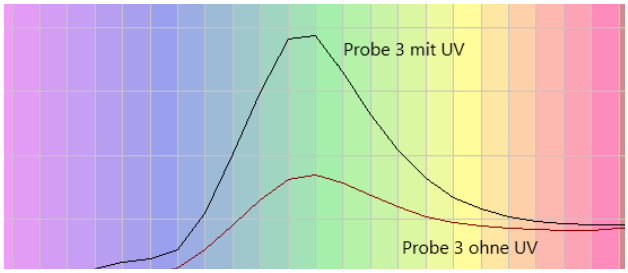
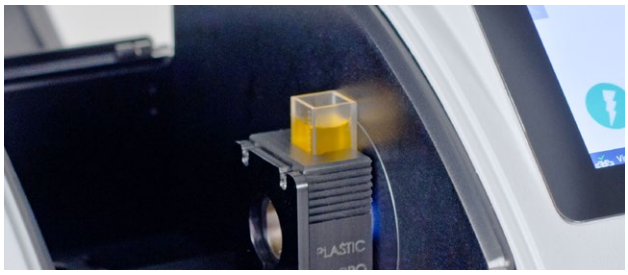
HUNTERLAB NEWS
Methoden zur Qualitätssicherung in Labor & Produktion.
The world's true measure of color
HunterLab

APHA, Gardner und Lovibond® Farbzahlbestimmung an nahezu farblosen Flüssigkeiten S.4



UV-Quantifizierung von Klebstoffen am stationären Laborgerät S.8



EP Farbzahlbestimmung an Kleinstmengen nach Ph.Eur. 2.2.2 S.10

Compliancegerechtes Arbeiten in Labor und Produktion S.13

Farbmessung an Granulaten

Qualität sichern, Produktivität erhöhen

Bei der Herstellung verschiedener Granulate wird das Produkt zur Gewährleistung des richtigen Farbtons während des Verarbeitungsprozesses mit einem Spektralphotometer analysiert. Eine Veränderung der Farbe des Endproduktes soll im Prozess frühzeitig erkannt werden, um noch rechtzeitig eingreifen und das Produkt „retten" zu können. Außerdem soll die Produktion durch diese Qualitätskontrolle nicht gestört oder aufgehalten werden.

Hierbei helfen spezielle Messtechniken um während der Produktion zuverlässige Kontrollen bei einfacher Handhabung durchzuführen. Mit dem HunterLab Aeros kann man die Farbe an Granulat exakt bestimmen. Da diese berührungslose Messmethode sehr anwenderfreundlich ist und die Messergebnisse mit hoher Wiederholgenauigkeit reproduzierbar sind, wird dieses Gerät generell von HunterLab für die Messung von Granulat und Pellets empfohlen. Besondere Eigenschaften des HunterLab Aeros sind dabei:

Berührungslose Messung von oben

In der Verarbeitung haben einige Produkte die Form von Pellets, Granulat oder Chips, sind also kein flächiger Festkörper. Deshalb wird das Produkt zur Farbmessung in eine Schale gefüllt und die Oberfläche der Partikel als Ganzes betrachtet. Die Messung erfolgt berührungslos von oben. Durch die

automatische Höhenanpassung wird der perfekte Abstand der Probe zum Sensor hergestellt.

Einfache Handhabung

In einer Studie (siehe Seite 3) hat sich gezeigt, dass die einfachste Probenaufbereitung, nämlich das simple Befüllen einer Schale ohne randbündiges Abstreifen oder Rütteln, die exaktesten Ergebnisse mit der höchsten Wiederholgenauigkeit liefert. Durch

Einfache Granulat-Messung mit dem HunterLab Aeros.

eine ausreichende Schichtdicke der Probe in der Schale hat die Farbe des Schalenbodens auch bei transluzenten Proben nachweislich keinen Einfluss auf das Messergebnis.

Große Messfläche durch viele Messungen

Granulate sind in Größe und Form unregelmäßig. Einzelne Messungen kleiner Oberflächen würden deshalb stark voneinander abweichen. Das Aeros bildet in 5 Sekunden den Mittelwert aus 35 Messungen während sich die Schale unter dem Sensor hindurch dreht. Dabei wird der Sensor exzentrisch und damit der Messfleck randnah positioniert. Somit betrachtet man insgesamt eine Oberfläche von bis zu 177,25 cm^2. Ein Abgleich mit Zwischenmessungen ohne Messblitz garantiert, dass die Messung gegenüber dem vorhandenen Umgebungslicht unempfindlich ist.

