

# CIT plus

Das Praxismagazin für Verfahrens- und Chemieingenieure

CITplus, das Magazin für die Mitglieder von ProcessNet, wird herausgegeben von GDCh, Dechema und VDI-GVC

- 19**  
Wireless Hart-Adapter mit Netzteil
- 22**  
Intelligente Feldgeräte zentral bedienen
- 26**  
Pneumatische Fass- und Containerpumpen
- 30**  
Abfüllsystem für kryogenen Flüssigstickstoff
- 33**  
Special zur Filtec 2013
- 34**  
Rückspülfilter sorgt für Effizienzsteigerung
- 40**  
Referenzinstrument für die Partikelanalyse
- 42**  
Produktforum Schläuche, Rohre, Fittings



**15**  
Titelstory  
**Wächst einfach mit**  
Neue Version 2013 des Prozessleitsystems Freelance verfügbar

**SONDERTEIL AUTOMATION**



# Voll flexibel – voll reproduzierbare Messergebnisse

Ein Referenzinstrument für die Partikelanalyse im Labor

Das Partikelanalyzesystem Pamas SBSS hat sich als zuverlässiges Messinstrument für die Partikelanalyse höherviskoser Flüssigkeiten im Labor bewährt. Anhand von Messdaten aus der Praxis hat der Rutesheimer Hersteller die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse des Partikelzählers untersucht. Wie sich zeigte, weichen die Messergebnisse unterschiedlicher Messungen derselben Probe kaum voneinander ab. Aufgrund der hohen Messgenauigkeit wird das Partikelanalyzesystem Pamas SBSS auch von anderen Herstellern von Partikelzählern als Referenzinstrument für ihre Kalibrierung eingesetzt.

Die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse ist ein wichtiger Parameter für die Präzision eines Messgeräts. Gerade bei der Reinheitskontrolle von Flüssigkeiten wie beispielsweise Wasser, Öl, Hydraulikflüssigkeiten oder pharmazeutischen Lösungen ist eine exakte Angabe des Partikelgehalts unabdingbar.

## Kalibriernorm

Automatische Partikelzähler werden für die Kontaminationsanalyse, d.h. für die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung und -konzentration in Flüssigkeiten, eingesetzt. Die Messgenauigkeit von Partikelzählern wird durch vorherige Kalibrierung gewährleistet. Der internationale Kalibrierstandard ISO 11171 schreibt Richtlinien für eine Standardkalibrierung von automatischen Partikelzählern vor, die die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung sowie eine hohe Messgenauigkeit sicher stellt.

Unter anderem stellt die Kalibriernorm ISO 11171 auch Anforderungen an die Reproduzierbarkeit. Alle Systeme, die nach ISO 11171 kalibriert werden, müssen diese Anforderungen erfüllen. Die Anforderungen an die Reproduzierbarkeit definiert die Norm ISO 11171 über die prozentuale Abweichung DQ: Anhand dieses Parameters kann die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse eines automatischen Partikelzählers bestimmt werden. Die Abweichung DQ errechnet sich nach der Formel  $DQ = 100 \cdot (\max - \min) / \text{Durchschnittswert}$ . Sobald bei einer Messung in einem bestimmten Größenkanal mehr als 10.000 Partikel



Abb. 1: Automatische Partikelzählssysteme von Pamas nutzen Verfahren der optischen Sensortechnologie für die Reinheitskontrolle von Flüssigkeiten. Die technisch anspruchsvollen Sensoren (hier der Querschnitt einer Sensormesszelle) werden am deutschen Firmenstandort in Rutesheim entwickelt und in eigener Fertigung hergestellt.

gezählt werden, darf die DQ-Abweichung aller Messwerte nach der Norm ISO 11171 höchstens um 11% (d.h. plus/minus 5,5%) vom Durchschnittswert abweichen. Das zulässige Limit ist bei einer geringeren Partikelzahl pro Messung höher. Bei 100 Partikeln pro Messung beträgt der zulässige Grenzwert für die DQ-Abweichung 27,5% (+/- 13,75%).

## Untersuchung der Reproduzierbarkeit

Anhand von Messdaten aus der Praxis hat Pamas die Reproduzierbarkeit des Laboranalyzesystems Pamas SBSS untersucht. Für die Berechnung der DQ-Abweichung wurde



Dipl.-Ing. Michael Schumacher,  
Leiter Entwicklung und Produktion, Pamas



Abb. 2: Wegen seiner Messgenauigkeit und Reproduzierbarkeit wird das Partikelanalyzesystem Pamas SBSS von renommierten Laboren geschätzt. Als Referenzgerät wird es auch von Herstellern anderer Partikelzähler zur Überprüfung der Kalibrierung verwendet.

eine Hydraulikölprobe nach normgerechter Probenaufbereitung fünf Mal gemessen. Die Messung erfolgte in den Größenkanälen  $> 4 \mu\text{m}(c)$ ,  $> 5 \mu\text{m}(c)$ ,  $> 6 \mu\text{m}(c)$ ,  $> 7 \mu\text{m}(c)$ ,  $> 8 \mu\text{m}(c)$ ,  $> 10 \mu\text{m}(c)$  und  $> 12 \mu\text{m}(c)$ . Anschließend wurden die Partikelanzahlen der fünf Messungen im jeweiligen Größenkanal miteinander verglichen.

Bei der Berechnung der DQ-Abweichung ergaben sich prozentuale Werte zwischen 0,59% und 5,94%. Die Werte lagen somit weit unter dem maximal zulässigen Limit von 11%. Für die Partikelgröße  $> 4 \mu\text{m}(c)$  betrug die prozentuale DQ-Abweichung mit 0,59% sogar nur 54% vom zulässigen Grenzwert nach ISO 11171. Wie die Untersuchung eindeutig zeigte, sind Messungen mit dem Partikelanalyzesystem Pamas SBSS somit sehr gut reproduzierbar.



