

# Alle Anforderungen erfüllt

## Leitfähigkeitsmessung in Reinstwasser



Öznur Alp

*Wie der Begriff „Reinstwasser“ schon erahnen lässt, handelt es sich um Wasser in seiner reinsten Form, d. h. ohne jegliche Verunreinigung. Diese Qualität macht es zu einem interessanten Material für die Pharmaindustrie. Ohne Reinstwasser (Aqua valde purificata) wäre die Herstellung der meisten Wirkstoffe nicht möglich, denn seine Reinheit bildet die Voraussetzung für eine gleichbleibende Produktqualität.*

**Autorin:** Dr. Öznur Alp, Produktmanagerin  
Analysemesstechnik, Jumo GmbH & Co. KG,  
Fulda

Die Qualität von Reinstwasser (pure water, high purity water, water for injection usw.) ist in einigen Normen und Empfehlungen der Organisationen ASTM International (früher: American Society for Testing and Materials [ASTM]), European Pharmacopoeia (EP), United States Pharmacopoeia (USP) sowie DIN und ISO beschrieben. Zur Kontrolle der Qualität von Reinstwasser werden neben Laboranalytik folgende Online-Messmethoden eingesetzt: Messung der elektrischen Leitfähigkeit, des Total Organic Carbon (TOC) und des pH-Werts.

Grundsätzlich ist die Leitfähigkeit des Messmediums von der Anzahl, der Ladungszahl und der Beweglichkeit der Ionen abhängig. Ein Leitfähigkeitssensor erfasst die Summe aller in der Lösung befindlicher Ionen. Ungeladene organische Verunreinigungen lassen sich über eine Leitfähigkeitsmessung nicht nachweisen. Diese Lücke wird durch die TOC-Messung geschlossen. Zur Ermittlung dieses TOC-Gehaltes gibt es verschiedene Analyseverfahren, die darauf beruhen, dass man alle organischen Inhaltsstoffe des Messmediums zu Kohlendioxid (CO<sub>2</sub>) und H<sub>2</sub>O oxidiert und anschließend das gebildete CO<sub>2</sub> bestimmt. Saure oder alkalische Verunreinigungen werden auch über die Veränderung des pH-Wertes erkannt.

## Kontrolle der Reinstwasserqualität

Über eine kontinuierliche Leitfähigkeitsmessung kann die Reinstwasserqualität schnell und sicher kontrolliert werden. Die Messung erfolgt mit Leitfähigkeitssensoren, die nach dem Zwei-Elektroden-Verfahren arbeiten. Bei dieser Anwendung sind die Elektroden konzentrisch angeordnet, wobei die äußere die innere Elektrode abschirmt.

Eine Zwei-Elektroden-Messzelle besteht aus zwei leitfähigen Messelektroden (für die Messung in Reinstwasser aus Edelstahl oder Titan), die in einer bestimmten Geometrie angeordnet sind. Dieser geometrische Zusammenhang wird als Zellenkonstante K (Einheit [1/cm]) bezeichnet. Bei Messzellen für Reinstwasser sollte diese Zellenkonstante K=0,01 betragen (größere Zellenkonstanten, z. B. K=0,1 oder K=1,0, sind für Messwerte mit höheren Werten vorgesehen).

Gemäß European Pharmacopoeia (EP) muss die Zellenkonstante einer Messzelle von deren Hersteller zertifiziert werden. Anschließend muss die Zellenkonstante diesbezüglich regelmäßig mit einer zertifizierten Referenzlösung, deren Leitfähigkeit weniger als 1500 µS/cm beträgt, oder gegenüber einer Leitfähigkeitsmesszelle mit zertifizierter Zellenkonstante überprüft werden.

Allerdings gibt es keine praktisch verwendbaren Prüf- oder Kalibrierflüssigkeiten für den Reinstwasserbereich (< 10 µS/cm). Flüssigkeiten mit niedrigen Leitfähigkeitswerten können keine stabilen Referenzwerte liefern, da sie sofort CO<sub>2</sub> aus der Luft aufnehmen und sich dadurch verändern. Es ist daher erforderlich, zur Prüfung Leitfähigkeitsmesszellen mit einer exakt vermessenen Zellenkonstante zu verwenden.

## Exakt vermessene Zellenkonstante

Messzellen, die diese Anforderung erfüllen, finden sich schon seit vielen Jahren im Produktportfolio von Jumo. Das Unternehmen bietet aktuell die konduktive Leitfähigkeitsmesszelle tecLine Lf-VA in Edelstahl- oder Titanausführung mit dem sogenannten „ASTM-Prüfzeugnis“. Darin findet sich die im Werk genau ausgemessene Zellenkonstante, die direkt in den Messumformer eingegeben werden kann. Damit ist die Messzelle einsatzbereit.