Empfohlene Einstellungen:
Aus einer Vielzahl an optionalen Farbskalen und Indizes hat sich bei der Messung von Granulat folgende Auswahl bewährt:

- Farbskala: CIE L*a*b* für die vollständige Farbbeschreibung
- Farbindex: YI E313 (Gelbgrad)
- Differenzen: ΔE* oder ΔE*2000
- Lichtart/Beobachterfunktion: D65/10

(Hinweis: Will man die Farbe an verschiedenen Standorten abstimmen, sollten unbedingt Geräte des gleichen Modells verwendet werden.)

Der Gelbgradindex E313

Speziell bei transluzenten Granulaten gibt der Gelbgrad YI E313 sehr gut Aufschluss über den richtigen Verlauf des Produktionsprozesses. Ein Gelbstich bzw. eine Vergilbung des Endproduktes soll im Prozess vermieden werden. Dieser Farbindex YI E313 wurde durch die ASTM für Papier, Farbe und Kunststoff festgelegt und dient der Angabe, wie weit die Farbe einer Probe von einem idealen Weiß oder idealer Farblosigkeit abweicht. Ein höherer Wert des Gelbgrades bedeutet eine stärkere Vergilbung der Probe.

Fluoreszenz
Liegt bei den Proben Fluoreszenz vor und soll dieser Anteil bestimmt werden, empfiehlt es sich, das Gerät Agera (siehe oben) mit einer Küvette/Petrischale im Port-Up Modus zu verwenden. Hier kann der UV-Anteil der Lichtquelle im Gerät aus- oder eingeschaltet und passend kalibriert werden.

Studie zur Genauigkeit der Messwerte mit dem Aeros

In der Probenmessung herrschte lange Uneinigkeit, wie man die Proben aufbereitet, damit die Messungen möglichst stabil und wiederholbar sind. Als mögliche Techniken wurden bisher favorisiert:

- Das Material einfach in die Schale schütten oder mit der Schale schöpfen.
- Eine Schale bis zum Rand füllen und mit dem Lineal randbündig abstreifen.
- Eine Schale befüllen und einige Sekunden auf eine Rüttelplatte stellen.

Entgegen der intuitiven Vermutung, dass Abstreifen oder Rütteln der Probe zu besseren Ergebnissen führt, stellte sich heraus, dass das einfache Befüllen ohne weitere Maßnahmen die stabilsten Ergebnisse liefert: Bei der Untersuchung wurden aus je 5 Messungen Mittelwerte gebildet, die zum Schluss wieder gemittelt wurden, um einen guten statistischen Mittelwert aus 25 Messungen zum Vergleich zu haben.

ID	L*	a*	b*	dE*	dE2000	YI 313
Mittelwert aus allen 25 Messungen	**75,36**	**-0,98**	**-1,17**			**-3,70**
Standardabweichung der Mittelwerte	0,06	0,01	0,02	0,04	0,01	0,07
Strecke der Mittelwerte	0,19	0,02	0,06	0,10	0,05	0,16
Mittelwert aus 5 Messungen	75,34	-0,99	-1,20			-3,77
Standardabweichung	0,19	0,00	0,05	0,10	0,04	0,12
Mittelwert aus 5 Messungen	75,46	-0,99	-1,15			-3,65
Standardabweichung	0,24	0,01	0,03	0,15	0,05	0,07
Mittelwert aus 5 Messungen	75,27	-0,99	-1,21			-3,79
Standardabweichung	0,25	0,01	0,03	0,15	0,06	0,08
Mittelwert aus 5 Messungen	75,36	-0,97	-1,15			-3,63
Standardabweichung	0,04	0,01	0,03	0,15	0,06	0,08
Mittelwert aus 5 Messungen	75,35	-0,97	-1,16			-3,66
Standardabweichung	0,16	0,00	0,02	0,10	0,04	0,04
Maximum Standardabweichung	0,25	0,01	0,05	0,15	0,06	0,12

Tabelle: Messung von transluzentem Granulat bei einfacher Befüllung der Schale

In der Tabelle kann man erkennen, dass die Einzelmessungen eine maximale Standardabweichung von ΔE* = 0,15 bzw. ΔE 2000 = 0,06 von dem Mittelwert aus 5 Messungen haben. Da man erst ca. bei ΔE* = 1 von einer sichtbaren Abweichung spricht, sind diese Werte extrem gut. Auch die maximale Standardabweichung für den Gelbgrad YI E313 ist mit 0,12 sehr gering. Der Wert YI E313 = -3,70, der sich aus der großen Stichprobenmenge von 25 Messungen ergibt, wird von jeder Einzelmessung also sehr gut erreicht.

