

Reinigbarkeit filmischer Kontaminationen von Boden- und Wandbeschichtungen – angepasster Riboflavintest

Markus Keller¹ & Gabriela Baum¹

¹Fraunhofer Institut für Produktionstechnik und Automatisierung IPA, Abteilung Reinst- und Mikroproduktion, Nobelstr. 12, 70569 Stuttgart, Markus.keller@ipa.fraunhofer.de.

1 Einleitung

Die Abreinigbarkeit filmischer Verunreinigungen von verschiedenen Oberflächen spielt in der Lebensmittel- und Life-Science-Industrie eine wichtige Rolle. Maschineneinhausungen, Fußböden, Wände, Transportbehälter, Beschichtungen,...die Liste der relevanten abzureinigenden Oberflächen ließe sich beliebig fortsetzen. Die Anforderungen an eine reine Produktionsumgebung in den genannten Industriebereichen steigen stetig. Besondere Relevanz haben Oberflächen mit einem großen Flächenanteil an der gesamten Reinraumumgebung, wie Böden und Wände (1). Deren ausreichende Reinigbarkeit ist aus hygienischer Sicht generell notwendig, um einen hygienisch sicheren Prozess und möglichst lang haltbare Produkte bei beispielsweise völligem Verzicht auf Konservierungsstoffe zu schaffen (2). Lassen sich abiotische Partikel von Oberflächen gut abreinigen, eignen sich diese Flächen ebenfalls gut für eine effektive Abreinigung von Mikroorganismen (3). Wie sieht es jedoch mit filmischen Kontaminationen auf Oberflächen aus? Gibt es hierfür entsprechende regulatorische Vorgaben? Für die Produktion steriler Arzneimittel fordert der EU-GMP-Leitfaden Annex 1 beispielsweise explizit eine ausreichende Reinigbarkeit von Oberflächen (4). Durch eine reine Produktionsumgebung werden die Störeinflüsse, welche auf die kritischen Produkte negativ einwirken, weitestgehend minimiert (5). Diese reine Fertigungsumgebung wird ebenfalls durch das Streben nach einer immer besser werdenden Qualität vorangetrieben (6). Die minimale Kontamination der Produkte steigert die Qualität und Zuverlässigkeit und senkt den kontaminationsbedingten Ausschuss. Durch eine geringere Restverschmutzung sinken daher auch die Produktionskosten (7). Eine reine Fertigungsumgebung kann nur bei fachgerechter Auswahl der Materialien ihre Anforderungen erfüllen.

Für eine gezielte Materialauswahl wurde eine standardisierte Reinigungsmethode mit einem groben Klassifizierungssystem zur filmischen Reinigbarkeit von Oberflächen erarbeitet. Hierbei wird messtechnisch überprüft, wie gut sich eine definierte filmische

Prüfkontamination von einer Oberfläche durch eine Wischreinigung entfernen lässt. Ein linearer Wischsimulator wird für die dafür notwendige reproduzierbare Abreinigung eingesetzt. Die zu untersuchenden Oberflächen müssen vor der Abreinigung gleichmäßig mit der Prüfflüssigkeit kontaminiert werden. Die Kontamination wird vor und nach der Abreinigung unter UV-Licht visuell direkt auf der Oberfläche betrachtet. Die anschließende Klassifizierung geschieht anhand von standardisierten Vergleichsbildern. Daraus ergibt sich der relative Reinigungserfolg als Vergleichsmaß zwischen den verschiedenen Oberflächen. Für diesen Beitrag wurde die Reinigbarkeit verschiedener Oberflächenbeschichtungen der Firma Sika AG, Baar, Schweiz untersucht.

