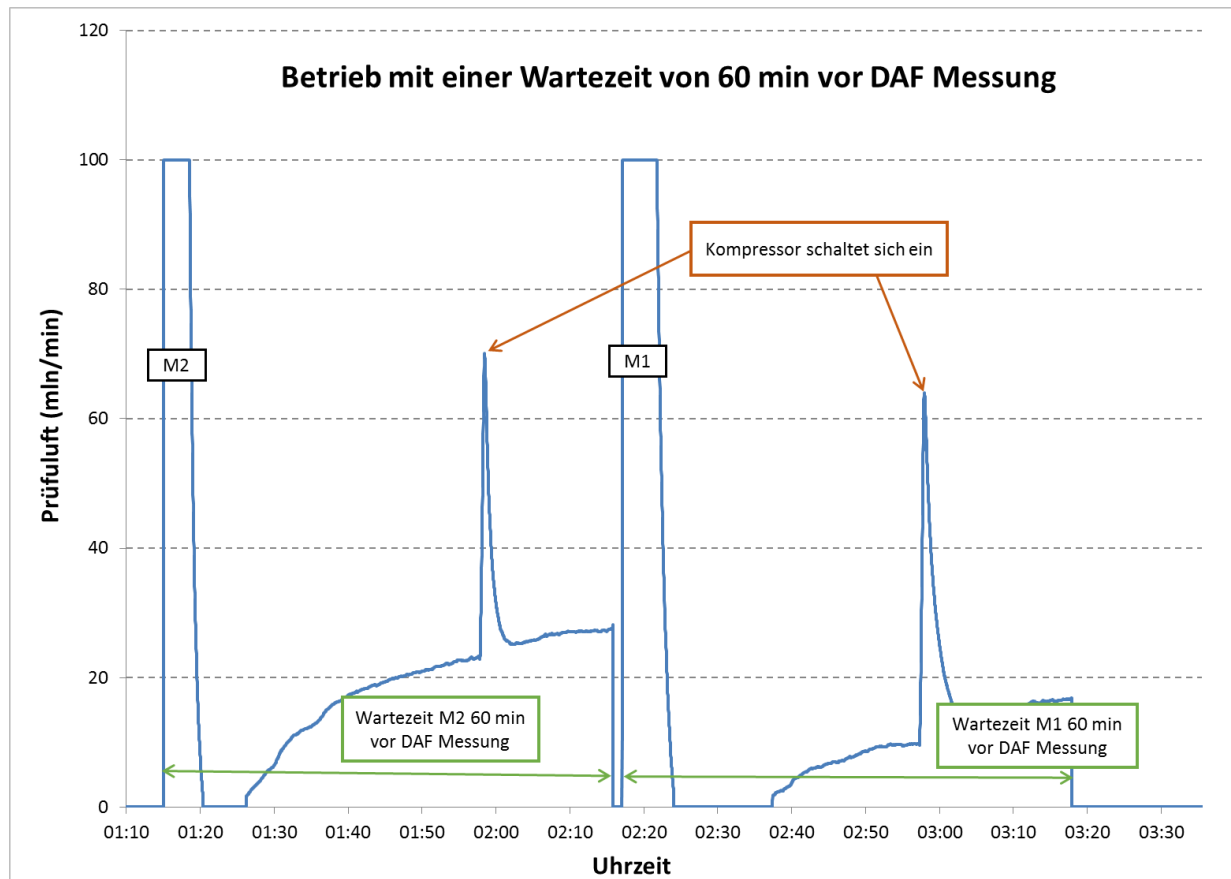
Versuch mit 60 Minuten Wartezeit

Um den Kontrollmechanismus weiter zu überprüfen, wurde am 24. März 2017 die Wartezeit auf 60 Minuten erhöht. Nachdem das Rückspülwasser mittels Prüfluft durch die Membranen gedrückt wurde und eine Wartezeit von 60 Minuten abgelaufen war, erfolgt die DAF-Messung für 20 Sekunden. Wie in Abbildung 20 zu sehen ist, stiegen die Luftdiffusionswerte bei beiden Membranen bei einer längeren Wartezeit weiter an. Wieder kam es an der M2 innerhalb dieser Wartezeit zu einem schnelleren Anstieg der Diffusionsrate als an der M1. Der Diffusionswert kann je nach Membran in einem gewissen Bereich variieren.

Die Peaks der Diffusionsrate entstanden immer dann, wenn sich der Kompressor einschaltete. Trotz zweistufiger Druckreduktion der Prüfluft hinter dem Kompressor wurden offensichtlich genügend starke Vibrationen in der Prüfluft übertragen, die von dem

hochsensiblen Messgerät erfasst und als kurzfristig höherer Luftdurchfluss aufgezeichnet wurden.

Abbildung 20: Betrieb mit einer Wartezeit von 60 min (24. März 2017)

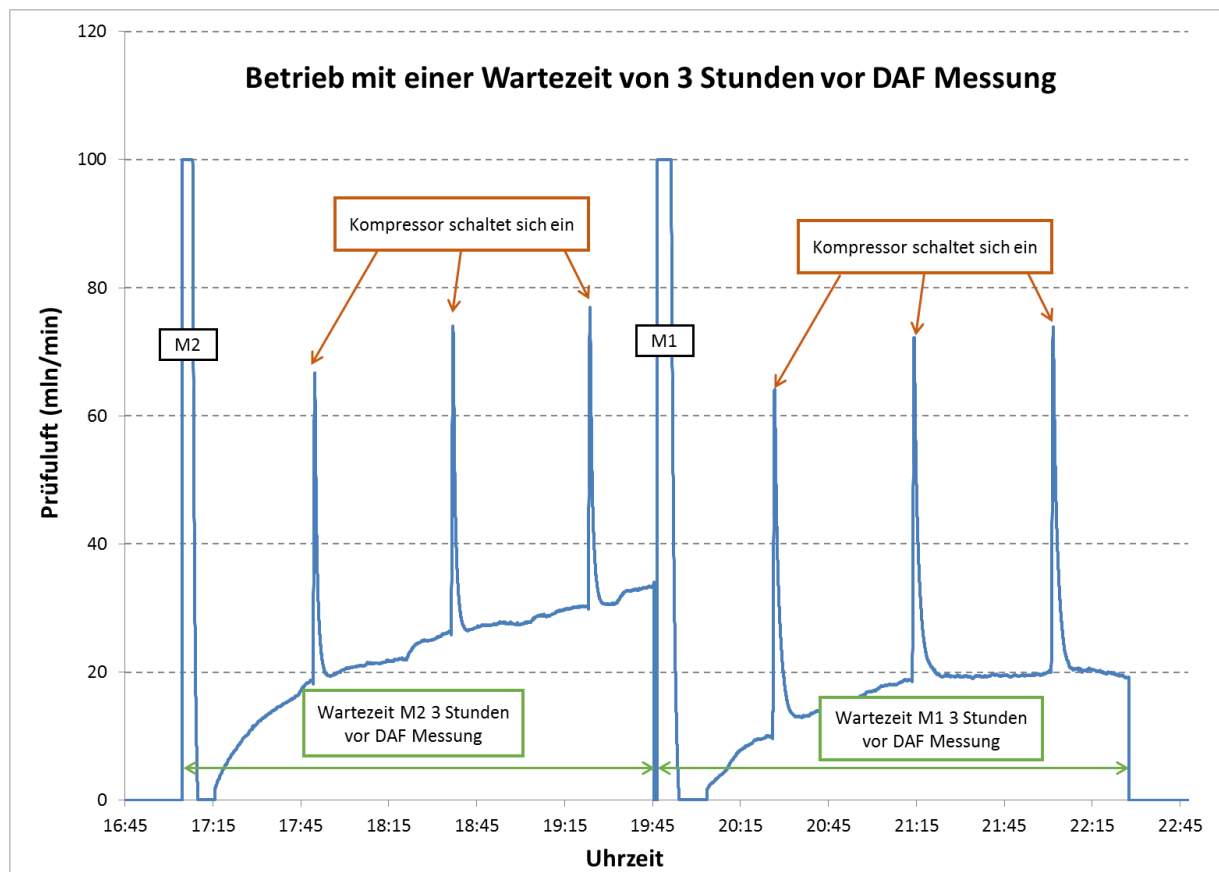


Versuch mit langer Wartezeit (3 Stunden)

In weiterer Folge wurde die Wartezeit am 25. März 2017 von 60 Minuten auf drei Stunden erhöht. Wie bereits beschrieben, wurde dabei jeweils erst nach der drei stündigen Wartezeit die DAF-Messung ausgeführt. Abbildung 21 zeigt, dass auch hier die Luftdiffusionswerte beider Membranen anstiegen. Je länger die Wartezeit war, desto höher war der Anstieg der Diffusionsraten, wobei der Wert an M2 wieder schneller anstieg als an M1. An M1 stellte sich innerhalb der langen Wartezeit ein Plateau-Wert der Luftdiffusion ein, welcher konstant blieb. Auch hier ist das regelmäßige Einschalten des Kompressors durch Peaks der Diffusionsraten sichtbar. Die Unversehrtheit der Membranen war aber daran erkennbar, dass es nach dem Peak wieder zu einem Rückgang auf den Diffusionswert kam.

Eine noch weitere Erhöhung der Wartezeit wurde nicht vorgenommen, da es sich hierbei ohnehin nicht um eine praktikable Einstellung handelt. Für den Normalbetrieb erscheinen 20 Minuten oder weniger (jedoch zumindest 5 bzw. 6 Minuten plus Sicherheitszeit) praktikabel.

Abbildung 21: Betrieb mit einer Wartezeit von 3 Stunden (25. März 2017)



Ansteigender Luftdiffusionswert und sukzessiver Membranbruch

Durch die Versuche mit unterschiedlichen Wartezeiten und dadurch akkumulierten hohen mechanischen Belastungen wurde am 27. März 2017 ein von selbst auftretender Membranbruch an dem Membranmodul M2 sichtbar. Der entstehende Schaden hatte sich durch sukzessiv steigende DAF-Messwerte bereits zuvor angekündigt.

Abbildung 22 zeigt den Betrieb der Versuchsanlage über den Zeitraum von 26. – 28. März 2017. Zu erkennen ist der Anstieg der Luftdiffusionswerte an der M2 bzw. der Membranbruch ab der Überschreitung des Grenzwertes. Weiters sind wieder die Peaks beim Einschalten des

Kompressors sichtbar. In Abbildung 23 ist im Detail ersichtlich, dass die Luftdiffusionswerte bei einer Wartezeit von 160 Minuten mit jedem weiteren Prüfzyklus sukzessive ansteigen. Am 27. März 2017 kurz nach Mitternacht erreichte der Diffusionswert den voreingestellten Grenzwert für intakte Membranen von 60 ml/min.

Die Anlage hatte den Verlust der Integrität der Membran somit zweifelsfrei festgestellt. Ein niedrigerer voreingestellter Grenzwert für intakte Membranen kann ein noch früheres Erkennen von Schäden ermöglichen. Gleichzeitig steigt aber das Risiko für falsch positive Ergebnisse z.B. durch Kompressorvibrationen.

Ein Ausschalten des Kompressors durch die Steuerung innerhalb der 20 Sekunden langen Prüfdauer kann hierbei einfache Abhilfe schaffen.

Abbildung 24 zeigt im Detail, wie das Rückspülwasser von der Prüfluft durch die Membranmodule M2 bzw. M1 gedrückt wird. An M2 erfolgt aufgrund des zu hohen DAF-Messwertes (durch den Membranbruch) innerhalb der Wartezeit kein Rückgang auf den Diffusionswert. Die Anlage löst Alarm aus und stoppt.

Die Entwicklung der DAF-Werte über die Zeit ist in Abbildung 25 dargestellt. Es zeigt sich, dass die Luftdiffusionsraten an der M2 ansteigen und den Grenzwert von 60 ml/min am 27. März 2017 überschreiten. Die DAF-Werte der M1 bleiben konstant und liegen unter dem Grenzwert. Somit ist diese Membran intakt und hat entsprechend des zweistufigen Konzeptes die Filterwirkung aufrechterhalten.

Abbildung 22: Betrieb mit steigenden DAF-Werten und Membranbruch der M2 (26. – 28. März 2017)

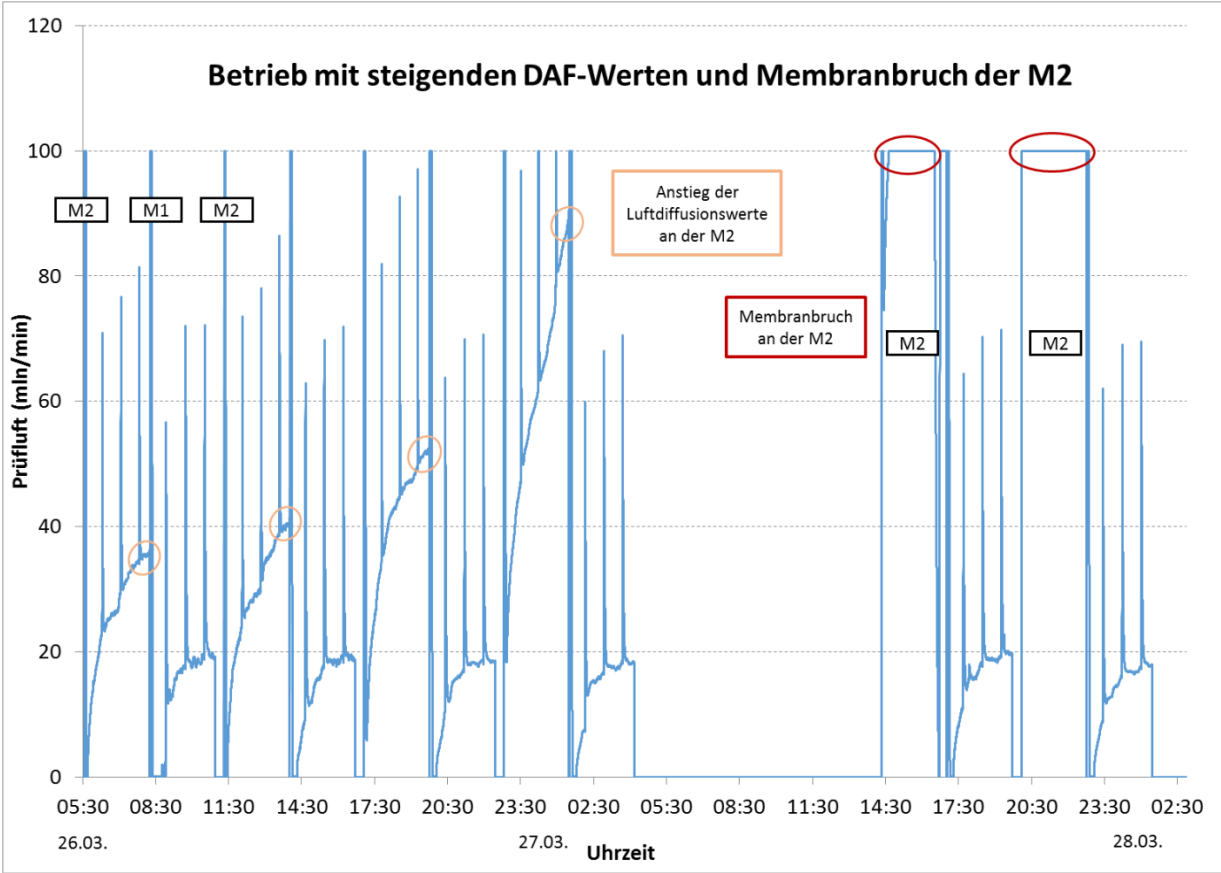


Abbildung 23: Anstieg der Luftdiffusionswerte von M2 im Detail (26. – 27. März 2017)

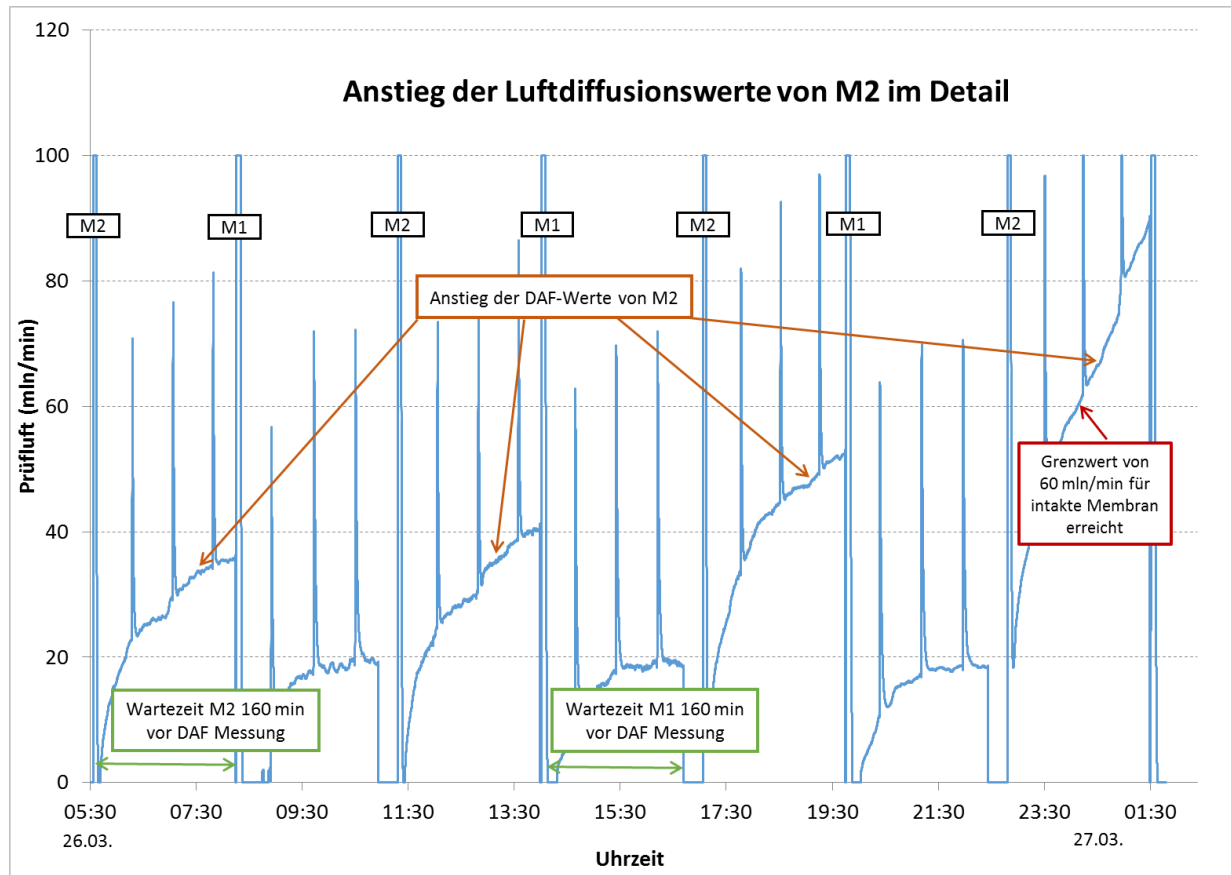


Abbildung 24: Membranbruch an der M2 im Detail (27. – 28. März 2017)

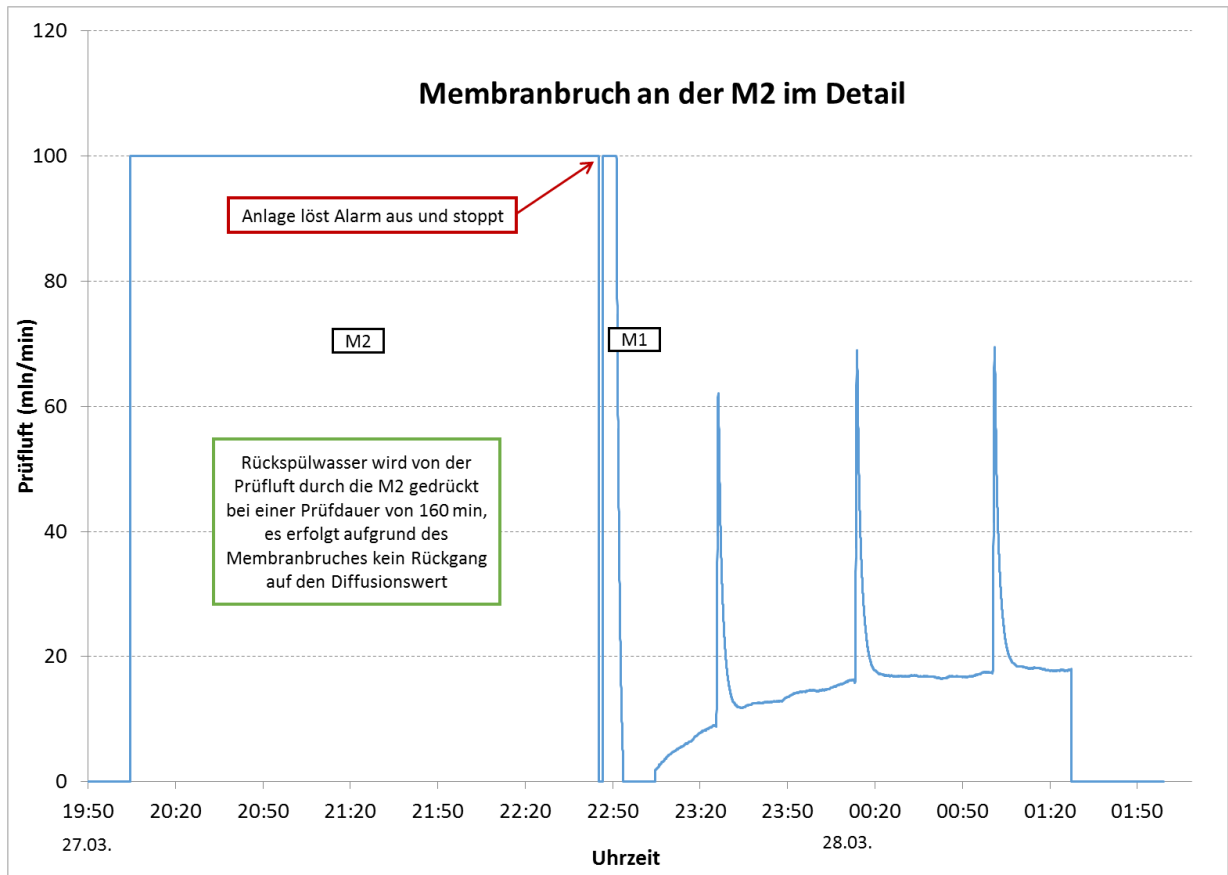


Abbildung 25: DAF-Auswertung von M2 (defekt) bzw. M1 (intakt) (26. – 28. März 2017)

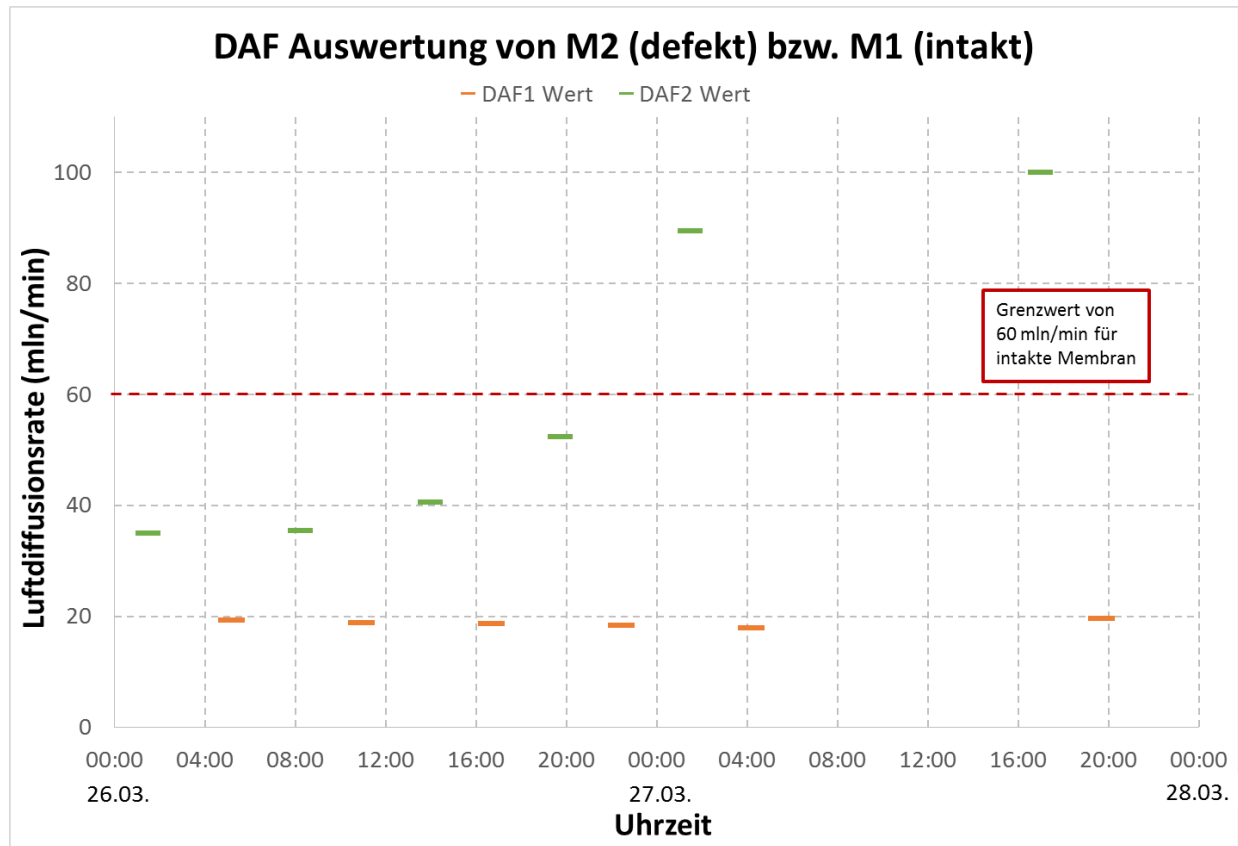
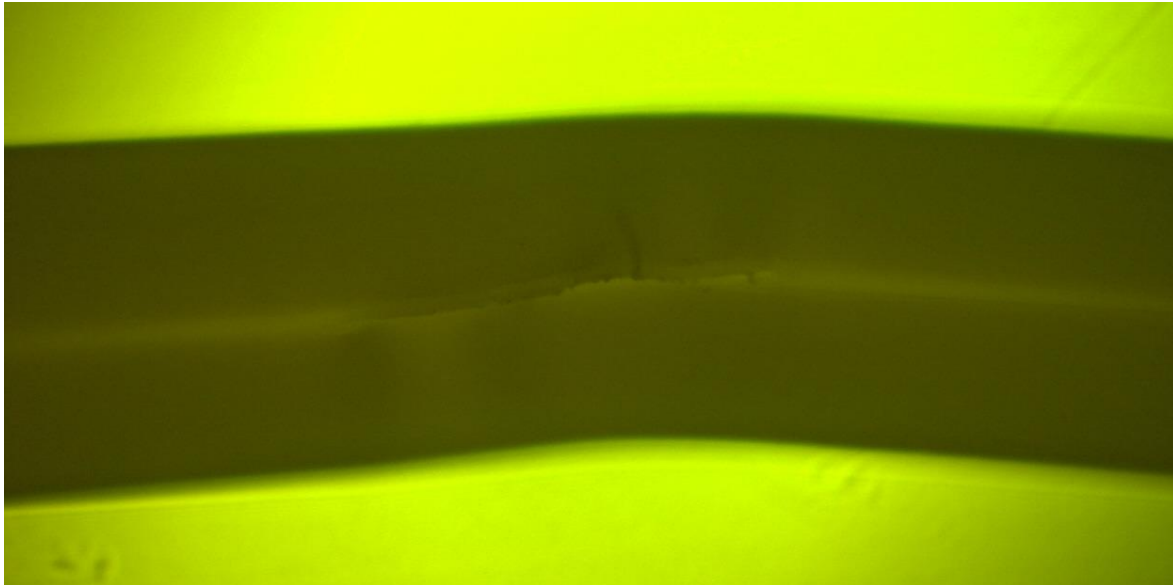


Abbildung 26 zeigt das im Zuge der Reparatur herausgeschnittene Hohlfaserstück an dem der Membranbruch aufgetreten ist. Im Vergleich zu Abbildung 16, auf der das Nadelloch deutlich hervortritt, ist der natürlich aufgetretene Membranbruch auch unter dem Mikroskop kaum zu erkennen. Es handelt sich dabei um den in der Bildmitte im helleren Streifen sichtbaren, dunkleren Längsriss. Die Integritätsprüfung der UF2-Anlage hat diese Schadstelle eindeutig erkannt.

Abbildung 26: Mikroskopbild des herausgeschnittenen echten Membranbruchs (Längsriss)



5.5 Anlagentestbetrieb für Probenahmen

Um Routine für die künftigen Probenahmen zu erhalten, wurde noch im Zuge des Testbetriebes eine erste Probenahme durchgeführt. Dabei waren zwei gleichartige (nicht modifizierte) Ultrafiltrationsmodule in der UF2-Anlage eingebaut.

5.5.1 Desinfektion der Anlage

Am Tag vor der Probenahme wurde die Anlage gemäß den Angaben des Membranherstellers einer Desinfektion unterzogen (basische Chlorreinigung bei pH 12 mit 5.000 ppm NaOCl für 30 Minuten zirkulieren), um alle Kontaminationen, die im Zuge des Zusammenbaues und des Ein- und Ausbaues der Membranmodule bei den Vorversuchen eventuell in die Anlage gelangt waren, zu eliminieren. Danach wurden der Vorlagetank und die Anlage gründlich mit Grundwasser gespült und direkt vor Beginn der Probenahme der Restchlorgehalt an der Rohwasser-Probenahmestelle bestimmt, um die mikrobiologische Probenahme nicht zu verfälschen.

Der zum Probenahmetermin gemessene Restchlorgehalt war unter der Bestimmungsgrenze (0,01 mg/l Cl₂).

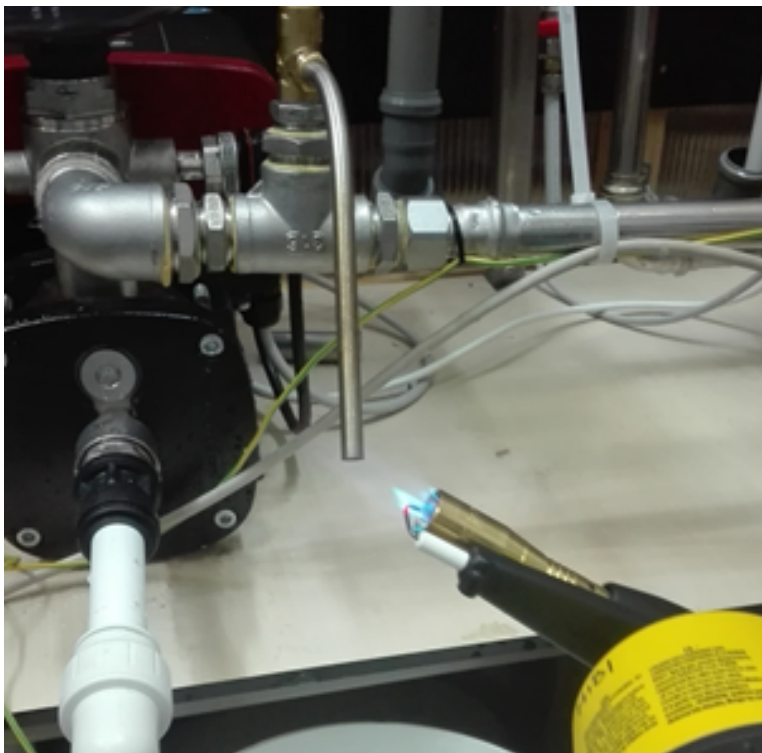
5.5.2 Ergebnisse der Probenahme vom 4.4.2017

Die Proben tragen jeweils die Namen R für Rohwasser (Vorlagewasser) sowie P1 und P2 für das Permeat nach der ersten UF-Stufe und nach der zweiten UF-Stufe.

Zu Beginn der Probenahme wurden an jeder Probenahmestelle die Vor-Ort-Parameter gemessen.

Danach wurden Proben für die mikrobiologischen Untersuchungen genommen und auf mikrobiologische Standardparameter sowie mittels Durchflusszytometrie (Zellzahlmessung) untersucht. Abbildung 27 zeigt das Abflämmen einer Probenahmestelle vor der mikrobiologischen Probenahme um Kontaminationen, die durch Berührung oder durch die Luft an das Probenahmerohr gelangt sein könnten, auszuschließen.

Abbildung 27: Abflämmen einer Probenahmestelle vor der mikrobiologischen Probenahme



In Tabelle 13 sind die Vor-Ort-Parameter des Vorlagewassers (Grundwassers) und des Permeates P1 und P2 zusammengefasst. Tabelle 14, Tabelle 15 und Tabelle 16 zeigen die Ergebnisse der mikrobiologischen Untersuchungen, Tabelle 17 die Gesamtzellzahl der Durchflusszytometrie. In den Tabellen wurde jeweils vermerkt, ob es sich bei dem Wert um einen Wert, der nach Norm (ISO 8199) bestimmt werden konnte, handelt, oder ob dies nicht möglich war. Da die Norm zur statistischen Sicherheit Platten mit weniger als 10 KBE

ausscheidet (ebenso solche mit mehr als 300 KBE), würde sich daraus ergeben, dass diese Platten nicht auszählbar sind. Daher stellt die Kennzeichnung dieser Werte, insbesondere bei Platten mit geringem Aufwuchspotential, kein negatives Qualitätsmerkmal dar.

Bei den durchflusszytometrischen Untersuchungen wird zu Messbeginn immer eine sogenannte Blindprobe mit Reinstwasser aus dem Labor durchgeführt. Messwerte, die in der gleichen Größenordnung liegen oder niedrigere Zellzahlen als die Blindprobe aufweisen, gelten als unter der Bestimmungsgrenze.

Tabelle 13: Vor-Ort-Parameter vom 4.4.2017

Messstelle	Leitfähigkeit (µS/cm)	pH	O2 (mg/l)	Temperatur (° C)
Rohwasser A	690	7,6	8,5	18,6
P1-A	690	7,6	8,5	18,8
P2-A	690	7,6	8,5	18,7

Die Probenahme für die mikrobiologischen Untersuchungen und Flowzytometrie wurde zwei Mal wiederholt. Die erste Probenahme (A) erfolgte mit reinem Grundwasser als Rohwasser. Bei der zweiten Probenahme (B) wurde das Grundwasser mit Kläranlagenablauf inokuliert (3 l auf 900 l Grundwasser).

Tabelle 14: Probenahme 4.4.2017 – KBE 22, KBE 27, KB 37 [Einheit Anzahl /ml]

Probenname	Wert KBE 22	Wert KBE 37	Wert KBE 27
Rohwasser A	* 2	* 4	* 6
Rohwasser B	224	* 28	370
P1-A	* 0	* 0	* 2
P2-A	* 0	* 0	* 0
P1-B	* 0	* 0	* 1
P2-B	* 0	* 0	* 0

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 15: Probenahme 4.4.2017 – Coliforme Bakterien, Escherichia coli, Gesamtcoliforme Bakterien

Probenname	Coliforme Bakterien	Escherichia coli	Gesamt coliforme
Rohwasser A	* 0	* 0	* 0
Rohwasser B	120	* 70	190
P1-A	* 0	* 0	* 0
P2-A	* 0	* 0	* 0
P1-B	* 0	* 0	* 0
P2-B	* 0	* 0	* 0

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 16: Probenahme 4.4.2017 – Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa

Probename	Enterokokken	Pseudomonas aeruginosa
Rohwasser A	NA	* 0
Rohwasser B	NA	* 1
P1-A	NA	* 0
P2-A	NA	* 0
P1-B	NA	* 0
P2-B	NA	* 0

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Aus Tabelle 14, Tabelle 15 und Tabelle 16 ist ersichtlich, dass alle bei der zweiten Probenahme (B) im Rohwasser vorhandenen Keime (KBE bzw. coliforme, E. coli und Pseudomonaden) bereits an der ersten UF Membran gänzlich zurückgehalten wurden.

