

Technical Bulletin

provided by



Copyright by Henkel 2003. All rights reserved.
Data shown is typical, and should not be construed
as limiting or necessarily suitable for design. Actual
data may vary from those shown herein.

BEMERKUNGEN ZUR STERILISIERBARKEIT UND REINIGBARKEIT VON EDELSTAHL- OBERFLÄCHEN IM PHARMAZEUTISCHEN UND IM LEBENSMITTELTECHNISCHEN APPARATEFELD

Aufsatz Nr. 27 / Rev. 00

Dr.-Ing. Georg Henkel
Dipl.-Ing. Benedikt Henkel

*The component's
value is assured
by its surface*



BEMERKUNGEN ZUR STERILISIERBARKEIT UND REINIGBARKEIT VON EDELSTAHL OBERFLÄCHEN IM PHARMAZEUTISCHEN UND IM LEBENSMITTELTECHNISCHEN APPARATEFELD

1. Einleitung

Edelstahl oberflächen Material EN 1.4404/1.4435 im pharmazeutischen Apparatfeld müssen in zunehmendem Maße gesteigerten Reinheits- bzw. Hygienebedingungen entsprechen. Dies gilt sowohl für medienberührte Innenoberflächen von Behältern und Rohrleitungen etc. sowie fallweise auch für Außenoberflächen von Apparaten und Rohrleitungen in Reinraumbereichen.

Der Reinheitsgrad wird dabei sowohl von der Kontamination durch anorganische Partikel (generierbar) wie vor allem auch durch organische Partikel bzw. Mikroorganismen bestimmt. Die nachfolgende Betrachtung soll Aufschluß darüber geben, inwieweit der Qualitätsstandard der Edelstahloberfläche die Mechanismen der Partikelgeneration, der Partikeladsorption bzw. der Partikelentstehung beeinflusst und welche Gesetzmäßigkeiten die Reinigbarkeit und den günstigsten Hygienezustand der Edelstahloberfläche beeinflussen.

2. Arten der Verunreinigung

Als Verunreinigungsstoffe für die metallischen Oberflächen unterscheiden wir dabei

2.1. *anorganische Substanzen*

- 2.1.1. aus der Vorbearbeitung
 - metallische Partikel
 - Schleifstoffpartikel
 - Umgebungsstaub

- 2.1.2. aus dem Betrieb
 - auskristallisierte Substanzen
 - Sedimente
 - Umgebungsstaub

2.2. organische Substanzen

- 2.2.1. aus dem Betrieb
Keime, Mikroorganismen
sterilisierte organische Stoffe
Produktrückstände

Die Gesamtheit dieser möglichen Kontaminationen kann mit einer zulässigen Grenzkontaminationszahl in mg/dm² bzw. mit einer Keimgrenzzahl angegeben werden und meßtechnisch auf verschiedene Arten bestimmt werden, wie z.B. mikroskopische Auszählung von Testflächen, Eluierung von Testflächen mit TOC-Bestimmung, gravimetrische Methoden, etc.

3. Charakterisierung der Oberfläche

Metallische Edelstahloberflächen werden im allgemeinen nach den Gesichtspunkten

- wahre Topographie
- morphologische Struktur
- vorliegendes Energieniveau

charakterisiert. Je nach Oberflächenvorbehandlung mechanisch geschliffen K 240 - 280 bzw. elektrochemisch poliert 300 A min/dm² ergeben sich betreffend der o.g. Charakterisierungskriterien unterschiedliche Bedingungen und Mechanismusrandvorgaben für das Funktionalverhalten bzw. das Haftverhalten hinsichtlich Reinigungs- und Hygieneergebnissen.

