

30 Reinstwasser für die Ionenchromatographie



Die Sigma-Aldrich Schweiz in Buchs liegt in einer landschaftlich äusserst attraktiven Gegend.

Wasseraufbereitung bei Sigma-Aldrich

Die Schweiz ist bekannt für nahezu unbegrenzte Ressourcen an qualitativ hochwertigem Quellwasser. Dies ist aber nicht der Hauptgrund dafür, dass Wasser bei der Sigma-Aldrich Schweiz¹ in Buchs eine wichtige Rolle spielt. Die traditionelle Klassierung der Wasserqualität nach Normen wie ASTM, ISO, CAP/NCCLS oder USP wird heutzutage den immer anspruchsvoller werdenden Applikationen nicht mehr gerecht. Neue Analysetechniken gepaart mit immer höheren Empfindlichkeiten verlangen eine verbesserte Wasserqualität. In der Gradienten-HPLC und in der HPLC-MS zeichnet sich beispielsweise ein geeignetes Wasser unter anderem durch tiefe TOC-Werte (Total Organic Carbon) aus. Bei anderen Anwendungen, beispielsweise in der Ionenchromatographie, entscheiden die ionischen Verunreinigungen über Präzision und Verlässlichkeit der Analyse. Unter Berücksichtigung dieser vielfältigen Ansprüche produziert Sigma-Aldrich verschiedene Wasserqualitäten, wobei jedes einzelne Produkt für eine spezifische Anwendung massgeschneidert ist. Die erfolgreiche Produktion und Distribution von hochreinen Wässern erfordert fundiertes Know-how und hoch entwickelte Anlagen.

Die folgenden Ausführungen sollen verdeutlichen, dass Reinstwasser nicht einfach nur H₂O ist, sondern vielmehr ein High-tech-Produkt für spezifische Applikationen.

Herausforderungen der Wasseraufbereitung

Das heutige Marktangebot umfasst eine Vielzahl von kompakten Wasseraufbereitungsanlagen, die neben Vorteilen auch einige gewichtige Nachteile aufweisen. So kann mit einem einzigen Gerät nur eine bestimmte Wasserqualität in beschränkten Mengen produziert werden, was für viele analytische Labors ungenügend ist, da sie verschiedenste Analysetechniken anwenden und deshalb mehrere verschiedene Wasseraufbereitungsanlagen betreiben müssten. Dies kommt aber in den meisten Fällen aus Kostengründen kaum in Frage. Zudem liefert eine Wasseraufbereitungsanlage dem Benutzer oft nur wenige auf einen Blick ablesbare Qualitätsmerkmale, zum Beispiel Leitfähigkeit und eventuell TOC-Wert, das heisst Summenparameter, welche für die Anwendung wenig relevant sein können. Sogar wenn eine Anlage unter GMP qualifiziert wurde, widerspiegelt dies immer nur deren Zustand zu einem gegebenen Zeitpunkt (Tag der Qualifizierung) und gibt dem Benutzer keine Garantie für zukünftige Wasserentnahmen. Wasser aus solchen Aufbereitungsgeräten verfügt nur über eine sehr limitierte oder unzureichende Dokumentation, was sich gerade in einem regulierten Umfeld (GMP, ISO 17025, etc.) als Nachteil erweist.

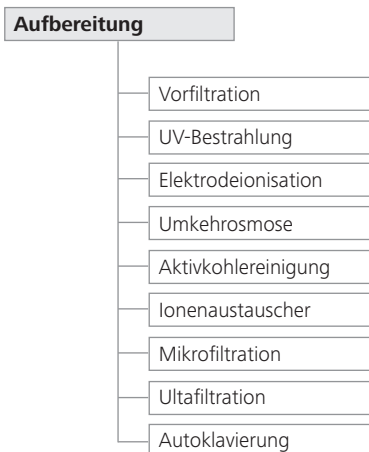
¹ Sigma-Aldrich Corporation ist weltweit einer der grössten Hersteller und Anbieter von Chemikalien für den Forschungs- und Analytikbereich. Der Konzern-Hauptsitz befindet sich in St. Louis, USA. Aldrich, Fluka, SAFC, Sigma, Sigma-Aldrich und Supelco sind die Marken, unter welchen die Sigma-Aldrich-Produkte vertrieben werden, wobei Fluka für qualitativ hochstehende Standards und Reagenzien für die Analytik steht.