Diese Leitfähigkeitsmesszellen zum Einsatz in Reinstwasser erfüllen alle Anforderungen:





Reinstwasser bildet eine wichtige Voraussetzung für eine gleichbleibende Produktqualität

- Angabe der Zellenkonstante mit einer Genauigkeit von  $\pm 2\%$  gemäß EP (European Pharmacopoeia)
- Material nach EHEDG (European Hygienic Equipment Design Group): u. a. DIN-Nr. 1.4404, DIN-Nr. 1.4435, AISI316L, DIN-Nr. 1.4571
- Oberflächenrauigkeit nach EHEDG (European Hygienic Equipment Design Group):  $R_a < 0,8\ \mu\text{m}$
- Dichtungs- und Körpermaterialien FDA (Food and Drug Administration)-zugelassen: u. a. EPDM, PVDF

Da die elektrolytische Leitfähigkeit stark temperaturabhängig ist, muss die Temperatur in die Bewertung mit einbezogen werden. Zu diesem Zweck ist in die tecLine Lf-VA Leitfähigkeitsmesszellen entweder ein Pt100 oder ein Pt1000 integriert. Während des Messprozesses erfassen diese Sensoren die Medientemperatur, in nachgeschalteten Messumformern wird sie entsprechend berücksichtigt.

Bei den Prozessanschlüssen sind die Jumo-Leitfähigkeitsmesszellen für Reinstwasser ebenfalls variabel: Es gibt Gewinde G $\frac{1}{2}$ A, G $\frac{3}{4}$ A oder G1A, Gewinde  $\frac{1}{2}$ "-14 oder  $\frac{3}{4}$ "-14 NPT, Milchkegel DN25 und Clamp DN25.

### Reinstwasser-Messumformer/Regler

In der Anfangszeit der Reinstwassermesstechnik wurden analoge Schaltungen eingesetzt, die mit speziellen Anpassungen der Leitfähigkeitsmessung von Reinstwasser und dessen Temperaturkompensation ausgestattet waren. Heute setzt man Mikroprozessor-Messumformer ein. Durch diese Technik stehen dem Hersteller und damit auch dem Anwender eine Vielzahl von Möglichkeiten offen.

Im Reinstwasserbereich eignet sich besonders der Jumo Aquis 500 CR als Messumformer bzw. Regler. Das Gerät dient zur konduktiven Messung sowie zur Regelung der elektrolytischen Leitfähigkeit, des spezifischen Widerstandes oder des TDS-Wertes. Für die Leitfähigkeitsmessung in

Reinstwasser bietet dieser Messumformer/Regler folgende Möglichkeiten an:

- numerische (exakte) Eingabe der Zellenkonstanten: Bei der Inbetriebnahme der Messstelle muss nur die exakte Zellenkonstante in den Messumformer einprogrammiert werden; danach ist die Messzelle messbereit.
- Temperaturkompensation nach ASTM D 1125-95: Die Organisation „American Society for Testing and Materials“ legt in ihren standardisierten Prüf- und Analyseverfahren auch Methoden zur Bestimmung der elektrolytischen Leitfähigkeit von Wasser und Reinstwasser fest: (Designation) D 1125-95. In dieser Abhandlung sind die Abhängigkeiten des Reinstwasser-Messwertes von der Temperatur und verschiedenartigen Verunreinigungen angegeben. Formeln für verschiedene Verunreinigungen sind in der Betriebssoftware des Messumformers enthalten.
- Grenzwertüberwachung nach USP (water conductivity <645>): Mit dem Messumformer/Regler Jumo Aquis 500 CR ist es möglich, die Qualität des Reinstwassers gemäß der Vorgabe von USP Stage 1 online zu überwachen.

Die USP enthält eine Tabelle, die abhängig von der Temperatur einen Grenzwert für die Leitfähigkeit vorgibt. Bleibt die Leitfähigkeit unterhalb dieses Grenzwertes, erfüllt das Reinstwasser die Anforderungen nach USP.

### Geprüftes Paket für spezielle Fälle

Die Kontrolle der Leitfähigkeit ist die sicherste und zuverlässigste Methode zur Überwachung der Qualität von Reinstwasser. Bei dieser Prüfung handelt es sich um ein spezielles Teilgebiet der Leitfähigkeitsmesstechnik. Wie bei allen solchen Randbereichen sind auch hier besondere Maßnahmen bezüglich Messung und Handhabung erforderlich (z. B. muss nach EP die Zellenkonstante auf  $\pm 2\%$  genau bekannt sein).



Leitfähigkeitsmesszellen zum Einsatz in Reinstwasser

Die Kombination aus Jumo Aquis 500 CR mit Kalibrierzeugnis und Jumo tecLine Lf-VA inklusive Pharmapaket erfüllt die aktuellen Anforderungen.

Das Pharmapaket beinhaltet ein Materialprüfzeugnis nach DIN EN 10204 3.1, ein Prüfzeugnis zur Rauigkeit nach DIN EN ISO 4287 sowie das ASTM-Prüfzeugnis für die exakt vermessene Zellenkonstante.

JUMO 27858910  
[www.vfv1.de/27858910](http://www.vfv1.de/27858910)

## Messgas-Pumpen

... das starke Herz  
Ihres Analysensystems

- Singel oder Doppelpumpen möglich
- Alle medienberührenden Teile aus PTFE oder 1.4571
- Kondensatförderung möglich
- Förderleistung bis 1500 l/h
- Robuster Aufbau
- Lange Lebensdauer
- EX-Ausführung möglich
- Bypass-Ventil optional
- Inklusiv Befestigungskonsole
- Auch für beheizte Systeme

**BÜHLER**  
TECHNOLOGIES

BÜHLER TECHNOLOGIES GMBH  
 FON: 02102/4989-0 FAX: 02102/4989-20  
[www.buehler-technologies.com](http://www.buehler-technologies.com)

Weitere Informationen 27154450 [www.vfv1.de/27154450](http://www.vfv1.de/27154450)