

Mit UV-Licht oxidiert

TOC-Messung in Reinstwasser

Die Stabilisierung der thermischen Bedingungen, die Erhöhung der Strahlungsdichte bei der Oxidation und die Optimierung des Medienflusses im System standen bei der Weiterentwicklung des TOC-Analysators von Swan im Fokus. Die vorgestellten technischen Lösungen haben die Präzision und die Genauigkeit der direkten UV-Oxidation nachweislich verbessert.

Um die Qualität des verwendeten Reinstwassers jederzeit zu garantieren, setzen immer mehr Arzneimittelhersteller auf eine automatisierte und kontinuierliche Überprüfung der Aufbereitungsanlagen und der Reinstwasserkreisläufe. Als Maß für die organische Verunreinigung im Wasser dient dabei der Summenparameter TOC (Total Organic Carbon). Es existieren verschiedene Verfahren, um den organisch vorliegenden Kohlenstoff zu oxidieren und das dabei entstehende Kohlenstoffdioxid zu messen. Swan setzte dabei von Beginn an auf die Methode der direkten UV-Oxidation. Heute sind auf dem Markt hauptsächlich folgende Methoden zur TOC-Bestimmung zu finden: thermische Zersetzung mit NDIR Detektion, UV-Persulfat-Aufschluss mit NDIR Detekti-

on, UV-Persulfat-Aufschluss mit Leitfähigkeitsdetektion und direkte UV-Oxidation mit Leitfähigkeitsdetektion. Jedes dieser Verfahren beruht auf der Oxidation des im Wasser vorhandenen organischen Kohlenstoffs und der anschließenden Messung des durch die Oxidation entstandenen Kohlenstoffdioxids. Dabei weist jede Methode spezifische Vor- und Nachteile auf, abhängig davon, wie die Oxidation und Messung technisch umgesetzt wird.

— Direkte UV-Oxidation

Im Reinstwasserbereich der Pharmaindustrie kann die direkte UV-Oxidation eingesetzt werden, da die möglichen organischen Verunreinigungen nur in kleinsten Konzentrationen auftreten. Voraussetzung für die vollständige Oxidation des vorhandenen organischen Kohlenstoffs durch die UV-Strahlung sind aber ein optimierter UV-Reaktor und die Gewährleistung der benötigten Messumgebung. Nach der ersten Leitfähigkeitsmessung (Total Inorganic Carbon; TIC) gelangt die Probe in den UV-Reaktor. Darin wird der im Wasser vorhandene organische Kohlenstoff oxidiert und zur zweiten Leitfähigkeitsmessung (Total Carbon; TC) geleitet. Aus der Differenz zwischen den beiden Sensoren wird der TOC-Gehalt berech-

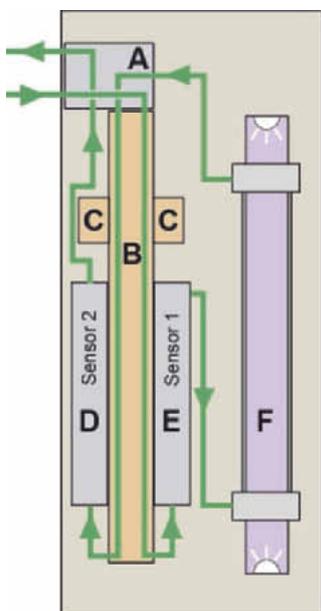
net ($TOC = TC - TIC$). Wie jede andere Methode hat auch die direkte UV-Oxidation systembedingte Nachteile:

- eingeschränkter Messbereich $< 2 \mu S/cm$ bei $20^\circ C$ und $< 1 ppm$ TOC
- thermische Effekte beeinflussen die Messung
- ungenügende Reproduzierbarkeit der UV-Oxidation

Um diese systembedingten Nachteile zu vermeiden oder zu minimieren, standen bei der Weiterentwicklung des Messgeräts eine Stabilisierung der thermischen Bedingungen im Gerät, die Erhöhung der Strahlungsdichte bei der Oxidation und die Optimierung des Medienflusses im System im Vordergrund.