3.1. Wahre Topographie der Oberfläche:

mechanischer Vorschliff

- .) Ra ≈ 0,3 ... 0,5 µm
- .) 1 cm² projizierende Oberfläche hat dann 12 ... 14 cm² wahre Oberfläche unter Berücksichtigung aller Untiefen;
- .) mikroskopisch rauhe und scharfkantige amorphe Strukturen;

elektrochemisch poliert

- .) Ra ≈ 0,2 ... 0,35 µm
- .) 1 cm² projizierende Oberfläche hat etwa 2,5 ... 4 cm² wahre Oberfläche;
- .) mikroskopisch glatte und runde kristalline Strukturen

3.2. morphologische Struktur der Oberfläche:

mechanischer Vorschleiff

- .) amorphe Mischstruktur mit oxidischen u.v.a. martensitischen sowie Schleif-
resteinlagerungen;
- .) nichtaustenitische Fremdstrukturen bis
in eine Tiefe von ca. 10 bis 20 μm ;
- .) teilweise lose und teilverhaftete Parti-
kel an der Oberfläche in Clusterform;
- .) Cr : Fe-Verhältnisse von ca. 1 : 1 bzw.
CrO : FeO-Verhältnisse von
ca. 1,5 : 1;
- .) Dicke der chromoxidreichen Passiv-
schicht < 1 nm

elektrochemisch poliert

- .) metallisch reine, kristalline, austenitische
Struktur, ohne jegliche störende Fremd-
stoffe;
- .) partikelfreie Oberflächen;
- .) Cr : Fe > 1,5 : 1 bzw. CrO : FeO > 3 : 1
- .) Dicke der chromoxidreichen Passivschicht
> 2 nm

3.3. Energieniveau der Oberfläche:

mechanischer Vorschleiff

- .) infolge der durch die mechanische Be-
arbeitung eingebrachten Zug-/Druck-
spannungen sowie aufgrund eingela-
gerter Fremdstoffe bzw. strukturell
veränderter Gefügebestandteile liegt
ein Energieniveau vor, das um ca.
50 - 70 % über dem Niveau der unge-
störten austenitischen Edelstahlober-
fläche liegt.
- .) Grenzwerte liegen dabei bei
ca. 2,2 N/m;

elektrochemisch poliert

- .) Die Oberflächen sind infolge des bela-
stungsfreien elektrochemischen Polierab-
trages praktisch spannungsfrei und zeigen
ein werkstofftypisches, spezifisches Ener-
gieniveau von ca. 1,3 N/m.

4. Darstellung der Belegungsmechanismen sowie der Prinzipien der physikalischen Reinigungstechniken

Zunächst ist in diesem Rahmen festzuhalten, daß praktisch jede Oberflächenqualität eine Sterilisation, d.h. eine chemische Sterilisation **bedingt** (je nach Diffusionsparametern) und eine thermische Sterilisation **unbedingt**, durchführen läßt, um das vordergründige Ziel der Abtötung vorliegender Mikroorganismen zu erfüllen.

Bei der chemischen Sterilisation ist jedoch zu beachten, daß Keime in topographischen Untiefen speziell bei mechanisch geschliffenen Oberflächen entsprechend verlängerte Einwirkzeiten benötigen.

Nach erfolgter Sterilisation ergibt sich im Sinne der hygienischen Endbedingungen nun das Folgeproblem der Reinigung bzw. der rückstandsfreien Freispülung von allen organischen und anorganischen Kontaminationssubstanzen von der Oberfläche.

Bei der näheren Betrachtung der Verhältnisse ist leicht einzusehen, daß neben der chemischen Reinigungskomponente vor allem zur physikalischen Reinigung der Oberfläche die mikroskopischen Bindungsmechanismen der Kontaminationen berücksichtigt werden müssen. Dies sind neben Van der Waals-Kräften v.a. Brückenbindungen und auch einfache mechanische Verankerungen. Weiters ist für die erfolgreiche Freispülung auch die Einbringung von Oberflächenschubspannungen notwendig, welche jedoch unter Betrachtung der Grenzschichtwirkungen eher problematisch aufzubringen sind.

Unter Berücksichtigung der oben angeführten Oberflächencharakterisierung für Edelstahloberflächen ist einfach nachvollziehbar wie sich neben den prinzipiellen konstruktiven Gegebenheiten der Apparatur (z.B. Toträume) die unterschiedlichen Details der Topographie, der Morphologie und des Energieniveaus der typisch unterschiedlichen Oberflächenqualitäten auf den Erfolg der Reinigungsprozedur auswirken:

mechanisch geschliffene Oberflächen	elektropolierte Oberflächen
.) Reinigungsprobleme durch lokale mikroskopische Untiefen,	.) einfache und sichere "porentiefe" Reinigung durch glatte und dichte reinmetallische Mikrostruktur;
.) Verankerung der Verunreinigungen,	.) keine scharfkantigen Untiefen;
.) Penetrations- bzw. Tiefendiffusionsprobleme des chemischen Reinigungsmittels,	.) partikelfreie Reinigung;
.) Verbleib von Restpartikeln;	.) minimale Bindungskräfte zu den Verunreinigungen;
.) hohe Bindungskräfte der Verunreinigungen zur metallischen Oberfläche;	.) minimale Grenzschicht und minimales Grenzschichtvolumen,
.) Grenzschichtverdickung durch raue Mikrostruktur	.) ideale Reinigungsverhältnisse;
.) Maximierung des Grenzschichtvolumens;	

5. Zusammenfassung

Die vergleichende Darstellung der Oberflächenverhältnisse von mechanisch gefertigten und sachgerecht elektrochemisch polierten Oberflächen zeigt, daß elektrochemisch polierte Oberflächen gesichert u.v.a. auch kostengünstiger (weniger und schonendere Reinigungschemie) "porentief" gereinigt werden können und insohin in praktisch allen technischen Bereichen maximale Edelstahloberflächenreinheiten garantieren, die produktionstechnisch gesichert wiederkehrend gereinigt werden müssen, um Produktionsprobleme gesichert zu vermeiden. Dabei ist zudem zu erkennen, daß die Rauheit Ra, Rz der Oberflächen nur einen relativ untergeordneten Einfluß besitzt und keine verlässliche Aussage/Beurteilung betreffend der gesicherten mikroskopischen Reinigbarkeit einer Edelstahloberfläche zuläßt.

Für weitere Auskünfte stehen wir Ihnen gern zur Verfügung

Technical Bulletin

Procedures for the treatment of metal surfaces

- ▶ Electrochemical polishing
- ▶ Electrochemical and chemical deburring
- ▶ Chemical polishing
- ▶ Chemical pickling
- ▶ Passivation
- ▶ Derouging and professional repassivation

All services can be carried out on the premises of the customer

Development and supply of

- ▶ chemicals for pickling, electropolishing and passivation of metal surfaces
- ▶ chemicals for derouging and repassivation of stainless steel surfaces
- ▶ turnkey constructions/equipments for the chemical and electrochemical surface treatment of metals

Technical consultation

- ▶ for the surface treatment of
 - Stainless steel (i.e. 1.4435 / 1.4404 / 316l, 1.4539 / 904l, etc.)
 - Nickel and Nickel Alloys (i.e. Alloy 59, Hastelloy, Inconel)
 - Aluminium
 - Copper
 - Niobium
 - Titanium
 - Zirkonium
 - C-steel
- ▶ for apparatus, tubes and fittings in the food, beverage, chemical, cosmetic and pharmaceutical industries, bio and medical technology, plant, refrigeration and heat technology
- ▶ for surface treatment specifications for apparatus and tube systems
- ▶ concerning corrosion of stainless steel

Further services

- ▶ Colouring of stainless steel
- ▶ Clean room treatment
- ▶ Waste water technology
- ▶ Research & Development

We are member of VDMA, EHEDG und ISPE

For further information please contact us

info@henkel-epol.com
www.henkel-epol.com



Certified according to EN ISO 9001:2000
Certificate no : A06/0007



HENKEL Beiz- und Elektropolieretechnik
GmbH & Co. KG
Stoissmühle 2
A – 3830 Waidhofen / Thaya
Tel : + 43 (0) 28 42 / 543 31 - 0*
Fax : + 43 (0) 28 42 / 543 31 - 30
info@henkel-epol.at
www.henkel-epol.com

HENKEL Beiz- und Elektropolieretechnik
GmbH & Co. KG
An der Autobahn 12
D – 19306 Neustadt-Glewe
Tel : + 49 (0) 387 57 / 66 - 0*
Fax : + 49 (0) 387 57 / 66 - 122
info@henkel-epol.com
www.henkel-epol.com

HENKEL Kémiai és Elektrokémiai
Felületkezelő Kft
H – 9172 Györzámoly, Központi Major
Tel : + 36 (0) 96 / 352 - 035
Fax : + 36 (0) 96 / 585 - 035
info@henkel-epol.hu
www.henkel-epol.com

*The component's
value is assured
by its surface*