2 Riboflavintest

2.1 Kontamination der Oberflächen

Um eine qualitative Aussage über die Reinigbarkeit einer Oberfläche zu erlangen, wird auf die Prüfoberflächen eine wasserbasierte fluoreszierende Prüfverunreinigung aufgebracht und je nach Versuch gegebenenfalls eingetrocknet. Vor und nach der Abreinigung werden die Oberflächen unter UV-Beleuchtung inspiziert. Die Verwendung des fluoreszierenden Pigments Riboflavin ermöglicht eine klare visuelle Darstellung schlecht zu reinigender Flächen, insbesondere von Vertiefungen, Dellen, Kanten etc. Eine messtechnisch quantifizierbare Aussage kann hiermit nicht erbracht werden. Die Ergebnisse werden zuerst in rein qualitativen Aussagen getroffen. Die genaue Testbeschreibung ist im VDMA-Informationsblatt „Riboflavintest für keimarme und sterile Produktionstechniken“ festgelegt (8). Die Testlösung, bestehend aus 0,2 g Riboflavin, 1000 ml Reinstwasser und 5 g Hydroxyethylzellulose, wird dabei auf die Testoberflächen mit Hilfe eines Pumpdispensers aufgebracht. Die fluoreszierende Prüfverunreinigung wird mit Hilfe einer UV-Beleuchtung und einer Wellenlänge von 366 nm sichtbar gemacht. Das Bild der Testoberfläche wird mit einer Digitalkamera dokumentiert. In einem zweiten Ansatz wird die Prüfverunreinigung eingetrocknet, da eine eingetrocknete Prüfverunreinigung im Gegensatz zur nassen Prüfverunreinigung eine hartnäckigere Kontamination darstellt.

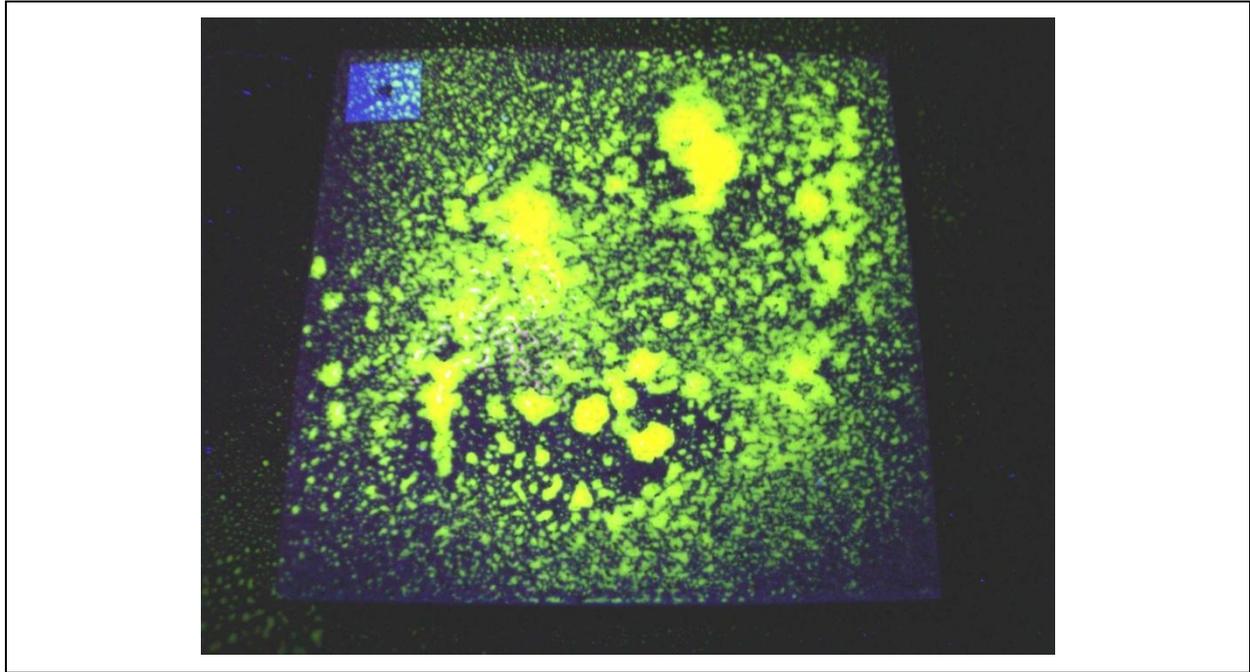


Abbildung 1: Fluoreszierende Prüfkontamination, welche auf eine Testoberfläche aufgebracht und mittels UV-Beleuchtung sichtbar gemacht wurde.