— Temperatur konstant gehalten

Bei der direkten UV-Oxidation hat die Temperatur einen sehr großen Einfluss auf das Messergebnis. Bedingt durch die Energieabgabe der UV-Lampe wird die Temperatur des Probenwassers, je nach Konstruktion um mehr als $10^\circ C$ aufgeheizt. Diese Differenz zwischen den beiden Leitfähigkeitssensoren muss kompensiert werden. Jede Kompensation stellt aber nur eine Näherung dar. Um die Abweichung möglichst klein zu halten, ist beim AMI Line



Reaktor mit Wärmetauscher und Heizwiderstand (A: Einlassblock, B: Wärmetauscher, C: Heizpatrone, D & E: Leitfähigkeitssensor, F: UV-Reaktor)

Schnitt durch den UV-Reaktor



TOC dem Reaktor deshalb ein Wärmetauscher vorgeschaltet. Mit dieser Maßnahme kann der Temperaturunterschied zwischen den beiden Messungen bei $<0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ gehalten werden. Besonders bei Proben mit tiefen TOC-Werten wirkt sich diese Maßnahme sehr positiv aus. Die verwendeten UV-Lampen (Hg-Niederdruck Quarzlampen) haben einen engen Temperaturbereich bei dem sie die volle Leistung erbringen. Dieser liegt meistens zwischen 40 bis $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Eine Änderung der Betriebstemperatur

um $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ kann einen Leistungsverlust von bis zu 20% ergeben. Es ist daher sehr wichtig, die Lampentemperatur im optimalen Bereich zu halten. Zusätzliche Heizpatronen oder Kühlaggregate (je nach Anwendung) ermöglichen es, eine Zieltemperatur von $42\text{ }^{\circ}\text{C}$ sehr genau einzuhalten. So wird eine maximale Strahlungsleistung und damit eine optimale und gleichmäßige Oxidation erreicht. In der klassischen Anordnung von UV-Lampe und Medienfluss wird die Probe um eine Licht-

quelle herumgeführt. Streuverluste und Reflexionen sind kaum vermeidbar. Zudem kann im Langzeitbetrieb die Bildung von Ablagerungen (und damit eine Reduktion der Strahlungsdichte) an der direkt bestrahlten Seite nicht ausgeschlossen werden. Erst durch das direkte Zusammenbringen von UV-Lampe und Probe lassen sich diese Nebeneffekte vermeiden. Im UV-Reaktor des AMI Line TOC wird die Probe direkt an der Lampe entlanggeführt. Der maximale Abstand zur Lampenmitte beträgt 8 mm , die Schichtdicke beträgt nur $0,5\text{ mm}$. Durch die geschlossene Konstruktion werden Streuverluste und die Produktion von Ozon verhindert.

Übersichtlicher
und bedienungsfreundlicher
Aufbau des AMI Line
TOC



— Automatischer Funktionstest

Geräte, die in Pharmaapplikationen eingesetzt werden, müssen einen Eignungstest (System Suitability Test; SST) gemäß den maßgebenden Pharmakopöen bestehen (USP 643 / EP 2.2.24). Bei Geräten mit direkter UV-Oxidation haben die aktuell verwendeten UV-Lampen eine Lebensdauer von sechs Monaten. Jeder Lampenwechsel erfordert zwingend einen SST, somit werden also mindestens zwei Tests pro Jahr benötigt.

Zusätzlich zum aufwendigen SST besteht aber Bedarf nach regelmäßigen Überprüfungen des Messgeräts. Deshalb verfügt der AMI Line TOC über einen automatischen Funktionstest. Dieser ist im Ablauf dem bekannten SST angeglichen und ermöglicht die Validierung des Messgeräts in frei bestimmbar Intervallen. Es werden hochkonzentrierte Lösungen (Saccharose und Benzochinon) verwendet, die bis zu drei Monate haltbar sind. Die Lösungen werden erst zum Zeitpunkt des Tests mit Probenwasser über die eingebaute Peristaltik-Pumpe verdünnt. Die grundsätzliche Funktion des Instruments kann damit, ohne Eingriff oder Veränderung von außen, sehr einfach überprüft werden.

Eine zusätzliche Erleichterung im Betriebsablauf ergibt sich durch die Möglichkeit, auch Handproben durch das Messgerät überprüfen zu lassen. Beim AMI Line TOC wird die Probe von einer Peristaltik-Pumpe durch das Gerät gesogen. Handproben können dadurch sehr einfach angeschlossen und sogleich per Knopfdruck vermessen werden.

» prozesstechnik-online.de/php0114421

Autor



Roger Schmid

Application Manager UPW & Pharma,
Swan Analytische Instrumente