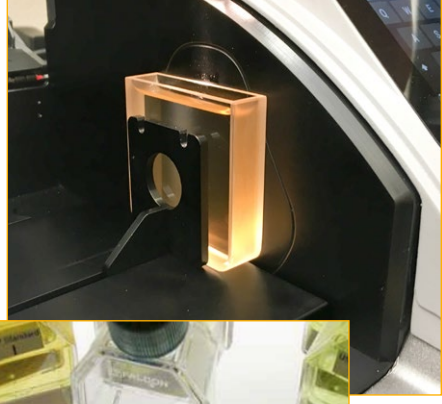
Ergebnis:
Das einfache Befüllen einer Schale mit dem Granulat, das während der Produktion schnell und sicher durchgeführt werden kann, führt durch die Mittelwertbildung über eine große Messfläche zu überaus wiederholbaren und exakten Ergebnissen bei der Bestimmung der Farbwerte, insbesondere auch des Gelbgrades YI E313 bei transluzenten Proben. Da die Höheneinstellung des Sensors und die Mittelwertbildung automatisiert erfolgen, muss das Bedienpersonal nicht weiter geschult werden. Daher ist das HunterLab Aeros sehr gut geeignet, um die Qualitätskontrolle von Granulat während des Produktionsprozesses einfach und zuverlässig zu gewährleisten.

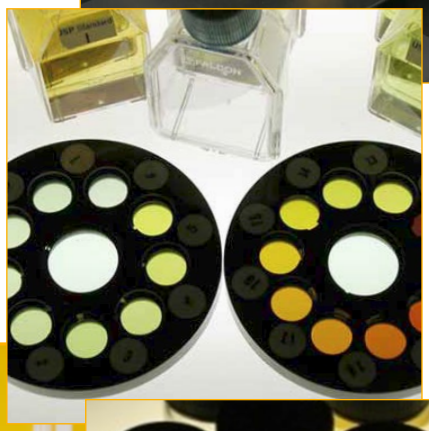
hunterlab.de/aeros

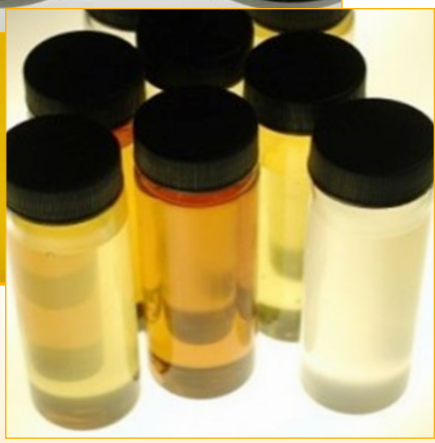
Instrumentelle Messmethoden von nahezu farblosen Flüssigkeiten:

APHA, Gardner, Lovibond®

Schon im 19. Jahrhundert wurde mit physischen Vergleichsstandards gearbeitet, um bei nahezu farblosen Flüssigkeiten den Grad einer schwachen, meist gelblichen Einfärbung zu bestimmen. Hierzu standen Vergleichslösungen oder eingefärbte Gläser zur Verfügung. Die üblichen optischen Vergleichsstandards stammen aus unterschiedlichen Anwendungsbereichen und wurden auf verschiedenen Grundlagen entwickelt:







Die APHA/Pt-Co oder Hazen-Farbzahl: Im 19. Jahrhundert verglich man bereits verunreinigtes Wasser und Öle mit spezifizierten Verdünnungen einer Platin-Kobalt (Pt-Co) Standardlösung. 1892 definierte Allen Hazen diese Farbskala für die amerikanische Gesundheitsorganisation, American Public Health Association (APHA). Diese Skala ist daher unter drei verschiedenen Namen bekannt: APHA-, Pt-Co oder Hazen-Farbzahl. Sie reicht von Null für destilliertes Wasser bis 500 für ein dunkles Bernsteingelb das stark verunreinigtem Abwasser entspricht und wird im Folgenden einfach als APHA Farbzahl bezeichnet. Eine detaillierte Beschreibung der Lösungsherstellung ist in ASTM D1209 beschrieben. Diese Farbzahl wird bevorzugt in den Bereichen Chemie, Öl, Kunststoffe und Pharmazie angewendet.

