

www.process.de

PROCESS

PharmaTEC

Magazin für Pharmatechnik und -produktion

Aus der
Forschung

Aus der
Technik

Aus der
Praxis

1

März 2001
8. Jahrgang
Vogel Life Science
Medien



Anlagen-/Apparatebau

Der Schein trügt

Sonderdruck

Der Schein trügt

Beschaffenheit von Edelstahloberflächen für eine optimale Sterilisierbarkeit

Edstahloberflächen im pharmazeutischen Apparatefeld müssen steigenden Reinheits- und Hygienebedingungen entsprechen. Dies gilt sowohl für medienberührte Innenoberflächen von Behältern und Rohrleitungen als auch für Außenoberflächen von Apparaten und Rohrleitungen in Reinraumbereichen. So weit – so gut! Doch wie erhält man eine optimale Oberfläche, die keine Wünsche in Bezug auf die Reinigbarkeit offen lässt?

DIPL.-ING. DR. TECHN. GEORG HENKEL

Der Beschaffenheit von Oberflächen im pharmazeutischen Apparatebau wird viel Aufmerksamkeit geschenkt. Im Mittelpunkt steht dabei immer wieder die Frage, ob die Oberfläche mechanisch oder elektrochemisch poliert werden soll. Bevor man sich für ein Verfahren entscheidet, ist es hilfreich, zunächst über den Vorgang der Kontamination und über die Definition des Reinheitsgrades nachzudenken. Der Reinheitsgrad wird sowohl von der Kontamination durch anorganische Partikel (generierbar) als auch durch organische Partikel und Mikroorganismen bestimmt. In-

Elektropolierte Oberflächen, wie bei diesem T-Stück, lassen sich „porentief“ reinigen.



Die Gesamtheit dieser möglichen Kontaminationen kann mit einer zulässigen Grenzkontaminationszahl in mg/dm² bzw. mit einer Keimgrenzzahl angegeben und messtechnisch bestimmt werden. Hier stehen mehrere Verfahren zur Verfügung, etwa die mikroskopische Auszählung von Testflächen, die Eluierung von Testflächen mit Hilfe der TOC-Bestimmung, gravimetrische Methoden und einige andere.

wie weit beeinflusst aber der Qualitätsstandard der Edelstahloberfläche die Mechanismen der Partikelgeneration, der Partikeladsorption und der Partikelentstehung? Welche Gesetzmäßigkeiten bestimmen die Reinigbarkeit und den geforderten Hygienestatus der Edelstahloberfläche? All diese Fragen sollten zunächst genauer untersucht werden. Fangen wir mit den Arten der Verunreinigungen an.

Als Verunreinigungsstoffe für die metallischen Oberflächen unterscheiden wir dabei zwischen anorganischen und organischen Substanzen. Anorganische Substanzen stammen aus der Vorbearbeitung, wie metallische Partikel, Schleifstoffpartikel oder Umgebungsstaub, oder aus dem Betrieb. Hier sind vor allem auskristallisierte Substanzen, Sedimente und ebenfalls Umgebungsstaub zu nennen. Bei organischen Substanzen handelt es sich beispielsweise um Keime, Mikroorganismen, sterilisierte organische Stoffe oder Produktrückstände.

Als Verunreinigungsstoffe für die metallischen Oberflächen unterscheiden wir dabei zwischen anorganischen und organischen Substanzen. Anorganische Substanzen stammen aus der Vorbearbeitung, wie metallische Partikel, Schleifstoffpartikel oder Umgebungsstaub, oder aus dem Betrieb. Hier sind vor allem auskristallisierte Substanzen, Sedimente und ebenfalls Umgebungsstaub zu nennen. Bei organischen Substanzen handelt es sich beispielsweise um Keime, Mikroorganismen, sterilisierte organische Stoffe oder Produktrückstände.

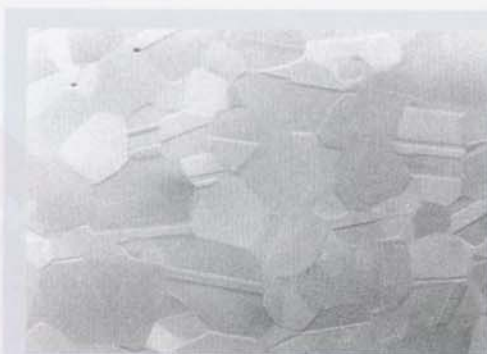
Charakterisierung der Oberfläche

Auch bei der Charakterisierung von metallischen Edelstahloberflächen gibt es mehrere Aspekte:

- wahre Topographie,
- morphologische Struktur,
- vorliegendes Energieniveau.

Je nach Oberflächenvorbehandlung mechanisch geschliffen (K 240 bis 280) oder elektrochemisch poliert (300 A·min/dm²) ergeben sich betreffend der oben genannten Charakterisierungskriterien unterschiedliche Bedingungen und Mechanismusrandvorgaben für das Funktionalverhalten und das Haftverhalten hinsichtlich des Reinigungs- und Hygieneergebnisses.

