



lebensministerium.at

Reinigungsleistung von Membranbelebungsanlagen bezüglich hygienischer Parameter

April 2010



lebensministerium.at

I M P R E S S U M

Medieninhaber und Herausgeber:

Lebensministerium

Stubenring 1, A-1012 Wien

Projektpartner:

Universität für Bodenkultur Wien

Department für Wasser – Atmosphäre – Umwelt

Institut für Siedlungswasserbau, Industrierewasserwirtschaft und Gewässerschutz (SIG)



Muthgasse 18, A-1190 Wien

Tel.: +43 1 47654 5800

Fax.: +43 1 3689949

E-Mail: sig-office@boku.ac.at

URL: <http://www.wau.boku.ac.at/sig.html>

Medizinische Universität Wien

Institut für Hygiene und angewandte Immunologie, Wasserhygiene

Kinderspitalgasse 15, A-1090 Wien

Tel.: +43 1 4277-79452

Fax.: +43 1 4277-9794

E-Mail: regina.sommer@meduniwien.ac.at

Medizinische Universität Wien

Institut für Krebsforschung

Borschkegasse 8a, A-1090 Wien

Tel.: +43 1 4277-65102

Fax: +43 1 4277-65196

E-Mail: krebsforschung@meduniwien.ac.at

ZT-Büro Dr. Cordt

Gartenstr. 3, A-5700 Zell/See

Tel.: +43 6542-74180

Fax: +43 6542-73564

E-Mail: info@cordt.com

INHALT

1	AUSGANGSLAGE UND ZIELSETZUNG	1
2	VERSUCHSANLAGE IM TECHNIKUM DES SIG	2
2.1	KONZEPT DER VERSUCHSANLAGE.....	2
2.2	BAUTEILE UND MASCHINELLE AUSRÜSTUNG	4
2.2.1	Speicherung, Verteilung und Reinigung des Abwassers.....	4
2.2.2	Permeatlinien	6
2.2.3	Ausrüstung zum Steuern und Aufzeichnen der Anlagendaten.....	6
2.3	STEUERUNG, VISUALISIERUNG UND DATENAUFZEICHNUNG	8
3	VERWENDETE MEMBRANTYPEN.....	10
3.1	ULTRAFILTRATIONSMEMBRAN DER FIRMA MICRODYN NADIR	10
3.2	MIKROFILTRATIONSMEMBRAN DER FIRMA KUBOTA	11
3.3	MIKROFILTRATIONSMEMBRAN DER FIRMA ITN NANOVATION	12
4	BETRIEB DER VERSUCHSANLAGE	14
4.1	BETRIEBSWEISE ALS SBMBR - SEQUENCING BATCH MEMBRANE BIOREACTOR.....	14
4.2	HYDRAULISCHE UND STOFFLICHE BELASTUNG DER VERSUCHSANLAGE	16
4.3	ZYKLENZEITEN - FILTRATIONSPHASE	18
4.4	BETRIEBSPHASEN	20
4.4.1	Einfahrphase.....	20
4.4.2	Vollbetrieb	21
4.5	BELÜFTUNG DES REAKTORS.....	21
4.6	VERBLOCKUNG UND REINIGUNG DER MEMBRANEN	23
5	DURCHFÜHRUNG DER VERSUCHE	27
5.1	ALLGEMEINES	27
5.2	CHEMISCHES BEGLEITPROGRAMM	27
5.3	MIKROBIOLOGISCHES VERSUCHSPROGRAMM	28
5.3.1	Mikrobiologisches Monitoringprogramm	28
5.3.2	Mikrobiologisches online-Monitoring.....	30
5.3.3	Intensivbeprobungen mit Zudosierungsversuchen von Testorganismen	31
5.3.3.1	Testorganismen.....	31
5.3.3.2	Versuchsdurchführung.....	34
5.4	MODUL „AKUT TOXISCHE UND GENTOXISCHE EFFEKTE“	35
5.4.1	Comet Assay.....	35
5.4.1.1	Prinzipien und Durchführung	35
5.4.1.2	Versuchstiere.....	36
5.4.1.3	Durchführung der Comet Assays mit primären Rattenhepatozyten	36
5.4.1.4	Statistische Auswertung	37
5.4.2	Ames Test.....	37
5.4.2.1	Prinzipien und Durchführung des Salmonella/Mikrosomen Test	37
5.4.2.2	Bakterienstämme.....	38
5.4.2.3	Durchgeführte Testreihen	39

6	ERGEBNISSE	40
6.1	CHEMISCHE UNTERSUCHUNGEN	40
6.1.1	Stickstoffparameter	40
6.1.2	Organische Parameter	41
6.1.3	Phosphorparameter	42
6.1.4	Abfiltrierbare Stoffe	43
6.1.5	Belebtschlamm	44
6.2	PHYSIKALISCH-CHEMISCHE ONLINEMESSUNGEN	46
6.3	MESSUNGEN AN DEN MEMBRANEN	48
6.3.1	Filtrationsleistung	48
6.3.2	Transmembrandruck	49
6.3.3	Detailbetrachtungen	49
6.3.3.1	Veränderungen des Transmembrandrucks	49
6.3.3.2	Gegenüberstellung von TMP und Flux	50
6.4	HYGIENISCH-MIKROBIOLOGISCHE BESCHAFFENHEIT VON ROHWASSER UND PERMEAT	52
6.4.1	Mikrobiologisches Monitoringprogramm	52
6.4.2	Beschickung mit unterschiedlichen Abwassermengen	60
6.4.3	Online-Messungen der <i>E. coli</i> -Konzentration im Permeat	60
6.4.4	Mikrobiologische Zudosierungsversuche	61
6.5	MODUL „AKUT TOXISCHE UND GENTOXISCHE EFFEKTE“	70
6.5.1	Vorexperimente mit Wasserproben unterschiedlicher Herkunft	70
6.5.2	Hauptuntersuchungen mit Wasserproben der Versuchsanlage	71
6.5.2.1	Ergebnisse der SCGE-Tests	71
6.5.2.2	Ergebnisse der Salmonella/Mikrosoma Tests	76
6.5.2.3	Ergebnisse der „Blue Cotton“-angereicherten Proben	78
7	DISKUSSION DER ERGEBNISSE	80
7.1	BETRIEB DER VERSUCHSANLAGE	80
7.1.1	Anlagenbetrieb und -belastung	80
7.1.2	Zeitlicher Verlauf der Reinigungsleistung über einen Gesamtzyklus	82
7.1.3	Detailbetrachtung des Zeitraums 21. bis 28. Juli 2009	84
7.1.4	Säurekapazität	84
7.1.5	Membranreinigungen und Standzeiten	85
7.1.6	Hydraulische Verhältnisse und Leistung der Membranen	85
7.2	RÜCKHALT VON MIKROORGANISMEN	88
7.2.1	Mechanik der Filtration	88
7.2.2	Mikrobiologisches Monitoringprogramm	89
7.2.3	Testorganismen (Testvirus und Bakteriensporen)	95
7.3	AKUT TOXISCHE UND GENTOXISCHE EFFEKTE	98
8	KOSTEN FÜR MEMBRANBELEBUNGSANLAGEN SOWIE DEREN VERGLEICH MIT KONVENTIONELLEN ABWASSERREINIGUNGSANLAGEN	99
8.1	ALLGEMEINES	99
8.2	KOSTENERMITTLUNG	99
8.3	VERGLEICH VERSCHIEDENER KLEINKLÄRANLAGENSYSTEME	100
9	ZUSAMMENFASSUNG	104
10	PROJEKTKOORDINATION	108
11	VERZEICHNIS DER AUTORINNEN UND AUTOREN	108

12	DANKSAGUNG.....	108
13	LITERATUR	109
14	ANHANG	113
14.1	BETRIEB: STICKSTOFFPARAMETER.....	113
14.2	BETRIEB: ORGANISCHE PARAMETER.....	115
14.3	BETRIEB: PHOSPHORPARAMETER	117
14.4	BETRIEB: ABFILTRIERBARE STOFFE	118
14.5	BETRIEB: BELEBTSCHLAMM	119
14.6	BETRIEB: MEMBRANEN	120
14.7	BETRIEB: PHYSIKALISCH-CHEMISCHE ONLINEMESSUNGEN.....	121
14.8	MIKROBIOLOGISCHES MONITORINGPROGRAMM	127
14.9	INTENSIVBEPROBUNGEN MIT ZUDOSIERUNGSVERSUCHEN.....	134
14.10	MODUL „AKUT TOXISCHE UND GENTOXISCHE EFFEKTE“	138
15	VERZEICHNIS DER ABBILDUNGEN	141
16	VERZEICHNIS DER TABELLEN.....	145

1 Ausgangslage und Zielsetzung

Hand in Hand mit der Forderung nach einer flächendeckenden Abwasserentsorgung ergibt sich die Notwendigkeit, verstärkter als bisher, Augenmerk auf den mikrobiologisch-hygienischen Gütezustand des gereinigten Abwassers zu lenken. Der Grund dafür liegt u.a. darin, dass die besagte Forderung auch für dünn besiedelte Gebiete und Extremlagen gilt, wo eine Versickerung des gereinigten Abwassers oft als einzig mögliche Maßnahme angesehen wird. Da konventionelle Abwasserreinigungsverfahren jedoch keine ausreichend gesicherte Entfernung von hygienisch relevanten Mikroorganismen (Viren, Bakterien, protozoische Parasiten) bieten, muss nach Alternativen gesucht werden. Als solche bieten sich Membranbelebungsanlagen an, da sie, wie mehrjährige Erfahrungen zeigen, neben der Einhaltung der Grenzwerte für die physikalisch chemischen Parameter auch den erwünschten Rückhalt von hygienisch relevanten Mikroorganismen in Aussicht stellen.

Im Bereich der kommunalen Abwasserbehandlung werden Membranbelebungsanlagen in unterschiedlich großen Systemen eingesetzt, wobei die Reinigung des Abwassers, analog zum konventionellen Belebungsverfahren, durch die Stoffwechselfähigkeit der im Belebungsbecken vorhandenen Mikroorganismen erfolgt. Diese werden in einem weiteren Aufbereitungsschritt abhängig von den verwendeten Membrantypen in unterschiedlicher Dichte abgetrennt.

Trotz mehrfach beschriebener guter mikrobiologischer Reinigungsleistung von Membranbelebungsanlagen besteht noch eine Reihe von offenen Fragen, die sich im Wesentlichen auf das Ausmaß und die Beständigkeit der Reinigungsleistung derartiger Anlagen beziehen. Daher soll im Rahmen des gegenständlichen Projektes geklärt werden, welche Eliminationsraten für hygienisch relevante Mikroorganismen bei unterschiedlichen Betriebsbedingungen erreicht werden und welche Bedeutung den jeweiligen Ablaufwerten aus mikrobiologisch hygienischer Sicht beizumessen ist.

Über die Gentoxizität von kommunalem Abwasser ist wenig bekannt. Der Grund dafür liegt im analytischen Bereich und ist sowohl auf die Tatsache zurückzuführen, dass kommunales Abwasser eine schwierig zu untersuchende komplexe Matrix darstellt als auch darauf, dass bisherige Untersuchungen bevorzugt nur auf die Wirkung von Einzelstoffen ausgerichtet waren.

Als weiterer Arbeitsschwerpunkt sind Untersuchungsreihen vorgesehen, die aufzeigen sollen, ob und auf welche Weise eine Verringerung bzw. Entfernung von gentoxischen Substanzen mittels Membranbelebungsanlagen erreicht werden kann.

Bekannt ist, dass die Haushalte zu Verunreinigung von Wässern mit diversen Gruppen von Chemikalien beitragen, beispielsweise werden aromatische Amine durch Haarfärbemittel, Kosmetika und Textilien freigesetzt, weiteres kommt es zur Ausleitung von Wässern die heterozyklische aromatischen Amine (HAA) und aromatische Kohlenwasserstoffe enthalten, die durch Braten von Fleisch und anderen Lebensmitteln entstehen. Als eigene Belastungsquelle sind Fäkalien anzusehen (DE KOK und VAN MAANEN, 2000), die weitere Verbindungen, die stark gentoxisch wirken, enthalten (OHE et al., 2004). Die Bildung dieser Substanzen erfolgt während des Verdauungsprozesses, und ihre chemische Struktur ist teilweise nicht bekannt. Weitere Substanzgruppen die erwähnenswert sind, und in den kommunalen Abwässern enthalten sein könnten, sind Vertreter der Gruppe der Nitrosamine und Schwermetalle.

Zielsetzungen des Forschungsprojektes:

1. Zu überprüfen ob und inwieweit mit Membranverfahren eine befriedigende Reinigung von Abwasser längerfristig möglich ist. Dabei sollen zwei Gesichtspunkte untersucht werden, einerseits die Verbesserung der mikrobiologisch-hygienischen Qualität, andererseits die Entfernung gentoxischer/akut toxischer Substanzen.
2. Die Leistungsfähigkeit von Membranbelebungsanlagen in Hinblick auf die Entfernung von wasserhygienisch relevanten Mikroorganismen (Indikatorbakterien und Testorganismen) zu ermitteln.
3. Untersuchungen zur Entfernung gentoxischer und akut toxischer Effekte von Substanzen durch Belebtschlamm, der ein hohes Schlammalter aufweist.
4. Die Untersuchung verschiedener Membranverfahren und zwar Mikrofiltration und Ultrafiltration.
5. Den zeitlichen Verlauf der Reinigungsleistung in Hinblick auf den Membranzyklus zu untersuchen.
6. Die Ermittlung der Kosten für Membranverfahren sowie einen Vergleich mit konventionellen Abwasserreinigungssystemen durchzuführen.

Bezüglich der Reinigungsleistung wurden die Grenzwerte der ÖNORM B 2502-1 (2007) für Kleinkläranlagen bis 50 Einwohnerwerte herangezogen. Die relevanten maximalen Ablaufgrenzwerte ergeben sich somit wie folgt:

Parameter	Ablaufgrenzwert
BSB ₅	25 mg/l
CSB	90 mg/l
TOC	30 mg/l
NH ₄ -N *)	10 mg/l (bei Ablauftemperaturen >12°C)
Absetzbare Stoffe	0,3 ml/l

*) Anm.: Die Bedingungen im Technikum des SIG ließen keine Ablauftemperaturen <12°C zu.

2 Versuchsanlage im Technikum des SIG

2.1 Konzept der Versuchsanlage

Die Versuchsanlage wurde im Technikum des Instituts für Siedlungswasserbau an der BOKU Wien errichtet. Aus Platzgründen und wegen der leichteren Zugänglichkeit während der Probenahmen aus dem Belebungsbecken wurde ein Gestell aus Profilschienen mit einer Plattform in 2,4 m Höhe aufgebaut. Wie in Abbildung 1 dargestellt, befanden sich auf der unteren Ebene die Tanks und die beiden Permeatlinien, auf der oberen Ebene die elektrischen Einrichtungen mit der Druckluftverteilstation. Die Manipulationsklappen auf der oberen Ebene dienten u.a. zum Einbringen der Membranmodule in das Belebungsbecken.

Beschreibung der Wasserlinie:

Zur Erklärung der Komponenten siehe auch Abbildung 1 und Abbildung 2.

Zulaufseite zum Zulauftank der Versuchsanlage: Die techniksseitige Bereitstellung der gewünschten Abwassermischung wurde aus einem techniksseitigen Mischungstank ermöglicht. Die Abwassermischung war zu Beginn der Einfahrphase 50% Kommunalabwasser aus einem Straßenkanal und 50% hauseigenes WC-Abwasser. Die Abwassermischung wurde später zu Gunsten des Anteils an Kommunalabwasser verändert.

Die Förderung des gemischten Abwassers erfolgte mit einer Pumpe aus dem techniksseitigen Mischungstank 8 Mal am Tag in den projektseitigen Zulauftank (als Überlauf tank bewirtschaftet).

Zulaufseitig zum Belebungsbecken der Anlage: Vom Zulauftank auf der oberen Ebene erfolgte mit Hilfe einer Freispiegelleitung die Weiterleitung über eine Zulaufklappe (gesteuert über die Wasserhöhe im Vorlagetank) in den Vorlagetank. Über einen Druckluftheber (gesteuert über die Wasserhöhe im Belebungsbecken) gelangte das Abwasser in das Belebungsbecken. Es gab prinzipiell die Möglichkeit einer Rückführung von Belebungsbeckeninhalt in den Vorlagetank.

Mechanische Vorreinigung des Abwasser: Im Vorlagetank war am Druckluftheberrohr ein runder Siebkorb installiert. Mit seiner Maschenweite von 3 mm war er in der Lage, grobe Abwasserinhaltsstoffe vor dem Belebungsbecken zurückzuhalten.

Ablaufseitig aus dem Belebungsbecken: Über die Permeatleitungen floss das Permeat von den Membranmodulen über Sicherheitsventile und Messeinrichtungen mit Hilfe von Pumpen in die jeweiligen Ablauftanks (als Überlauf tanks bewirtschaftet).

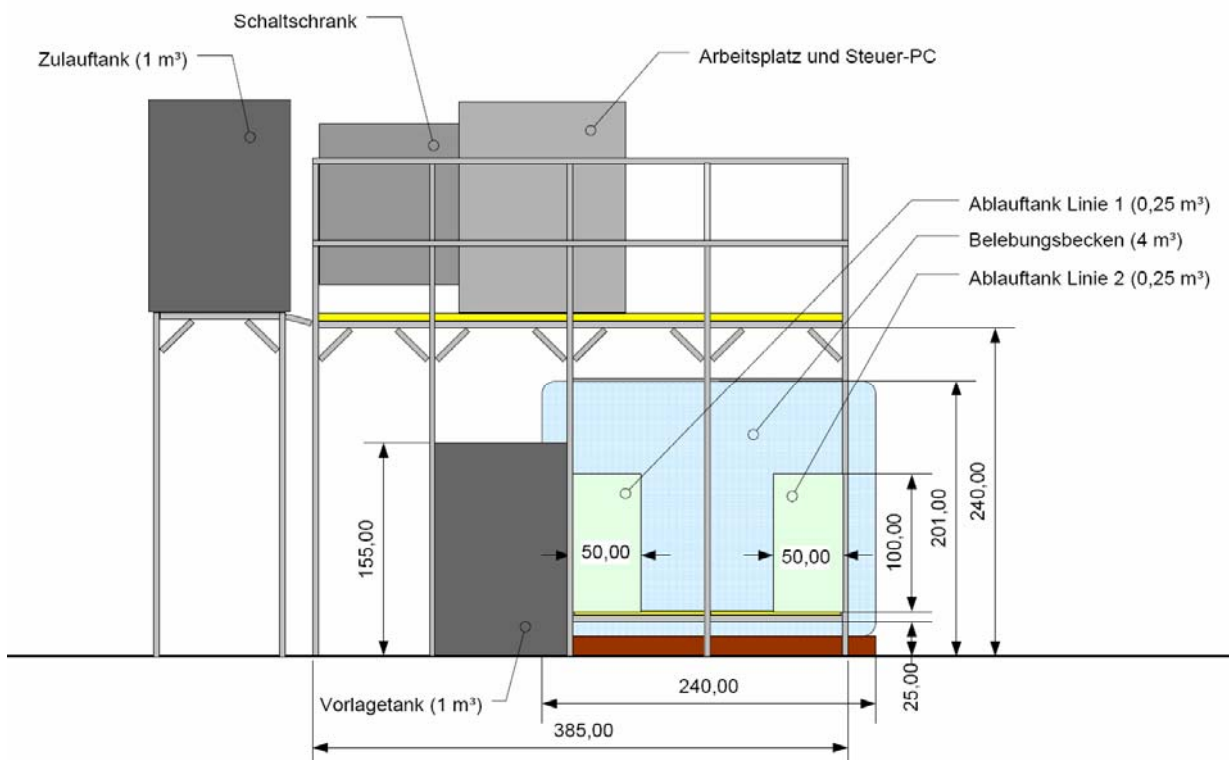


Abbildung 1 Ansicht der Versuchsanlage mit Benennung aller Einrichtungen.

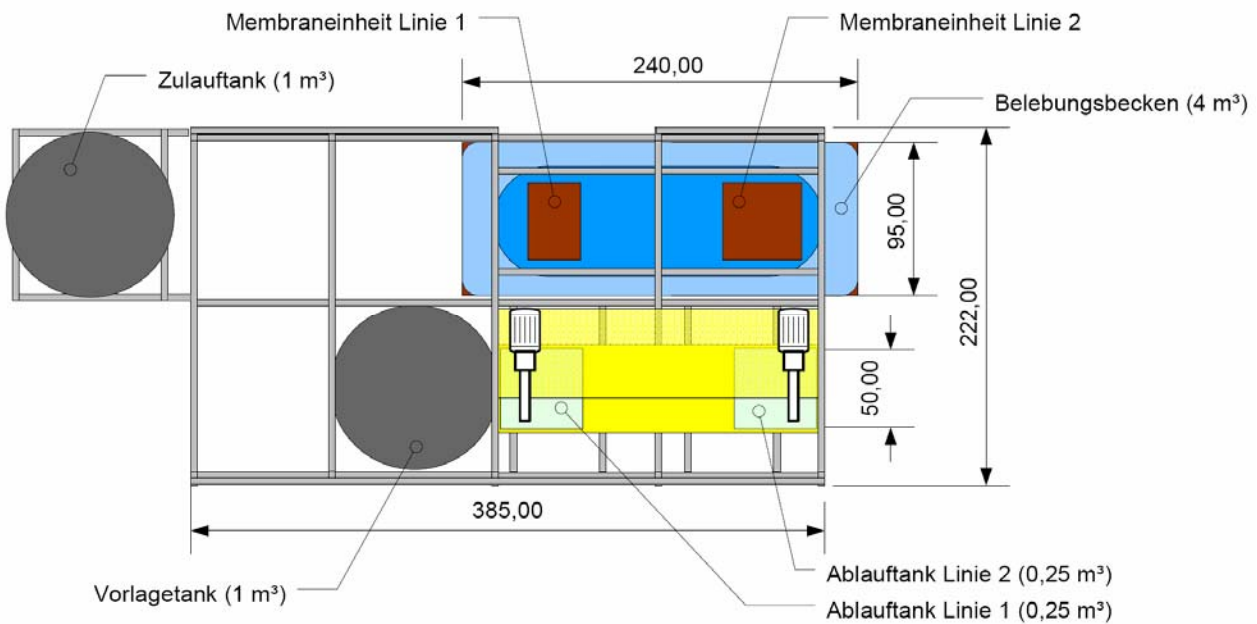


Abbildung 2 Draufsicht auf die untere Ebene der Versuchsanlage (Einzige Ausnahme: der Zulaufbehälter steht auf der oberen Ebene) mit Benennung aller Einrichtungen.

2.2 Bauteile und maschinelle Ausrüstung

2.2.1 Speicherung, Verteilung und Reinigung des Abwassers

- Zulaufbehälter (ZLT): 1000 Liter Rundbehälter PP-schwarz, \varnothing 100 cm, Höhe 155 cm
- Vorlagebehälter (VLT): 1000 Liter Rundbehälter PP-schwarz, \varnothing 100 cm, Höhe 155 cm
- Belebungsbecken (BB, Reaktor): Type: DEHOUST 4000 Liter PE-Lagerbehälter mit seitlichen Aussteifungen. Der werkseitig standardmäßig geschlossene Oberteil mit den Schraubdeckeln wurde ovalförmig entfernt.
- Zulaufklappe: Type: STASTO Absperrklappe mit Druckluftdrehantrieb Serie Sylax; Zwischenflanschausführung.
- Streifenbelüfter: Type: AQUASTRIP® Belüfter Typ P. Es sind im Vorlagebehälter 1 Stück und im Belebungsbecken 4 Stück eingebaut. Diese wurden über ein Druckluftverteilungs-system auf der oberen Ebene mit Druckluft beaufschlagt.
- Wasserstandsmessungen: Type: KELLER Niveaustandsmesser PR-36 XW digital kompensiert, analog-Ausgang 4...20 mA

Abbildung 3 zeigt die beiden Membranmodule der Fa. MICRODYN NADIR (Permeatlinie 1) und der Fa. ItN NANOVATION (Permeatlinie 2) im eingebauten Zustand im Belebungsbecken vor Inbetriebnahme der Anlage. Weiters sind die Streifenbelüfter am Boden des Belebungsbeckens zu erkennen.

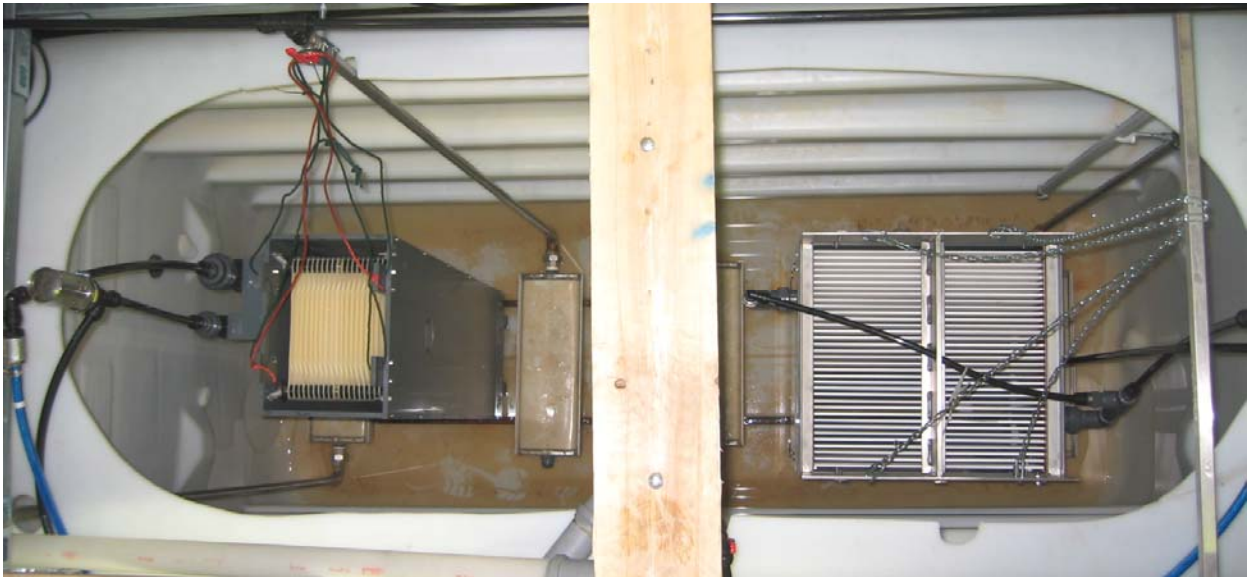


Abbildung 3 Die Membranmodule im eingebauten Zustand im Belebungsbecken vor Inbetriebnahme der Anlage (Links: Membranmodul der Linie 1; Rechts: Membranmodul der Linie 2).

Abbildung 4 zeigt die untere Ebene der Versuchsanlage mit dem schwarzen Vorlagetank, dem Belebungsbecken im Hintergrund sowie den beiden Permeatlinien mit den jeweiligen Ablauftanks.



Abbildung 4 Die untere Ebene der Versuchsanlage (schwarzer runder Vorlagetank; viereckige Ablauftanks; in Hintergrund das weiße Belebungsbecken).

2.2.2 Permeatlinien

Es wurde pro Membranmodul eine Permeatlinie errichtet. In Abbildung 5 sind die Permeatlinien mit allen notwendigen Messeinrichtungen zu sehen.



Abbildung 5 linkes Bild: Permeatlinie 1; rechtes Bild: beide Permeatlinien über den Ablauftanks.

Jede Permeatlinie besteht aus:

- * Membranmodul: siehe Kapitel 3
- * Sicherheitsventil: Type: NIEZGODKA GmbH Typ 90
- * Manometer: zur visuellen Ablesung des Permeatdrucks
- * Drucktransmitter für Über-/Unterdruck: Type: KELLER Piezoresistive Drucktransmitter Serie 23 S, analog-Ausgang 4...20 mA
- * Durchflussmesser: Type: ENDRESS + HAUSER Proline Promag 50H08, Magnetisch-induktives Durchfluss-Messsystem
- * Pumpe für Permeatvorlauf und -rücklauf: Type: VISCOTEC GmbH, selbstansaugende Exzenterschneckenpumpe Type 2 RB 15 D, mit direkt angebautem Stirnradgetriebe 0,37 kW, 233 U/min, 230/400V, 50 Hz, geeignet für FU-Betrieb ohne zusätzlichen Fremdlüfter von 20 bis 80 Hz.
- * Frequenzumrichter: Type: FUJI Electric FVR-G5S
- * Ablauftanks: viereckige geschweißte Behälter aus lichtundurchlässigem PP; 250 Liter je Tank (B/L/H 50/50/100 cm); der gesamte Grundflächenquerschnitt war von oben frei zugänglich. Als Deckel diente eine lichtundurchlässige Platte mit Dichtung.

2.2.3 Ausrüstung zum Steuern und Aufzeichnen der Anlagendaten

Im Folgenden werden die Messeinrichtungen und Anlagenbauteile angeführt, welche entweder zum Steuern der Anlage herangezogen werden oder zur Überwachung dienen. Die Messungen erfolgten online und die Aufzeichnung der Daten in Intervallschritten von einer Minute. Bei Sonderbeobachtungen lag die Intervalllänge bei 10 bis 30 Sekunden.

Vorlagetank:

- * Wasserstandsmessungen über Drucksensor (Fa. KELLER)
- * gelöster Sauerstoff mit Messumformer (Type TriOxmatic 700-7, Fa. WTW)
- * Leitfähigkeit mit Messumformer (Type TetraCon 325, Fa. WTW)
- * pH-Wert mit Messumformer (Type SensoLyt 700-7 ph/Redox-Armatur mit SensoLyt SEA pH-Einstabmesskette, Fa. WTW)
- * Redox-Potential mit Messumformer (Type SensoLyt 700-7 ph/Redox-Armatur mit SensoLyt PtA Redox-Einstabmesskette, Fa. WTW)
- * Temperatur (gemeinsam mit der LF-Sonde)

Belebungsbecken:

- * Wasserstandsmessungen über Drucksensor (Fa. KELLER)
- * gelöster Sauerstoff mit Messumformer (Type Oxymax W COS61, Fa. E+H)
- * Leitfähigkeit mit Messumformer (Type TetraCon 325, Fa. WTW)
- * pH-Wert mit Messumformer (Type SensoLyt 700-7 ph/Redox-Armatur mit SensoLyt SEA pH-Einstabmesskette, Fa. WTW)
- * Redox-Potential mit Messumformer (Type SensoLyt 700-7 ph/Redox-Armatur mit SensoLyt PtA Redox-Einstabmesskette, Fa. WTW)
- * Temperatur (gemeinsam mit der LF-Sonde)

Permeatlinie:

- * Drucktransmitter für Über-/Unterdruck mit Drucksensor (Fa. KELLER)
- * Magnetisch-induktives Durchfluss-Messsystem (Fa. ENDRESS + HAUSER)

Steuerung / Visualisierung:

Schaltschrank mit diversen Einbauten, PC + Bildschirm

2.3 Steuerung, Visualisierung und Datenaufzeichnung

Die Programmierung der Steuerung und der zugehörigen Visualisierung erfolgte mit LabVIEW® von NATIONAL INSTRUMENTS. Ziel war die Möglichkeit der einfachen Eingabe aller Steuer- und Betriebsparameter während des laufenden Betriebs, sowie eine weitgehende Automatisierung. Eine Kurzbeschreibung der Steuerung ist im Folgenden kurz erläutert.

Vorlagetank

Im Vorlagetank wird zuerst das Tankvolumen überprüft. Ist das Tankvolumen \leq „HIGH“ und \geq „LOW“ bleibt die Zulaufklappe vom Zulaufbehälter geschlossen. Ist diese Bedingung nicht erfüllt, so wird die Zulaufklappe geöffnet und das Volumen im Vorlagetank überprüft. Gleichzeitig wird ein Wartecountdown gestartet. Ist das Tankvolumen „HIGH“ innerhalb des Wartecountdowns erreicht wird der Wartecountdown ebenfalls beendet. Wird das Tankvolumen „HIGH“ innerhalb des Countdowns nicht erreicht, stoppt der Countdown den Zulauf. Diese Schleife wird mehrfach ausgeführt.

Belebungsbecken

Im Belebungsbecken wird nach einer Filtration zuerst das Tankvolumen überprüft. Ist das Tankvolumen \leq „HIGH“ und \geq „LOW“ bleibt der Zulaufheber vom Vorlagetank inaktiv. Ist diese Bedingung nicht erfüllt, so wird der Zulaufheber von Vorlagetank aktiviert und das Volumen im Belebungsbecken überprüft. Gleichzeitig wird ein Wartecountdown gestartet. Ist das Tankvolumen „HIGH“ innerhalb des Wartecountdown erreicht, wird der Wartecountdown ebenfalls beendet. Wird das Tankvolumen „HIGH“ innerhalb des Countdown nicht erreicht, stoppt der Countdown den Zulauf und eine Wartezeit wird abgearbeitet. Ist das Tankvolumen „HIGH“ noch nicht erreicht, wird der Zulaufheber im Vorlagetank noch einmal aktiviert.

Ist das Tankvolumen „HIGH“ erreicht, kann die Reinigungsleistung über den Sauerstoffgehalt oder über das Redox-Potential gesteuert werden. Weiters ist die Steuerung der Belüftungsphase über eine Zeitvorgabe möglich. Diese Parameter können frei eingestellt werden. Nach Erreichen des(der) Zielwerts(Zielwerte) wird die Filtration beider Permeatlinien gestartet.

Filtration

Die Zeit, um die gewünschte gereinigte Abwassermenge pro Permeatlinie aus dem Belebungsbecken abzuziehen (gesamter Filtrationszyklus), wird auf mehrere Subzyklen aufgeteilt. Laut Membranhersteller hat sich folgender Subzyklus bewährt (Beispielangaben eines Herstellers):

- * *Filtrieren*: 8 Minuten;
- * *Pause 1*: 30 Sekunden;
- * *Rückspülen*: 1 Minute;
- * *Pause 2*: 30 Sekunden

Alle diese Parameter können frei eingestellt werden. Die Subzyklen werden so lange wiederholt, bis die gewünschte Menge an Permeat (Netto-Filtrationsmenge) abgezogen wurde. Zur genauen Erklärung dieser Schritte siehe Kapitel 4.3.

Nach Beendigung der Filtration wird die Summe aller filtrierten Volumina mit den eingestellten Werten und dem Beckeninhalte verglichen und gegengerechnet. Ist dieser Vergleich und die Feststellung des Beckenvolumens abgeschlossen, wird eine Anforderung an den Zulaufheber im Vorlagetank gestellt (siehe Belebungsbecken).

Visualisierung

In Abbildung 6 ist als Beispiel für die Visualisierung der Steuerung die Benutzeroberfläche am PC dargestellt. Damit ist es möglich, sowohl die Anlagenparameter des Vorlagetanks und des Belebungsbeckens als auch die Parameter der beiden Filtrationslinien frei zu wählen.

Die gewählte Programmierung über LabVIEW® erlaubt es, die Parametrierung der Versuchsanlage einem wissenschaftlichen Anlagenbetrieb jederzeit anzupassen.

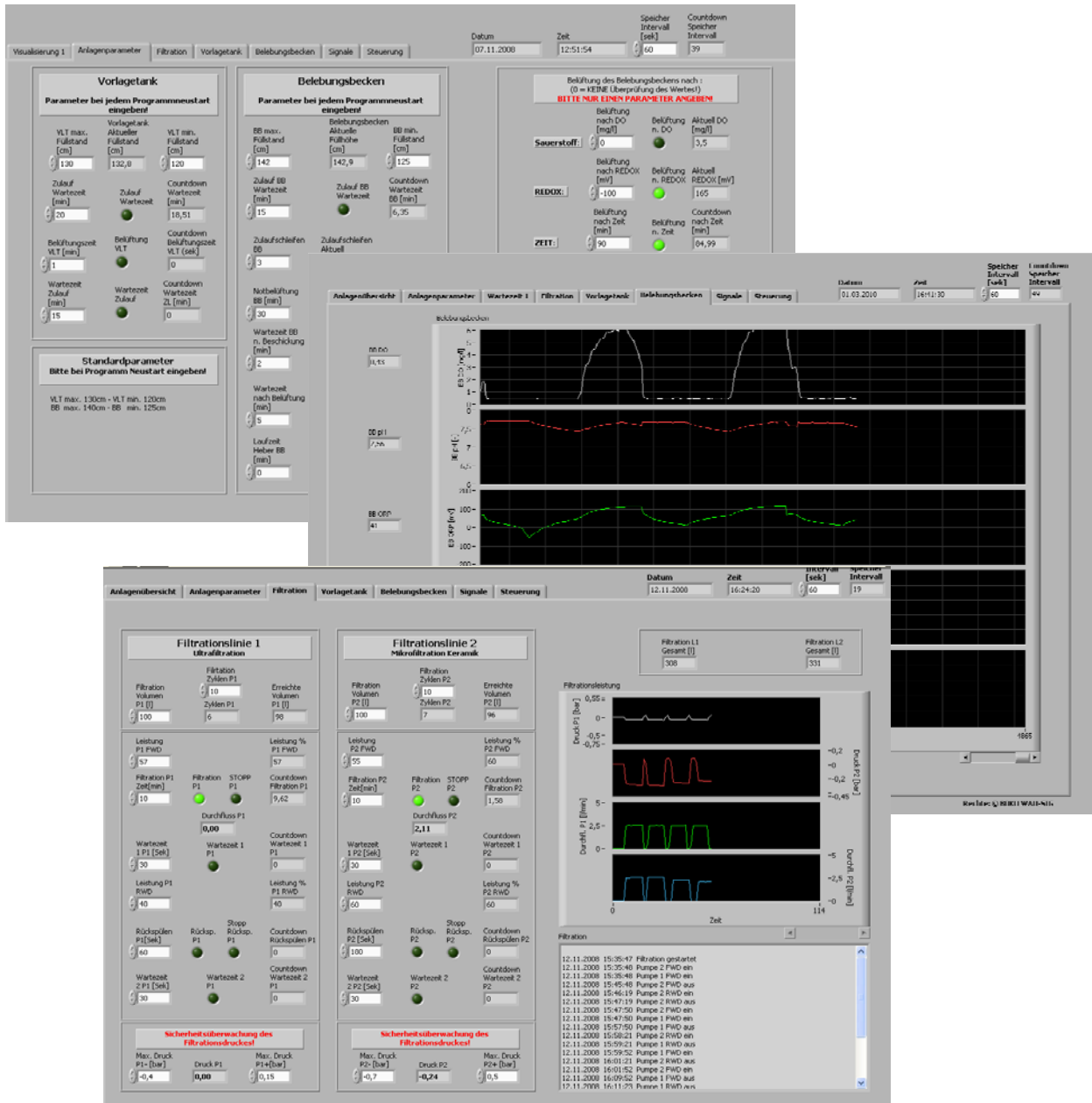


Abbildung 6 Beispielhafte Darstellung der PC-Visualisierung der Versuchsanlage.

3 Verwendete Membrantypen

3.1 Ultrafiltrationsmembran der Firma MICRODYN NADIR

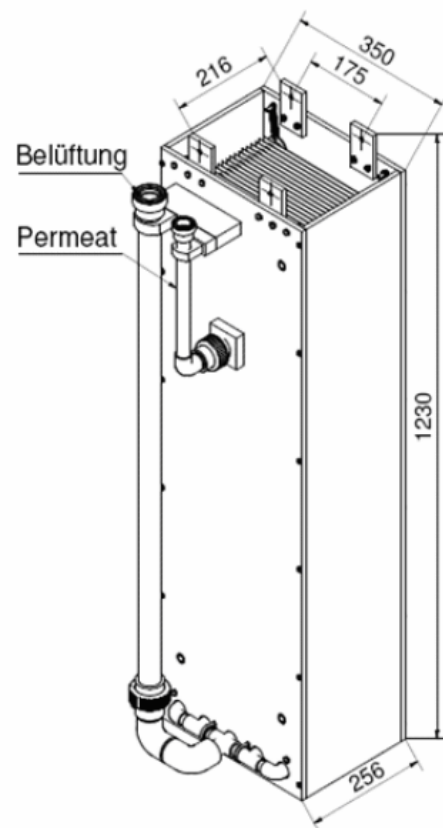
Dieser Membrantyp wurde seit Inbetriebnahme der Versuchsanlage Ende Oktober 2008 bis zum 08.10.2009 in der Permeatlinie 1 eingesetzt. Im folgenden Text wird dieser Membrantyp auch „Ultra L1“ genannt.