Tabelle 17: Flowzytometrie Untersuchungen vom 4.4.2017

Messstelle	Gesamtzellzahl / ml
Rohwasser A	60220
P1-A	unter der Bestimmungsgrenze
P2-A	unter der Bestimmungsgrenze
Rohwasser B	151133
P1-B	unter der Bestimmungsgrenze
P2-B	unter der Bestimmungsgrenze

Tabelle 17 zeigt, dass alle bei den durchflusszytometrischen Untersuchungen gemessenen Zellzahlen des Rohwassers (Probenahme A und B) soweit zurückgehalten wurden, dass das Permeat bezüglich der Gesamtzellzahl dem Reinstwasser aus dem Labor entspricht.

5.6 Testbetrieb mit modifizierter zweiter UF-Stufe

Am 5. April 2017 wurde die konventionelle UF-Membran der zweiten Stufe (M2) gegen eine modifizierte Membran des Partners für Membrantechnik getauscht. Die ersten Versuche mit der modifizierten Membran zeigten jedoch bei dem gegebenen maximalen Transmembrandruck vom maximal 2 bar keinen messbaren Durchfluss.

In Absprache mit dem Partner für Membrantechnik wurde daraufhin versucht mit höherem Druck einen nennenswerten Durchfluss zu erreichen. Bei 4 bar wurde eine Permeatausbeute von rund 5 l pro Stunde erzielt.

Da die Produktion der modifizierten UF-Membranmodule noch in Erprobung ist, und die im ersten Testbetrieb verwendete modifizierte Membran offensichtlich zu undurchlässig war, wurde die Produktion der modifizierten Membranmodule angepasst, um den Anforderungen von Abtrennung und energetischer Optimierung besser gerecht zu werden.

Am 10. Mai 2017 wurde eine neue modifizierte UF-Membran in der zweiten Stufe (M2) eingebaut. Anhand des höheren nötigen Transmembrandrucks an M2 ist ersichtlich, dass die nominale Porengröße der modifizierten Membran gegenüber der konventionellen Membran (nominale Porenweite 0,02 μm) jedenfalls geringer ist, wenngleich die Porosimetrie der modifizierten Membran noch nicht vorliegt. Abbildung 29 zeigt den Betrieb mit der modifizierten Membran als zweite Stufe (M2), während in Abbildung 28 noch der Betrieb mit zwei konventionellen Membranmodulen kurz vor dem Austausch der M2 dargestellt ist. Anhand des Rückspülverhaltens ist kein Unterschied zwischen der konventionellen und der modifizierten M2 erkennbar, anhand des gestiegenen Transmembrandrucks während der Filtration allerdings schon.

Der Transmembrandruck von M2 (TMP02) bzw. M1 (TMP01), die zum 9. Mai 2017 noch beide konventionelle Membranen enthielten, ist in Abbildung 30 dargestellt. Der TMP01 von Membranmodul M1 ist beim Filtrationsprozess im Gegensatz zum TMP02 vom Membranmodul M2 größer. Das bedeutet, dass das Wasser durch die M2 leichter durchgedrückt werden kann. Das liegt vor allem daran, dass zu diesem Zeitpunkt die M1 bereits durch verschiedene Vorversuche verschmutzt war, während M2 noch keine Verschmutzung aufwies.

Abbildung 31 zeigt die Transmembrandrücke vom 10. Mai 2017 nach dem Austausch der M2. Der TMP02 ist bei der Filtration nun größer als der TMP01. Der Vergleich der beiden Abbildungen zeigt deutlich, dass an der modifizierten Membran durch die geringere

Porengröße mehr Druckabfall entsteht, um den konstanten Durchfluss (600 l/h) über die Membran zu filtern.

Um die Membranen von Partikeln zu befreien, die sich während der Vorversuche abgelagert hatten, wurde am 12. Juni 2017 eine saure Reinigung gefolgt von einer basischen Chlorreinigung durchgeführt. Am 13. Juni 2017 erfolgte erneut eine basische Chlorreinigung. Abbildung 32 zeigt einen auftretenden Membranbruch, an der modifizierten M2 nach einer sauren Reinigung und einer basischen Chlorreinigung. Es ist ersichtlich, dass es erst nachdem das Rückspülwasser durch das Membranmodul M2 gedrückt wurde, zu einem Rückgang der Luftdiffusionswerte kam. Innerhalb der 20 minütigen Wartezeit stieg der Wert jedoch über den Grenzwert von 60 ml/min an und die Anlage löste Alarm aus und stoppte.

Die Ursache für den festgestellten Integritätsfehler direkt nach der chemischen Reinigung ist darin zu vermuten, dass durch die intensive Reinigung auch ein Teil der Oberflächenbeschichtung der modifizierten Membran abgelöst wurde wodurch es zu einem Luftdurchtritt und somit einer Fehlermeldung gekommen ist.

Wenn diese Annahme stimmt, wäre die Integrität der Membran weiterhin gewährleistet gewesen und die Integritätsprüfung hätte einen falsch positiven Luftdurchgang gezeigt. Diese Annahme wurde in späteren Untersuchungen durch eine abermalige Benetzung der Membran mit dem Netzmittel untersucht und konnte bestätigt werden.

Bei dem konventionellen Membranmodul M1 war die Integrität hingegen jedenfalls gegeben.

Abbildung 28: Betrieb mit konventionellen Membran (9. Mai 2017)

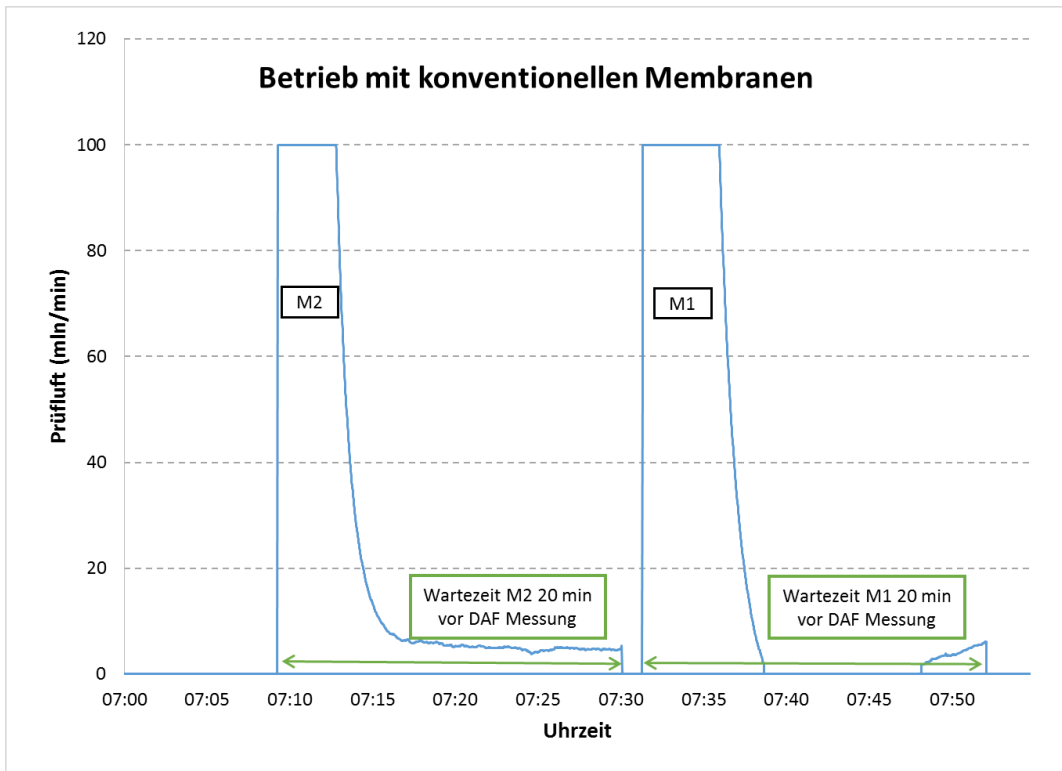


Abbildung 29: Betrieb mit modifizierter Membran (M2) (10. Mai 2017)

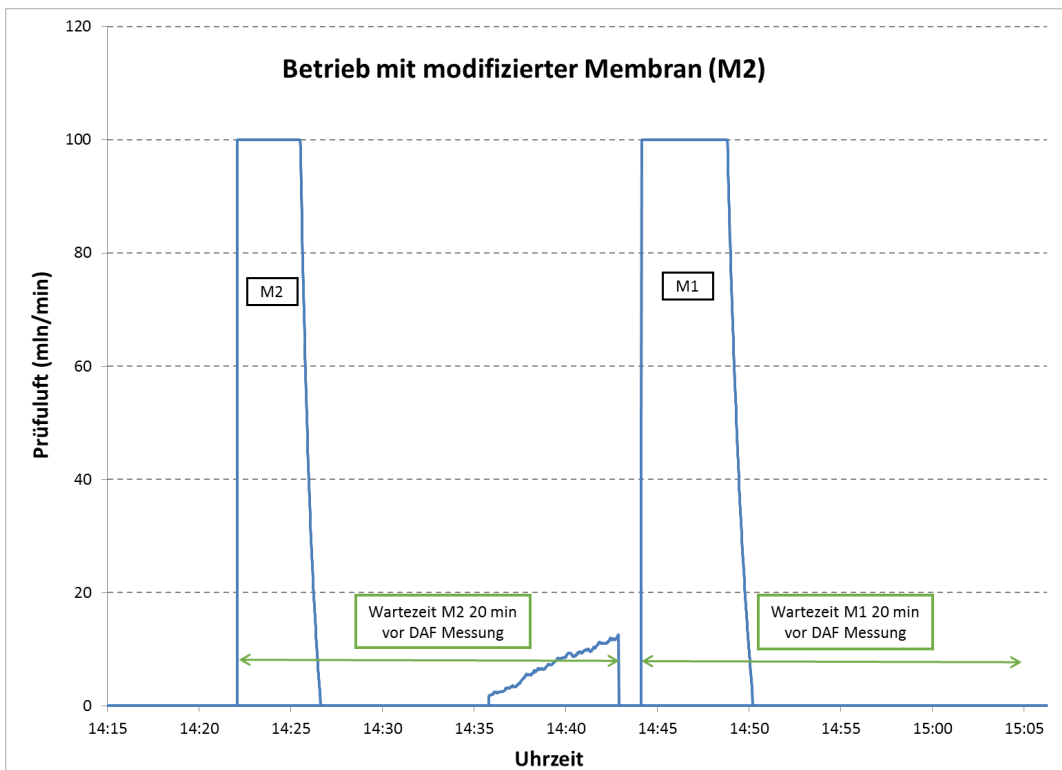


Abbildung 30: Druck und Durchfluss bei konventionellen Membranen (9. Mai 2017)

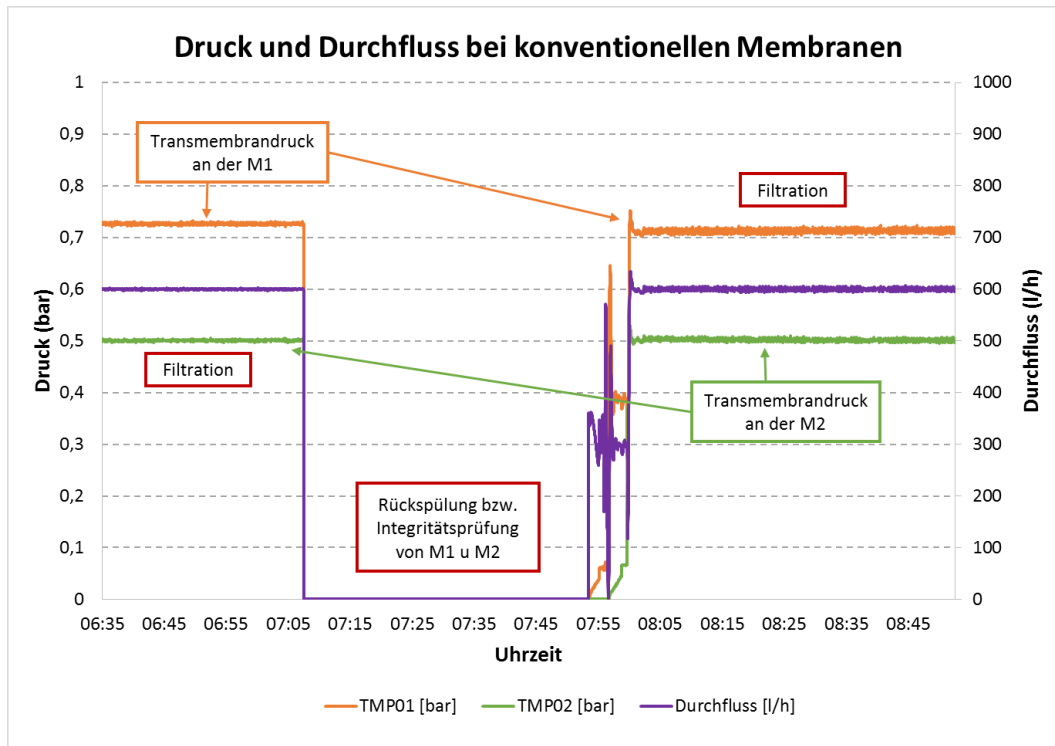


Abbildung 31: Druck und Durchfluss bei modifizierter Membran (M2) (10. Mai 2017)

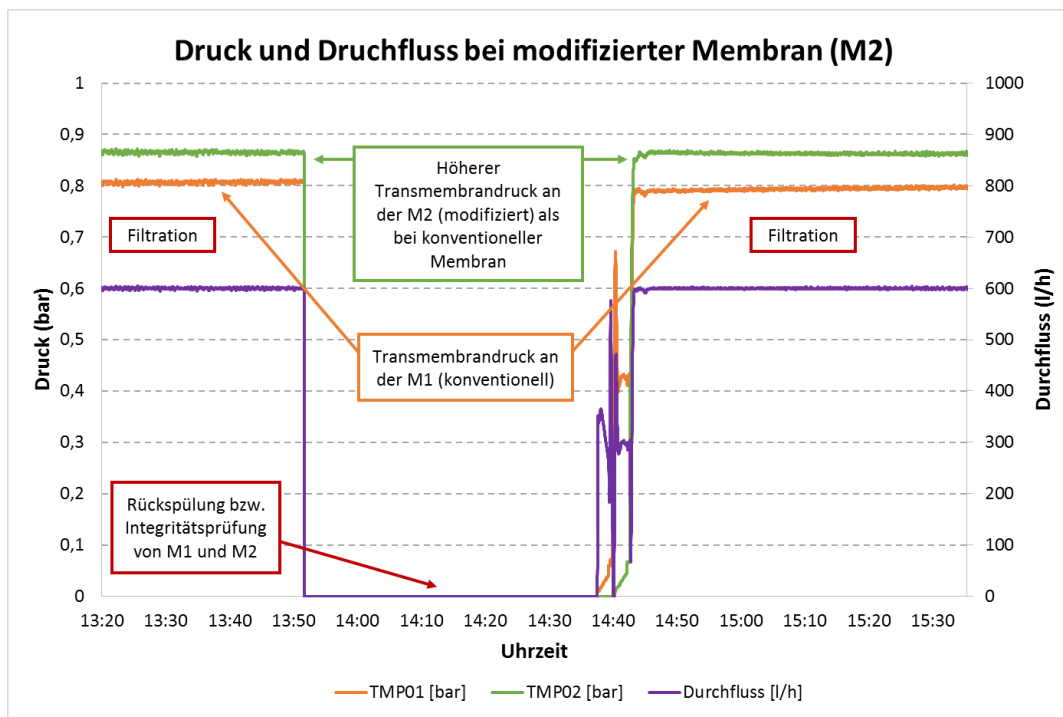
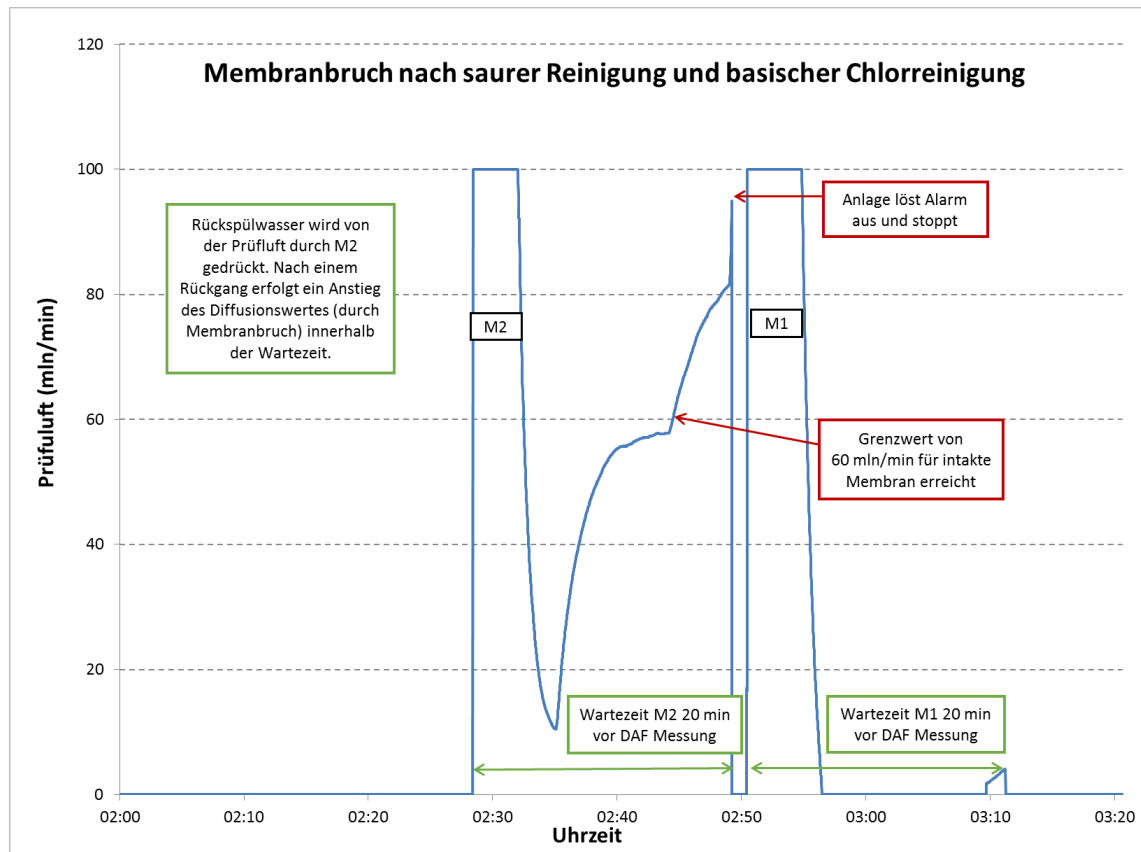


Abbildung 32: Erhöhte Luftdiffusion (die als Membranbruch angezeigt wird) an der modifizierten M2 nach saurer Reinigung und basischer Chlorreinigung (14. Juni 2017)



5.7 Effizienz chemischer Reinigungen der Membranmodule

Im Laufe der Filtration bzw. der durchgeführten Vorversuche lagerten sich Partikel an der Membranoberfläche ab, wodurch ein steigender Transmembrandruck oder sinkende Durchflussmenge herbeigeführt wurden. Die konventionellen Rückspülungen der Versuchsanlage reichten nicht mehr aus um die Ablagerungen (zum Beispiel Kalkausfällungen oder Biofilm) abzulösen. Mittels einer chemischen Reinigung (basische Chlorreinigung oder saure Reinigung) konnte die Transmissivität der Membran weitestgehend wiederhergestellt werden.

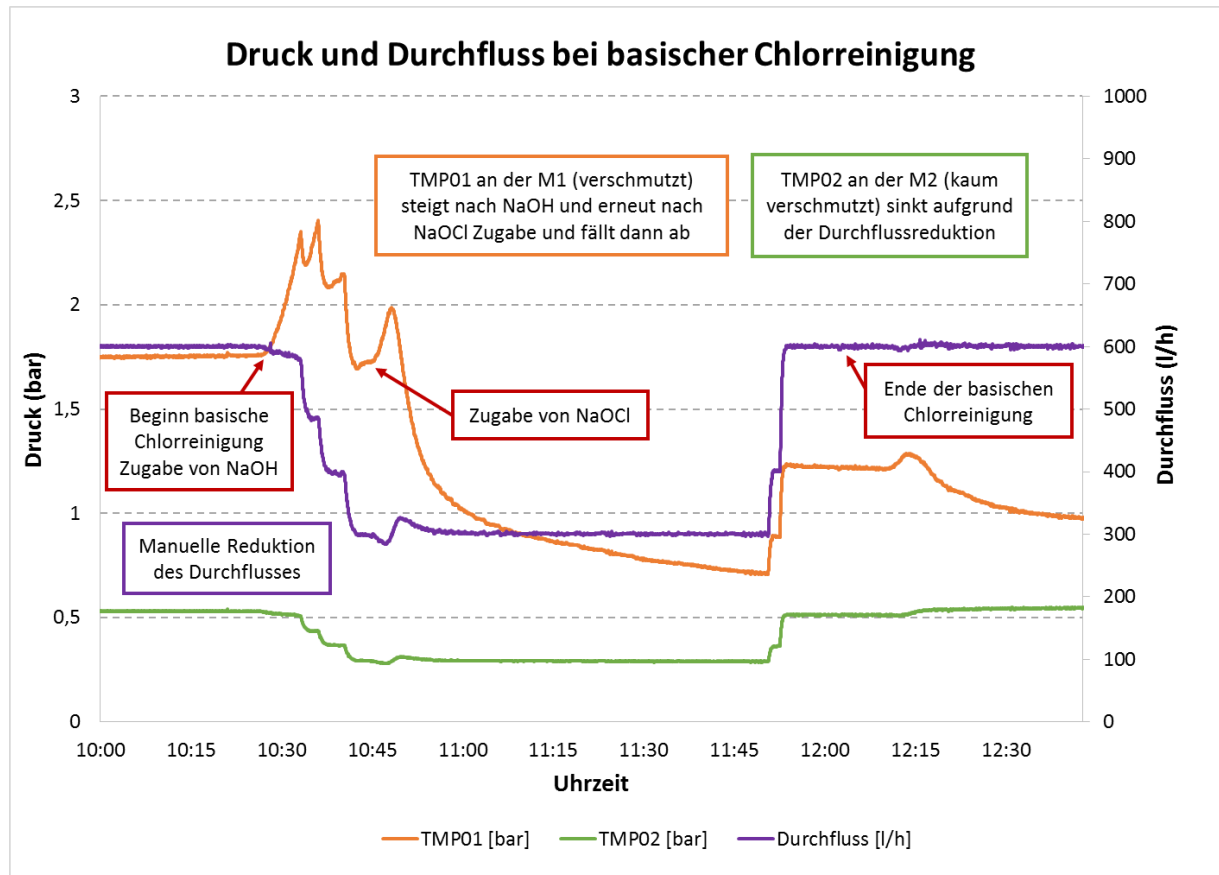
5.7.1 Basische Chlorreinigung

Am 28. April 2017 wurde bei der Versuchsanlage eine basische Chlorreinigung (mit Lauge (NaOH) und Chlorbleichlauge NaOCl) durchgeführt, um die Ablagerungen an den konventionellen Membranmodulen nach einem Challengetest mit Abwasser wieder

abzulösen. Dazu wurde zuerst Lauge (NaOH) in den Vorlagetank zugefügt, bis ein pH-Wert von 12 erreicht wurde. Anschließend wurde langsam Chlorbleichlauge (NaOCl) beigemischt und für 85 Minuten zirkuliert. Abschließend wurde die Lösung über die Membranen entleert und mit Wasser gespült.

Abbildung 33 zeigt den Durchfluss und den Transmembrandruck (TMP) beider Membranen während der basischen Chlorreinigung. Das Membranmodul M1 wies vor der Reinigung einen höheren TMP auf als Membranmodul M2, da dieses aufgrund der Filtration des Abwassers stärker verschmutzt war als M2. Durch Zugabe von NaOH stieg der TMP01 stark an, daher wurde der Durchfluss manuell von 600 l/h auf 300 l/h reduziert. Nach dem Hinzufügen von NaOCl stieg der TMP1 erneut an, fiel dann rasch ab und sank weiter bei gleichbleibendem Durchfluss. Das rasche Ansteigen des TMP01 lässt sich durch das Auflösen des Biofilms erklären, dessen gelöste bzw. oxidierte Bestandteile durch die Hohlfasern der Membran abtransportiert werden. Nach der Reinigung wies das Membranmodul M1 einen deutlich geringeren Transmembrandruck auf als davor. Es zeigte sich, dass durch die chemische Chlorreinigung Ablagerungen an der Membran gelöst werden können und somit die Effektivität verbessert werden kann. Der TMP02 an der M2, welche kaum verschmutzt war, sank alleine aufgrund der Reduzierung des Durchflusses während der basischen Chlorreinigung.

Abbildung 33: Druck und Durchfluss bei basischer Chlorreinigung (28. April 2017)



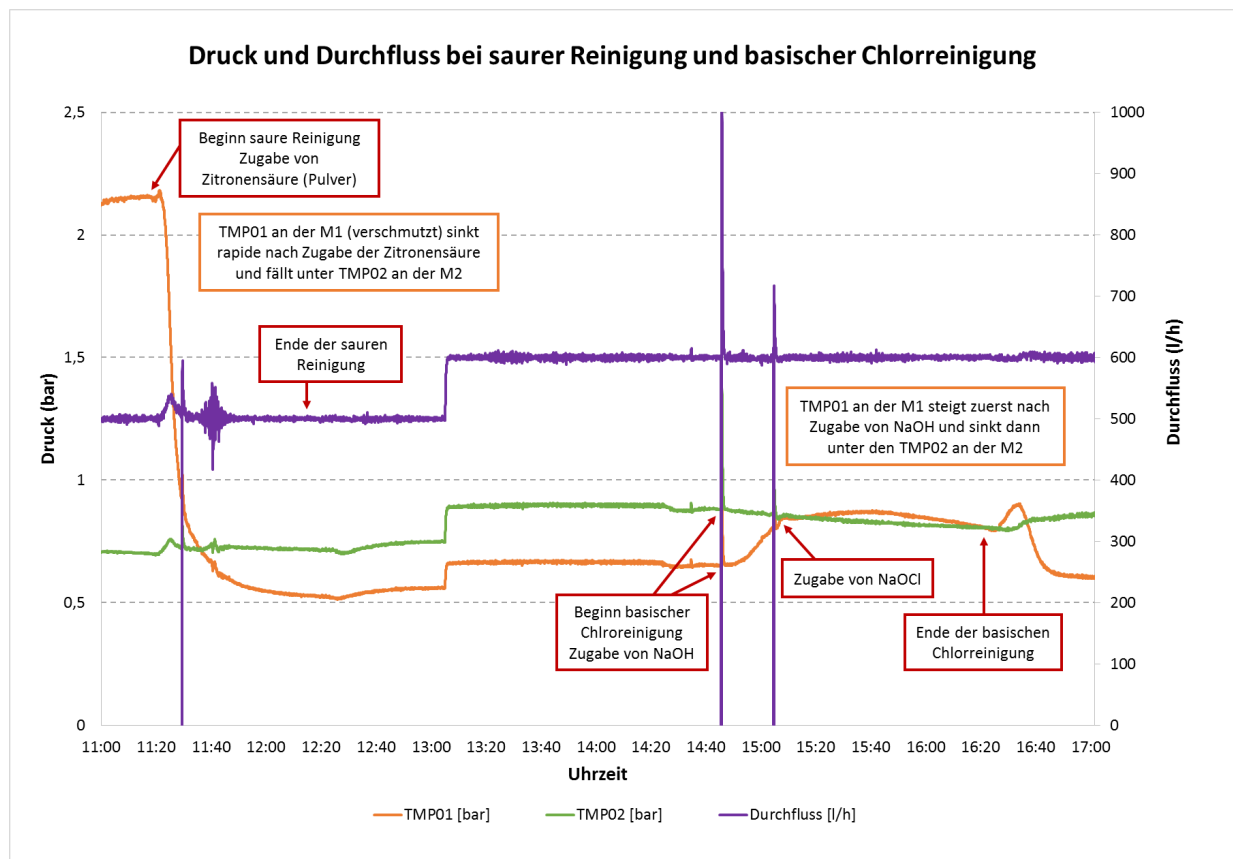
5.7.2 Saure Reinigung mit anschließender basischer Chlorreinigung

Aufgrund von hohem Transmembrandruck am Membranmodul M1 (nach verschiedenen Vorversuchen und langer Filtration von Brunnenwasser) wurde am 12. Juni 2017 zusätzlich vor der basischen Chlorreinigung eine saure Reinigung der Versuchsanlage durchgeführt, um Partikel bzw. insbesondere Kalkausfällungen besser von der Membranoberfläche zu lösen. Bei der sauren Reinigung wurde Säure, in diesem Fall Zitronensäure (lt. Hersteller) in Pulverform, beigemischt bis ein pH-Wert von 2,5 erreicht wurde. Nach einer Zirkulationszeit von 60 Minuten wurde die Lösung über die Membranen entleert und mit Wasser gespült.

Abbildung 34 zeigt den Durchfluss und den Transmembrandruck (TMP) während der sauren Reinigung und der basischen Chlorreinigung. Zu Beginn der sauren Reinigung lag der TMP01 an der M1 (konventionell), welche stark verschmutzt ist, knapp über 2 bar. Nach Zugabe der Zitronensäure sank der TMP01 rapide und fiel unter den Wert von TMP02 der M2 (modifiziert), bei einem Durchfluss von 500 l/h. Nach der sauren Reinigung wurde der Durchfluss wieder auf 600 l/h erhöht, wodurch der TMP01 bzw. der TMP02 mit anstiegen. Bei Beginn der basischen Chlorreinigung bzw. bei Zugabe von Lauge (NaOH) stieg der TMP01

zunächst und sank am Ende der Reinigung auf knapp über 0,5 bar. Durch die saure Reinigung konnten stärker haftende Ablagerungen von der Membranoberfläche entfernt werden. Die kurzfristigen, starken Durchflussschwankungen sind als Messfehler infolge der Chemikalienzugabe zu interpretieren.

Abbildung 34: Druck und Durchfluss bei saurer Reinigung und basischer Chlorreinigung (12. Juni 2017)



5.8 Energieverbrauch

Ab dem 20. April 2017 wurde für verschiedene Betriebsbedingungen der Stromverbrauch der Feed-Pumpe gemessen. Abbildung 35 zeigt den Zusammenhang des Stromverbrauchs mit dem Transmembrandruck (TMP). Die Datenpunkte sind dabei in Messungen bei zwei konventionellen UF-Modulen bzw. bei einem konventionellen und einem modifizierten UF-Modul unterteilt. Die lineare Regression ist über alle Datenpunkte gerechnet, da es im Endeffekt keinen Unterschied macht, woraus sich die Summe des TMP zusammensetzt. Die Summe des Transmembrandrucks beinhaltet immer die Druckverluste an der ersten und

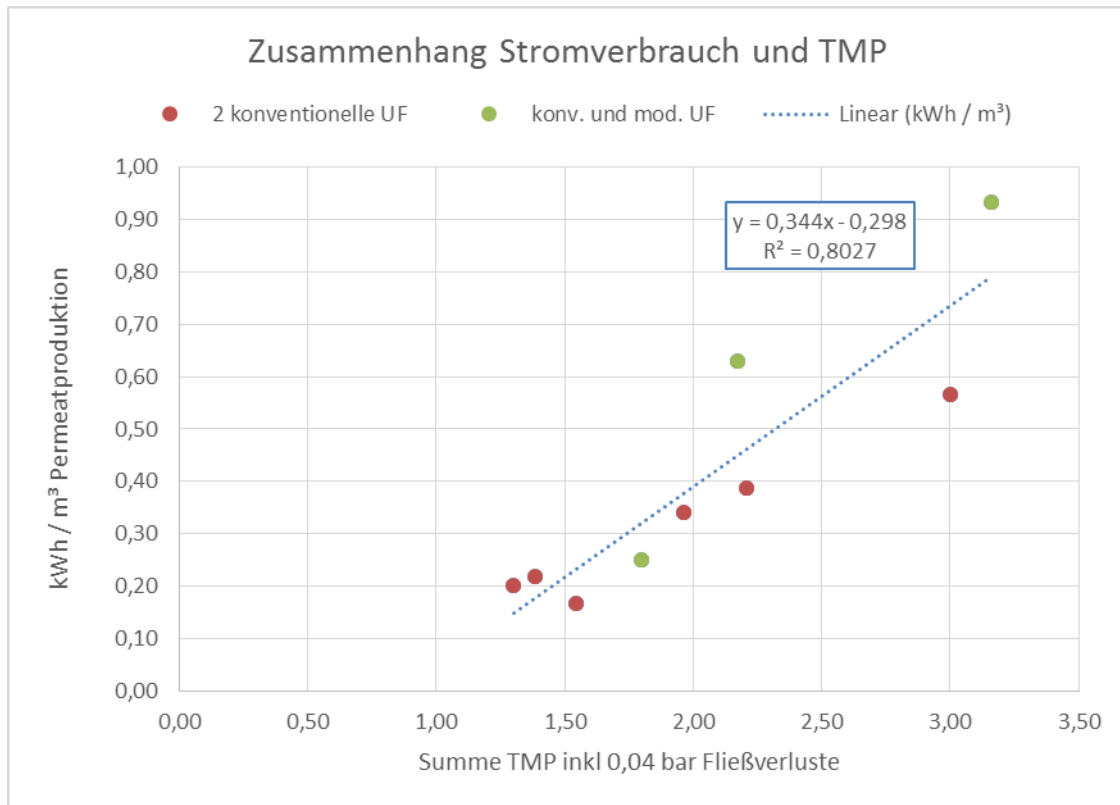
zweiten Ultrafiltrationsstufe sowie die durchschnittlichen Rohrreibungsverluste in der UF2-Anlage beim nominellen Durchfluss von 600 l/h.

Je nach Verschmutzungsgrad der Membranen ergeben sich bei einem Durchfluss von 600 l/h gesamte Druckverluste in der Anlage zwischen rund 1,3 und 3,3 bar. Bei einem Strompreis von € 0,18 pro kWh ergibt das anhand der linearen Regressionsgeraden maximale Kosten von rund 14 Cent pro m³ Permeat. Der mittlere Kostenbereich für die Permeatproduktion mit 0,4 kWh/m³ liegt somit bei rund 7 Cent pro m³.

Der Wirkungsgrad der Wasserpumpe fällt mit 10 bis 25 % eher bescheiden aus. Das liegt aber im Wesentlichen daran, dass die eingesetzte drehzahlgeregelte Pumpe der Versuchsanlage nicht in ihrem optimalen Wirkungsgradbereich arbeitet. Durch die Wahl einer anderen Pumpe könnten somit höchstwahrscheinlich noch ein deutlich besserer Wirkungsgrad und somit geringere Kosten erreicht werden.

Der Stromverbrauch des Spülluftkompressors ist gegenüber dem Verbrauch der Feed-Pumpe relativ gesehen vernachlässigbar, da sich der Kompressor innerhalb eines Produktionszyklus von 24 Stunden nur zwei Mal kurz einschaltet.

Abbildung 35: Stromverbrauch der Feed-Pumpe



5.9 Betriebskosten gesamt

Die Berechnung der gesamten Betriebskosten setzt sich aus den laufenden Kosten (Energieverbrauch und Wartung) sowie den Investitions- und Reinvestitionskosten (Membranersatz) zusammen.

Insbesondere die eventuell nötigen Wartungskosten der Anlage können erst im Praxiseinsatz festgestellt werden. Eine vorläufige Schätzung der Wartungskosten mit einem Personentag (bzw. zwei Halbtagen) pro Jahr würde einem zusätzlichen Aufwand von rund 10 Cent/m³ für die kleinste Moduleinheit bedeuten, die Wasser für rund 90 Personen liefern könnte. Für größere Einheiten reduziert sich der Wartungsaufwand entsprechend.

Eine überschlägige, vorläufige Berechnung der Investitions- und Reinvestitionskosten ist in Tabelle 18 dargestellt.