2.2 Abreinigung

Die Abreinigung erfolgt anschließend automatisiert mittels eines Wischsimulators und Reinraumtüchern, welche in Reinstwasser getränkt werden. Der Wischsimulator besteht aus einem linearen Antrieb, welcher ein mit dem Reinraumtuch bespanntes lose geführtes Gewicht (1 kg) mit einer Geschwindigkeit von 0,1 m/s über die Testoberfläche verfährt.

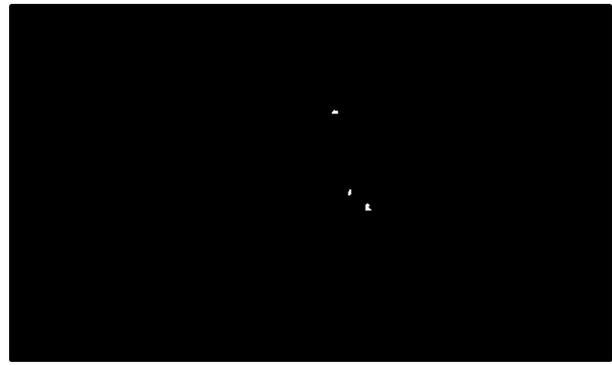
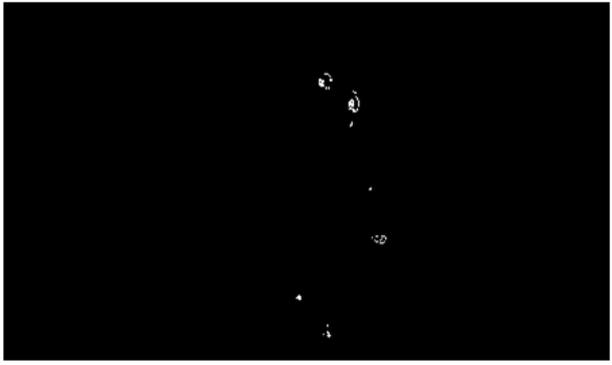


Abbildung 2: gleitende Fixierung des Reinraumtuches mittels Auflagegewicht

2.3 Auswertung

Die Ermittlung eines quantitativen Kennwerts nach ISO 4628-1 erfolgt durch Vergleich der Probenbilder vor und nach Abreinigung mit Referenzbildern, welche in ISO 4628-2 hinterlegt sind (9) (10). Dabei wird der in ISO 4628-1 genannte Begriff „Schäden“ durch den Begriff

„Rückstände“ ersetzt. Die Klassifizierung des relativen Reinigungserfolgs erfolgt durch Benennung der Kennwertzahlen nach VDI 2083 Blatt 17 (11). Folgende Tabelle zeigt die Klassifizierung anhand am Fraunhofer IPA angefertigter realer binarisierter Referenzbilder, welche unter Vorlage der Referenzbilder der ISO 4628-2 angefertigt wurden.

Kennwert nach ISO 4628-1	Visuelle Bewertung nach ISO 4628-1	Klassifizierung des relativen Reinigungserfolgs nach VDI 2083 Blatt 17	Referenzbilder nach ISO 4628-2
0	keine erkennbaren Rückstände	Exzellent	
1	kleine, gerade noch signifikante Anzahl von Rückständen	Sehr gut	
2	wenige, d. h. kleine, aber signifikante Anzahl von Rückständen	Gut	