Firma: MICRODYN NADIR GmbH, Type Bio-Cel®-BC-10-10-PVC

Art: Die Membrane (Abbildung 7) besteht aus permanent hydrophilisiertem Polyethersulfon (PES). Die nominale Porenweite beträgt 0,04 µm (40 nm, dies entspricht einer Ultrafiltration).

Material	
Gehäuse	Polyvinylchlorid (PVC)
Rohrleitungen	Polyvinylchlorid (PVC)
Membran	Polyethersulfon (PES)
Drainage	Polyester
Dichtungen	EPDM
Innenrohr	Edelstahl (V2a)

Membran- und Betriebsdaten			
Membranfläche	m ²		10
Trenngrenze	kDa		150
Porenweite	µm		0,04
Vorfiltration, empfohlen	mm		1
Luftvolumenstrom	m ³ /h		3 – 8
Max. Feststoffgehalt (TS)	g/l		12
Max. Transmembrandruck Saugbetrieb	mbar		400
Max. Transmembrandruck Rückspülbetrieb	mbar		150
Max. Betriebstemperatur	°C		55
Min. zulässige Betriebstemperatur	°C		5
Zulässiger pH-Bereich			2 – 11
Max. Chlorverträglichkeit	ppmh		100.000
Filtrationszyklus, empfohlen	Filterieren	min	8
	Entspannung	min	2 ⁽¹⁾
Länge (ohne Verrohrung)	mm		256
Länge (mit Verrohrung)	mm		390
Breite	mm		350
Höhe	mm		1230
Anschlüsse für die Aufhängung Länge	mm		175
Anschlüsse für die Aufhängung Breite	mm		216
Anschluss Belüftung (Georg Fischer)	mm		40 (2")
Anschluss Permeatleitung (Georg Fischer)	mm		25 (1¼")



⁽¹⁾ nach Rücksprache mit MICRODYN-NADIR kann das Modul auch mit zyklischer Rückspülung nach jedem Filtrationszyklus betrieben werden: Filtration 8,5 min; Entspannung 30 sec; Rückspülung 30 sec; Entspannung 30 sec

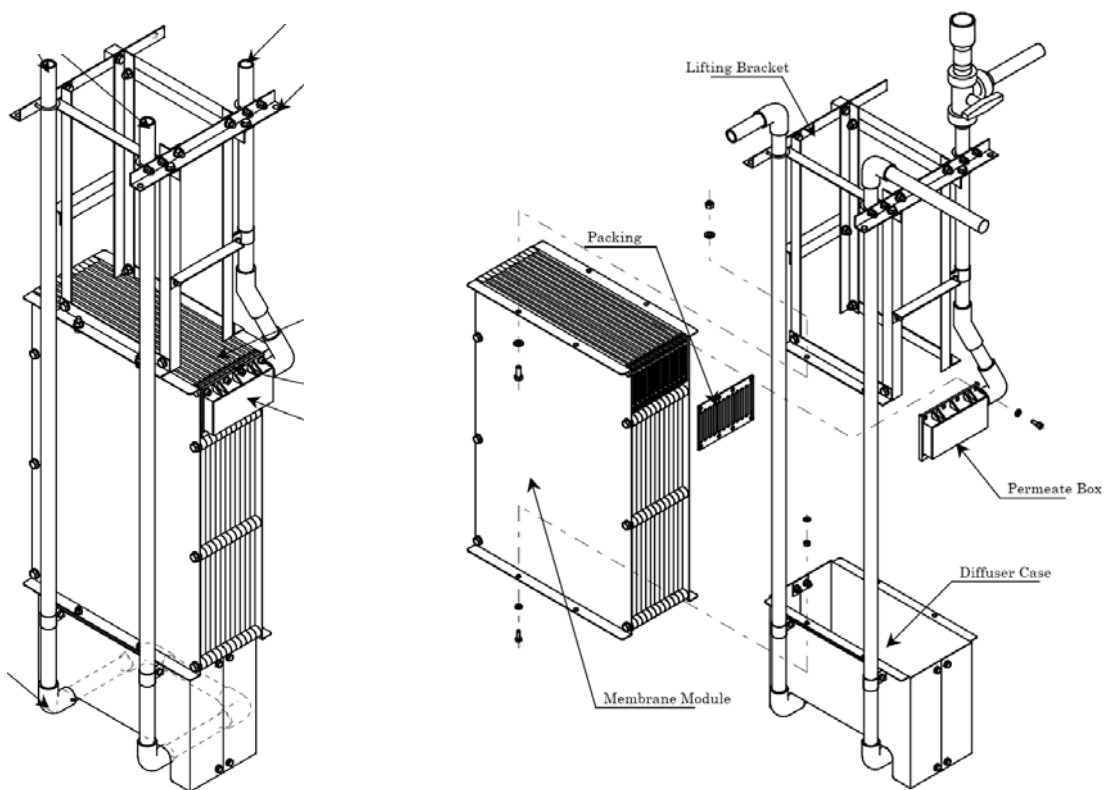
Abbildung 7 Datenblatt des Moduls Bio-Cel®-BC-10-10 der Fa. Microdyn Nadir.

3.2 Mikrofiltrationsmembran der Firma KUBOTA

Dieser Membrantyp wurde ab dem 09.10.2009 in der Permeatlinie 1 eingesetzt. Im folgenden Text wird dieser Membrantyp auch „Mikro L1“ genannt.

Firma: KUBOTA Membrane Europe Ltd , Typ M-Box

Art: Auf der Vorder- und Rückseite der Membranplatten werden durch Ultraschallschweißung chlorierte Polyethylenfolien auf eine ABS(Harz)-Tafel aufgebracht. Zwischen der ABS-Tafel und dem Stützkörper sind Abstandshalter angebracht, um das gefilterte Wasser durch eine Reihe von Kanälen bis zum Auslass zu leiten. Pro Membranmodul sind 12 Membranplatten zusammengefügt. Die nominale Porenweite der Membranfolien beträgt 0,4 µm (400 nm, dies entspricht einer Mikrofiltration).



Membranfläche	m ²	4,8
Porenweite	µm	0,4
Max. Feststoffgehalt	g/l	15
Max. Transmembrandruck Saugbetrieb	mbar	200
Max. Transmembrandruck Rückspülbetrieb	mbar	70
Luftvolumenstrom	m ³ /min	0,1-0,15
Wassertemperatur	°C	5-40
Anzahl Membranplatten	--	12
Länge (ohne Verrohrung)	mm	162
Breite (ohne Verrohrung)	mm	408
Höhe (ohne Verrohrung)	mm	860
Höhe mit Aufhängung (ohne Verrohrung)	mm	1360

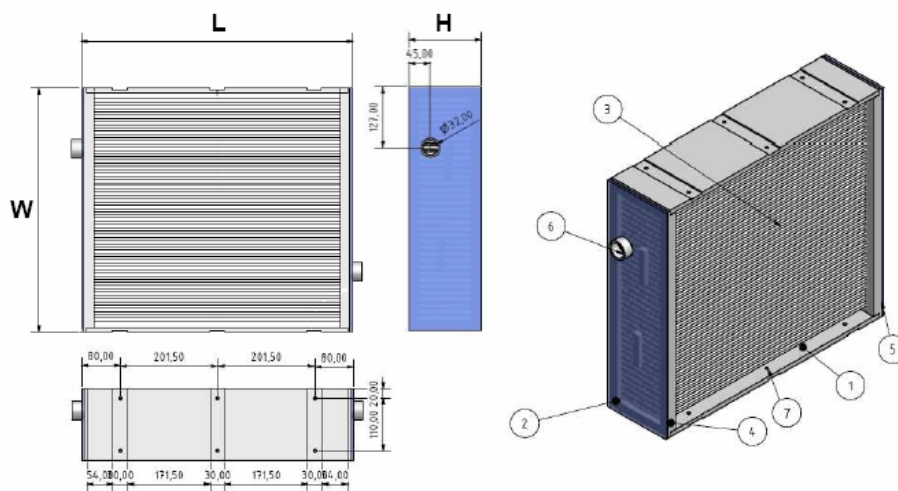
Abbildung 8 Aufbau und Kennwerte des Membranmoduls Typ M-Box der Fa. Kubota

3.3 Mikrofiltrationsmembran der Firma ItN NANOVATION

Dieser Membrantyp wurde seit Inbetriebnahme der Versuchsanlage Ende Oktober 2008 bis zum Versuchsende in der Permeatlinie 2 eingesetzt. Im folgenden Text wird dieser Membrantyp auch „Mikro L2“ genannt.

Firma: ItN Nanovation AG, Type A-HP 4.0

Art: Die Flachmembrane besteht aus einem keramischen Werkstoff (Material Aluminiumoxid α - Al_2O_3) mit einer nominalen Porengröße von $0,2 \mu\text{m}$ (200 nm, dies entspricht einer Mikrofiltration). Pro Membranmodul sind 35 Flachmembranen in einem Block zusammengefügt (Abbildung 9). In der Versuchsanlage befindet sich nur ein solcher Block auf einem Trägergerüst für die Crossflow-Belüftung (Abbildung 10).



Module with Ceramic Flat Membrane for high performance applications (HP) in submerged filtration systems

plastic side panel (1)	PVC-U
plastic permeate panel (2)	PVC-U
number of bonded ceramic membranes (3)	35
membrane pottant (4)	PU casting resin
panel bonding (5)	MS polymer
permeate hose fitting (6)	PVC-U socket
fitting device for filtration unit (7)	M5 drive-in nut stainless steel 1.4301
distance between membranes [mm]	7
active membrane area [m ²]	approx. 4.0

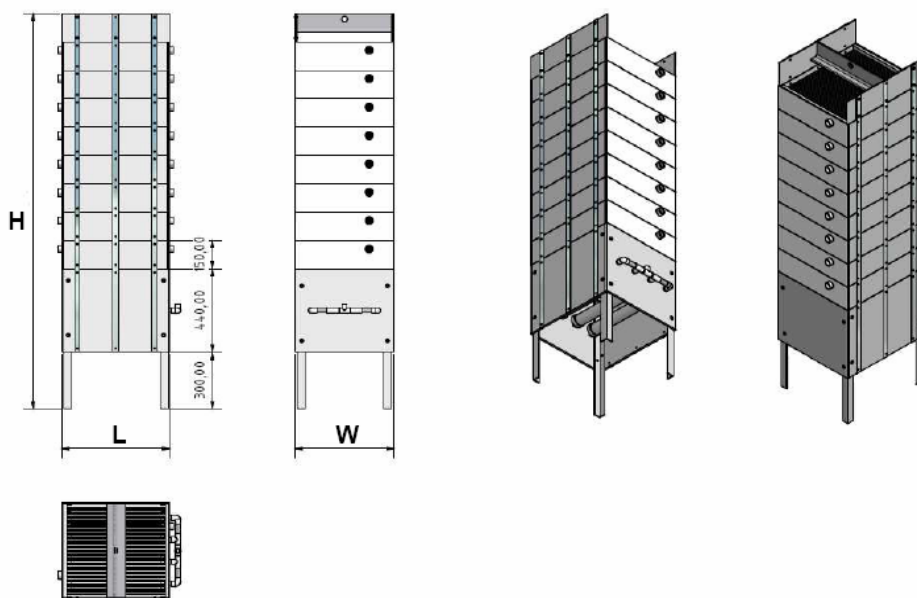
Dimensions:

length L [mm]	563
width W [mm]	511
height H [mm]	150
total weight [kg/lb]	approx. 30,0/67,1

Technical data:

max. operating temperature [°C]	60
max. back flushing pressure [bar]	2

Abbildung 9 Datenblatt des Membranmoduls A-HP 4.0 der Fa. ItN Nanovation.



Filtration unit - ready for connexion - consisting of modules, Ceramic Flat Membranes and aerator unit for high performance (HP) applications in submerged filtration systems

membrane	product sheet Ceramic flat membrane A
module	product sheet Module A-HP 4.0
aerator unit	product sheet Aerator unit A-HP 4.0

Dimensions and technical data:

number of modules	1	2	3	4	5	6	7	8
active membrane area [m ²]	4.0	8.0	12.0	16.0	20.0	24.0	28.0	32.0
total weight [kg/lb]	55/121	90/198	125/275	160/352	195/429	230/506	265/583	300/660
height H [mm]	1,040	1,190	1,340	1,490	1,640	1,790	1,940	2,090
length L [mm]	563							
width W [mm]	514							

Abbildung 10 Datenblatt der gesamten Membraneinheit A-HP 4.0 der Fa. ItN Nanovation.

4 Betrieb der Versuchsanlage

4.1 Betriebsweise als SBMBR - sequencing batch membrane bioreactor

Die Membranbelebungsanlage wurde Ende Oktober 2008 in Betrieb genommen. Nach dem Einfahren der zu diesem Zeitpunkt verwendeten Membranmodule (Ultra L1 und Mikro L2) und dem Erreichen eines stabilen Betriebs Anfang bis Mitte Februar 2009 lief die Anlage ohne Komplikationen bis Mitte Februar 2010 im Vollbetrieb. Zu diesem Zeitpunkt wurden die Untersuchungen zum gegenständlichen Forschungsprojekt abgeschlossen. Die Anlage wurde über die gesamte Projektdauer permanent mit Hilfe von online Sensoren überwacht, um bei Bedarf Regelparameter zu verändern (Zielwertparameter, Filtrationsleistung und –menge, etc.).

Das Belebungsbecken wurde als batchweise beschickter MBR-Reaktor betrieben. Eine Kombination der beiden Verfahren - MBR mit SBR – erlaubt die Nutzung der verfahrenstechnischen Vorteile der jeweiligen Betriebsweise. Diese Kombination wird allgemein gebräuchlich als SBMBR – sequencing batch membrane bioreactor - bezeichnet und wurde Ende der 1990er erstmals auf wissenschaftlichem Niveau beschrieben. Ab Anfang 2000 entstanden vermehrt Publikationen auf diesem Gebiet (CHOO und STENSEL, 2000; KRAMPE und KRAUTH, 2000; NG et al., 2000; KANG et al., 2003; ARROJO et al., 2005; ZHANG et al., 2006).

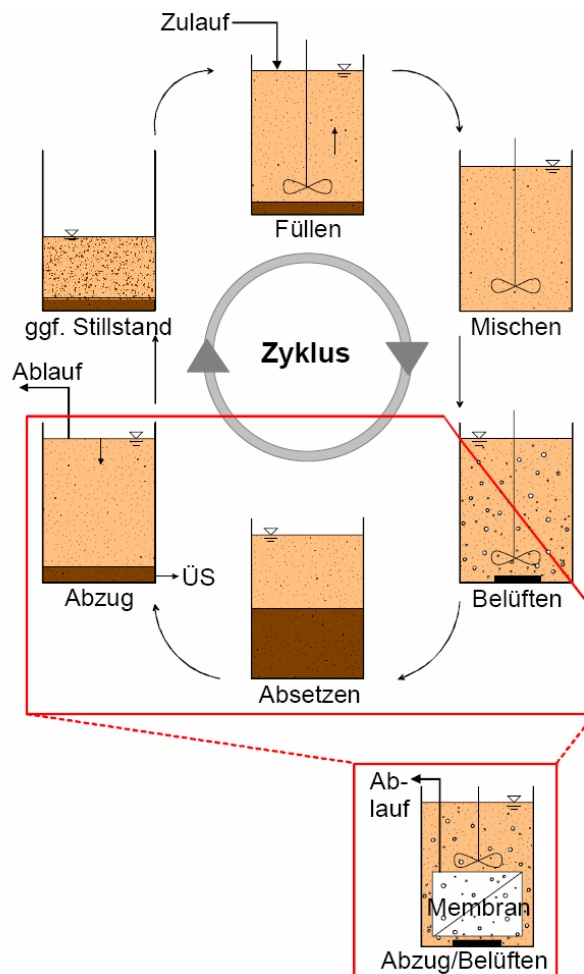


Abbildung 11 Vergleich der Zyklen eines konventionellen und eines membranbasierten SBMBR-Verfahrens (Krampe und Krauth, 2000).

Abbildung 11 zeigt als Beispiel die Abfolge der Zyklen eines konventionellen und eines membrangestützten SBR-Verfahrens. Bei beiden Varianten gleich ist die Tatsache, dass nach der Abwasserbeschickung eine Denitrifikationsphase und (bei Bedarf) daran anschließend eine Belüftungsphase über die Beckenbelüftungseinrichtung erfolgt. Diese Belüftungsphase ist jedoch nur dann notwendig, wenn die Zielwerte nach Ende der Denitrifikationsphase unterschritten sind.

Die Überprüfung des Erfolgs der Belüftungsphase erfolgte bei der Versuchsanlage meistens mit Hilfe einer Zielwertüberprüfung von gelöstem Sauerstoff und/oder Redox-Potential. Es ist je nach Betriebsweise und Zustand des Belebtschlammes vorgekommen, dass anhand der vorgegebenen Zielwerte keine Beckenbelüftung notwendig war. Die Belüftung des Belebungsbeckeninhalts erfolgte dann nur durch die Crossflow-Belüftung während der Abzugsphase. Eine detaillierte Betrachtung dieser Vorgänge findet sich in Kapitel 7.1.2

Daran anschließend folgt eine Filtrationsphase, während derer eine zusätzliche Belüftung des Reaktorinhalts durch die Crossflow-Belüftung stattfindet.

Der Permeatabzug bei der Versuchsanlage erfolgte mit Hilfe von Exzentrerschneckenpumpen, welche durch Frequenzumformer geregelt waren. Eine gravimetrische Abnahme des Permeats wurde bewusst bei dieser Versuchsanlage nicht implementiert, da der benötigte bzw. sich einstellende Unterdruck von bis zu -0,7 bar auf keinen Fall konstruktiv bewerkstelligt werden konnte.

Im Versuchsreaktor wurden die getauchten Plattenmembranen durch eine darunter angeordnete Belüftung (Crossflow-Belüftung) überströmt, um die Deckschichtbildung während der Filtration zu reduzieren. Dies führte zu einer Erhöhung der Sauerstoffkonzentrationen im Reaktor. Vor allem dann, wenn der Flux durch eine beginnende Verblockung sehr gering war, was - bei Vorgabe einer fixen Filtrationsmenge - zu einer Verlängerung der Filtrationsphase und damit Crossflow-Belüftung führte.

Durch diesen Umstand kann es in einer konventionellen Membranbelebungsanlage mit vorgeschalteter Denitrifikation zu einer Sauerstoffverschleppung in die Denitrifikationsphase kommen. Dies ist bei der Kombination mit der SBR-Betriebsweise nicht der Fall, da durch den Abwasserzulauf während der Füllphase ein schneller Abfall der Sauerstoffkonzentration im Reaktor gewährleistet ist (KRAMPE und KRAUTH, 2000).

Wie während des Betriebs an der Versuchsanlage festgestellt wurde, war dieser Vorteil nur dann gegeben, wenn die Endkonzentration des gelösten Sauerstoffs am Ende der Belüftungsphase nicht zu hoch war. Ansonsten kam es anschließend zu einer nicht vollständigen Denitrifikation.

In Tabelle 1 sind Kenndaten der Anlage über die gesamte Versuchsdauer exemplarisch zusammengestellt. Detaillierte Ausführungen und Beschreibungen der angeführten Parameter finden sich in den entsprechenden Kapiteln.

Das hohe Schlammalter von 325 Tagen errechnet sich seit der Beimpfung Ende Oktober 2008 bis zum ersten Schlammabzug am 25.09.2009, da die Anlage bis dahin ohne regelmäßigen Schlammabzug gefahren wurde und während der Probenahme lediglich ca. 1-2 Liter Belebungsbeckeninhalt für die Analysen entnommen wurden.

Tabelle 1 Kenndaten der SBMBR über die gesamte Versuchsdauer.

Beschickungsmenge pro Tag	[m ³ /d]	1,4 bis 2,2		
Schlammalter	[d]	aufbauend auf ca. 325 / danach ca. 95		
Hydraulische Verweilzeit t_{hydr}	[h]	10 bis 16		
Zykluszeit t_z	[h]	1,8 bis 4,3		
Reaktionszeit t_R	[h]	1,5 bis 4		
Belebungsbeckeninhalt	[m ³]	3,2		
Beschickungsmenge pro Zyklus	[m ³]	0,20 bis 0,35		
Volumenaustauschverhältnis f_A	[m ³ /m ³]	0,06 bis 0,11		
Schlamm Trockensubstanz TS	[g/l]	2,4 bis 18,4		
CSB	[mg/l]	370 bis 805 (Median 560)		
BSB ₅	[mg/l]	140 bis 325 (Median 210)		
BSB ₅ -Schlammbelastung B_{TS}	[kg/(kg·d)]	0,009 bis 0,117 (Median 0,027)		
BSB ₅ -Raumbelastung B_R	[kg/(m ³ ·d)]	0,13 bis 0,35 (Median 0,22)		
EW-Belastung bezogen auf BSB ₅ , EW_{60}		5 bis 16 (Median 9,5)		
EW-Belastung bezogen auf CSB, EW_{120}		8 bis 20 (Median 12,3)		
EW-Belastung bezogen auf N_{ges} , EW_{12}		12 bis 31 (Median 19,9)		
EW-Belastung bezogen auf Hydraulik, EW_{150}		9 bis 15 (Median 12,3)		
Membrantyp		Ultra L1	Mikro L1 *	Mikro L2
Membranfläche	[m ²]	10,0	4,8	4,0
Flux	[l/(m ² ·h)]	12 bis 20	20	15 bis 40
Transmembrandruck TMP (Min / Max)	[bar]	-0,4 / +0,1	-0,12 **	-0,7 / +0,3

* ... Modul war erst seit 09.10.2009 in Betrieb.

** ... Es war keine automatisierte Rückspülung vorgesehen, daher ist auch kein Rückspüldruck vorhanden.

4.2 Hydraulische und stoffliche Belastung der Versuchsanlage

Die Beschickung der Versuchsanlage erfolgte mit einer Mischung von Kommunalabwasser und WC-Abwasser. Beide Qualitäten waren im Technikum immer frisch verfügbar. Wie in Tabelle 2 dargestellt, wurden während des Versuchsbetriebs hauptsächlich zwei Mischungsverhältnisse verwendet. Ab Beginn war das Verhältnis 50% Kommunalabwasser zu 50% WC-Abwasser. Ab 17.06.2009 wurde das Verhältnis auf 70% Kommunalabwasser zu 30% WC-Abwasser verändert und bis auf ein paar kurzfristige Ausnahmen (Probleme mit Beschaffung von WC-Abwasser während Ferienzeiten) bis zum Versuchsende beibehalten.

Tabelle 2 Mischungsverhältnis des Zulaufs zur Versuchsanlage.

ab 30.10.2008	50% Kommunalabwasser / 50% WC-Abwasser
ab 21.04.2009 für 6 Tage	100% Kommunalabwasser (Probleme mit Beschaffung von WC-Abwasser)
ab 27.04.2009	50% Kommunalabwasser / 50% WC-Abwasser
ab 07.06.2009 für 5 Tage	100% Kommunalabwasser (Probleme mit Beschaffung von WC-Abwasser)
ab 12.06.2009	50% Kommunalabwasser / 50% WC-Abwasser
ab 17.06.2009	70% Kommunalabwasser / 30% WC-Abwasser
ab 23.11.2009 für 7 Tage	100% Kommunalabwasser (Probleme mit Beschaffung von WC-Abwasser)
ab 30.11.2009	70% Kommunalabwasser / 30% WC-Abwasser
ab 22.12.2009 für 17 Tage	100% Kommunalabwasser (Probleme mit Beschaffung von WC-Abwasser)
ab 08.01.2010 bis Versuchsende	70% Kommunalabwasser / 30% WC-Abwasser

Die Beschickungsmenge des Belebungsbeckens war während der Einfahrphase rund 170 Liter Abwasser ca. 8-9 Mal pro Tag resultierend in einer Gesamtbeschickung von 1,4 – 1,5 m³. Dies entspricht bei einem rechnerischen Schmutzwasseranfall von 150 l/(EW.d) einer hydraulischen EW-Belastung von rund 10 EW₁₅₀ (Median). Durch die Veränderung der Permeatleistung der Membranen (abhängig von den Schlammeigenschaften und dem Zustand der Membranen) und den Anforderungen an die SBMBR veränderte sich die Beschickungsmenge der Anlage über den Versuchszeitraum.

Das Abwasser lagerte bis zu seiner Verwendung in Speichertanks, deren Inhalte laufend erneuert wurden. Es befinden sich in der Zulaufkette zum Reaktor mehrere Möglichkeiten um absetzbare bzw. aufschwimmende Stoffe aus dem Zulauf zu entfernen.

Die stoffliche Belastung sollte lt. ON B 2502-1 (ÖNORM, 2007) bei einer entsprechenden Vorreinigung bei 40 g BSB₅/(EW.d) sowie 10 g N_{ges}/(EW.d) liegen. Für den CSB kann durch eine entsprechende Vorbehandlung von ursprünglich 120 g CSB/(EW.d) mit einer Fracht von rund 80 g CSB/(EW.d) gerechnet werden.

Wie in Tabelle 3 dargestellt, lagen die Mediane während der Einfahrphase bei 8,3 EW₆₀ (BSB₅), 9,7 EW₁₂₀ (CSB) bzw. 14,9 EW₁₂ (N_{ges}). Während des Vollbetriebs ab Februar 2009 lag die Belastung durch die Erhöhung der täglichen Abwassermenge im Schnitt bei 9,8 EW₆₀ (BSB₅), 14,9 EW₁₂₀ (CSB) bzw. 22,8 EW₁₂ (N_{ges}) gerechnet werden.

Tabelle 3 EW-Belastungen der Versuchsanlage über die Versuchsdauer (nach Vorreinigung).

	Einfahrphase bis Februar 2009	Vollbetrieb bis Februar 2010
EW-Belastung BSB ₅ , EW ₆₀	5,0-13,5 (Median 8,3; n=14)	5,8-16,0 (Median 9,8; n=30)
EW-Belastung CSB, EW ₁₂₀	8,0-13,2 (Median 9,7; n=15)	9,2-20,1 (Median 14,9; n=20)
EW-Belastung N _{ges} , EW ₁₂	12,0-25,1 (Median 14,9; n=14)	16,4-31,0 (Median 22,8; n=17)
EW-Belastung Hydraulik, EW ₁₅₀	8,7-12,7 (Median 10,0; n=16)	12,0-14,7 (Median 13,3; n=33)

4.3 Zykluszeiten - Filtrationsphase

Für die Ermittlung der gesamten Zykluszeit t_Z gelten für den Versuchsreaktor folgende Phasenlängen: Die Füllphase mit Rohabwasser t_F lag bei ca. 10-25 Minuten, daran anschließend folgte eine Durchmischung des Reaktors und die anoxe Reaktionsphase t_{AX} mit einer Länge von ca. 60 Minuten. Die belüftete Phase t_{AE} war sehr unterschiedlich und reichte von 120 Minuten am Beginn der Einfahrphase bis gar keine Beckenbelüftung an Ende des Vollbetriebs. Falls am Ende der t_{AE} der Ziel-Sauerstoff bzw. Ziel-Redoxwert nicht erreicht war, verlängerte sich die Belüftungsphase so lange bis die Zielwerte erreicht wurden. Die daran angekoppelte Filtrationsphase t_P betrug je nach Leistungsfähigkeit der Membranen sowie den eingestellten Abzugsmenge 50-120 Minuten. Die t_P wird wegen der teilweise intensiven Crossflow-Belüftung zur Nitrifikationsphase $t_{P(AE)}$ gerechnet. Danach erfolgte ohne Pause sofort wieder die Füllphase t_F . Je nach Anlagenzustand ergaben sich daher sehr unterschiedliche Zykluszeiten.

Gesamte Zeit für einen Reinigungszyklus $t_Z = t_F + t_{AX} + t_{AE} + t_{P(AE)}$

wobei t_F ... Füllphase mit Rohabwassergemisch
 t_{AX} ... Denitrifikationsphase (anoxisch)
 t_{AE} ... Nitrifikationsphase (aerob); durch die Beckenbelüftungseinrichtungen
 $t_{P(AE)}$... gesamte Filtrationsphase (Bruttozeit Permeatabzug); gehört wegen der Crossflow-Belüftung zur Nitrifikationsphase (aerob)

Gesamte Filtrationsphase (Brutto Permeatabzug) $t_P = t_{P(AE)} = t_{sub} \times n_{sub}$

wobei t_{sub} ... Zeitdauer eines Subzyklus
 n_{sub} ... Anzahl der Subzyklen

Zeitdauer eines Subzyklus $t_{sub} = t_{FW} + t_{01} + t_{RW} + t_{02}$

wobei t_{FW} ; t_{RW} ; t_{01} und t_{02} siehe Tabelle 4.

Anzahl der Reinigungszyklen pro Tag $m_Z = 1440 / t_Z$ t_Z in [min]

Als Reaktionszeit t_R wird die Zeit für die Denitrifikation und Nitrifikation bezeichnet:

$$t_R = t_{AX} + t_{AE} + t_{P(AE)}$$

Die Zeit um die gewünschte Menge gereinigten Abwassers pro Permeatlinie aus dem Belebungsbecken abzuziehen (gesamte Filtrationsphase t_P) wurde auf mehrere Subzyklen n_{sub} aufgeteilt. Man muss hierbei beachten, dass die Beschickungsmenge des Versuchsreaktors nicht mit dem gesamten Permeatabzug (z.B. 8 Minuten pro Subzyklus) übereinstimmt, da die Netto-Filtrationsmenge durch die Rückspülmenge (z.B. 1 Minute pro Subzyklus) reduziert sein kann.

Beispiel: Bei einer gewünschten Netto-Filtrationsmenge von z.B. 100 Liter pro Membran ergeben sich bei einer angenommenen Filtrationsleistung von 2 l/min somit mindestens 8 Subzyklen:

Berechnung: Filtration 2 l/min x 8 Minuten (= 16 Liter/Subzyklus) minus Rückspülen 2,5 l/min (Ann.) x 1 Minute (= 2,5 Liter/Subzyklus) ergibt 13,5 Liter Netto-Filtrationsmenge pro Subzyklus. Es sind daher mindestens 8 Subzyklen notwendig (= 108 Liter). Dies resultiert in eine gesamte Filtrationsdauer von umgerechnet 80 Minuten.

Während der Einfahrphase und dem Vollbetrieb wurden die in Tabelle 4 angeführten Subzyklenzeiten verwendet. Die ab dem 09.10.2009 in Permeatlinie 1 eingesetzte Mikrofiltration (Mikro L1) darf laut Hersteller nur mit einem sehr geringen Überdruck von 0,07 bar beaufschlagt werden. Es wurde daher entschieden, diesen Modultyp nicht rückzuspülen.

Tabelle 4 Aufteilung des Subzyklen über den Versuchszeitraum.

		Start bis 19.01.2009	ab 19.01.2009	ab 09.10.2009	
		Ultra L1 / Mikro L2	Ultra L1 / Mikro L2	Mikro L1	Mikro L2
Filtrieren t_{FW}	[min]	8-11	8	8	8
Pause 1 t_{01}	[min]	0,5-1	0,5	1	0,5
Rückspülen (Permeat) t_{RW}	[min]	0,5-2	1	0	1
Pause 2 t_{02}	[min]	0,5-1	0,5	1	0,5
Dauer des Subzyklus t_{sub}	[min]	10-13	10	10	10
Durchschnittliche Anzahl der Subzyklen n_{sub}	[--]	5-10 (max. 15)	7-12 (max. 15)	10-20 (max. 25)	

Ein Subzyklus t_{sub} ab dem 19.01.2009 dauerte exakt 10 Minuten. Die einzelnen Subzyklen wurden so lange wiederholt, bis die gewünschte Menge an Permeat (Netto-Filtrationsmenge) abgezogen wurde. Die Crossflow-Belüftung war beim Filtrieren und beim Rückspülen aktiv. Da die Dauer der Subzyklen t_{sub} beider Membranmodule gleich war, waren auch die Belüftungszeiten der beiden Crossflow-Belüfter (t_{FW}/t_{RW} der Linie 1 und t_{FW}/t_{RW} der Linie 2) zur gleichen Zeit aktiv.

Um bei Betriebsproblemen die Dauer der Filtrationsphase (und damit die Belüftung durch den Crossflow) in Grenzen zu halten, wurde die Anzahl der Subzyklen laut Steuerprogramm mit maximal 15 bzw. 25 definiert. Dies entspricht einer gesamten Filtrationsphase von maximal 2,5 bzw. 4,2 Stunden.

Zu Beginn der Einfahrphase war die Anzahl an Subzyklen ca. 5-7 um die gewünschte Nettofiltrationsmenge abzuziehen. Nach Steigerung der Zulaufmenge pro Reinigungszyklus stieg auch die Anzahl der Subzyklen auf ca. 10. Je mehr die Membranen Anzeichen von Biofouling zeigten, desto höher war die Anzahl der Subzyklen (bis zu maximal 15 lt. Steuerprogramm). Durch diese extrem lange Filtrationsphase von 2,5 Stunden stieg durch die notwendige Crossflowbelüftung auch der Anteil des gelösten Sauerstoffs im Reaktor. Durch die sich einstellenden permanent oxidierenden Bedingungen (Redox > 100mV) des Belebtschlammes verschlechterte sich die Reinigungsleistung im Reaktor. Als Konsequenz wurde daher entweder die Leistung der Filtrationspumpen (Flux) gedrosselt oder die Zulaufmenge je Reinigungszyklus verringert. Schlussendlich mussten die Membranen gereinigt werden.

Die gesamte Filtrationsphase zu Beginn des Vollbetriebs lag je nach den aktuellen Einstellungen bei 70 bis 120 Minuten (in Ausnahmefällen bei 150 Minuten). Durch die Erhöhung der Beschickungsmenge über die Versuchsdauer im Vollbetrieb und der damit resultierenden Veränderung der Anzahl der Subzyklen auf bis zu 20 wurde die maximale Anzahl der Subzyklen laut Steuerprogramm auf 25 erhöht. Eine störende Erhöhung der Sauerstoffkonzentration, wie zu Beginn der Einfahrphase durch die langen Abzugszeiten, konnte durch die nun hohe TS-Konzentration nicht festgestellt werden. Die Symptome bei einer sich verblockenden Membran blieben jedoch die gleichen wie vorher.

4.4 Betriebsphasen

4.4.1 Einfahrphase

Die Anlage ging nach Durchführung der Reinwasserversuche Ende Oktober 2008 in Betrieb. Dazu wurde rund 1 m³ Belebtschlamm aus der technikumseigenen SBR-Anlage in das MBA-Belebungsbecken gepumpt und auf 3,2 m³ Gesamtvolumen mit Brunnenwasser aufgefüllt. Der dadurch erreichte Trockensubstanzgehalt in der Versuchsanlage war 2,2 g/l. Der Beginn der Einfahrphase war geprägt durch eine sehr intensive Belüftung und kurze Intervallzeiten zwischen den Beschickungen. Das Ziel war das rasche Durchfahren der Einfahrphase und die Produktion von Belebtschlamm.

Beim Einfahren der Anlage und der damit verbundenen Steigerung des TS-Gehaltes verändert sich die Flockenstruktur. Als Nebeneffekt kann ein starkes Schäumen eintreten, welches auch tatsächlich Anfang Jänner 2009 auftrat (siehe Abbildung 12). Nachdem dieser Prozess abgeschlossen war, sank die Neigung zur Schaumbildung gegen Null.



Abbildung 12 Starkes Schäumen im Belebungsbecken während der Einfahrphase Anfang Jänner 2009.

Entsprechende chemische, chemisch-physikalische und mikrobiologische Untersuchungen wurden laufend durchgeführt. Es wurden seit Beginn eine Ultrafiltrationsmembran (Ultra L1) und eine Mikrofiltrationsmembran (Mikro L2) im Reaktor eingesetzt.

Eine mikrobiologische Intensivbeprobung erfolgte am 20.10.2008 im Reinwasser (Leitungswasser) und am 19.11.2008 im Belebungsbecken mit 2,8 g/l Trockensubstanz.

Die nach ÖNORM B 2502-1 (2007) geforderten chemischen Reinigungsziele für Kleinkläranlagen bis 50 Einwohnerwerte wurden für den BSB₅, CSB und TOC eingehalten. Die NH₄-N-Ablaufkonzentrationen waren nur bei 2 Probenahmen über dem Grenzwert (11,6 und 15,6 mg/l). Dies ist auf die Nachwirkungen einer nicht geplanten 1-wöchigen Betriebsunterbrechung zum Jahreswechsel 2008/09 zurückzuführen.

4.4.2 Vollbetrieb

Der Vollbetrieb lief von Anfang/Mitte Februar 2009 bis Mitte Februar 2010. Die Anlage war somit 3 Monate in der Einfahrphase und 12 Monate im Vollbetrieb.

Das betriebliche Ziel während des Vollbetriebs war die Optimierung des Reinigungsverlaufs und damit die Aufrechterhaltung einer ausreichenden Leistungsfähigkeit (Permeabilität) der Membranen. Es wurde beschlossen, den TS-Gehalt im Belebungsbecken vorerst nicht periodisch zu reduzieren, um Aussagen auch bei höheren Schlammkonzentrationen treffen zu können. Im Juli 2009 lag der TS-Gehalt bereits über 14 g/l, d.h. in einem Bereich, der außerhalb der von den Membranherstellern angegebenen Bandbreite liegt. Folgende Betriebsprobleme waren daher zu erwarten:

- * Probleme beim Sauerstoffeintrag in den Reaktor (wegen zu hoher Masse an Trockensubstanz und zu langer Permeatabzugzeiten)
- * Länger anhaltende Schwierigkeiten bzgl. der gewünschten Reinigungsleistung nach Betriebsproblemen.
- * Verblockungen der Zwischenräume zwischen den Membranplatten (wegen zu hoher Masse an Trockensubstanz).
- * Verkürzung der Reinigungsintervalle der Membranen.

Das chemische und chemisch-physikalische Untersuchungsprogramm wurde weitergeführt. Entsprechende mikrobiologische Intensivbeprobungen wurden am 03.02.2009, 15.04.2009, 21.07.2009, 28.07.2009 und 02.02.2010 durchgeführt.

Nachdem beim Ultrafiltrationsmodul (Ultra L1) wiederholt erhöhte mikrobiologische Kontaminationen im Permeat feststellbar waren, wurde dieses zuerst gegen ein Modul gleicher Bauart ausgetauscht und auch dieses schlussendlich entfernt. An dessen Stelle wurde eine zweite Mikrofiltrationsmembran (Mikro L1) in den Reaktor eingebracht.

Die nach ÖNORM B 2502-1 (2007) geforderten chemischen Reinigungsziele für Kleinkläranlagen bis 50 Einwohnerwerte wurden zu jeder Zeit problemlos eingehalten.

4.5 Belüftung des Reaktors

Der Lufteintrag in den Reaktor erfolgt durch die am Beckenboden installierten Streifenbelüfter als Beckenbelüftung, oder durch die unterhalb der Membranplatten angebrachten Crossflow-Belüftungen (Rohrbelüfter bzw. Membran-Rohrbelüfter).