Reinstwasser-Produktionsanlage bei Sigma-Aldrich in Buchs.

Die Reinstwasserproduktion im Grossmassstab ist ein komplexer Prozess, der die Berücksichtigung vieler Faktoren erfordert. Bei Sigma-Aldrich in Buchs werden die besten kommerziell erhältlichen Aufbereitungssysteme modular kombiniert und damit in einem mehrstufigen Prozess die erforderlichen Wasserqualitäten produziert. Die verschiedenen Stufen sind deshalb erforderlich, weil jedes Modul kleinste Mengen an störenden Verunreinigungen freisetzt. Ein Ionenaustauscherharz zum Beispiel vermag Ionen sehr effizient abzutrennen, gibt aber gleichzeitig Partikel und organische Stoffe an das Wasser ab. Die Reihenfolge der aufeinanderfolgenden Reinigungsschritte ist folglich von zentraler Bedeutung.

Die Qualität des Speisewasser ist natürlich für die Wasseraufbereitung enorm wichtig, denn die Qualität des Endprodukts ist immer auch direkt von der Speisewasserqualität abhängig. Gerade organische Verunreinigungen können teilweise nur durch wiederholte Reinigungsschritte bis in den sehr tiefen ppb-Bereich entfernt werden. Der Quellwasserfassung in den lokalen Bergen bei Buchs wurde deshalb besondere Aufmerksamkeit geschenkt und erst nach umfassenden Analysen verschiedener Quellen eine direkte Zuleitung von der besten Quelle zu den Aufbereitungsanlagen gelegt.



Bei der Herstellung von Reinstwässern kommen je nach Verwendungszweck unterschiedliche Verfahren zum Einsatz.

Das Quellwasser durchläuft bis zum Erreichen der Basisqualität zunächst zahlreiche Reinigungsstufen: Grob- und Fein-Vorfiltration, Umkehrosmose, Elektrodeionisation (EDI), UV-Bestrahlung, Aktivkohlefiltration, mehrere Ionentauscher und Mikrofiltration durch ein 0.2-µm-Filter. Diese Basisqualität erfüllt bereits die höchsten Anforderungen nach ASTM Typ I, CAP/NCCLS Typ I und USP 27. Für den Einsatz im Ultraspurenbereich, für anspruchsvolle chromatographische Anwendungen (HPLC und IC) oder andere Applikationen muss die Qualität dieses Wassers aber noch weiter durch Nachbehandlung verbessert werden, was in so genannten «Polishing Units» geschieht.

Von der Produktion zum Endverbraucher

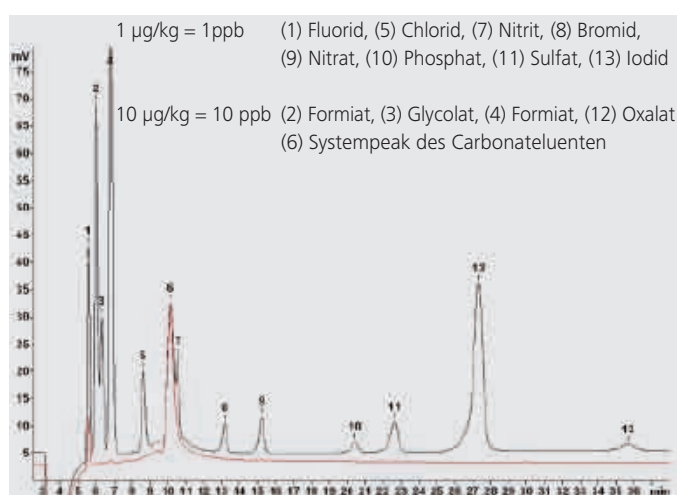
In der Regel wird Reinstwasser nicht am Produktionsort gebraucht, sondern muss zum Anwender transportiert werden. Die Wahl eines geeigneten Gebindes ist deshalb genauso bedeutend wie die Produktion des Wassers selbst.