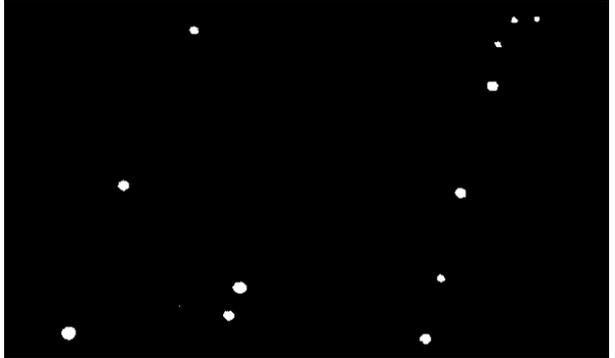
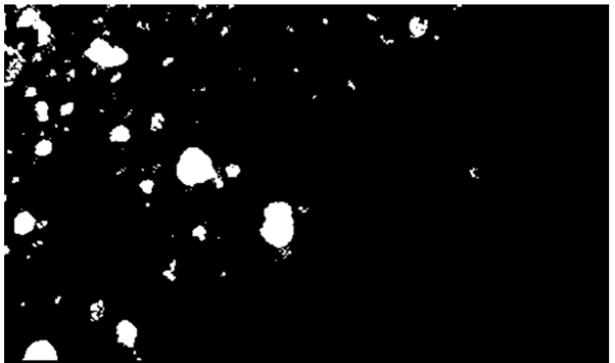
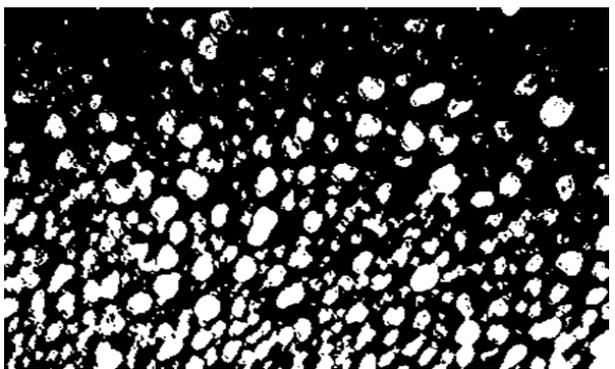
3	mäßig viele Rückstände	Mäßig /Schwach	
4	Rückstände in beträchtlicher Anzahl	Sehr Schwach	
5	sehr viele Rückstände	Nicht nachweisbar	

Tabelle 1: Bewertung des relativen Reinigungserfolgs

3 Ergebnisse

Für ein Beschichtungsmaterial wird anhand folgender Bilder beispielhaft die Klassifizierung erläutert.

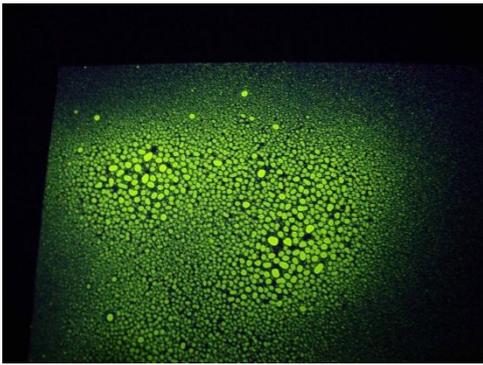
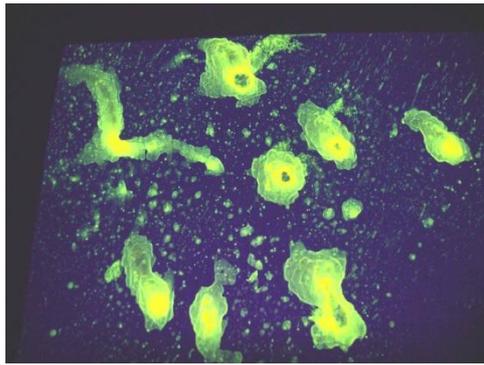
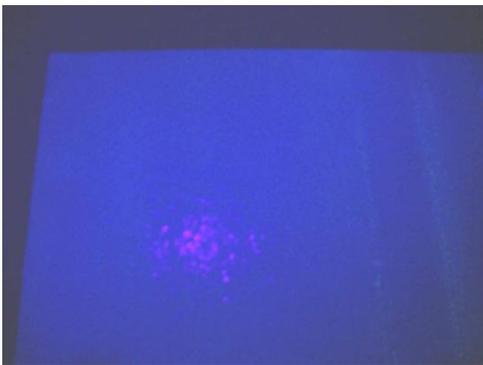
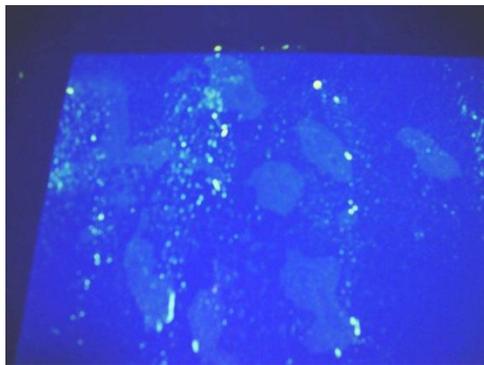
Reinigbarkeit der nassen Prüfverunreinigung	Reinigbarkeit der eingetrockneten Prüfverunreinigung
 <p data-bbox="395 999 592 1032">Vor Reinigung</p>	 <p data-bbox="1023 999 1219 1032">Vor Reinigung</p>
 <p data-bbox="384 1462 603 1496">Nach Reinigung</p> <p data-bbox="248 1536 740 1731">(die violetten Farbtupfer stammen aus Spiegelungen der UV-Lampe in der Beschichtung und sind keine Restkontaminationen)</p>	 <p data-bbox="1011 1462 1230 1496">Nach Reinigung</p> <p data-bbox="842 1536 1399 1682">(die Prüfkontaminationen erscheinen unter UV-Beleuchtung als gelbgrüne filmische Rückstände)</p>
<p data-bbox="248 1776 740 1809">Relativer Reinigungserfolg: Exzellent</p>	<p data-bbox="874 1776 1366 1809">Relativer Reinigungserfolg: Schwach</p>