Zunächst ist festzuhalten, dass praktisch bei jeder Oberflächenqualität eine Sterilisation notwendig ist: eine chemische Sterilisation **bedingt** (je nach Diffu-



Bei der linken elektrochemischen Oberfläche ist die geometrische Ausdehnung auf ein Minimum reduziert. Mit dem gezeigten Korrosionsverhalten ist die Oberfläche CIP-konform. Die rechte Oberfläche wurde mechanisch poliert, auf der aufgerauten Oberfläche können auch bei vorschriftsmäßiger Reinigung Rückstände haften bleiben.

sionsparametern) und eine thermische Sterilisation **unbedingt**.

Bei der chemischen Sterilisation ist jedoch zu beachten, dass Keime in topographischen Untiefen speziell bei mechanisch geschliffenen Oberflächen entsprechend verlängerte Einwirkzeiten benötigen. Nach der Sterilisation ergibt sich im Sinne der hygienischen Endbedingungen nun das Folgeproblem der Reinigung: Alle organischen und anorganischen Kontaminationssubstanzen müssen von der Oberfläche rückstandsfrei weggespült werden. Bei der näheren Betrachtung der Verhältnisse ist leicht einzusehen, dass neben dieser chemischen Reinigungskomponente auch die physikalischen Verhältnisse berücksichtigt werden müssen. Besonders interessieren die mikroskopischen Bindungsmechanismen der Kontaminationen. Dies sind neben Van-der-Waals-Kräften vor allem Brückenbindungen aber auch einfache mechanische Verankerungen. Für die erfolgreiche Freispülung ist außerdem die Einbringung von Oberflächenschubspannungen notwendig, was jedoch unter Betrachtung der Grenzschichtwirkungen eher problematisch ist. Neben den prinzipiellen konstruktiven Gegebenheiten der Apparatur (z.B. Toträume) wirken sich die unterschiedlichen Details der Topographie, der Morphologie und des Energieniveaus der typisch unterschiedlichen Oberflächenqualitäten auf den Erfolg der Reinigungsprozedur aus.

Wahre Topographie, morphologische Struktur und das Energieniveau der Oberfläche

Mechanischer Vorschleif	elektrochemisch poliert
Ra = 0,3...0,5 µm	Ra = 0,2...0,35 µm
1 cm ² projizierende Oberfläche hat dann 12 bis 14 cm ² wahre Oberfläche unter Berücksichtigung aller Untiefen	1 cm ² projizierende Oberfläche hat etwa 2,5 bis 4 cm ² wahre Oberfläche
mikroskopisch rau und scharfkantige amorphe Strukturen	mikroskopisch glatte und runde kristalline Strukturen
amorphe Mischstruktur mit oxidischen u.v.a. martensitischen sowie Schleifresteinlagerungen, nicht-austenitische Fremdstrukturen bis in eine Tiefe von ca. 10 bis 20 µm	metallisch reine, kristalline, austenitische Struktur, ohne jegliche störende Fremdstoffe
teilweise lose und teilverhaftete Partikel an der Oberfläche in Clusterform	partikelfreie Oberflächen
Cr: Fe-Verhältnisse von ca. 1 : 1 bzw. CrO: FeO-Verhältnisse von ca. 1,5 : 1	Cr: Fe > 1,5 : 1 bzw. CrO: FeO > 3 : 1
Dicke der chromoxidreichen Passivschicht < 1 nm	Dicke der chromoxidreichen Passivschicht > 2 nm
Infolge der durch die mechanische Bearbeitung eingebrachten Zug-/Druckspannungen sowie aufgrund eingelagerter Fremdstoffe bzw. strukturell veränderter Gefügebestandteile liegt ein Energieniveau vor, das um etwa 50 bis 70 Prozent über dem Niveau der ungestörten austenitischen Edelstahloberfläche liegt. Die Grenzwerte liegen dabei bei ca. 2,2 N/m.	Die Oberflächen sind infolge des belastungsfreien elektrochemischen Polierabtrages praktisch spannungsfrei und zeigen ein werkstofftypisches, spezifisches Energieniveau von etwa 1,3 N/m.

Fazit: Die vergleichende Darstellung der Oberflächenverhältnisse (siehe Tabelle) von mechanisch gefertigten und sachgerecht elektrochemisch polierten Oberflächen zeigt, dass elektrochemisch polierte Oberflächen gesichert und vor allem auch kostengünstiger (weniger und schonendere Reinigungschemie) „porentief“ gereinigt werden können. Damit ist in praktisch allen Bereichen,

die produktionstechnisch gesichert reproduzierbar gereinigt werden müssen, eine maximale Reinheit der Edelstahloberflächen garantiert. Dabei ist zudem zu erkennen, dass die Rauheit R_a , R_z der Oberflächen nur einen relativ untergeordneten Einfluss besitzt und keine verlässliche Aussage oder Beurteilung betreffend der gesicherten mikroskopischen Reinigbarkeit einer Edelstahloberfläche zulässt.



Henkel Lohnpoliertechnik GmbH · An der Autobahn 12 · D-19306 Neustadt-Glewe
 Tel. +49(0)38757/66-0* · Fax +49(0)38757/66-122
 E-Mail: info@henkel-epol.com · Internet: www.henkel-epol.com