Tabelle 18: Investitionskosten und Reinvestitionskosten

	Investition	Reinvestition	Summe
Kosten	€ 10.000	€ 600	
Laufzeit in Jahren	10	1	
Kosten in 10 Jahren	€ 10.000	€ 6.000	€ 16.000
Permeatproduktion in 10 Jahren	600 l/h, 23 h/Tag		50.370 m ³
Kosten pro m³	0,20 €/m ³	0,12 €/m ³	0,32 €/m ³

5.10 Membranbruchwahrscheinlichkeit und Membranbrüche im Testbetrieb

Für die verwendeten Membranmodule mit 2.000 Hohlfasern ergibt sich unter Verwendung der Werte zur Membranbruchwahrscheinlichkeit aus der Fachliteratur bei einer überschlägigen Berechnung eine jährliche Membranbruchwahrscheinlichkeit von 0,0004 für beide Membranmodule oder anders ausgedrückt: 1 Mal in 2.500 Jahren. Bei einem täglichen Integritätstest liegt die Wahrscheinlichkeit eines gleichzeitigen unentdeckten Faserbruchs an beiden Modulen bei 1:912.500.

Im Zuge des Testbetriebes kam es zu einem nachgewiesenen und zu einem vermeintlichen Membranbruch, welche bei der Integritätsprüfung eindeutig erkannt wurden (siehe Kap. 5.4, Abbildung 24 und Kap. 5.6, Abbildung 32).

Im Zuge der Vorversuche konnten neben einer absichtlichen Beschädigung der Membran auch zwei von alleine aufgetretene Fehler festgestellt werden. Im Zuge einer langen Wartezeit vor der Integritätsprüfung hat sich gezeigt, dass ein möglicherweise vorliegender Membranschaden am Modul M2 durch einen Prüfdruck von 2 bar langsam ausgeweitet wurde, bis ein Riss in der Membran entstanden war. Dieser Schaden hatte sich bereits Tage zuvor durch ein kontinuierliches Ansteigen der DAF-Messwerte an einer der konventionellen Membranen angekündigt. Bei der Integritätsprüfung wurde die Beschädigung eindeutig erkannt.

Ein weiterer Integritätsfehler an einer modifizierten Membran am Modul M2 wurde nach einer sauren Reinigung gefolgt von einer basischen Chlorreinigung festgestellt. Es wird vermutet, dass sich das Netzmittel von der Oberfläche der modifizierten Membran zum Teil

abgelöst hatte, wodurch sich wahrscheinlich trotz intakter Membran eine erhöhte Luftdiffusionsrate eingestellt hatte und ein Membranbruch angezeigt wurde. Die vermeintliche Beschädigung wurde bei der Integritätsprüfung eindeutig erkannt. Die Technologie der Modifikation ist noch in Entwicklung, weshalb die Produktion noch weiter angepasst werden muss, um den Anforderungen chemischer Reinigungsvorgänge zu entsprechen.

In beiden Fällen ist der Integritätsfehler aufgrund einer besonderen Betriebsbedingung (übermäßig lange Prüfzeit bzw. intensive chemische Reinigung) aufgetreten. Derartige Betriebszustände sind im Normalbetrieb der UF2-Anlage nicht vorgesehen. Die aufgetretenen Membranbrüche bzw. der vermeintliche Membranbruch nach der intensiven chemischen Reinigung sind somit für den Normalbetrieb nicht repräsentativ.

5.11 Feststellung der Alarmgrenzen der Integritätstests

Aus den Ergebnissen der Variation der Betriebsparameter im Testbetrieb (unterschiedliche Wartezeiten bis zur DAF-Messung, befüllte bzw. entleerte Feedseite sowie modifizierte und konventionelle UF-Module) sowie der späteren Überwachung der Betriebsparameter im Zuge der Challengetests (Kapitel 6) können die Betriebsparameter und Alarmgrenzen wie folgt zusammengefasst werden:

5.11.1 Wartezeiten bis zur DAF-Messung

Für den Normalbetrieb der Anlage kann aufgrund der durchgeführten Versuche davon ausgegangen werden, dass auch eine Wartezeit von nur 10 Minuten vor der Integritätsprüfung ausreichend ist. Die absolut mindeste Wartezeit beträgt 5 Minuten (für M2) bzw. 6 Minuten für M1. Diese Werte gelten für den Anlagenaufbau (Länge und Lage der Verrohrungen), der während der gegenständlichen Untersuchungen im Technikum der Universität für Bodenkultur, Wien, Inst. f. Siedlungswasserbau vorgelegen ist. Die Wartezeiten zuzüglich mindestens einer Minute Sicherheitszeit entsprechen der durchschnittlichen Dauer der Rückspülung und des Nachrinnens (in Abhängigkeit von der Verrohrung) bis der Luftdurchfluss für die DAF-Messung bei einer intakten Membran auf Null zurückgeht. Die angegebenen Wartezeiten gelten sowohl für konventionelle als auch modifizierte Membranen.

5.11.2 Messung bei befüllter bzw. entleerte Feedseite

Die durchgeführten Versuche haben gezeigt, dass die DAF-Messung bei entleerten Druckzylindern (entwässerte Feedseite) der UF-Membranmodule sensitiver ist. Eine Messung mit befüllten Zylindern verhindert hingegen ein mögliches Austrocknen der Membranporen bei langer Wartezeit, was zu einem falsch-positiven Luftdurchfluss und somit einem falsch erkannten Integritätsfehler führen würde. Daher ist der Integritätstest mit befüllten Zylindern (bewässerter aber druckfreier Feedseite) einem Integritätstest mit entleerter Feedseite vorzuziehen.

5.11.3 Veränderung des DAF-Grenzwertes mit zunehmendem Fouling

In Abbildung 36 und Abbildung 37 sind die Luftdiffusionswerte im Zeitraum von 3. April bis 4. Mai (Testbetrieb) und von 5. Mai bis 7. Juni (erste Challenge-Tests) während des Betriebes mit einer Wartezeit von 20 Minuten bis zur DAF-Messung dargestellt. Es ist ersichtlich, dass die DAF2-Werte nach dem ersten Membrantausch am Membranmodul M2 (13. April 2017) leicht ansteigen und variieren. Beim DAF1-Wert ist ein Ansteigen nach dem ersten Challenge-Test (25. April 2017) zu erkennen. Während des Testbetriebs kommt es generell zu größeren Schwankungen der DAF-Werte, da hier mehrmals täglich Prüfzyklen durchgeführt wurden. Eine deutliche Veränderung des DAF-Grenzwertes mit zunehmendem Fouling ist nicht erkennbar und wird daher für die zukünftige Bewertung nicht angenommen.

Abbildung 36: DAF-Werte im Testbetrieb (3. April 2017 bis 4. Mai 2017)

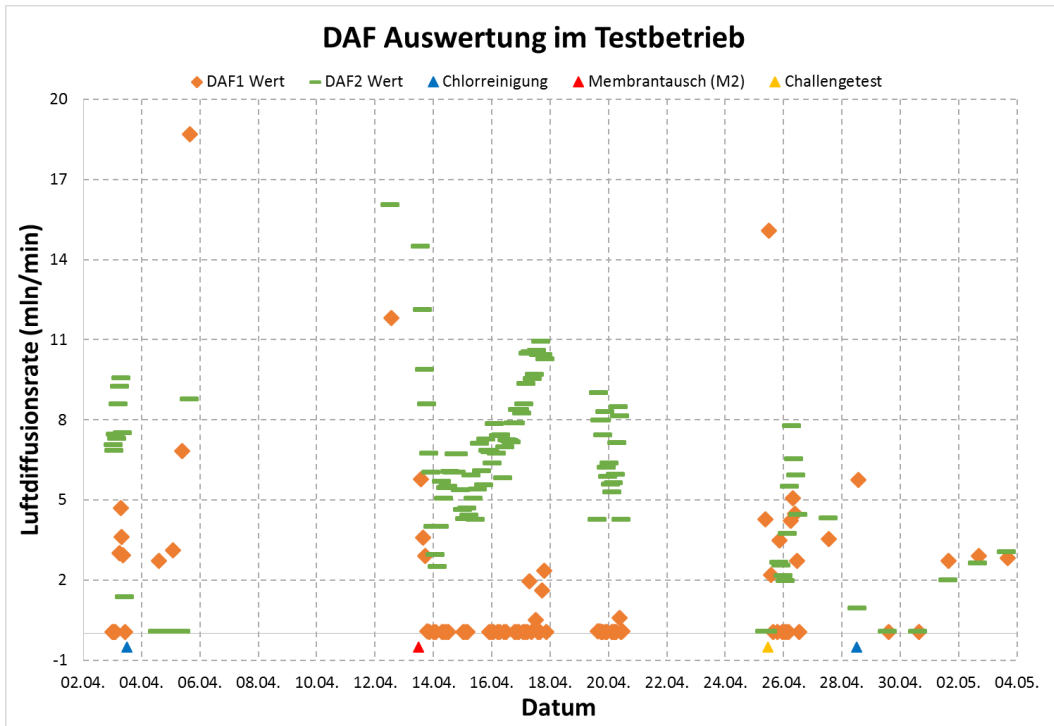
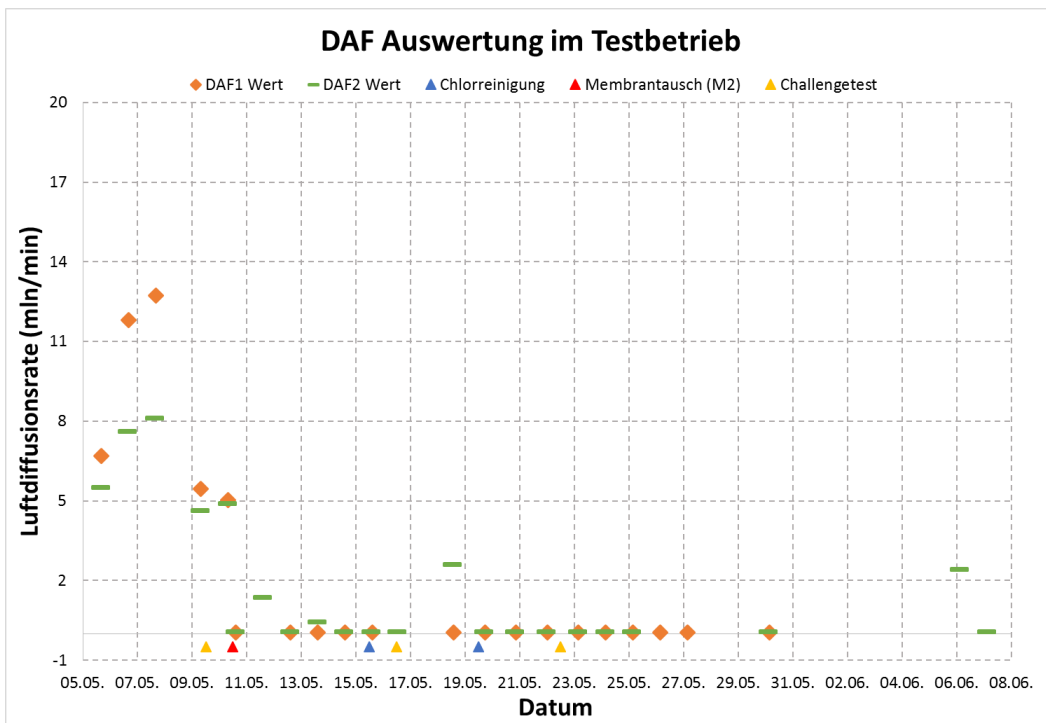


Abbildung 37: DAF-Werte zu Beginn der Challenge-Tests (5. Mai 2017 bis 7. Juni 2017)



5.11.4 DAF-Grenzwerte für intakte Membran

Laut Herstellerangabe gilt ein DAF-Wert von 60 mln/min für eine intakte Membran. Bei einer Wartezeit von nur 10 min bis zur DAF-Messung könnte entsprechend den Voruntersuchungen auch ein Grenzwert von 20 mln/min herangezogen werden, da dieser Wert von intakten Membranmodulen im Testbetrieb nie überschritten wurde (siehe Abbildung 36 und Abbildung 37). Der DAF-Test würde dadurch noch sensitiver. Dagegen spricht, dass somit auch leichter falsch erkannte Integritätsfehler auftreten können. Als DAF-Grenzwert wurde daher der Wert von 60 mln/min beibehalten.

6 Ergebnisse der Challenge-Tests im Versuchstechnikum

Die Reihe der Challenge-Tests beinhaltet die Untersuchung der mikrobiologischen Sicherheit (Standard-Mikrobiologie und Phagen-Rückhalt), die Untersuchung des Spurenstoffrückhalts und der Langzeitstabilität (Durchwachsen eines Biofilms).

Die Probenahmen und Analysen bei allen Challenge-Tests erfolgen jeweils an den drei Probenahmestellen der Versuchsanlage

- Rohwasser (R),
- Permeat 1 (P1),
- Permeat 2 (P2).

Wiederholte Probenahmen im Zuge der Abarbeitung eines Rohwasserbatches (900 Liter Vorlagewasser) wurden mit dem Zusatz „A“ (erste Probenahme zu Beginn) und „B“ (zweite Probenahme gegen Ende eines Batch-Ansatzes) bezeichnet.

Die Untersuchungen erfolgen in drei Abschnitten:

- Standard-Mikrobiologie und Phagen-Rückhalt (Kapitel 6.1),
- Spurenstoffrückhalt (Kapitel 6.2),
- Durchwachsen eines Biofilms (Kapitel 6.3).

6.1 Standard-Mikrobiologie und Phagen-Rückhalt

Im Rahmen dieses Challenge-Tests wurden folgende zwei Fragestellungen bearbeitet:

- Untersuchung des Rückhaltes hinsichtlich Standard-Mikrobiologie gem. Trinkwasserverordnung,
- Untersuchung des Rückhaltes von MS2-Phagen (stellvertretend für den Virenrückhalt).

Die Untersuchung der Standard-Mikrobiologie gem. Trinkwasserverordnung erfolgte anhand folgender Parameter und Indikatorparameter:

- Coliforme Bakterien,
- *Escherichia coli* in 100 bzw. 250 ml,
- *Pseudomonas aeruginosa* in 100 bzw. 250 ml,
- Enterokokken in 100 bzw. 250 ml,
- KBE 22 pro ml,
- KBE 37 pro ml.

Zusätzlich wurde die Koloniezahl bei 27 °C auf R2A-Medium bestimmt.

Die Untersuchung des Virenrückhalts erfolgte stellvertretend durch die Untersuchung des Rückhaltes der MS2-Phagen. Der Nachweis des Virenrückhalts durch Untersuchung des MS2-Phagenrückhaltes wird vom Technischen Komitee „Wasseraufbereitungsverfahren“ des DVGW empfohlen (DVGW, 2006). Die Größe von Viren liegt im Bereich von 20 bis 200 nm. MS2-Phagen haben einen Durchmesser von etwa 27 nm (Kuzmanovic et al., 2003) und liegen damit in der Größenordnung der Porenweite der Membran. Hierfür wurde durch das Österreichische Forschungsinstitut für Chemie und Technik (OFI) ein MS2-Phagenreferenzstamm (ATCC 15597-B1) bereitgestellt, welcher dem Vorlagetank zudosiert wurde (Konzentration Phagenreferenzstamm: 6×10^{11} pfu/ml). Je Probennahme wurden 100 ml dieser Phagenmischung dem Tank zugefügt. Für die Untersuchungen im Labor wurde mit einem *E. coli* Wirtsstamm (famp, ATCC 700891) gearbeitet.

Die mikrobiellen Untersuchungen wurden unter variablen Bedingungen (siehe Tabelle 19) insgesamt fünf Mal durchgeführt und bei jeder Probenahme Temperatur, Leitfähigkeit und pH-Wert des Wassers mithilfe eines WTW Multiline Messgerätes festgehalten.

Tabelle 19: Übersicht der mikrobiologischen Untersuchungen

Datum	Untersuchte Parameter	Bedingungen
25.04.2017	Standardmikrobiologie, Phagen, Vor-Ort-Parameter	30 l SBR Ablauf, 10 l frisches Abwasser hinzufügen Probennahme (2 Durchgänge A+B)
09.05.2017	Phagen, Vor-Ort-Parameter	Phagenmischung zudosieren Probennahme (2 Durchgänge A+B)
16.05.2017	Standardmikrobiologie, Phagen, Vor-Ort-Parameter	Phagenmischung zudosieren Probennahme (2 Durchgänge A+B) Wiederauffüllung des Tanks, 13,5 l Abwasser hinzufügen, Probennahme Standard-Mibi (2 Durchgänge C+D)
22.05.2017	Standardmikrobiologie, Phagen, Vor-Ort-Parameter	Phagenmischung zudosieren Probennahme (2 Durchgänge A+B) Wiederauffüllung des Tanks, 14 l Abwasser hinzufügen, Probennahme Standard-Mibi (2 Durchgänge C+D)
13.06.2017	Standardmikrobiologie, Vor-Ort-Parameter	8 l frisches Abwasser Probennahme Standard-Mibi (2 Durchgänge A+B)

6.1.1 Erster Challenge Test am 25. April 2017

Der Test erfolgte mit zwei konventionellen Membranmodulen. Um im Rohwasser entsprechende Verunreinigungen zu simulieren, wurden am Vortag 30 l Ablauf-Wasser aus der SBR-Anlage des Versuchstechnikums des Inst. f. Siedlungswasserbau, sowie 10 l häusliches Abwasser (Schwarzwasser) aus dem Universitätsgebäude entnommen und für den Versuch aufbewahrt.

Davon wurden 4 l SBR-Wasser und 1.5 l häusliches Abwasser in einem Ultraschallbad für 15 Minuten homogenisiert, am Versuchstag das gesamte vorbereitete Wasser dem Tank der Versuchsanlage zugefügt und für die Zeit der Zudosierung der Anlagendurchfluss temporär auf 0 l/s reduziert. Nach einer Durchmischungsphase von rund 30 Minuten erfolgte der Start der Feed-Pumpe und nach einer kurzen Wartezeit die Probenahme.

Die Probenahme erfolgte jeweils an den drei Messstellen:
R (Rohwasser), P1 (Permeat 1) sowie P2 (Permeat 2).

Die Ausführung der Probenahme erfolgte jeweils nach folgendem Prinzip:

- Messung der Vor-Ort-Parameter (Temperatur, pH, Sauerstoff),
- Entnahme einer Wasserprobe für die TOC-Messung,
- Abflämmung der Probenahmestelle für rund 2 Minuten,
- Laufenlassen des Wassers für rund 2 Minuten,
- Entnahme von Wasserproben für mikrobiologische Standardmessungen,
- Entnahme von Wasserproben für Phagenuntersuchungen,
- Entnahme von Wasserproben für durchflusszytometrische Untersuchungen,
- Abdrehen des Probenahmehahnes.

Es wurde an jeder Messstelle Wasser in zwei Durchgängen (A und B) entnommen. Die gesamte Probenahme dauerte eine Stunde und endete damit um 10:50 Uhr.

Wie in Abbildung 38 zu erkennen ist, lagen die Messwerte des Transmembrandrucks der Membranmodule 1 und 2 (TMP1 und TMP2) vor Zugabe des Abwassers bei rund 0,6 bzw. 0,7 bar. Nach Zugabe stieg der Transmembrandruck des ersten Membranmoduls (orange) um ein Vielfaches, was auf die starke Verschmutzung des Wassers zurückzuführen ist. Der Druck an der zweiten Membran (grau) blieb konstant, wonach zu schließen ist, dass bereits das erste Modul Verunreinigungen im Wasser ausreichend zurück gehalten hat und die zweite Membran nicht beeinträchtigt wurde.

Um die Membranmodule anschließend wieder zu reinigen, erfolgte nach Ende der Probenahme eine Rückspülung, welche den Transmembrandruck erheblich senkte. Allerdings erreichte der Druck TMP1 nicht wieder den ursprünglichen Wert sondern blieb mit 1,8 bar deutlich höher als zuvor (siehe Abbildung 38). Tabelle 20 zeigt die gemessenen Vor-Ort-Parameter.

Abbildung 38: Auswertung der Messergebnisse vom 25. April 2017

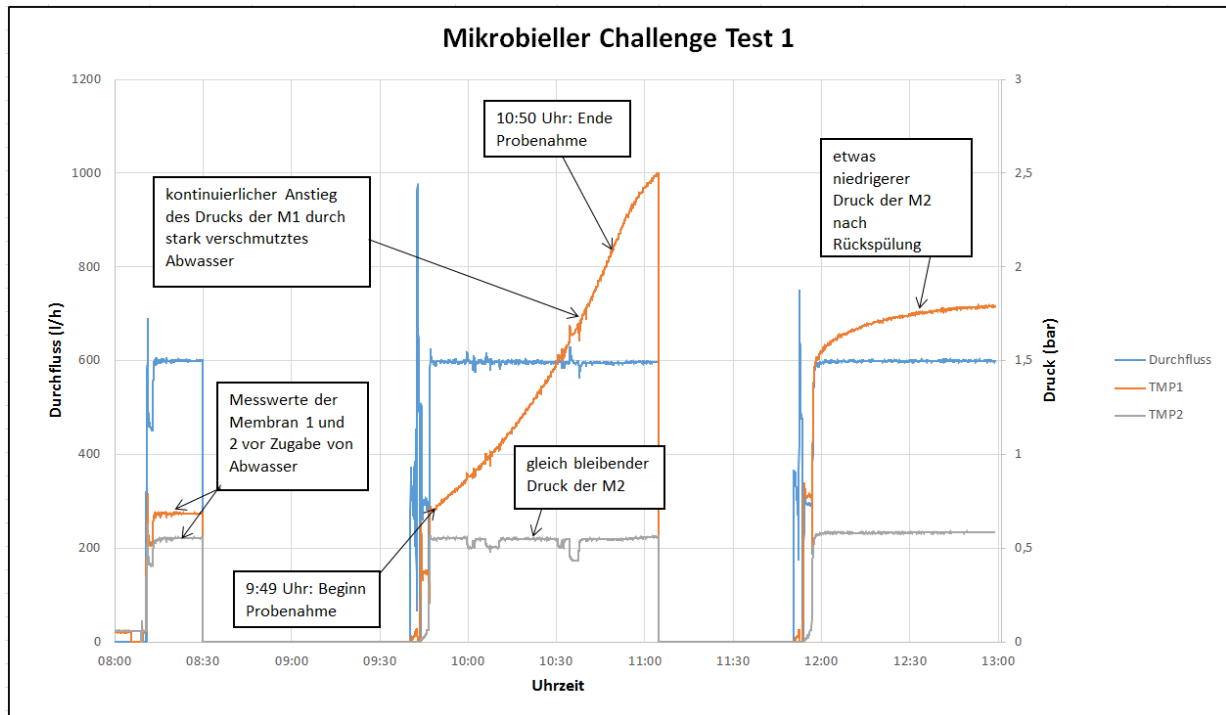


Tabelle 20: Vor-Ort-Parameter 25. April 2017

Messtelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	O ₂ [mg/l]	Temperatur [°C]
Rohwasser A	773	7,7	8,24	19,1
Rohwasser B	772	7,7	8,31	19,3
P1-A	772	7,7	8,37	19,2
P2-A	772	7,7	8,29	19,4
P1-B	772	7,7	8,33	19,6
P2-B	772	7,7	8,43	19,5

Tabelle 21 bis Tabelle 23 zeigen die Ergebnisse der ersten Probenahme vom 25. April 2017. Die Ergebnisse der Standardmikrobiologie (Koloniezahl) zeigen eine deutliche Reduktion der mikrobiologischen Parameter um mind. 4 Log-Stufen. In beiden Permeaten lagen die Koloniezahlen unter 10 KBE/ml. In der Rohwasser B-Probe war die Koloniezahl etwas höher, was auf die Probenahme bzw. Durchmischung/Absetzen der Mischung im Vorlagetank zurückgeführt wurde. In allen Permeaten waren die fäkal-assoziierten Parameter (E.coli und

Coliforme) negativ. Auch *P. aeruginosa* und Enterokokken waren nicht nachweisbar. Die Reduktion lag entsprechend der Konzentration im Rohwasser zwischen 3 und 4 Zehnerpotenzen.

In den beiden Permeaten (1, 2) sowie auch in den Rohwasserproben konnten durch das untersuchende Labor trotz der Zugabe von Abwasser keine bzw. kaum Phagen nachgewiesen werden (Tabelle 23).

Tabelle 21: Probenahme 25.4.2017 – KBE 22, KBE 27, KB 37 [Einheit Anzahl /ml]

Probenname	Wert KBE 22	Wert KBE 37	Wert KBE 27
Rohwasser A	86.000	71.000	168.500
Rohwasser B	124.000	70.000	223.500
P1-A	10	* 3	13
P2-A	* 2	* 1	* 5
P1-B	* 2	* 2	* 5
P2-B	* 2	* 2	* 4

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 22: Probenahme 25.4.2017 – Coliforme Bakterien, *Escherichia coli*, Gesamtcoliforme Bakterien - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)

Probenname	<i>Escherichia coli</i>	Gesamt coliforme
Rohwasser A	1.300	2.550
Rohwasser B	3.400	4.700
P1-A	* 0	* 0
P2-A	* 0	* 0
P1-B	* 0	* 0
P2-B	* 0	* 0

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 23: Probenahme 25.4.2017 – Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)

Probenname	Enterokokken	Pseudomonas aeruginosa
Rohwasser A	23.050	340
Rohwasser B	2.3000	750
P1-A	* 0	* 0
P2-A	* 0	* 0
P1-B	* 0	* 0
P2-B	* 0	* 0

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 24: Ergebnisse Phagen 25.4.2017

Probenbezeichnung	Probenvolumen	OFI-Code	Ergebnis 1 (pfu/ml)	Ergebnis 2 (pfu/ml)
Rohwasser A	500 ml	7	0	2
Rohwasser B	500 ml	3	0	0
P1-A	500 ml	4	0	0
P2-A	500 ml	9	0	0
P1-B	500 ml	5	0	0
P2-B	500 ml	8	0	0
SBR-Ablauf 26.4.2017	500 ml	12	3	0

6.1.2 Zweiter Challenge Test am 09. Mai 2017

Der Test erfolgte ebenfalls mit zwei konventionellen Membranmodulen. Bei dieser Probenahme wurden zusätzlich 100 ml einer angezüchteten Phagenmischung vor der Probenahme dem Tank beigelegt. Eine Zugabe von Abwasser erfolgte nicht.

Wiederum wurden an allen drei Messstellen Proben entnommen:

R (Rohwasser), P1 (Permeat 1) sowie P2 (Permeat 2). Bei der Probenahme wurde jeweils eine zusätzliche Probe zur Bestimmung der Härte entnommen.

Die Ausführung erfolgte nach folgendem Prinzip:

- Aufdrehen des Probenahmeahnes und rinnen lassen (mind. 5 Minuten)
- Messung der Vor-Ort- Parameter
- Abflämmung der Probenahmestelle für rd. 2 Minuten
- Laufenlassen des Wassers für rd.2 Minuten
- Entnahme von Wasserproben für Phagen Untersuchung
- Abdrehen des Probenahmeahnes

Wie in Abbildung 39 zu sehen ist, hatte die reine Zugabe der Phagenmischung keinerlei Auswirkungen auf den Transmembrandruck der Module 1 und 2, welche beide konstant blieben. Allerdings sind am erheblichen Unterschied zwischen TMP1 und TMP2 immer noch die Folgen des ersten Challenge-Tests zu erkennen. Tabelle 25 zeigt die gemessenen Vor-Ort-Parameter.

Abbildung 39: Auswertung Messergebnisse 09.05.2017

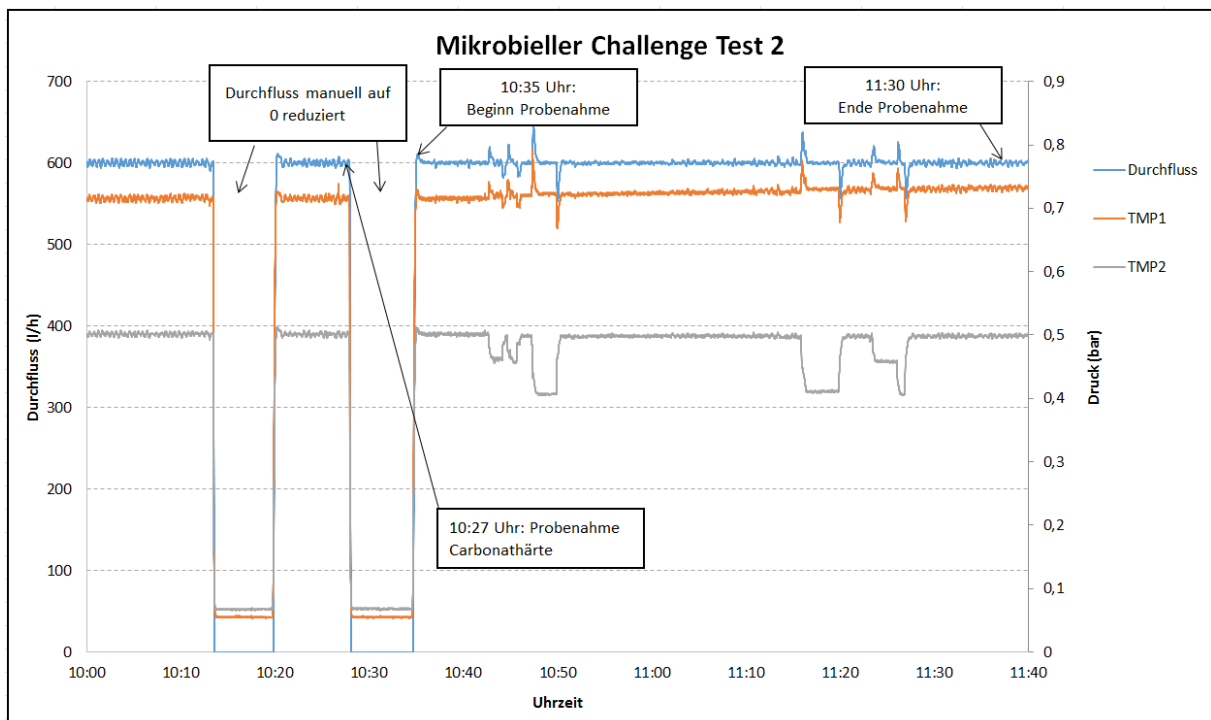


Tabelle 25: Vor-Ort-Parameter 9.5.2017

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	O ₂ [mg/l]	Temperatur [°C]
Rohwasser A	780	7,9	8,58	21,8
P1-A	779	7,9	8,57	21,8
P2-A	778	7,9	8,50	21,8

Die Phagenuntersuchung ergab eine Ausgangskonzentration des Inokulums in der Höhe von 6×10^{11} pfu/ml. Im Rohwasservorlagetank konnte eine Konzentration von durchschnittlich $7,6 \times 10^6$ pfu/ml gemessen werden. Die Phagenkonzentration im Permeat 1 lag bei durchschnittlich $2,2 \times 10^6$ pfu/ml und in Permeat 2 bei durchschnittlich $1,8 \times 10^6$ pfu/ml.

Tabelle 26: Ergebnisse Phagen 9.5.2017

Probenbezeichnung	Probenvolumen	OFI-Code	Ergebnis 1 (pfu/ml)	Ergebnis 2 (pfu/ml)
Rohwasser A	500 ml	11	7.800.000	7.500.000
Rohwasser B	500 ml	1	8.500.000	7.700.000
P1-A	500 ml	10	* n.a.	* n.a.
P2-A	500 ml	2	1.900.000	1.700.000
P1-B	500 ml	13	2.200.000	2.200.000
P2-B	500 ml	6	1.800.000	1.800.000

* Nicht auswertbar: Bakterienrasen zeigte eindeutige Zelllysis, allerdings keine klar abgegrenzten Plaques erkennbar.

6.1.3 Dritter Challenge-Test am 16. Mai 2017

Der dritte Challenge-Test war der erste Test, der in Kombination eines konventionellen sowie eines modifizierten Membranmoduls erfolgte. Um ungünstige Bedingungen zu schaffen, wurden 13,5 l häusliches Abwasser aus dem Universitätsgebäude der Anlage beigefügt.

Die Probenahme für die Phagenuntersuchung wurde mit der Zugabe der Phagenmischung gestartet. Nach dem Einmischen wurden nacheinander an den drei Probenahmestellen je zwei Proben (A und B) entnommen: R (Rohwasser), P1 (Permeat 1) sowie P2 (Permeat 2). Wie auch bei Challenge-Test 2 hat die Zugabe der Phagenmischung keinerlei Auswirkungen auf den Transmembrandruck.

Anschließend wurde das Abwasser dem Tank zugefügt, eingemischt und die Probenahme (je zwei Proben: C und D) für die Bestimmung der mikrobiologischen Parameter durchgeführt. Die Ausführung erfolgte nach dem gleichen Prinzip wie beim ersten Challenge-Test.

Wie auch bei der Probenahme am 25. April 2017 waren die Messwerte des Transmembrandrucks der Membranmodule 1 und 2 (TMP1 und TMP2) vor Zugabe des Abwassers unter 1 bar (siehe Abbildung 40). Nach der Zugabe des mechanisch vorgereinigten Abwassers stieg der Transmembrandruck des ersten Membranmoduls (orange) um ein Vielfaches, was auf die starke Verschmutzung des Wassers zurückzuführen war. Der Druck an der zweiten Membran (grau) blieb konstant, wonach wieder zu schließen war, dass bereits das erste Modul Verunreinigungen im Wasser ausreichend zurückhält.

Abbildung 40: Messergebnisse vom 16.05.2017

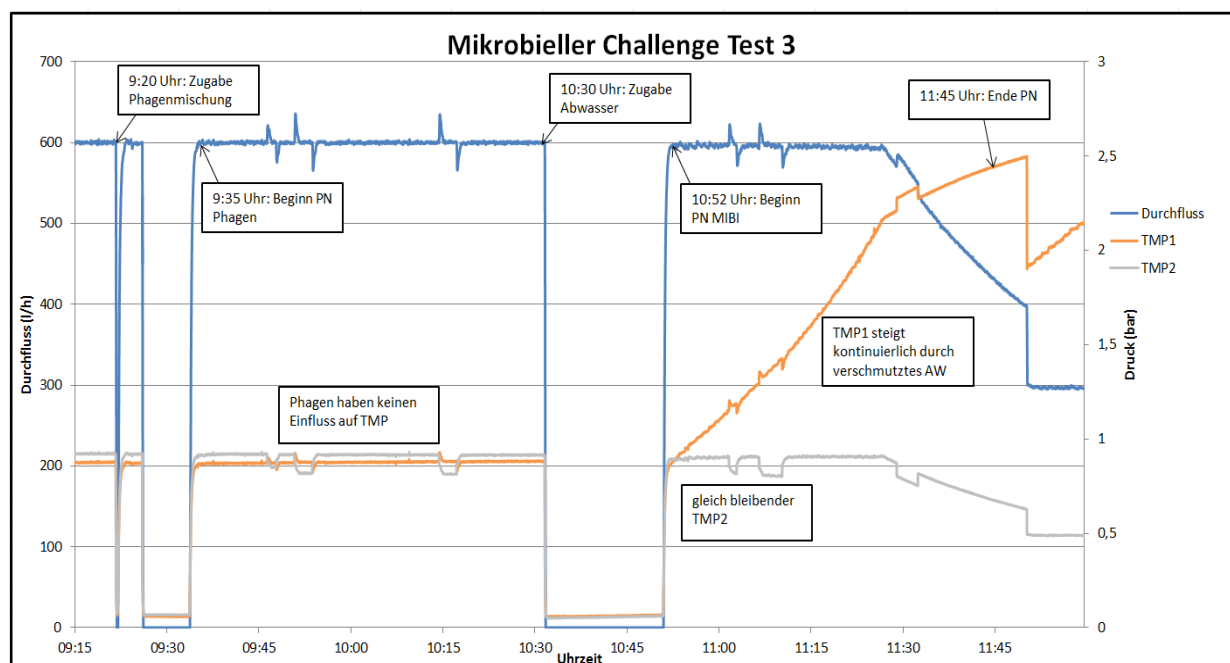


Tabelle 27 stellt die gemessenen Vor-Ort-Parameter dar.