Tabelle 2: Bewertung des relativen Reinigungserfolgs eines Beschichtungsmaterials

Als exemplarischer Auszug aller vorgenommenen Messungen soll folgende Tabelle 3 dienen. Es handelt sich hierbei durchweg um Wand- und Bodenbeschichtungssysteme der Firma Sika

AG. Informationen zu den einzelnen Beschichtungssystemen können beim Autor der Publikation oder bei Jörg Willmann, SIKA AG unter willmann.joerg@ch.sika.com erfragt werden.

Untersuchte Beschichtung (Wand/Boden)	Materialbasis der Beschichtung	Oberflächenbeschaffenheit der Beschichtung	Reinigungserfolg einer nassen Prüfkontamination	Reinigungserfolg einer eingetrockneten Prüfkontamination
Wand A	wässrige Epoxidharz-Dispersion	Leicht strukturiert (Orangenhaut)	Exzellent	Gut
Wand B	wasserbasierte Acryldispersion	strukturiert	Exzellent	Gut
Boden A	hoch chemisch beständige Epoxidharz-Beschichtung	glatt	Sehr gut	Exzellent
Boden B	Polyurethan	glatt	Exzellent	Exzellent
Boden C	Standard Epoxidharz-Beschichtung	glatt	Exzellent	Exzellent
Boden D	Standard Epoxidharz-Beschichtung	strukturiert (Orangenhaut)	Sehr gut	Sehr gut
Boden E	Standard Epoxidharz-Beschichtung	eingestreut	Sehr schwach	Nicht nachweisbar

Tabelle 3: Übersicht über die einzelnen erzielten relativen Reinigungserfolge verschiedener exemplarischer Beschichtungsmaterialien für Wand und Boden der Firma Sika AG.

Die Abreinigbarkeit noch nasser filmischer Verunreinigungen ist bei fast allen untersuchten Beschichtungssystemen sehr gut bis exzellent. Es konnten meist keine Restkontaminationen mehr auf den einzelnen Prüfoberflächen gefunden werden. Nur bei der Bodenbeschichtung E mit einer extrem rauen Oberflächenbeschaffenheit (Einstreubelag) ist selbst im nassen Zustand nach erfolgter Abreinigung nur ein sehr schwacher Reinigungserfolg der Prüfkontamination feststellbar.

