

Chemický inštitút
Ljubljana
Slovensko

SI 1001 Ljubljana
Hajdrihova 19, P. O. BOX 660
Tel.: 01/476 02 00, fax: 01/476 03 00
<http://www.ki.si>

Ljubljana 9. 7. 2007

**Správa o testoch filtračného materiálu
„Aqua Vallis“**

Ljubljana jún 2007

CHEMICKÝ INŠTITÚT
Hajdrihova 19
1000 Ljubljana
Laboratórium chémie, biológie a technológie vody

**Správa o testoch filtračného materiálu
„Aqua Vallis“**

Realizoval: dr. Janez Vrtovšek
prof. dr. Milenko Roš

Vedúci laboratória chémie, biológie
a technológie vody
podpis

prof. dr. Milenko Roš

Riaditeľ:

podpis

Peter Venturini

Pečiatka: CHEMICKÝ INŠTITÚT, LUBLJANA, SLOVINSKO
Ljubljana, Hajdrihova 19 3
NATIONAL INSTITUTE OF CHEMISTRY, SLOVENIA

1. Úvod

Chemický inštitút Ľubľana (ďalej iba ako CHI) realizoval testy filtračného materiálu „Aqua Vallis“ v rámci technickej spolupráce s firmou HTZ Velenje, d.d. (ďalej iba ako HTZ). Filtračný materiál bol vyvinutý a vyrába sa vo Vedeckom Centre Tomsk (v pokračovaní VC Tomsk) a je určený na mikrobiologickú úpravu pitnej vody.

2. Realizácia testov

V ďalšom texte je uvedený priebeh a výsledky doposiaľ realizovaných testov filtračného materiálu „Aqua Vallis“.

Filtračný materiál bol testovaný vo forme dodávanej z výroby, pričom boli použité filtre štandardizovanej veľkosti \varnothing 47 mm.

Časť testov bola realizovaná systémom s 5“ kazetou, pri ktorom je filtračný materiál navinutý na umelohmotnú nosnú konštrukciu (táto umožňuje nerušené pretekávanie vody) a tá je vložená do krytu z priehľadného plastu. Pri testoch bola použitá kazeta, ktorá mala okrem filtračného materiálu zabudované aj vrstvu aktívneho práškoveho uhlia, slúžiaceho ako finálny mechanický/biologický filter a zadržiavajúceho látky, ktoré by eventuálne prešli cez základný filter.

2.1. Testy prietoku

Prietok je vyjadrený ako pomer medzi množstvom vody, ktorá pretiekla filtrom za určitú jednotku času a povrchom filtra. Testy prietoku boli realizované pre filtračný materiál a kazetu. Na testy bola použitá tlaková nádoba s manometrom (firma Millipore), ktorá umožňuje konštantný prietok vody pri stálom nastavenom tlaku. U testov s filtračným materiálom je filter (\varnothing 47 mm) umiestnený do kovového krytu, u testov s kazetou sa voda zavádza do krytu s kazetou rovnakým spôsobom, ako u systémov, ktoré sa používajú na úpravu pitnej vody v domácnostiach.

Testy prietoku filtrov sme realizovali demineralizovanou vodou pri 0,2 a 0,5 baroch, testy kazety potom vodou pri 0,5, 1,0 a 1,5 baroch. Aktívny povrch filtra, ktorý sme zohľadnili pri výpočtoch, bol $11,9 \text{ m}^2$ a aktívny povrch kazety (5“) 189 cm^2 .

Výsledky testov prietoku sú uvedené v Tabuľke 1. Výsledky sa veľmi dobre zhodujú s výsledkami udávanými VC Tomsk. Vidíme, že je dobrá zhoda aj medzi filtrom a kazetou pri 0,5 baru, ak zohľadníme, že je v dôsledku pridaného mechanického filtra odpor v systéme s kazetou o trochu väčší.

V diagrame 1 je uvedená závislosť prietoku od tlaku pre kazetu, z ktorej môžeme posúdiť prietok pri tlaku nižšom ako 0,5 baru a vyššom ako 1,5 baru (zohľadnili sme pri tom východiskový bod 0/0 a údaj pre filter pri 0,2 baroch).