Zu Beginn der Einfahrphase war die Zeitdauer der Beckenbelüftung t_{AE} (BB-Belüftung) 45-60 Minuten, je nach Abwasserbeschaffenheit. Die Dauer der Crossflow-Belüftung $t_{P(AE)}$ (CF-Belüftung) ist definiert durch die Filtration t_{FW} und Rückspülung t_{RW} während der Subzyklen, d.h. immer dann wenn Permeat abgesaugt/rückgespült wird, läuft die CF-Belüftung. Die CF-Belüftungen der beiden Membranmodule liefen immer zur gleichen Zeit (siehe dazu auch Tabelle 4 in Kapitel 4.3).

In Abbildung 13 ist exemplarisch über einen Tag (18.06.2009) die Durchflussleistung und Summe des Lufteintrags in das Belebungsbecken (über die Beckenbelüfter) bei einem Arbeitsdruck von 0,5 bar dargestellt. Die kleineren Zacken vor der eigentlichen Belüftungsphase entstehen durch die periodischen kurzen Umwälzungen des Reaktorinhalts während der ca. 1-stündigen Denitrifikationsphase t_{AX} . Diese Umwälzung wird zwecks Vereinfachung der Anlagensteuerung mit den vorhandenen Beckenbelüftungseinrichtungen durchgeführt (Intervallbelüftung mit

6 Sekunden Dauer und 20 Minuten Pause). Der dadurch verursachte Sauerstoffeintrag während dieser kurzen Zeitschritte ist vernachlässigbar.

Die gesamte Luftmenge, die während der dargestellten BB-Belüftung in 60 Minuten in das Belebungsbecken gelangt war ca. 1,0 m³. Über die beiden CF-Belüftungen gelangte in der anschließenden Filtrationsphase während der 8 Subzyklen nochmals ca. 1,8 m³ Luft in den Reaktor. Es wurde daher zu der dargestellten Zeit während eines gesamten Reinigungszyklus ca. 2,8 m³ Luft ins Belebungsbecken eingebracht.

Ab September 2009 wurde die Belüftung des Inhalts des SBMBR nicht mehr über die BB-Belüfter, sondern nur noch über die beiden CF-Belüfter durchgeführt (siehe Abbildung 14).

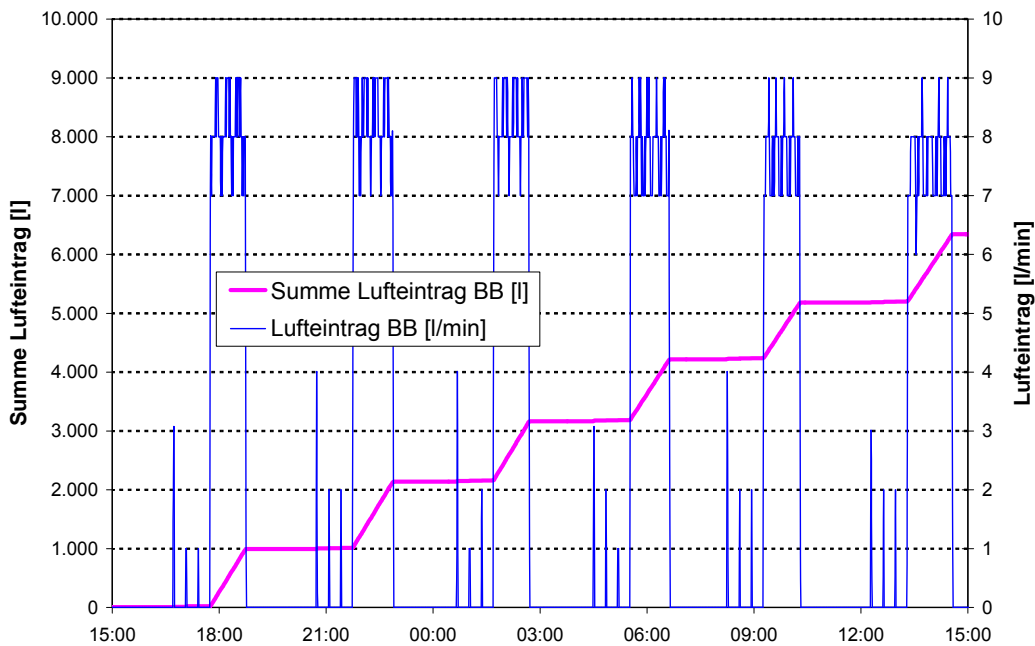


Abbildung 13 Durchflussleistung und Summe des Lufteintrags in das Belebungsbecken in 24 Stunden bei einem Arbeitsdruck von 0,5 bar (Datum: 18.06.2009).

In Abbildung 14 ist die Durchflussleistung und Summe des Lufteintrags für die CF1-Belüftung der Mikro L1 über 1 Tag (12.01.2010) bei einem Arbeitsdruck von 0,5 bar dargestellt. Während einer Permeatabzugdauer $t_{P(AE)}$ von etwa 2 Stunden (= 12 bis 13 Subzyklen) wurden rund 2,1 m³ Luft über die CF1-Belüftung in den Reaktor eingebracht. Die Betriebszeiten der CF1-Belüftung waren äquivalent zu 8 Minuten filtrieren ohne Rückspülung.

Zur gleichen Zeit brachte die CF-Belüftungseinrichtung der Mikro L2 rund 1,5 m³ Luft in den SBMBR ein (hier nicht grafisch dargestellt). Die Betriebszeiten der CF2-Belüftung waren äquivalent zu 8 Minuten filtrieren und 1 Minute rückspülen, resultierend in einer Gesamtbelüftungszeit von 9 Minuten pro Subzyklus.

Es wurde in der dargestellten Zeitperiode während eines gesamten Reinigungszyklus in Summe ca. 3,6 m³ Luft ins Belebungsbecken eingebracht.

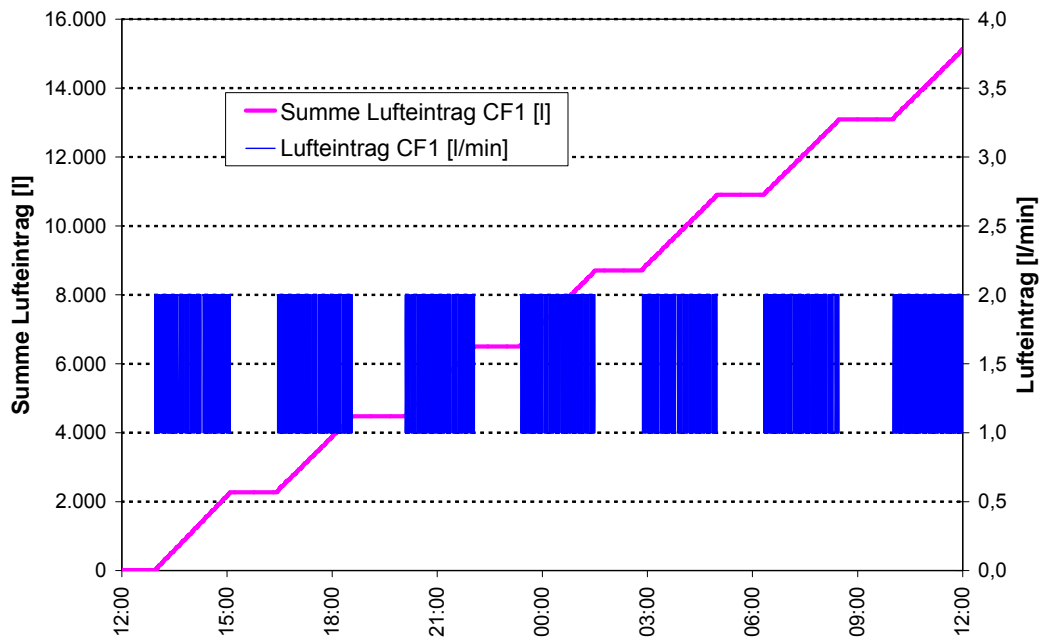


Abbildung 14 Durchflussleistung und Summe des Luftpfeintrags für die Crossflow-Belüftung des Membranmoduls der Linie 1 (Mikro L1) in 24 Stunden bei einem Arbeitsdruck von 0,5 bar (Datum: 12.01.2010).

4.6 Verblockung und Reinigung der Membranen

Man kann die Leistung einer Membran prinzipiell durch zwei Überwachungsparameter festlegen. Einerseits durch einen fixen Transmembrandruck TMP (Unterdruck durch Permeatabzug) und andererseits durch einen konstanten Flux (Permeatstrom). Im vorliegenden Versuchsaufbau wurde ein konstanter Flux gewählt, der sich jedoch nicht automatisch einregelt, sondern händisch über die Pumpenleistung eingestellt wird. Da sich bei einer gleich bleibenden Pumpenleistung der Flux nicht sehr rasch ändert, konnte diese Betriebseinstellung über den Versuchszeitraum hinreichend genau ausgeführt werden.

Die laufenden Veränderungen der Pumpenleistung – und damit des TMP – durfte jedoch nur bis zu einem maximalen Unterdruck laut den Herstellerangaben durchgeführt werden. Dieser lag bei der Ultra L1 bei -0,4 bar, bei der Mikro L1 bei -0,2 bar und bei der Mikro L2 bei -0,7 bar. Ab einem gewissen Punkt ist die Aufrechterhaltung eines konstanten Fluxes aber nicht mehr ökonomisch sinnvoll.

Hinweis: Um den maximal erlaubten Unterdruck während der Abzugsphase laut Herstellerangaben nicht zu überschreiten, wurden Druckmesssonden in die Permeatlinien eingebaut und online überwacht. Die PC-Steuerung schaltet die Pumpen bei Überschreiten des maximal zulässigen Saugdrucks selbsttätig aus und leitet danach automatisch eine Rückspülphase ein. Falls durch einen Defekt der Druckmesssonden diese Art der Überwachung ausfällt, wurden noch zusätzlich mechanisch wirkende Unter/Überdruckventile in die Permeatleitung zwischen Membran und Pumpe eingebaut, die sich unabhängig aller Störquellen bei Bedarf selbsttätig öffnen. Eine mechanische Beschädigung der Membranen durch unzulässigem Unter/Überdruck war damit ausgeschlossen.

Als mögliche Ursachen für Verblockungen kommen die im Folgenden dargestellten Faktoren in Betracht:

- * Ablagerung sehr feiner Partikel bzw. mineralische Ausfällungen auf der Membranoberfläche (Scaling): Durch die Trenneigenschaften der Membran kommt es zu einer Aufkonzentrierung an der Membranoberfläche.
- * Adsorption makromolekularer bzw. kolloidaler Stoffe (kolloidales Fouling), z.B. Proteine: Dieser Prozess findet sowohl an der Membranoberfläche als auch der Membraninnenfläche statt und führt zu einer Verringerung der Porengröße.
- * Adhäsion und Wachstum von Mikroorganismen (biologisches Fouling): Bei ausreichendem Nährstoffangebot können Mikroorganismen auf der Membranoberfläche wachsen.

Wie in Kapitel 6.3 dargestellt, wurden die maximal zulässigen Unterdrücke mehrmals erreicht. Wenn die Membranen bzgl. ihres maximal zulässigen TMP an ihrer Grenze waren, wurde als erste Maßnahme der Flux reduziert, was sofort zu einer Reduzierung des anstehenden TMP führte. Diese Variante wurde während des Versuchszeitraums mehrmals angewendet. Dadurch kommt es jedoch zu einer Verlängerung der gesamten Filtrationsphase, und damit zu erhöhten Sauerstoffkonzentrationen im Reaktor. Wenn die negativen Effekte (zu hoher Transmembrandruck, zu lange Filtration) nicht mehr tolerierbar waren, wurde eine Reinigung der Membranen durchgeführt.

Diese erfolgte in einem separaten Behälter (ex-situ), in dem die vorerst nur oberflächlich mechanisch gereinigten Membranen laut den Herstellerangaben chemisch gereinigt wurden. Eine von den Membranherstellern empfohlene Zwischenreinigung durch Rückspülen mit Chemikalien im laufenden Betrieb (in-situ) kam wegen der Gefahr der Beeinträchtigung des Belebtschlammes - und damit der Untersuchungen - durch diese Chemikalien nicht in Frage.

Tabelle 5 Membranreinigungen/-tausch (siehe dazu auch Kapitel 6.3; Ultra L1 = Ultrafiltrationsmembran der Linie 1, Mikro L1 = Mikrofiltrationsmembran der Linie 1; Mikro L2 = Mikrofiltrationsmembran der Linie 2)

Datum	Art der Wartung	Membran
17.12.2008	Ex-situ-Reinigung auf Biofouling	Ultra L1 / Mikro L2
21.01.2009	In-situ-Reinigung auf Biofouling	Mikro L2
26.02.2009	Ex-situ-Reinigung auf Biofouling	Ultra L1 / Mikro L2
23.07.2009	Ex-situ-Reinigung auf Biofouling und Scaling	Ultra L1 / Mikro L2
04.08.2009	Membrantausch	Ultra L1
28.09.2009	Ex-situ-Reinigung auf Biofouling	Ultra L1
01.10.2009	Ex-situ-Reinigung auf Biofouling	Ultra L1 und Permeatlinie L1
08.10.2009	Ausbau	Ultra L1
09.10.2009	Einbau	Mikro L1

Als Reinigungsstrategie wurde hauptsächlich die Beseitigung von Biofouling (mit Natriumhypochlorit NaOCl und Natronlauge NaOH) angewendet. Wobei der erste Reinigungstermin am 17.12.2008 für beide Membrantypen notwendig war. Der Grund war die Einfahrphase mit sehr instabilen Verhältnissen im Reaktor und einem dadurch resultierenden kolloidalen Fouling.

Am 21.01.2009 wurde versucht eine In-situ-Reinigung der Mikro L2 durchzuführen. Dazu wurde jedoch statt der geforderten Chemikalien (NaOCl mit NaOH) das für Mikroorganismen in

niedrigeren Konzentrationen weitaus weniger schädliche H_2O_2 (0,05%) benutzt. Die Spülung mit H_2O_2 zeigte jedoch keinen nachhaltigen Effekt, da sich schon nach kürzester Zeit wieder die alten Leistungsdaten bzgl. des Transmembrandrucks und Fluxes einstellten.

Durch die augenscheinliche Untersuchung während der ersten Membranreinigung am 17.12.2008 wurde bei der Ultra L1 bereits vor der ersten chemischen Reinigung ein Ablöseeffekt der Membranoberfläche (Polyethersulfon) an den Rändern der Membranplatten festgestellt (siehe Abbildung 15). Nach Rücksprache mit dem Hersteller, wäre bei Nachlassen der Trennleistung Schlamm/Wasser ein Garantietausch erforderlich. Die Ablöseerscheinungen verschlechterten sich augenscheinlich jedoch nicht. Es wurde anhand der mikrobiologischen Ergebnisse jedoch trotzdem entschieden, nach der dritten Reinigung am 23.07.2009 das vorhandene Membranmodul gegen ein neues, baugleiches auszutauschen. Dies geschah am 04.08.2009. Die darauf folgenden Reinigungen der Ultra L1 erfolgten wiederum wegen erhöhter mikrobiologischer Belastungen im Ablauf der Membranstufe. Am 09.10.2009 wurde aus diesen Gründen die vorhandene Ultrafiltration durch eine zweite Mikrofiltration (Mikro L1) ersetzt.



Abbildung 15 Ablöseerscheinungen an den Rändern der Membranplatten der Ultra L1 bei der zweiten Reinigung am 26.02.2009.

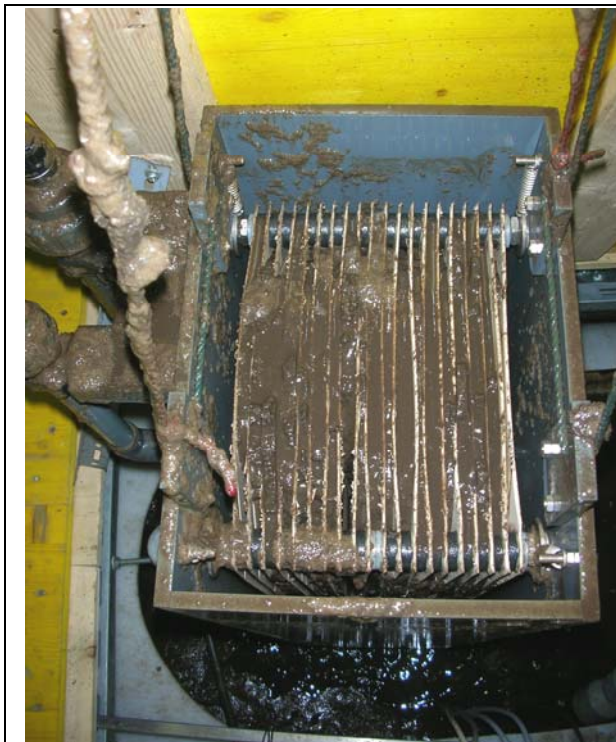
Die in Tabelle 5 dargestellte zweite Reinigung am 26.02.2009 wurde deswegen durchgeführt, weil sich die Anlage bis Mitte Februar 2009 in der Einfahrphase befand, und während dieser Phase Schwierigkeiten beim biologischen Abbau auftraten. Man wollte den Vollbetrieb mit gereinigten Membranen beginnen. Danach lief die Versuchsanlage ohne größere Probleme bis Versuchsende.

Die dritte Reinigung am 23.07.2009 wurde verfahrenstechnisch provoziert, um mögliche Veränderungen bei der Filtrationsleistung vor und nach einer Membranreinigung zu dokumentieren. Es wurden daher beide Membranen über einen Zeitraum von 2 Monaten, mit einer hohen Belastung betrieben. Das Resultat waren starke Verblockungen zwischen den Membranplatten, v.a. bei der Ultrafiltration L1. Zu diesem Zeitpunkt war im Belebungsbecken ein TS-Gehalt von ca. 15 g/l. In Abbildung 16 ist der Unterschied der Verblockungsanfälligkeit zwischen den verschiedenen Modultypen dargestellt. Durch die Starrheit der keramischen Platten kann sich anscheinend trotz erheblicher Überlastung der Membranen keine vollflächige Verblockung des Zwischenraums ausbilden. Der gegenteilige Effekt ist bei den „beweglichen“ Platten der Ultra L1 feststellbar. Durch das offensichtliche Nachrutschen des Filterkuchens nach unten, wurden einige Platten dermaßen verformt, dass es bei einigen sogar fast zu einer Berührung kam.

Der Arbeitsaufwand um den Filterkuchen zwischen den Platten ohne Zerstörung der Membranoberfläche zu entfernen war enorm, und wird in der Praxis ohne mechanische Zerstörung der Oberflächen nur schwer umzusetzen sein. Die starke Verblockung der Ultra L1 dürfte zwei Ursachen gehabt haben. Erstens der außerhalb des Einsatzbereichs liegende TS-

Gehalt von mehr als 15 g/l statt maximal 12 g/l laut Hersteller. Als zweiter Grund wurde eine nicht ausreichende Luftmenge über die CF-Belüfter zur Abreinigung des Filterkuchens identifiziert. Bei diesen Betriebsbedingungen fordert der Hersteller eine Beaufschlagung von ca. 100 Liter Luft pro Minute. Tatsächlich stand jedoch eine wesentlich geringere Luftmenge für die Abreinigung zur Verfügung. Der Grund lag in den zu dieser Zeit herrschenden Bedingungen im Belebungsbecken mit einem Redox-Wert im Minimum von über 50 mV. Die Anlage war wegen des hohen TS-Gehalts und der sehr niedrigen Permeatleistung nur schwer steuerbar.

Zusätzlich zur Reinigung gegen Biofouling erfolgte am 23.07.2009 eine zusätzliche Abreinigung auf Scaling (mit Zitronensäure $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$). Dies war das einzige Mal, dass eine Reinigung gegen Scaling durchgeführt wurde.



Ultra L1 kurz nach Herausheben aus dem Belebungsbecken.



Ultra L1: Fast alle Plattenzwischenräume sind mit Filterkuchen total verblockt.



Mikro L2 kurz nach Herausheben aus dem Belebungsbecken.



Mikro L2: Nur wenige Stellen mit Verblockungen zwischen den Membranplatten feststellbar.

Abbildung 16 Verblockungen an den Membranen bei der dritten Reinigung am 23.07.2009.

5 Durchführung der Versuche

5.1 Allgemeines

Der gesamte Betrachtungszeitraum für alle Untersuchungen war von Ende Oktober 2008 bis Mitte Februar 2010. Die entsprechende Einfahrphase dauerte bis Anfang/Mitte Februar 2009. Der anschließende Vollbetrieb der Versuchsanlage mit stabilen Reinigungsergebnissen bis Mitte Februar 2010, also 12 Monate.

Die Proben für die **chemischen Untersuchungen** wurden als Schöpfproben aus dem Vorlagetank und dem Reaktor gezogen. Die Probenahme im Vorlagetank (= Zulauf) wurde während der Befüllungszeit t_F des Reaktors mit frischem Abwasser durchgeführt. Die Probenahme für die Schlammuntersuchungen wurden während einer Belüftungsphase des Reaktors zirka in der Mitte der zu erwartenden Filtrationsdauer $t_{P(AE)}$ gezogen. Die gemessene Trockensubstanz wurde für die nachfolgenden Interpretationen immer auf einen vollgefüllten Reaktor mit $3,2 \text{ m}^3$ bezogen. Die Ablaufproben wurden nach der Permeatpumpe als Mischprobe oder Stichprobe gezogen.

Bei der **mikrobiologischen Standardbeprobung** (Monitoringprogramm) wurden Proben von „BB mittig“ (seitlicher Probenahmeahn auf halber Höhe des Reaktors) sowie „Linie 1“ und „Linie 2“ (Filtratablauf nach der jeweiligen Permeatpumpe) gezogen.

Während der **mikrobiologischen Intensivbeprobung** mit Zudosierung der Testorganismen wurden Proben an fünf Probenahmestellen gezogen. Diese waren: „BB oben“ (Reaktor von oben mittels Schöpfprobe), „BB mittig“ (seitlicher Probenahmeahn auf halber Höhe des Reaktors) und „BB unten“ (unterer Probenahmeahn, Bodenablauf des Reaktors) sowie „Linie 1“ und „Linie 2“ (Filtratablauf nach der jeweiligen Permeatpumpe).

An diesen fünf Probenahmestellen wurden an jedem Versuchstag vor Zugabe der Testorganismen Nullproben (Untersuchungsserie A) zu Kontrollzwecken entnommen. Nach Zugabe der Testorganismen in den Reaktor wurde das Becken 45 Minuten lang mit Hilfe der Beckenbelüftungseinrichtung durchmischt. Danach wurden für jede der drei Untersuchungsserien (Untersuchungsserien B, C, D) an den genannten fünf Probenahmestellen Proben gezogen. Die Untersuchungsserien wurden über den Filtrationszyklus verteilt und die Proben während der Filtrationszyklen, z.B. 2., 4. und 6. Subzyklus, gezogen.

Es wurde angestrebt, die Proben für das Modul „**Akut toxische und gentoxische Effekte**“ zu ähnlichen Zeiten wie für das mikrobiologische Untersuchungsprogramm zu entnehmen. Aufgrund der Komplexität der Untersuchungen konnte jedoch nicht an allen Terminen gleichzeitig beprobt werden.

5.2 Chemisches Begleitprogramm

Es wurde zu Beginn der Einfahrphase als Intensiv-Überwachung zwei Mal pro Woche Probenahmen vom Zulauf zum Belebungsbecken, Belebungsbeckeninhalt (Belebtschlamm) und von den beiden Abläufen durchgeführt. Nach einem Monat wurde das Probenahmeintervall auf einmal wöchentlich reduziert.

Anfang Februar 2009 wurde nach der Einfahrphase auf eine abwechselnde Intensiv-Überwachung (jede zweite Woche) und eine Routine-Überwachung (jede Woche) umgestellt.

Ab Anfang Mai 2009 wurde diese Überwachungsstrategie wiederum angepasst: Intensiv-Überwachung jede vierte Woche und Routine-Überwachung jede zweite Woche.

Dadurch wurden die zur Verfügung stehenden Ressourcen nicht übermäßig belastet, wobei jedoch die prinzipielle Überwachung der Reinigungsleistung der Versuchsanlage ausreichend genau durchgeführt werden konnte.

Die Proben wurden je nach Überwachungsstrategie auf folgende Parameter analysiert:

Abwasser (Zulauf / Ablauf): AFS, BSB₅, CSB, NH₄-N, NO₃-N, NO₂-N, TNb, PO₄-P, P_{ges}, TOC

Belebtschlamm: Trockensubstanz, Glühverlust, TNb, TOC

Aufgrund der sich verändernden Konzentrationen der chemischen Parameter im Ablauf der beiden Permeatlinien über die Filtrationsdauer wurden zu Beginn des Begleitprogramms verschiedenen Probenahmestrategien verfolgt:

Es wurden an jeder Permeatlinie Stichproben (nach der Permeatpumpe) und Mischproben aus dem jeweiligen Ablauftank am Ende der gesamten Filtrationsdauer miteinander verglichen. Das Ziel war die Bestimmung des Zeitpunktes einer Stichprobe, welche in den vorhandenen Konzentrationen denjenigen der Mischprobe über die gesamte Filtrationszeit entspricht. Es konnte nachgewiesen werden, dass eine Probenahme des Ablaufs in der Mitte der zu erwartenden Filtrationsdauer $t_{P(AE)}$ am besten die Charakteristik der Ablaufmischprobe wiedergibt. Dies ist auch in Kapitel 7.1.2 grafisch dargestellt.

Während des gesamten Versuchsprogramms wurde in unregelmäßigen Abständen von beiden Permeatlinien eine Ablaufprobe analysiert um die Gleichartigkeit der beiden Abläufe festzustellen. Die Membranen waren dabei immer gleichzeitig in Betrieb. Nach den Auswertungen wurde festgestellt, dass statistisch gesehen kein Unterschied zwischen den beiden Abläufen besteht. Die im Anhang abgebildeten grafischen Darstellungen beinhalten alle Analysenwerte, die folgenden statistischen Auswertungen jedoch nur die der Permeatlinie 1 (Hinweis: ab Versuchsbeginn bis zum 08.10.2009 war die Ultra L1, ab 09.10.2009 war die Mikro L1 im Einsatz).

5.3 Mikrobiologisches Versuchsprogramm

Es wurden zwei mikrobiologische Untersuchungsprogramme durchgeführt (siehe dazu auch Kapitel 5.1):

- mikrobiologisches Monitoringprogramm (Standarduntersuchungsprogramm)
- Intensivbeprobungen mit Zudosierungsversuchen von Testorganismen

5.3.1 Mikrobiologisches Monitoringprogramm

Im Zuge des mikrobiologischen Monitoringprogramms wurden folgende Parameter untersucht:

- *E. coli* (Chromocult-Agar, Colilert®-18, Quanti Tray)
- Coliforme Bakterien (Chromocult-Agar, Colilert®-18, Quanti Tray)
- Enterokokken (EN ISO 7899-2)
- Koloniezahl bei 22°C und bei 37°C (EN ISO 6222), R2A-Medium nach REASONER und GELDREICH, 1985 (ergänzend)
- Bestimmung des Wachstumspotentials für Koloniebildende Einheiten (ergänzend)

In Tabelle 6 sind als Übersicht alle Probenahmeterminale, die zugehörigen Probenahmestellen und die untersuchten Parameter des mikrobiologischen Monitoringprogramms angeführt.

Tabelle 6 Probenahmeterminale, Probenahmestellen und untersuchte Parameter des mikrobiologischen Monitoringprogramms.

Datum	TS	SZ	Probenahmestellen	untersuchte Parameter
19.11.2008	2,8	5.	BB oben, mittig, unten, UF L1, MF L2	KBE 22°C und 37°C, EC, CF, EK
03.02.2009	5,3	5.	BB oben, mittig, unten, UF L1, MF L2	EC, CF, EK
17.02.2009	6,8	5.	BB mittig, UF L1, MF L2	EC, CF, EK
03.03.2009	7,5	5.	BB mittig, UF L1, MF L2	EC, CF, EK
16.03.2009	8,6 *	5.	BB mittig, UF L1, MF L2	EK
18.03.2009	8,9 *	5.	BB mittig, UF L1, MF L2	EC, CF
23.03.2009	9,2 *	2., 8.	BB mittig, UF L1, MF L2	EK
24.03.2009	9,3	2., 8.	BB mittig, UF L1, MF L2	EC, CF
15.04.2009	10,1	2., 8.	BB mittig, MF L2	EK
16.04.2009	10,2 *	2., 8.	BB mittig, MF L2	EC, CF
27.04.2009	10,6 *	2., 8.	BB mittig, UF L1	EK
28.04.2009	10,7	2., 8.	BB mittig, UF L1	EC, CF
04.05.2009	12,0 *	5.	BB mittig, MF L2	EK
07.05.2009	12,2 *	5.	BB mittig, MF L2	EC, CF
12.05.2009	12,5	5.	BB mittig, UF L1	EK
14.05.2009	12,7 *	5.	BB mittig, UF L1	EC, CF
24.06.2009	13,9 *	5.	BB mittig, UF L1	EK
25.06.2009	14,1	5.	BB mittig, UF L1	EC, CF
29.06.2009	14,7 *	5.	BB mittig, MF L2	EK
30.06.2009	14,9	5.	BB mittig, MF L2	EC, CF
21.07.2009	14,5	5.	BB mittig, UF L1, MF L2	EC, CF, EK
28.07.2009	15,3	5.	BB mittig, UF L1, MF L2	EC, CF, EK
16.09.2009	17,7 *	5.	BB mittig, UF L1, MF L2	EK
17.09.2009	17,9 *	5.	BB mittig, UF L1, MF L2	EC, CF
06.10.2009	12,5	5.	BB mittig, UF L1, MF L2	EK
07.10.2009	12,6 *	5.	BB mittig, UF L1, MF L2	EC, CF
21.10.2009	14,0	5.	BB mittig, MF L1, MF L2	EK
22.10.2009	11,8 *	5.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
27.10.2009	12,5 *	5.	BB mittig, MF L1, MF L2	EK
28.10.2009	12,8 *	7.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
04.11.2009	14,5	5.	BB mittig, MF L1, MF L2	EK
05.11.2009	14,3 *	6.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
09.11.2009	14,0	8.	BB mittig, MF L1, MF L2	EK
10.11.2009	10,7	6.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
18.11.2009	11,6 *	5.	BB mittig, MF L1, MF L2	EK
19.11.2009	11,8 *	5.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
25.11.2009	12,5 *	7.	BB mittig, MF L1, MF L2	EK
26.11.2009	12,6 *	6.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
01.12.2009	12,5	5.	BB mittig, MF L1, MF L2	EK
02.12.2009	12,7 *	6.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
09.12.2009	14,7	6.	BB mittig, MF L1, MF L2	EK
10.12.2009	14,9 *	6.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
15.12.09 (10:50)	14,3 *	6.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
15.12.09 (15:30)	14,3 *	7.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
16.12.09 (10:05)	10,8	6.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
16.12.09 (14:50)	10,8	6.	BB mittig, MF L1, MF L2	EC, CF
01.02.2010	11,9 *	6.	BB mittig, MF L1, MF L2	EK
02.02.2010	12,0	7.	BB mittig, MF L1, MF L2	KBE 22°C und 37°C, EC, CF

* ... Wert interpoliert

Erklärung zu den Abkürzungen:

BB ... Belebungsbecken
TS ... Trockensubstanz (g/l)
SZ ... Subzyklus

EC ... *E. coli*
CF ... Coliforme
EK ... Enterokokken
KBE ... Koloniebildende Einheiten

UF L1 ... Ultrafiltration Linie 1
MF L1 ... Mikrofiltration Linie1
MF L2 ... Mikrofiltration Linie2

Zur Erhöhung der Aussagekraft wurden ab 17.02.2009 neben den herkömmlichen Volumina von 100 ml auch Probenmengen bis 5.000 ml in die Beobachtung mit einbezogen. Die Untersuchung noch größerer Volumina war aus methodischen Gründen (hohe Dichte von Begleitflora) sowie betriebstechnischen Ursachen (begrenzte Probemenge) nicht möglich. Da pro Untersuchungsdurchgang je Betriebszustand der Anlage nur ca. 12 Liter Permeat zur Verfügung standen musste so vorgegangen werden, dass jeweils an einem Tag die Parameter *E. coli* und Coliforme und an einem anderen Tag der Parameter Enterokokken untersucht wurden. Die für die Vergleichszwecke erforderlichen Untersuchungen des Belebungsbeckens fanden in jedem Fall statt.

Am 20.10.2008 erfolgten Vorversuche mit Reinwasser. Der Test diente dazu vor Beginn der eigentlichen Versuchsreihen festzustellen, ob die beiden Permeatlinien (Permeatpumpen, Rohre, etc.) ausreichend gereinigt/desinfiziert und somit frei von Fäkalbakterien waren.

Die Untersuchungsserien mit Abwasser begannen am 19.11.2008. Das Mikrofiltrationsmodul der Firma ItN Nanovation AG (Mikro L2) war während der gesamten Projektdauer in Betrieb, das Ultrafiltrationsmodul der Firma Microdyn Nadir (Ultra L1) befand sich von Ende Oktober 2008 bis 08.10.2009 in Betrieb. Da im Permeat der Ultra L1 wiederholt erhöhte Belastungen mit Fäkalbakterien festgestellt wurden, wurde das Modul durch ein Modul gleicher Bauart ersetzt. Da auch dieses keine zufrieden stellenden Ablaufwerte erbrachte, wurde an dessen Stelle ein zweites Mikrofiltrationsmodul (Mikro L1, Firma Kubota) in den Reaktor eingebracht. Ein Motiv für die Verwendung dieser Membran war die Vergleichsmöglichkeit von zwei Mikrofiltrationsmodulen mit unterschiedlicher Porenweite und Betriebsweise (wie in Kapitel 4.3 beschrieben, wird die Mikro L1 nicht rückgespült).

5.3.2 Mikrobiologisches online-Monitoring

Zusätzlich zum Standardmonitoringprogramm wurden im Zeitraum von 07.07.2009 bis 01.12.2009 Kontrollen der Abläufe mittels COLIGUARD® EC.hs *E. coli* Analyzer der Firma mbOnline GmbH durchgeführt. Dabei handelt es sich um ein Messgerät (Abbildung 17), welches online enzymatische/mikrobiologische Parameter detektiert. Manuelle Probenahmen sind dabei nicht erforderlich.



Abbildung 17 COLIGUARD® EC.hs Messgerät und Laptop mit Software; Komponenten im Gerät: der Reaktor mit Filterplatte und Verstelleinrichtung (liegt schräg von links unten nach rechts oben), rechter Hand die fluoreszenzoptische Messeinheit, darunter die Reagenzien und die Reinigungslösung

Messprinzip

Es werden je nach Fragestellung die Enzymaktivitäten der β -Glukuronidase und/oder der β -Galaktosidase detektiert, wobei keine Anzucht der in der Probe vorhandenen Mikroorganismen notwendig ist. Die Enzymaktivität wird als Zunahme der Fluoreszenz pro Zeit berechnet. Dabei handelt es sich um eine fluoreszenzoptische Messung des biochemischen Stoffumsatzes (fluorogenes Substrat: MUG = 4-Methyl-Umbelliferon- β -D-Glucuronid). Durch externe Kalibrierung mit Fluoreszenzfarbstoff kann die Enzymaktivität bestimmt und auf *E. coli*-Äquivalent umgerechnet werden. Eine Messung dauert in Summe ca. 75 Minuten. Die Steigung des Messsignals mittels linearer Regression wird 20 Minuten nach Äquilibrierung (Zugabe von Reagenzien und Temperierung des Mediums) ermittelt. Eine optionale Filtration ermöglicht es, Probenvolumina von 20 ml bis 3.000 ml zu untersuchen, wodurch die statistische Aussagekraft der Ergebnisse besonders bei geringen Gehalten an Bakterien deutlich verbessert wird.

Ablauf der Messung

Eine Messung wird mit einer Vorbereitungsprozedur gestartet (Initiation), bei der das System gespült und entlüftet wird. Danach erfolgt die Filtration bzw. die Befüllung des Reaktors mit Probe. Der Reaktor wird auf Inkubationstemperatur aufgeheizt, mit Reagenzien versehen und kontinuierlich gerührt. Die Messung wird gestartet und über ca. 75 min aufgenommen. Die Messdaten werden an einen zentralen Server übertragen (LAN, Internet, GPRS, u.ä.) und können von dort abgerufen werden.

Nach Beenden der Messung wird der Reaktorinhalt abgepumpt, das System gespült und eine Reinigung/Desinfektion aller internen Probenwege durchgeführt. Danach ist das System für eine neue Messung bereit. Es können bis zu 6 Messungen pro Tag durchgeführt werden, wodurch ein engmaschiges Monitoring ermöglicht wird.

5.3.3 Intensivbeprobungen mit Zudosierungsversuchen von Testorganismen

5.3.3.1 Testorganismen

Untersuchungen mit pathogenen Mikroorganismen sind im technischen Maßstab nur mit großem experimentellem Aufwand und dann nur unter hohen Sicherheitsvorkehrungen durchführbar. Aus diesem Grund hat es sich bewährt, anstelle von Krankheitserreger mikrobiologische Surrogate zu verwenden. Diese müssen Eigenschaften aufweisen, die jenen der in Frage stehenden pathogenen Mikroorganismen möglichst ähneln, um die Ergebnisse übertragen zu können. Im gegenständlichen Projekt wurden Bakteriensporen als Surrogate für Dauerformen von Protozoen und Bakteriophage MS2 als Vertreter für Viren eingesetzt.

Bakteriensporen

Es wurden Sporen von *Bacillus subtilis* (ATCC 6633) eingesetzt. Hierbei handelt es sich um Endosporen mit einer Länge von 1,5 μm und einer Breite von 0,5 μm .

Aufgrund ihrer hohen Stabilität gegenüber Umweltfaktoren und technischen Aufbereitungsmaßnahmen stellen Bakteriensporen gut geeignete Surrogate für Dauerformen von Protozoen (z.B. Zysten von *Giardia lamblia* oder Oozysten von *Cryptosporidium parvum*) dar.

Die Sporenproduktion erfolgte in einer Flüssiganreicherungskultur (SOMMER und CABAJ, 1993). Eine elektronenmikroskopische Aufnahme der verwendeten Bakteriensporen ist in Abbildung 18 zu sehen.

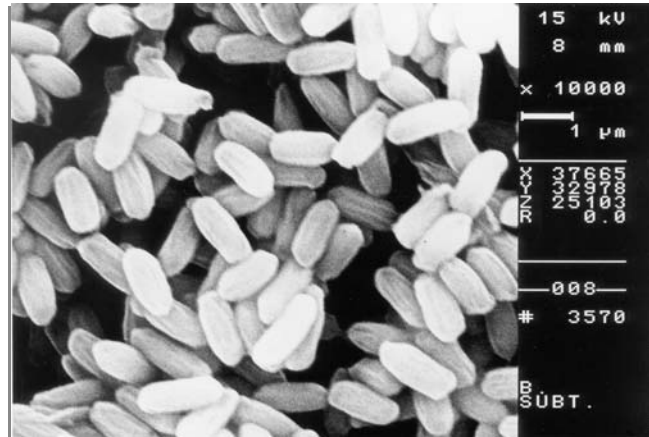


Abbildung 18 Elektronenmikroskopische Aufnahme der verwendeten Bakteriensporen (*Bacillus subtilis* ATCC 6644).

Für die quantitative Bestimmung der Konzentration der Bakteriensporen wurden die Wasserproben vor der Aufarbeitung pasteurisiert ($60 \pm 2^\circ\text{C}$, 15 ± 1 min), um die vegetativen Bakterien zu inaktivieren und nur die Bakteriensporen zu erfassen. Die Kultivierung der Bakteriensporen erfolgte unter Verwendung von Plate Count Agar (Merck 1.05463) mittels Plattenguss- und Membranfiltrationsverfahren. Die Inkubationsbedingungen waren $36 \pm 2^\circ\text{C}$ für 44 ± 4 h.