Tabelle 27: Vor-Ort-Parameter 16.5.2017

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	O ₂ [mg/l]	Temperatur [°C]
Rohwasser A	785	7,5	7,95	17,0
Rohwasser C	785	7,5	7,97	17,5
P1-A	785	7,5	8,06	17,5
P2-C	799	7,5	8,37	17,8
P1-B	802	7,5	8,43	18,1
P2-C	802	7,5	8,45	17,7

Die Ergebnisse der Probenahme vom 16. Mai im dritten Challenge-Test (Tabelle 28 bis Tabelle 30) zeigten eine deutlich höhere Belastung im Rohwasser (nach Abwasserinokulation und Phagenzugabe) mit Koloniezahlen von über 300.000 KBE/ml bei 22° und 27°C. Die Koloniezahlen im Permeat A und B zeigten vergleichsweise geringfügig höhere Werte als im ersten Probenahmedurchgang. Coliforme und *E. coli* konnten im Permeat nicht mehr nachgewiesen werden. Im Rohwassertank war die Koloniezahl nur ausreichend, um eine Reduktion um 3 log-Stufen nachzuweisen.

Die Enterokokkenzahl war im Ausgangsmaterial (Inokulum) derartig hoch, dass die angesetzte Verdünnungsreihe nicht ausreichte, um quantifizierbare Werte zu erhalten. Jedoch im Rohwassertank betrug die Enterokokken Koloniezahl knapp unter 200.000 KBE/ml.

Lediglich in einem Permeat war eine Pseudomonas-Kolonie nachweisbar. Gleichzeitig wurde in diesem Permeat eine Enterokokken-Kolonie nachgewiesen. Dies könnte jedoch auch durch eine Kontamination während der Probenahme entstanden sein, (Aerosolbildung bei der davor durchgeführten Inokulation).

Die Ergebnisse der Phagenuntersuchungen im Permeat ergaben erneut nur eine Reduktion der Phagen aus dem Rohwasser innerhalb einer Zehnerpotenz: Die durchschnittlichen Analysewerte (pfu/ml) betragen für Rohwasser $8,5 \times 10^6$, für Permeat 1 $1,0 \times 10^6$ und für Permeat 2 $3,7 \times 10^6$.

Tabelle 28: Probenahme 16.5.2017 – KBE 22, KBE 27, KB 37 [Einheit Anzahl /ml]

Probenname	Wert KBE 22	Wert KBE 37	Wert KBE 27
Rohwasser C	* 381.500	116.000	* >300.000
Rohwasser D	* 324.000	150.500	* >300.000
P1-C	21	10	20
P2-C	* 7	* 3	* 2
P1-D	12	* 7	24
P2-D	* 0	* 4	* 3

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 29: Probenahme 16.5.2017 – Coliforme Bakterien, Escherichia coli, Gesamtcoliforme Bakterien - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)

Probenname	Escherichia coli	Gesamt coliforme
Rohwasser C	2.200	3.200
Rohwasser D	4.100	4.600
P1-C	* 0	* 0
P2-C	* 0	* 0
P1-D	* 0	* 0
P2-D	* 0	* 0
Inokolum	905.000	995.239

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 30: Probenahme 16.5.2017 – Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)

Probenname	Enterokokken	Pseudomonas aeruginosa
Rohwasser C	158.500	* <1.000
Rohwasser D	165.500	* <1.000
P1-C	* 1	* 1
P2-C	* 0	* 0
P1-D	* 0	* 0
P2-D	* 0	* 0
Inokolum	NA	NA

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 31: Ergebnisse Phagen 16.5.2017

Probenbezeichnung	Probenvolumen	OFI-Code	Ergebnis 1 (pfu/ml)	Ergebnis 2 (pfu/ml)
Rohwasser A	500 ml	16	9.300.000	7.100.000
Rohwasser B	500 ml	18	8.100.000	9.600.000
P1-A	500 ml	14	660.000	1.000.000
P2-A	500 ml	17	410.000	580.000
P1-B	500 ml	15	1.700.000	670.000
P2-B	500 ml	19	1.500.000	1.200.000

6.1.4 Vierter Challenge Test am 22. Mai 2017

Der Test erfolgte ebenfalls mit einem konventionellen sowie einem modifizierten Membranmodul. Vor Probenahmebeginn wurden 14 l häusliches Abwasser sowie 100 ml Phagemischung der Anlage beigefügt.

Die Probenahme für die Phagenuntersuchung umfasste je zwei Proben (A und B) entnommen bei den Probenahmestellen: R (Rohwasser), P1 (Permeat 1) sowie P2 (Permeat 2). Danach wurde das Abwasser dem Tank zugefügt und die Proben C und D für die Mikrobiologischen Parameter an den drei Messstellen genommen.

Die Ausführung erfolgte nach demselben Prinzip der voran gegangenen Challenge Tests.

Wie auch bei den vergangenen Probenahmen waren die Messwerte des Transmembrandrucks der Membranmodule 1 und 2 (TMP1 und TMP2) vor Zugabe des Abwassers unter 1 bar (siehe Abbildung 41). Nach Zugabe stieg der Transmembrandruck des ersten Membranmoduls (orange) wieder deutlich an und der Druck an der zweiten Membran (grau) blieb konstant. Tabelle 32 zeigt die gemessenen Vor-Ort-Parameter.

Abbildung 41: Messergebnisse vom 22.05.2017

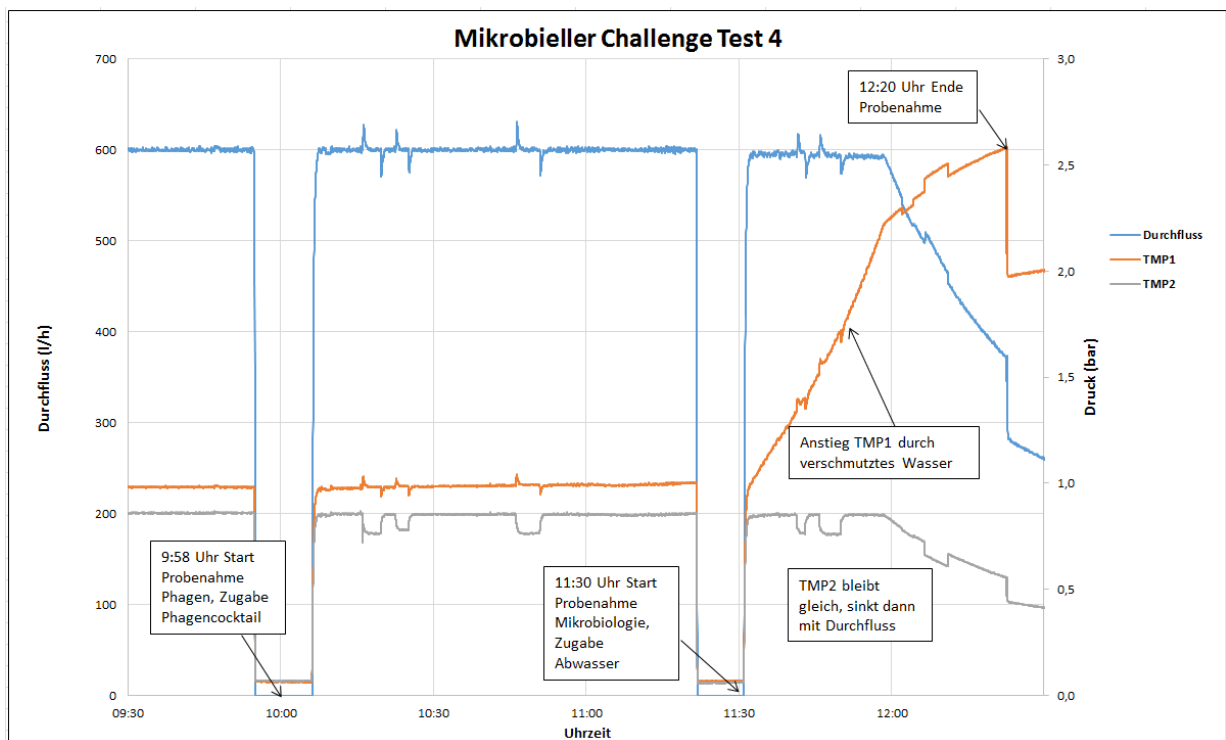


Tabelle 32: Vor-Ort-Parameter 22.5.2017

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	O ₂ [mg/l]	Temperatur [°C]
Rohwasser A	780	7,53	8,25	18,5
Rohwasser C	779	7,55	8,24	18,5
P1-A	779	7,55	8,27	18,5
P2-A	791	7,57	8,43	18,5
P1-C	791	7,57	8,41	18,8
P2-C	791	7,56	8,47	18,9

Erwartungsgemäß war auch im vierten Challenge-Test die mikrobielle Reduktion um mehr als 4 log-Stufen nachweisbar. Die KBE22 und KBE 27 Parameter lagen geringfügig höher als die Werte für KBE37 (< 10KBE/ml). Sämtliche Ergebnisse lagen unter 100 KBE/ml. Vergleicht man die Werte mit der Trinkwasserverordnung i.d.g.F. (maximal 10 KBE/ml bei 22° und 37°C) wären die Werte überschritten. Da in der Realität diese Ausgangsbelastungen nicht vorkommen, wäre ein deutlich geringeres Ergebnis im Permeat zu erwarten. Coliforme und E.coli sowie auch Enterokokken und Pseudomonaden waren in beiden Permeaten nicht nachweisbar (siehe Tabelle 34 bis Tabelle 36).

Die Ergebnisse der Phagenuntersuchungen ergaben wie bereits bisher eine Reduktion der Phagen aus dem Rohwasser nur innerhalb einer Zehnerpotenz: Die durchschnittlichen Analysewerte (pfu/ml) betragen für Rohwasser $8,9 \times 10^6$, für Permeat 1 $4,0 \times 10^6$ und für Permeat 2 $1,5 \times 10^6$.

Tabelle 33: Ergebnisse Phagen 22.5.2017

Probenbezeichnung	Probenvolumen	OFI-Code	Ergebnis 1 (pfu/ml)	Ergebnis 2 (pfu/ml)
Rohwasser A	500 ml	24	7.900.000	7.300.000
Rohwasser B	500 ml	25	9.300.000	11.000.000
P1-A	500 ml	20	6.000.000	5.400.000
P2-A	500 ml	22	1.300.000	1.700.000
P1-B	500 ml	21	4.800.000	4.600.000
P2-B	500 ml	23	1.600.000	1.200.000

Tabelle 34: Probenahme 22.5.2017 – KBE 22, KBE 27, KB 37 [Einheit Anzahl /ml]

Probenname	Wert KBE 22	Wert KBE 37	Wert KBE 27
Rohwasser C	320.000	119.091	1.195.000
Rohwasser D	1.995.000	247.728	1.745.000
P1-C	41	* 1	38
P2-C	* 6	* 0	* 6
P1-D	28	* 6	33
P2-D	11	* 1	* 4

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 35: Probenahme 22.5.2017 – Coliforme Bakterien, Escherichia coli, Gesamtcoliforme Bakterien - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)

Probenname	Escherichia coli	Gesamt coliforme
Rohwasser C	* 4.091	* 6.819
Rohwasser D	* 2.728	* 4.546
P1-C	* 0	* 0
P2-C	* 0	* 0
P1-D	* 0	* 0
P2-D	* 0	* 0
Inokolum	250.000	400.000

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 36: Probenahme 22.5.2017 – Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)

Probenname	Enterokokken	Pseudomonas aeruginosa
Rohwasser C	* n.a.	* <10.000
Rohwasser D	113.637	* <10.000
P1-C	* 0	* 0
P2-C	* 0	* 0
P1-D	* 0	* 0
P2-D	* 0	* 0
Inokolum	* 0	* <10.000

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 37: Ergebnisse Phagen 22.5.2017

Probenbezeichnung	Probenvolumen	OFI-Code	Ergebnis 1 (pfu/ml)	Ergebnis 2 (pfu/ml)
Rohwasser A	500 ml	24	7.900.000	7.300.000
Rohwasser B	500 ml	25	9.300.000	11.000.000
P1-A	500 ml	20	6.000.000	5.400.000
P2-A	500 ml	22	1.300.000	1.700.000
P1-B	500 ml	21	4.800.000	4.600.000
P2-B	500 ml	23	1.600.000	1.200.000
AW-Frisch 31.05.2017	50 ml	26	0	0

6.1.5 Fünfter Challenge Test am 13. Juni 2017

Bei dieser Probenahme wurden nur die standardmikrobiologischen Parameter gemessen. Hierzu wurden 8 Liter vorgefiltertes häusliches Abwasser dem Vorlagewasser der Versuchsanlage als Inokulat beigefügt.

Auch der fünfte Challenge-Test zeigt ähnliche Ergebnisse im Druckverlauf. Der Transmembrandruck des Moduls 1 steigt kontinuierlich an, während der Druck an der Membran 2 gleich bleibt, wie in Abbildung 42 zu sehen ist. Tabelle 38 zeigt die gemessenen Vor-Ort-Parameter. Nach der Probenahme wurden eine saure sowie eine basische Reinigung der Anlage durchgeführt um den Transmembrandruck so weit wie möglich auf den Ursprungswert zu senken.

Abbildung 42: Messergebnisse vom 13.06.2017

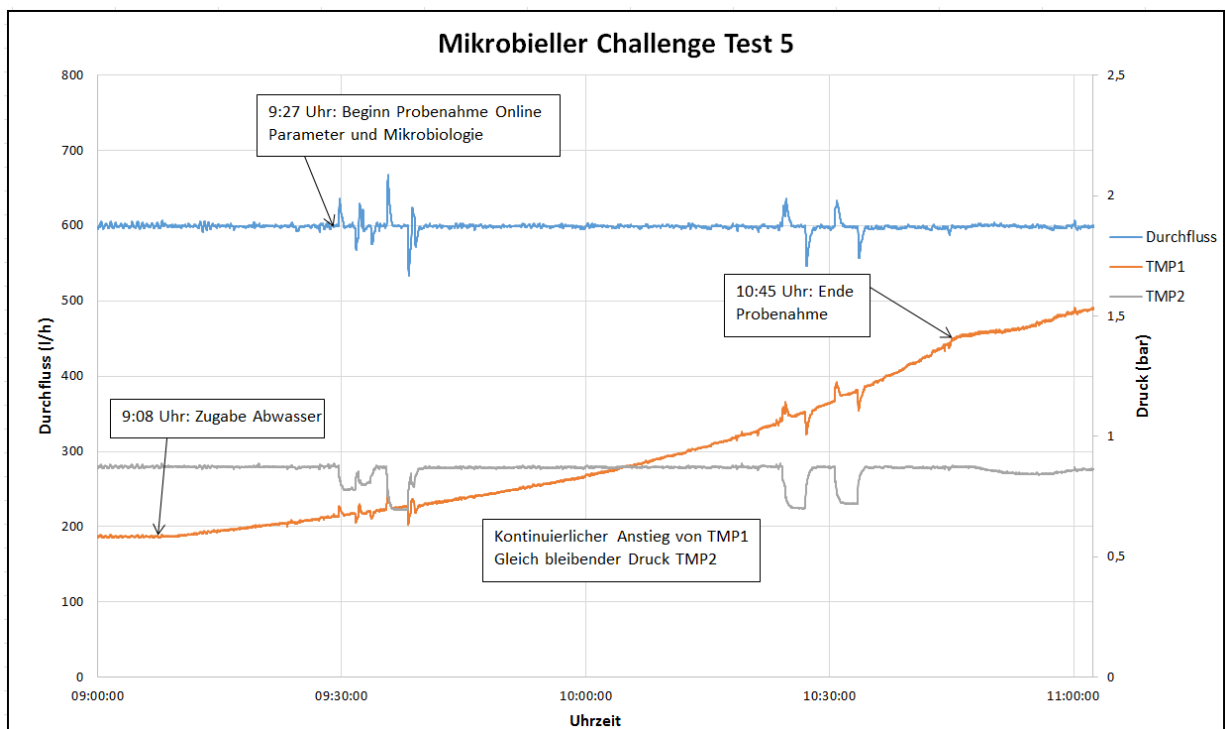


Tabelle 38: Vor-Ort-Parameter 13.6.2017

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	O ₂ [mg/l]	Temperatur [°C]
Rohwasser A	791	7,4	8,00	16,9
P1-A	791	7,5	8,03	17,5
P2-A	791	7,5	8,07	17,6

Die Ergebnisse im fünften Challenge-Tests ergaben vergleichbare Ergebnisse zu den vorangegangenen Tests (Tabelle 39 bis Tabelle 41). Allerdings wurde in einer P2-Probe einmal eine Kolonie coliformer Keime festgestellt. Innerhalb der Doppelbestimmung war ein Wert positiv und einer negativ.

Tabelle 39: Probenahme 13.6.2017 – KBE 22, KBE 27, KB 37 [Einheit Anzahl/ml]

Probenname	Wert KBE 22	Wert KBE 37	Wert KBE 27
Rohwasser A	81.429	77.500	155.910
Rohwasser B	72.858	91.905	138.182
P1-A	18	10	84
P2-A	17	* 0	15
P1-B	* 6	* 2	47
P2-B	* 6	* 0	13

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 40: Probenahme 13.6.2017 – Coliforme Bakterien, Escherichia coli, Gesamtcoliforme Bakterien - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)

Probenname	Escherichia coli	Gesamt coliforme
Rohwasser A	1.460.000	1.755.000
Rohwasser B	1.525.000	1.855.000
P1-A	* 0	* 0
P2-A	* 0	* 0
P1-B	* 0	* 0
P2-B	* 0	* 1

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

Tabelle 41: Probenahme 13.6.2017 – Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)

Probenname	Enterokokken	Pseudomonas aeruginosa
Rohwasser A	* 353.000	837
Rohwasser B	255.500	673
P1-A	* 0	* 0
P2-A	* 0	* 0
P1-B	* 0	* 0
P2-B	* 0	* 0

* Werte konnten nicht nach ISO 8199 bestimmt werden.

6.1.6 Ergebnisse der Durchflusszytometrie

Neben den konventionellen Mikrobiologieuntersuchungen wurden im Rahmen der Probenahmen immer auch 50 ml Röhrchen für durchflusszytometrische Untersuchungen abgefüllt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 43 dargestellt. Es zeigt sich, dass bezüglich der Zellzahlen eine Reduktion um 4 log-Stufen erreicht wird. Eine Ausnahme davon stellt nur die Probenahme vom 9. Mai 2017 dar, bei der eine niedrigere Zellzahl im Rohwasser vorlag. Ebenfalls ist ersichtlich, dass die Zellzahlen hinter der Membran 2 noch einmal durchwegs niedriger ausfallen als hinter der ersten Membran. Eine Boxplot-Darstellung der zwei Probenahmestellen P1 und P2 (siehe Abbildung 44) verdeutlicht dies. In diese Auswertung gingen drei Untersuchungen mit modifizierter zweiter Membranstufe und zwei Untersuchungen mit ausschließlich konventionellen Membranen ein. Einen Einfluss auf die Zellzahl im Permeat 2 hatte die Wahl der zweiten Membranstufe als konventionelles oder Modifiziertes Modul jedoch nicht. Mitunter konnte aber auch kein Unterschied festgestellt werden, da die Zellzahlen der Permeate hinter der zweiten Membranstufe ohnehin bereits im Bereich jener des Reinstwassers des Labors lagen.

Abbildung 43: Auswertung Durchflusszytometrie

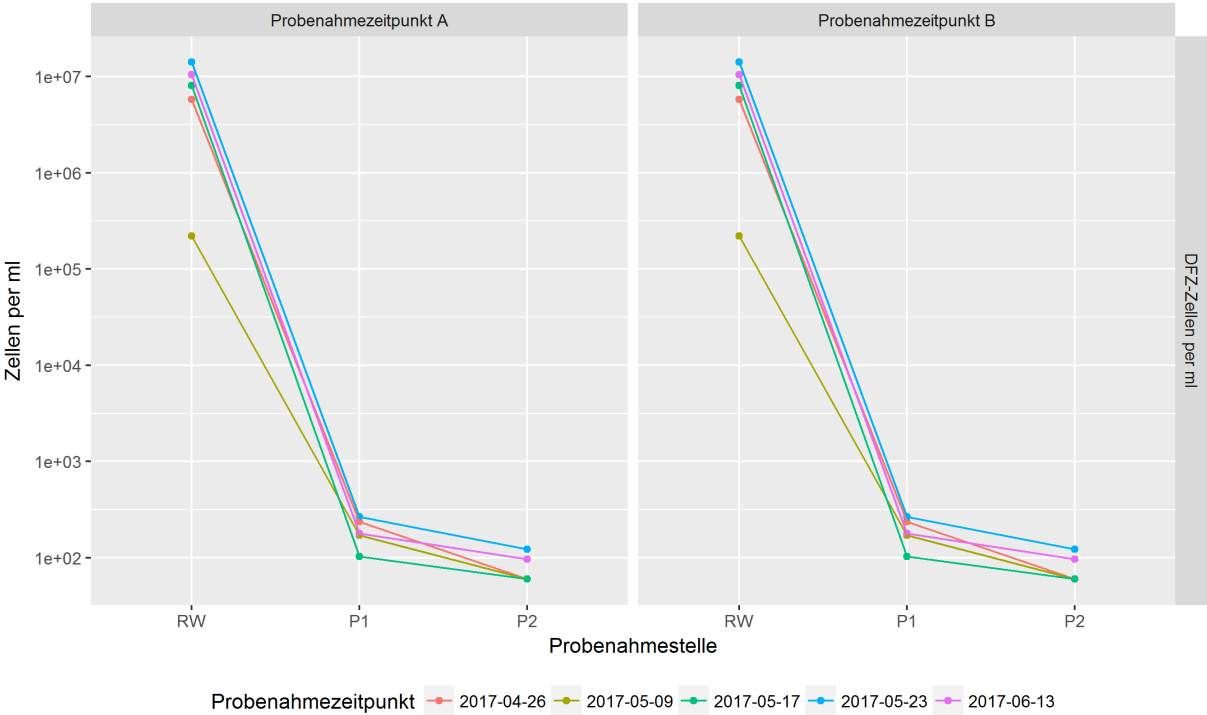
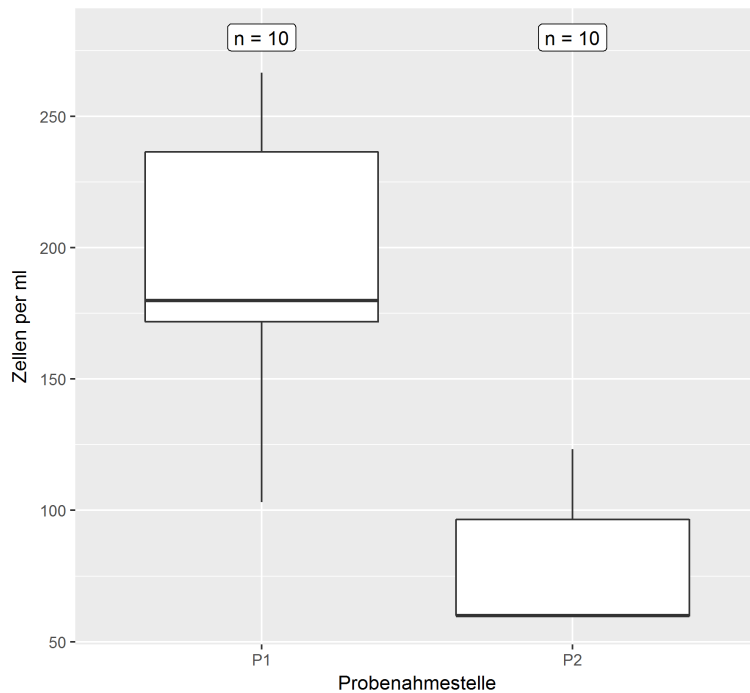


Abbildung 44: Boxplots der Zellzahlen (Durchflusszytometrie) für die Probenahmestellen P1 und P2 – 5 Probenahmen mit je 2 Probenahmezeitpunkten



6.1.7 Zusammenfassung - Standard-Mikrobiologie Challenge-Tests

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die geforderte Wirkung eines Desinfektionsverfahrens (Reduktion um 4 log-Stufen) für von den Membranen erfüllt werden kann.

Die Membranfiltration bietet einen absoluten Rückhalt hinsichtlich der untersuchten Standard-Mikroorganismen (E.Coli, Coliforme Bakterien, Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa). Im Zuge der Analysen konnte allerdings in zwei Fällen je eine Kolonie in einer Permeatprobe (P2B am 13.6. und P1C am 16.5.) festgestellt werden. Ursache könnte aber eine Kontamination der Proben (z.B. infolge von Aerosolbildung bei der Inokulation) während der Probenahme sein.

6.2 Spurenstoffrückhalt

Eines der Ziele im Projekt war zu untersuchen, welches Rückhaltevermögen gegenüber Spurenstoffen besteht und in welchem Ausmaß dieses Rückhaltevermögen durch Zugabe von Flockungsmitteln gesteigert werden kann bzw. ob Spurenstoffe bei Vorhandensein von Huminstoffen Komplexe bilden und dadurch leichter entfernbar sind. Um das Rückhaltevermögen des zweistufigen Systems zu evaluieren, wurde eine Spurenstoffmischung, bestehend aus 3 Pestiziden und 2 Medikamenten, dem Rohwasser zugefügt und deren Rückhalt nach der ersten bzw. nach der zweiten Membran untersucht. Zur Variation der Rohwassermatrix bzw. der Rahmenbedingungen wurden dem Rohwasser wahlweise Huminstoffe aus eluiertem Torf (Blumenerde), Flockungsmittel oder eine Kombination aus Huminstoffen und Flockungsmittel beigegeben. Es wurden bei jedem Versuch die Vor-Ort-Parameter Temperatur, pH-Wert und Leitfähigkeit in den genommenen Proben gemessen.

Zur Durchführung des Challenge-Tests zur Untersuchung des Spurenstoffrückhalts wurde eine Mischung aus fünf bekannten organischen Mikroschadstoffen verwendet:

- Carbamazepin,
- Diclofenac,
- Simazin,
- Atrazin,
- Diuron.

Bei den ersten beiden Stoffen handelt es sich um Arzneimittel (ein Antiepileptikum und ein entzündungshemmendes Schmerzmittel), welche im kommunalen Abwasser stark vertreten sind und in Kläranlagen nur zum Teil entfernt werden. Diese Stoffe wurden daher auch schon in Oberflächengewässern nachgewiesen. Diclofenac ist auf der Beobachtungsliste von Stoffen in der gesamten EU und könnte in Zukunft in die Liste der prioritären Stoffe laut Wasserrahmenrichtlinie aufgenommen werden.

Bei den Pestiziden (Simazin, Atrazin und Diuron) erfolgte die Auswahl aufgrund deren Relevanz bei der Trinkwasseraufbereitung bzw. der Tatsache, dass für diese Stoffe Grenzwerte in der Trinkwasserverordnung vorhanden sind. Obwohl einige davon schon längst in der EU verboten sind (z.B. Atrazin), werden Rückstände immer wieder im Grundwasser gemessen.

Eine Auflistung der einzelnen Untersuchungstermine mit den jeweils festgesetzten Rahmenbedingung ist in Tabelle 42 dargestellt. Die Untersuchungen wurden jeweils zweifach

durchgeführt (Probennummern A und B). Proben wurden an den Stellen R (Rohwasser), P1 (Permeat nach Membran 1) und P2 (Permeat nach Membran 2) genommen.

Tabelle 42: Übersicht der Untersuchungen zum Spurenstoffrückhalt

Datum	Bedingungen
14.06.	Anlagenreinigung
19.06./20.06.	Matrix: Grundwasser + Spurenstoffmischung
21.06./22.06.	Matrix: Grundwasser + Huminstoffextrakt + Spurenstoffmischung
27.06./28.06.	Matrix: Grundwasser + Flockungsmittel + Spurenstoffmischung
29.06./30.06.	Matrix: Grundwasser + Huminstoffextrakt + Flockungsmittel + Spurenstoffmischung

6.2.1 Vor-Ort-Parameter

Die sogenannten Vor-Ort-Parameter Temperatur, pH und Leitfähigkeit wurden begleitend für alle Proben gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 43 bis Tabelle 50 zusammengefasst. Es zeigt sich, dass die Temperatur und pH-Wert während der Durchführung der Versuche einen konstanten Wert hatten und somit keinen Einfluss auf etwaige Veränderungen beim Rückhaltevermögen haben können. Die größten Veränderungen sind beim Parameter Leitfähigkeit festzustellen. Dies ist jedoch mit der Zugabe von diversen Zusätzen bei den jeweiligen Versuchen (Huminstoffextrakt, Flockungsmittel) zu erklären.

Tabelle 43: Vor-Ort-Parameter 19.06.2017 / Grundwasser

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	Temperatur [$^{\circ}\text{C}$]
Rohwasser A	778	7,5	17,2
P1-A	778	7,5	17,3
P2-A	778	7,5	17,1
Rohwasser B	777	7,5	17,3
P1-B	777	7,5	17,3
P2-B	778	7,5	17,3

Tabelle 44: Vor-Ort-Parameter 20.06.2017 / Grundwasser

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	Temperatur [$^{\circ}\text{C}$]
Rohwasser A	777	7,5	17,1
P1-A	777	7,5	17,1
P2-A	776	7,5	17,3
Rohwasser B	776	7,5	17,6
P1-B	777	7,5	17,7
P2-B	777	7,5	17,4

Tabelle 45: Vor-Ort-Parameter 21.06.2017 / Huminstoffwasser

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	Temperatur [$^{\circ}\text{C}$]
Rohwasser A	786	7,5	17,2
P1-A	785	7,5	17,4
P2-A	785	7,5	17,4
Rohwasser B	785	7,5	17,7
P1-B	785	7,5	17,8
P2-B	785	7,5	17,7

Tabelle 46: Vor-Ort-Parameter 22.06.2017 / Huminstoffwasser

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	Temperatur [$^{\circ}\text{C}$]
Rohwasser A	786	7,5	17,2
P1-A	785	7,5	17,4
P2-A	785	7,5	17,4
Rohwasser B	785	7,5	17,7
P1-B	785	7,5	17,8
P2-B	785	7,5	17,7

Tabelle 47: Vor-Ort-Parameter 27.06.2017 / Flockung

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	Temperatur [$^{\circ}\text{C}$]
Rohwasser A	775	7,5	17,6
P1-A	775	7,5	17,9
P2-A	775	7,5	18,0
Rohwasser B	775	7,5	18,5
P1-B	776	7,5	18,1
P2-B	776	7,5	18,1

Tabelle 48: Vor-Ort-Parameter 28.06.2017 / Flockung

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	Temperatur [$^{\circ}\text{C}$]
Rohwasser A	774	7,5	17,4
P1-A	775	7,5	17,4
P2-A	775	7,5	17,4
Rohwasser B	774	7,5	17,4
P1-B	774	7,5	17,6
P2-B	774	7,5	17,6

Tabelle 49: Vor-Ort-Parameter 29.06.2017 / Huminstoffwasser und Flockung

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	Temperatur [$^{\circ}\text{C}$]
Rohwasser A	779	7,5	17,5
P1-A	780	7,5	17,6
P2-A	780	7,4	17,6
Rohwasser B	778	7,5	18,0
P1-B	779	7,5	17,9
P2-B	775	7,5	17,9

Tabelle 50: Vor-Ort-Parameter 29.06.2017 / Huminstoffwasser und Flockung

Messstelle	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	pH	Temperatur [$^{\circ}\text{C}$]
Rohwasser A	782	7,4	17,8
P1-A	782	7,5	17,8
P2-A	782	7,5	17,8
Rohwasser B	781	7,5	18,2
P1-B	782	7,5	18,2
P2-B	782	7,5	18,2

6.2.2 Ergebnisse zum Spurenstoffrückhalt

Das Verhalten der Spurenstoffe in der Membrananlage wird durch Vergleich der Stoffkonzentrationen im Rohwasser (Probe R) und im Permeat nach der ersten (P1) bzw. der zweiten Membran (P2) beschrieben. Als Kriterium für die Beurteilung wird die Entfernungsrates (in %) herangezogen, die für jeden einzelnen Stoff aus der jeweiligen Konzentrationsdifferenz errechnet wird.

Im Rahmen der Qualitätssicherung wurde bei jedem Versuch eine Kontrollprobe bekannter Konzentration mitgemessen und deren Wiederfindung in die Kalkulation der Proben einbezogen. Des Weiteren wurden mehrere Blindproben hergestellt und analysiert, um

mögliche unkontrollierte Kontaminationen zu erfassen. Jeder Versuch wurde zwei Mal wiederholt. Die Standardabweichung der Doppelbestimmung wurde ausgewertet und in der Beurteilung berücksichtigt.

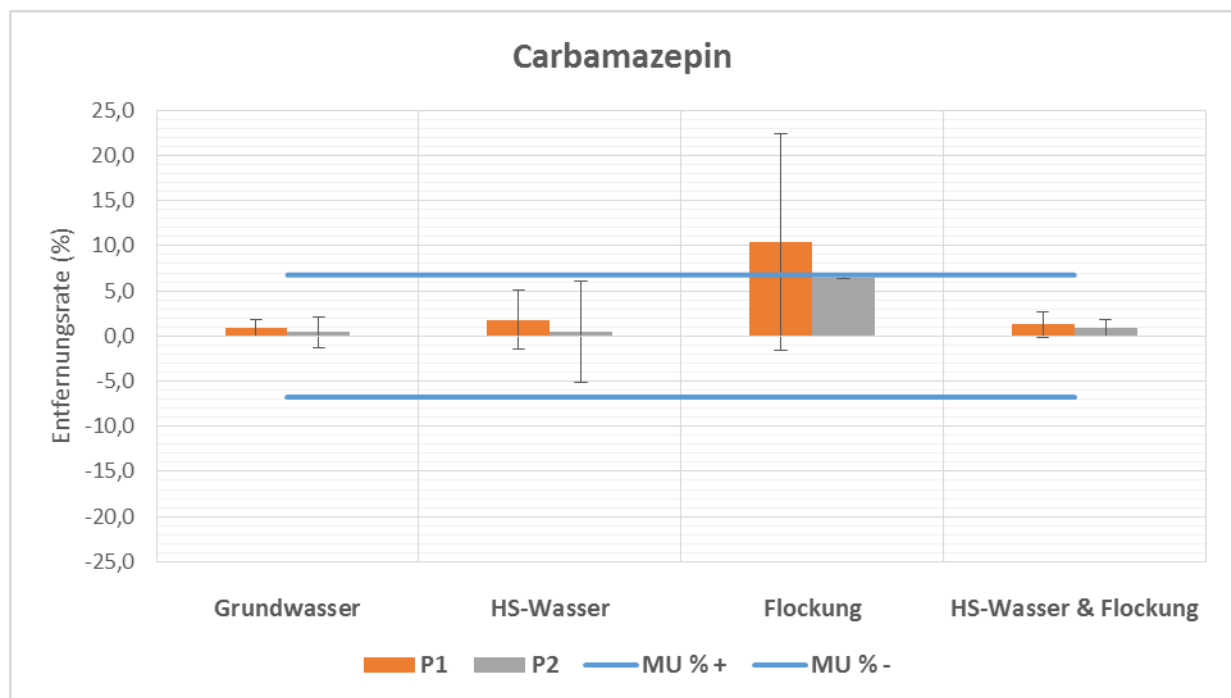
Um die Signifikanz der Schadstoffentfernung beurteilen zu können, wurde die Unsicherheit der Entfernungsrates (chem.: Messunsicherheit – MU) errechnet und in den folgenden Abbildungen (Abbildung 45 bis Abbildung 48) dargestellt. Diese ist als kombinierte Unsicherheit der Konzentrationsbestimmung für den jeweiligen Stoff über alle Matrixsimulationen errechnet.

Im Folgenden sind die Entfernungsrates für die einzelnen Spurenstoffe zusammengefasst und graphisch dargestellt. Die Balken stellen die Mittelwerte der Entfernungsrates in % dar. Die korrespondierenden Fehlerindikatoren stellen die Standardabweichung der wiederholten Versuchsdurchführung dar.

