



■ Abb. 1: Die Lebensmittelsicherheit erfordert wirksame Reinigungsmaßnahmen. Dank überwiegend organischer Bestandteile in Lebensmitteln eignet sich die TOC-Bestimmung im letzten Spülwasser zur Prüfung und Dokumentation des Reinigungserfolgs.

Nicht nur sauber, sondern rein!

Reinigungsvalidierung für Produktionsanlagen von Lebensmitteln

Die Überprüfung der Sicherheit und der Qualität von Lebensmitteln ist vielen Unternehmen der Lebensmittelbranche ein wichtiges Anliegen. Dabei ist die instrumentelle Analytik ein unverzichtbares Werkzeug geworden. Der Artikel zeigt, wie der Summenparameter TOC (total organic carbon) hilfreich und aussagekräftig bei der Sicherung der Reinigungsmaßnahmen von Anlagen zur Herstellung von Lebensmitteln eingesetzt werden kann.

Für die industrielle Herstellung verpackter Lebensmittel werden unterschiedlichste Anlagen, Maschinen, Kessel, Tanks oder ähnliches Equipment verwendet. Hierin werden die Lebensmittel zumeist chargenweise nach unterschiedlichsten Rezepturen zubereitet. Ist das Produkt fertiggestellt, wird es abgefüllt, verpackt und schlussendlich zum Verzehr in den Handel gebracht.

Bevor die nächste Charge oder etwa ein anderes Produkt in den Anlagen hergestellt wird, müssen das verwendete Herstellerequipment und die Gerätschaften gereinigt werden. Hierfür werden reproduzierbare Reinigungspläne festgelegt. Sie enthalten verschiedene Reinigungspara-

meter, wie Reinigungsmittel, Einwirkzeiten, Spülzyklen, Wassertemperaturen und -drucke und vieles mehr. Solche Vorgehensweisen bezeichnet man als Reinigungsvalidierung. Um die Wirksamkeit der Reinigung belegen zu können, eignen sich chemisch-analytische Nachweise im Labor.

Die Reinigungsvalidierung hat ihren Ursprung in der pharmazeutischen Industrie und wird überall dort sinnvoll eingesetzt, wo in einer Produktionsanlage verschiedene Produkte oder unterschiedliche Chargen hergestellt werden, etwa bei der Herstellung von Lebensmitteln, Kosmetika, Reinigungs- oder Pflanzenschutzmitteln. Die analytische Dokumentation der Reinigung ist nicht nur für die



© Shimadzu

■ Sascha Hupach,
Shimadzu Deutschland

Eigenüberwachung wertvoll, Qualitätsstandards wie der „IFS Food“ für Eigenmarkenhersteller fordern sogar die Durchführung geeigneter Verfahren zur Überprüfung der Reinigungsmaßnahmen.

Der Summenparameter TOC

Da nahezu alle Lebensmittel aus organischen Bestandteilen bestehen, eignet sich der Summenparameter TOC in besonderem Maße dazu, das erreichte Reinigungsziel produktübergreifend zu dokumentieren. Der TOC gibt in einem Analysenwert den gesamten Kohlenstoff an,

der aus organischen Verbindungen stammt. Neben den organischen Bestandteilen der Lebensmittel werden zudem Bestandteile aus Reinigungsmitteln, wie etwa Tenside, erfasst. Ein weiterer großer Vorteil der TOC-Analyse: Sie ist einfach, robust und schnell.

Die TOC-Analyse

Zur Analyse dient das letzte Spülwasser (Final Rinse). Da Anlagenteile im Lebensmittelbereich durchweg mit Trinkwasser gespült werden, enthält die Probe erwartungsgemäß einen weitaus höheren Anteil an anorganischen Kohlenstoffverbindungen, wie Carbonaten und Hydrogencarbonaten, als an organischen Bestandteilen.

Bei der meistverwendeten Bestimmungsmethode wird eine Teilprobe des Spülwassers mit einer Mineralsäure (1 M Salzsäure) versetzt. Nach dem Ansäuern werden die anorganischen Kohlenstoffverbindungen zu Kohlenstoffdioxid umgesetzt und mit einem Spülgas ausgetrieben. Anschließend wird ein Aliquot der vorbereiteten Probe auf einen heißen Katalysator gegeben. Dabei werden die organischen Substanzen zu Kohlendioxid oxidiert. Ein Trägergas transportiert das CO₂ zu einem NDIR-Detektor, der die Menge des entstandenen Kohlenstoffdioxids erfasst. Von der Injektion der vorbereiteten Probe bis zum TOC-Ergebnis dauert es etwa drei Minuten, sodass eine Doppelbestimmung unter zehn Minuten benötigt. So kann man nach Erhalt des Ergebnisses schnell wieder mit der Produktion beginnen.