Anschließend wurde die Anzahl koloniebildender Einheiten (KBE) ermittelt und die log Konzentration auf das Bezugsvolumen von 100 ml berechnet. Alle Proben wurden im 3-fach Ansatz bestimmt. In Abbildung 19 sind die koloniebildenden Einheiten dieser Methode auf Plate-Count-Agar zu sehen. Die für diese Methode ermittelte Messunsicherheit (2-fach Standardabweichung unter Reproduzierbedingungen) betrug $\log 0,15$ KBE.

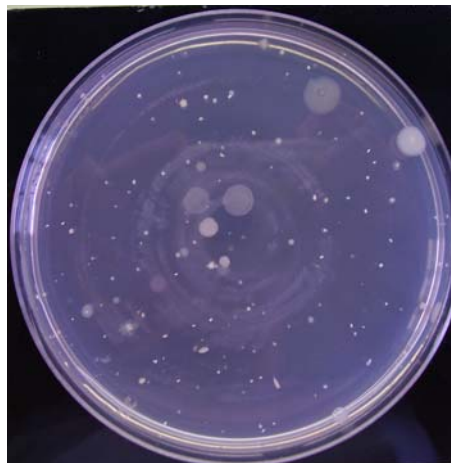


Abbildung 19 Koloniebildende Einheiten der Bakteriensporen nach Kultivierung auf Plate-Count-Agar.

Testvirus

Als Testvirus wurde der Bakteriophage MS2 (NCTC 12487) eingesetzt. Hierbei handelt sich um einen Vertreter der Familie der Leviviridae und er weist eine ikosaedrische Form mit einem Durchmesser von ca. 27 nm auf. MS2 besitzt eine einsträngige RNA und infiziert Stämme von *Escherichia coli* und *Salmonella typhimurium*, die über F-Pili verfügen. In seiner Form und seinem Aufbau ähnelt MS2 humanpathogenen Viren, wie z.B. Poliovirus, und wird daher häufig als Surrogat für pathogene, enterale Viren eingesetzt.

Die Propagation des Testvirus erfolgte in Flüssigkultur mit dem Wirtstamm *Escherichia coli* NCTC 12486, wie in ISO 10705-1 beschrieben (International Standards Institute, 1995). Eine elektronenmikroskopische Aufnahme des Virus ist in Abbildung 20 zu sehen.

Für die quantitative Bestimmung der Konzentration des Testvirus wurde der Wirtstamm *Escherichia coli* NCTC 12486 verwendet. Die Bestimmung der Plaque bildenden Einheiten (PFU) erfolgte mit der double layer Technik gemäß ISO 10705-1 (International Standards Institute, 1995). Die Inkubationsbedingungen waren 36 ± 2 °C für 18 ± 2 h.

Anschließend wurden die Anzahlen Plaque bildender Einheiten (PFU) ermittelt und die log Konzentration auf das Bezugsvolumen von 1 ml berechnet. Alle Proben wurden im 3-fach Ansatz bestimmt. In Abbildung 21 sind die Plaque bildende Einheiten (PFU) von MS2 auf der Wirtszelle *Escherichia coli* NCTC 12486 zu sehen. Die für diese Methode ermittelte Messunsicherheit betrug log 0,29.

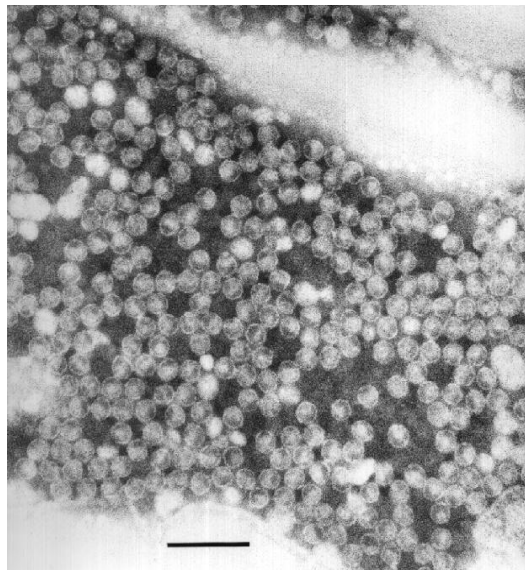


Abbildung 20 Elektronenmikroskopische Aufnahme des verwendeten Testvirus (Bakteriophage MS2). Der Balken stellt 100 nm dar.

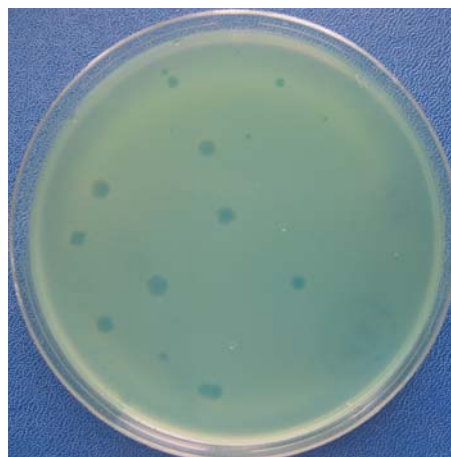


Abbildung 21 Plaque bildende Einheiten (PFU) des Testvirus (Bakteriophage MS2) auf einem Layer der Wirtszelle *Escherichia coli* NCTC 12486

5.3.3.2 Versuchsdurchführung

Die ersten Untersuchungsserien der mikrobiologischen Zudosierungsversuche erfolgten am 20.10.2008 in Reinwasser und kurz nach dem Beimpfen am 19.11.2008 in Belebtschlamm (TS 2,8 g/l). Im weiteren Versuchsprogramm fanden Intensivbeprobungen mit Zudosierung am 03.02.2009, 15.04.2009, 21.07.2009, 28.07.2009 und 02.02.2009 statt.

Die Zugabemenge des Testvirus (Bakteriophage MS2) betrug ca. $3,0 \times 10^{12}$ und jene der Bakteriensporen $3,0 \times 10^{11}$, um Ausgangskonzentrationen im Abwasser von ca. $1,0 \times 10^6$ /ml für das Testvirus und ca. $1,0 \times 10^7$ /ml für die Bakteriensporen zu erreichen.

20.10.2008: Reinwasser (Leitungswasser)

Dieser Test diente zur Festlegung des Procedere für die nachfolgenden Versuchsdurchführungen im Belebtschlamm. Vor der Zugabe der Testorganismen wurden Nullproben von BB oben, BB seitlich, BB unten, Linie 1 und Linie 2 gezogen (Serie A). Danach wurden die Testorganismen in den Reaktor eingebracht, und das Becken 45 Minuten lang durchmischt. Nach der Durchmischung wurden an den 5 Probenahmestellen wieder Proben gezogen. Es wurden insgesamt 7 Subzyklen abgearbeitet. Die Proben wurden während des 2., 4. und 6. Subzyklus 4 Minuten nach dem Start des Subzyklus gezogen (Serien B, C, D).

19.11.2008: Abwasser, TS 2,8 g/l

Probenahme Nullprobe (Serie A); Zudosierung der Testorganismen und für 45 Minuten das BB durchmischen; Probenahme Versuchsprobe: Proben vom BB und nach dem 2., 5. und 9. Subzyklus (Serien B, C, D).

03.02.2009: Abwasser, TS 5,3 g/l

Probenahme Nullprobe (Serie A); Zudosierung der Testorganismen und für 45 Minuten das BB durchmischen; Probenahme Versuchsprobe: Proben vom BB und nach dem 2., 5. und 9. Subzyklus (Serien B, C, D).

15.04.2009: Abwasser, TS 10,1 g/l

Probenahme Nullprobe (Serie A); Zudosierung der Testorganismen und für 45 Minuten das BB durchmischen. Probenahme Versuchsprobe: Proben vom BB und nach dem 2., 5. und 9. Subzyklus (Serien B, C, D).

21.07.2009: Abwasser, TS 14,5 g/l

Probenahme Nullprobe (Serie A); Danach Zudosierung der Testorganismen und für 45 Minuten das BB durchmischen; Probenahme Versuchsprobe: Proben vom BB und nach dem 2., 4. und 7. Subzyklus (Serien B, C, D). Nach der Probenahme des 2. Subzyklus (Serie B) war eine Änderung der Filtrationsmenge notwendig, weil Ultra L1 zu stark verblockt war.

28.07.2009: Abwasser, TS 15,3 g/l

Probenahme Nullprobe (Serie A); Danach Zudosierung der Testorganismen und für 45 Minuten das BB durchmischen; Probenahme Versuchsprobe: Proben vom BB und nach dem 2., 4. und 7. Subzyklus (Serien B, C, D).

02.02.2010: Abwasser, TS 12,0 g/l

Probenahme Nullprobe (Serie A): während eines ganz normalen Reinigungszyklus im BB, und von den Ablauflinien während des 9. Subzyklus. Nach Wiederbefüllung des BB und der Wartezeit von 60 Minuten erfolgte die Zudosierung der Testorganismen und danach eine Durchmischung des BB für 45 Minuten. Probenahme Versuchsprobe: Proben vom BB und nach dem 2., 6. und 12. Subzyklus (Serien B, C, D).

5.4 Modul „Akut toxische und gentoxische Effekte“

Es sollte im gegenständlichen Projektteil gezeigt werden, welche Membrantypen oder Filtertechniken besonders effektiv sind, und weiters ob die Menge an Trockensubstanz im Belebungsbecken bzw. das Alter der Membranen die Entfernung von mutagenen Schadstoffen beeinflussen. Neben der Ermittlung der gentoxischen Effekte wurden in allen Experimenten auch akut toxische Effekte der untersuchten Wässer ermittelt.

Als Indikationsverfahren wurden zwei Methoden eingesetzt, die in der Ökogenotoxizitätsforschung weit verbreitet sind, nämlich *Salmonella*/Mikrosomentest nach MARON und AMES (1984) mit *Salmonella typhimurium* Stämme, sowie der Einzelzellgelelektrophorettest (SCGE) nach SINGH et al. (1988) mit primären Rattenleberzellen.

Die Gesamtuntersuchungen bestanden aus mehreren Teilerperimenten. Im ersten Teil wurden zunächst Voruntersuchungen durchgeführt, um die angewendeten Verfahren zu optimieren bzw. um Abwasserproben zu identifizieren mit denen aussagekräftige Ergebnisse zu erwarten waren. Dazu wurden Vorversuche mit unverdünntem Kommunalabwasser und WC-Abwasser durchgeführt. In den nachfolgenden Hauptuntersuchungen wurde untersucht, inwieweit die oben definierten Parameter der Versuchsanlage (Alter der Membranen, Typ, Porengröße der Membranen etc.) die Ergebnisse beeinflussen.

Während des Vollbetriebs von Anfang/Mitte Februar 2009 bis Mitte Februar 2010 wurden insgesamt fünf Probeserien gezogen (03.02.2009, 21.07.2009, 28.07.2009, 19.01.2010 und 05.02.2010).

5.4.1 Comet Assay

5.4.1.1 Prinzipien und Durchführung

Der Einzelzellgelelektrophorettest (SCGE oder Comet Assay) beruht auf dem Nachweis der Migration von DNA in einem elektrischen Feld (SINGH et al., 1988). Diese Methode wird zunehmend eingesetzt, um Substanzen auf gentoxische Aktivität in Säuger- und Humanzellen zu prüfen (TICE et al., (2000)). In den vorliegenden Experimenten wurden die Untersuchungen mit primären Rattenhepatozyten durchgeführt, da diese Zellen eine Enzymausstattung besitzen, die der *in vivo* Situation relativ ähnlich ist (THRUMAN und KAUFFMAN, 1980).

Im Gegensatz dazu besitzen andere stabile Säugerzelllinien, die derzeit in der genetischen Toxikologie eingesetzt werden, keine fremdstoffmetabolisierenden Enzyme, die die Aktivierung von DNA reaktiven Kanzerogenen katalysieren. Daher müssen bei derartigen Tests Enzymhomogenate zugesetzt werden, die jedoch die Verstoffwechslung nur unvollständig reflektieren (KNASMULLER et al., 2004; KNASMULLER et al., 2001; MAJER et al., 2004). Die Experimente wurden unmittelbar nach der Probennahme durchgeführt.

Tabelle 7 Herkunft der Chemikalien und Medien für Comet Assay.

Chemikalien	Abkürzung	Firma
Agarose mit niedrigem Schmelzpunkt	LMP Agarose	Invitrogen Life Technologies Paisley, Scotland
Agarose mit normalem Schmelzpunkt	NMP Agarose	Invitrogen Life Technologies Paisley, Scotland
2-Amino-2-(hydroxy-methyl)-1.3 propandiol	Tris	Sigma, St. Louis, USA
Ethidiumbromid	EtBr	Sigma, St. Louis, USA
t-Octylphenoxy-polyethoxyethanol	Triton X-100	Sigma, St. Louis, USA
Dimethylsulfoxid	DMSO	Merck, Darmstadt, Deutschland
Trypanblau		Sigma, St. Louis, USA
Natriumchlorid	NaCl	Merck, Darmstadt, Deutschland
Minimum Essential Medium Eagle	MEM	Sigma St. Louis, USA
Natriumhydrogencarbonat	NaHCO ₃	Merck, Darmstadt, Deutschland
Kaliumchlorid	KCl	Sigma, St. Louis, USA
N-2-Hydroxyethylpiperazine-N'-2-ethansulfonic acid	Hepes	Sigma St. Louis, USA
Kollagenase typ IV		Sigma St. Louis, USA
Glucose	C ₆ H ₁₂ O ₆	Merck, Darmstadt, Deutschland
Benzalkoniumchlorid	BAC (CAS-Nr. 8001-45-5)	Sigma St. Louis, USA

5.4.1.2 Versuchstiere

Für die Herstellung der Hepatozytensuspensionen wurden männliche OFH Ratten (200-250 g) verwendet. Die Tiere wurden von der Abteilung für biomedizinische Forschung in Himberg (NO) bezogen und unter Standardbedingungen (Makrolon Käfige Typ II, 12 Stunden hell-dunkel Rhythmus, 23±3°C) am Institut für Krebsforschung (Tierlabor) gehalten und mit Standardfutter (ssniff R/M-H) gefüttert. 24 Stunden vor Herstellung der Zellsuspensionen wurden die Tiere nüchtern gesetzt, erhielten jedoch weiterhin Wasser *ad libitum*.

5.4.1.3 Durchführung der Comet Assays mit primären Rattenhepatozyten

Die Leberzellen wurden mittels zweistufiger Kollagenperfusion isoliert (SEGELN, 1976) und in Minimal Essential Medium (MEM) von Sigma (St Louis, USA) und NaHCO₃ von Merck (Darmstadt, Deutschland) aufgenommen. BAC (St Louis, USA) wurde im Wasser (Proben aus Vorlagetank VLT und Belebungsbecken BB) gelöst und nachfolgend mit Hepatozyten und Medium inkubiert (60 Minuten bei 37°C).

Unmittelbar nach der Perfusion wurde die Vitalität der Zellen mit dem Trypanblau-Ausschlußverfahren bestimmt (LINDL und BAUER, 1994). Die Hepatozyten wurden in Falconröhrchen aufgenommen (250-300 µl pro Röhrchen) und 60 Minuten bei 37°C mit den Wasserproben inkubiert. Nachfolgend wurden die Zellen mit Phosphatpuffer (PBS) gewaschen. Von der Zellsuspension wurden 20 µl zur Bestimmung der Vitalität verwendet. Die restlichen Zellen wurden erneut zentrifugiert, in 100 µl Low Melting Point Agarose (Invitrogen Life Technologies, Paisley, Schottland) aufgenommen, und auf agarose-beschichtete Objektträger aufgetragen. Lyse, Elektrophorese (20min., bei 4°C, 25V, 300 mA) und Färbung der Zellen mit Ethidiumbromid wurden nach Singh et al. (1988) durchgeführt und die Kometenbildung mit einem Fluoreszenzmikroskop (Nikon 27012, Quecksilberdampfampe Osram HB10101AF, Grünfilter 520 nm, Objektiv Nikon Plan Flur 10X Vergrößerung) mittels computergestütztem Analysesystem (Perspective Instruments, UK) ausgewertet. Pro Messpunkt wurden 3 Kulturen behandelt, pro Kultur wurden 3 Objektträger hergestellt und pro Objektträger wurden 50 Zellen ausgewertet. Als

Endpunkte wurde die Kometenintensität (% DNA im Tail) bestimmt. Die Auswertung der Experimente erfolgte entsprechend der internationalen Richtlinien von TICE et al. (2000).

5.4.1.4 Statistische Auswertung

Von allen Parallelansätzen wurden die Mittelwerte und Standardabweichungen berechnet. Mittels One-way ANOVA und *t*-Tests wurden die statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den Kontrollen (Medium mit Hepatozyten) und den Werten der einzelnen Wasserproben berechnet.

P-Werte $\leq 0,05$ wurden als signifikant betrachtet. Mit * markierte Balken und Werte Im Folgenden geben statistische Signifikanz an.

5.4.2 Ames Test

5.4.2.1 Prinzipien und Durchführung des Salmonella/Mikrosomen Test

Der *Salmonella*/Mikrosomen Test basiert auf der Detektion von Mutationen in *Salmonella typhimurium* Stämmen und wurde in den siebziger Jahren von B. Ames entwickelt. Durch DNA-Veränderungen in diversen Zielgenen werden Rückmutationen ausgelöst, die zu Histidinauxotrophie führen. Derartige Mutanten können auf Selektivmedienplatten, die kein Histidin enthalten, als Kolonien detektiert werden.

Dieser Test ist das derzeit für routinemäßige Substanzprüfung am häufigsten eingesetzte Verfahren und es liegen Daten aus mehr als 8000 Einzelsubstanzenprüfungen vor. Der „Ames-Test“ wird auch sehr häufig für die Untersuchung von Wässern eingesetzt, sodass eine breite Datenbasis vorliegt und Vergleiche mit früheren Studien möglich sind (US EPA, 1994). Bei den Untersuchungen von Oberflächen- und Grundwasser kommen vor allem 2 Stämme zum Einsatz nämlich TA100 (*hisG46*) der auf Basenaustausch anspricht, sowie TA98 (*hisD3052*), der Leserasterverschiebungen detektiert. Zusätzlich wurden Experimente mit dem Stamm YG1024 durchgeführt. Dieser Stamm ist ein Derivat von TA98 und besitzt eine erhöhte N-Acetyltransferase Aktivität. Dies bewirkt, dass dieser auf mehrfach substituierte nitroaromatische Verbindungen und heterozyklische aromatische Verbindungen (HAs) mit höherer Sensitivität anspricht. Dieser Stamm wurde zusätzlich eingesetzt, da vermutet wurde, dass diese Substanzen in den Abwässern enthalten sind.

Im Rahmen des Projektes wurden verschiedene Testreihen durchgeführt in denen die nativen Wässer (ohne Anreicherung) untersucht wurden, zusätzlich wurden Experimentserien realisiert in denen Konzentrationsverfahren zur Anwendung kamen, nämlich schonende Anreicherung mittels Rotavapor, Säulenreicherung mit anschließender Eluierung und Anreicherung mittels „Blue Cotton“.

Die Auswertung der Experimente erfolgte nach der Zweifachregel (KIRKLAND, 1990).

Tabelle 8 Herkunft der Chemikalien und Medien für Ames Test.

Chemikalien	Abkürzung	Firma
Dimethylsulfoxid	DMSO	Merck, Darmstadt, Deutschland
Bacto Agar	--	BD, Ontario, Canada
Nutrient broth II	--	Oxoid, Hampshire, England
Zitronensäure	--	Sigma, St. Louis, USA
Natriumphosphat	Na ₂ HPO ₄	Merck, Darmstadt, Deutschland
Natriumamoniumphosphat	NaNH ₄ HPO ₄	Merck, Darmstadt, Deutschland
Kaliumphosphat	K ₂ HPO ₄	Merck, Darmstadt, Deutschland
Magnesiumsulfat	MgSO ₄ ·7H ₂ O ₂	Merck, Darmstadt, Deutschland
S9-Mix	--	MP Biomedicals LLC, Ohio, USA
β-Nicotinamid Adenin dinucleotid Phosphat Natriumhydrat	β-NADPH	Sigma, St. Louis, USA
L-Histidin	--	Sigma, St. Louis, USA
d-Biotin	--	Sigma, St. Louis, USA
Tetracyclin	--	Sigma, St. Louis, USA
Ampicilin	--	Sigma, St. Louis, USA
Glucose	C ₆ H ₁₂ O ₆	Merck, Darmstadt, Deutschland
Natriumchlorid	NaCl	Sigma, St. Louis, USA
Natriumazid	NaN ₃	Sigma, St. Louis, USA
2,4,7-Trinitro-9-Fluorenol	TNF	Sigma, St. Louis, USA
2-Aminoanthracen	2AA	Sigma, St. Louis, USA
Ethylacetat	C ₄ H ₈ O ₂	Merck, Darmstadt, Deutschland
Methanol	CH ₄ O	Merck, Darmstadt, Deutschland
Methylenchlorid	CH ₂ CL ₂	Merck, Darmstadt, Deutschland
2-Amino-1-methyl-6-phenylimidazo[4,5-b]Pyridin	Phip	Nard Institute, Amagasaki, Japan

5.4.2.2 Bakterienstämme

Für die Untersuchungen wurden die Stämme TA 98, TA 100 und YG 1024 jeweils mit und ohne S9 eingesetzt. Diese Stämme stammen von Tamara Grummt (Umweltbundesamt Bad Elster, Deutschland). Die Übernachtskulturen wurden aliquotiert und in PBS mit 5% DMSO in flüssigem Stickstoff tiefgefroren. Vor Durchführung der Experimente wurden die Stämme auf Stammplatten kultiviert.

Die Stammplatten wurden zur Herstellung der Übernachtskulturen verwendet, im Kühlschrank gelagert und alle 6 Wochen erneuert. Die Prüfung der Stämme auf genetische Identität (Δuvr , *rfa*, *pKM101*) erfolgte wie von MARON und AMES (1984) beschrieben. S9-Leberhomogenat von Arochlor 1254 induzierten *Sprague Dawley* Ratten wurde von MP Biomedicals (LLC, Ohio, USA) gekauft. Als Positivkontrollen wurden für die Bakterientests die in Tabelle 9 angeführten Substanzen eingesetzt:

Tabelle 9 Positivkontrollen für Ames Test^{a,1}.

Stamm	Positivkontrolle ^a	Konzentration / Platte
TA 98 ohne S9	TNF	0,1 µg / Petrischale
TA 100 ohne S9	NaN ₃	1,5 µg/Petrischale
YG 1024 ohne S9	TNF	0,1 µg/Petrischale
TA 98 mit S9	PhiP	2,5 µg/Petrischale
TA 100 mit S9	2AA	2,0 µg/Petrischale
YG 1024 mit S9	2AA	2,0 µg/Petrischale

^a ... Positivkontrolle: TNF (2,4,7-Trinitro-9-Fluorenol), NaN₃ (Natriumazid), 2AA (2-Aminoanthracen),
Phip (2-Amino-1-methyl-6-phenylimidazo[4,5-b]Pyridin).

¹ ... nach UKEMS (KIRKLAND, 1990).

5.4.2.3 Durchgeführte Testreihen

Wasserproben der Versuchsanlage

Die Experimente wurden entsprechend dem Protokoll vom MARON und AMES (1984) als Platteninkorporation Tests durchgeführt. Von Übernachtskulturen, die sich in der stationären Wachstumsphase befanden wurden 0,2 ml ($1-4 \cdot 10^8$ Zellen) mit unterschiedlichen Mengen des Testwassers (100-500 μ l), 0,5 ml PBS und 2,0 ml Top-Agar auf Selektivagarplatten aufgebracht und diese 2 Tage in Dunkelheit bei 37°C inkubiert. Nachfolgend wurde die Zahl der his⁺ Revertanten durch manuelle Zählung ermittelt.

In den Experimenten mit metabolischer Aktivierung wurde die gepufferte Kochsalzlösung durch aliquote Mengen S-9 mix (0,5 ml/Platte) ersetzt. Pro Messpunkt wurden drei Platten hergestellt. In allen Experimenten wurden Positivkontrollen mitgeführt. S-9 wurde sowohl entsprechend dem Standard Protokoll als auch in konzentrierter Form zubereitet (Details siehe MARON und AMES, 1984).

Vakuumdestillation-angereicherte Proben (03.02.2009)

Die Untersuchungen wurden in identer Weise durchgeführt, wie die Tests mit nichtangereicherten Proben. Die Abwässer wurden mittels Rotavapor (Buchi, Schweiz, 45 °C, 4000 rpm) 4- und 8-fach angereichert. Die angereicherten Proben wurden nachfolgend direkt in den Bakterientests untersucht.

Säulenangereicherte Proben (10.01.2008, 16.01.2008, 28.01.2008 und 29.01.2008)

Die Konzentration der Wasserproben erfolgte entsprechend dem Protokoll von PETALA et al. (2008) mit geringfügigen Modifikationen. Insgesamt wurden 8 Liter der nativen Proben für 25 min mit 4000 rpm zentrifugiert. Nachfolgend wurden die Überstände gefiltert (0,45 μ m, VWR, Austria). Entsprechend der standardisierten Prozedur nach US-EPA (1994) wurden die Wasserproben mit 6 N HCl angesäuert (pH 2,0), und nachfolgend mit C18 Säulen (Sep-pak tC18, Env. Cartridges, Waters, 0,9 g/Säule) angereichert. Die Säulen wurden mit organischen Lösungsmitteln in der Reihenfolge 5 ml Ethylacetat, 10 ml Methanol und 10 ml aqua dest. prä-aktiviert. Nachfolgend wurden jeweils 2 Liter Wasser pro Säule mit einer konstanten Durchflussrate von 5 ml/min durchgeleitet. Die Säulen wurden mit 5 ml Ethylacetat eluiert, gefolgt von 5 ml Methylenchlorid und 5 ml Methanol. Die Eluate wurden mittels Rotavapor (Buchi, Schweiz) aufkonzentriert (38°C, 120 rpm) und in DMSO aufgenommen (finales Volumen 6,0 ml).

„Blue Cotton“-angereicherte Proben (05.02.2010)

Dieses Verfahren wurde in den 1980er Jahren von SAKAMOTO und HAYATSU (1990) entwickelt, und beruht auf der Adsorption von planaren Verbindungen wie Nitroaromaten, heterozyklischen aromatischen Aminen und polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen an einem kupferhaltigen Phthalozyaninkomplex. Diese Methode wurde sehr erfolgreich bei Wasseruntersuchungen eingesetzt (SAKAMOTO und HAYATSU, 1990; KATAOKA et al., 2000), und wurde hier verwendet, da anzunehmen war, dass die getesteten Wässer (eine Mischung aus Kommunalabwasser und WC-Abwasser) Verbindungen enthalten die sich an „Blue Cotton“ binden.

Die Durchführung der Anreicherung erfolgte wie von HAYATSU et al. (1989) beschrieben. Dazu wurden Netze mit „Blue Cotton“ (Funakoschi Chemicals, Tokyo) gefüllt (0,5 g/Netz) und für 48 Stunden im Belebungsbecken und den beiden Permeatablauftanks exponiert. Nachfolgend wurden sie mit destilliertem Wasser gewaschen, getrocknet, und mit 50:1 Methanol/Ammoniak eluiert. Nach Verdampfung des Lösungsmittels im Rotavapor (bei 25 °C) wurden die Rückstände in DMSO gelöst und in den Bakterientests untersucht.

6 Ergebnisse

6.1 Chemische Untersuchungen

6.1.1 Stickstoffparameter

Es wurden die Parameter TNb, NH₄-N, NO₃-N und NO₂-N analysiert. Im Kapitel 14.1 im Anhang sind in Abbildung 72 bis Abbildung 75 die Ergebnisse der Untersuchungen grafisch dargestellt. Die dargestellte Ammoniumablaufspitze von 16 mg/l NH₄-N ist auf einen unplanmäßigen Beschickungsstillstand während der Weihnachtsfeiertage 2008/2009 zurückzuführen. Nachdem die Anlage wieder ordnungsgemäß beschickt wurde, waren auch die Ammonium-Ablaufwerte wieder erwartungsgemäß niedrig. Während des Vollbetriebs konnte durch eine Optimierung des Anlagenbetriebs sogar eine weitgehende Denitrifikation erreicht werden.

Hinweis zum Parameter TNb: Es wurde zu Beginn der Versuche entschieden den Parameter TNb (Total Nitrogen bonded) zu messen. Aus der Literatur ist bekannt, dass der Parameter TNb für viele Beurteilungen herangezogen werden kann, soweit die Summe aller N-Spezies für die Beurteilung relevant ist. Man kann diesen Parameter aber nicht heranziehen um einen (v.a. geringen) Anteil an N_{org} daraus abzuleiten, vor allem wenn der Hauptanteil vom Gesamtstickstoff in der Probe als NO₃-N vorliegt. Der Grund ist die Art der Kalibration des Messverfahrens.

$TNb = NH_4-N + NO_3-N + NO_2-N + N_{org}$ (praktisch alle N-Formen, außer elementarer N)

Hinweis zum Parameter NO₂-N: Da die Bestimmung des Parameters NO₂-N bis zum 31.03.2009 von 20 Analysen nur 3 Mal geringfügig über der Bestimmungsgrenze von 0,04 mg/l lag, ist diese Fraktion für die Bilanzierung nicht relevant. Dieser Parameter wurde danach nur noch stichprobenartig analysiert.

Die statistischen Kennzahlen in Tabelle 10 zeigen über den gesamten Versuchszeitraum eine sehr konstante Zulaufkonzentration im Median für alle Parameter. In Tabelle 11 ist die Ablaufkonzentration von NO₃-N während des Vollbetriebs mit nur rund 12,8 mg/l im Median zu sehen. Die NH₄-N Ablaufkonzentration ist mit 2,0 mg/l im Median ebenfalls sehr gut, obwohl sich durch die regelmäßigen Schlammprobenentnahmen ab 25.09.2009 die Reinigungsleistung etwas verschlechterte. Dies ist auch in Abbildung 72 und Abbildung 73 im Anhang zu sehen.

Die Eliminationsleistungen lagen über die gesamte Versuchsdauer beim Parameter NH₄-N bei 97,1% (Median, n=37) und bei TNb bei 73,7% (Median, n=32). Betrachtet man nur den Vollbetrieb ohne die Einfahrphase so lagen die Eliminationsleistungen bei 97,8% (Median, n=21) bzw. 84,2% (Median, n=18) für NH₄-N bzw. TNb.

Wie schon im Kapitel 4.4 beschrieben wurden die nach ÖNORM B 2502-1 (2007) geforderten chemischen Reinigungsziele für Kleinkläranlagen bis 50 Einwohnerwerte eingehalten. Einzige Ausnahme war eine 2-malige Überschreitung des NH₄-N-Grenzwertes während der Einfahrphase.

Tabelle 10 Kennzahlen des Zulaufs für die Stickstoffparameter.

ZULAUF		Einfahrphase				Vollbetrieb			
		TNb	NH ₄ -N	NO ₃ -N	NO ₂ -N	TNb	NH ₄ -N	NO ₃ -N	NO ₂ -N
<i>n</i>	[-]	14	16	14 *	8	18	21	3 *	12
Median	[mg/l]	106	91	<0,10	0,04	114	82	<0,10	0,04
Mittelwert	[mg/l]	104	97	<0,10	0,04	120	84	<0,10	0,05
Stabw	[mg/l]	16	22	0,00	0,00	29	18	0,00	0,01
Max	[mg/l]	132	156	<0,10	0,05	185	116	<0,10	0,08
Min	[mg/l]	80	71	<0,10	0,04	82	45	<0,10	0,04

* ... alle Werte unter der Bestimmungsgrenze von 0,1 mg/l

Tabelle 11 Kennzahlen des Ablaufs für die Stickstoffparameter.

ABLAUF		Einfahrphase				Vollbetrieb			
		TNb	NH ₄ -N	NO ₃ -N	NO ₂ -N	TNb	NH ₄ -N	NO ₃ -N	NO ₂ -N
<i>n</i>	[-]	14	16	16	8	18	21	20	12
Median	[mg/l]	73,8	2,6	70,1	0,04	20,0	2,0	12,8	0,04
Mittelwert	[mg/l]	70,8	4,0	67,9	0,05	20,4	2,4	15,0	0,05
Stabw	[mg/l]	10,8	4,5	10,9	0,02	12,6	2,6	10,0	0,03
Max	[mg/l]	87,3	15,6	85,4	0,10	45,7	8,2	43,2	0,14
Min	[mg/l]	47,2	0,04	45,2	0,04	4,7	0,0	3,8	0,04

6.1.2 Organische Parameter

Die Reinigungsleistung beim BSB₅ (Ablauf immer unter der Bestimmungsgrenze von 3 mg/l), TOC bzw. CSB war über die gesamte Versuchsdauer hervorragend. Die grafische Darstellung findet sich im Anhang in Kapitel 14.2 (Abbildung 76 bis Abbildung 78).

Tabelle 12 und Tabelle 13 zeigen die statistischen Kennzahlen während der Einfahrphase und während des Vollbetriebs. Die Schlammprobenahmen ab 25.09.2009 hatten keinen Einfluss auf die Ablaufkonzentrationen der drei Parameter.

Die Eliminationsleistungen lagen über die gesamte Versuchsdauer beim Parameter BSB₅, CSB bzw. TOC bei 98,6% (Median, n=32), 95,2% (Median, n=33) bzw. 95,2% (Median, n=32). Die genannten Eliminationsleistungen waren über die Einfahrphase und den Vollbetrieb ungefähr gleich hoch.

Tabelle 12 Kennzahlen des Zulaufs für die organischen Parameter.

ZULAUF		Einfahrphase			Vollbetrieb		
		BSB ₅	CSB	TOC	BSB ₅	CSB	TOC
<i>n</i>	[-]	14	15	14	31	21	18
Median	[mg/l]	223	540	194	199	553	229
Mittelwert	[mg/l]	216	522	199	204	563	227
Stabw	[mg/l]	45	66	34	55	221	76
Max	[mg/l]	285	633	268	325	1030	466
Min	[mg/l]	144	426	148	116	36	142

Tabelle 13 Kennzahlen des Ablaufs für die organischen Parameter.

ABLAUF		Einfahrphase			Vollbetrieb		
		BSB ₅	CSB	TOC	BSB ₅	CSB	TOC
<i>n</i>	[-]	14 *	14 **	14	18 *	19 ***	18
Median	[mg/l]	<3,0	35	12,6	<3,0	22	8,0
Mittelwert	[mg/l]	<3,0	35	13,3	<3,0	24	8,3
Stabw	[mg/l]	0,0	13	4,3	0,0	4,7	1,5
Max	[mg/l]	<3,0	62	21,7	<3,0	34	11,7
Min	[mg/l]	<3,0	<20	8,4	<3,0	<20	5,6

* ... alle Werte unter der Bestimmungsgrenze von 3,0 mg/l

** ... 2 Werte unter der Bestimmungsgrenze von 20 mg/l

*** ... 5 Werte unter der Bestimmungsgrenze von 20 mg/l

6.1.3 Phosphorparameter

Abbildung 80 und Abbildung 79 im Anhang zeigen die Entwicklung der Phosphorkonzentrationen über den Versuchszeitraum.

Tabelle 14 und Tabelle 15 zeigen die statistischen Kennzahlen während der Einfahrphase und während des Vollbetriebs. In der Einfahrphase lag die P_{ges}-Konzentration im Zulauf bei rund 11,4 mg/l im Median und im Ablauf bei 11,2 mg/l im Median. Diese beiden Werte haben jedoch keine statistische Signifikanz. Da zu dieser Zeit keine maßgeblichen Schlammmentnahmen durchgeführt wurden, wurde der zugeführte Phosphor teilweise in den - für die Mikroorganismen notwendigen Konzentrationen - Überschussschlamm eingebunden. Auf die Trockenmasse bezogen enthält der belebte Schlamm 1 bis 2% Phosphor (ATV AG 2.6.6, 1989).

Durch den stabilen Betrieb und die dadurch erhöhte Überschussschlammproduktion in Zusammenhang mit den Schlammmentnahmen während des Vollbetriebs (mit 12 mg/l im Zulauf) lag der Ablauf bei nur 9,2 mg/l im Median.

Die theoretischen Eliminationsleistungen lagen während der Einfahrphase beim Parameter P_{ges} bei nur 8,2% (Median, n=14), beim Vollbetrieb jedoch bei 23,8% (Median, n=17). Dies dürfte im Besonderen auf die ab den 25.09.2009 durchgeführten Schlammmentnahmen zurückzuführen sein. Zu diesen Zeitpunkten wurde der im Überschussschlamm gebundene Phosphor (ca. 25% der Zulaufkonzentration) aus dem System entfernt.

Hinweis zum Parameter PO₄-P: Die Analysen während der Einfahrphase ergaben ein sehr ähnliches Verhalten der P_{ges} und PO₄-P Konzentration. Es wurde daher beschlossen, den Parameter PO₄-P mit Hilfe eines Differenzwertes $\overset{\curvearrowright}{\curvearrowleft}P$ vom Parameter P_{ges} abzuleiten. Unter der Annahme, dass $\overset{\curvearrowright}{\curvearrowleft}P$ konstant ist, kann dadurch eine ausreichend genaue Aussage erzielt werden. Der Parameter PO₄-P wurde nach dem 11.02.2009 nicht mehr analysiert.

$$PO_4\text{-P} = P_{\text{ges}} - \overset{\curvearrowright}{\curvearrowleft}P$$

Statistische Kennzahlen der Differenz $\overset{\curvearrowright}{\curvearrowleft}P$:

$\overset{\curvearrowright}{\curvearrowleft}P$ vom Zulauf (n = 16): Median = 1,85 mg/l, Mittelwert = 2,01 mg/l, Stabw = 0,63 mg/l, Max = 3,90 mg/l, Min = 1,40 mg/l

$\overset{\curvearrowright}{\curvearrowleft}P$ vom Ablauf (n = 16): Median = 0,25 mg/l, Mittelwert = 0,26 mg/l, Stabw = 0,15 mg/l, Max = 0,50 mg/l, Min = 0,00 mg/l

Wie die berechneten Ergebnissen in Tabelle 14 und Tabelle 15 zeigen, ist die Berechnung des $PO_4\text{-P}$ aus dem P_{ges} durch die statistische Ermittlung der Differenz ausreichend genau. Daher wurde diese Methode für den Vollbetrieb (es wurden hier nur 2 Messungen durchgeführt) angewendet.

Tabelle 14 Kennzahlen des Zulaufs für die Phosphorparameter.

ZULAUF		Einfahrphase			Vollbetrieb	
		analysiert	analysiert	berechnet	analysiert	berechnet
		P_{ges}	$PO_4\text{-P}$	$PO_4\text{-P}$	P_{ges}	$PO_4\text{-P}$
<i>n</i>	<i>[-]</i>	14	14	14	18	17
Median	[mg/l]	11,4	9,5	9,5	12,0	10,2
Mittelwert	[mg/l]	11,8	9,9	9,9	12,1	10,1
Stabw	[mg/l]	1,4	1,2	1,4	2,1	2,1
Max	[mg/l]	14,0	11,6	12,2	16,6	14,8
Min	[mg/l]	9,6	8,2	7,8	9,0	7,2

Tabelle 15 Kennzahlen des Ablaufs für die Phosphorparameter.

ABLAUF		Einfahrphase			Vollbetrieb	
		analysiert	analysiert	berechnet	analysiert	berechnet
		P_{ges}	$PO_4\text{-P}$	$PO_4\text{-P}$	P_{ges}	$PO_4\text{-P}$
<i>n</i>	<i>[-]</i>	14	14	14	17	17
Median	[mg/l]	11,2	11,1	11,0	9,2	9,0
Mittelwert	[mg/l]	10,4	10,2	10,2	8,4	8,2
Stabw	[mg/l]	2,3	2,3	2,3	2,5	2,5
Max	[mg/l]	13,9	13,5	13,7	11,5	11,3
Min	[mg/l]	5,5	5,3	5,3	2,1	1,9

6.1.4 Abfiltrierbare Stoffe

Tabelle 16 zeigt die statistischen Kennzahlen des Zu- und Ablaufs während der Einfahrphase und während des Vollbetriebs. Abbildung 81 im Anhang zeigt den Verlauf der abfiltrierbaren Stoffe über den Versuchszeitraum.