Carbamezepin

Die Ergebnisse der Entfernungsraten für den Spurenstoff Carbamezepin bei allen vier Versuchen für die Membran 1 (P1) und Membran 2 (P2) sind in Abbildung 45 dargestellt. Die Messunsicherheit für diesen Parameter beträgt 7 % und ist durch die blauen Linien im Diagramm dargestellt. Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die Entfernungsraten von Carbamazepin für die Permeate (P1 und P2) meistens kleiner als die analytische Unsicherheit der Bestimmung dieses Parameters sind. Nur bei dem Versuch mit Flockungsmittelzugabe liegt die Entfernungsrate der Membran 1 (P1-Mittelwert) knapp über der Messunsicherheit. Dennoch kann dieser Wert durch die hohe Schwankung der Doppelbestimmung (Fehlerindikator) nicht als signifikant betrachtet werden. Das führt zu der Conclusio, dass die Membranen in Kombination mit den variablen Versuchsbedingungen (Huminstoffe und/oder Flockungsmittel) keinen signifikanten Einfluss auf die Entfernung dieses Stoffes aufweisen.

Abbildung 45: Entfernungsraten Carbamazepin

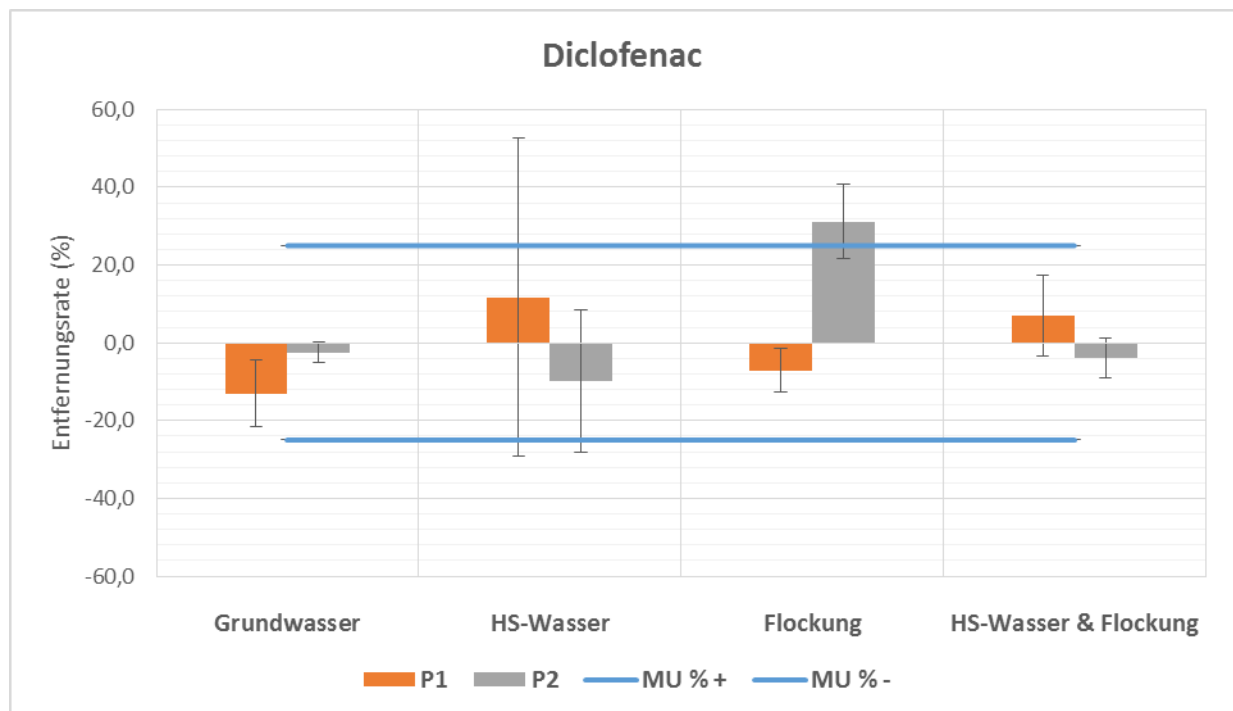


Diclofenac

Die Ergebnisse der Entfernungsraten für den Spurenstoff Diclofenac bei allen vier Versuchen für die Membran 1 (P1) und Membran 2 (P2) sind in Abbildung 46 dargestellt. Die Messunsicherheit für diesen Parameter ist mit 25 % angegeben und durch die blauen Linien im Diagramm dargestellt. Zum Teil wurden auch negative Entfernungsraten gemessen. Aus diesen Ergebnissen kommt klar heraus, dass die Entfernungsraten von Diclofenac für die Permeate (P1 und P2) im Allgemeinen kleiner als die analytische Unsicherheit bei der Bestimmung dieses Parameters sind. Nur bei dem Versuch mit Flockungsmittel liegt die Entfernungsrate der Membran 2 (P2-Mittelwert) knapp über der Messunsicherheit. Durch die hohe Schwankung der Doppelbestimmung (Fehlerindikator) ist dieser Wert wieder nicht als signifikant zu betrachten.

Die Ultrafiltration zeigt somit auch für Diclofenac keinen signifikanten Einfluss auf die Entfernung dieses Stoffes.

Abbildung 46: Entfernungsraten Diclofenac



Simazin

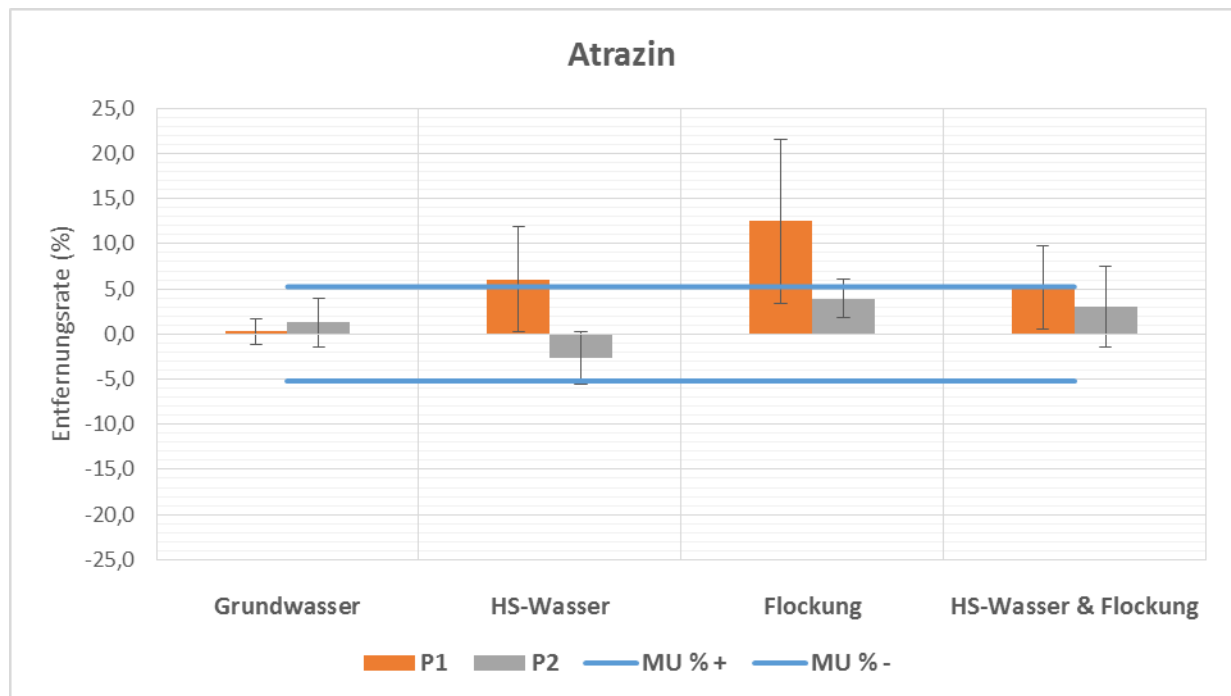
Die Auswertung der Analysewerte von Simazin hat gezeigt, dass dieser Stoff mit sehr hohen Messwertschwankungen von bis zu 100 % in der Grundwassermatrix sowie nicht plausiblen Messergebnissen behaftet ist. Zum Teil wurden stark negative Entfernungsraten gemessen. Ein Grund dafür kann das Auftreten von unbekanntem Stoffen sein, die die Selektivität der Simazin-Analyse mittels HPLC-UV beeinflussen.

Aus diesem Grund wurde der Parameter Simazin für die Beurteilung des Schadstoffrückhalts nachträglich ausgeschieden.

Atrazin

Die Ergebnisse der Entfernungsraten für den Spurenstoff Atrazin bei allen vier Versuchen für die Membran 1 (P1) und Membran 2 (P2) sind in Abbildung 47 dargestellt. Die Messunsicherheit für diesen Parameter ist mit 5 % angegeben und durch die blauen Linien im Diagramm dargestellt. Auch für Atrazin sind die gemessenen Entfernungsraten in den Permeaten (P1 und P2) meistens kleiner als die analytische Unsicherheit der Bestimmung dieses Parameters. Außer beim Versuch mit reinem Grundwasser zeigen sich aber für die Permeate nach der ersten Membran (P1) bei alle Versuchsbedingungen zumindest Entfernungsraten, die an der Grenze der Messunsicherheit liegen. Störend für eine positive Befundung der Entfernung von Atrazin durch die Ultrafiltration ist aber, dass die Entfernungsraten nach der zweiten Membran (P2) in den genannten Fällen jeweils niedriger als nach der ersten Stufe bzw. einmal auch negativ sind. Außerdem können die Entfernungsraten durch die hohe Schwankung der Doppelbestimmung (Fehlerindikator) wieder nicht als signifikant betrachtet werden.

Abbildung 47: Entfernungsraten Atrazin

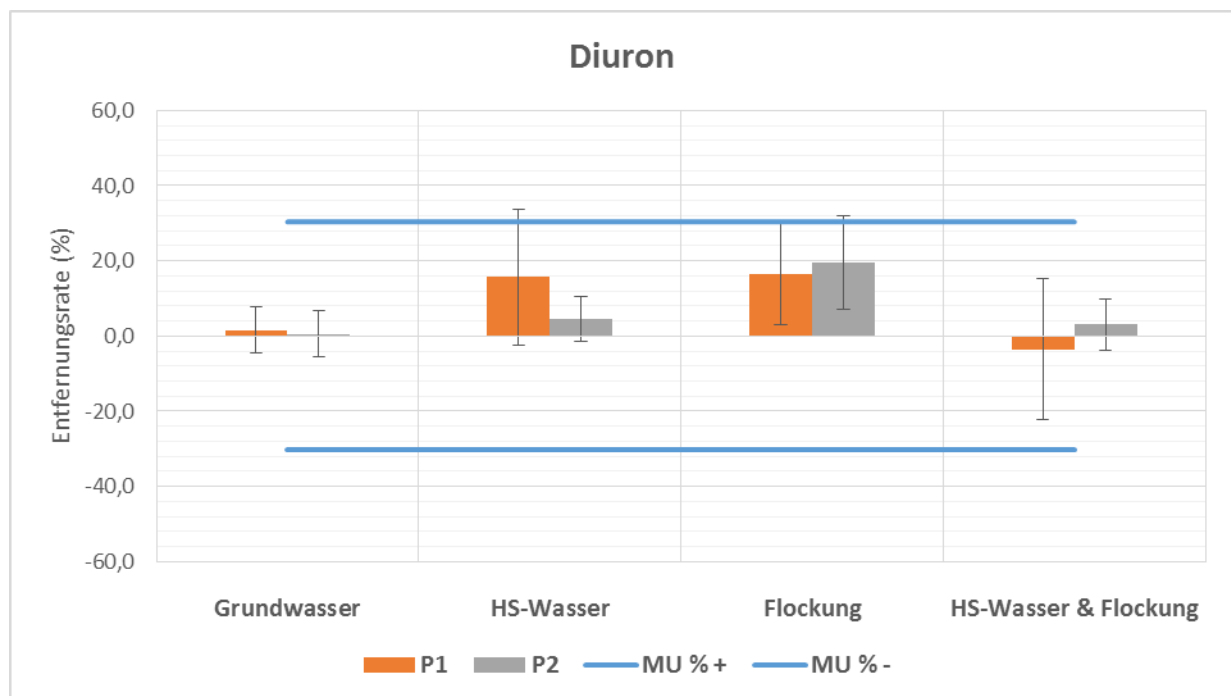


Diuron

Die Ergebnisse der Entfernungsraten für den Spurenstoff Diuron sind in Abbildung 48 dargestellt. Die Messunsicherheit für diesen Parameter beträgt rund 30 % und ist durch die blauen Linien in Diagramm dargestellt. Die Entfernungsraten für Diuron betragen zwar zum Teil bis zu 20 %, sind aber dennoch kleiner als die analytische Unsicherheit der Bestimmung dieses Parameters.

Auch für Diuron kann daher keine signifikante Entfernung durch die Ultrafiltration nachgewiesen werden.

Abbildung 48: Entfernungsraten Diuron



Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass für die untersuchten Spurenstoffe kein signifikanter Rückhalt durch die Ultrafiltrationsmembranen (konventionelle Membran M1 sowie modifizierte Membran M2) gegeben ist. Es gibt aber tendenziell Hinweise für eine Verbesserung der Spurenstoffentfernung mittels Ultrafiltration, wenn dem Rohwasser Flockungsmittel zugesetzt werden.

Da der positive Effekt der Flockungsmittelzugabe aber nur gering zu sein scheint, kommt für den Anwendungsfall der Spurenstoffentfernung eher eine Nanofiltrationsmembran bzw. eine Umkehrosmose als eine Ultrafiltrationsmembran oder eine modifizierte Ultrafiltrationsmembran in Frage.

6.2.3 Voruntersuchung zum Huminstoffrückhalt

Neben der eigentlichen Untersuchung, dem Spurenstoffrückhalt, wurde im Zuge dieser Challenge-Tests für eine erste Abschätzung des Potentials der Entfernung von Huminstoffen der Parameter DOC herangezogen. Die Analysen erfolgten jeweils im Doppelansatz.

Die eigentlichen Untersuchungen hinsichtlich des Rückhaltes von Huminstoffen wurden in Form des Feldversuchs an einem Standort mit einer huminstoffhaltigen Wasserressource durchgeführt (siehe Kapitel 7).

Wie aus Abbildung 49 ersichtlich ist, sind die DOC-Konzentrationen bei jedem Versuch unterschiedlich. Die Zugabe von Torfeluat erhöht den DOC-Wert im Rohwasser von rund 0,7 mg/l auf rund 2 mg/l.

Während sich der DOC-Gehalt von rund 0,7 mg/l bei den Versuchen mit reinem Grundwasser bzw. mit Grundwasser und Flockungsmittelzugabe nicht verändert, zeigen die Untersuchungen bei denen durch Zugabe von Torfeluat der DOC-Gehalt des Rohwassers auf rund 2 mg/l erhöht wurde, eine gewisse Reduktion von Rohwasser zu Permeat. Die Entfernung liegt im Bereich zwischen 4 und 12 %. Diese Werte sind aber aufgrund der generell niedrigen DOC-Konzentrationen im Rohwasser und der Messgenauigkeit, die sich insbesondere bei den Versuchswiederholungen beim Versuch „Huminstoff- und Flockungsmittelzugabe“ zeigt, nicht aussagekräftig.

Abbildung 49: DOC-Gehalte der Proben bei der Untersuchung zum Spurenstoffrückhalt

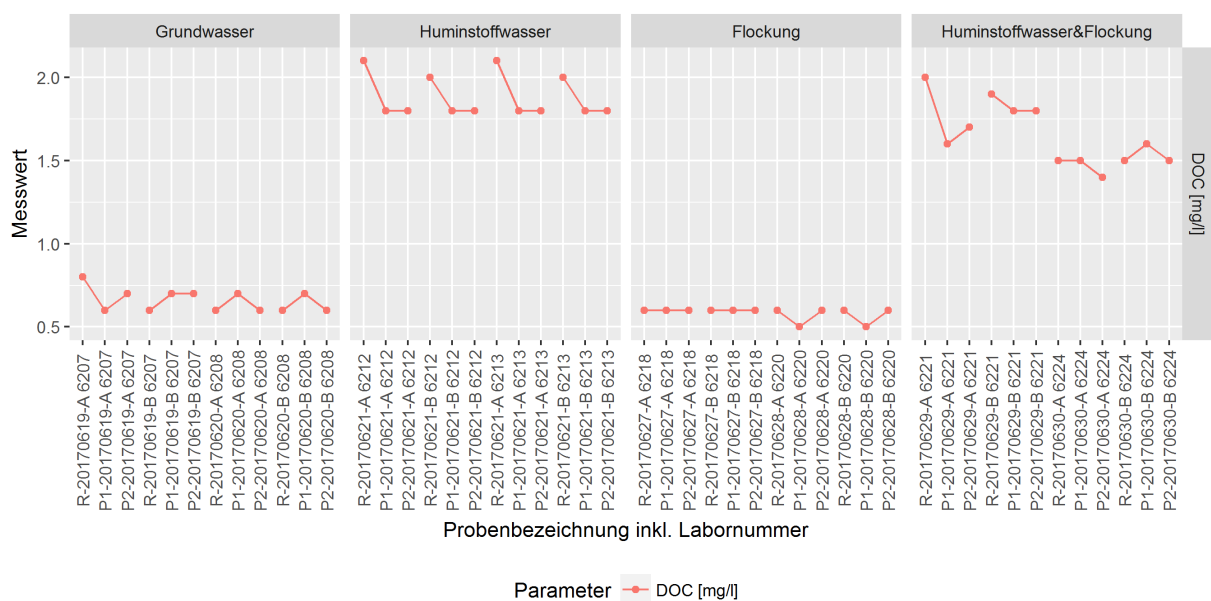
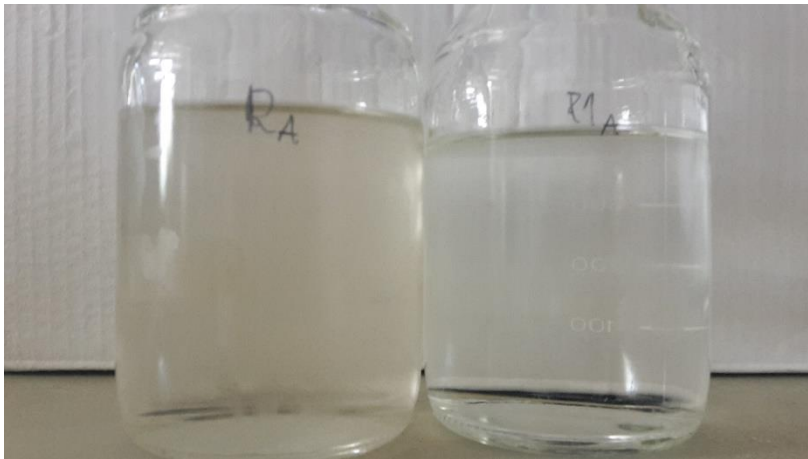


Abbildung 50 zeigt den Farbvergleich einer Rohwasserprobe (R) bei der durch Zugabe von Torfeluat der DOC-Gehalt erhöht wurde mit einer Permeatprobe (P1-A). Daraus ist erkennbar, dass durch die Membranfiltration zumindest eine Reduktion der farbgebenden Anteile (Huminstoffe) des Torfeluates erfolgte, auch wenn die DOC-Gehalte durch die Membranfiltration nur geringfügig reduziert wurden.

Abbildung 50: Farbvergleich Probe R und P1-A



6.3 Durchwachsens eines Biofilms

Die Untersuchungen zum Durchwachsen eines Biofilms durch die Membran erfolgen mittels den natürlich im Wasser und Abwasser vorhandenen Pseudomonaden und unter gelegentlicher Zugabe von vorgefiltertem Abwasser zur Erhöhung des TOC und zur Beschleunigung des Biofouling sowie unter phasenweiser zusätzlicher Dosierung von Glucose zur weiteren TOC-Erhöhung.

Die Langzeitversuche standen unter laufender Überwachung des Biofilmwachstums (Biofouling) mittels physikalischer Parameter durch Messung des Transmembrandrucks (TMP) während der Filtration sowie intervallmäßiger Überwachung durch chemische und/ oder chemisch-physikalische Analysen (z.B. pH, Leitfähigkeit, TOC etc.), mikrobiologischer Analysen (z.B. Keimzahlen) und durchflusszytometrischer Messungen (Zellzahlen).

6.3.1 Vorversuche zum Biofilmwachstum

Im Zeitraum von 18.07. und 31.08.2017 wurden an der Versuchsanlage Vorversuche zum Biofilmwachstum durchgeführt, um die Wachstumsbedingungen festzulegen. Der Ablauf der

Versuchsdurchführung ist in Kapitel 4.4 Tabelle 11 beschrieben und nachfolgend nur noch kurz zusammengefasst.

Ab der Zugabe von vorgefiltertem Abwasser in den Vorlagetank wurde die Filtration und Probenahme erst nach zwei Tagen Stagnationszeit gestartet, um eine Besiedlung des Vorlagetanks zu ermöglichen. Danach erfolgten zu den angegebenen Zeitpunkten mikrobiologische Probenahmen aus dem Vorlagetank (20.7.) bzw. den Probenahmestellen R, P1 und P2 (Rohwasser, Permeat nach der ersten Membranstufe und Permeat nach der zweiten Membranstufe). Im Allgemeinen wurde auf KBE22, KBE37 und *Pseudomonas aeruginosa* untersucht. Tabelle 51 zeigt die Zusammenstellung aller mikrobiologischen Analyseergebnisse der Vorversuche.

Nach der Stagnationsphase waren am 20.7. die KBE und *Pseudomonas aeruginosa* Zahlen im Vorlagetank sehr hoch. Das Wasser wurde daraufhin durch die Anlage zyklisiert und das Permeat wieder dem Vorlagetank zugeführt. Dadurch wurden Temperaturen, beginnend mit 24 °C nach der Stagnationsphase, bis knapp 28 °C zum Ende des Vorversuchs erreicht, die das Wachstum des Biofilms begünstigen.

Bereits zur ersten Probenahme am 31.07. war durch das Rezyklieren des Permeates zurück in den Vorlagetank auch im Rohwasser eine starke Reduktion der KBE erkennbar. *Pseudomonas aeruginosa* konnten im Rohwasser nicht mehr nachgewiesen werden. Gleichzeitig zeigten sich im Permeat 2 höhere Keimzahlen als im Permeat 1. Dies deutete bereits auf eine unbeabsichtigte Kontamination der Anlage hinter der zweiten Membran hin, die retrospektiv betrachtet möglicherweise durch Aerosolbildung während der Abwasserzugabe vorgefallen ist. Gegen einen Kontaminationspfad durch Durchwachsen des Biofilms durch die Membranen spricht, dass das Permeat 1 hinter der ersten Membran (M1) bei keiner Probenahme der Vorversuche eine Kontamination mit *Pseudomonas aeruginosa* aufweist bzw. auch die KBE22 und KBE37 regelmäßig deutlich niedrigere Werte als hinter der zweiten Membran aufweisen.

In weiterer Folge wurde infolge eines nicht bestandenen Integritätstest der zweiten Membran die Anlage wiederholt automatisiert gestoppt und schließlich die zweite Membran ab dem 7.8. mehrfach getauscht, da immer wieder Fehler beim Integritätstest an M2 angezeigt wurden. Da im Permeat 2 weiterhin zum Teil höhere KBE-Werte gefunden als in Permeat 1 war anzunehmen, dass die Nachverkeimung in der Verrohrung hinter der zweiten Membranstufe weiterhin existierte und durch den Membrantausch nicht beeinflusst wurde. Nach einer Chlordesinfektion am 21.08. wurden an den darauffolgenden Probenahmen zwar keine Verunreinigungen im Rohwasser mehr festgestellt, jedoch blieb die Verkeimung

insbesondere im Permeat 2 bestehen. Daraufhin wurden die Vorversuche beendet und die Anlage abermals einer Chlordesinfektion unterzogen.

Tabelle 51: Mikrobiologische Analysen zu den Vorversuchen

Probenahme	KBE22			KBE37			P. aeruginosa		
	R /ml	P1 /ml	P2 /ml	R /ml	P1 /ml	P2 /ml	R /100ml	P1 /250ml	P2 /250ml
20.07.	134.000	-	-	27.917	-	-	10.140		
31.07.	2.273	18	221	2.273	4	32	0	0	3
03.08.	72	42	465	59	13	94	87	0	123
21.08.	0	20	117	0	11	70	0	0	0
22.08.	909	2	38	455	1	11	0	0	0
28.08.	0	17	59	0	11	9	0	0	2

Zwischen 28.08. und 31.08. wurden Durchflussszytometrieproben genommen, um die Möglichkeit einer einfachen und effektiven Methode zur Überwachen des Biofilmwachstums in der Versuchsanlage zu testen, da die Analyse nach den mikrobiologischen Standardverfahren zeit- und kostenintensiv ist. Tabelle 52 zeigt die Zusammenstellung der durchflussszytometrischen Ergebnisse.

Durch das Rezyklieren des Permeates zurück in den Vorlagetank wurde die Gesamtzellzahl auch im Rohwasser bereits so stark minimiert, dass die Werte weit unter dem üblichen Bereich für Trinkwasser (10^3 bis 10^5) lagen (KÖTZSCH und SINREICH, 2014). Die durch KBE und Pseudomonaden erkannte Verkeimung hinter der zweiten Membran (P2) konnte mittels der Durchflussszytometrie nicht belegt werden.

Der Wertebereich, der in Tabelle 52 gezeigten Ergebnisse von einigen 100 Zellen pro 1 ml Probenvolumen, entspricht in etwa jenem von im Labor verwendeten Reinstwasser und stellt zugleich die typische Varianz der Messwerte dieser Untersuchungsmethode dar. Aussagen über eine Zu- oder Abnahme der Zellzahlen lassen sich daher aus den in Tabelle 52 gezeigten Werten nicht ableiten.

Tabelle 52: Durchflusszytometrie der Vorversuche (Gesamtzellzahl je ml)

Probenahme	Rohwasser	Permeat 1	Permeat 2
28.08.	460	820	599
29.08.	520	260	379
30.08.	579	260	639
31.08.	519	180	219

6.3.2 Erster Durchwachsversuch „Worst Case Scenario“

Wie im Vorversuch gezeigt wurde, stellt das Rezyklieren des Permeates und die sich dadurch einstellenden hohen Wassertemperaturen optimale Wachstumsbedingungen für ein Biofilmwachstum dar. Die Wassertemperaturen lagen bei diesem Versuch zwischen rund 25 und 28 °C. Um das Ausspülen der von den Membranen zurückgehaltenen Partikel und Keime im Zuge der automatischen Rückspülungen der Anlage zu minimieren, wurde zusätzlich das Rückspülwasser wieder zurück in den Vorlagetank gepumpt. Der erste Durchwachsversuch untersucht die beschriebene Betriebsweise als „Worst Case Scenario“.

Zu Beginn der Untersuchung wurden Abstriche an mehreren Stellen der Versuchsanlage hinter der zweiten Membranstufe gemacht, um eine mögliche Stelle zu finden, an welcher die Kontamination mit Pseudomonaden während der Vorversuche stattgefunden hatte. Allerdings waren die Ergebnisse für alle Abstriche negativ. Nach dem Öffnen der Anlage für die Abstriche wurde die gesamte Anlage noch einmal desinfiziert.

Die erste Probenahme am 11.09. diente der Überprüfung der Desinfektionsmaßnahme und zeigte keine Kontamination mit *Pseudomonas aeruginosa*, weder im Rohwasser noch in den Permeaten. Allerdings konnten in den Permeaten abermals höhere KBE Werte festgestellt werden als im Rohwasser, was auf eine noch immer nicht ausreichende Desinfektion nach den Vorversuchen schließen ließ. Die Zusammenstellung der mikrobiologischen Analyseergebnisse zum ersten Durchwachsversuch ist in Tabelle 53 dargestellt.

Am 18.09. erfolgte eine Probenahme vor und nach der Zugabe von Abwasser in das Rohwasser. Auffällig dabei ist, dass sich bereits vor der Abwasserzugabe wieder steigende KBE-Werte eingestellt hatten und im Permeat 2 hinter der zweiten Membran auch wieder eine geringe Zahl *Pseudomonas aeruginosa* nachgewiesen werden konnte. Bei der Probenahme nach der Abwasserzugabe konnte die Kontamination des Permeat 2 mit

Pseudomonas aeruginosa jedoch nicht verifiziert werden. Das Permeat 1 war bei allen vorhergehenden Probenahmen frei von *Pseudomonas aeruginosa*.

Bis zum 21.9. war der Transmembrandruck - durch ein vermeintliches Biofilmwachstum - so stark angestiegen, dass die Anlage aufgrund einer Grenzwertüberschreitung automatisch gestoppt wurde. Um zur Untersuchung des Durchwachsens die Anlage weiter laufen lassen zu können, wurde der Durchfluss von 600 l/h, der im Normalbetrieb herrscht, auf 100 l/h reduziert. Die Analyseergebnisse der letzten beiden Probenahmen wiesen auch für das Permeat 1 eine deutliche Kontamination mit *Pseudomonas aeruginosa* auf. Zudem wurde das starke Ansteigen des Transmembrandrucks als Hinweis auf die Bildung eines Biofilms interpretiert.

In Abstrichproben die am 26.9.2017 jeweils von den roh- und reinwasserseitigen Oberflächen beider Membranstufen genommen wurden konnte *Pseudomonas aeruginosa* jedoch nicht nachgewiesen werden. Dafür wurden beim Ausbau des Membranmoduls starke Ablagerungen sichtbar, die sich in späteren Analysen hauptsächlich als Kalkausfällungen herausgestellt haben. Das starke Ansteigen des Transmembrandrucks war somit nicht vorrangig auf eine intensive Biofilmbildung zurückzuführen sondern viel eher auf Scaling und hätte in diesem Fall mit einer sauren Reinigung eliminiert werden können. Abbildung 51 zeigt die sichtbaren Kalkausfällungen, die sich auf der Oberfläche jeder einzelner Hohlfaser des Membranmoduls abgelagert und zum Teil eine dicke Kruste über die Hohlfasern gebildet hatten.

Tabelle 53: Mikrobiologische Analysen zum 1. Durchwachsversuch

Probenahme	KBE22			KBE37			P. aeruginosa		
	R /ml	P1 /ml	P2 /ml	R /ml	P1 /ml	P2 /ml	R /100ml	P1 /250ml	P2 /250ml
11.09.	0	2	11	0	5	10	0	0	0
18.09. vor	115	31	89	84	29	64	5	0	3
18.09. nach	2.237	32	122	2.310	25	71	14	0	0
21.09. autom. Stop	10.850	157	169	8.200	113	123	210	8	1
22.09.	3.555	202	215	5.000	335	164	155	8	5
26.09. Abstrichprobe								M1: neg.	M2: neg.

Zusätzlich zu den mikrobiologischen Probenahmen wurden die Zellzahlen mittels Durchflusszytometrie untersucht. Die Ergebnisse dazu sind in Tabelle 54 dargestellt. Die relativ hohen Zellzahlen im Rohwasser zu Beginn des Versuches wurden durch das Rezyklieren des Permeates bis zum 18.9. weit abgesenkt. Das dies trotz der Rückführung des Spülwasser möglich war, liegt daran, dass die Rückspülung jeweils nachts, die Probenahmen aber Vormittags erfolgt waren und die Zeit dazwischen ausgereicht hatte, den Großteil der Zellen wieder aus dem Vorlagetank zu filtern. Erst nach der Abwasserzugabe am 18.9. zeigen sich im Rohwasser wieder konstant hohe Zellzahlen, die trotz dem Rezyklieren des Permeates erhalten bleiben. Die Zellzahl in den Permeaten war erst am 21.9. nach der automatisierten Abschaltung der Anlage leicht erhöht und am 22.9. deutlich erhöht was die ursprüngliche Vermutung des Durchwachsens des Biofilms durch die Membran M1 und z.T. auch durch M2 unterstützte.

Tabelle 54: Durchflusszytometrie des „Worst Case Scenario“ (Gesamtzellzahl je ml)

Probenahme	Rohwasser	Permeat 1	Permeat 2
11.09.	119.288	120	160
18.09. vor	960	120	360
18.09. nach	285.920	140	220
19.09.	198.080	180	740
20.09.	146.020	420	440
21.09. autom. Stop	119.760	700	620
22.09.	140.900	7.500	1.780

Abbildung 51: Kalkausfällungen auf der Oberfläche der Hohlfasermembranen



Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die zweistufige Ultrafiltrationsanlage für die Bedingungen des „Worst Case Scenario“ – hohe Wassertemperatur über 25 °C und kontinuierliche Rekontamination des Rohwassers durch Rückführung des Rückspülwassers in den Vorlagetank – kein klares Ergebnis liefern konnte. Aufgrund eines starken Anstieges des Transmembrandrucks, dessen Ursache sich später als Scaling durch Kalkausfällungen

herausgestellt hat, erfolgte bereits nach rund 10 Tagen eine automatische Abschaltung wegen Überschreitung des zulässigen Transmembrandrucks. Eine frühe permeatseitige Kontamination hinter der zweiten Membran konnte einerseits bei einer weiteren Probenahme nicht verifiziert werden und könnte somit auf eine Kontamination bei der Probenahme hinweisen, andererseits kann die Kontamination auch von einer unzureichenden Desinfektion nach den Vorversuchen stammen. Die Ergebnisse der letzten beiden Probenahmen nach dem automatischen Anlagenstop ließen - wegen des zuvor anstatt des Scalings vermuteten Biofilmwachstums - eher auf ein Durchwachsen und eine Kontamination der gesamten Anlage schließen. Die negativen Abstrichproben der roh- und reinwasserseitigen Oberflächen beider Membranstufen und die sichtbaren und analytisch bestätigten Kalkausfällungen als Grund für den Transmembrandruckanstieg sprechen allerdings gegen diese Annahme.

6.3.3 Zweiter Durchwachsversuch „Normalbedingungen“

Der 2. Durchwachsversuch fand zwischen 02.10.2017 und 5.1.2018 statt. Dabei wurde im Gegensatz zum 1. Durchwachsversuch das Verhalten des Biofilms unter „Normalbedingungen“ untersucht. Dies bedeutet, dass für die Dauer des Challenge-Tests frisches Grundwasser als Rohwasser verwendet wurde. Die Temperatur des Rohwassers lag daher während des Versuchs zwischen 19 und 20 °C. Das Spülwasser der automatisierten Rückspülung der Anlage wurde weiterhin in den Vorlagetank zurückgeführt, um die vorhandenen Partikel und Keime im Rohwasser zu erhalten. Vor Beginn des neuen Durchwachsversuches wurde am 26.09. eine umfangreiche Chlordesinfektion durchgeführt und am 02.10. beide Membranmodule durch neue, konventionelle Ultrafiltrationsmembrane ersetzt. In Tabelle 55 sind die Ergebnisse der mikrobiologischen Analysen zum 2. Durchwachsversuch zusammengefasst.

Die erste Probenahme zur Feststellung des Desinfektionserfolges und Ausgangszustandes erfolgte am 09.10. vor der Zugabe des Abwassers in den Vorlagetank. Auffällig ist wieder, dass die KBE Werte in P1 und P2 bereits zu Beginn des Versuches höher waren als im Rohwasser und dass ein *Pseudomonas aeruginosa*-Keim aus dem Permeat nach der ersten Membran kultiviert werden konnte. Diese Kontamination konnte am 16.10., 30.10 und 13.11 nicht verifiziert werden. Bei den Probenahmen am 27.11. und 11.12. wurde das Probenvolumen für die Untersuchung auf *Pseudomonas aeruginosa* an allen Probenahmestellen auf 2.500 ml erhöht. In diesem großen Probevolumen konnte wieder jeweils ein Keim aus dem Permeat nach der ersten Membran kultiviert werden. Alle Proben der Probenahmestelle P2 hinter der zweiten Membran waren hingegen bei diesem 2. Durchwachsversuch frei von *Pseudomonas aeruginosa*.

Tabelle 55: Mikrobiologische Analysen zum 2. Durchwachsversuch

Probenahme	KBE22			KBE37			P. aeruginosa		
	R /ml	P1 /ml	P2 /ml	R /ml	P1 /ml	P2 /ml	R /100ml	P1 /250ml	P2 /250ml
09.10.	6	48	46	6	29	47	1	1	0
16.10.	1.010	44	36	910	22	24	12	0	0
30.10.	443	6	3	168	3	4	27	0	0
13.11.	1.005	13	13	250	12	11	49	0	0
							R /2.500ml	P1 /2.500ml	P2 /2.500ml
27.11.	835	1	1	227	1	1	49	1	0
11.12.	665	4	8	184	2	15	1	1	0

In Tabelle 56 sind die Ergebnisse der durchflusssytometrischen Untersuchungen zusammengefasst. Interessant ist in diesem Zusammenhang, dass die Zellzahlen im Rohwasser einen beinahe kontinuierlichen Anstieg ab der Zugabe des Abwassers am 9.10. zeigen während die Zellzahlen in P1 und P2 dagegen konstant niedrig bleiben. Die Vermutung, dass kein Durchwachsen eines Biofilmes stattgefunden hat wird durch diese Messwerte unterstützt.