Tabuľka 1. Výsledky testov prietoku pre
filtračný materiál „Aqua Vallis“ vo filtri a kazete

System	Tlak (bar)	Prietok (cm/s)
Filter	0,2	0,07
Filter	0,5	0,27
Kazeta	0,5	0,23
Kazeta	1,0	0,35
Kazeta	1,5	0,52

Prietok (cm/s)

Tlak (bar)

Diagram 1: Závislosť prietoku od tlaku vody pre kazetu
(s integrovaným filtrom s aktívnym uhlím).

2.2. Mikrobiologické testy

Mikrobiologickými testami sme skontrolovali efektivitu odstraňovania baktérií z kontaminovanej vody. Tá by mala podľa údajov výrobcu filtračného materiálu VC Tomsk činiť 99,999999 – 100%. Mikrobiologické analýzy vzoriek pred a po filtrácii boli realizované v IVZ Ľubľana, postupom, ktorý tento používa pri svojich rutinných kontrolách a testoch.

Na prietok vody bola použitá rovnaká tlaková nádoba ako pri meraní prietoku, ibaže voda v tlakovej nádobe bola kontaminovaná známym množstvom mikroorganizmov, pripravených v IVZ Ľubľana. Aj v tomto prípade bol použitý filter (Ø 47 mm) v kovovom ráme.

V tabuľke 2 sú uvedené výsledky počtu kolónií po 24 hodinovej inkubácii v šiestich vzorkách filtrátu (po prechode cez filtračný materiál). Správy o mikrobiologických analýzach IVS sú poskytnuté ako prílohy.

Na prvom filtri bola testovaná vzorka vody bez mikrobiologického materiálu a vzorka vody s **Escherichia coli** s $2,4 \times 10^4$ CFU. Na druhom filtri vzorka vody s **E. coli** s $1,8 \times 10^4$ CFU a vzorka vody s **E. coli** s $5,0 \times 10^4$ CFU. Na treťom filtri potom vzorka vody so zmesou **E. coli** s $1,6 \times 10^4$ CFU a **enterokokmi** s $1,0 \times 10^3 - 1,0 \times 10^4$ CFU a vzorka vody s **E. coli** s $1,0 \times 10^3 - 1,0 \times 10^4$ CFU.

Pri prvých 6 testoch nebol dosiahnutý požadovaný efekt filtrácie mikroorganizmov. Pri analýze možných dôvodov odchýlok bolo zistené, že časť chýb je mechanickej povahy a časť je dôsledok nesterilných podmienok. K mechanickým chybám dochádzalo kvôli konštrukcii držiaka filtra, ktorý je prispôsobený tenším štandardným filtrom, než sú dostupné na trhu. Filtre „AquaVallis“ pozostávajú z viacerých vrstiev aktívneho materiálu a sú značne hrubšie ako štandardné filtre. Pri zakladaní filtra do držiaka dochádzalo k zlému tesneniu, časť tekutiny prechádzala mimo filter a prinášala kontaminant do filtrátu. Tento nedostatok bol odstránený tak, že bol filter pred založením omočený vodou, čo umožnilo lepšie priliehanie k držiaku a následné tesnenie po celom obvode. Sterilizácia filtra musí prebiehať vo vlhkých podmienkach (autokláv), v opačnom prípade môže dôjsť k deformácii základnej nosnej membrány filtračného materiálu. Všetka voda (destilovaná), ktorá sa používa v procese prípravy filtračného procesu (aj na oplachovanie) musí byť sterilizovaná. Keď boli pri Teste 7 všetky tieto podmienky zohľadnené, získaný filtrát neobsahoval E. Coli (CFU=0).

Aj pri teste s kazetou (Test 8) bol použitý rovnaký systém ako na meranie prietoku. Kazeta (s pridanou vrstvou aktívneho uhlia) je umiestnená v plastickom kryte rovnakým spôsobom ako pri systémoch používaných na úpravu pitnej vody v domácnostiach. S ohľadom na podmienku sterility bol pri umiestnení kazety použitý rovnaký postup, ako je predpísaný pre používateľov v domácnostiach. Otvorili sme nepriepustný plastický obal, v ktorom je umiestnená kazeta, kazetu sme chytili za plastové rohy (nie za filtre na povrchu) a vložili sme ju do krytu. Za takýchto podmienok sa nám podarilo z kontaminovanej vody z vodovodu, ktorá okrem E. coli obsahovala aj Al a Fe, úplne odstrániť mikroorganizmy (CFU=0).