Für Wasser mit einem Reinheitsgrad im ppb- und ppt-Bereich gibt es aber kein perfektes Behältermaterial, denn immer gelangen kleinste Spuren davon ins Wasser. Glas ist für die Ultraspurenanalytik ebenso ungeeignet wie HDPE für LC-MS-Wasser. Selbst perfluorierte Kunststoffe wie PFA oder FEP sind nicht immer die optimale Lösung –

vom hohen Preis ganz abgesehen. Die bei Sigma-Aldrich produzierten Wasserqualitäten werden entsprechend ihren individuellen Anforderungen in Gebinde aus HDPE, Glas der Hydrolyseklassen I und II, FEP oder PFA abgefüllt, welche teilweise aufwendig vorgereinigt werden. Die Abfüllung erfolgt teilweise in Laminar-flow-Boxen – wenn nötig sogar unter Schutzgas.

Wasser für die Ionenchromatographie stellt ebenfalls spezifische Anforderungen an Produktion und Gebinde. Die Minimierung der ionischen Kontaminanten steht hier im Vordergrund, wobei auch die potentielle Kontamination durch Organika (Acetat, Formiat, Glycolat, etc.) beachtet werden muss. In aufwendigen Material- und Lagerstabilitätsstudien konnte ein geeignetes HDPE-Gefäß ermittelt werden.

Die hervorragende Lagerstabilität von Reinstwasser für die Ionenchromatographie in der HDPE-Flasche kann durch Aufnahme eines Ionenchromatogramms nach viermonatiger Lagerung gezeigt werden (rotes Ionenchromatogramm). In schwarzer Farbe wird das Ionenchromatogramm einer Standardlösung bestehend aus anionischen und organischen Ionen in den jeweils angegebenen Konzentrationen gemäss Spezifikation gezeigt.



Hervorragende Lagerstabilität von Reinstwasser in der HDPE-Flasche: Dieses Ionenchromatogramm zeigt, dass die Verunreinigungen in Reinstwasser für die Ionenchromatographie von Sigma-Aldrich auch nach vier Monaten Lagerung (rotes Chromatogramm) noch weit unterhalb der Spezifikationsgrenzen liegen (schwarzes Chromatogramm; Spezifikationsgrenzen gemäss Auflistung).



Optimiertes HDPE-Gebinde mit einem Fassungsvermögen von 2.5 oder 5 Litern zur Aufbewahrung von Reinstwasser für anspruchsvolle IC-Applikationen. Das von Sigma-Aldrich produzierte Reinstwasser wird unter dem Handelsnamen Fluka vertrieben.



Massgeschneidertes Wasser für analytische Applikationen

Das Reinstwasser wird nach der Produktion und Abfüllung genau in der Lieferform geprüft, wie sie der Anwender bekommt, nämlich abgefüllt im Gebinde. Je nach seinem Verwendungszweck und den dafür vorgesehenen Spezifikationen durchläuft dieses Reinstwasser eine vordefinierte Kombination von Analysen. Für jede Wasserqualität gibt es somit ein individuelles Analysen- und Kontrollprogramm. An mehreren Zeitpunkten innerhalb einer Produktions-Charge werden die spezifizierten Analysenparameter im Originalgebinde bestimmt.

Das Reinstwasser für die IC (Fluka-Produktnummer 00612; www.sigmaaldrich.com) eignet sich auch hervorragend für die Spurenanalytik. Die wichtigsten Anionen (Br, Cl, F, I, NO₃, NO₂, PO₄, SO₄), Kationen (Al, Ba, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, NH₄, Ni, Pb, Sr, Zn) und organischen Verbindungen, die in der IC bestimmt werden, sind im tiefen ppb-Bereich spezifiziert. Das Chromatogramm zeigt anschaulich, dass die Anionenkonzentrationen des Sigma-Aldrich-Wassers für die IC sehr weit unterhalb der Spezifikationen und dadurch auf der sicheren Seite liegen.

Mit Eluenten, die mit speziell für die IC aufbereitetem Wasser hergestellt werden, erreichen IC-Anwender die maximale Leistungsfähigkeit ihres Ionenchromatographen. Auf zertifizierte Eluenten ist Verlass; treten bei Ihren IC-Analysen Störungen auf, so können Kontaminationen durch den Eluenten ausgeschlossen werden.

Spezifikation

Metallspuren
Anionenspuren
HPLC-Gradiententest
LC-MS-Test
Organische Spuren
Fluoreszenztest
Lumineszenztest
UV-Absorption
Partikelmessung
Nichtflüchtige Rückstände
Endotoxintest
DNase/RNase
Phosphatase
Protease
Mykoplasma

Die unterschiedlichen Wasserqualitäten werden entsprechend ihrem Verwendungszweck einer spezifischen Kombination von Tests unterworfen.