Nach Eintrocknen der Prüfverunreinigung zeigte sich ein anderes Bild: Die Prüfkontamination konnte von Bodenbeschichtung A im eingetrockneten Zustand restlos entfernt werden im Gegensatz zur nassen Prüfkontamination, welche nach Abreinigung in Spuren noch sichtbar war. Bei den sehr glatten selbstverlaufenden Bodenbeschichtungen B und C war keine Verschlechterung der Abreinigbarkeit der eingetrockneten Prüfverunreinigung im Vergleich zur nassen Prüfverunreinigung erkennbar. Fast alle strukturierten Beschichtungssysteme zeigen weitestgehend eine geringere Abreinigbarkeit der eingetrockneten Prüfverunreinigung im Vergleich zur nassen Prüfverunreinigung. Die Struktur in den Wandbeschichtungen wurde durch die Applikationsmethode (Rolle oder Sprühen) verursacht. Die Strukturierung der Bodenbeschichtungen wurde aufgrund erforderlicher Rutschhemmung gezielt in das System eingebracht. Eine Ausnahme bei den strukturierten Oberflächen stellt die thixotrope Bodenbeschichtung D mit einer orangenhautähnlichen Oberfläche dar. Von dieser Bodenbeschichtung mit ihrer besonderen makroskopischen orangenhautähnlichen Oberflächenstruktur konnte selbst eine hartnäckig angetrocknete Prüfverunreinigung sehr gut abgereinigt werden.

4 Diskussion

Die Untersuchungen zeigen, dass eine grobe makroskopische Strukturierung einer Oberfläche direkt mit einer sehr schlechten Abreinigbarkeit einhergeht, sodass glatte Oberflächen für eine ausreichende Reinigbarkeit prinzipiell zu bevorzugen sind. Dies kann jedoch bei Bodensystemen im direkten Konflikt mit einer möglicherweise geforderten Rutschhemmungsklasse zum Personenschutz stehen. Neuartige Systeme mit einer glatten Mikrostruktur, aber einer weich modellierten Makrostruktur (vergleichbar zur Haut einer Orange) können beide Forderungen erfüllen.

Eine ausreichende Einwirkzeit eines wasserbasierten Reinigers (Einwirkzeit) bewirkt ein erneutes Anlösen angetrockneter filmischer Verunreinigungen, sodass diese dann als nasse

Verunreinigung wiederum einfach zu entfernen sind. Insofern muss für einen exzellenten Reinigungserfolg die mindestens erforderliche Einwirkzeit bei einer nasswischenden Reinigung vom Reinigungspersonal eingehalten werden. Dies sollte bei den entsprechenden Schulungsmaßnahmen ausreichend berücksichtigt werden.

Für eine sehr gute Reinigbarkeit scheinen neben einer glatten Oberfläche noch andere Faktoren entscheidend zu sein. Beispielsweise zeigen verschiedene prinzipiell glatte Oberflächen unterschiedliche Mikrostrukturen, welche makroskopisch nicht zu unterscheiden sind. Die Reinigbarkeit wird auch rein von der Materialbasis her aufgrund unterschiedlicher Grenzflächenphänomene, wie Hydrophobizität, Oberflächenenergie, Benetzungsverhalten und Haftkräften verschieden sein. Dies kann auch die Ursache in der besseren Reinigbarkeit eingetrockneter filmischer Rückstände im Vergleich zu nassen Rückständen bei der Probe Boden A sein. Boden A ist eine chemisch hoch beständige Epoxidharzbeschichtung mit einem im Vergleich zu den anderen aufgeführten Epoxidharzsystemen sehr hohen Vernetzungsgrad. Ganz anders als die Abreinigung filmischer Kontaminationen kann sich die Abreinigung von Partikeln verhalten. Während einer Versuchsreihe an visuell glatten Metalloberflächen ergab sich keine Korrelation der partikulären Reinigbarkeit zur gemessenen Oberflächenrauheit (12). In weiteren Untersuchungen werden dazu aktuell am Fraunhofer IPA gezielt Partikelhaftkräfte auf verschiedenen Oberflächen in Zusammenarbeit mit der SIKA AG untersucht.

Die hier vorgestellten vergleichenden Abreinigungsversuche filmischer Kontaminationen werden für Industriekunden am Fraunhofer IPA durchgeführt. Diese Methode zur Bewertung der Reinigbarkeit filmischer Kontaminationen wird im Rahmen des Industrieverbands CSM – reinraumtaugliche Materialien angeboten (<http://www.cleanmanufacturing.fraunhofer.de>). In regelmäßig angebotenen Schulungen, wie dem alljährlichen Reinraum-Workshop am Fraunhofer IPA, wird unter anderem auf diese Thematik gezielt eingegangen.