Tabelle 16 Kennzahlen des Zu- und Ablaufs für die abfiltrierbaren Stoffe.

		Einfahrphase		Vollbetrieb	
		ZULAUF	ABLAUF	ZULAUF	ABLAUF
		AFS	AFS	AFS	AFS
<i>n</i>	<i>[-]</i>	14	14 *	31	18 **
Median	[mg/l]	146	1,0	196	1,0
Mittelwert	[mg/l]	161	1,4	230	1,4
Stabw	[mg/l]	40	0,6	88	0,7
Max	[mg/l]	234	3,0	490	3,0
Min	[mg/l]	115	<1,0	138	<1,0

* ... 5 Werte unter der Bestimmungsgrenze von 1 mg/l

** ...9 Werte unter der Bestimmungsgrenze von 1 mg/l

6.1.5 Belebtschlamm

Der Belebtschlamm im Reaktor hatte nach dem Beimpfen (mit Schlamm aus einem SBR) einen Trockensubstanzgehalt von 2,2 g/l. Wie in Abbildung 22 dargestellt, stieg der TS-Gehalt zu Beginn der Einfahrphase nur sehr langsam, was auf Probleme des noch nicht optimierten Reinigungsverlaufs für das Abwasser zurückzuführen ist. Die TS-Gehalte in Abbildung 22 und Tabelle 17 beziehen sich auf das vollgefüllte Becken mit rund 3200 Liter Inhalt.

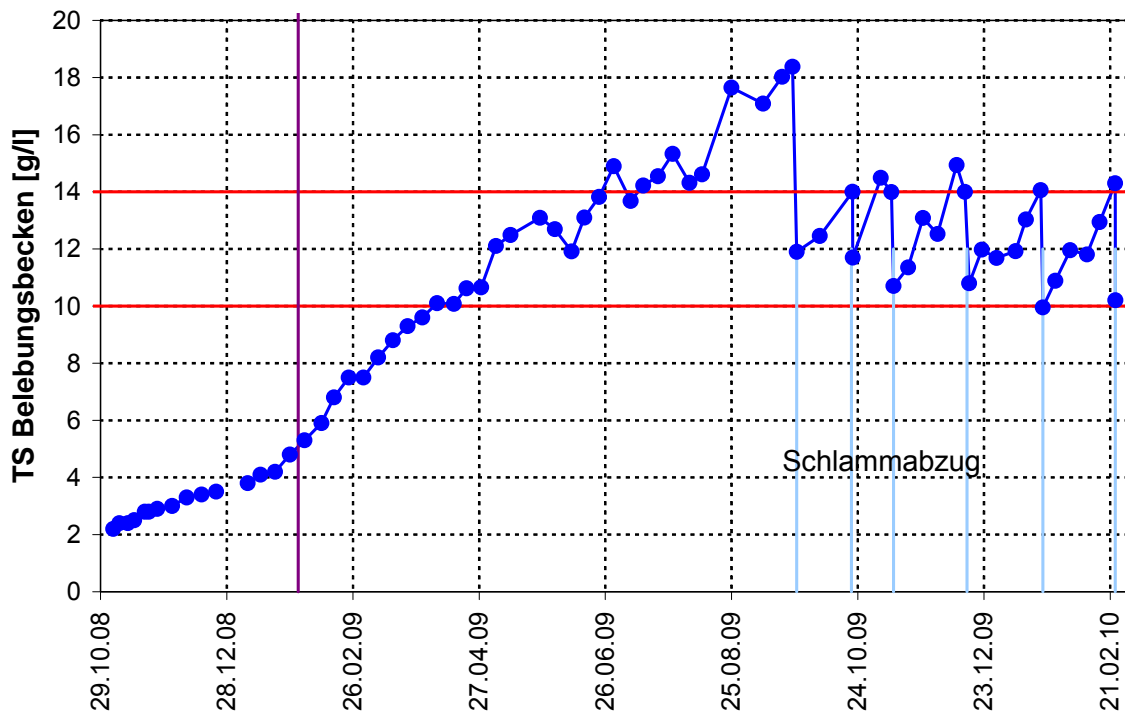


Abbildung 22 Entwicklung der Trockensubstanz im Belebungsbecken bei Vollfüllung über die Versuchsdauer (vertikale Linie = Grenze zwischen Einfahrphase und Vollbetrieb).

Die Lücke in den Aufzeichnungen um Weihnachten 2008/2009 resultiert aus einem nicht planmäßigen 1-wöchigen Stillstand der Beschickungen während der Feiertage. Nach dieser Periode und nachdem die Anlagenparameter der Steuerung optimiert wurden, stieg die Produktion von Überschussschlamm wieder rasch an. Die unstete Entwicklung ab 14 g/l ist auf die instabile Betriebsweise im SBMBR durch einen hohen Schlammgehalt zurückzuführen.

Die Überschussschlammproduktion wurde nach ATV-DVWK-A 131 (2000) für den Vollbetrieb und dem Ansatz für MBR-Anlagen von WICHERN und ROSENWINKEL (2002) für die Einfahrphase berechnet. Dieser geht gegenüber der Berechnung laut ATV-DVWK-A 131 (2000) von einer geringeren Schlammproduktion durch das hohe Schlammalter bei einer MBR-Anlage aus.

Es wurde während der Einfahrphase kein relevanter Schlammabzug aus der Anlage durchgeführt. Erst der erste Schlammabzug am 25.09.2009 von 18,4 g/l auf 12 g/l zeigte eine deutliche Reduzierung im Reaktor. Während des nachfolgenden Betriebs wurde getrachtet, den TS-Gehalt laut den Membran-Herstellerangaben zwischen 10 und 14 g/l zu halten. Dazu waren in unregelmäßigen Abständen Schlammnahmen notwendig (21.10.2009, 10.11.2009, 15.12.2009, 20.01.2010, 23.02.2010).

Die statistischen Kennzahlen in Tabelle 17 spiegeln die grafische Entwicklung in Abbildung 22 im Versuchszeitraum wider. Es herrschte während des Vollbetriebs eine Raum- bzw.

Schlammbelastung des Reaktors von 0,21 kg/(m³.d) (Median, n=30) bzw. 0,018 kg/(kg.d) (Median, n=30).

Tabelle 17 Kennzahlen für die Schlamm Trockensubstanz sowie die Raum- und Schlammbelastung der Versuchsanlage.

SBMBR		Einfahrphase			Vollbetrieb		
		TS	B _R	B _{TS}	TS	B _R	B _{TS}
		[g/l]	[kg/(m ³ .d)]	[kg/(kg.d)]	[g/l]	[kg/(m ³ .d)]	[kg/(kg.d)]
<i>n</i>	[-]	15	14	14	56	30	30
Median	[mg/l]	3,0	0,25	0,080	12,3	0,21	0,018
Mittelwert	[mg/l]	3,2	0,24	0,079	12,2	0,22	0,021
Stabw	[mg/l]	0,8	0,05	0,022	2,8	0,06	0,012
Max	[mg/l]	4,8	0,32	0,117	18,4	0,35	0,059
Min	[mg/l]	2,2	0,16	0,042	5,3	0,13	0,009

Der Glühverlust lag in der Einfahrphase bei 85,4% (Median, n=11) und während des Vollbetriebs bei 78,5% (Median, n=14). Eine grafische Darstellung der Entwicklung des Glühverlusts gemeinsam mit dem Schlammindex findet sich in Abbildung 82 in Kapitel 14.5. Den Verlauf der Stickstoff- und Kohlenstoffkonzentrationen des Belebtschlammes zeigt Tabelle 18 und im Anhang Abbildung 83.

Tabelle 18 Kennzahlen für Glühverlust (GV) sowie die Stickstoff- und Kohlenstoffkonzentration des Belebtschlammes.

SBMBR		Einfahrphase			Vollbetrieb		
		GV	TNb	TOC	GV	TNb	TOC
		[%]	[mg/l]	[mg/l]	[%]	[mg/l]	[mg/l]
<i>n</i>	[-]	11	11	11	14	12	12
Median	[mg/l]	85,4	218	973	78,5	420	2190
Mittelwert	[mg/l]	84,3	209	919	80,4	457	2556
Stabw	[mg/l]	2,1	51	305	4,0	261	1605
Max	[mg/l]	85,6	276	1295	86,1	951	5870
Min	[mg/l]	79,8	113	371	76,0	127	647

Um die Absetzeigenschaften des belebten Schlammes des SBMBR zu beurteilen, wurde der Schlammindex (ISV) bestimmt. Bei einer hohen Schlamm Trockensubstanz sollte der belebte Schlamm zur Bestimmung des Schlammvolumens (V_S) so weit verdünnt werden, dass das Schlammvolumen nach 30 Minuten Absetzzeit < 250 ml/l ist. Dies wurde mehrmals versucht. Die mit dem Verdünnungsfaktor und dem Verdünnungsschlammvolumen (V_{SV}) ermittelten Werte des Schlammvolumens lagen jedoch alle über 1000 ml, und waren daher nicht auswertbar. Es wurde daher zur Bestimmung des ISV das unverdünnte Schlammvolumen herangezogen. Anzumerken ist, dass für den Betrieb eines SBMBR die Absetzeigenschaft des Belebtschlammes im Belebungsbecken nicht von immenser Bedeutung ist.

Die Werte des ISV lagen (siehe dazu auch Abbildung 82 im Anhang) in der Einfahrphase bei 125 ml/g (Median, n=14) und während des Vollbetriebs bei 78 ml/g (Median, n=46). Ein ISV von 70 ml/g bis 100 ml/g wird üblicherweise als normaler, gut absetzbarer Belebtschlamm bezeichnet. Gemäß den Richtwerten der ATV-DVWK A 131 (2000) ist die Eindickeigenschaft des Schlammes mit einem ISV von 75-120 ml/g als günstig einzustufen.

6.2 Physikalisch-chemische Onlinemessungen

Es wurden sowohl im Vorlagetank als auch im Belebungsbecken folgende physikalisch-chemische Parameter online gemessen, jede Minute digital erfasst und in einem PC gespeichert:

- pH-Wert
- Redox-Potential
- gelöster Sauerstoff
- Leitfähigkeit
- Wassertemperatur

Bei Sonderbeobachtungen lag die Intervalllänge bei 10 bis 30 Sekunden. In den Diagrammen im Anhang (Kapitel 14.7) sind die oben genannten Parameter während der Einfahrphase bis Ende Jänner 2009 sowie während des Vollbetriebs dargestellt. Vor allem die Parameter Sauerstoff und Redox-Potential wurden intensiv zur Überwachung der Anlage herangezogen. Falls die Anlage vom Idealzustand abwich, wurden die Anlagenparameter in der Software-Steuerung dementsprechend verändert.

Die Darstellung der gelösten Sauerstoffkonzentration über die gesamte Versuchsdauer (Abbildung 87) ist durch die Vielzahl an Ereignissen nur eingeschränkt sinnvoll. Das Absinken auf fast 0 mg/l durch den Zulauf, und danach der Anstieg je nach aktuellem Anlagenzustand durch die Belüftungseinrichtungen macht eine grafische Darstellung wegen der großen Anzahl an Ereignissen schwierig. Gut darstellbar jedoch ist das Verhalten der Anlage während eines Tages in der Einfahrphase bei 7,0 g/l TS (Abbildung 23) und im Vollbetrieb bei rund 16 g/l TS (Abbildung 24). In Abbildung 23 ist die Dynamik während der einzelnen Subzyklen über die gesamte Filtrationsphase zu erkennen, während bei 16 g/l in Abbildung 24 nur noch der Anstieg der Sauerstoffkonzentration am Ende der Filtrationsphase (= Nitrifikation beendet) erkennbar ist. Die Konzentrationsspitzen im Vorlagetank (VLT DO) in Abbildung 23 kommen von kurzzeitigen Belüftungsstößen zur Mischung des Behälterinhalts durch einen Streifenbelüfter am Behälterboden. Während des Vollbetriebs wurde die Sauerstoffsonde VLT DO in den Reaktor gehängt (BB DO2). Erkennbar ist weiters die Belüftung durch die CF-Belüfter während der einzelnen Subzyklen.

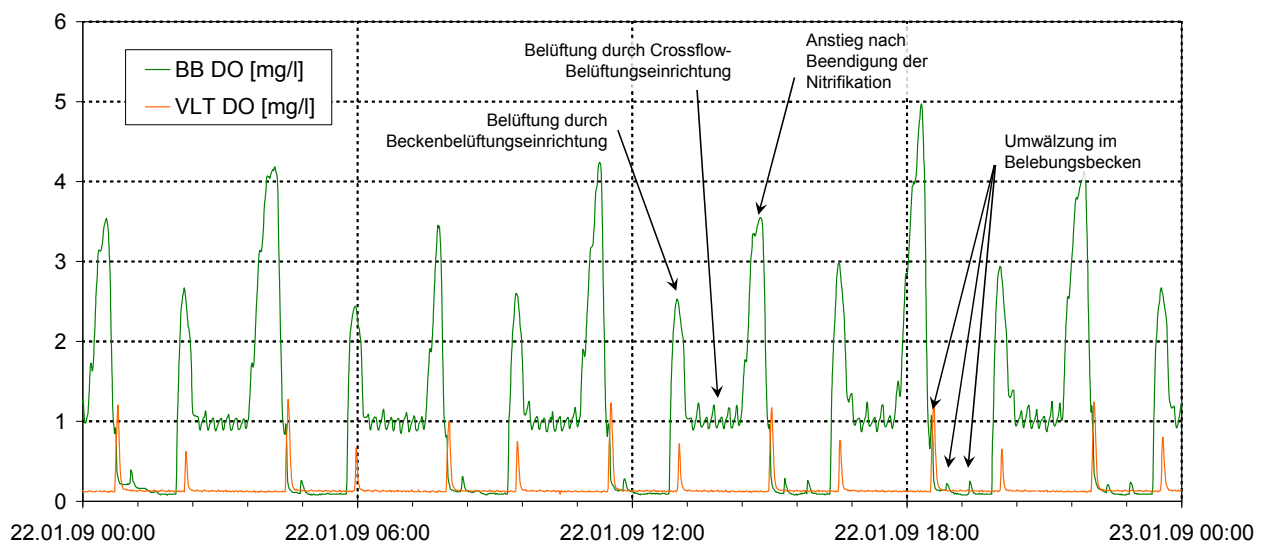


Abbildung 23 Anteil des gelösten Sauerstoffs im Vorlagetank (VLT DO, untere Linie) und im Belebungsbecken (BB DO, obere Linie) am 22.01.2009 während der Einfahrphase.

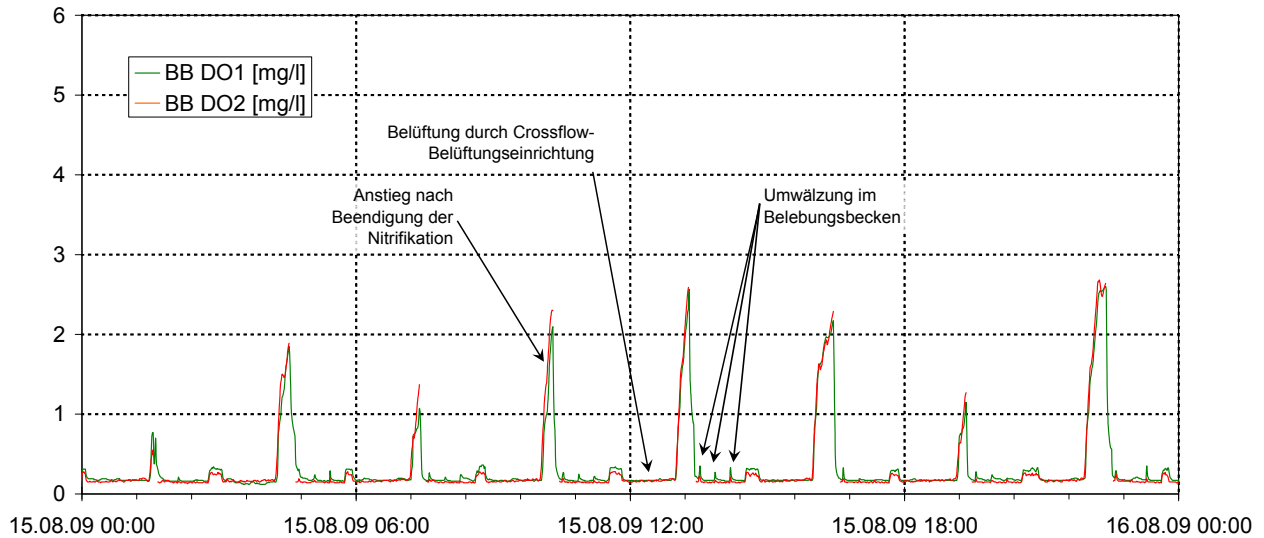


Abbildung 24 Anteil des gelösten Sauerstoffs im Belebungsbecken (BB DO1 und BB DO2) am 15.08.2009 während des Vollbetriebs.

Während der Einfahrphase wurden permanent Adaptierungen bei den Anlagenparametern durchgeführt. Vor allem der pH-Wert war zu Beginn des Projekts durch die hohe Belastung und zu lange Belüftungsdauer sehr kritisch (siehe Abbildung 88), und nur durch fallweise manuelle Zugabe von NaOH in das Belebungsbecken in den Griff zu bekommen. Ende Jänner 2009 war die Anlage an die Bedingungen adaptiert, was auch anhand der danach relativ stabilen pH-Werte abzulesen ist.

Die Ablauftemperatur der Anlage im Technikum war Anfang Jänner 2009 mit 16,5°C am geringsten (Abbildung 89), und erreichte im Hochsommer im August 2009 die höchsten Werte von bis zu 26°C.

Die Redox-Werte sind im Belebungsbecken, wie in Abbildung 90 dargestellt, je nach Reinigungsphase im negativen Bereich (nach dem Rohabwasserzulauf) oder im positiven Bereich (Ende der Filtrationsphase). Im Vorlagetank liegen die Werte stets zwischen -300 und -500 mV. Eine Dynamik ist nur durch die Umwälzung des Inhalts nach dem Befüllen aus dem Zulauftank zu erkennen. Erkennbar ist weiters die relativ rasche Abflachung der Werte im Vorlagetank nach einer erfolgten Kalibrierung des Sensors.

Abbildung 91 zeigt die elektrische Leitfähigkeit im Vorlagetank und Belebungsbecken während der Einfahrphase und des Vollbetriebs. Die hohen Werte während der Wintermonate sind auf die Salzstreuung auf den Straßen im Einzugsgebiet des Kanalstrangs für Kommunalabwasser zurückzuführen.

6.3 Messungen an den Membranen

6.3.1 Filtrationsleistung

Anhand der von den Membranherstellern genannten Bandbreiten für den Flux in $[\text{l}/(\text{m}^2\cdot\text{h})]$ wurden die Leistungen der Permeatpumpen in $[\text{l}/\text{min}]$ über die Frequenzumformer eingestellt. Eine beginnende Verblockung der Membranen veränderte den Flux nur kaum. Bei Bedarf wurde der Flux entsprechend den Vorgaben angepasst. Elektronisch erfasst und aufgezeichnet wurden die vom jeweiligen Durchflussmesser ermittelten Durchflüsse jede Minute.

Der Durchfluss (in Bezug zur Membranoberfläche entspricht es dem Flux) der Membran Ultra L1 und Mikro L2 ist während der Einfahrphase vor allem bei der Mikro L2 mehrmals verändert worden (siehe Abbildung 25). Die Filtrationsleistung beider Membranen war zu Beginn der Einfahrphase bei $2,5 \text{ l}/\text{min}$. Dies resultiert in einen Flux von $37,5 \text{ l}/(\text{m}^2\cdot\text{h})$ bei der Mikrofiltrationsmembran L2 und $15 \text{ l}/(\text{m}^2\cdot\text{h})$ bei der Ultrafiltrationsmembran L1. Die hohe Fluxleistung der Mikro L2 wurde nach zwei Wochen auf $30 \text{ l}/(\text{m}^2\cdot\text{h})$ gedrosselt. Trotz einer nochmaligen Reduktion der Mikro L2 auf $15 \text{ l}/(\text{m}^2\cdot\text{h})$ zeigte diese eine weiter stark nachlassende Filtrationsleistung.

Auch die Ultra L1 zeigte eine stark nachlassende Leistungsfähigkeit mit einer stetigen Erhöhung der Transmembrandrucks um die eingestellte Menge zu filtrieren. Es wurde daher nach rund 7 Wochen Betrieb eine chemische Reinigung beider Membranen durchgeführt.

Im darauf folgenden Vollbetrieb ab Mitte Jänner 2009 war es weiterhin öfter erforderlich, den Flux den Erfordernissen der Anlage und den Versuchsbedingungen anzupassen. Erst ab Juli 2009 war der Flux der Mikro L2 stabil bei $30 \text{ l}/(\text{m}^2\cdot\text{h})$.

Die neue Mikrofiltrationsmembran Mikro L1 lief seit Inbetriebnahme am 09.10.2009 durchgehend mit $20 \text{ l}/(\text{m}^2\cdot\text{h})$.

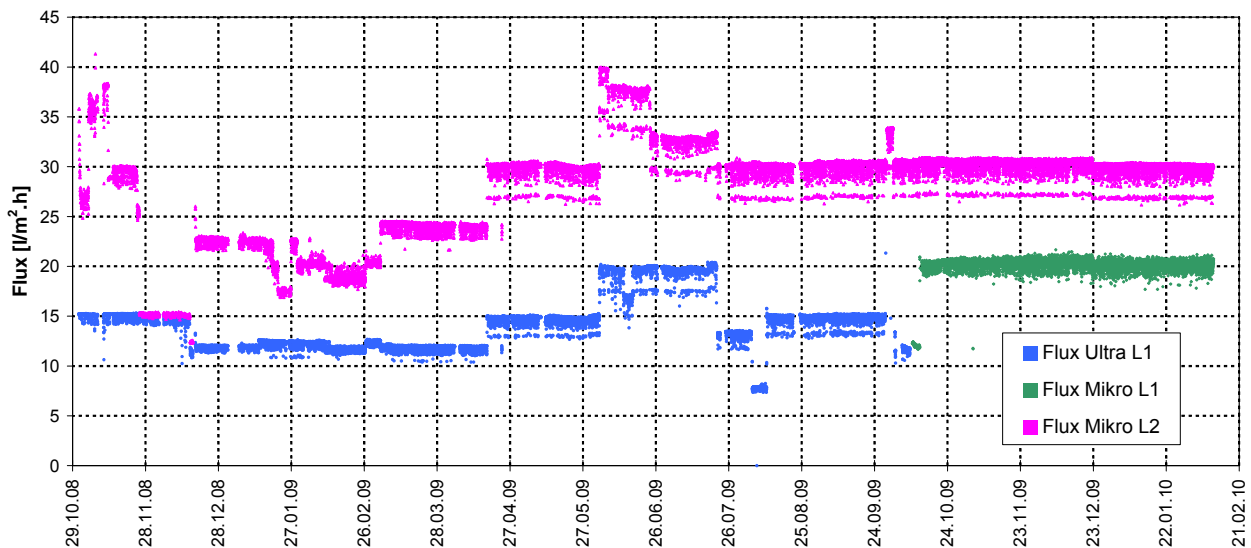


Abbildung 25 Flux-Leistungen aller drei untersuchten Membranen während des gesamten Untersuchungszeitraums.

6.3.2 Transmembrandruck

Der Transmembrandruck (TMP) jeder Membran wurde zwischen dem Membranmodul im Reaktor und der jeweiligen Permeatpumpe gemessen. Er resultierte aus den vorgegebenen Fluxleistungen, die sich, wie schon erwähnt, durch eine beginnende Verblockung der Membranen nur wenig veränderten. Die gemessenen online-Werte werden jede Minute aufgezeichnet, dienen aber auch als Steuerparameter für die Anlagensoftware. Bei Über- bzw. Unterschreitung der durch die Membranhersteller vorgegebenen maximalen Über- bzw. Unterdrücke schaltete sich die Filtrationspumpe automatisch aus, und es wurde eine Rückspülphase eingeleitet. Der maximal zulässige Unterdruck der Ultrafiltrationsmembran der Linie 1 (Ultra L1) war -0,40 bar, der Mikrofiltrationsmembran Linie 1 (Mikro L1) -0,20 bar und der Mikrofiltrationsmembran Linie 2 (Mikro L2) -0,70 bar. Wie in Abbildung 26 zu erkennen, wurde dieser Zustand mehrmals erreicht, was schließlich zu den in Kapitel 4.6 beschriebenen Membranreinigungen führte.

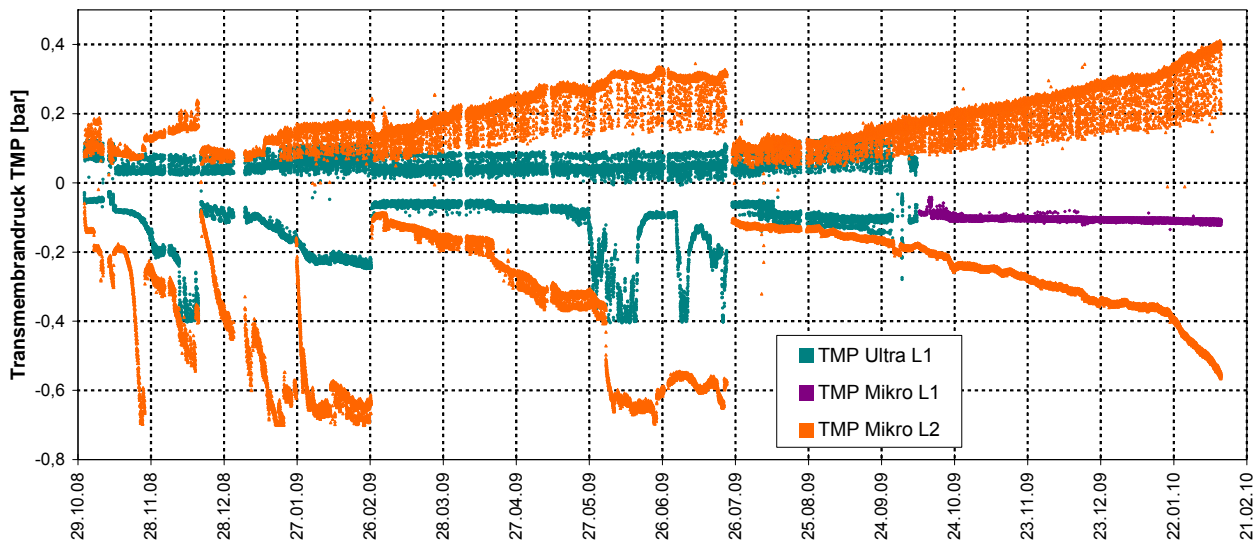


Abbildung 26 Resultierende Transmembrandrücke (TMP) bei vorgegebenen Flux-Leistungen aller drei untersuchten Membranen während des Untersuchungszeitraums.

6.3.3 Detailbetrachtungen

6.3.3.1 Veränderungen des Transmembrandrucks

Wie in Abbildung 27 dargestellt, verändert sich der Transmembrandruck (TMP) trotz gleich bleibender Durchflussleistung von 2,0 l/min bei der Ultra L1 bzw. 1,64 l/min bei der Mikro L2 während der Filtrationsphase bei beiden Membrantypen um bis zu 0,02 bar. Dies ist auf die akkumulierenden Effekte an den Membranoberflächen durch den Permeatabzug zurückzuführen. Während der folgenden Befüll- und Denitrifikationsphase, welche ca. 80 Minuten in Anspruch nimmt, kommt es wieder zu einer Entspannung dieser Effekte. Dies führt dazu, dass der folgende Start-TMP in etwa wieder dem vorherigen Start-TMP entspricht. Der Effekt des sich erhöhenden TMP über die Zeit ist nur bei Betrachtung über längere Zeiträume - wie in Abbildung 26 - zu erkennen.

Weiters ist im linken Diagramm in der Abbildung 27 ein deutlicher Anstieg des TMP bei der Ultra L1 während der eingestellten 8 Minuten Filtrationszeit innerhalb eines Subzyklus feststellbar.

Dieser Effekt wird jedoch durch die anschließende Rückspülphase von 1 Minute fast wieder egalisiert. Interessanterweise ist dieser Effekt bei der Mikro L2 nicht feststellbar.

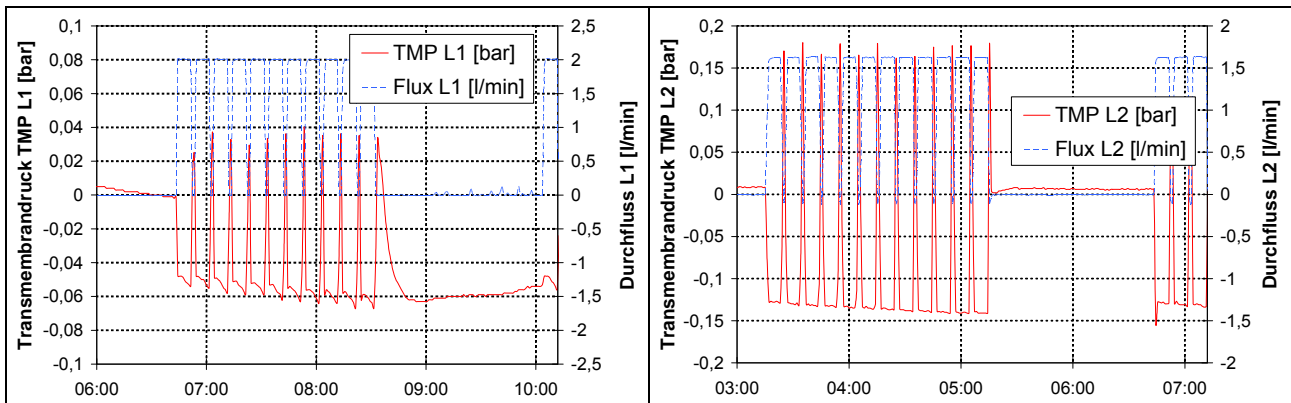


Abbildung 27 Veränderung des Transmembrandrucks der Ultra L1 (linkes Diagramm) und der Mikro L2 (rechtes Diagramm) über die einzelnen Subzyklen während der gesamten Filtrationsphase (Datum: März 2009).

6.3.3.2 Gegenüberstellung von TMP und Flux

In Abbildung 28 bis Abbildung 30 sind die Transmembrandrücke und der Flux der jeweiligen Membran gegenübergestellt. Weiters sind die Grenzen der zulässigen Drücke sowie die Tage der Membranreinigungen (und allenfalls Austauschs) kenntlich gemacht.

Wie in Abbildung 28 für die Ultra L1 erkennbar, wurde der zulässige Unterdruck von -0,4 bar mehrmals erreicht. Die darauf folgenden Reinigungsschritte (vertikale Linien in Abbildung 28) führten wieder zu einer Rückkehr auf das ursprüngliche Anfangsniveau von ca. -0,06 bar. Wie ebenfalls erkennbar, wurde der Austausch des Moduls am 04.08.2009 nicht wegen schlechter Filtrationsleistungen durchgeführt, sondern wegen der mikrobiologischen Ablaufqualität im Permeat.

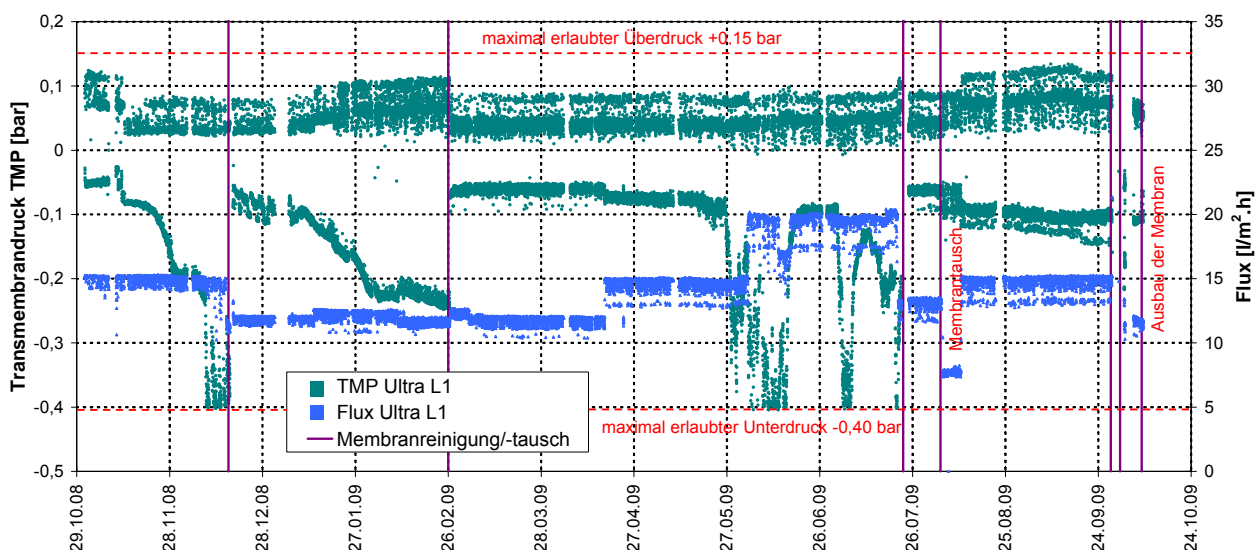


Abbildung 28 Ultrafiltration Linie1: Gegenüberstellung des Transmembrandrucks und des Flux.

Abbildung 29 zeigt die jeweilige Steigerung des TMP der Mikro L2 auf -0,70 bar nach den beiden Membranreinigungen am 26.02.2009 und 23.07.2009. Bei einer gleich bleibenden Fluxleistung von 30 l/(m².h) ab dem 23.07.2009 nahm der TMP von anfänglich -0,1 bar innerhalb von 7 Monaten auf -0,6 bar zu. Auch der Rückspüldruck näherte sich dem maximal zulässigen Überdruck von +0,5 bar an.

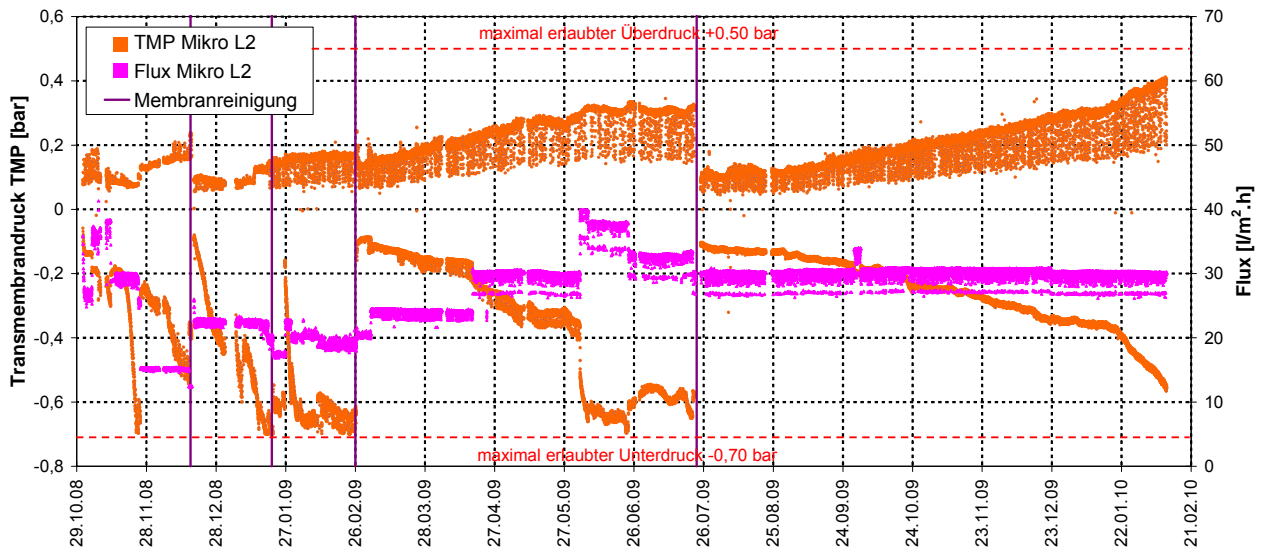


Abbildung 29 Mikrofiltration Linie2: Gegenüberstellung des Transmembrandrucks und des Flux.

Der untersuchte Zeitraum von 4 Monaten der erst seit dem 09.10.2009 in Betrieb befindlichen Mikro L1 in Abbildung 30 lässt noch keine Aussagen über die Langzeitstabilität zu. Die Fluxleistung von 20 l/(m².h) ist laut Herstellerangaben eher im konservativen Bereich. Es sollte ohne Probleme bis zu 25 l/(m².h) möglich sein.

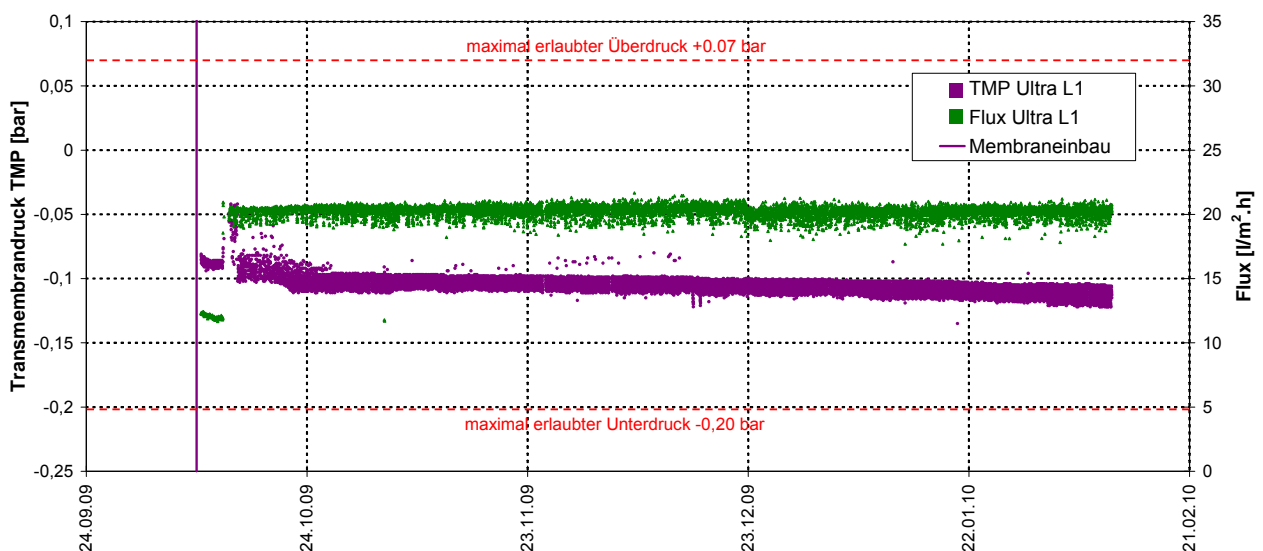


Abbildung 30 Mikrofiltration Linie1: Gegenüberstellung des Transmembrandrucks und des Flux.

6.4 Hygienisch-mikrobiologische Beschaffenheit von Rohwasser und Permeat

6.4.1 Mikrobiologisches Monitoringprogramm

Vorversuch (Reinwasser/Leitungswasser)

Das Ziel des Vorversuches bestand darin, festzustellen ob die nach den Permeatpumpen gelegenen ableitenden Systeme (Linie 1 und Linie 2) frei von Fäkalbakterien sind. Wie Tabelle 19 zu entnehmen ist, waren in den Abläufen weder *E. coli*, Coliforme noch Enterokokken nachweisbar.