Tabelle 56: 2. Durchflusssytometrie des 2. Durchwachsversuches (Gesamtzellzahl je ml)

Probenahme	Rohwasser	Permeat 1	Permeat 2
09.10.	132.551	339	419
16.10.	286.062	159	239
30.10.	587.065	240	239
13.11.	701.408	213	270
27.11.	780.996	99	128
11.12.	625.329	339	239

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass auch zum letzten Probenahmetermin am 11.12.2017 eine Pseudomonadenpopulation im Permeat P2 auch in 10-fachem Probevolumen nicht nachweisbar war. Allerdings waren die Pseudomonaden auch aus dem Rohwasser beinahe verschwunden. Das bedeutet, dass sich unter den „Normalbedingungen“ des 2. Durchwachsversuch – Rohwassertemperatur zwischen 19 und 20 °C unter kontinuierlicher Rekontamination des Rohwassers durch Rückführung des Rückspülwassers zurück in den Vorlagetank – kein Biofilm an den Membranen ausbilden konnte und es dementsprechend auch zu keinem Durchwachsen der Membranen gekommen ist.

6.3.4 Dritter Durchwachsversuch „Nährstoffverfügbarkeit“

Der 3. Durchwachsversuch fand zwischen 15.1.2018 und 27.3.2018 statt. Dabei wurde das Verhalten des Biofilms unter „Normalbedingungen bei gleichzeitig erhöhter Nährstoffverfügbarkeit“ untersucht. Als Rohwasser wurde wieder frisches Grundwasser verwendet. Die Temperatur lag daher während des Versuchs zwischen 17 und 18 °C. Das Spülwasser der automatisierten Rückspülung der Anlage wurde weiterhin in den Vorlagetank zurückgeführt, um die vorhandenen Partikel und Keime im Rohwasser zu erhalten. Zusätzlich wurde mittels einer Dosierpumpe eine Glucoselösung in den Feedstrom dosiert und so der natürliche TOC des Grundwassers von rund 0,5 mg/l zuerst auf 1,2 mg/l und später auf 0,8 mg/l erhöht. Vor Beginn des neuen Durchwachsversuches wurden neue, konventionelle Ultrafiltrationsmembranmodule eingebaut, die Versuchsanlage einer Dichtheitsprüfung unterzogen und eine Chlordesinfektion durchgeführt. In Tabelle 57 und Tabelle 58 sind die Ergebnisse der mikrobiologischen Analysen zum 3. Durchwachsversuch zusammengefasst. Dabei wurden zusätzlich zu KBE und *Pseudomonas aeruginosa* auch noch Coliforme und *E. Coli* untersucht.

Nach dem Versuchsbeginn stieg der Transmembrandruck an der ersten Membran relativ rasch an. Als Ursache dafür wurde Scaling (Ausfällungen an der Membranoberfläche) vermutet. Durch eine am 25.1.2018 durchgeführte saure Reinigung (Zirkulation einer Zitronensäurelösung) konnten die Ablagerungen entfernt und der übliche Transmembrandruck wieder hergestellt werden.

Die erste mikrobiologische Probenahme zur Feststellung des Ausgangszustandes erfolgte am 29.1.2018 vor der Zugabe des Abwassers in den Vorlagetank. Das Probenvolumen für die Untersuchung auf *Pseudomonas aeruginosa* im Permeat wurde zur Feststellung des Ausgangszustandes auf 5.000 ml bzw. 2.000 ml nach der Abwasserzugabe erhöht.

Bis zum 6.2.2018 stieg der Transmembrandruck an der ersten Membran wieder soweit an, dass die Anlage automatisch gestoppt wurde. Als Ursache wurde abermals Scaling vermutet

und eine saure Reinigung durchgeführt. Diese blieb jedoch im Gegensatz zum erstem Mal erfolglos. Der übliche Transmembrandruck konnte nicht wieder hergestellt werden. Als Ursache war daher in weiterer Folge die Ausbildung eines Biofilms (Biofouling) zu vermuten. Um das Durchwachsverhalten des Biofilms zu untersuchen, wurde die Anlage ab diesem Zeitpunkt mit vermindertem Durchfluss (220 l/h statt 600 l/h) weiter betrieben. Abbildung 52 zeigt dazu eine zusammenfassende Darstellung der kontinuierlich aufgezeichneten Betriebsparameter während des 3. Durchwachsversuches. Deutlich zu erkennen ist dabei wie der Transmembrandruck an der ersten Membran (TMP1) zuerst durch Scaling kontinuierlich steigt und am 25.1.2018 durch die saure Reinigung wieder gesenkt werden kann. Direkt nach der Abwasserzugabe am 29.1.2018 macht der TMP1 einen kleinen Sprung nach oben und steigt dann ab dem 1.2.2018 durch das Biofilmwachstum bis zum 6.2.2018.

Tabelle 57: Mikrobiologische Analysen zum 3. Durchwachsversuch (KBE und *P. aeruginosa*)

Probenahme	KBE22			KBE37			Pseudomonas aeruginosa		
	R /ml	P1 /ml	P2 /ml	R /ml	P1 /ml	P2 /ml	R /100 ml	P1	P2
29.01.2018 vor	57	11	5	26	5	2	1	0 / 5.000 ml	0 / 5.000 ml
29.01.2018 nach	4.800	3	7	1864	1	0	115	0 / 2.000 ml	0 / 2.000 ml
12.02.2018	>300	108	41	530	81	14	5	0 / 250 ml	0 / 250 ml
22.02.2018	2.500	100	27	630	12	9	0	0 / 250 ml	0 / 250 ml
06.03.2018							0	0 / 250 ml	0 / 250 ml
19.03.2018	5.550	151	92	455	108	122	0	0 / 250 ml	0 / 250 ml
26.03.2018								Abstrichprobe von Oberfläche M1 (rohwasserseitig): Positiv für Pseudomonaden (Dreifachbestimmung: 2 von 3 positiv)"	

Tabelle 58: Mikrobiologische Analysen zum 3. Durchwachsversuch (Coliforme und E.Coli)

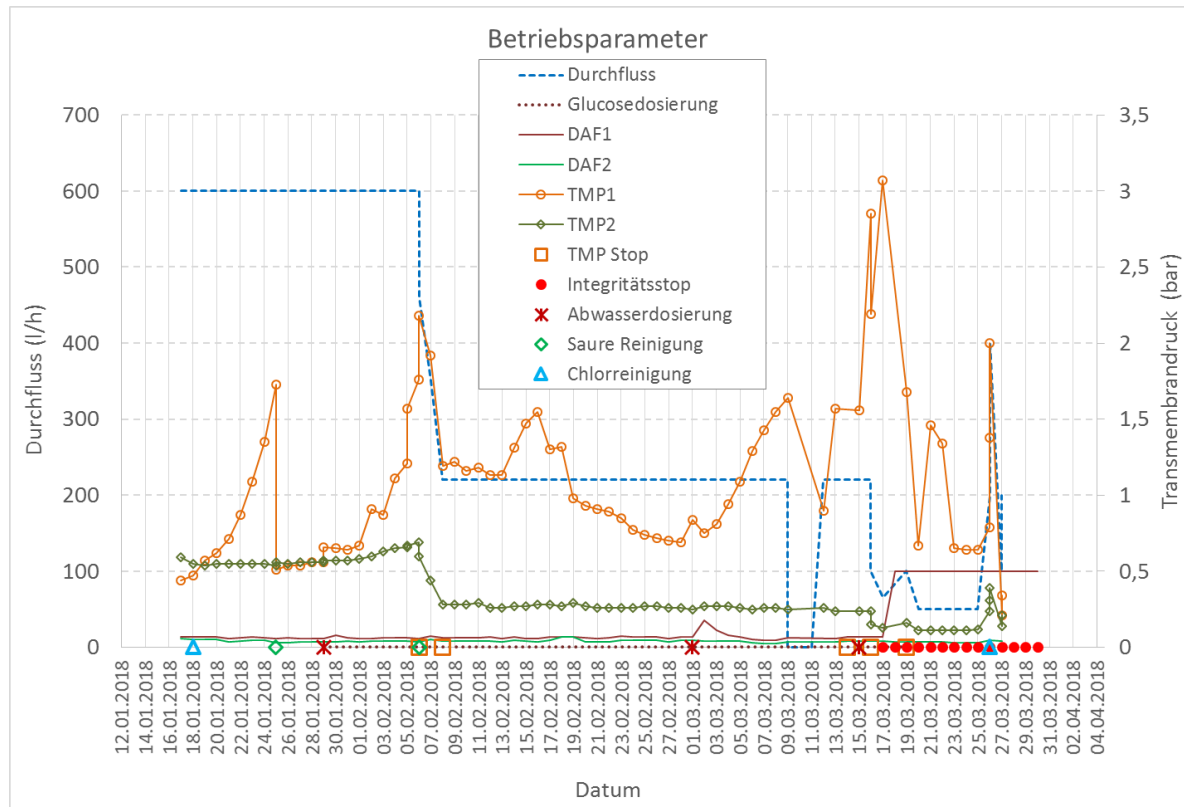
Probenahme	Coliforme			E.coli		
	R	P1	P2	R	P1	P2
29.01.2018 vor	0 / 1 ml	0 / 1 ml	0 / 1 ml	0 in 1 ml	0 in 1 ml	0 in 1 ml
29.01.2018 nach	305 / 1 ml	0 / 2.000ml	0 / 2.000ml	31 / 1 ml	0 / 2.000ml	0 / 2.000ml
22.02.2018	245 / 100 ml	0 / 250ml	0 / 250ml	2 / 100ml	0 / 250ml	0 / 250ml
06.03.2018	28 / 100 ml	0 / 250ml	0 / 250ml	0 / 100ml	0 / 250ml	0 / 250ml
19.03.2018	4905 / 100 ml	0 / 250ml	0 / 250ml	20 / 100ml	0 / 250ml	0 / 250ml

Tabelle 59 zeigt die Ergebnisse der durchflusszytometrischen Untersuchungen. Interessant ist dabei, dass die Zellzahlen unter den Bedingungen mit erhöhter Nährstoffverfügbarkeit ab dem Zeitpunkt der Glucosedosierung insbesondere im Permeat 1 aber auch im Permeat 2 deutlich höher sind als im 2. Durchwachsversuch ohne die erhöhte Nährstoffverfügbarkeit. Die Zellzahlen entsprechen viel eher der letzten Probenahme des „Worst case Scenario“ im 1. Durchwachsversuch. Dies wird als Hinweis dafür angesehen, dass über die Nährstoffverfügbarkeit im 3. Durchwachsversuch gute Aufwuchsbedingungen für Mikroorganismen geschaffen wurden. Die in den Permeaten gemessenen Gesamtzellzahlen entsprechen aber auch in diesem Versuch den typischerweise in Trinkwasser vorkommenden Zellzahlen.

Tabelle 59: Durchflusszytometrie des 3. Durchwachsversuches (Gesamtzellzahl je ml)

Probenahme	Rohwasser	Permeat 1	Permeat 2
29.01.2018	108.340	80	140
29.01.2018	2.055.544	40	80
01.02.2018	121.766	539	479
05.02.2018	142.911	14.493	220
05.02.2018	693.510	7.480	439
08.02.2018	2.040.401	19.991	1.740
12.02.2018	705.147	17.186	1.118
15.02.2018	619.032	21.854	619
19.02.2018	545.742	23.928	1.660
22.02.2018	506.664	11.799	858
01.03.2018	4.051.680	6.350	779
06.03.2018	324.729	15.189	699
09.03.2018	397.852	14.255	958
13.03.2018	478.040	24.916	2.358
15.03.2018	2.778.736	25.548	2.920

Abbildung 52: Betriebsparameter des 3. Durchwachsversuches



Eine Kontamination der Permeate mit *Pseudomonas aeruginosa* konnte während der gesamten Untersuchungsdauer nicht nachgewiesen werden und das obwohl die Anlage weit über den Zeitpunkt der automatischen Abschaltung (6.2.2018: TMP-Überschreitung wegen Biofilmbildung) hinaus betrieben wurde. Zwischen der vorletzten und letzten Probenahme wurde zudem über einen Ausfall bzw. stark eingeschränkten Zufluss zur Anlage eine mehrtägige Stagnationsphase simuliert. Zum 17.3.2018 wurde - zusätzlich zum seit dem 6.2. bestehenden Stop-Signal wegen Drucküberschreitung - ein weiteres automatisches Stop-Signal wegen einer fehlerhaften Integritätsüberprüfung an der ersten Membranstufe ausgelöst. Die Anlage wurde daraufhin jeweils durch manuelles löschen der Stop-Signale weiterbetrieben. Auch in der darauffolgenden Probenahme am 19.3.2018 konnte keine Kontamination der Permeate mit *Pseudomonas aeruginosa* nachgewiesen werden. In einer Abstrichprobe die von der rohwasserseitigen Oberfläche der ersten Membranstufe zum Abschluss der Untersuchungen genommen wurde, konnte *Pseudomonas aeruginosa* jedoch nachgewiesen werden (Dreifachbestimmung: 2 von 3 positiv). Abbildung 53 zeigt dazu den Biofilm an der Oberfläche einer Hohlfaser der ersten Membranstufe, die aus dem Modul zu Dokumentationszwecken herausgeschnitten wurde.

Abbildung 53: Biofilm an der Oberfläche einer Hohlfaser



7 Ergebnisse zum Feldversuch

Huminstoffrückhalt

Die Untersuchungen hinsichtlich des Rückhaltes von Huminstoffen durch die zweistufige Membranfiltration erfolgten an einem Standort mit einer huminstoffhaltigen Wasserressource. Grund dafür war, dass Huminstoffwässer im Labor nicht in dem für die kontinuierliche Filtration benötigtem Umfang und eventuell nicht ausreichend identisch mit nativen huminstoffhaltigen Wässern hergestellt werden können.

Die Versuchsanlage wurde im Versuchstechnikum der Universität für Bodenkultur, Inst. f. Siedlungswasserbau abgebaut und samt Steuerung nach Oberösterreich zu einem WVU gebracht, das dankenswerterweise einen Aufstellungsplatz in einem Betriebsgebäude zur Verfügung stellen konnte. Als Wasserressource für den Feldversuch wurde ein aufgrund der im Rohwasser vorhandenen Huminstoffe nicht mehr verwendeter Brunnen dieses WVU verwendet. Abbildung 54 zeigt die Versuchsanlage am Aufstellungsort des Feldtests beim Einbau der Flockungsmitteldosierung.

Abbildung 54: Versuchsanlage am Aufstellungsort des Feldtests



Die ersten Untersuchungen (Versuche 1 bis 4) zum Rückhalt von Huminstoffen erfolgten unter Verwendung eines konventionellen und eines modifizierten Ultrafiltrationsmoduls für die erste bzw. zweite Stufe. Die erste Probenahme (Versuch 1) erfolgte am 28.06.2018 zur Feststellung des Ausgangszustandes der Anlage. Die darauffolgenden Probenahmen (Versuche 2 bis 4) erfolgten nach etwas mehr als einem Monat Filtrationszeit, um eine etwaige Veränderung der Rückhalteleistung sichtbar zu machen. Die Probenahmen der Versuche 2 bis 4 wurden zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit in kurzen Abständen wiederholt. Nach einer fehlgeschlagenen Integritätsprüfung der zweiten Membranstufe wurde die modifizierte Membran M2 am 08.08. 2018 durch eine konventionelle Membran ersetzt. Ein weitere Probenahme (Versuch 5) erfolgte am 19.09.2018. Wie sich in den Analyseergebnissen zeigte, entsprach die Rohwasserqualität während des Versuchs 5 nicht dem Rohwasser der übrigen Versuche. Ursache dafür war, dass für diesen Versuch versehentlich nicht das huminstoffhaltige Brunnenwasser, sondern das zur Einspeisung in das Versorgungsnetz des WVU vorgesehene Wasser aus einer anderen Ressource verwendet wurde. Der Versuch 5 wurde daher nicht weiter betrachtet und ist in allen nachfolgenden

Abbildungen ausgenommen. Die weiteren Probenahmen (Versuche 6 bis 9) erfolgten unter vorheriger Flockungsmitteldosierung in unterschiedlichen Konzentrationen in die Feedleitung. Um die Veränderung der Permeatqualität bei verschiedenen Flockungsmittelkonzentrationen zu untersuchen und eine optimale Konzentration zu bestimmen, wurden für die Versuchen 6 und 7 zwei Konzentrationen entsprechend den Erfahrungswerten gewählt. Da die höhere Konzentration für das verwendete Rohwasser die bessere Permeatqualität aus den ersten Analyseergebnissen vermuten ließ, wurden die Konzentrationen für die Versuche 8 und 9 weiter gesteigert:

- Versuch 6 am 24.09.2018 mit 2 µg/l Flockungsmitteldosierung (ohne P2 Probe da die Probenflasche beim Transport beschädigt wurde),
- Versuch 7 am 28.09.2018 mit 5 µg/l Flockungsmitteldosierung,
- Versuch 8 am 22.10.2018 mit 10 µg/l Flockungsmitteldosierung,
- Versuch 9 am 24.10.2018 mit 20 µg/l Flockungsmitteldosierung.

Ein Auszug aus dem Datenblatt des verwendeten Flockungsmittels findet sich im Anhang.

In den nachfolgenden Kapiteln sind die Ergebnisse der Untersuchung der Huminstoffwässer nach den angewendeten Analysemethoden (chemische Standardanalysen, UV-VIS-Spektrenmessungen und HPLC nach dem Größenausschlussverfahren SEC) dargestellt.

7.1 Chemische Untersuchungen

Alle chemischen Analyseparameter zu den Huminstoffuntersuchungen sind jeweils für die Rohwasserproben und die Proben des Permeates hinter der ersten Membranstufe (P1) und hinter der zweiten Membranstufe (P2) in den Abbildung 56 bis Abbildung 58 zusammengefasst.

7.1.1 pH-Wert

Der pH-Wert wurde standardmäßig für alle Proben gemessen. Der pH der Rohwasserproben ohne Flockungsmittel (Versuche 1-4) beträgt rund 6,0 und ändert sich durch die Flockungsmittelzugabe (Versuche 6-9) merklich zu durchschnittlich rund 4,2 (Flockungsmittelleffekt durch Poly-Aluminium-Hydroxidchlorid; $\text{pH} < 3$).

Durch die Membranfiltration wird der pH-Wert in den meisten Fällen kaum beeinflusst. Eine Ausnahme stellen die Proben des Permeat 2 der Versuche 8 und 9 dar. Während der pH-Wert

bei diesen Versuchen zuvor im Permeat 1 niedriger ist als im Rohwasser, steigt der pH-Wert im Permeat 2 auf jeweils 8,4 an. Eine Erklärung dafür konnte nicht gefunden werden.

7.1.2 DOC (Maß für den Gesamtgehalt an Huminstoffen in Wasser)

Die DOC-Gehalte im Rohwasser sind relativ konstant für alle Versuche und betragen rund 2 mg/l. Die Permeate der Versuche 1-4 (ohne Flockungsmittel) zeigen keine signifikanten Veränderungen des DOC-Gehalts gegenüber dem Rohwasser. Die Ursache dafür ist, dass, wie in Kapitel 7.3 gezeigt wird, die im verwendeten natürlichen Huminstoffwasser vorliegenden Huminstoffe hauptsächlich aus Fulvinsäuren bestehen. Diese niedermolekularen Fulvinsäuren können im Gegensatz zu den höhermolekularen Huminstoffen nicht von der verwendeten Ultrafiltration (nominale Porenweite 20 nm) entfernt werden. Kleine Unterschiede der DOC-Werte liegen im Bereich der Messungenauigkeit.

Dieser Umstand verändert sich durch die Zugabe des Flockungsmittels. Der DOC-Gehalt im Permeat ist bei einer Zugabe von 2 µg/l oder 5 µg/l Flockungsmittel deutlich geringer als im Rohwasser. Erst bei einer Zugabe von 10 µg/l oder 20 µg/l Flockungsmittel ist das Flockungsmittel für das verwendete Rohwasser offensichtlich überdosiert und der DOC des Permeat 1 ist sogar höher als im Rohwasser. Die Ursache dafür wird darin vermutet, dass im Flockungsmittel organische Bestandteile vorhanden sind, die bei einer Überdosierung den DOC im Permeat erhöhen. Interessant ist in diesen Fällen, dass die DOC-Gehalte im Permeat 2 trotz der Verschlechterung in Permeat 1 dann dennoch wieder deutlich geringer sind als im Rohwasser. Dies würde bedeuten, dass das überschüssige Flockungsmittel im Permeat 1 durch die zweite Membranstufe zurückgehalten (adsorbiert) würde. Von einer Überdosierung des Flockungsmittels ist aber jedenfalls Abstand zu nehmen, da sich die Adsorptionskapazität der Membran jedenfalls erschöpft.

Mit einer Flockungsmittelkonzentration im optimalen Bereich (Versuch 7) konnte der DOC im Rohwasser von durchschnittlich rund 1,8 mg/l (vor der Flockungsmittelzugabe) auf 0,7 mg/l im Permeat 1 gesenkt werden. Der DOC-Messwert für Permeat 2 liegt für diesen Versuch aufgrund eines Messfehlers nicht vor. In den Versuchen mit höheren Flockungsmitteldosierungen lagen die Messwerte für DOC im Permeat 2 bei 0,4 bis 0,5 mg/l.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass durch die zweistufige Membranfiltration mit einer ergänzenden Flockungsmittelzugabe die DOC-Gehalte des vorliegenden Huminstoffwassers um rund 75 % gesenkt werden konnten. Ohne Flockungsmittelzugabe können die DOC-Gehalte aufgrund der hauptsächlichlichen Zusammensetzung der Huminstoffe des vorliegenden Wassers aus Fulvinsäuren mit der Ultrafiltration nicht entfernt werden.

7.1.3 Spektraler Adsorptionskoeffizient (SAK)

Der SAK wird als Maß für die aromatischen Strukturen der Huminstoffe verwendet. Das SAK/DOC-Verhältnis - auch als Spektrale UV-Absorption (SUVA) bekannt - ist ein Indikator für den aromatischen Anteil der organischen Kohlenstoffverbindungen und wird als die Aromatizität dieser Verbindungen bezeichnet. Insbesondere die aromatischen Kohlenstoffverbindungen (Kohlenstoffringe mit konjugierten Doppelbindungen) sind oxidativen Aufbereitungsverfahren zugänglich und werden durch die Oxidation in kleinere, für Mikroorganismen leichter verfügbare Fraktionen zerlegt. Sie können dadurch Probleme hinsichtlich der mikrobiologischen Stabilität nach der Aufbereitung verursachen.

Der SAK ist für die Versuche 1-4 (ohne Flockungsmittel) im Rohwasser relativ konstant und bleibt auch in den Permeaten unverändert. Kleine Schwankungen der SAK-Werte sind wieder eher der Messungenauigkeit als einer echten Veränderung durch die Membranfiltration geschuldet.

Mit zunehmender Flockungsmittelzugabe steigt der SAK-Wert der Rohwasserproben an und sinkt dafür in den Permeaten deutlich gegenüber dem Rohwasser. Für die niedrigeren Konzentrationen (2 µg/l und 5 µg/l) gilt das für Permeat 1 und 2. Bei der Überdosierung des Flockungsmittels (10 µg/l und 20 µg/l) ist der SAK im Permeat 1 hingegen schlechter als im Rohwasser. Andererseits sind die SAK Werte im Ablauf der zweiten Stufe (Permeat 2) für diese Versuche besonders niedrig.

Mit einer Flockungsmittelkonzentration im optimalen Bereich (Versuch 7) konnte der ursprüngliche SAK des Rohwassers (durchschnittlich rund 9 m^{-1} vor der Flockungsmittelzugabe) auf 1,5 bis 2 m^{-1} im Permeat gesenkt werden. In den Versuchen mit höheren Flockungsmitteldosierungen wurden im Permeat 2 SAK-Werte von 0,3 bis $1,0 \text{ m}^{-1}$ gemessen. Noch einmal sei erwähnt, dass von einer Überdosierung des Flockungsmittels dennoch Abstand zu nehmen ist, da das unverbrauchte Flockungsmittel die Membran unnötig belegt und letztendlich im Ablauf der Anlage gefunden werden müsste.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass durch die zweistufige Membranfiltration mit einer ergänzenden Flockungsmittelzugabe die SAK-Werte des vorliegenden Huminstoffwassers um rund 80 % gesenkt werden konnten. Das SAK/DOC-Verhältnis (SUVA) wurde um 79 % bis 98 % (bei optimaler Flockungsmittelkonzentration) verbessert.

Abbildung 55: Chemische Analyseparameter zu den Huminstoffuntersuchungen (Rohwasser)

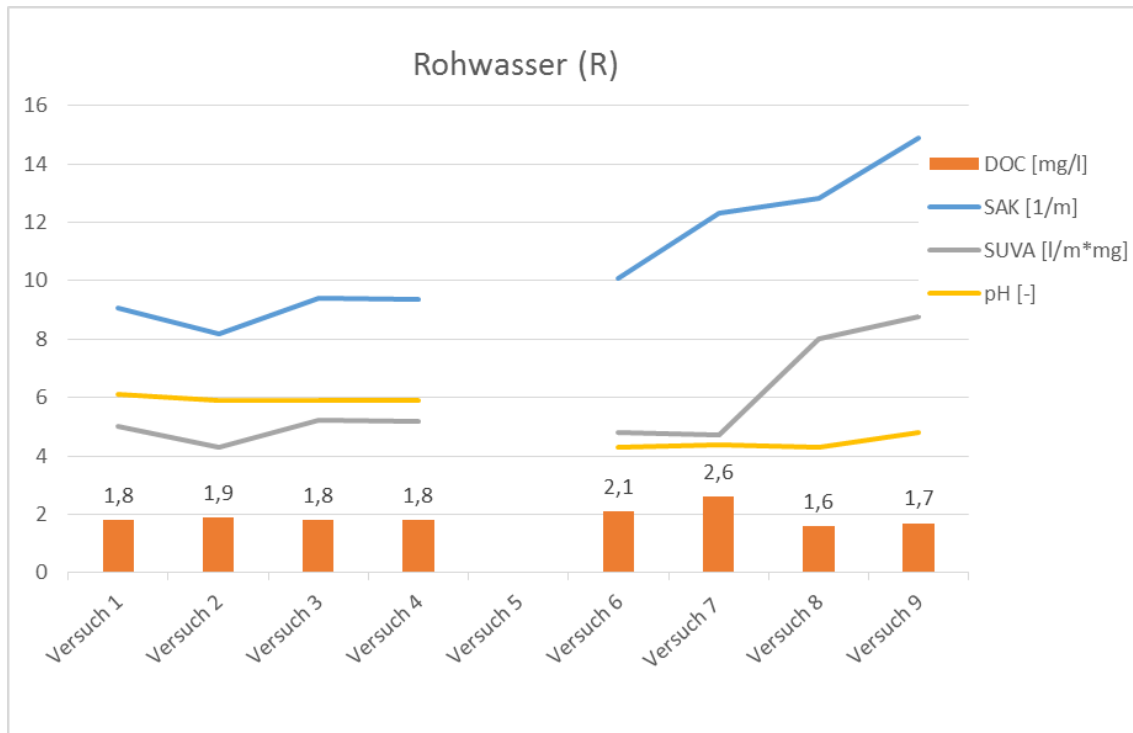


Abbildung 56: Chemische Analyseparameter zu den Huminstoffuntersuchungen (Permeat 1)

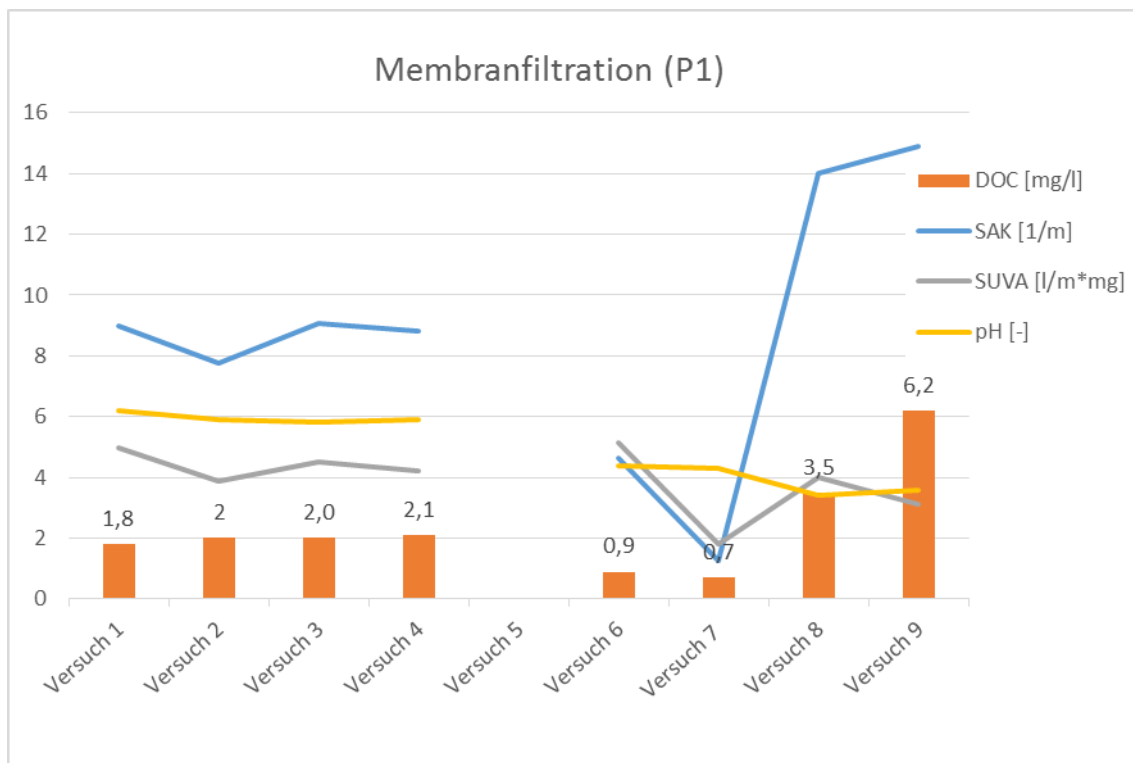
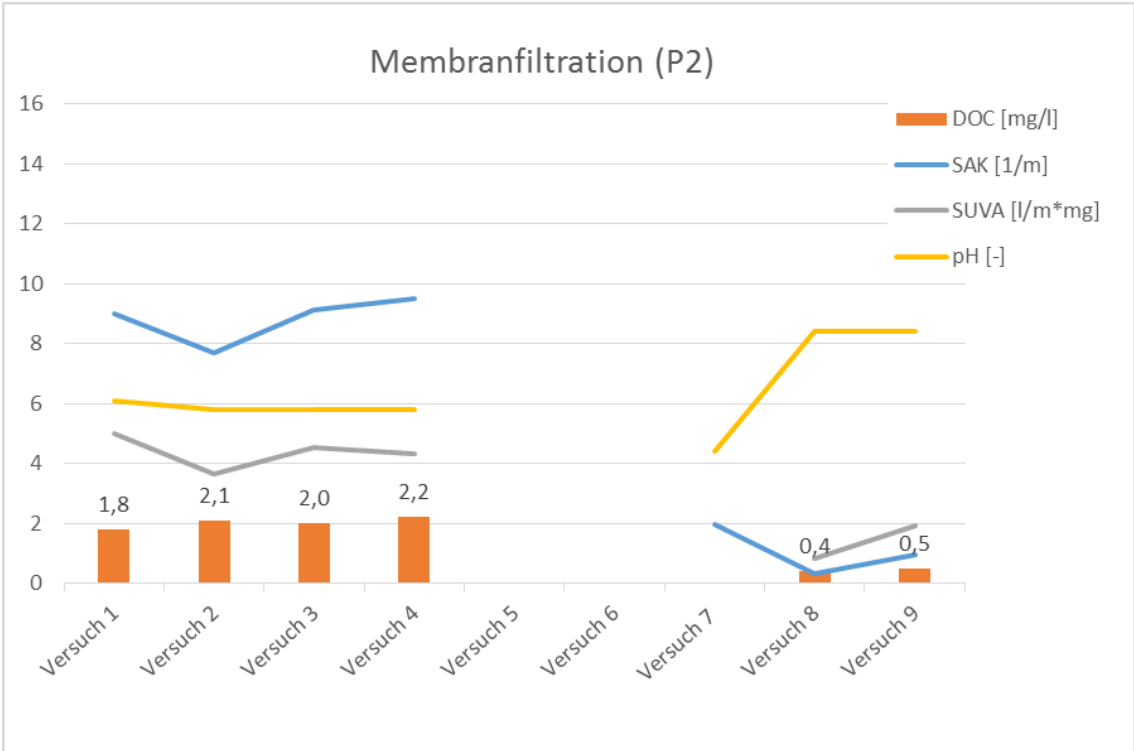


Abbildung 57: Chemische Analyseparameter zu den Huminstoffuntersuchungen (Permeat 2)



7.2 Spektren

Die Messung der UV-VIS-Spektren zeigte für die Versuche 1 bis 4 sehr ähnliche Ergebnisse und kaum Unterschiede zwischen den Rohwasserproben und den Permeatproben (Abbildung 58).