## Untersuchung der Reproduzierbarkeit

Partikelgröße	4 µm(c)	5 µm(c)	6 µm(c)	7 µm(c)	8 µm(c)	10 µm(c)	12 µm(c)
1. Messung	52.792	32.916	21.115	13.754	9.220	4.488	2.570
2. Messung	52.793	32.735	21.030	13.668	9.221	4.449	2.529
3. Messung	52.599	32.685	21.010	13.736	9.302	4.424	2.479
4. Messung	5.2913	32.716	20.887	13.515	9.059	4.313	2.422
5. Messung	52.858	32.731	20.952	13.578	9.172	4.465	2.460
Durchschnitt	52.791,00	32.756,60	20.998,80	13.650,20	9.194,80	4.427,80	2.492,00
D <sub>0</sub>	0,59	0,71	1,09	1,75	2,64	3,95	5,94

Tab. 1: Anhand des DQ-Wertes wurde die Reproduzierbarkeit von Messungen mit dem Partikelanalyzesystem Pamas SBSS untersucht. Die Tabelle zeigt die Messdaten von fünf Messungen derselben Probe und den zugehörigen Wert für DQ.

Neben seiner Messgenauigkeit zeichnet sich das Laboranalyzesystem auch durch seine einfache und benutzerfreundliche Handhabung aus: Es verfügt über eine integrierte Probenzufuhr, so dass die Probe direkt aus dem Probenbehälter heraus analysiert werden kann und vorder Messung nicht umgefüllt werden muss. Ein zusätzlicher Umfüllvorgang würde die Gefahr einer Kontamination von außen erhöhen und das Messergebnis verfälschen. Durch die integrierte Probenzufuhr ist der Bedienungsaufwand somit sehr niedrig und kann – bei entsprechender Vorein-

stellung – auf den Wechsel der Probenflaschen reduziert werden.

Ein weiterer Vorteil des Laborinstruments besteht in dem Druckbehälter, mit dem das Instrument ausgestattet ist. Hierbei handelt es sich um eine Probenkammer, in der sowohl ein Überdruck als auch ein Vakuum erzeugt werden kann. Überdruck wird gebildet, um höherviskose Flüssigkeiten für die Messung durch den Sensor befördern zu können. Die Vakuumfunktion wird verwendet, um Gasblasen aus der Probenflüssigkeit zu entfernen.

## High-Throughput Sorbentenscreening

Pall Life Sciences stellt seine neuen AcroPrep ScreenExpert 96-Well Platten für das schnelle Selektivitätsscreening in der Methodenentwicklung vor. Die Platten sind mit MEP, HEA und PPA HyperCel Mixed-Mode Chromatographiesorbentien bzw. dem salztoleranten



HyperCel STAR AX Anionenaustauschersorbent gefüllt. Sie bieten einen schnellen Weg, die Ligandenselektivität in der Methodenentwicklung zu screenen und das leistungsstärkste Sorbens für eine spezifische Anwendung zu optimieren. Die benötigte Probenmenge ist aufgrund des Sorbensvolumens von nur 50 µl pro Kammer sehr gering. Die Platten können manuell oder robotergesteuert betrieben werden. Die Screeningresultate lassen

sich mittels Pall PRC Fertigsäulen, die mit denselben Sorbentien verfügbar sind, direkt bestätigen.

## Kontakt

Pall Life Sciences  
Tel.: +49 6103 3075 82  
dirk.sievers@europe.pall.com  
www.pall.com

## Laborgeräte aus Kunststoff

Im Handbuch Thomaplast-I präsentiert Reichelt Chemietechnik ein breites Programm an Laborgeräten aus Kunststoff für das chemische Laboratorium und das Technikum. Zum Sortiment gehören Laborgeräte sowie Zubehör aus Kunststoff für chemische, pharmazeutische, biologische, mikrobiologische sowie klinische Anwendungen. Die Laborgeräte stehen in den Werkstoffen PS, PC, PE, PVC, PP, SAN, TPX, PMA, PFA, FEP sowie PTFE zur Verfügung. Die Produkte sind nach Gebrauchseigenschaften kategorisiert. Beginnend mit Flaschen, Schalen, Kolben, Probengefäßen, Präparatedosen, Trichtern, Löffeln und Spateln bis hin zu Dosiergeräten, Dewargefäßen und Magnetrührstäben bietet das Programm alles, was für den Routinebetrieb wie auch für die Forschung relevant ist. Ergänzt wird das Handbuch um den wichtigsten Teil der Filtration. Im speziellen handelt es



## Kontakt

Reichelt Chemietechnik GmbH + Co.  
Tel.: +49 6221 3125 0  
rct@rct-online.de  
www.rct-online.de

## Firmeninfo

Seit 1992 entwickelt Pamas Standardlösungen sowie individuelle Applikationen für Anwendungen im Bereich der Partikelgrößenanalyse und Partikelzählung. Das Unternehmen hat sich auf die Partikelanalyse von Flüssigkeiten spezialisiert und entwickelt, fertigt und vertreibt Partikelzähler für Labor-, Feld- und Onlinemessungen.

Pamas auf der  
Filtech  
Halle 3  
Stand H8

## Kontakt

Pamas Partikelmess- und Analysesysteme GmbH, Rutesheim  
Tel.: +49 7152 9963 0  
sandra.suresh@pamas.de  
www.pamas.de

sich um Dialyseschläuche, Filterscheiben und Kerzen, Sinterplatten, -Stäbe und -Rohre, sowie Siebgewebe und Filtergehäuse.