Tabelle 19 *E. coli*, Coliforme und Enterokokken pro 100 Milliliter, Belebungsbecken, Permeat Ultra L1, Permeat Mikro L2

Parameter	Subzyklus	BB	Ultra L1	Mikro L2
<i>E. coli</i> pro 100 ml	2.	0	0	0
	4.	0	0	0
	8.	0	0	0
Coliforme pro 100 ml	2.	31	0	0
	4.	29	0	0
	8.	26	0	0
Enterokokken pro 100 ml	2.	9	0	0
	4.	12	0	0
	8.	11	0	0

Durch die Zudosierung der *B. subtilis* Sporen kam es, wie zu erwarten, zu einer Erhöhung der Koloniezahlwerte (KBE/ml 22°C) im Belebungsbecken. Sowohl nach der Mikro- wie auch nach der Ultrafiltration waren hohe KBE-Werte feststellbar (Tabelle 20).

Tabelle 20 Koloniezahl pro Milliliter, 22°C, Belebungsbecken, Permeat Ultra L1, Permeat Mikro L2

Parameter	Subzyklus	BB	Ultra L1	Mikro L2
KBE/ml, 22°C vor Zudosierung	4.	148.000	106.000	560.000
KBE/ml, 22°C nach Zudosierung	2.	307.000	21.000	150.000
	4.	255.000	44.000	32.000
	8.	317.000	10.500	36.000

Während die Abläufe beider Membranmodule frei von Fäkalbakterien waren, wurde eine sehr hohe Belastung mit Koloniebildenden Einheiten festgestellt. Diese sind in ursächlichem Zusammenhang mit den verwendeten Permeatpumpen zu sehen, die anfänglich nicht ausreichend gereinigt waren. Im Laufe des Betriebs gingen die Koloniezahlwerte deutlich zurück (>40 und <200).

Belebungsbecken

Wie der Abbildung 31 und der Abbildung 32 zu entnehmen ist, unterlagen die Werte für *E. coli*, Coliforme und Enterokokken im Belebungsbecken starken Schwankungen. Die ermittelten Werte finden sich in Tabelle 35 im Anhang.

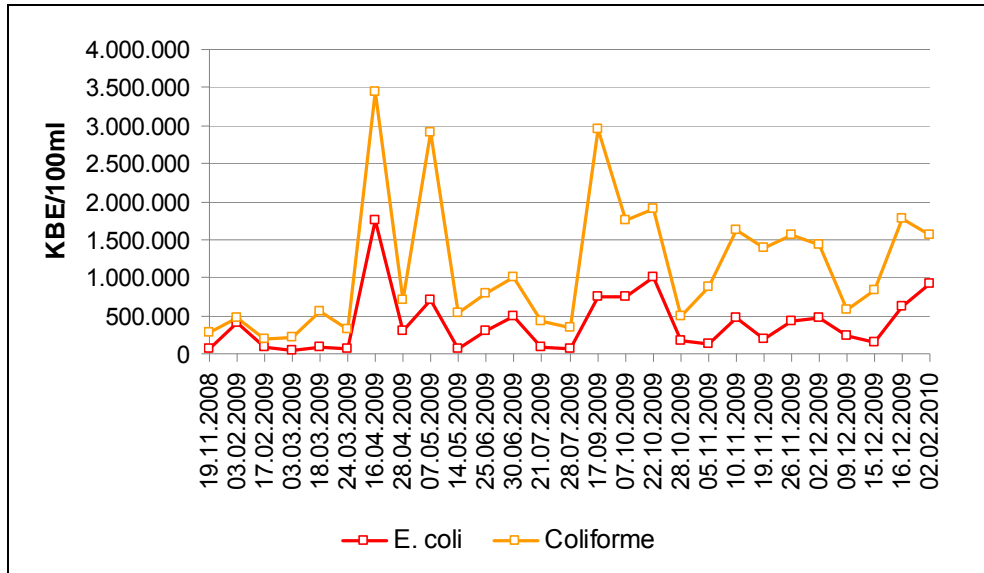


Abbildung 31 KBE-Werte pro 100 ml, *E. coli* und Coliforme im Belebungsbecken.

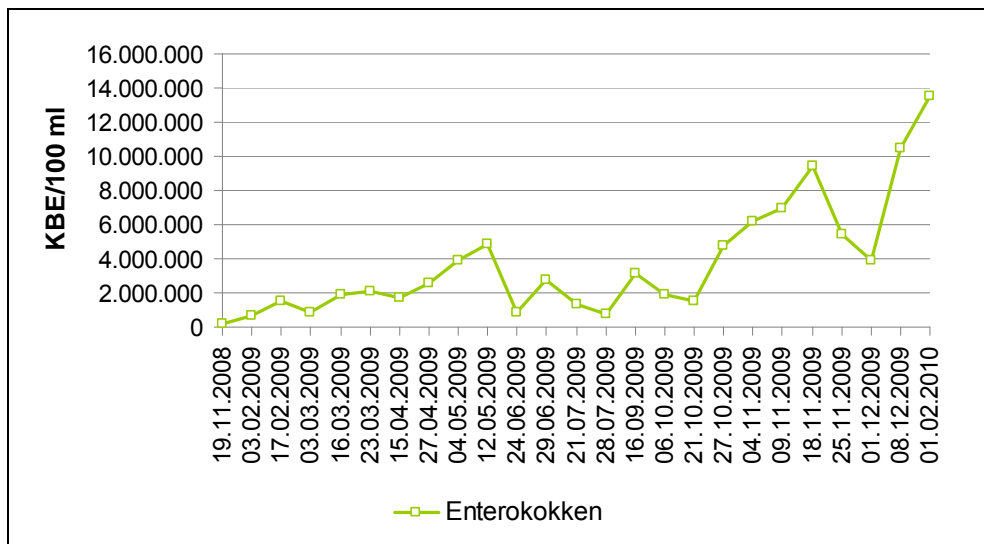


Abbildung 32 KBE-Werte pro 100 ml, Enterokokken im Belebungsbecken.

Ablaufwerte (Permeat) von Ultra L1, Mikro L1 und Mikro L2

Im Anhang (Tabelle 36 bis Tabelle 44) sind alle ermittelten Ablaufwerte, getrennt nach den Parametern *E. coli*, Coliforme und Enterokokken aufgelistet. Um eine Erhöhung der Aussagekraft zu erzielen wurden, wie erwähnt, auch größere Volumina als nur die herkömmlichen 100 ml in die Untersuchung mit einbezogen.

In den folgenden Abbildungen (Abbildung 33 bis Abbildung 35) sind die Ablaufwerte von *E. coli*, Coliforme und Enterokokken der Ultra L1 und Mikro L2 im Zeitraum von 19.11.2008 bis 07.10.2009 dargestellt.

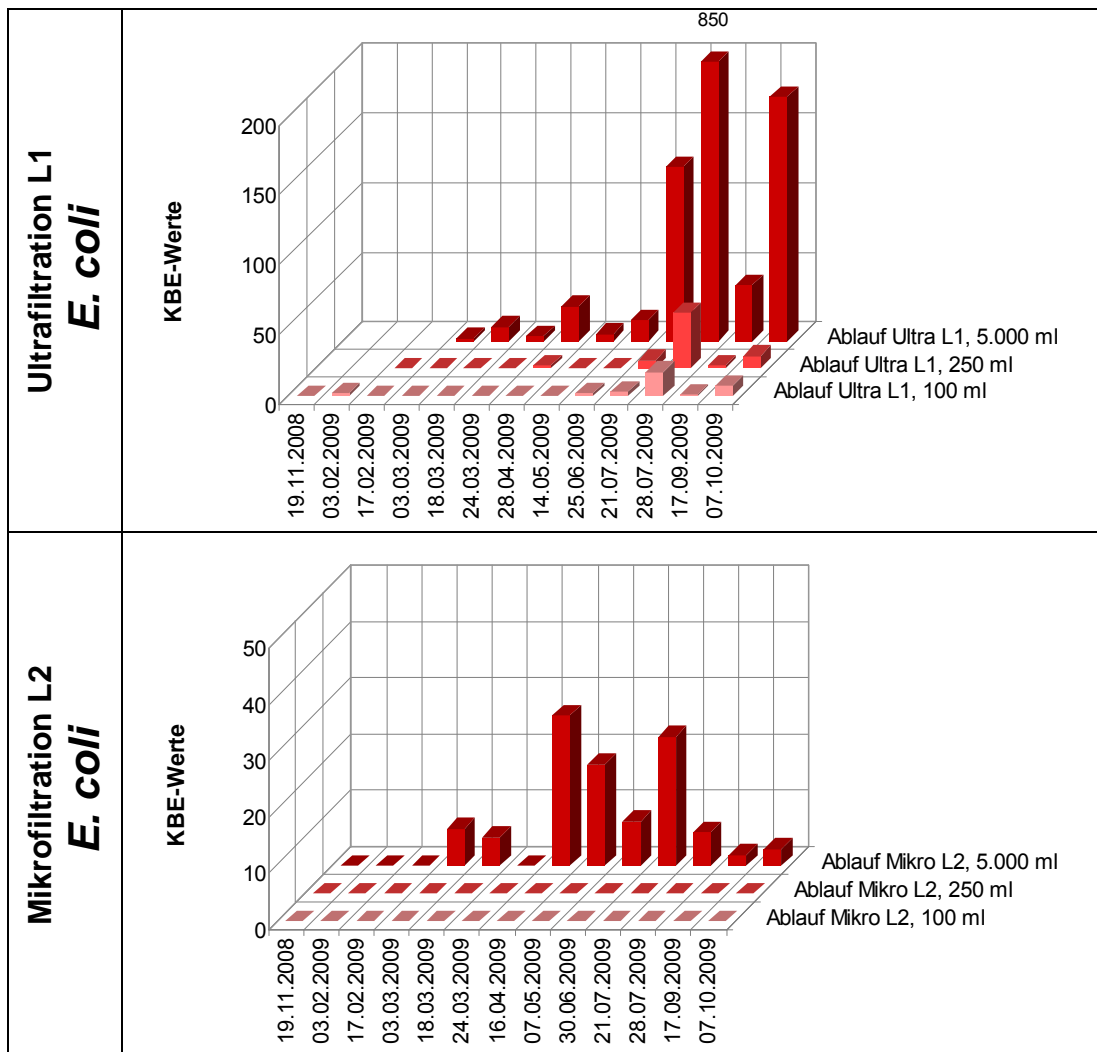


Abbildung 33 Ablaufqualität bezüglich *E. coli* pro 100, 250 und 5.000 ml, Ultrafiltration L1 (Diagramm oben), Mikrofiltration L2 (Diagramm unten).

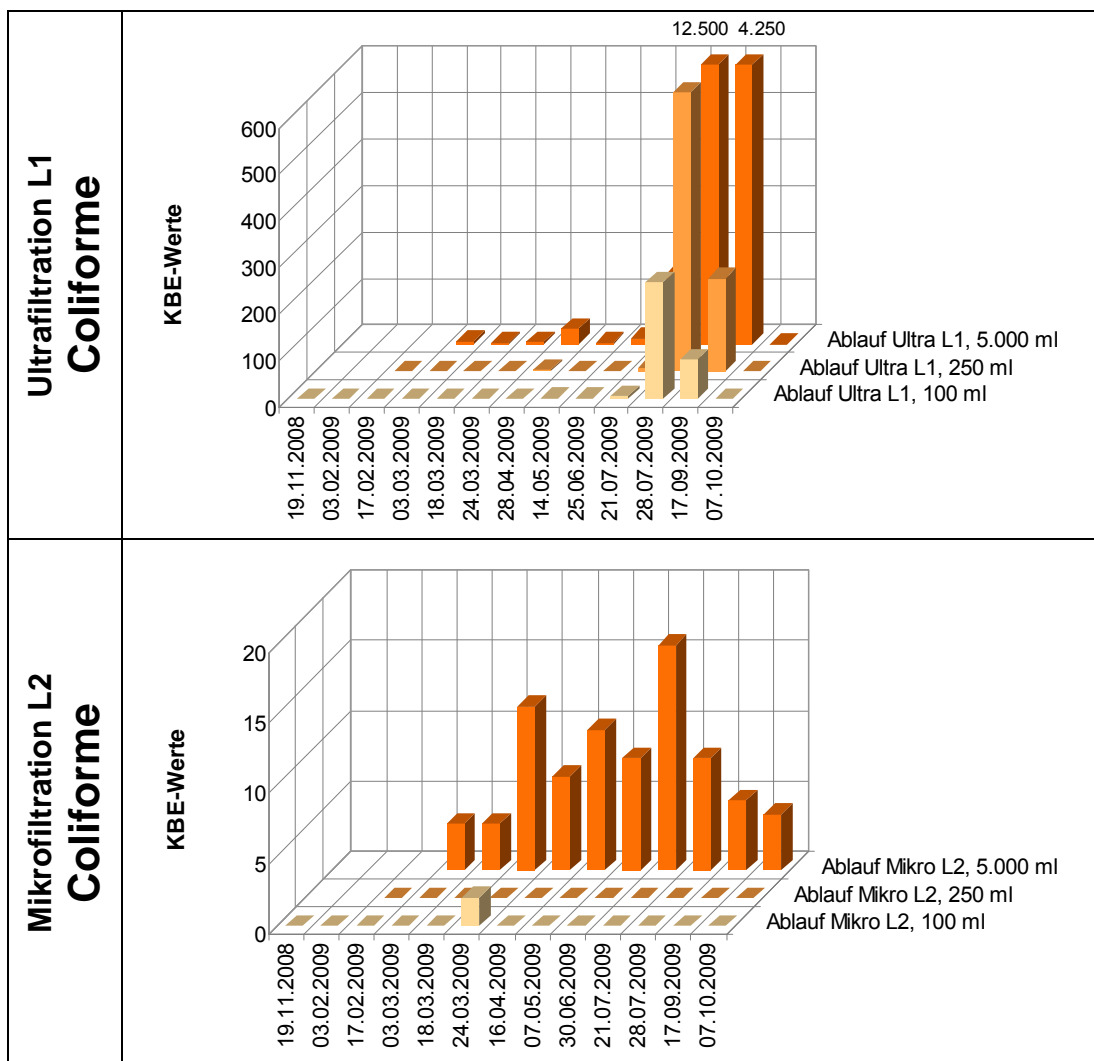


Abbildung 34 Ablaufqualität bezüglich Coliforme pro 100, 250 und 5.000 ml, Ultrafiltration L1 (Diagramm oben), Mikrofiltration L2 (Diagramm unten).

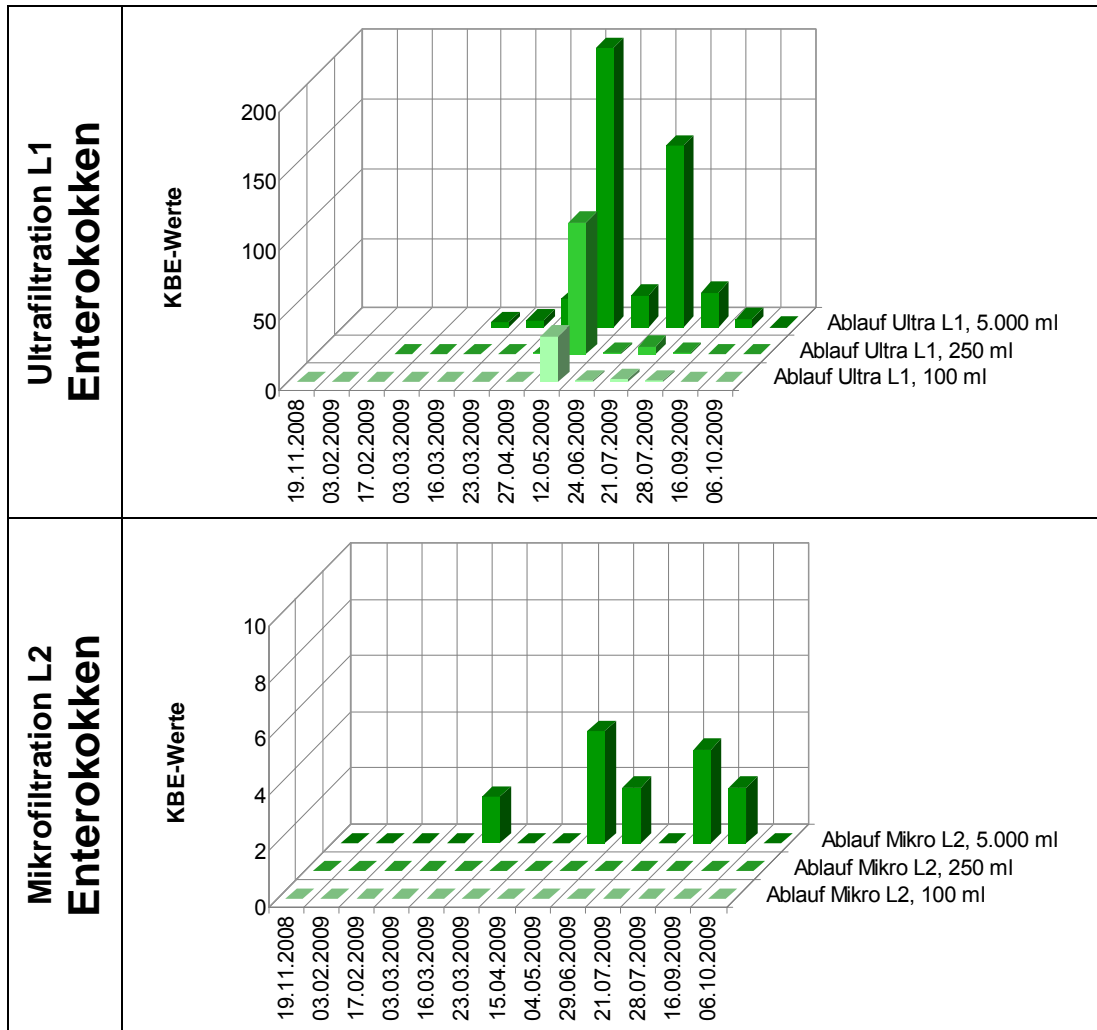


Abbildung 35 Ablaufqualität bezüglich Enterokokken pro 100, 250 und 5.000 ml, Ultrafiltration L1 (Diagramm oben), Mikrofiltration L2 (Diagramm unten).

Während die Ablaufwerte von Ultra L1 und Mikro L2 bis Anfang Juli 2009 weitgehend Übereinstimmung zeigten, verschlechterte sich ab diesem Zeitpunkt die Ablaufqualität der Ultra L1. Wegen der sich während der aktuellen Betriebsweise ausbildenden Verblockungen zwischen den Membranplatten wurden beide Membranmodule (Ultra L1, Mikro L2) am 23.07.2009 einer chemischen Reinigung unterzogen (vgl. Kapitel 4.6). Während diese Maßnahme bei der Mikro L2 keinerlei Auswirkungen auf die Qualität des Permeats hatte, kam es bei der Ultra L1 zu einer unterschiedlich stark ausgeprägten negativen Beeinträchtigung der Ablaufqualität.

In Tabelle 21 sind die Koloniezahlwerte der Fäkalbakterien im Ablauf der Ultra L1 vor und nach der Reinigung zusammengestellt.

Tabelle 21 Koloniezahlwerte der Fäkalbakterien im Ablauf der Ultra L1, vor und nach Reinigung des Moduls am 23.07.2010.

Maßnahme	<i>E. coli</i>		Coliforme		Enterokokken	
	100 ml	1.000 ml	100 ml	1.000 ml	100 ml	1.000 ml
vor Reinigung	3	25	6	30	2	26
nach Reinigung	17	170	250	2.500	1	4

Die schlechten Ablaufwerte nach erfolgter Reinigung führten zum Schluss, das bestehende Modul gegen ein neues Ultrafiltrationsmodul desselben Bautyps auszutauschen. Am 17.09.2009 erfolgte die erste Untersuchung des getauschten Ultrafiltrationsmoduls. Die wenig zufriedenstellende Ablaufqualität machte eine zusätzliche Reinigung und Desinfektion erforderlich (Tabelle 22). Als es trotzdem zu keiner Verbesserung der Ablaufqualität kam – es war im Gegenteil sogar eine Zunahme von Fäkalbakterien zu beobachten – wurde an Stelle der Ultra L1 ein zweites Mikrofiltrationsmodul (Mikro L1) eingesetzt. Zusätzlich wurde auch die nach dem Membranmodul gelegene kontaminierte Rohrleitung durch eine neue ersetzt und die Permeatpumpe desinfiziert.

Tabelle 22 Koloniezahlwerte der Fäkalbakterien im Ablauf der Ultra L1 „neu“, vor und nach Reinigung am 28.09.2009.

Maßnahme	<i>E. coli</i>		Coliforme	
	100 ml	1.000 ml	100 ml	1.000 ml
vor Reinigung	1	8	85	850
nach Reinigung	7	35	n.a.*	n.a.*

* n.a. = nicht auswertbar

In den folgenden Abbildungen (Abbildung 36 bis Abbildung 38) sind die Ablaufwerte von *E. coli*, Coliforme und Enterokokken der Mikro L1 und Mikro L2 im Zeitraum von 22.10.2009 bis 02.02.2010 dargestellt.

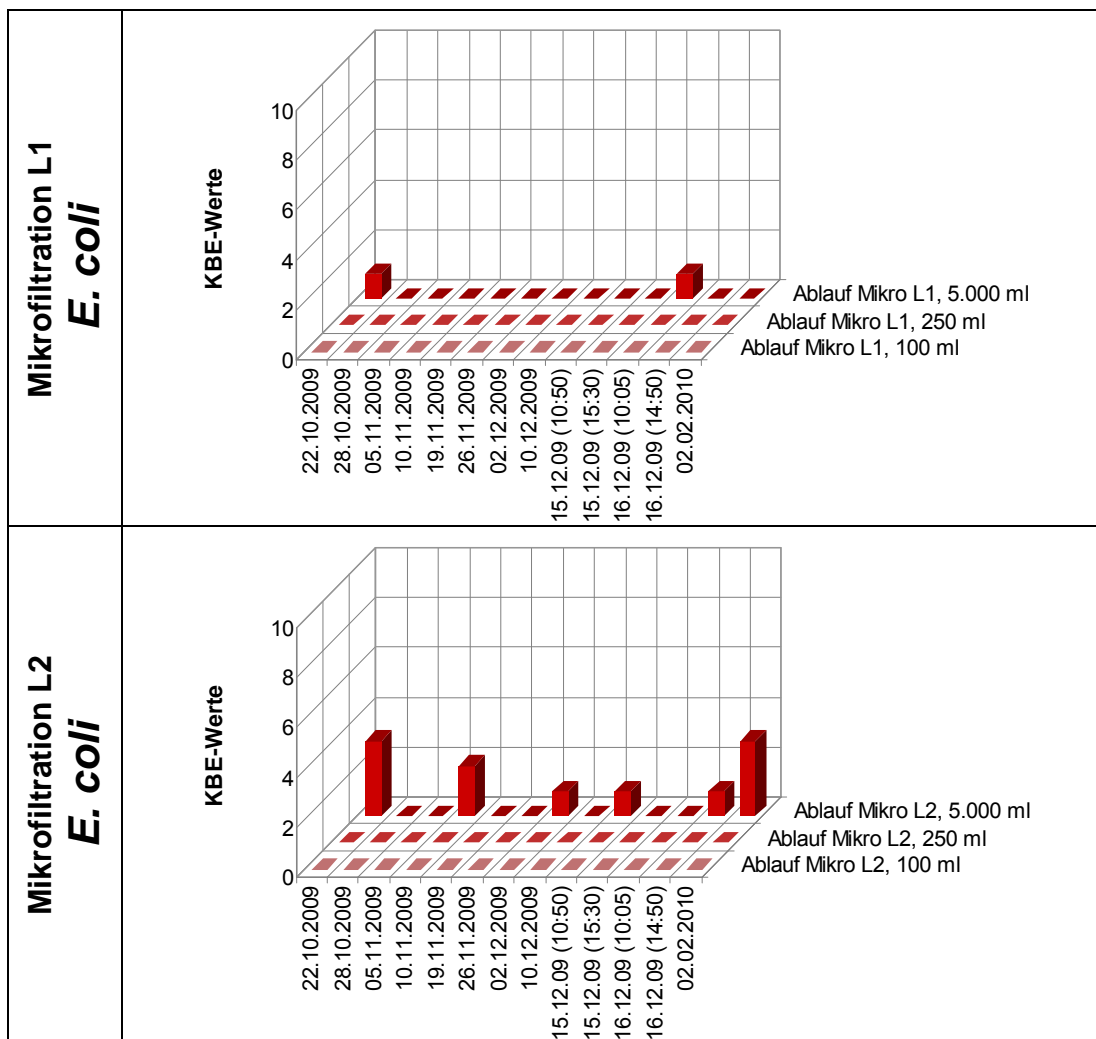


Abbildung 36 Ablaufqualität bezüglich *E. coli* pro 100, 250 und 5.000 ml, Mikrofiltration L1 (Diagramm oben), Mikrofiltration L2 (Diagramm unten).

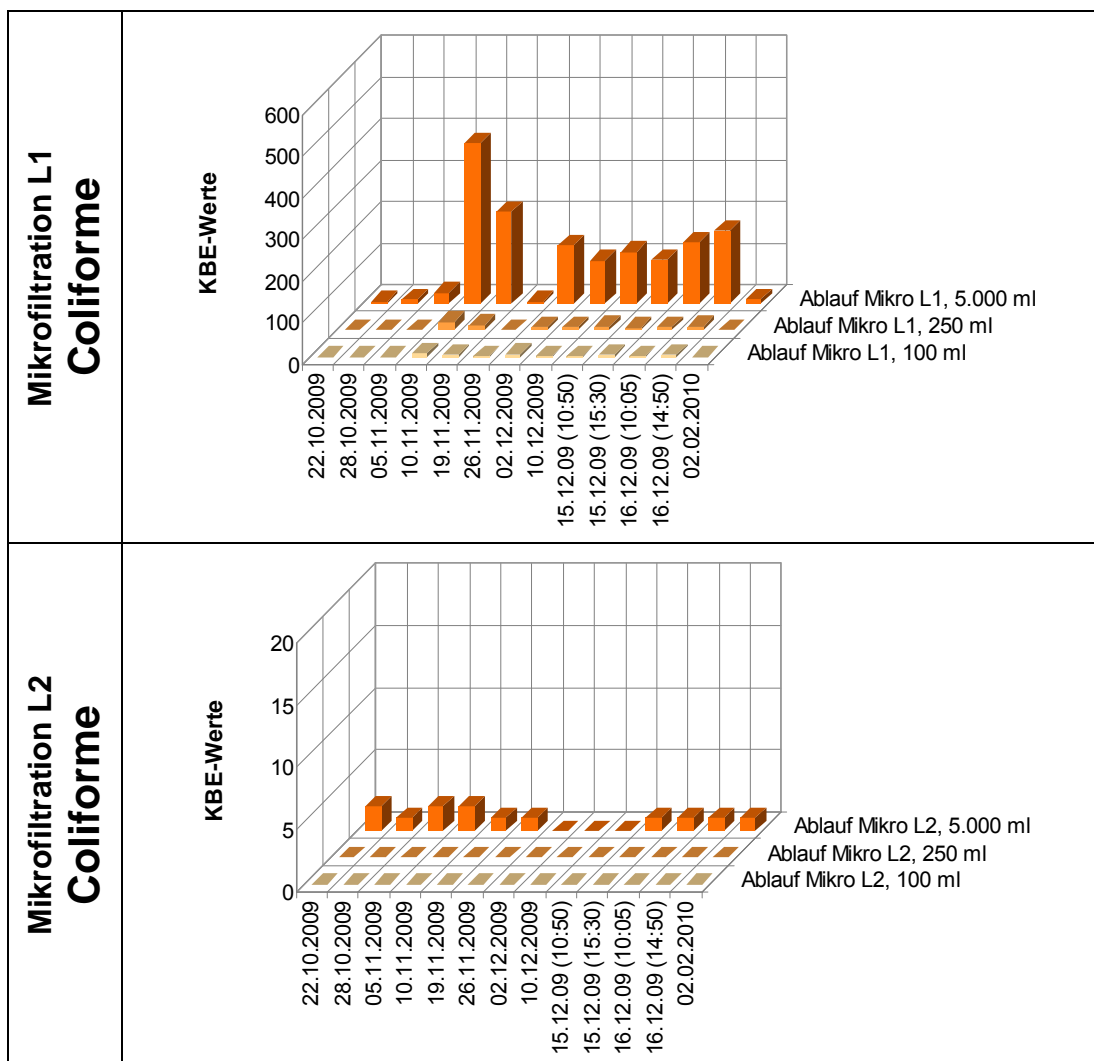


Abbildung 37 Ablaufqualität bezüglich Coliforme pro 100, 250 und 5.000 ml, Mikrofiltration L1 (Diagramm oben), Mikrofiltration L2 (Diagramm unten).

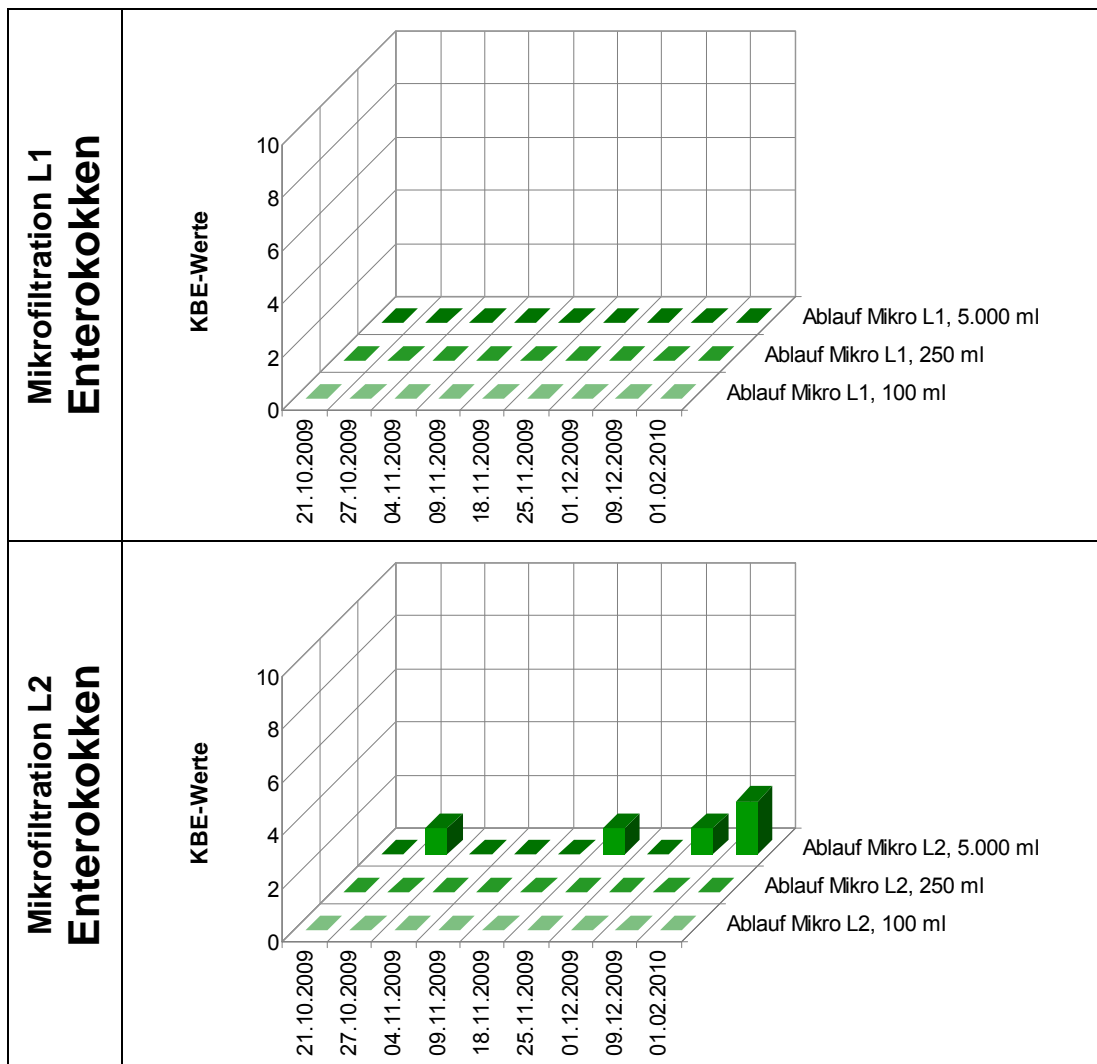


Abbildung 38 Ablaufqualität bezüglich Enterokokken pro 100, 250 und 5.000 ml, Mikrofiltration L1 (Diagramm oben), Mikrofiltration L2 (Diagramm unten).

Eine Betrachtung der ermittelten Ablaufwerte zeigt für beide Membranmodule das Vorliegen einer guten Ablaufqualität. Die Belastung des Permeats mit *E. coli* und Enterokokken lag sowohl für Mikro L1 als auch für Mikro L2 im tolerierbaren Bereich.

Das abweichende Ergebnis bei der Untersuchung auf Coliforme dürfte nicht auf eine mangelnde Reinigungsleistung der Mikro L1 zurückzuführen sein, sondern auf eine mikrobiologische Verunreinigung der Permeatlinie (v.a. der Pumpe) mit dieser Organismengruppe durch die ursprünglich in der Permeatlinie 1 eingesetzte Ultrafiltrationsmembran. Eine mangelnde Filtrationsleistung müsste sich auch in *E. coli*- und Enterokokken-Durchbrüchen bemerkbar machen.

6.4.2 Beschickung mit unterschiedlichen Abwassermengen

Am 15.12.2009 und am 16.12.2009 wurde überprüft, ob unterschiedliche Zulaufmengen von Rohabwasser (300 bzw. 600 Liter) in das Belebungsbecken Auswirkungen auf die Qualität des Permeats haben.

Dazu wurden im Belebungsbecken während eines gewöhnlichen Permeatabzugs 300 Liter gereinigtes Abwasser abfiltriert und danach wieder dem Belebungsbecken durch eine Beschickung zugeführt. Dies entsprach einem normalen Filtrationszyklus. Anschließend wurde bei unveränderter Trockensubstanzkonzentration 600 Liter gereinigtes Abwasser abfiltriert und dem Belebungsbecken wieder zugeführt. Dieser Versuch wurde nach einer Schlammmentnahme von 14,3 g/l auf 10,8 g/l wiederholt.

Wie in Tabelle 23 ersichtlich, kam es zu keiner Einflussnahme durch die doppelte Beschickungsmenge. Es ist davon auszugehen, dass der SBMBR eine gewisse Toleranz bzgl. unterschiedlicher Beschickungsmengen unabhängig der Schlammkonzentration aufweist.

Tabelle 23 *E. coli*-Werte im Ablauf der Mikro L1 und der Mikro L2 bei unterschiedlicher Beschickungsmenge und unterschiedlicher Trockensubstanz im Belebungsbecken.

Beschickungsmenge (Liter)	TS (g/l)	<i>E. coli</i>			
		Mikro L1		Mikro L2	
		100 ml	1.000 ml	100 ml	1.000 ml
300	14,3	0	0	0	0
600		0	0	0	0
300	10,8	0	0	0	0
600		0	0	0	0

6.4.3 Online-Messungen der *E. coli*-Konzentration im Permeat

Beginnend mit 07.07.2009 fanden online-Überwachungen der *E. coli*-Konzentration im Permeat statt. Die Messungen wurden mittels COLIGUARD® EC.hs - *E. coli* Analyzer der Firma mbOnline GmbH durchgeführt.

Die online-Messungen erfolgten an allen drei Membranabläufen:

- * Ablauf Ultrafiltration (Ultra L1): 07.07.2009 bis 27.07.2009
- * Ablauf Mikrofiltration (Mikro L2): 28.07.2009 bis 22.10.2009
- * Ablauf Mikrofiltration (Mikro L1): 22.10.2009 bis 01.12.2009

Abbildung 39 zeigt die Ergebnisse der jeweiligen Messreihen. Auch an Hand dieser Untersuchungsserie sind die besseren Ablaufwerte der Mikrofiltrationsmodule erkennbar. Dass es bei dieser Art von Messungen öfter zu positiven Signalen gekommen ist, obwohl die begleitenden *E. coli*-Standarduntersuchungen einen negativen Befund aufwiesen, ist darauf zurückzuführen, dass die Standarduntersuchung auf Koloniezahlebene detektiert, während dies bei der betreffenden online-Messung auf der wesentlich sensitiveren Zellebene der Fall ist.

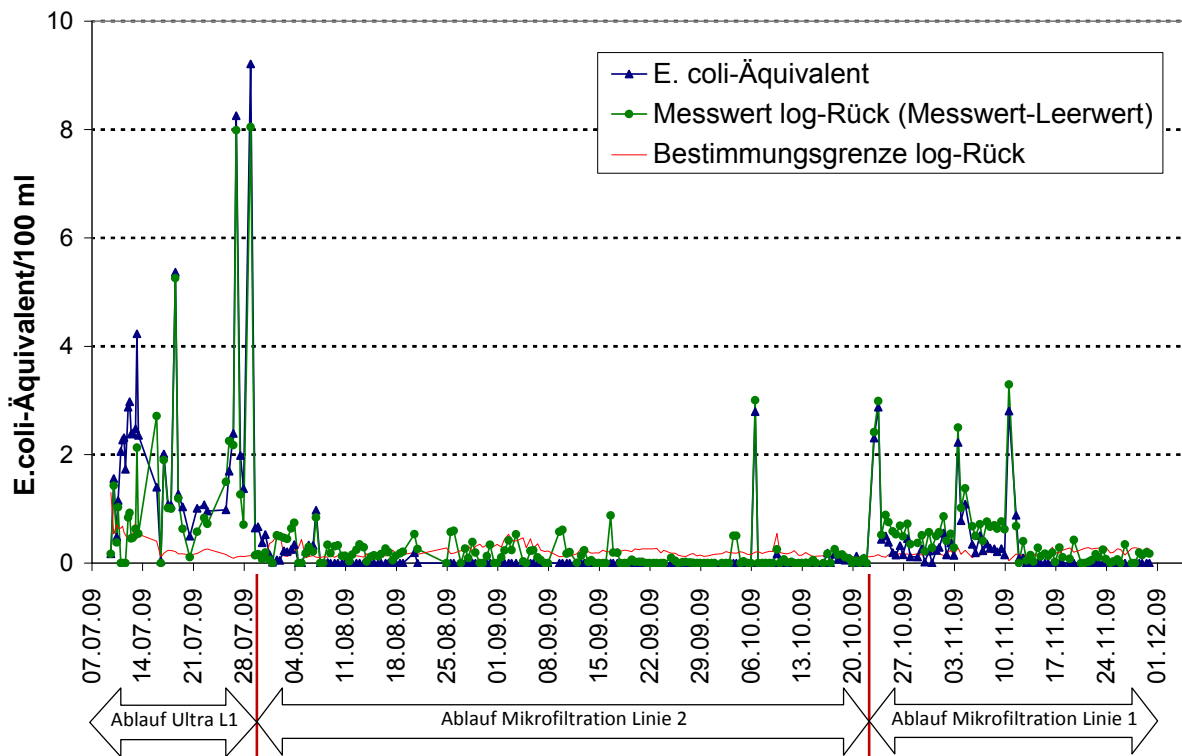


Abbildung 39 Ergebnis der online-Messung mittels COLIGUARD EC.hs - *E. coli* Analyzer.

6.4.4 Mikrobiologische Zudosierungsversuche

Die Konzentrationsangaben beziehen sich bei dem Testvirus auf ein Bezugsvolumen von 1 ml, bei den Bakteriensporen auf ein Bezugsvolumen von 100 ml.