Tabuľka 2: Výsledky mikrobiologických testov

Č. testu/ systém	Pred filtráciou (CFU)	Po filtrácii (CFU)	Odstránené (%)
1 filter	E. coli 0	E. coli 0	/
2 filter	E. coli $2,4 \times 10^4$	E. coli $1,0 \times 10^0$	99,996
3 filter	E. coli $1,8 \times 10^4$	E. coli $1,0 \times 10^1$	99,944
4 filter	E. coli $5,0 \times 10^4$	E. coli $1,0 \times 10^2$	99,800
5 filter	E. coli $1,6 \times 10^4$ Enterokoky $1,0 \times 10^3 - 1,0 \times 10^4$	E. coli $8,0 \times 10^0$	99,950
		Enterokoky $2,0 \times 10^0$	99,960
6 filter	E. coli $1,0 \times 10^3 - 1,0 \times 10^4$	E. coli $4,0 \times 10^0$	99,920
7 filter	E. coli $1,0 \times 10^3 - 1,0 \times 10^4$	E. coli 0	100
8 kazeta	E. coli $0,25 \times 10^4$	E. coli 0	100
9 filter	Clostridium perfringens $0,25 \times 10^4$	Clostridium perfringens 0	100
10 kazeta	Clostridium perfringens $0,25 \times 10^4$	Clostridium perfringens 1	99,960

Pri teste 9 a 10 bol použitá kultúra baktérií **Clostridium perfringens**, ktoré sa pri mikrobiologických testoch používajú ako referenčný ukazovateľ prítomnosti vírusov. Pri filtračných testoch bola použitá preto, lebo baktérie **C. perfringens** sú značne menšie ako baktérie **E. coli**. Pri teste s filtrom v nesterilných podmienkach boli úplne odstránené mikroorganizmy z kontaminovanej vody; pri teste s kazetovým systémom sa vo filtráte vyskytol 1 CFU **C. Perfringens**, k čomu pravdepodobne došlo v dôsledku nepriamej nákazy po prepojení tlakovej nádoby z filtračného systému na systém s kazetou. Testy ukázali, že filtračný materiál efektívne odstraňuje aj baktérie, ktoré sú menšie ako **E. coli**.

2.3. Testy kazetového systému ohľadne schopnosti odstraňovania kovov a hodnotenie „organoleptických“ vlastností filtrátu

Na základe filtračných testov sme chceli vyhodnotiť schopnosti filtračného materiálu odstrániť kovy z kontaminovanej vody v systéme s kazetou (5“). Hodnotili sme pri tomto teste vôňu a vzhľad prefiltrovanej vody, čo je závislé od vlastností materiálov, ktoré sú (okrem membrány) zabudované do kazety (umelohmotná sieť – nosič membrány, mechanický filter - aktívne uhlie...).

Na test sme použili už opísaný systém kaziet s integrovaným mechanickým filtrom s aktívnym uhlím (tento filter sa nachádza za membránovým filtrom).

2.3.1. Testy na kovy

V tabuľkách 3a a 3b sú uvedené výsledky testov filtrácie vody kontaminovanej kovmi.

Tabuľka 3a. Výsledky testov na kovy

Vzorka	Ag mg/L	Al mg/L	Fe mg/L
1	<0,05	1,3	/
2	/	1,0	1,2
3	/	<0,05	<0,05
4	/	/	17,3
5	/	/	0,07

Vzorka 1 predstavuje prvých 100 ml filtrátu, ktorý sme získali z filtračného kazetového systému. Obsahuje Al, ktorý zjavne pochádza z filtračného materiálu. Po 1 L pretečenej vody klesne koncentrácia Al pod hodnotu MDK pre pitnú vodu (údaje Polytechnickej Univerzity Tomsk). Koncentrácia Ag (ktoré je pridané k aktívnemu uhlíu) je veľmi nízka (pod hranicou detekcie).

Vzorka 2 predstavuje kontaminovanú vodu v tlakovej nádobe, do ktorej bol okrem **E. coli** pridaný aj štandardný roztok Fe a Al. Vzorka 3 predstavuje koncentráciu Al a Fe filtrátu. Filter je spôsobilý odstrániť Al a Fe pod hranicu detekcie.

Vzorka 4 predstavuje reálnu vzorku vody z prameňa s vysokým obsahom Fe a vzorka 5 filtrát, ktorý obsahuje už iba minimálne množstvo Fe.