Moderne Analysatoren wie der TOC-L von Shimadzu arbeiten die gesamte Analyse, von der Probenvorbereitung (Ansäuern und Ausgasen) bis zum Ergebnis, automatisch ab. Die Systeme arbeiten mit einem hocheffektiven Platinkatalysator bei einer Verbrennungstemperatur von 680 °C. Eine automatische Verdünnungsfunktion erlaubt sogar die Verdünnung der Proben bei Messbereichsüberschreitungen. Zudem kann die Verdünnungsfunktion genutzt werden, um eine Mehrpunktkalibrierung aus einer Stammlösung zu erstellen.

Die Analyse des letzten Spülwassers dient der indirekten Betrachtung des Reinigungserfol-



■ **Abb. 2:** Moderne Analysatoren wie der TOC-L mit Autosampler von Shimadzu arbeiten die gesamte Analyse automatisch ab: von der Probenvorbereitung (Ansäuern und Ausgasen) bis zum Ergebnis.

ges: Aufgrund enthaltener organischer Substanzen im Spülwasser werden Rückschlüsse auf die Reinheit der gesamten Anlage gezogen. Eine weitere Betrachtungsmöglichkeit ist die direkte Probennahme. Hierbei werden definierte exakt abgemessene Flächen mit einem geeigneten Reinigungstuch (Swab) sorgfältig abgewischt. Anschließend wird der Swab in Wasser eluiert. Das Eluat wird auf den TOC untersucht und gibt eine direkte Aussage über die Beschaffenheit der gereinigten Oberfläche. Die Angabe des Ergebnisses erfolgt bei der Swab-Analyse zumeist in mg/cm². Neben bestimmten Flächen können auch schwer zu reinigende Bauteile, wie Rotoren, Abläufe oder Ähnliches, untersucht werden.

Sowohl die Analyse des Final Rinse als auch die Swab-Methode haben ihre jeweiligen Vorteile: Die Analyse des letzten Spülwassers ermöglicht einen Blick auf die gesamte Anlage bzw. auf große Anlagenteile. Die Gewinnung der Probe ist schnell und einfach und ohne weitere Vorbereitung analysierbar.

Die Swab-Methode ist etwas aufwendiger, denn nachdem die Oberfläche eines Bauteils durch unterschiedliche Wischtechniken gereinigt wurde, muss der Swab eluiert werden. Dafür beschreibt das Ergebnis einer Swab-Analyse den exakten Zustand eines einzelnen Bauteils oder einer definierten Oberfläche. Zudem ist das Elutionsvolumen in der Regel geringer als das Volumen einer gesamten Spülung. So lassen sich bei der Swab-Methode geringere Nachweisgrenzen erzielen als bei der

Untersuchung des Final Rinse. In der Praxis empfiehlt es sich, eine Mischung beider Verfahren einzusetzen, um eine Produktionsanlage zu prüfen. Die Reinigung erfolgt jeweils bis zur Einhaltung von bestimmten festgesetzten Grenzwerten. Diese liegen zumeist in dem Konzentrationsbereich des eingesetzten Spülwassers.

Fazit

Die Bestimmung des TOC, etwa im Spülwasser nach einer Anlagenreinigung, eignet sich hervorragend für die Kontrolle der Reinigung und ist ein bewährtes Verfahren aus der Pharmaindustrie, das in immer mehr Branchen erfolgreich eingesetzt wird. Moderne Analysatoren wie der TOC-L von Shimadzu automatisieren die Analyse weitestgehend, sodass die Ergebnisse schnell vorliegen. Das spart kostbare Produktionszeit.

Autor: Sascha Hupach,
TOC-Spezialist,
Shimadzu Deutschland

Kontakt:
Shimadzu Deutschland GmbH
Duisburg
Sascha Hupach
Tel.: +49 203/7687-0
info@shimadzu.de
www.shimadzu.de


IPS Intelligent Video Software

Food Defense:
Schutz vor Terrorismus,
Sabotage und Diebstahl.

Videosicherheit ist intelligente
Videoüberwachung mit IPS-Faktor.