20.10.2008: Reinwasser (Leitungswasser)

Der erste Zudosierungsversuch mit den Testorganismen (Testvirus und Bakteriensporen) wurde in Leitungswasser durchgeführt, um das Procedere der geplanten Versuchsdurchführung (Einbringung und Durchmischung der Testorganismen, Probenahmen, Untersuchungen) auf seine Zweckmäßigkeit und Praktikabilität zu überprüfen.

Um die Retention der Testorganismen über einen ausreichend weiten Konzentrationsbereich beobachten zu können, wurde die Zudosierung so gewählt, dass die Ausgangskonzentration des Testvirus von ca. $1,0 \times 10^6$ /ml und jene von Bakteriensporen von ca. $1,0 \times 10^7$ /100 ml im Wasser des Reaktors erreicht wurden.

In Abbildung 40 sind die Konzentrationen des Testvirus und der Bakteriensporen in den an den fünf Probenahmestellen entnommenen Proben dargestellt. Die Ergebnisse der Proben aus dem Reaktor zeigten zum einen, dass die Einmischung der beiden Testorganismen und deren Verteilung im Wasser des Belebungsbeckens sehr zufrieden stellend funktionierten. Die Konzentrationen der jeweils drei aus dem Belebungsbecken gezogenen Proben (oben, mittig, unten) unterschieden sich nur unwesentlich voneinander. Weiters wurde mit der Untersuchung belegt, dass durch die Zudosierung die angestrebten Konzentrationen an Testorganismen im Wasser des Belebungsbeckens (Bakteriensporen: $1,0 \times 10^7$ /100 ml und Testvirus ca. $1,0 \times 10^6$ /ml) erreicht wurden.

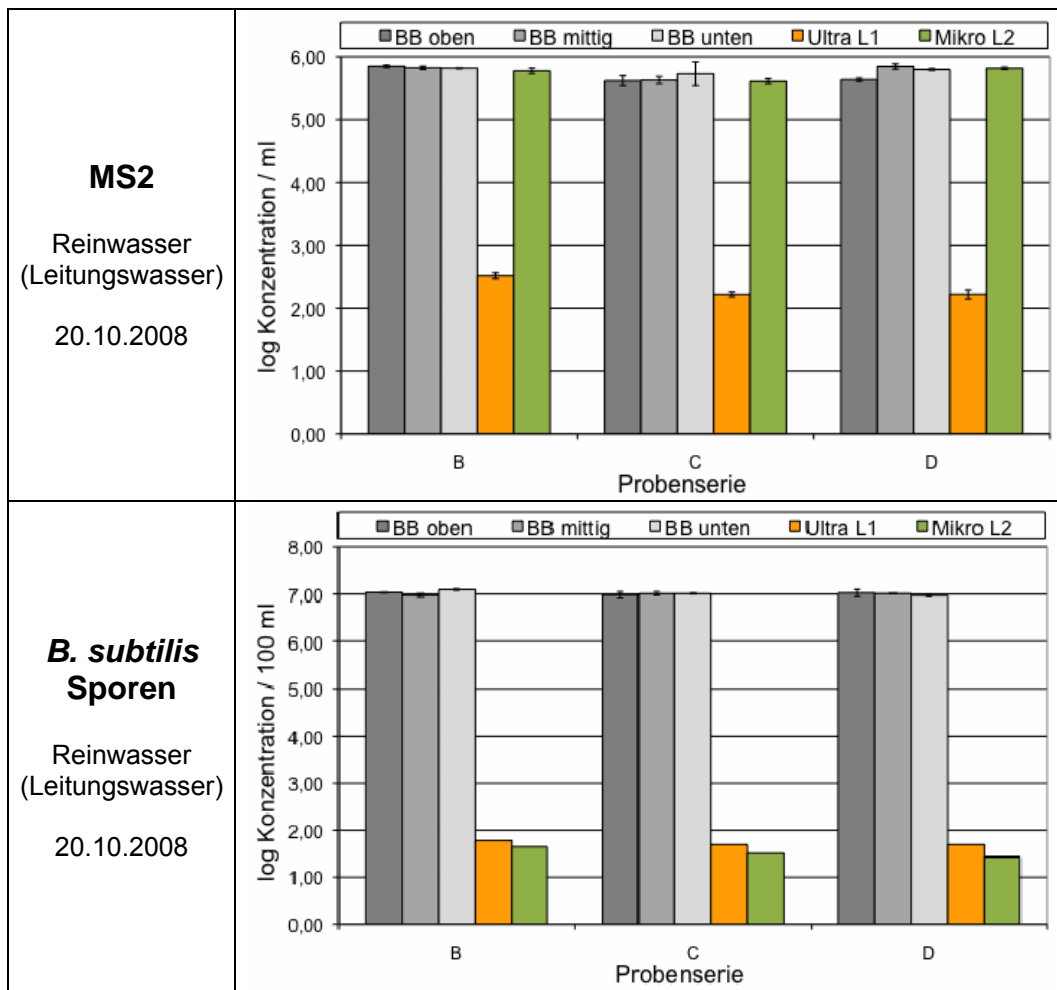


Abbildung 40 Konzentrationen des Testvirus (oberes Diagramm) und Bakteriensporen (unteres Diagramm) vor und nach Ultrafiltration L1 und Mikrofiltration L2 in Leitungswasser. Die Probenserie A erfolgte zu Kontrollzwecken vor Zudosierung der Testorganismen (Daten nicht dargestellt).

Die Konzentration des Testvirus im Ablauf der Ultrafiltration L1 betrug $\log 2,32 \pm 0,17$ (Mittelwert der Serien B, C, D). Im Gegensatz dazu unterschied sich die Konzentration des Testvirus im Ablauf der Mikrofiltration L2 nicht von der Ausgangskonzentration. Das Testvirus wurde durch die Mikrofiltration L2 nicht zurückgehalten.

Die Konzentrationen an Bakteriensporen der beiden Abläufe unterschieden sich nur geringfügig voneinander und betragen $\log 1,72 \pm 0,05$ (Ultrafiltration L1) und $\log 1,53 \pm 0,11$ (Mikrofiltration 2).

19.11.2008: Belebungsbecken mit 2,8 g/l Trockensubstanz

Wie Abbildung 41 zu entnehmen ist, wurde in diesem ersten Versuch mit Abwasser ebenfalls eine sehr gute Einmischung und Verteilung der beiden Testorganismen im Wasser des Reaktors erreicht. Die Konzentrationen der jeweils drei aus dem Reaktor gezogenen Proben (oben, mittig, unten) unterschieden sich nur unwesentlich voneinander. Die eingebrachten Testorganismen wurden im Wasser des Reaktors in den angestrebten Konzentrationen wieder gefunden (Bakteriensporen: $1,0 \times 10^7/100$ ml und Testvirus ca. $1,0 \times 10^6/ml$).

Die Konzentration des Testvirus im Ablauf der Ultrafiltration L1 betrug ähnlich wie beim Versuch mit Leitungswasser $\log 2,09 \pm 0,07$ (Mittelwert der Serien B, C, D). Im Ablauf der Mikrofiltration L2 wurden niedrigere Konzentrationen des Testvirus als beim Versuch mit Leitungswasser festgestellt ($4,31 \pm 0,05$). Ein Zeichen dafür, dass sich bereits eine Deckschicht an den Plattenoberflächen der Mikrofiltration L2 aufgebaut hat, die eine höhere Retention bewirkte.

Die Konzentrationen an Bakteriensporen der beiden Permeatabläufe zeigten einen nur geringen Unterschied und betragen $\log 0,91 \pm 0,04$ (Ultrafiltration L1) und $\log 0,54 \pm 0,23$ (Mikrofiltration L2). Die Konzentrationen lagen etwa 1 log-Stufe niedriger als jene im Versuch mit dem Leitungswasser, die Elimination war somit höher als im Reinwasser.

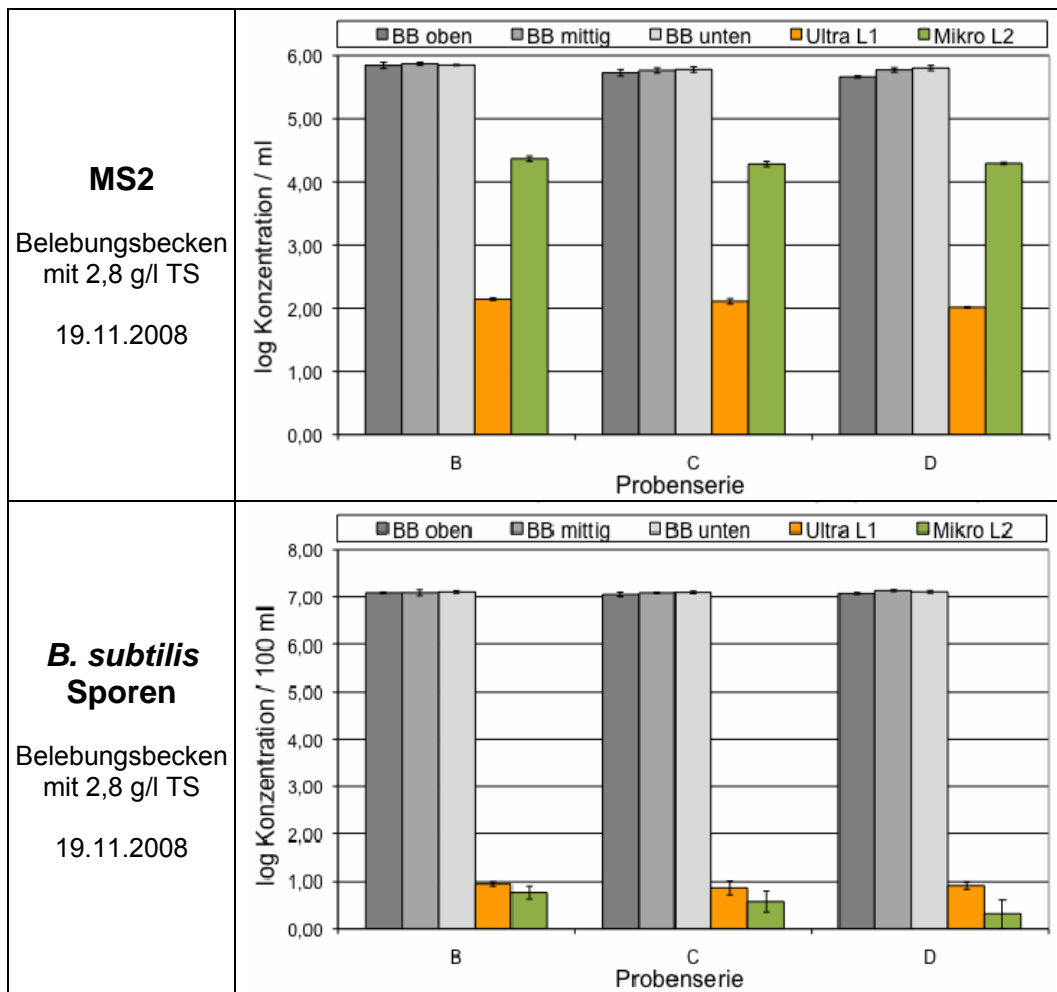


Abbildung 41 Konzentrationen des Testvirus (oberes Diagramm) und Bakteriensporen (unteres Diagramm) vor und nach Ultrafiltration L1 und Mikrofiltration L2 in Abwasser. Die Probenserie A erfolgte zu Kontrollzwecken vor Zudosierung der Testorganismen (Daten nicht dargestellt).

03.02.2009: Belebungsbecken mit 5,3 g/l Trockensubstanz

In dem Versuch mit einem TS von 5,3 g/l wurde wiederum eine sehr gute Einmischung und Verteilung der beiden Testorganismen im Wasser des Reaktors erreicht. (Abbildung 42). Die eingebrachten Bakteriensporen wurden im Wasser des Reaktors in der angestrebten Konzentrationen wieder gefunden (Bakteriensporen: $1,0 \times 10^7/100 \text{ ml}$), die Konzentration des Testvirus lag mit log 5,2 etwas niedriger als die Zielkonzentration (ca. $1,0 \times 10^6/\text{ml}$).

Überraschenderweise waren die Konzentrationen des Testvirus im Ablauf der beiden Membranen nahezu gleich (Ultrafiltration L1: $\log 1,62 \pm 0,08$; Mikrofiltration L2: $\log 1,54 \pm 0,13$). Im Vergleich zu den beiden vorhergehenden Versuchsserien war die Retention des Testvirus bei der Ultrafiltration L1 unverändert, bei der Mikrofiltration L2 stieg sie sehr deutlich an.

Die Konzentrationen an Bakteriensporen der beiden Permeatabläufe unterschieden sich nur wenig voneinander und betragen $\log 0,59 \pm 0,23$ (Ultrafiltration L1) und $\log 0,28 \pm 0,23$ (Mikrofiltration L2). Aus den Ergebnissen der Subzyklen (B, C, D) ist zu sehen, dass mit zunehmender Subzyklenzahl pro Filtrationszyklus die Rückhaltung für die Bakteriensporen bei beiden Membranmodulen ansteigt.

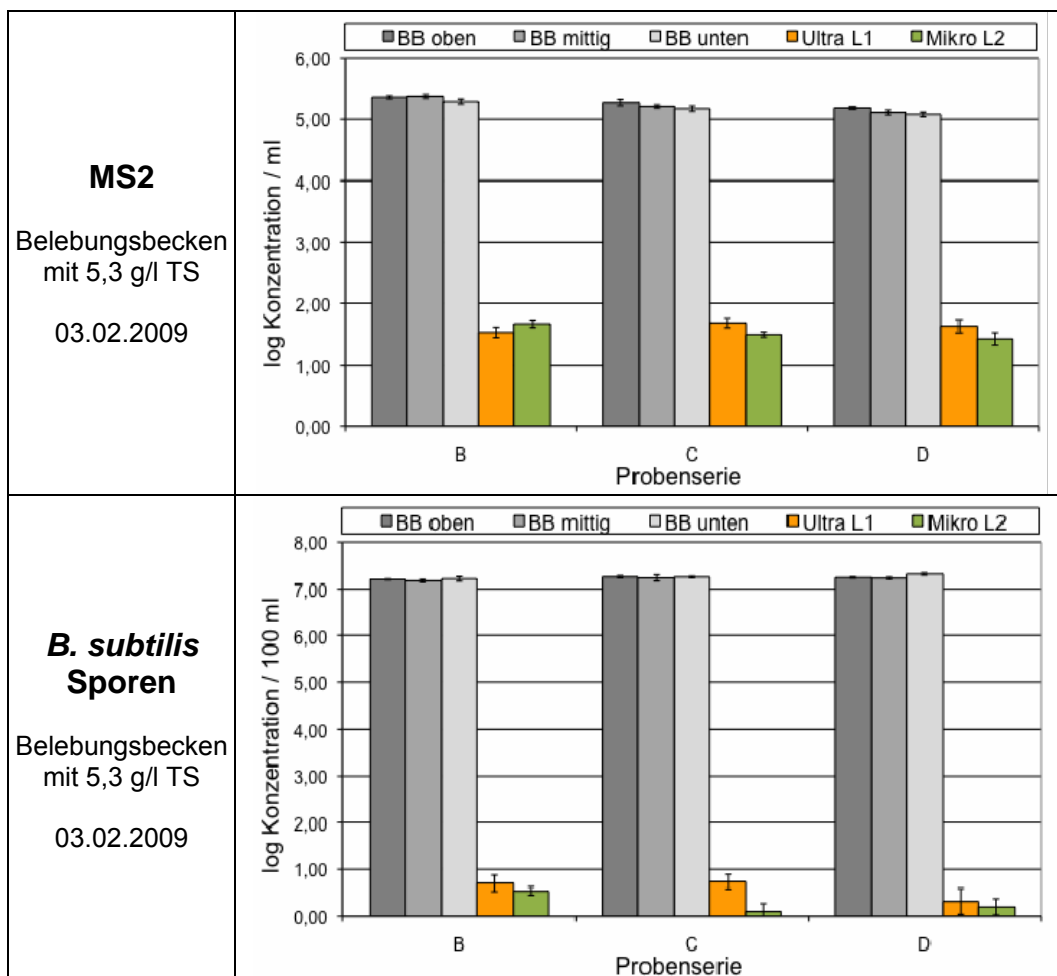


Abbildung 42 Konzentrationen des Testvirus (oberes Diagramm) und Bakteriensporen (unteres Diagramm) vor und nach Ultrafiltration L1 und Mikrofiltration L2 in Abwasser. Die Probenserie A erfolgte zu Kontrollzwecken vor Zudosierung der Testorganismen (Daten nicht dargestellt).

15.04.2009: Belebungsbecken mit 10,1 g/l Trockensubstanz

Auch mit einer TS von 10,1 g/l wurde eine gute Einmischung und Verteilung der beiden Testorganismen im Wasser des Reaktors erreicht (Abbildung 43). Die eingebrachten Bakteriensporen wurden im Wasser des Reaktors in der angestrebten Konzentrationen wieder gefunden (Bakteriensporen: $1,0 \times 10^7/100 \text{ ml}$), die Konzentration des Testvirus lag mit log 5,6 etwas niedriger als die Zielkonzentration (ca. $1,0 \times 10^6/\text{ml}$).

Die Konzentrationen des Testvirus im Ablauf der Ultrafiltration L1 der drei Testserien (Subzyklen) betragen $\log 1,25 \pm 0,11$ (B), $\log 1,18 \pm 0,16$ (C) und $0,26 \pm 0,24$ (D) und nahmen mit zunehmender Subzyklenzahl ab. Die Konzentrationen des Testvirus im Ablauf der Mikrofiltration L2 unterschieden sich zwischen den beprobten Subzyklen nur geringfügig ($\log 2,42 \pm 0,14$).

Die Konzentrationen an Bakteriensporen der beiden Permeatabläufe zeigten einen nur geringen Unterschied und betragen $\log 0,80 \pm 0,09$ (Ultrafiltration L1) und $\log 0,97 \pm 0,45$ (Mikrofiltration L2). Eine Verbesserung der Rückhaltung für die Bakteriensporen mit zunehmender Subzyklenzahl pro Filtrationszyklus war bei diesem Betriebszustand nicht gegeben.

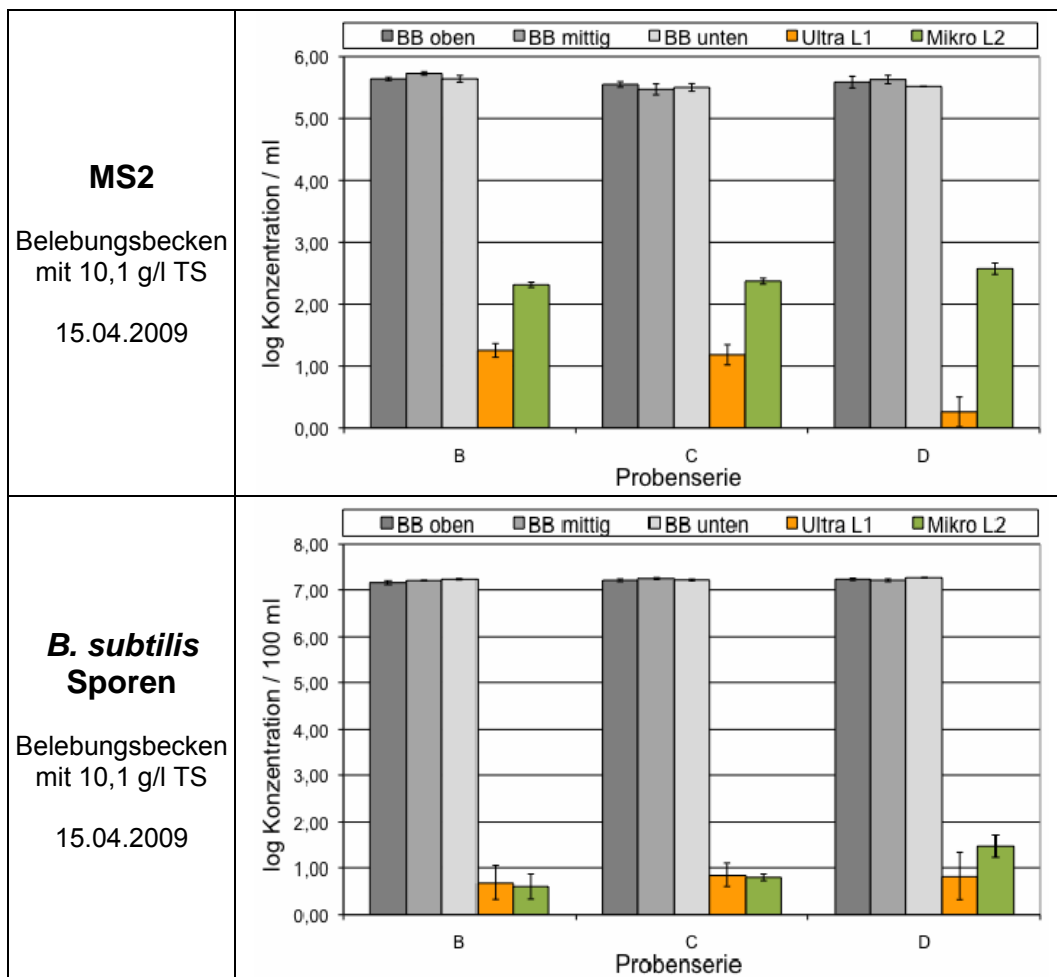


Abbildung 43 Konzentrationen des Testvirus (oberes Diagramm) und Bakteriensporen (unteres Diagramm) vor und nach Ultrafiltration L1 und Mikrofiltration L2 in Abwasser. Die Probenserie A erfolgte zu Kontrollzwecken vor Zudosierung der Testorganismen (Daten nicht dargestellt).

21.07.2009: Belebungsbecken mit 14,5 g/l Trockensubstanz

Diese Untersuchung wurde unmittelbar vor der intensiven Reinigung der beiden Membranen am 23.07.2009 durchgeführt. Auch mit einer TS von 14,5 g/l wurde eine gute Einmischung und Verteilung der beiden Testorganismen im Wasser des Reaktors erreicht (Abbildung 44). Die eingebrachten Bakteriensporen wurden im Wasser des Reaktors in der angestrebten Konzentrationen wieder gefunden (Bakteriensporen: $1,0 \times 10^7/100$ ml), die Konzentration des Testvirus lag mit log 5,3 etwas niedriger als die Zielkonzentration (ca. $1,0 \times 10^6$ /ml).

Während der Probenahme des 2. Subzyklus (Probenserie B) schaltete betriebsbedingt die Anlagensteuerung die Filtration der Ultrafiltration L2 ab und leitete automatisch eine Rückspülung ein. Der Grund waren die massiven Verblockung und dadurch eine Überschreitung des maximal zulässigen TMP-Unterdrucks (siehe dazu auch die Fotos in Abbildung 16).

Beschreibung der Probenahme: Start der Filtration war um 10:43:31. Die Pumpe der Permeatlinie 1 (Ultra L1) schaltete sich während des 2. Subzyklus um 10:58:31 nach 5 Minuten filtrieren automatisch ab. Der folgende Rückspülvorgang nach 30 Sekunden Pause wurde nach 15 Sekunden händisch unterbrochen (normal 60 Sekunden). Um 10:59:48 wurde die Filtration der Permeatlinie 1 mit geringerem Flux wieder händisch aktiviert (d.h. 1 Minute und 17 Sekunden nach dem automatischen Stopp der Pumpe) und lief dann wieder für 2 Minuten und 13 Sekunden.

Dies ergibt eine gesamte Filtrationszeit für die Ultra L1 während des 2. Subzyklus von 7 Minuten und 11 Sekunden (normal 8 Minuten). Während dieser Zeit lief die Pumpe der Permeatlinie 2 (Mikro L2) für 8 Minuten und 25 Sekunden ununterbrochen (normal 8 Minuten). Die daran anschließenden Subzyklen waren wieder im vorgegebenen Zeitschema von 8/0,5/1/0,5 Minuten.

Die Konzentrationen des Testvirus unterschieden sich im Ablauf der beiden Filtrationsanlagen Ultrafiltration L1 und Mikrofiltration L2 im Verlauf der drei Testserien B, C und D (Subzyklen) nur geringfügig. Auffallend war die fehlende Retention in der Probenserie C (4. Subzyklus), die nach der Abschaltung der Anlagen (während der Beprobung der Probenserie B im 2. Subzyklus) entnommen wurde. Die Konzentrationen des Testvirus der Probenserie D lagen in vergleichbarer Größenordnung der Konzentration der Serie B (vor automatischer Abschaltung der Permeatlinie 1) und betragen $\log 3,34 \pm 0,08$ (Ultrafiltration L1) und $\log 3,59 \pm 0,07$ (Mikrofiltration L2).

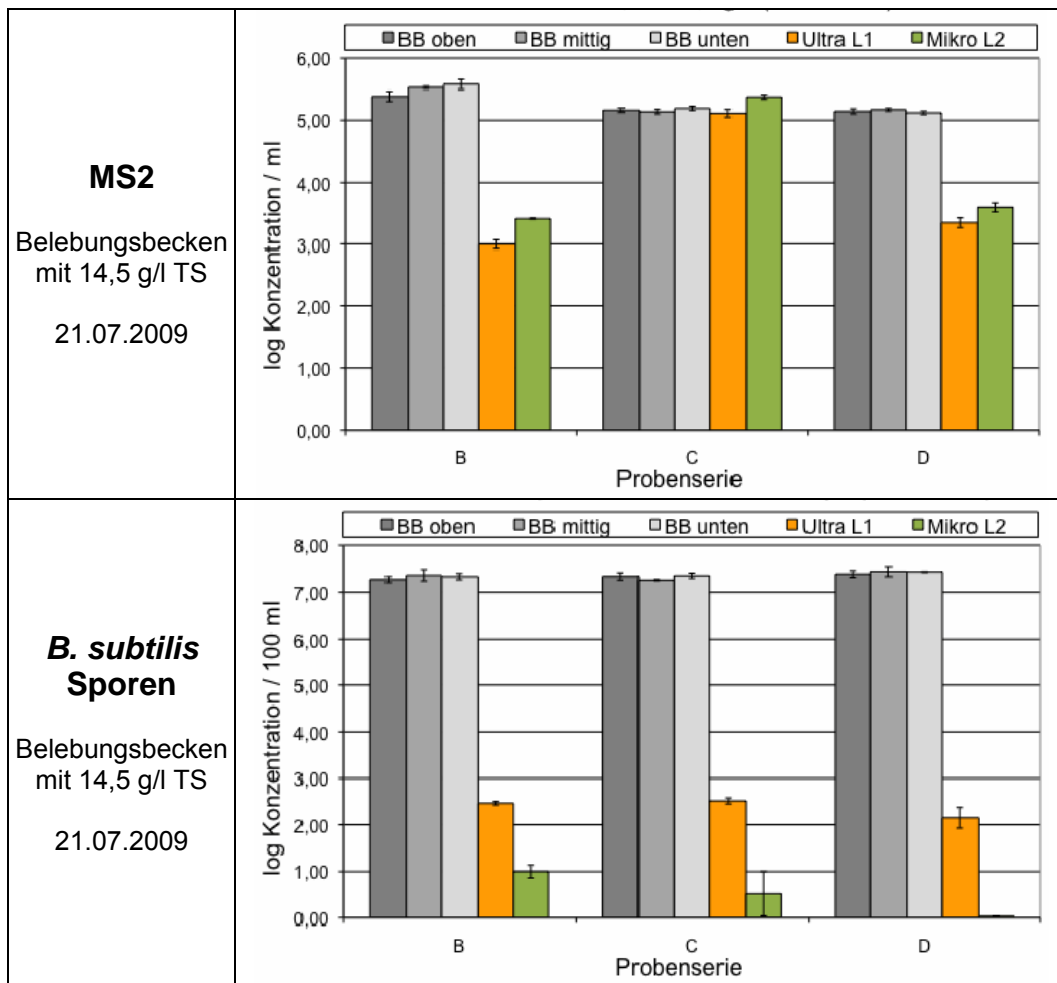


Abbildung 44 Konzentrationen des Testvirus (oberes Diagramm) und Bakteriensporen (unteres Diagramm) vor und nach Ultrafiltration L1 und Mikrofiltration L2 in Abwasser. Die Probenreihe A erfolgte zu Kontrollzwecken vor Zudosierung der Testorganismen (Daten nicht dargestellt).

Bei den Konzentrationen der Bakteriensporen in den beiden Permeatabläufen war keine Beeinflussung durch das kurzfristige automatische Abschalten der Versuchsanlage zu erkennen. Auffällig war jedoch, dass im Permeat der Ultrafiltration L1 deutlich höhere Konzentrationen an Bakteriensporen als im Permeat der Mikrofiltration L2 auftraten. Der Unterschied betrug log 1,9 Bakteriensporen (Ultrafiltration L1: $\log 2,38 \pm 0,20$; Mikrofiltration L2: $\log 0,51 \pm 0,50$). Ein Hinweis, dass die Ultrafiltration L1 zu diesem Zeitpunkt nicht voll funktionstüchtig war.

Die Tendenz, dass eine Verbesserung der Rückhaltung von Bakteriensporen mit zunehmender Subzyklenzahl pro Filtrationszyklus auftritt, war auch bei diesem Betriebszustand ersichtlich, insbesondere bei der Mikrofiltration L2.

28.07.2009: Belebungsbecken mit 15,3 g/l Trockensubstanz

Diese Untersuchung wurde unmittelbar nach der chemischen Reinigung der beiden Membranen am 23.07.2009 durchgeführt.

Die gute Einmischung und Verteilung der beiden Testorganismen im Reaktor war wieder gegeben (Abbildung 45). Die eingebrachten Bakteriensporen lagen im Belebungsbecken in der angestrebten Konzentration vor (Bakteriensporen: $1,0 \times 10^7/100 \text{ ml}$), die Konzentration des Testvirus lag mit log 5,7 an der Zielkonzentration (ca. $1,0 \times 10^6/\text{ml}$).

Die Konzentrationen des Testvirus betragen im Ablauf der Ultrafiltration L1 (Mittelwert B, C, D) log 2,15 und im Ablauf der Mikrofiltration L2 (Mittelwert B, C, D) log 3,66.

Die Bakteriensporen wurden durch die Mikrofiltration L2 stärker zurückgehalten als durch die Ultrafiltration L1. Die Konzentrationen der Permeatabläufe betragen für die Ultrafiltration L1 $\log 2,68 \pm 0,19$ und für die Mikrofiltration L2 $\log 1,55 \pm 0,47$.

Eine Tendenz der Verbesserung der Rückhaltung mit zunehmender Subzyklenzahl pro Filtrationszyklus war bei beiden Filtrationsanlagen und beiden Testorganismen vorhanden.

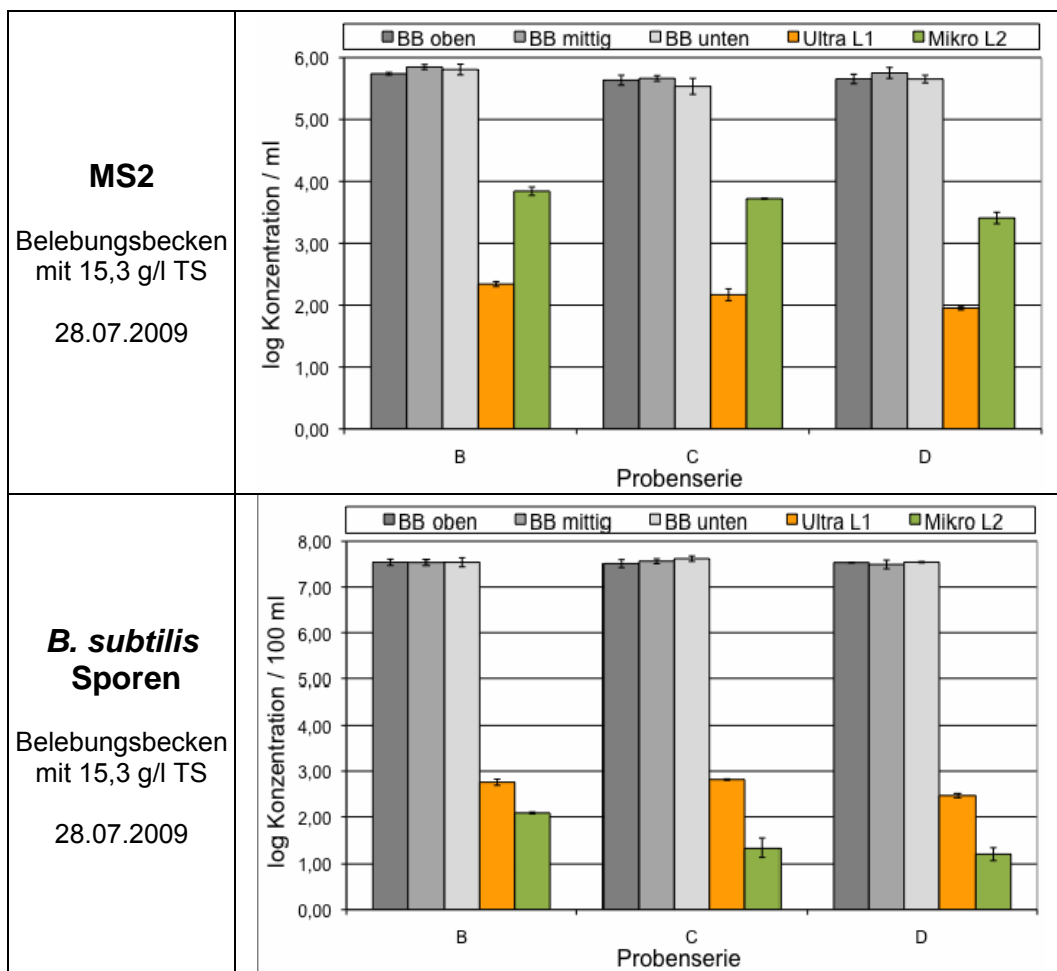


Abbildung 45 Konzentrationen des Testvirus (linkes Diagramm) und Bakteriensporen (rechtes Diagramm) vor und nach Ultrafiltration L1 und Mikrofiltration L2 in Abwasser. Die Probenreihe A erfolgte zu Kontrollzwecken vor Zudosierung der Testorganismen (Daten nicht dargestellt).

02.02.2010: Belebungsbecken mit 12,0 g/l Trockensubstanz

Bei dieser Untersuchung war in der Permeatlinie 1 anstelle der ursprünglichen Ultrafiltration L1 seit 09.10.2009 die Mikrofiltration L1 in Betrieb. Die Mikrofiltration L2 war wie in den vorangegangenen Untersuchungen weiterhin in Betrieb.

Eine gute Einmischung und Verteilung der beiden Testorganismen im Belebungsbecken war wieder gegeben (Abbildung 46). Die eingebrachten Bakteriensporen lagen im Reaktor in der angestrebten Konzentration vor (Bakteriensporen: $1,0 \times 10^7/100 \text{ ml}$), die Konzentration des Testvirus lag mit log 4,8 etwas unter der Zielkonzentration (ca. $1,0 \times 10^6/\text{ml}$).

Die Konzentration des Testvirus lag im Ablauf der Mikrofiltration L2 (Mittelwert B, C, D) mit log 0,23 deutlich niedriger als jene im Ablauf der Mikrofiltration L1 (Mittelwert B, C, D) log 2,36.

Eine Tendenz der Verbesserung der Rückhaltung des Testvirus mit zunehmender Subzyklenzahl pro Filtrationszyklus war bei beiden Filtrationsanlagen vorhanden.

Die Bakteriensporen wurden bei den beiden Mikrofiltrationsmembranen L2 und L1 im gleichen Ausmaß zurückgehalten. Die Konzentrationen der Abläufe betragen für die Mikrofiltration L2 $\log 0,03 \pm 0,06$ und für die Mikrofiltration L1 $\log 0,05 \pm 0,09$.

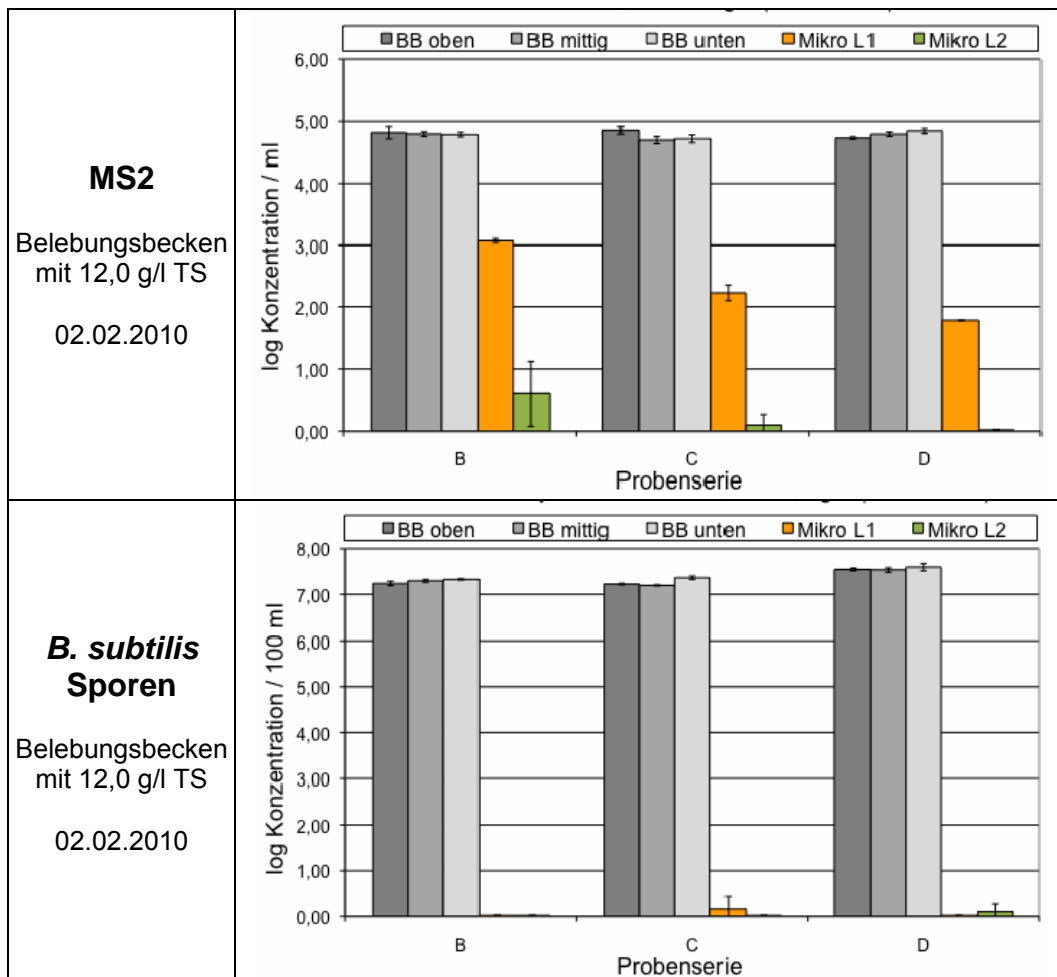


Abbildung 46 Konzentrationen des Testvirus (linkes Diagramm) und Bakteriensporen (rechtes Diagramm) vor und nach Mikrofiltration L1 und Mikrofiltration L2 in Abwasser. Die Probenserie A erfolgte zu Kontrollzwecken vor Zudosierung der Testorganismen (Daten nicht dargestellt).

6.5 Modul „Akut toxische und gentoxische Effekte“

6.5.1 Vorexperimente mit Wasserproben unterschiedlicher Herkunft

Für das Projekt waren vor allem Kommunalabwasser und Abwasser von WC-Anlagen (Hebeanlage und Speichertank) von besonderer Bedeutung. Daher wurden zunächst unterschiedliche Proben sowohl in SCGE Tests mit Ratten-Hepatozyten, als auch in *Salmonella*/Mikrosomen Tests untersucht. Die Detailergebnisse befinden sich in Kapitel 14.10 im Anhang.