5 Danksagung

Besonderer Dank gilt Jörg Willmann und der Fima Sika AG als Mitglied im CSM Industrieverbund für die Bereitstellung der Untersuchungsobjekte und für die fachliche Diskussion bei der Erstellung des Manuskripts.

6 Literaturverzeichnis

1. **Keller, Markus.** Reinraumtechnik in der Lebensmittelindustrie – Materialauswahl für hygienische Fertigungsumgebungen am Beispiel Wände, Böden und Fugen. *Der Lebensmittelbrief*. Lampertheim: Lebensmittelinformationsdienst GmbH, 2010. Bd. 21, 11/12, S. 12-17.
2. **Bobbe, U.** *Die Reinigbarkeit technischer Oberflächen im immmergierten System*. Technische Universität München: Lehrstuhl für Maschinen- und Apperatekunde; Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt, 2008.
3. **Keller, Markus.** Hygiene und Schulung. [Buchverf.] Lothar Gail, Udo Gommel und Hans-Peter Hortig. *Reinraumtechnik*. 3.Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer Verlag, 2011.
4. EU-GMP Guide to Good Manufacturing Practice, Annex 1. *Manufacture of sterile medicinal products*. Brussels: European Commission, 2008.
5. **Gommel, U.** *Verfahren zur Bestimmung der Reinraumtauglichkeit von Werkstoffpaarungen*. Universität Stuttgart: Fakultät Maschinenbau, Fraunhofer IPA, 2006.
6. **Grimme R., Ernst C., Vohrer U. & Leupolt B.** Sauberkeitsprüfung und Oberflächenanalytik in der Reinigungstechnik. *MO - Beschichten von Kunststoff und Metall*. 2005, 59/12.
7. **Schmauz G., Grimme R.** Online-Qualitätsüberwachung mit Streiflicht. *Jurnal für Oberflächentechnik*. 2005, 50/3.
8. **VDMA.** Riboflavintest für keimarme oder sterile Verfahrenstechniken. Frankfurt/Main : VDMA - Fachverband Verfahrenstechnische Maschinen und Apparate, 2007.
9. ISO 4628-1. *Beschichtungsstoffe - Beurteilung von Beschichtungsschäden - Bewertung der Menge und der Größe von Schäden und der Intensität von gleichmäßigen Veränderungen im Aussehen - Teil 1: Allgemeine Einführung und Bewertungssystem*. Berlin: Beuth Verlag, 2003.
10. ISO 4628-2. *Beschichtungsstoffe - Beurteilung von Beschichtungsschäden - Bewertung der Menge und der Größe von Schäden und der Intensität von gleichmäßigen Veränderungen im Aussehen - Teil 2: Bewertung des Blasengrades*. Berlin: Beuth Verlag, 2004.
11. VDI 2083 Blatt 17 (Entwurf). *Reinraumtechnik - Reinheitstauglichkeit von Werkstoffen*. Berlin: Beuth Verlag, 2011.
12. **Keller, Markus, et al.** Je glatter desto sauberer? *TechnoPharm*. 1, 2013, Bd. 3, in press.

13. VDI 2083 Blatt 9.1 . *Reinraumtechnik, Reinheitstauglichkeit und Oberflächenreinheit*. Berlin: Beuth Verlag, 2006.
14. VDI 2083 Blatt 17 Entwurf. *Reinraumtechnik, Reinheitstauglichkeit von Werkstoffen*. Berlin: Beuth Verlag, 2011.
15. ISO 14644-9. *Cleanrooms and associated controlled environments - Part 9. Classification of surface cleanliness by particle concentration*. Berlin: Beuth Verlag, 2012.
16. ISO 12103-1. *Road vehicles - Test dust for filter evaluation - Part 1: Arizona test dust*. Berlin: Beuth Verlag, 1997.
17. ISO 4287. *Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface texture: Profile method - Terms, definitions and surface texture parameters*. Berlin: Beuth Verlag, 2010.
18. **Keller, Markus und Waldner, Alina**. Wie gut lässt sich eine Oberfläche reinigen? *Der Lebensmittelbrief*. 2011, Bd. 22, 9/10, S. 53-58.