Abbildung 58: UV-VIS-Spektren aller Proben zu Versuch 1-4

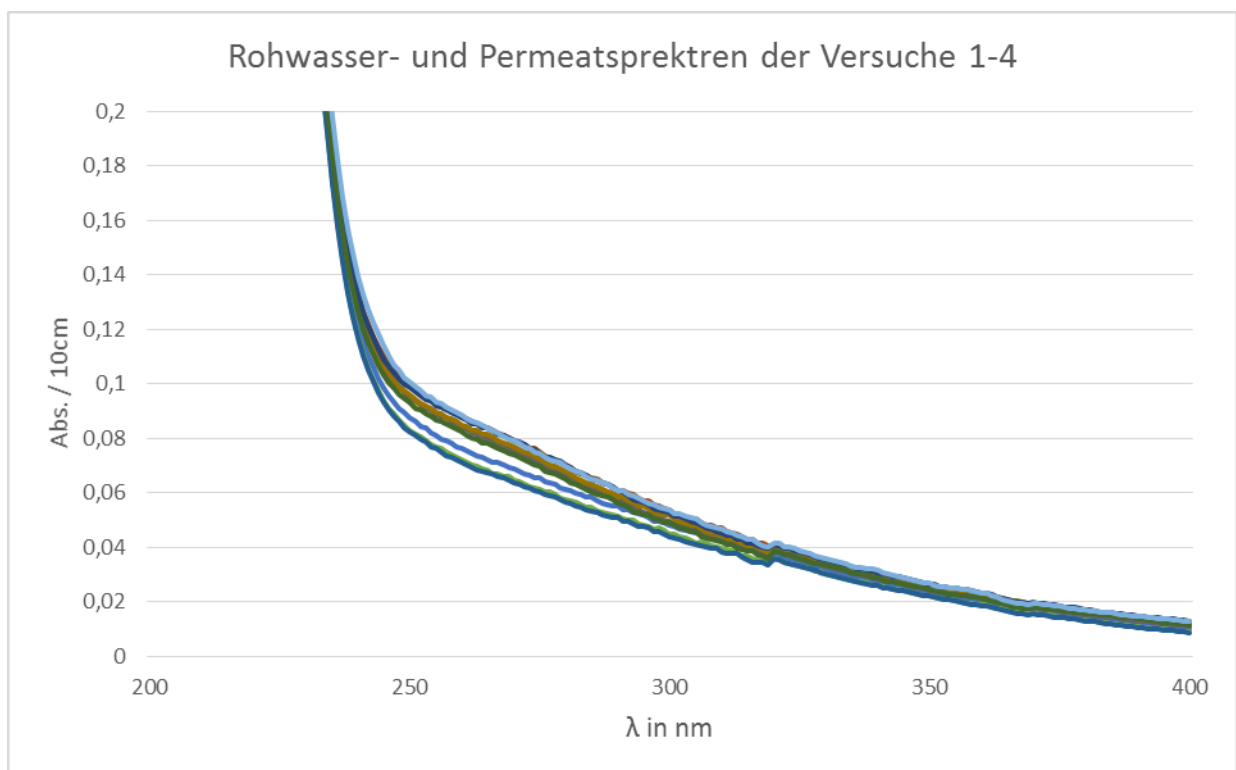


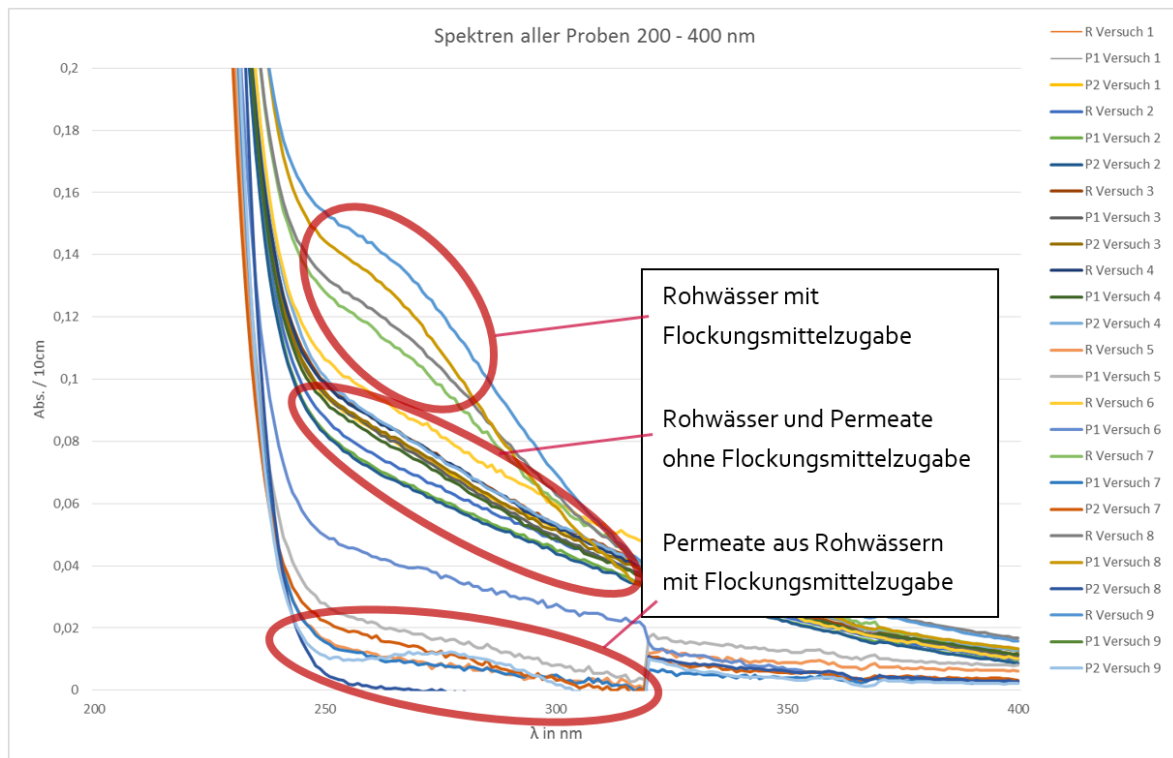
Abbildung 59 zeigt die UV-VIS-Spektren aller Proben in einer Darstellung. In den Spektren können drei Bereiche deutlich unterschieden werden:

- Rohwässer und Permeate ohne Flockungsmittelzugabe
- Rohwässer mit Flockungsmittelzugabe
- Permeate aus Rohwässern mit Flockungsmittelzugabe

Die Flockungsmittelzugabe führt beim Rohwasser zu steigenden Absorptionswerten in einem Wellenlängenbereich von rund 250 nm bis rund 320 nm. Daraus erklären sich auch die steigenden SAK-Werte dieser Rohwässer, die aus den Spektren bei 254 nm berechnet werden.

Jene Permeate, die aus Rohwässern mit Flockungsmittelzugabe filtriert wurden, zeigen (außer einmal bei P1) im Endeffekt deutlich geringere Absorptionswerte über den gesamten relevanten Wellenlängenbereich (rund 240 nm bis 400 nm). Dies deutet auf eine generelle Verminderung der Wasserinhaltsstoffe hin.

Abbildung 59: UV-VIS-Spektren aller Proben im Vergleich (Versuche 1-9)

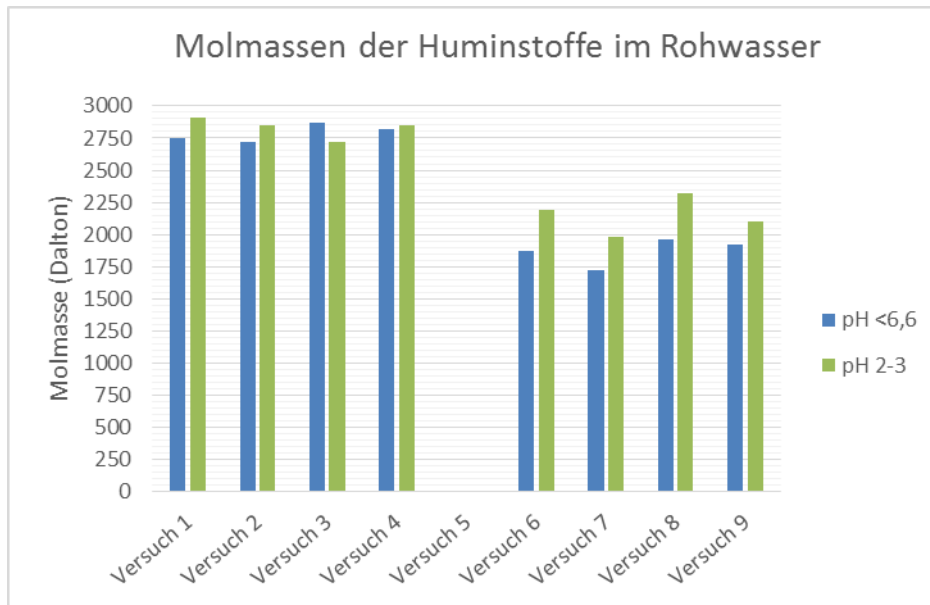


7.3 Größenausschlusschromatographie (SEC)

Die Untersuchungen mittels Größenausschlusschromatographie liefern Aussagen über die Struktur der Huminstoffe durch chemische Fraktionierung und Bewertung der mittleren Molmasse pro Fraktion. Abbildung 60 zeigt die Molmassen der Huminstoffe im Rohwasser. Dabei stehen die Messwerte bei pH < 6,6 für die Gesamtheit der Huminsäuren und Fulvinsäuren und die Messwerte bei pH 2-3 zeigen nur den Anteil der Fulvinsäuren.

Die Größenausschlusschromatographie (SEC) dient dabei vorwiegend dazu, qualitative Aussagen über die Zusammensetzung der Huminstoffe im Wasser zu machen. Eine Quantifizierung des Rückhaltevermögens ist nur näherungsweise über das Flächenintegral des Chromatogramms möglich.

Abbildung 60: Molmassen der Huminstoffe im Rohwasser

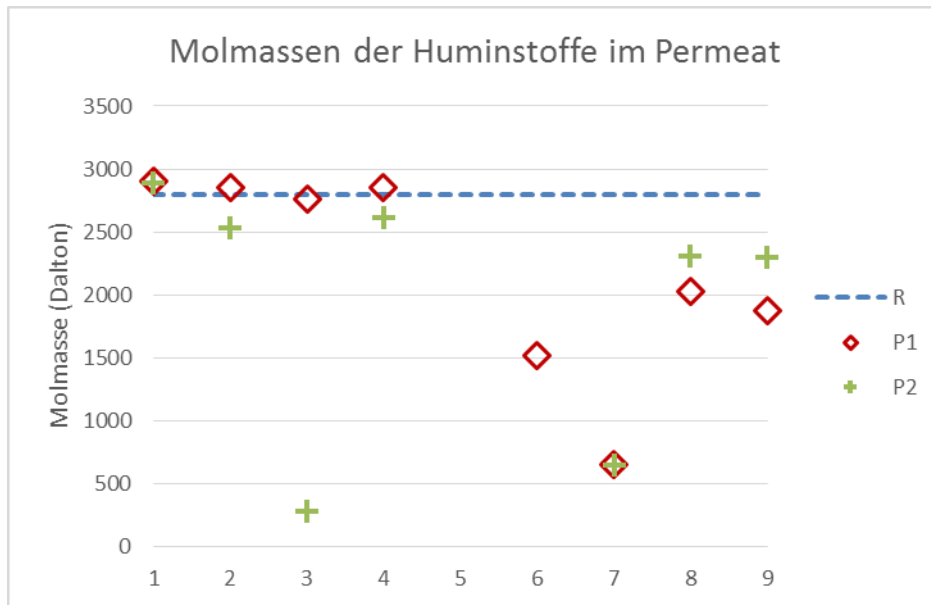


Der generelle Unterschied zwischen den ersten vier Versuchen und den Versuchen 6-9 entsteht dadurch, dass durch Flockungsmittelzugabe einige höhermolekulare Huminstoffe bereits in Aggregaten adsorbiert werden und dadurch nicht mehr als gelöste Stoffe in der HPLC-Untersuchung detektiert werden. Die durchschnittliche Molmasse der Huminstoffe im ursprünglichen Rohwasser beträgt rund 2.800 Dalton. Die Angabe in Dalton ist die in der Größenausschlusschromatographie (SEC) übliche Maßeinheit. 1 Dalton entspricht dabei $1/12$ der Masse eines Atoms des Kohlenstoff-Isotops ^{12}C .

Dass in den Rohwasserproben bei pH 2-3 (nur Fulvinsäuren) und bei pH < 6,6 (Huminsäuren und Fulvinsäuren) keine signifikanten Unterschiede feststellbar sind, zeigt, dass die Huminstoffe im vorliegenden Rohwasser hauptsächlich Fulvinsäuren sind. Die Hauptfraktion der Huminstoffe in diesem Rohwasser weist eine Molmasse zwischen 2.500 und 3.000 Dalton auf (typisch für Fulvinsäuren). Die geringen Unterschiede der Messwerte bei pH 2-3 und pH < 6,6 liegen innerhalb der Messunsicherheit.

Abbildung 61 zeigt wie sich die Molmassen der Huminstoffe im Permeat gegenüber dem durchschnittlichen Wert des ursprünglichen Rohwassers verändert haben.

Abbildung 61: Molmassen der Huminstoffe im Permeat



Es ist zu erkennen, dass sich die Zusammensetzung der Huminstoffe in den Permeaten der Versuche 1 bis 4 gegenüber dem Rohwasser nicht signifikant verändert hat. Der Messwert für Permeat 2 im Versuch 3 wurde als Ausreißer klassifiziert. Da diese Probe bei den chemischen Analysen und den Spektren keine Auffälligkeiten gezeigt hat, ist der Ausreißer wahrscheinlich auf einen Analysenfehler zurückzuführen.

Die Zusammensetzung der Huminstoffe in den Permeaten der Versuche 6 bis 9 zeigt gegenüber dem Rohwasser hingegen deutliche Veränderungen der Molmassen, während sich die Zusammensetzung zwischen Permeat 1 und Permeat 2 nicht mehr wesentlich verändert.

Versuch 7 zeigte bei der Flockungsmitteldosierung von 5 µg/l die stärkste Reduktion der hohen Molmassen. Die im Permeat dieses Versuches verbliebenen Stoffe weisen nur noch Molmassen bis rund 800 Dalton (Einheit: g/mol) auf und sind somit eher nicht mehr den Huminstoffen zuzurechnen (vgl. EIFINGER 2005 zit. in SCHACHTSCHNABEL et al., 1992).

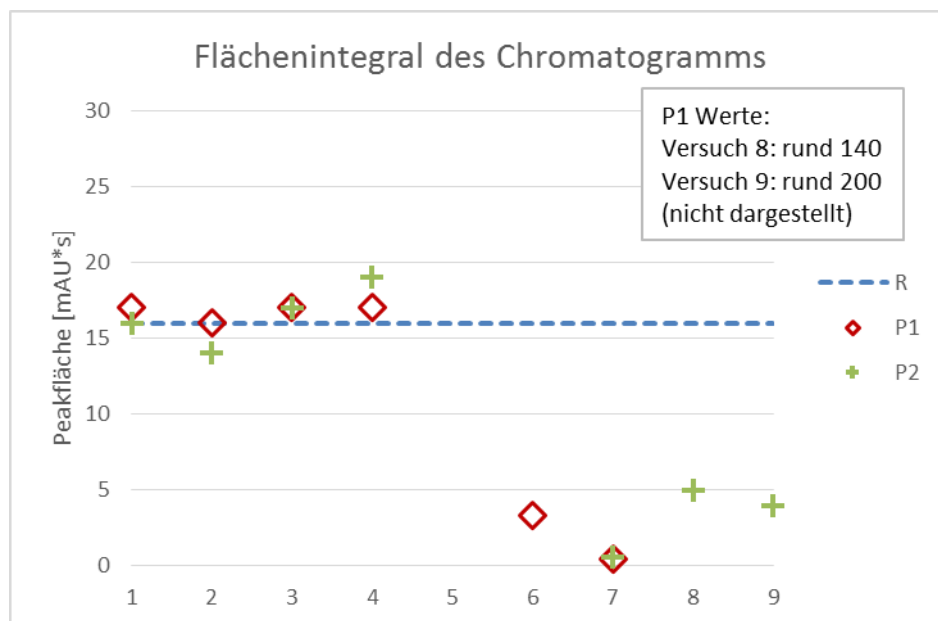
In den Versuchen 8 und 9 werden mit zunehmender Flockungsmittelkonzentration tendenziell wieder höhere Molmassen in den Permeaten gefunden. Es ist wahrscheinlich, dass bei den höheren Flockungsmittelkonzentrationen die im Flockungsmittel enthaltenen Polymere als höhere Molmassen bei dieser Messmethode miterfasst werden und die Ergebnisse verfälschen. Dies lässt abermals auf die Überdosierung des Flockungsmittels bei Versuch 8 und 9 schließen.

Auch die ansatzweise Quantifizierung der Rückhalteleistung aus den Ergebnissen der Größenausschlusschromatographie (SEC) spricht ganz stark für die Annahme der Überdosierung des Flockungsmittels bei Versuch 8 und 9.

Ausgehend von der Menge der Huminstoffe im ursprüngliche Rohwasser, die mit durchschnittlich rund 16 [mAU*s] (Flächenintegral des Chromatogramms) gemessen wurde, zeigte sich Permeat 1 des Versuches 6 ein Wert von rund 3 [mAU*s] und in den Permeaten des Versuchs 7 (optimale Flockungsmittelkonzentration) lag der Wert bei unter 1 [mAU*s]. In den Versuchen 8 und 9 stieg der Wert bei Überdosierung des Flockungsmittels im Permeat 1 auf 140 [mAU*s] bis knapp 200 [mAU*s]. Die in den letzten Versuchen gemessenen Mengen an hochmolekularen Substanzen (2000-6000 Dalton) im Permeat 1 können somit nicht die Huminstoffe aus dem ursprünglichen Rohwasser sein (siehe Abbildung 62). Im Permeat 2 der Versuche 8 und 9 liegen die Werte hingegen wieder bei rund 5 [mAU*s].

Dies deckt sich mit den Ergebnissen der DOC und SAK Untersuchungen. Außerdem sind in den Versuchen 8 und 9 sowohl die DOC Gehalte wie auch die Menge der mit der Größenausschlusschromatographie (SEC) gemessenen hochmolekularen Substanzen im Permeat 2 - trotz der schlechteren Werte in Permeat 1 - dann dennoch wieder deutlich geringer als im ursprünglichen Rohwasser.

Abbildung 62: Quantifizierung der Huminstoffe aus dem Chromatogramm



Es ist daher davon auszugehen, dass die ursprünglichen Huminstoffe auch bei Überdosierung des Flockungsmittels fast vollständig entfernt werden, dass aber das überschüssige Flockungsmittel zu einer Qualitätsbeeinträchtigung des Permeates führt.

8 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

8.1 Mikrobiologische Sicherheit

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass für die Standard-Mikrobiologie die geforderte Reduzierung um 4 log-Stufen von den Membranen erfüllt werden kann. Die Membranfiltration bietet einen absoluten Rückhalt (100 %) gegenüber kurzfristig auftretenden bakteriellen Verunreinigungen (E. Coli, Coliforme Bakterien, Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa). Im Zuge der Analysen konnte allerdings in zwei Fällen je eine Kolonie in einer Permeatprobe (P2B am 13.6.2017 und P1C am 16.5.2017) festgestellt werden. Ursache könnte aber eine Kontamination der Proben (z.B. durch Aerosolbildung bei der Inokkulation) während der Probenahme gewesen sein.

Die stellvertretend für die Untersuchung des Rückhaltevermögens von Viren eingesetzten MS2-Phagen wurden im Zuge der Challenge-Tests nur in unzureichendem Maß zurückgehalten. Ungewöhnlich dabei war, dass in der im ersten Challenge-Test zur Verunreinigung des Rohwassers verwendeten Abwassermischung keine bzw. fast keine MS2-Phagen nachgewiesen werden konnten. In den weiteren Challenge-Tests wurde ein angezüchteter Phagenstamm in hoher Konzentration zur Kontamination des Rohwassers verwendet. Das Rückhaltevermögen bezüglich der MS2-Phagen betrug im Durchschnitt rund 80 % bei einer Bandbreite der einzelnen Permeate von 55 % bis 88 %.

Bezüglich der Langzeitstabilität kann festgehalten werden, dass die zweistufige Ultrafiltrationsanlage für die Bedingungen des „Worst Case Scenario“ – hohe Wassertemperatur über 25 °C und kontinuierliche Rekontamination des Rohwassers durch Rückführung des Rückspülwassers zurück in den Vorlagetank – kein klares Ergebnis liefern konnte. Aufgrund eines starken Anstieges des Transmembrandrucks, dessen Ursache sich später als Scaling durch Kalkausfällungen herausgestellt hat, erfolgte bereits nach rund 10 Tagen eine automatische Abschaltung wegen Überschreitung des zulässigen Transmembrandrucks. Eine frühe permeatseitige Kontamination hinter der zweiten Membran konnte einerseits bei einer weiteren Probenahme nicht verifiziert werden und könnte somit auf eine Kontamination bei der Probenahme hinweisen, andererseits könnte die permeatseitige Kontamination auch von einer unzureichenden Desinfektion nach den Vorversuchen stammen. Die Ergebnisse der letzten beiden Probenahmen nach dem automatischen Anlagen-Stop ließen, wegen eines zuvor anstatt des Scalings vermuteten

Biofilmwachstums, eher auf ein Durchwachsen und eine Kontamination der gesamten Anlage schließen. Die negativen Abstrichproben von den roh- und reinwasserseitigen Oberflächen beider Membranstufen und starke Kalkausfällungen als Grund für den Transmembrandruckanstieg sprechen allerdings gegen diese Annahme.

Der Langzeitversuch unter „Normalbedingungen“ zeigte, dass *Pseudomonas aeruginosa* im Ablauf der Anlage auch in 10-fachem Probevolumen und nach einer Versuchsdauer von rund 2 Monaten nicht nachweisbar war und dass zum letzten Probenahmetermin die Pseudomonadenpopulation auch aus dem Rohwasser beinahe verschwunden war. Das bedeutet, dass sich unter „Normalbedingungen“ – Rohwassertemperatur zwischen 19 und 20 °C aber zusätzlicher kontinuierlicher Rekontamination des Rohwassers durch Rückführung des Rückspülwassers zurück in den Vorlagetank – eventuell kein entsprechender Biofilm an den Membranen ausbilden konnte und es dementsprechend auch zu keinem Durchwachsen von *Pseudomonas aeruginosa* durch die Membranen gekommen ist.

Im abschließenden Langzeitversuch unter „Normalbedingungen mit erhöhter Nährstoffverfügbarkeit“ konnte während der gesamten Untersuchungsdauer keine Kontamination der Permeate mit *Pseudomonas aeruginosa* nachgewiesen werden. Nach rund drei Wochen hatte sich ein so starkes Biofilmwachstum eingestellt, dass sich die Anlage aufgrund des stark gestiegenen Transmembrandrucks an der ersten Stufe automatisch abgeschaltet hatte. Die Anlage wurde daraufhin noch weit über den Zeitpunkt der automatischen Abschaltung hinaus betrieben und zusätzlichen Belastungen wie einer mehrtägigen Stagnationsphase ausgesetzt. Auch bei der abschließenden Probenahme konnte keine Kontamination der Permeate mit *Pseudomonas aeruginosa* nachgewiesen werden. In einer Abstrichprobe der rohwasserseitigen Oberfläche der ersten Membranstufe hingegen schon. Ein Durchwachsen von *Pseudomonas aeruginosa* durch die Membran konnte unter Normalbedingungen mit erhöhter Nährstoffverfügbarkeit nicht nachgewiesen werden.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die zweistufige Ultrafiltration in der beschriebenen Anwendung mit regelmäßigen automatisierten indirekten Integritätstests

- eine sehr gute Röchhalteleistung ($> \log 4$) und eine sehr hohe Zuverlässigkeit gegenüber kurzfristig auftretenden bakteriellen Verunreinigungen (gemessen anhand der Standardparameter der Trinkwasserverordnung) aufweist,
- die Röchhalteleistung gegenüber MS2-Phagen, die stellvertretend für Viren eingesetzt wurden, nur rund 80 % beträgt und

- ein Durchwachsen der Membran von biofilmbildenden Mikroorganismen (*Pseudomonas aeruginosa*) unter Normalbedingungen (Rohwassertemperatur bis 18 °C) auch unter erhöhter Nährstoffverfügbarkeit nicht nachgewiesen werden konnte.

Bezüglich der eher mäßigen Röchhalteleistung gegenüber MS2-Phagen ist anzumerken, dass Ultrafiltration in der Literatur als geeignete Maßnahme zur Entfernung von z.B. Adenoviren, Enteroviren, Noroviren oder Rotaviren (BAG, 2010) aber auch zur Entfernung von MS2-Phagen (MUTSCHMANN und STIMMELMAYR, 2014, S 318) angesehen wird.

8.2 Rückhalt von Huminstoffen und Spurenstoffen

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass durch die zweistufige Membranfiltration mit einer ergänzenden Flockungsmittelzugabe die DOC-Gehalte des vorliegenden Huminstoffwassers um rund 75 % gesenkt werden konnten. Ohne Flockungsmittelunterstützung konnten die DOC-Gehalte aufgrund der hauptsächlichlichen Zusammensetzung der Huminstoffe des vorliegenden Wassers aus Fulvinsäuren (niedermolekulare Huminstoffe) mit der Ultrafiltration nicht entfernt werden. Die Messung der UV-VIS-Spektren bestätigt dieses Ergebnis. Die SAK Werte des vorliegenden Huminstoffwassers konnten durch die Filtration mit Flockungsmittelunterstützung um rund 80 % und das für die mikrobiologische Stabilität des aufbereiteten Wassers relevante SAK/DOC-Verhältnis (SUVA) um durchschnittlich rund 90 % gesenkt werden.

Die Untersuchung der Zusammensetzung der Huminstoffe zeigt, ähnlich den Ergebnissen der chemischen Untersuchungen und der UV-VIS-Spektren, dass sich ohne Flockungsmittelunterstützung keine Veränderungen des Permeates zum Rohwasser einstellen. Mit Flockungsmittelunterstützung konnten hingegen so gut wie alle Huminstoffe (Molmassen über 800 Dalton) aus dem Rohwasser entfernt werden. Die Untersuchung der Molmassen zeigt auch sehr deutlich, dass eine Überdosierung des Flockungsmittels schnell wieder zu einer Qualitätsbeeinträchtigung des Permeates führt.

Bezüglich des Rückhalts von Huminstoffen darf daher zusammenfassend erwartet werden, dass sich die zweistufige Membranfiltration mit optimierter Flockungsmittelunterstützung insbesondere für die Aufbereitung sogenannter Problemwässer eignet. Diese Wässer neigen nach oxidativen Aufbereitungsverfahren im Allgemeinen eher zu mikrobiologischer Instabilität und können bei hohen Huminstoffgehalten durch eine verminderte Transmissivität auch bei der UV-Desinfektion problematisch sein.

Für die untersuchten Spurenstoffe (Carbamazepin, Diclofenac, Simazin, Atrazin und Diuron) konnte kein signifikanter Rückhalt durch die Ultrafiltrationsmembranen (konventionelle Membran M1 sowie modifizierte Membran M2) gefunden werden. Es gibt aber tendenziell Hinweise für eine Verbesserung der Spurenstoffentfernung mittels Ultrafiltration, wenn dem Rohwasser Flockungsmittel zugesetzt werden. Da der positive Effekt der Flockungsmittelzugabe aber eher nur gering zu sein scheint, kommt für den Anwendungsfall der Spurenstoffentfernung eher eine Nanofiltrationsmembran bzw. eine Umkehrosmose in Frage als eine Ultrafiltrationsmembran oder eine modifizierte Ultrafiltrationsmembran.

Da die Messunsicherheiten bei den Spurenstoffuntersuchungen im Vergleich zu den vorliegenden Konzentrationen der Stoffe relativ groß werden, sind die Aussagen zum Spurenstoffrückhalt mit äußerster Vorsicht zu interpretieren.

8.3 Feststellung der Alarmgrenzen der Integritätstests

Zur Feststellung der Alarmgrenzen der Integritätstests wurden die Betriebsparameter der automatisierten Überprüfung variiert. Im Wesentlichen waren das die Wartezeiten vom Beginn der Rückspülung bis zur Messung des Luftdiffusionswertes (DAF) über die Membran sowie den Bewässerungszustand (befüllte oder entleerte Feedseite) während der Messung. Darüber hinaus wurde untersucht, ob sich die DAF-Werte für die modifizierten Membranen von den konventionellen Membranen unterscheiden und welchen Einfluss Membran-Fouling auf die DAF-Werte hat. Ziel der Untersuchung war, nach möglichst kurzer Wartezeit einen möglichst sensitiven Test durchführen zu können.

Es wurde festgestellt, dass nach einer Wartezeit von zumindest 10 min bis zur Messung die DAF-Werte jedenfalls nicht mehr durch nachrinnendes Wasser aus dem Spülwassertank beeinflusst sind. Als niedrigst möglicher Grenzwert für intakte Membranmodule der verwendeten Bauart wurden 20 mln/min ermittelt. Dieser Wert wurde von intakten Membranmodulen im Testbetrieb nie überschritten. Laut Herstellerangabe genügt die Einhaltung eines DAF-Wertes von 60 mln/min als Nachweis für die Intaktheit der Membran.

Da zum Zeitpunkt der Festlegung der Alarmgrenzen für den Betrieb der Versuchsanlage noch nicht alle eventuell auftretenden Einflüsse auf die Membran bekannt waren, wurden als Wartezeit bis zur DAF-Messung 20 Minuten und als Grenzwert der DAF-Messung die 60 mln/min laut Herstellerangabe gewählt. Der DAF-Test würde durch den niedrigeren Grenzwert zwar sensitiver aber auch anfälliger für fälschlich angezeigte Integritätsfehler werden.

8.4 Wirtschaftlichkeit, Energieaufwand und Konzentratentsorgung

Je nach Verschmutzungsgrad der Membranen ergeben sich unterschiedliche Druckverluste über die gesamte Anlage. Im Laufe der Untersuchungen wurden Druckverluste zwischen 1,3 bar und 3,3 bar festgestellt. Bei höheren Druckverlusten würde sich die Anlage entsprechend der Steuerungsvorgaben automatisch reinigen bzw. abschalten. Bei einem Strompreis von € 0,18 pro kWh ergeben sich bei 3,3 bar Druckverlusten maximale Kosten von rund 14 Cent pro m³ Permeat. Der mittlere Kostenbereich für die Permeatproduktion liegt bei 0,4 kWh/m³ bzw. bei rund 7 Cent pro m³. Da der Wirkungsgrad der Pumpe in der Versuchsanlage eher gering war (10 % bis 25 %) kann die Effizienz mit einer besser an die Anforderungen angepassten Pumpe noch deutlich gesteigert werden und eine Halbierung der Energiekosten auf 3,5 Cent pro m³ erscheint nicht unrealistisch. Die sonstigen Stromverbräuche der Anlage sind vernachlässigbar.

Die gesamten Kosten belaufen sich unter Berücksichtigung der laufenden Kosten (Energieverbrauch einer gut optimierten Pumpe) sowie den Investitions- und Reinvestitionskosten (Membranersatz) auf rund 0,35 € pro m³ bei einer Nutzungsdauer der Anlage von 10 Jahren und jährlichem Membranersatz. Bei entsprechend verlängerter Nutzungsdauer auf 20 Jahre und Membranersatz nur alle 2 Jahre (sollte laut Herstellerangaben möglich sein) sind auch Kosten von unter 20 Cent pro m³ leicht vorstellbar.

Wenn die Wartungskosten der Anlage mit einem Personentag (bzw. zwei Halbtagen) pro Jahr angesetzt werden, entspricht das einem zusätzlichen Aufwand von rund 10 Cent pro m³ für die kleinste Moduleinheit, die Wasser für rund 90 Personen liefern könnte. Für größere Einheiten reduziert sich der Wartungsaufwand pro m³ entsprechend.

Die Konzentratentsorgung der regelmäßig anfallenden Rückspülwässer kann im Allgemeinen direkt und ohne Aufbereitung erfolgen wenn das die aus dem Rohwasser zurückgehaltenen Stoffe erlauben. Im Falle der unterstützenden Anwendung von Flockungsmitteln ist eine indirekte Entsorgung über den Kanal möglich.

Für den Fall, dass saure Reinigungen oder basische Chlorreinigungen im eingebauten Zustand (CIP: Cleaning In Place) durchgeführt werden, ist ein Erfassen und geregeltes Entsorgen der Reinigungschemikalien notwendig. Dies kann gegebenenfalls nach entsprechender Abklingzeit (Zerfall des Restchlors) und anschließender Neutralisation wieder indirekt über den Kanal erfolgen.

Alternativ zur chemischen Reinigung der Membranmodule im eingebauten Zustand ist auch ein Austausch der Module und eine Reinigung bei einer Fachfirma (ex situ) möglich. Dann fallen vor Ort keine Abwässer für die Reinigung an.

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Anlagenbauteile	13
Tabelle 2: Verwendete Verbrauchsmaterialien	16
Tabelle 3: Verwendete Geräte	17
Tabelle 4: Verwendete Nährmedien	18
Tabelle 5: Weitere Reagenzien	18
Tabelle 6: Untersuchungsparameter und die dazugehörigen Normen	20
Tabelle 7: Untersuchungsparameter und die dazugehörigen Normen	21
Tabelle 8: Verwendete Reagenzien - Phagenuntersuchungen	24
Tabelle 9: Aufgezeichnete Parameter der SPS	29
Tabelle 10: Chronologie des Aufbaues und Testbetriebs der Versuchsanlage	34
Tabelle 11: Chronologie der Challenge-Tests im Versuchstechnikum	35
Tabelle 12: Probenahmen des Feldtest	40
Tabelle 13: Vor-Ort-Parameter vom 4.4.2017	73
Tabelle 14: Probenahme 4.4.2017 – KBE 22, KBE 27, KB 37 [Einheit Anzahl /ml]	74
Tabelle 15: Probenahme 4.4.2017 – Coliforme Bakterien, Escherichia coli, Gesamtcoliforme Bakterien	74
Tabelle 16: Probenahme 4.4.2017 – Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa	75
Tabelle 17: Flowzytometrie Untersuchungen vom 4.4.2017	75
Tabelle 18: Investitionskosten und Reinvestitionskosten	86
Tabelle 19: Übersicht der mikrobiologischen Untersuchungen	93
Tabelle 20: Vor-Ort-Parameter 25. April 2017	95
Tabelle 21: Probenahme 25.4.2017 – KBE 22, KBE 27, KB 37 [Einheit Anzahl /ml]	96
Tabelle 22: Probenahme 25.4.2017 – Coliforme Bakterien, Escherichia coli, Gesamtcoliforme Bakterien - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)	96
Tabelle 23: Probenahme 25.4.2017 – Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)	97
Tabelle 24: Ergebnisse Phagen 25.4.2017	97
Tabelle 25: Vor-Ort-Parameter 9.5.2017	99
Tabelle 26: Ergebnisse Phagen 9.5.2017	99
Tabelle 27: Vor-Ort-Parameter 16.5.2017	101
Tabelle 28: Probenahme 16.5.2017 – KBE 22, KBE 27, KB 37 [Einheit Anzahl /ml]	102
Tabelle 29: Probenahme 16.5.2017 – Coliforme Bakterien, Escherichia coli, Gesamtcoliforme Bakterien - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)	102
Tabelle 30: Probenahme 16.5.2017 – Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)	103
Tabelle 31: Ergebnisse Phagen 16.5.2017	103
Tabelle 32: Vor-Ort-Parameter 22.5.2017	105

Tabelle 33: Ergebnisse Phagen 22.5.2017	106
Tabelle 34: Probenahme 22.5.2017 – KBE 22, KBE 27, KB 37 [Einheit Anzahl /ml]	106
Tabelle 35: Probenahme 22.5.2017 – Coliforme Bakterien, Escherichia coli, Gesamtcoliforme Bakterien - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)	107
Tabelle 36: Probenahme 22.5.2017 – Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)	108
Tabelle 37: Ergebnisse Phagen 22.5.2017	108
Tabelle 38: Vor-Ort-Parameter 13.6.2017	109
Tabelle 39: Probenahme 13.6.2017 – KBE 22, KBE 27, KB 37 [Einheit Anzahl/ml]	110
Tabelle 40: Probenahme 13.6.2017 – Coliforme Bakterien, Escherichia coli, Gesamtcoliforme Bakterien - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)	110
Tabelle 41: Probenahme 13.6.2017 – Enterokokken, Pseudomonas aeruginosa - Einheit: pro 100 ml (Rohwasser) bzw. pro 250 ml (Permeat)	111
Tabelle 42: Übersicht der Untersuchungen zum Spurenstoffrückhalt	115
Tabelle 43: Vor-Ort-Parameter 19.06.2017 / Grundwasser	116
Tabelle 44: Vor-Ort-Parameter 20.06.2017 / Grundwasser	116
Tabelle 45: Vor-Ort-Parameter 21.06.2017 / Huminstoffwasser	117
Tabelle 46: Vor-Ort-Parameter 22.06.2017 / Huminstoffwasser	117
Tabelle 47: Vor-Ort-Parameter 27.06.2017 / Flockung	118
Tabelle 48: Vor-Ort-Parameter 28.06.2017 / Flockung	118
Tabelle 49: Vor-Ort-Parameter 29.06.2017 / Huminstoffwasser und Flockung	119
Tabelle 50: Vor-Ort-Parameter 29.06.2017 / Huminstoffwasser und Flockung	119
Tabelle 51: Mikrobiologische Analysen zu den Vorversuchen	129
Tabelle 52: Durchflusszytometrie der Vorversuche (Gesamtzellzahl je ml)	130
Tabelle 53: Mikrobiologische Analysen zum 1. Durchwachsversuch	132
Tabelle 54: Durchflusszytometrie des „Worst Case Scenario“ (Gesamtzellzahl je ml)	133
Tabelle 55: Mikrobiologische Analysen zum 2. Durchwachsversuch	135
Tabelle 56: 2. Durchflusszytometrie des 2. Durchwachsversuches (Gesamtzellzahl je ml)	135
Tabelle 57: Mikrobiologische Analysen zum 3. Durchwachsversuch (KBE und P. aeruginosa)	137
Tabelle 58: Mikrobiologische Analysen zum 3. Durchwachsversuch (Coliforme und E.Coli)	138
Tabelle 59: Durchflusszytometrie des 3. Durchwachsversuches (Gesamtzellzahl je ml)	139
Tabelle 60: Steueranweisungen SOP Befüllen / Entlüften	169
Tabelle 61: Steueranweisungen SOP Filtration	171
Tabelle 62: Steueranweisungen SOP REINIGUNG / RÜCKSPÜLUNG / INTEGRITÄTSTEST / ENTLEERUNG	172