Ergebnisse der SCGE-Tests mit kommunalen und WC-Abwässern (10.01.2008, 16.01.2008 und 28.01.2008)

Die Resultate sind in Abbildung 92 und Abbildung 93 (Kapitel 14.10 im Anhang) graphisch dargestellt. Während mit WC Abwasser positive Resultate erzielt wurden, konnten mit kommunalem Abwasser keine Hinweise auf erhöhte DNA-Migration festgestellt werden. Keine der untersuchten Proben beeinflusste die Vitalität der Indikatorzellen.

Ergebnisse der Dotierung von Wasserproben (03.02.2009) mit Benzalkoniumchlorid

In einer weiteren Versuchsserie wurde die Möglichkeit der Dotierung von Wasserproben (03.02.2009) mit Benzalkoniumchloride (BAC, CAS-Nr. 8001-45-5, Sigma St. Louis, USA) untersucht. BAC ist eine quaternäre Ammoniumverbindung, die sehr häufig in Oberflächenwässern gefunden wird und von der aus früheren Experimenten bekannt ist, dass sie DNA-Migration in Säugerzellen auslöst (FERK et al., 2007). Die Resultate der SCGE-Experimente sind in Abbildung 94 und Abbildung 95 (Kapitel 14.10 im Anhang) dargestellt. Die Verbindung löste einen deutlichen konzentrationsabhängigen Anstieg von DNA-Migration in destilliertem Wasser aus (Abbildung 94). Allerdings wurden keine derartigen Effekte im Zulauf zur Versuchsanlage (Vorlagetank und Belebungsbecken) mit verschiedenen BAC Konzentrationen (0,0 bis 6,0 mg/l) gefunden. Es wurden daher in Folge keine weiteren Untersuchungen hierzu durchgeführt (Abbildung 95).

Ergebnisse von Salmonella/Mikrosomen Test mit kommunalen und WC-Abwasser (10.01.2008, 16.01.2008, 28.01.2008 und 29.01.2008)

Die Resultate, die mit den Abwässern erhalten wurden, sind in Tabelle 59 (Kapitel 14.10 im Anhang) zusammengefasst. In allen Experimenten wurden durchwegs negative Ergebnisse erhalten. Die Frequenzen der Spontanrevertanten lagen durchwegs im erwarteten Bereich nach UKEMS Guidelines (KIRKLAND, 1990) und auch mit den eingesetzten Positivkontrollen wurden die erwarteten Effekte gefunden.

Es wurde am 26.06.2008 eine weitere Testreihe mit Abwasser aus der WC-Hebeanlage durchgeführt. Die Proben wurden schonend im Rotavapor aufkonzentriert (4-Fach-Konzentrierung). Die Ergebnisse sind in Tabelle 60 zusammengefasst. Es wurden keine Effekte (keine Erhöhung der His⁺-Revertanten) in den Standardstämmen gefunden. In Stamm YG1024 wurde hingegen ein deutlicher Anstieg der Mutantenzahlen nach der Zugabe eines Aktivierungsgemisches (S9-Leberhomogenat) detektiert.

6.5.2 Hauptuntersuchungen mit Wasserproben der Versuchsanlage

In den Experimenten mit den Membranmodulen wurde eine Mischung aus kommunalen und WC-Abwasser verwendet. Es war davon auszugehen, dass durch die Mischung mit WC-Abwasser positive Resultate zu erwarten waren, sodass eine Beurteilung der Effizienz nach der Filtration möglich sein sollte. Auf eine Untersuchung mit BAC-dotiertem Wasser wurde aufgrund der negativen Ergebnisse in den Vorexperimenten verzichtet.

Insgesamt wurden vom Beginn bis zum Ende des Versuchsbetriebs fünf Probenserien gezogen (03.02.2009, 21.07.2009, 28.07.2009, 19.01.2010 und 05.02.2010).

6.5.2.1 Ergebnisse der SCGE-Tests

Die Ergebnisse der SCGE Experimente vom 03.02.2009, 21.07.2009, 28.07.2009 und 19.01.2010 sind in den folgenden Abbildungen graphisch dargestellt. Keine der Proben löste akut toxische Effekte aus.

Man sieht in Abbildung 47 und Abbildung 48 deutlich, dass mit den unverdünnten Proben (03.02.2009) aus dem Vorlagetank (VLT) und aus dem Belebungsbecken (BB) eine signifikante Erhöhung der DNA-Migration detektiert wurde. Im Permeat der Ultrafiltrationsmembran L1 (UL1) und der Mikrofiltrationsmembran L2 (ML2) wurde eine Abnahme der DNA-Schädigung festgestellt. Verdünnungen (1:3 und 1:9) der Wasserproben führten zu einer Abnahme der DNA-schädigenden Eigenschaften der Proben. Mit den höchsten Verdünnungen (1:9; entspricht 11% der nativen Probe im Medium) waren keine DNA-Schäden detektierbar. Die Membranfiltration mit der Ultra L1 und der Mikro L2 (Porengröße Ultra L1 0,4 µm und Mikro L2 0,2 µm) bewirkte eine Abnahme der DNA-Migration um 43% bzw. 29% (im Vergleich zu den Werten die mit der Probe aus dem Belebungsbecken erhalten wurden).

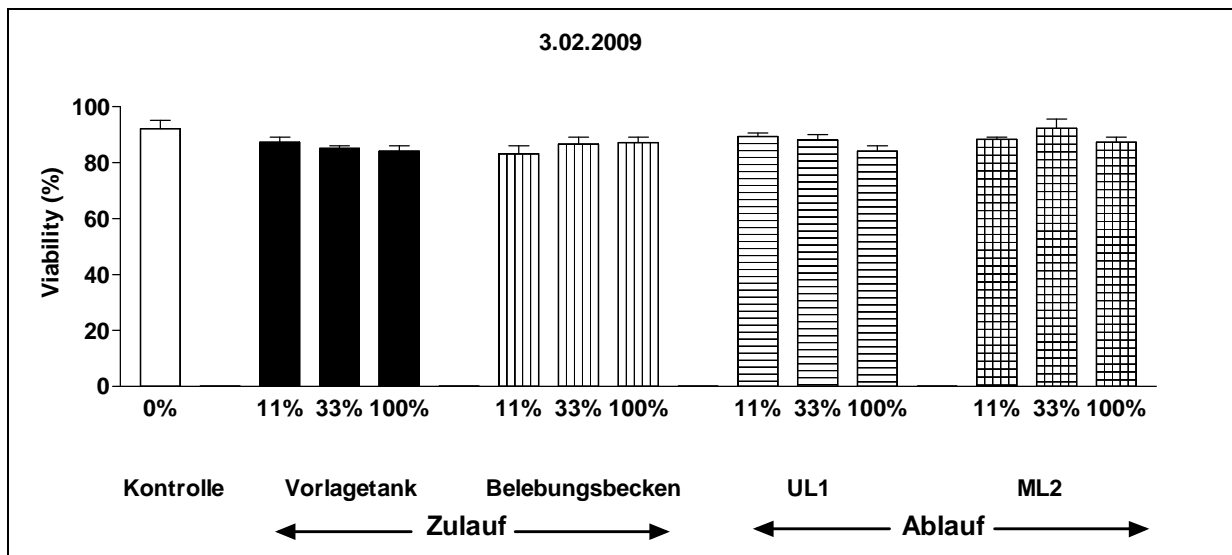


Abbildung 47 Vitalitätsbestimmung der primären Hepatozyten. Zellen wurden mit Wasserproben (verdünnt und unverdünnt) für 60 min bei 37°C inkubiert. Nachfolgend wurden Zellen zweimal mit PBS gewaschen. Die Vitalität der primären Hepatozyten wurde mittels Trypanblaufärbung bestimmt (LINDL und BAUER, 1994). Pro Probe wurden 150-200 Zellen ausgezählt. Die Balken zeigen die Mittelwerte und Standardabweichungen.

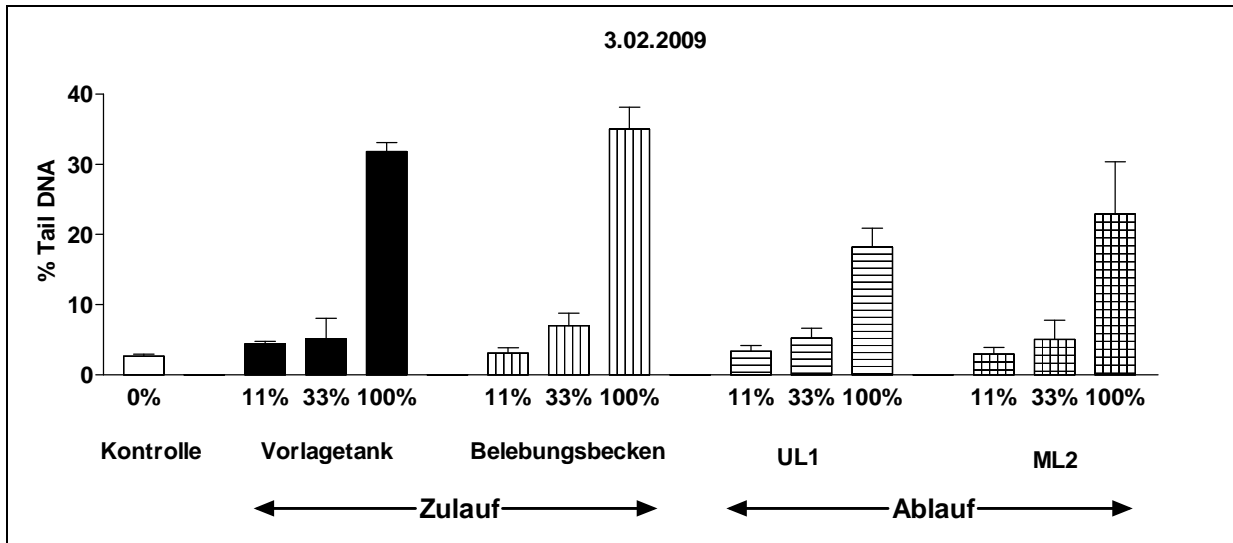


Abbildung 48 DNA Schäden in primären Rattenhepatozyten. Zellen wurden mit den Wasserproben für 60 min bei 37°C inkubiert. Die DNA-Migration wurde unter Standardbedingungen (20 min Elektrophorese, 300mA, 25V) bestimmt. Pro Messpunkt wurden drei Objektträger hergestellt, und jeweils in 50 Zellen pro Objektträger die DNA-Migration bestimmt. Die Balken zeigen die Mittelwerte und Standardabweichungen.

Zusätzlich wurden mit den Proben Anreicherungsexperimente durchgeführt. Die Ergebnisse sind graphisch in Abbildung 49 und Abbildung 50 zusammengefasst. Auch bei den 8-fach angereicherten Proben wurden keine akut toxischen Effekten detektiert. Es ist deutlich zu erkennen, dass die genotoxischen Aktivitäten nach Filtration im Vergleich zur Ausgangsprobe reduziert waren. Bemerkenswert ist auch, dass die Konzentrierung zu keiner deutlichen Zunahme der genotoxischen Aktivität der Proben führte.

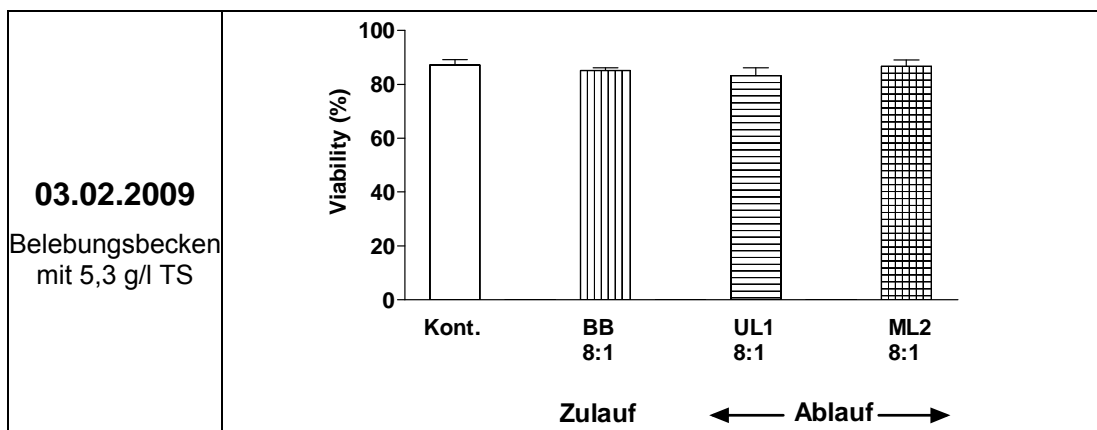


Abbildung 49 Vitalitätsbestimmung von primären Hepatozyten mit den konzentrierten Wasserproben. Die Proben wurden mittels Vakuumdestillation 8-fach konzentriert, nachfolgend wurde wie in Abbildung 47 beschrieben, die Vitalität der primären Hepatozyten mittels Trypanblaufärbung bestimmt. Die Balken zeigen die Mittelwerte und Standardabweichungen.

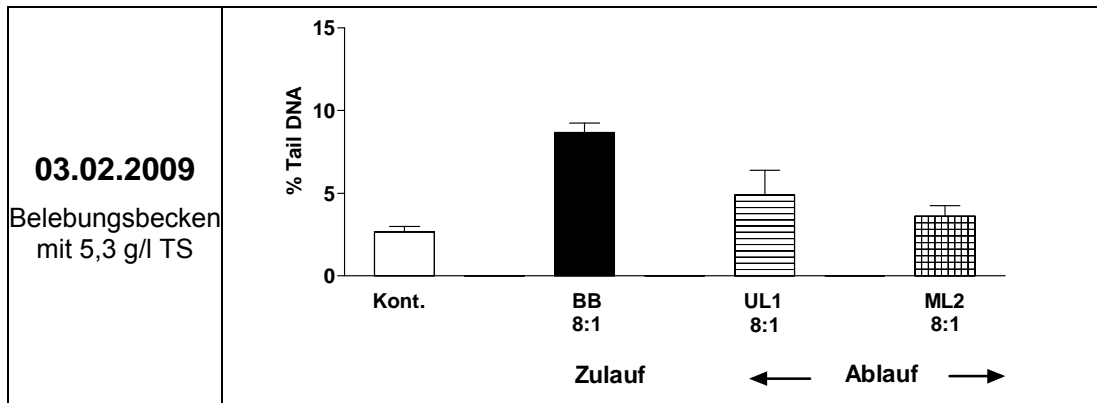


Abbildung 50 DNA Schäden in primären Rattenhepatozyten. Die Proben (03.02.2009) wurden mittels Vakuumdestillation 8-fach konzentriert, nachfolgend wurde wie bereits in Abbildung 48 beschrieben Comet Assay durchgeführt. Die Balken zeigen die Mittelwerte und Standardabweichungen.

Etwa fünf Monate später wurden zwei weitere Probenserien gezogen (21.07.2009 und 28.07.2009). Für die Untersuchungen wurden nur die unverdünnten Proben herangezogen. Die Resultate sind in Abbildung 51 bis Abbildung 54 graphisch dargestellt. Das Ausmaß der DNA-Migration war ähnlich jener der ersten Serie (10-fach über den Kontrollwerten). Nach der Membranfiltration mit der Ultra L1 und Mikro L2 wurde eine Abnahme der DNA-Schäden gefunden.

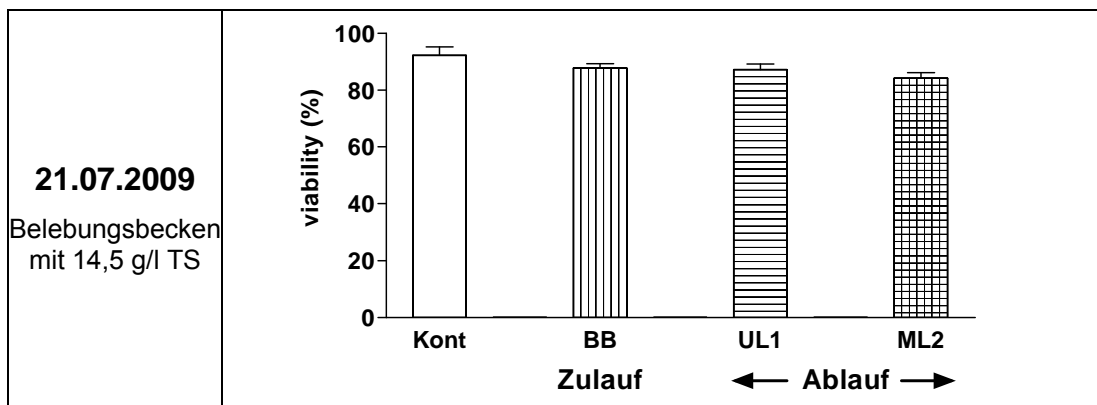


Abbildung 51 Vitalitätsbestimmung von primären Hepatozyten mit Zulauf- und Ablaufproben. Die Vitalitätsbestimmung folgte wie bereits in Abbildung 47 beschrieben. Die Balken zeigen die Mittelwerte und Standardabweichungen.

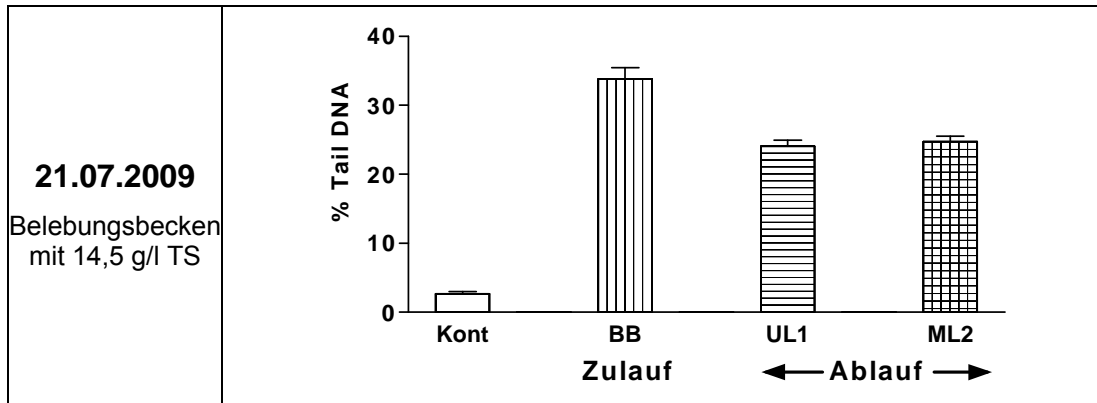


Abbildung 52 DNA Schäden in primären Rattenhepatozyten. Zellen wurden mit den Wasserproben (21.07.2009) für 60 min bei 37°C inkubiert, nachfolgend wurde wie bereits in Abbildung 48 beschrieben Comet Assay durchgeführt. Die Balken zeigen die Mittelwerte und Standardabweichungen.

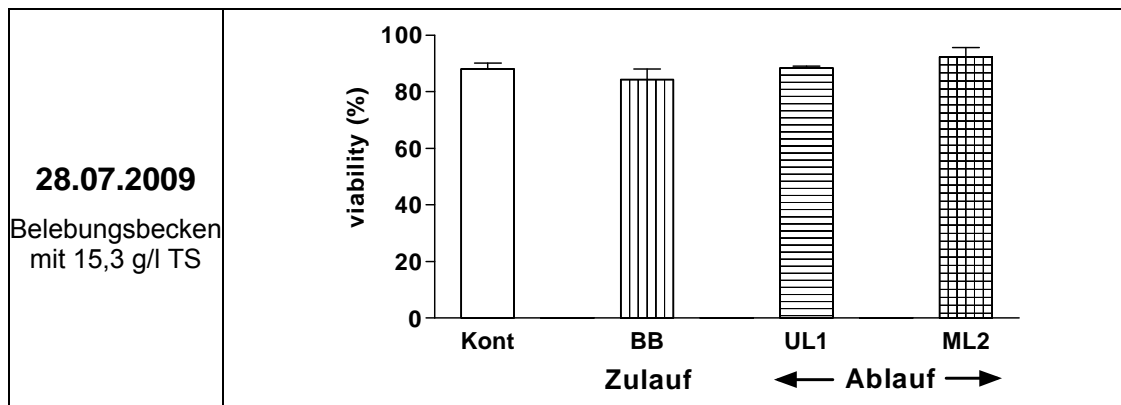


Abbildung 53 Vitalitätsbestimmung von primären Hepatozyten mit Zulauf- und Ablaufproben. Die Vitalitätsbestimmung folgte wie bereits in Abbildung 47 beschrieben. Die Balken zeigen die Mittelwerte und Standardabweichungen.

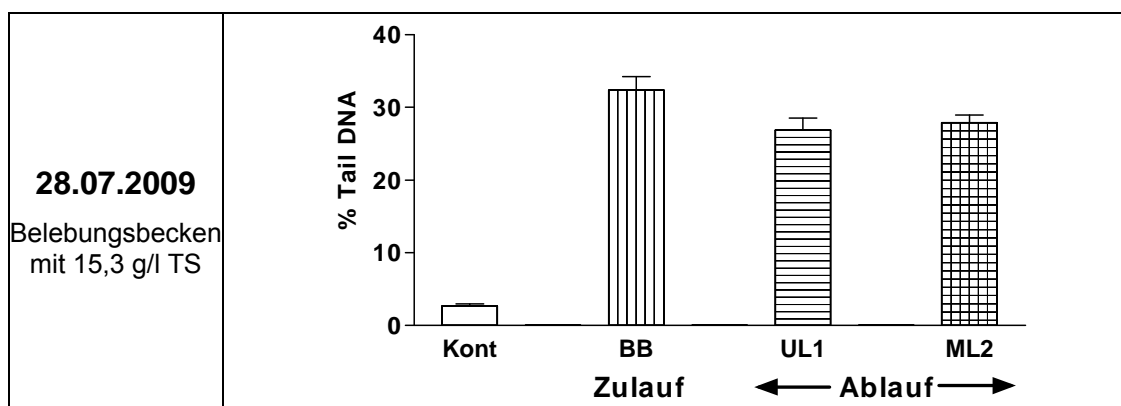


Abbildung 54 DNA Schäden in primären Rattenhepatozyten. Zellen wurden mit den Wasserproben (28.07.2009) für 60 min bei 37°C inkubiert, nachfolgend wurde wie bereits in Abbildung 48 beschrieben Comet Assay durchgeführt. Die Balken zeigen die Mittelwerte und Standardabweichungen.

Die Ergebnisse der letzten Versuchsserie (Probenahme am 19.01.2010) sind in Abbildung 55 und Abbildung 56 graphisch dargestellt. In der letzten Versuchsserie wurden Mikrofiltrationsmodule mit zwei unterschiedlichen Porengrößen miteinander verglichen (Porengröße ML1: 400 nm und ML2: 200 nm).

Wie in den anderen Experimenten fanden wir bei den Zulaufproben einen Anstieg der DNA-Wanderung. Die Reduktion der DNA-Schädigung ist der der früheren Versuchsergebnisse sehr ähnlich. Nach der Membranfiltration wurde eine Abnahme der DNA-Schäden detektiert.

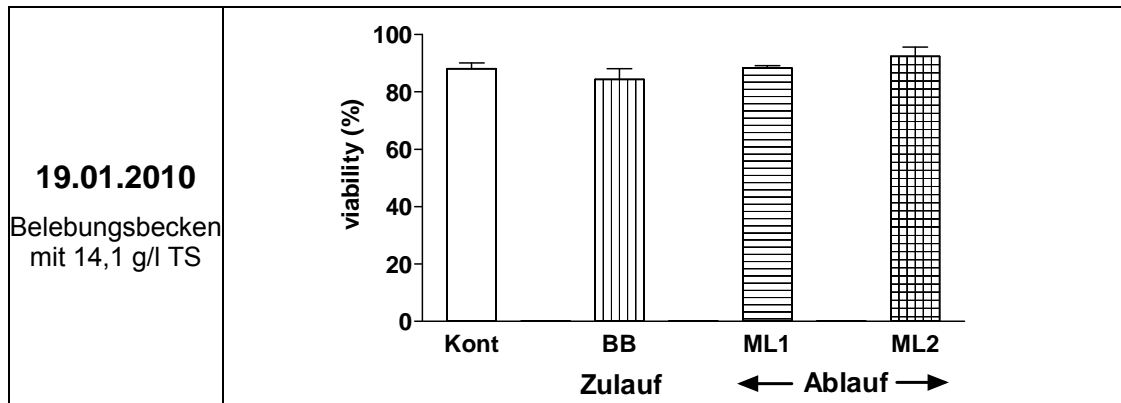


Abbildung 55 Vitalitätsbestimmung von primären Hepatozyten mit Zulauf- und Ablaufproben. Die Vitalitätsbestimmung folgte wie bereits in Abbildung 47 beschrieben. Die Balken zeigen die Mittelwerte und Standardabweichungen.

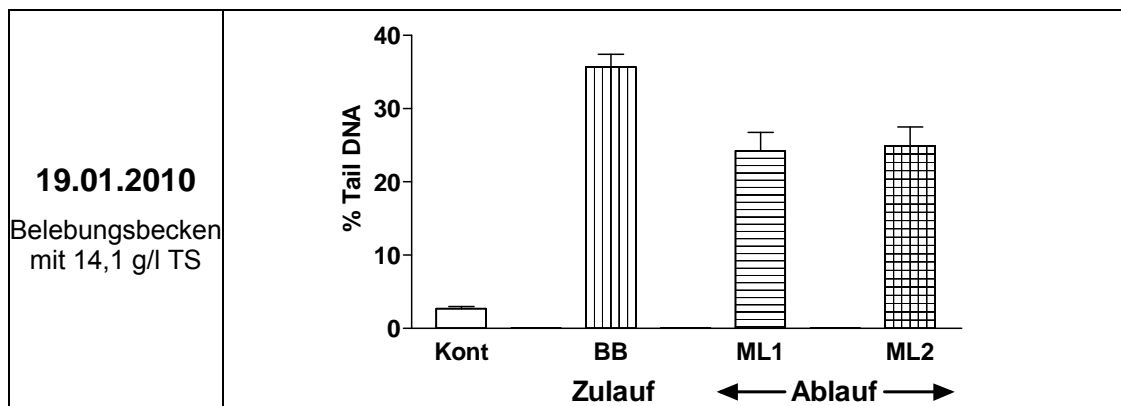


Abbildung 56 DNA Schäden in primären Rattenhepatozyten. Zellen wurden mit den Wasserproben (19.01.2010) für 60 min bei 37°C inkubiert, nachfolgend wurde wie bereits in Abbildung 48 beschrieben Comet Assay durchgeführt. Die Balken zeigen die Mittelwerte und Standardabweichungen.

Die Ergebnisse aller Versuchsserien zeigen, dass die Zulaufproben (BB) mutagene Effekte aufweisen und die Effekte nach der Filtration sowohl bei der Ultra- als auch bei den Mikrofiltrationsmembranen abnahmen. In den zeitlich getrennten Versuchsserien wurde festgestellt, dass das Ausmaß der Reduktion der DNA-Schädigung unterschiedlich hoch war. Es ist allerdings bemerkenswert, dass zwischen Ultrafiltration und Mikrofiltration kein großer Unterschied in der Effizienz der Reduktion der Mutagenität feststellbar war.

Weiters wurden bei allen Untersuchungen Vitalitätsbestimmungen durchgeführt. Diese sind erforderlich, da das Absinken der Lebensfähigkeit der Leberzellen zu falsch positiven

Ergebnissen führen kann. In keinem der durchgeführten Experimente wurde ein Hinweis auf akut toxische Wirkungen der Wasserproben gefunden.

6.5.2.2 Ergebnisse der Salmonella/Mikrosoma Tests

Die Ergebnisse der Voruntersuchungen zeigen eindeutig, dass nur mit konzentrierten Proben eine Induktion von Histidinrevertanten detektierbar ist. Daher wurden bei allen weiteren Experimenten die Proben angereichert. Wie oben erwähnt, wurden drei verschiedene Methoden angewendet.

In Tabelle 24 sind die Ergebnisse zusammengefasst, die nach 8-facher Konzentration der Wasserproben in Rotavapor erhalten wurden. Mit den Stämmen TA98 und TA100 waren keine Effekte detektierbar, mit dem Stamm YG1024 wurden vor der Filtration nach Zugabe von S9 recht deutliche Effekte gefunden. Nach der Membranfiltration lag die Zahl der Histidinrevertanten auf dem Niveau der Hintergrundrate (Negativkontrolle).

Tabelle 24 Mutagene Aktivitäten der 8–fach konzentrierten Wasserproben im Salmonella/Mikrosomen Test.

Proben	Menge/ Platte ¹ [ml]	TA 98		TA 100		YG1024		
		Mittelwert ±SD (-S9)	Mittelwert ±SD (+S9)	Mittelwert ±SD (-S9)	Mittelwert ±SD (+S9)	Mittelwert ±SD (-S9)	Mittelwert ±SD (+S9)	Mittelwert ±SD (+S9 ^{*con})
Negativ- kontrolle	0,00	28,3±4,0	25,7±7,8	113,3±12,7	134±12,0	20,3±2,1	31,7±2,1	38,7±5,9
Vorlagetank VLT 03.02.2009	0,10	24,0±4,4	22,3±4,0	120,5±3,5	133,0±7,5	20,7±4,7	30,0±4,6	36,0±2,0
	0,25	25,3±1,5	23,0±4,6	121,7±3,2	134,7± 2,1	21,0±2,6	30,3±4,0	34,7±3,5
	0,50	22,7±6,5	28,0±4,0	120,3±7,8	145,0±13,0	20,3±0,6	30,0±2,6	36,3±4,2
	4,00	20,3±3,5	29,7±6,4	128,7±14,4	143,3±18,8	22,3±6,1	44,7±8,7	57,3±11,5*
Belebungs- becken BB 03.02.2009	0,10	27,0±6,0	25,7±2,1	117,7±6,1	133,3±10,2	20,3±3,2	30,0±9,5	36,7±4,9
	0,25	27,0±3,6	26,7±2,1	120,0±8,2	140,3±9,1	22,7±5,7	29,7±5,0	36,3±4,2
	0,50	28,3±4,9	27,7±2,5	124,7±14,3	132,3±8,6	19,3±3,2	30,7±5,9	33,7±4,5
	4,00	21,7±3,1	40,0±7,0	144,0±12,3	157,0±17,3	23,3±3,5	43,3±5,0	51,7±16,7*
Ultra L1 03.02.2009	0,10	28,3±6,5	22,0±5,6	116,7±8,0	135,3±13,3	19,0±1,0	29,3±4,2	37,3±7,6
	0,25	24,0±2,0	24,0±5,0	119,3±8,3	132,3±12,9	23,0±4,4	30,3±3,1	35,3±2,5
	0,50	30,7±2,1	26,7±3,1	116,7±10,0	124,7±5,7	20,7±1,5	28,3±3,5	33,3±3,8
	4,00	37,3±7,5	27,7±1,5	162,0±11,5	138,7±6,7	18,3±1,5	30,0±2,6	31,3±4,5
Mikro L2 03.02.2009	0,10	24,3±1,5	22,3±4,5	116,7±5,9	129,0±6,1	22,3±5,1	28,7±2,5	34,7±3,5
	0,25	24,3±2,5	25,0±2,0	113,7±8,3	136,3±8,1	22,3±6,1	30,7±3,5	33,3±2,5
	0,50	25,7±2,5	29,0±3,6	113,3±11,2	127,7±14,8	18,7±6,0	28,7±5,5	33,7±5,5
	4,00	26,3±1,2	31,3±7,8	125,0±22,6	149,7±6,4	22,0±2,0	32,3±14,6	35,0±15,7
Positiv- kontrolle²	0,10	1115±382,9*	1067±172,4*	978±109,1*	2329±796,4*	1819±205,6*	2208±432,5*	1493±92,9*

¹ ... Die Angaben beziehen sind auf die nativen Wasservolumina.

² ... Positivkontrolle: TNF (2,4,7-Trinitro-9Fluorenon) 0,1 µg/Platte für TA98 (-S9), NaN₃ (Natriumazid) 1,5 µg/Platte für TA100 (-S9), TNF 0,1 µg/Platte für YG1024 (-S9); PhiP (2-Amino-1-methyl-6-phenylimidazo[4,5-b]pyridin) 2,5 µg/Platte für TA98 (+S9), 2AA (2-Aminoantracen) 2,0 µg/Platte für TA100 (+S9), 2AA 2,0 µg/Platte für YG1024 (+S9).

*^{con} ... konzentriertes S9

* ... statistisch signifikant p < 0,05.

Durch Säulenreicherung der Proben ist eine wesentlich stärkere Konzentration möglich. Allerdings führt diese Methode je nach Verfahren zum Verlust bestimmter Verbindungen.

Die Ergebnisse nach Adsorption an C18 Säulen mit nachfolgender Ethylacetat-, Methylchlorid- und Methanol-Eluierung sind in Tabelle 25 zusammengefasst. Es wurden mit keinem der Indikatorstämme, mit und ohne metabolische Aktivierung, positive Ergebnisse erhalten. Mit den höchsten Konzentrationen wurden akut toxische Effekte (Auflösung der Hintergrundrasen) detektiert.

Tabelle 25 Mutagene Aktivitäten der hochkonzentrierten Wasserproben im Salmonella/Mikrosomen Test.

Proben	Menge/ Platte ¹ [ml]	TA 98		TA 100		YG1024	
		Mittelwert ±SD (-S9)	Mittelwert ±SD (+S9)	Mittelwert ±SD (-S9)	Mittelwert ±SD (+S9)	Mittelwert ±SD (-S9)	Mittelwert ±SD (+S9)
Vorlagetank VLT 03.02.2009	0,00	28,7±6,4	33,3±3,2	126,7±17,9	127,3±8,1	24,7±0,6	36,0±2,6
	39,00	39,0±1,4	41,0±2,8	150,3±11,0	136,5±23,3	35,7±2,9	37,0±2,8
	65,00	39,0±5,7	32,3±4,0	109,5±26,2	125,0±9,9	19,0±5,6	20,7±5,0
	84,50	43,5±0,7 *	toxisch	toxisch	toxisch	toxisch	toxisch
	130,00	toxisch	toxisch	toxisch	toxisch	toxisch	toxisch
Positivkontrolle ²	0,10*	1167±375,4 *	1053±112,4 *	1033±115,5*	1733±611,0 *	1757±220,1*	1973±225 *

¹ ... Die Angaben beziehen sich auf die nativen Wasservolumina.

² ... Positivkontrolle: TNF (2,4,7-Trinitro-9-Fluorenon) 0,1 µg/Platte für TA98 (-S9), NaN₃ (Natriumazid) 1,5 µg/Platte für TA100 (-S9), TNF 0,1 µg/Platte für YG1024 (-S9); PhiP (2-Amino-1-methyl-6-phenylimidazo[4,5-b]pyridin) 2,5 µg/Platte für TA98 (+S9), 2AA (2-Aminoantracene) 2,0 µg/Platte für TA100 (+S9), 2AA 2,0 µg/Platte für YG1024 (+S9).

* ... statistisch signifikant p < 0,05

6.5.2.3 Ergebnisse der „Blue Cotton“-angereicherten Proben

Am 05.02.2010 wurden Experimente mit einer „Blue Cotton“ Anreicherung durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 26 und Tabelle 27 zusammengefasst. Wiederum wurde mit dem Stamm YG1024 eine Erhöhung der Revertanten nach Zugabe von S9 gefunden, mit TA98 und TA100 wurden keine mutagenen Effekte detektiert. Nach der Mikro L1 und Mikro L2 nahmen die Effekte im YG-Stamm deutlich ab.

Tabelle 26 Induktion von His⁺-Revertanten durch Blue-Cotton Extrakt in verschiedene *Salmonella* Stämme ohne metabolischen Aktivierung (S9-Mix).

Proben	gE blue ¹ rayon/ Platte	TA 98		TA 100		YG1024	
		Revert./ Platte	Mittelwert ±SD	Revert./ Platte	Mittelwert ±SD	Revert./ Platte	Mittelwert ±SD
Kontrolle ² (Lösungsmittel)		17	18,7 ± 1,5	108	114,0 ± 5,2	20	19,7 ± 5,5
		19		117		14	
		20		117		25	
Belebungs- becken BB	0,1	29	20,0 ± 8,5	102	111,3 ± 11,4	18	18.3 ± 0.6
		12		108		18	
	19	124		19			
05.02.2010	0,05	23	22,0 ± 2,6	111	117,3 ± 6,0	23	21.7 ± 2.3
		24		123		19	
	19	118		23			
Mikro L1	0,1	19	18,7 ± 3,5	118	117,0 ± 6,6	22	21.7 ± 2.5
		22		123		19	
	15	110		24			
05.02.2010	0,05	18	18,7 ± 2,1	113	118,7 ± 5,5	22	22.0 ± 3.0
		17		124		19	
	21	119		25			
Mikro L2	0,1	19	22,7 ± 3,5	131	116,7 ± 12,5	21	21.3 ± 1.5
		26		111		20	
	23	108		23			
05.02.2010	0,05	23	22,3 ± 3,1	126	119,7 ± 7,1	24	21.7 ± 2.5
		25		121		22	
	19	112		19			
Positivkontrolle ³		1584	1499,3 ± 214,0*	608	769,7 ± 168,9*	1234	1268,0 ± 118,7*
		1256		756		1170	
		1658		945		1400	

¹ ... gE g Equivalent von "Blue-Cotton" Extrakt

² ... DMSO (100µl/Platte)

³ ... Positivkontrolle: TNF (2,4,7-Trinitro-9-Fluorenon, 0,1 µg/Platte) für TA98; NaN₃ (Natriumazid, 1,5 µg/Platte) für TA100; TNF (2,4,7-Trinitro-9-Fluorenon, 0,1 µg/Platte) für YG1024.

* ... statistische Signifikanz (Zweifachregel Test)

Tabelle 27 Induktion von His⁺-Revertanten durch Blue-Cotton Extrakt in verschiedene *Salmonella* Stämme mit metabolischen Aktivierung (S9-Mix).

Proben	gE blue ¹ rayon/ Platte	TA 98		TA 100		YG1024	
		Revert./ Platte	Mittelwert ±SD	Revert./ Platte	Mittelwert ±SD	Revert./ Platte	Mittelwert ±SD
Kontrolle² (Lösungsmittel)		33		127		21	
		26	26,0 ± 7,0	105	121,3 ± 14,4	22	21,3 ± 0,6
		19		132		21	
Belebungs- becken BB	0,1	31		121		32	
		32	29,3 ± 3,8	107	111,7 ± 8,1	32	31,7 ± 0,6
	05.02.2010	0,05	25		107		31
		26		112		26	
		28	26,3 ± 1,5	122	117,7 ± 5,1	25	24,0 ± 2,6
		25		119		21	
Mikro L1	0,1	24		119		25	
		21	21,3 ± 2,5	122	116,3 ± 7,4	24	25,7 ± 2,1
	05.02.2010	0,05	19		108		28
		25		118		24	
		24	22,7 ± 3,2	109	120,3 ± 12,7	27	25,0 ± 1,7
		19		134		24	
Mikro L2	0,1	22		121		32	
		18	21,0 ± 2,6	119	123,7 ± 6,4	28	28,3 ± 3,5
	05.02.2010	0,05	23		131		25
		19		132		23	
		22	21,7 ± 2,5	121	123,7 ± 7,4	21	23,3 ± 2,5
		24		118		26	
Positivkontrolle³		994		984		1200	
		1006	1054,3 ± 94,3 *	880	882,7 ± 100,0 *	1118	1206,0 ± 91,1 *
		1163		784		1300	

¹ ... gE g Equivalent von "Blue-Cotton" Extrakt

² ... DMSO (100µl/Platte)

³ ... Positivkontrolle: TNF (2,4,7-Trinitro-9-Fluorenon, 0,1 µg/Platte) für TA98; NaN₃ (Natriumazid, 1,5 µg/Platte) für TA100; TNF (2,4,7-Trinitro-9-Fluorenon, 0,1 µg/Platte) für YG1024.

* ... statistische Signifikanz (Zweifachregel Test)