V Tabuľke 3b sú uvedené výsledky pri filtrovaní kovov kazetou, u ktorej boli odstránené nedostatky, predovšetkým vzhľadom na „organoleptické“ vlastnosti filtrátu opísané v nasledujúcej kapitole.

Tabuľka 3b. Výsledky testov na kovy

Vzorka	Ag mg/L	Fe mg/L	Cr mg/L
1	0,22	/	/
2	0,07	/	/
3	1,3	1,0	35
4	0,22	<0,05	27

Vzorka 1 bola odobratá z prvých 100 mL filtrátu, vzorka 2 po 5 L pretečeného filtrátu. Vidíme, že sa koncentrácia Al skutočne výrazne zníži po niekoľkých litroch pretečeného filtrátu. Vzorka 3 predstavuje kontaminovanú vodu v tlakovej nádobe, do ktorej bol okrem **E. coli** pridaný aj štandardný roztok Fe, Al a Cr (6+). Týmto testom sme chceli skontrolovať, čo sa deje so zmesou kovov, z ktorých je jeden prítomný vo veľmi vysokej koncentrácii. V porovnaní s výsledkami v Tabuľke 3a vidíme, že bola efektivita odstraňovania Fe rovnaká a efektivita odstraňovania Al sa znížila z 95% na 83%.

Testy ukázali, že je systém s kazetou schopný odstrániť z vody kovy, hoci je voda súčasne kontaminovaná aj vysokou koncentráciou mikroorganizmov. Na reálne hodnotenie efektivity odstraňovania kovov určitej oblasti koncentrácie by bolo potrebné poznať základný mechanizmus priebehu odstraňovania kovov pomocou membrány a potom realizovať dodatočné špecifické testy (osobitne v prípadoch, ak je vo vode prítomných viacero kovov).

2.3.2. „Organoleptické“ hodnotenie filtrátu

Hodnotená bola chuť a vzhľad filtrátu po rozličných stupňov filtrácie, resp. množstva pretečeného filtrátu.

Prvých 100 mL filtrátu, do ktorého sme realizovali analýzy Al a Ag (Tabuľka 3a), bolo úplne dočierna sfarbených v dôsledku unikajúceho prachu aktívneho uhlia. Analýza organického znečistenia tejto vzorky ukázala hodnotu KPK=366 mg/L. Po 2 L pretečeného filtrátu čierna farba sa vizuálne stratila a vzorka bola porovnateľná s vodou z vodovodu, KPK hodnota bola ešte stále 36 mg/L. V obidvoch vzorkách bola pri ochutnaní prítomná vôňa a chuť „po umelej hmote“. Po 7 L pretečeného filtrátu sa farba, vôňa a chuť umelej hmoty stratili (v porovnaní s vodou z vodovodu).

Po realizovaní zmien na kazete, predovšetkým v časti mechanického filtra z aktívneho uhlia, boli zopakované aj „organoleptické“ testy. Prvých 100 mL filtrátu (Tabuľka 3b) bolo ešte čiastočne sfarbených do čiernej (KPK = 342 mg/L), po 2 L filtrátu zafarbenie zmizlo, zostala mierne evidovateľná chuť „po umelej hmote“. Táto chuť sa pri tomto teste stratila po 5 L pretečeného filtrátu, voda bola už iba minimálne znečistená organickými látkami (KPK=9mg/L).

3. Komentár výsledkov

Vzhľadom na výsledky testov možno konštatovať, že filtračný materiál „Aquavallis“ je vhodný na úpravu pitnej vody, pretože je schopný odstrániť patogénne mikroorganizmy a dokonca niektoré kovy, ktorými je pitná voda kontaminovaná.

Zabudovaním vhodných materiálov je systém s kazetou s integrovaným filtrom s aktívnym uhlím funkčne použiteľný na čistenie vody v domácnostiach.

4. Literatúra

1. AQUAVALLIS, Nanotechnology for Safety and Health, Institute of Strength Physics and Materials Science, SB RAS, Tomsk, Russia.
2. Správa o mikrobiologických analýzach – IVZ Ľubľana
3. Správa o analýze kovov – Laboratórium pre analytickú chémiu
4. Správa o testoch materiálu „Aquavallis“ na Polytechnickej Univerzite Tomsk