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Positivkontrolle Plaquebildung im festen Medium	23
Abbildung 2: Vereinfachtes Schema der Versuchsanlage	44
Abbildung 3: Schema der Versuchsanlage	45
Abbildung 4: Schaubild der Versuchsanlage in der Visualisierung	46
Abbildung 5: Betriebsschema	48
Abbildung 6: Versuchsanlage im Technikum der BOKU Wien	50
Abbildung 7: Ausgangstellung der Ventile für die Dichtheitsüberprüfung	53
Abbildung 8: Dichtheitsüberprüfung (15. März 2017)	53
Abbildung 9: Normalbetrieb mit intakter Membran (15. März 2017)	54
Abbildung 10: Normalbetrieb im Detail (15. März 2017)	55
Abbildung 11: Ausbau des Membranmoduls M1	57
Abbildung 12: Dimensionen der Nadel und einer Hohlfaser	57
Abbildung 13: Markierung der zur Punktierung vorgesehenen Hohlfaser	58
Abbildung 14: Punktierte Membran und Nadelspitze	58
Abbildung 15: Betrieb mit beschädigter Membran (15. März 2017)	59
Abbildung 16: Mikroskopbild des herausgeschnittenen punktierten Hohlfaserstückes	60
Abbildung 17: Betrieb mit einer Wartezeit von 12 min (7. März 2017)	61
Abbildung 18: Betrieb mit entwässerten Zylindern der M2 und M1 bei einer Wartezeit von 20 min (8. März 2017)	62
Abbildung 19: Betrieb mit befüllten Zylindern der M2 und M1 bei einer Wartezeit von 20 min (10. März 2017)	63
Abbildung 20: Betrieb mit einer Wartezeit von 60 min (24. März 2017)	64
Abbildung 21: Betrieb mit einer Wartezeit von 3 Stunden (25. März 2017)	65
Abbildung 22: Betrieb mit steigenden DAF-Werten und Membranbruch der M2 (26. – 28. März 2017)	67
Abbildung 23: Anstieg der Luftdiffusionswerte von M2 im Detail (26. – 27. März 2017)	68
Abbildung 24: Membranbruch an der M2 im Detail (27. – 28. März 2017)	69
Abbildung 25: DAF-Auswertung von M2 (defekt) bzw. M1 (intakt) (26. – 28. März 2017)	70
Abbildung 26: Mikroskopbild des herausgeschnittenen echten Membranbruchs (Längsriss)	71
Abbildung 27: Abflämmen einer Probenahmestelle vor der mikrobiologischen Probenahme	72
Abbildung 28: Betrieb mit konventionellen Membran (9. Mai 2017)	78
Abbildung 29: Betrieb mit modifizierter Membran (M2) (10. Mai 2017)	78
Abbildung 30: Druck und Durchfluss bei konventionellen Membranen (9. Mai 2017)	79
Abbildung 31: Druck und Durchfluss bei modifizierter Membran (M2) (10. Mai 2017)	79

Abbildung 32: Erhöhte Luftdiffusion (die als Membranbruch angezeigt wird) an der modifizierten M2 nach saurer Reinigung und basischer Chlorreinigung (14. Juni 2017)	80
Abbildung 33: Druck und Durchfluss bei basischer Chlorreinigung (28. April 2017)	82
Abbildung 34: Druck und Durchfluss bei saurer Reinigung und basischer Chlorreinigung (12. Juni 2017)	83
Abbildung 35: Stromverbrauch der Feed-Pumpe	85
Abbildung 36: DAF-Werte im Testbetrieb (3. April 2017 bis 4. Mai 2017)	89
Abbildung 37: DAF-Werte zu Beginn der Challenge-Tests (5. Mai 2017 bis 7. Juni 2017)	89
Abbildung 38: Auswertung der Messergebnisse vom 25. April 2017	95
Abbildung 39: Auswertung Messergebnisse 09.05.2017	98
Abbildung 40: Messergebnisse vom 16.05.2017	100
Abbildung 41: Messergebnisse vom 22.05.2017	104
Abbildung 42: Messergebnisse vom 13.06.2017	109
Abbildung 43: Auswertung Durchflusszytometrie	112
Abbildung 44: Boxplots der Zellzahlen (Durchflusszytometrie) für die Probenahmestellen P1 und P2 – 5 Probenahmen mit je 2 Probenahmezeitpunkten	113
Abbildung 45: Entfernungsraten Carbamazepin	121
Abbildung 46: Entfernungsraten Diclofenac	122
Abbildung 47: Entfernungsraten Atrazin	124
Abbildung 48: Entfernungsraten Diuron	125
Abbildung 49: DOC-Gehalte der Proben bei der Untersuchung zum Spurenstoffrückhalt	126
Abbildung 50: Farbvergleich Probe R und P1-A	127
Abbildung 51: Kalkausfällungen auf der Oberfläche der Hohlfasermembranen	133
Abbildung 52: Betriebsparameter des 3. Durchwachsversuches	140
Abbildung 53: Biofilm an der Oberfläche einer Hohlfaser	141
Abbildung 54: Versuchsanlage am Aufstellungsort des Feldtests	143
Abbildung 55: Chemische Analyseparameter zu den Huminstoffuntersuchungen (Rohwasser)	147
Abbildung 56: Chemische Analyseparameter zu den Huminstoffuntersuchungen (Permeat 1)	147
Abbildung 57: Chemische Analyseparameter zu den Huminstoffuntersuchungen (Permeat 2)	148
Abbildung 58: UV-VIS-Spektren aller Proben zu Versuch 1-4	149
Abbildung 59: UV-VIS-Spektren aller Proben im Vergleich (Versuche 1-9)	150
Abbildung 60: Molmassen der Huminstoffe im Rohwasser	151
Abbildung 61: Molmassen der Huminstoffe im Permeat	152
Abbildung 62: Quantifizierung der Huminstoffe aus dem Chromatogramm	153

Literaturverzeichnis

BAG (2010): Anerkannte Aufbereitungsverfahren für Trinkwasser. Bundesamt für Gesundheit BAG, Bern 2010

DVGW (2006): Hygienische Sicherheit von Ultrafiltrations- und Mikrofiltrationsanlagen zur Trinkwasseraufbereitung. Information aus dem Technischen Komitee „Wasseraufbereitungsverfahren“ des DVGW Deutsche Vereinigung des Gas- und Wasserfaches e. V. Bonn, 2006

Eifinger D. (2005): Charakterisierung von Huminstoffendurch Fraktionierung und Metallgehaltsbestimmung mittels eines gekoppelten Systems Kapillarelektrophorese-induktiv gekoppeltes Plasma Massenspektrometer. Dissertation. Universität Hamburg, 2005

Feuerpfeil I. und K. Botzenhart (2008): Hygienisch-mikrobiologische Wasseruntersuchung in der Praxis. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co KGaA, Weinheim

Farahbakhsh, K. und D.W. Smith (2004): Estimating air diffusion contribution to pressure decay during membrane integrity tests. *Journal of Membrane Science* 237 (1-2), 203–212.

Gijbertsen-Abrahamse, A., Cornelissen, E., und J. Hofmann (2006): Fiber failure frequency and causes of hollow fibre integrity loss. *Desalination*, Vol. 194, 251-258.

Guo, H., Wyart, Y., Perot, J., Nauleau, F. und P. Moulin (2010): Low-pressure membrane integrity tests for drinking water treatment: A review. *Water Research*, Vol. 44, 41-57.

Krause, S. (2007): Praxiserfahrung beim Einsatz der Ultrafiltration zur Aufbereitung von Wässern aus Karst- und Kluftgrundwasserleitern. *Österreichische Wasser- und Abfallwirtschaft*, Heft 1-2, 1-7.

Kuzmanovic, D., Elashvili, I., Wick, C., O'Connell, C., and S. Krueger (2003): Bacteriophage MS2: Molecular Weight and Spatial Distribution of the Protein and RNA Components by Small-Angle Neutron Scattering and Virus Counting. *Structure*, Volume 11, Issue 11, November 2003, Pages 1339-1348

Mutschmann und Stimmelmayer (2014): Taschenbuch der Wasserversorgung. 16. Auflage, Springer Vieweg, Springer Fachmedien Wiesbaden 2014

Pearce G. (2007): Membrane module format. *Filtration+Separation* May 2007, Feature 31

Schachtschnabel, P., Blume, H-P., Brümmer, B., Hartge K-H. und U. Schwertmann (1992):
Lehrbuch der Bodenkunde. Ferdinand Enke Verlag, 13. Auflage

Spruck M., Hofer G., Fili G., Gleinser D., Ruech A., Schmidt-Baldassari M. und M. Rupprich (2013): Preparation and characterization of composite multichannel capillary membranes on the way to nanofiltration. Desalination 314 (2013) 28–33

XIA, S., Li, X., Liu, R. and G. Li (2005): Pilot study of drinking water production with ultrafiltration of water from the Songhuajiang River (China). Desalination 179 (2005) 369-374

Anhang

Lastenheft Anlagensteuerung, Visualisierung, Datenaufzeichnung

Die nachfolgenden SOPs sind eine genaue Auflistung der verschiedenen Vorgänge bzw. Schaltzustände, die beim Betrieb der Anlage, oder bei der Durchführung von Reinigung und Tests, durch die Steuerung erfolgen müssen.

Die Abfolge der Steueranweisungen erfolgt für das Öffnen und Schließen von Ventilen (Motorkugelhähne) immer erst sobald der vorherige Schritt abgeschlossen ist (Rückmeldung, dass die jeweilige Endposition erreicht wurde).

Userinterface (läuft permanent)

Benötigt wird neben der eigentlichen Ablaufsteuerung eine grafische Benutzeroberfläche zur Eingabe und Ablesung von Daten:

Messwertabfrage

PICR1, 2, 3 einlesen	Drücke einlesen, Mittelung zu Sekundenmittelwerten
FICR1, 2, 3 einlesen	Aktuellen Durchfluss einlesen (Zufluss, ggf, Abfluss und Luftdurchfluss), Mittelung zu Sekundenmittelwerten
TMP1, TMP2 berechnen	$PICR1 - PICR2 = TMP1$; $PICR2 - PICR3 = TMP2$

Eingabefelder

- Button „Start“ -> Beginn bei „Befüllung“
- Gewünschter Anlagendurchfluss (Kontrolle auf maximaler Durchfluss der Membran – 600l/h!)
- Eingabewert für TMPmax1 und TMPmax2 für maximal zulässigen Transmembrandruck
- Eingabefeld für Zykluszeit (bis zur nächsten Reinigung)
- Checkbox etc. „Probenahme“ um dies im Logfile zu versehen
- Schalter „Not-aus“ = sofort Stopp von allem / „Fortfahren“
- Button „Sofort reinigen, testen und entleeren“ -> Beginn „Reinigung, Rückspülung und Integritätstest“

- Button „Stopp und warten nach Zyklusende“ (z.B. für Membrantausch oder Desinfektion)
- Button Membrantausch mit Eingabemöglichkeit der neuen Seriennummer
- Button „Start Desinfektion“ -> Beginn bei „Befüllung“

Anzeigemodul und Aufzeichnung

- Verstrichene Zeit (bzw. in der Aufzeichnung auch Zeitstempel) seit letztem Start der Befüllung der Anlage (bzw. Differenzzeit bis zur nächsten Rückspülung)
- Drücke PICR1, 2, 3 bzw. die daraus berechneten Transmembrandrücke TMP1 und TMP2
- Durchflüsse FICR1, 2, 3
- Status Programmablauf (Befüllen / Entlüftung, Filtration, Reinigung / Rückspülung / Integritätstest / Entleerung, manueller Stopp / warten)
- Membran 1, 2 Ok / Fehler Anzeige (wenn Stopp Flag „Integrität“ oder „TMPmax1 oder 2“ gesetzt ist)
- Ursache wenn Anlage gestoppt hat
- Stopp Buttons / Schalter / Checkbox / sonstige Eingebfelder

Befüllen / Entlüftung

Diese SOP dient zur Befüllung der Anlage nach Rückspülung, Integritätstests und Entleerung oder bei einer ersten Inbetriebnahme.

Zum Befüllen der Anlage wird die Luft zuerst aus UF1 und dann aus UF2 nach oben entlassen. Ein eventueller Hochpunkt zwischen UF2 und dem Spülwasserspeicher wird über Va9 entlüftet (ggf. automatische Entlüftung realisieren) oder Spülwasserspeicher wie über UF2 situiert, dann kann Va9 entfallen. Ggf. automatische Entlüftung hinter Va4 realisieren.

Permeatseitige Luft wird beim Befüllen von UF1 in die 2. Stufe bzw. von UF2 in den Spülwasserspeicher entlüftet.

Zustand zu Beginn der SOP (Resetzustand):

- Alle Luftventile (Va 10,11,12) geschlossen
- Alle Hauptstromventile (Va 1,2,3,4) geschlossen
- Alle Spülwasser-/Prüfluftventile (Va 13,14) geschlossen
- Alle Entleerungen und Überläufe/Entlüftungen (Va 5,6,7,8) offen
- Selbsttätige Entlüftung (VV2) – falls realisiert - aktiviert (Va9 offen)
- P1 aus

Die einzelnen Schritte der SOP sind Tabelle 60 zu entnehmen.

Tabelle 60: Steueranweisungen SOP Befüllen / Entlüften

Steueranweisung	Beschreibung
Timer starten / =0 setzen	Der Beginn der Befüllung gilt als Beginn eines Zyklusses
Resetzustand überprüfen	Überprüfung der Ventilstellungen, ggf. die angegebenen Ventilstellungen herstellen
Va2 öffnen	Verbindung von UF1 und UF2 öffnen, Zu- und Ablauf von Spülwasserspeicher öffnen, noch im System befindliche Prüfluft entweicht der Reihe nach, damit keine Druckstöße auf die Membranen erfolgen
1 Sek warten	Entleerung UF1 und UF2 schließen
Va4 öffnen	Feed Zulauf zu UF1 öffnen
1 Sek warten	maximale Transmembrandruck auf 1 bar setzen
Va3 öffnen	Durchfluss auf 300 l/h setzen
Va5 zu, Va7 zu	Pumpendrehzahl solange erhöhen (verringern) bis vorgegebener Feed Flow erreicht ist oder der maximale Transmembrandruck erreicht wird.
Va1 auf	Vordefinierte Wartezeit bis UF1 gefüllt ist (bis Wasser bei Überlauf/Entlüftung UF1 kommt)
TMPmax 1 und 2 default	/ alternativ: Messen ob Wasser kommt
Feed Flow default	Überlauf/Entlüftung UF1 schließen, Permeat von UF1 füllt UF2
P1 starten bzw. über „TMPmax“ + „Feed Flow“ = 300 l/h P1 regeln	Vordefinierte Wartezeit bis UF2 gefüllt ist (bis Wasser bei Überlauf/Entlüftung UF2 kommt)
warten (xx Sek) + P1 regeln	/ alternativ: Messen ob Wasser kommt
Va6 zu	Überlauf/Entlüftung UF2 schließen, Permeat von UF2 füllt Spülwasserspeicher
warten (xx Sek) + P1 regeln	Die Anlage geht direkt in den Zustand „Filtration“ über
Va8 zu	Der Beginn der Befüllung gilt als Beginn eines Zyklusses
-	Überprüfung der Ventilstellungen, ggf. die angegebenen Ventilstellungen herstellen

Zustand zum Ende der SOP:

- Alle Luftventile (Va 10,11,12) geschlossen
- Alle Hauptstromventile (Va 1,2,3,4) offen
- Alle Spülwasser-/Prüfluftventile (Va 13,14) geschlossen
- Alle Entleerungen und Überläufe/Entlüftungen (Va 5,6,7,8) zu
- P1 läuft geregelt über Durchflussmessung (FICR1)
- Selbsttätige Entlüftung (VV2) – falls realisiert - aktiviert (Va9 offen)

Die Anlage ist in den Zustand „Filtration“ übergegangen und produziert Permeat

Filtration

Diese SOP beschreibt den Normalbetrieb der Anlage. Der Betrieb erfolgt als Dead-End Filtration mit konstantem Durchfluss.

Der maximale Durchfluss je Modul ist auf 600 l/h begrenzt. Der maximale Transmembrandruck ist auf 1,5 bar je Stufe begrenzt.

Alle 24 Stunden, oder wenn der maximale Transmembrandruck früher erreicht wird, erfolgt eine automatische Reinigung (→ SOP Reinigung / Rückspülung / Integritätstest / Entleerung)

Zustand zu Beginn der SOP:

- Alle Luftventile (Va 10,11,12) geschlossen
- Alle Hauptstromventile (Va 1,2,3,4) offen
- Alle Spülwasser-/Prüfluftventile (Va 13,14) geschlossen
- Alle Entleerungen und Überläufe/Entlüftungen (Va 5,6,7,8) zu
- Selbsttätige Entlüftung (VV2) – falls realisiert - aktiviert (Va9 offen)
- P1 läuft geregelt über Durchflussmessung (FICR1)

Die Anlage ist in diesen Zustand aus der SOP „Befüllen / Entlüftung“ übergegangen und produziert Permeat.

Die einzelnen Schritte der SOP sind Tabelle 61 zu entnehmen.

Tabelle 61: Steueranweisungen SOP Filtration

Steueranweisung	Beschreibung
Eingabefelder überprüfen (Usereingaben / Stopp Flags)	Anweisungen zum Anhalten bzw. Entleeren der Anlage (z.B. für Membrantausch oder Desinfektion) Anm: Zusatzattribute vom Stopp Flag sind: manuell gesetzt, TMP Abfall, Integrität UF1, Integrität UF2
„TMPmax 1 und 2“ Usereingabe setzen	Vorgabewert, mit dem der maximale Transmembrandruck vorgegeben wird (höchstzulässiger Wert gem. Membranspezifikation)
P1 über „Feed Flow“ regeln	Pumpendrehzahl solange erhöhen (verringern) bis vorgegebener Feed Flow erreicht ist
Durchführung der Filtration solange keiner der Zustände – Zeitablauf – TMP1 oder 2 = TMPmax oder – Stopp-Flag gesetzt, eingetreten ist.	Wenn der maximal zulässige Transmembrandruck TMPmax 1 oder 2 vor Zeitablauf erreicht wird, Statusmeldung ausgeben, ggf. SMS Verständigung

Zustand zum Ende der SOP:

- Alle Luftventile (Va 10,11,12) geschlossen
- Alle Hauptstromventile (Va 1,2,3,4) offen
- Alle Spülwasser-/Prüfluftventile (Va 13,14) geschlossen
- Alle Entleerungen und Überläufe/Entlüftungen (Va 5,6,7,8) zu
- Selbsttätige Entlüftung (VV2) – falls realisiert - aktiviert (Va9 offen)
- P1 läuft geregelt über Durchflussmessung (FICR1)

Anlage geht zur Reinigung / Rückspülung über

Reinigung / Rückspülung / Integritätstest / Entleerung

Mit dieser SOP erfolgt die Rückspülung der Membranen zur Reinigung der Hohlfasern in folgenden Sequenzen: 1 Luftspülung, 2. Permeatrückspülung, 3. DAF Test, 4. Luftspülung und Entleerung; zuerst für UF2, dann für UF1.

Zustand zum Beginn der SOP:

- Alle Luftventile (Va 10,11,12) geschlossen
- Alle Hauptstromventile (Va 1,2,3,4) offen
- Alle Spülwasser-/Prüfluftventile (Va 13,14) geschlossen
- Alle Entleerungen und Überläufe/Entlüftungen (Va 5,6,7,8) zu
- Selbsttätige Entlüftung (VV2) – falls realisiert - aktiviert (Va9 offen)
- P1 läuft geregelt über Durchflussmessung (FICR1)

Die einzelnen Schritte der SOP sind Tabelle 62 zu entnehmen.

Tabelle 62: Steueranweisungen SOP REINIGUNG / RÜCKSPÜLUNG / INTEGRITÄTSTEST / ENTLERUNG

Steueranweisung	Beschreibung
„Feed Flow“ = 0 setzen	Filtration stoppen bzw. Durchfluss auf 0 l/h setzen
P1 stoppen bzw. P1 regeln „Feed Flow“ = 0	Pumpendrehzahl verringern bis kein Durchfluss mehr vorhanden ist
DAF1,2 Referenzwert und DAF1,2 SD Referenzwert setzen	Default Vorgaben für DAF Werte von UF1 und 2 sowie die Standardabweichungen der DAF Messungen festlegen (entsprechend der Membranspezifikation) – nicht vom USER beeinflussbar
Va1 schließen	Feed Zulauf zu UF1 schließen
Va2,3,4 schließen	Alle weiteren Hauptstromventile schließen, UF1, UF2 und Spülwasserspeicher sind dadurch voneinander separiert
Va8 öffnen	Überlauf + Entlüftung von UF2 öffnen damit Spülluft / Rückspülwasser abfließen kann
Va11 öffnen	Spülluftventil zu UF2 öffnen
Warten (30 Sek)	Feedseitige Luftblasenspülung der Membranoberfläche; Spülluft – ASC (Air Scour) 6000 l/h bei 0,2 bar
Va11 schließen	Spülluftventil zu UF2 schließen
Va9 – falls VV2 realisiert wird – schließen	<i>Selbsttätige Entlüftung für den DAF-Test deaktivieren falls die Anlage einen Hochpunkt aufweist</i>
Va12 öffnen	Rückspüldruckluft / Prüfluftventil öffnen
Va14 öffnen	Spülwasser- / Prüfluftventil zu UF2 öffnen Rückspüldruckluft (WBW (Water Back Wash)) 600 l/ h bei 2 bar für max 1 Minute (Anm.: wenn für FICR3 ein Bypass nötig ist, muss dieser vor dem

	Öffnen von Va14 geöffnet werden und nach den 60 Sekunden WBW wieder geschlossen werden bevor FICR3 Messung beginnt.
Warten (60 Sek)	10 lt Rückspülvolumen müsste bei 2 bar in max. 1 Minute durch die Membran gedrückt werden (Anm.: eher in kürzerer Zeit, genaue Zeit im Testbetrieb ermitteln, ggf. Verlängerung der Zeit für „Beruhigung“ bis FICR3 Messbeginn)
FICR3 einlesen (20 Sek)	Aktuellen DAF einlesen, Mittelung zu Sekundenmittelwerten, Messdauer 20 Sekunden, Aufzeichnung von 20 Werten, Prüfluft: 2 bar, nahezu ohne Durchfluss
DAF berechnen	Mittelung der 20 DAF Werte → DAF ₂ Wert; Standardabweichung berechnen → DAF ₂ SD
DAF prüfen / ggf. Stop Flag setzen und Alarmausgabe	Wenn DAF ₂ Wert <= DAF ₂ Referenzwert und wenn DAF ₂ SD <= DAF ₂ SD Referenzwert → Membrane OK Sonst: Stopp Flag mit Attribut Integrität UF2 setzen, Alarmausgabe, SMS Verständigung
Va14 schließen	Spülwasser- / Prüfluftventil zu UF2 schließen
<i>Va9 – falls VV2 realisiert wird - öffnen</i>	<i>Selbsttätige Entlüftung aktivieren falls die Anlage einen Hochpunkt aufweist</i>
Va7 öffnen	Feedseitige Entleerung des UF2 Moduls
Va6 öffnen	Überlauf + Entlüftung von UF1 öffnen damit Spülluft / Rückspülwasser abfließen kann
Va10 öffnen	Spülluftventil zu UF1 öffnen
Warten (30 Sek)	Feedseitige Luftblasenspülung der Membranoberfläche; Spülluft – ASC (Air Scour) 6000 l/h bei 0,2 bar
Va10 schließen	Spülluftventil zu UF1 schließen
Va13 öffnen	Spülwasser- / Prüfluftventil zu UF1 öffnen Rückspüldruckluft (WBW (Water Back Wash)) 600 l/h bei 2 bar für max 1 Minute (Anm.: wenn für FICR3 ein Bypass nötig ist, muss dieser vor dem Öffnen von Va13 geöffnet werden und nach den 60 Sekunden WBW wieder geschlossen werden bevor FICR3 Messung beginnt.
Warten (60 Sek)	10 lt Rückspülvolumen müsste bei 2 bar in max. 1 Minute durch die Membran gedrückt werden (Anm.: eher in kürzerer Zeit, genaue Zeit im Testbetrieb ermitteln, ggf. Verlängerung der Zeit für „Beruhigung“ bis FICR3 Messbeginn)
FICR3 einlesen (20 Sek)	Aktuellen DAF einlesen, Mittelung zu Sekundenmittelwerten, Messdauer 20 Sekunden, Aufzeichnung von 20 Werten, Prüfluft: 2 bar, nahezu ohne Durchfluss
DAF berechnen	Mittelung der 20 DAF Werte → DAF ₁ Wert; Standardabweichung berechnen → DAF ₁ SD
DAF prüfen / ggf. Stop Flag setzen und Alarmausgabe	Wenn DAF ₁ Wert <= DAF ₁ Referenzwert und wenn DAF ₁ SD <= DAF ₁ SD Referenzwert → Membrane OK

	Sonst: Stop Flag mit Attribut <i>Integrität UF1</i> setzen, Alarmausgabe, SMS Verständigung
Va13 schließen	Spülwasser- / Prüfluftventil zu UF1 schließen
Va12 schließen	Rückspüldruckluft / Prüfluftventil schließen
Va5 öffnen	Feedseitige Entleerung des UF1 Moduls
Wenn Stop Flag gesetzt ist warten; sonst neuer Zyklusbeginn → Befüllung / Entlüftung	Wenn die Anlage manuell oder automatisch gestoppt wurde, im entleerten Zustand warten. Wenn kein Stoppsignal vorhanden ist, beginnt ein neuer Zyklus (Befüllen / Entlüften)
„Stop Flag Quittierung“ abwarten, dann neuer Zyklusbeginn → Befüllung / Entlüftung	Attribute: manueller Stopp → Neustart, TMP1 Schwankung oder TMP2 Schwankung → kein Gebrechen erkennbar (Anm.: Wenn die TMP Schwankung von einem Membranbruch herrührt, wird dieser Durch den Integritätstest erkannt) Integrität UF1, Integrität UF2 → UF1 bzw. UF2 getauscht Ggf. weitere Attribute: für Anlagen Desinfektion Quittierung im Statusreport mit zugehörigem Attribut speichern

Zustand zum Ende der SOP:

- Alle Luftventile (Va 10,11,12) geschlossen
- Alle Hauptstromventile (Va 1,2,3,4) geschlossen
- Alle Spülwasser-/Prüfluftventile (Va 13,14) geschlossen
- Alle Entleerungen und Überläufe/Entlüftungen (Va 5,6,7,8) offen
- Selbsttätige Entlüftung (VV2) – falls realisiert - aktiviert (Va9 offen)
- P1 aus

Desinfektion

Für die Desinfektion der Anlage bei Erstinbetriebnahme bzw. nach einem Membrantausch oder in einem vorgesehenen Intervall ist keine gesonderte SOP für die Steuerung nötig.

Dem Wasser im Vorlagetank werden lediglich während des Filtrationsbetriebes die Reinigungschemikalien zugegeben und der Anlagenablauf wird wieder in den Vorlagetank zurückgeleitet.

Danach wird die Chlorklösung für rund eine halbe Stunde (siehe Anhang) im Kreis gepumpt. Nach Abschluss der Desinfektion wird das Filtrat solange verworfen und das Vorlagewasser durch Frischwasser oder Rohwasser ersetzt, bis im Ablauf keine Reinigungschemikalien mehr nachweisbar sind bzw. die Grenzwerte eingehalten werden.

Membrantausch

Für den Membrantausch ist keine gesonderte SOP für die Steuerung nötig.

Die Anlage wird lediglich mit einem manuellen Stopp (Eingabewert „Stopp Flag“) angehalten – daraufhin erfolgen noch Reinigung / Rückspülung / Integritätstest / Entleerung und dann wartet die Anlage auf manuelle Quittierung des Stopps.

Nach dem Austausch eines oder beider Membranmodule ist eine Desinfektion der Anlage durchzuführen.

Probenahme

Für den Zustand der Probenahme ist keine gesonderte SOP für die Steuerung nötig.

Am Userinterface ist lediglich die Option "Probenahme" auszuwählen - dadurch werden Schwankungen des Transmembrandrucks ignoriert, die durch die Probenahme auftreten können und automatisch als Störung erkannt werden könnten und zu einer Abschaltung führen würden.

Visualisierung, Datenaufzeichnung, Fernwirktechnik

Aufzeichnung aller Messwerte und Anzeigen:

Aufzeichnung von Sekundenmittelwerten (alternativ 5 oder 10 Sekunden Werte); Mittelung der Messwerte in diesem Zeitfenster

Alternative für die Zukunft (aber nicht für Pilotanlage):

Dynamische Aufzeichnung (alle Werte gleichzeitig mit Timestamp), sobald eine Änderung eines Wertes von mehr als 1 % zum vorherigen Wert erreicht wird. Maximal alle Sekunden, Minimal 1 x pro Stunde.

Fernwirktechnik:

Anbindung z.B. über TeamViewer oder Visualisierung über Internet

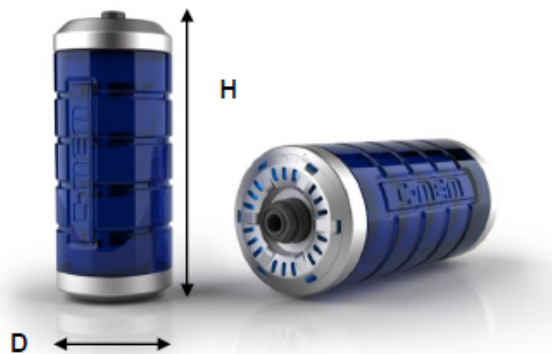
Für den Außeneinsatz ist ggf. ein GSM Modul vorzusehen wenn keine andere Verbindung erfolgen kann.

Anhang Datenblatt Membranmodul



Getauchte Hohlfasermembrane für die Trink- und Abwasseraufbereitung

VERSION	C-MEM Hohlfaser	April 2014				
PRODUKT BESCHREIBUNG	Membranmaterial:	PE (410-440 µm, 740 mm +/- 15 mm, 1600 - 2000 Fasern)				
	Kartusche / Endkappen:	PE verstärkt / PP verstärkt / U-PVC / ABS				
	Sammelrohr:	U-PVC / SS 1.4301 (304)				
	Vergussmaterial:	Epoxy Harz				
	Membranetyp:	Hohlfaser				
	Antifouling:	Ja				
	Vorbenetzung:	Ja				
PRODUKT SPEZIFIKATION	C-MEM Model	Durchflussbereich (l/h)				
	6 m ²	30 – 600				
BETRIEBS- & DESIGN INFORMATION	Maximaler Druck (Wasser):	3 bar 40°C				
	Temperaturbereich:	0°C bis 55°C				
	Maximaler Produktion Transmembrandruck:	0.7 bar				
	Maximaler Rückspül Transmembrandruck:	2.5 bar				
	Max. freies Chlor @ 25°C (77°F) oder niedriger:	5000 ppm @ 9.5 pH während der chem. Rückspülung				
Max. freies Chlor:	1.0 Mio ppm – Stunden kumuliert					
PRODUKT ABMESSUNGEN	Model	Faser Durchmesser (ID)	Membran Fläche [min.]	D (mm)	H (mm)	Anschluss
	C-MEM 6 m ²	0.41 – 0.44 mm	~ 6 m ²	164	410	1 1/4"



SFC Umwelttechnik GmbH

Julius Welser Str. 15
5020 Salzburg
AUSTRIA

Tel.
Fax
e-mail
Internet

+43 (0) 662 / 43 49 02
+43 (0) 662 / 43 49 02 – 8
office@sfcu.at
<http://www.sfcu.at>



Start und Inbetriebnahme:

C-MEM Kartuschen werden getestet und benetzt geliefert. Diese können ohne Vorbehandlung für die Filtration verwendet werden. In der Einfahrphase kann leichte Schaumbildung auftreten, die in der Regel schnell wieder abklingt.

Lagerbedingungen:

Neue Kartuschen sollten bis zum endgültigen Einbau in der Originalverpackung gelagert werden. Es gelten folgende Lagerbedingungen:

- Bewahren Sie die Kartuschen im Haus und vor direkter Sonneneinstrahlung geschützt auf.
- Bewahren Sie die Kartuschen zwischen 10 - 30 °C auf.
- Lagern Sie die Kartuschen bei einer relativen Luftfeuchtigkeit unter 70%
- Bewahren Sie die Kartuschen in einer horizontalen Position auf.

Reinigung der Kartusche:

Die Reinigung der Kartusche ist nach Einsatzzweck und Produktivität anzupassen. Kombinationen mit anderen Chemikalien, Durchflüssen, Einwirkzeiten und Spülungen sind an den Bedarfsfall für einen optimalen Reinigungserfolg anzupassen.

Basische Reinigung

- Verwenden Sie reines Wasser (< 60 mg/l CaCO₃ Härte) zwischen 15 und 25 °C.
- Zirkulieren Sie das Wasser unter normalen Druck- und Durchflussverhältnissen.
- Fügen Sie Lauge (NaOH) langsam zu bis ein pH von 12.0 (~ 0.5 wt% NaOH Zusatz) erreicht wird.
- Zirkulieren Sie die Lösung unter normalen Druck- und Durchflussverhältnissen für 20 bis 30 min.
- Entleeren Sie die Lösung und Spülen Sie mit reinem Wasser zwischen 10 und 30 °C.

Basische Chlorreinigung

- Verwenden Sie reines Wasser (< 60 mg/l CaCO₃ Härte) zwischen 15 und 25 °C.
- Zirkulieren Sie das Wasser unter normalen Druck- und Durchflussverhältnissen.
- Fügen Sie Lauge (NaOH) langsam zu bis ein pH von 12.0 (~ 0.5 wt% NaOH Zusatz) erreicht wird.
- Fügen Sie Chlorbleichlauge (NaOCl) langsam zu bis eine Konzentration von 5.000 mg/l max. erreicht wird.
- Zirkulieren Sie die Lösung unter normalen Druck- und Durchflussverhältnissen für 20 bis 30 min.
- Überprüfen Sie die Konzentration und dosieren Sie bei Bedarf NaOCl nach.
- Entleeren Sie die Lösung und Spülen Sie mit reinem Wasser zwischen 10 und 30 °C.

Saure Reinigung

- Verwenden Sie reines Wasser (< 60 mg/l CaCO₃ Härte) zwischen 15 und 25 °C
- Zirkulieren Sie das Wasser unter normalen Druck- und Durchflussverhältnissen
- Fügen Sie Säure (Zitronensäure) langsam zu bis ein pH von 2.5 (~ 0.5 wt% Zitronensäure Zusatz) erreicht wird.
- Zirkulieren Sie die Lösung unter normalen Druck- und Durchflussverhältnissen für 20 bis 30 min.
- Entleeren Sie die Lösung und Spülen Sie mit reinem Wasser zwischen 10 und 30 °C

ACHTUNG:

MISCHEN SIE NIEMALS SÄURE UND LAUGE!

ALLE ROHRE UND ANSCHLÜSSE MÜSSEN GUT MIT WASSER GESPÜLT WERDEN, BEVOR SÄURE ODER LAUGE DOSIERT WERDEN!

Kontakt: +43 (0) 662 / 43 49 02

Die Informationen in dieser Veröffentlichung sind nach unserem Ermessen korrekt und zuverlässig, aber sie begründen keine Zusicherung oder Gewährleistung. Abmessungen und Membran-Geometrie können aufgrund von Verbesserungen der Produktion und Prozess verändert werden. Wir übernehmen keine Verantwortung, Verpflichtung oder Haftung für die Ergebnisse bzw. Schäden, die durch die Anwendung der hierin enthaltenen Informationen entstehen. Weiterführende Information siehe allgemeine Geschäftsbedingungen, Verkaufs- und Leistungsgarantie.



SFC Umwelttechnik GmbH

Julius Welser Str. 15
5020 Salzburg
AUSTRIA

Tel. +43 (0) 662 / 43 49 02
Fax +43 (0) 662 / 43 49 02 – 8
e-mail office@sfcu.at
Internet <http://www.sfcu.at>

Bundesministerium für Nachhaltigkeit und Tourismus

Stubenring 1, 1010 Wien

[bmnt.gv.at](https://www.bmnt.gv.at)