Die Lovibond® RYBN-Farbzahl: Die Lovibond®-Skala basiert auf 84 kalibrierten Farbstandards aus Glas mit unterschiedlicher optischer Dichte der Farben Magenta (Rot), Gelb, Blau und Neutral mit unterschiedlicher optischer Dichte, abgestuft von entsättigt bis voll gesättigt. Die drei Primärfarben und die Neutralfilter werden solange miteinander kombiniert, bis sie mit der Farbe der Probe übereinstimmen; das Ergebnis ist ein Satz Gläser (RYBN-Einheiten), welche die Farbe der Probe definieren. Diese Methode ist z. B. in der ISO 15305 festgelegt. Einsatzgebiete sind hauptsächlich die Farbmessung von Ölen und Fetten, Chemikalien, pharmazeutischen Produkten und Sirups. Die Lovibond Farbzahl ist genormt auf die Schichtdicken 1 in = 25,4 mm und 5,25 in = 133 mm. Bei den üblichen Anwendungen werden meist nur die beiden Werte Lov-R und Lov-Y untersucht. Auch hier entspricht der Nullwert aller Parameter einer vollständig farblosen Probe

Die Gardner-Farbzahl: Diese Farbzahl hat nur 18 Einheiten und wurde 1920 entwickelt, um ursprünglich die Farbe von Ölen, Lacken, Lösungen, Fettsäuren und Harzen zu beschreiben. Solche Flüssigkeiten haben in ihrer Rohform meist eine mäßig gesättigte grünliche oder rot-gelbe Farbe und werden im weiteren Verarbeitungsprozess immer farbloser. Die hellgelben Gardner-Farbzahlen (1 bis 8) basieren auf einer Kaliumhexachloroplatinatlösung, die Zahlen 9 bis 18 auf einer Lösung von Eisenchlorid, Cobaltchlorid und Salzsäure und werden in ASTM D1544/ DIN 4630 erläutert. Der Gardner null (0) Standard entspricht für wasserbasierte Produkte destilliertem Wasser.

Instrumentelle Messung

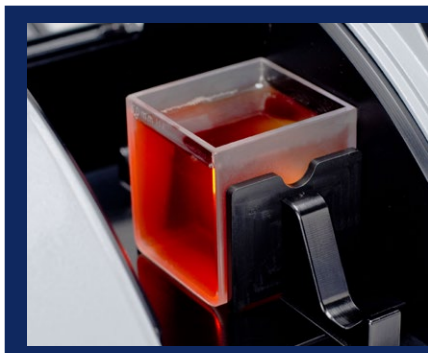
Die Methode des optischen Vergleichs mit physischen Standards hat allerdings zwei inhärente Schwachstellen – eine ist die Schwankung der Farbstandards je nach Auflage oder Alter, die andere sind die Variablen beim menschlichen Beobachter. Um diese Schwachstellen auszuschließen, gibt es instrumentelle Messmethoden zur Bestimmung der Farbzahl. Hierzu hat z.B. die ASTM international die Zuordnungen der visuellen Standards zu den am Gerät gemessenen Farbwerten jeweils eindeutig festgelegt. Prinzipiell werden alle drei Farbzahlen in Küvetten oder ISO Vials in totaler Transmission (TTRAN) gemessen, da es sich um flüssige durchsichtige Proben handelt. Halbfeste Stoffe, wie Wachse oder Vaseline werden in geschmolzenem Zustand untersucht.

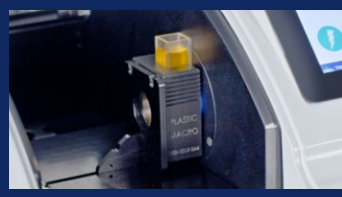
Das passende Gerät

Für die Messung der genannten Farbzahlen eignet sich das Farbmessgerät Vista ideal. Dabei handelt es sich um ein Zweistrahl Spektralphotometer mit diffus/0°-Messgeometrie, mit dem flüssige Proben (bei Bedarf auch transparente feste Proben) bei einfacher Handhabung in Transmission gemessen werden können. Mit diesem Gerät lassen sich Proben mit allen Schichtdicken von 10 mm bis 50 mm untersuchen. Die Auswahl der Farbzahl, zusammen mit der untersuchten Schichtdicke, wird als Index bezeichnet. Nach der Messung können die Farbwerte der Probe und verschiedene Farbskalen und -indizes, insbesondere aber die APHA-, Gardner und Lovibond®-Indizes abgelesen werden.

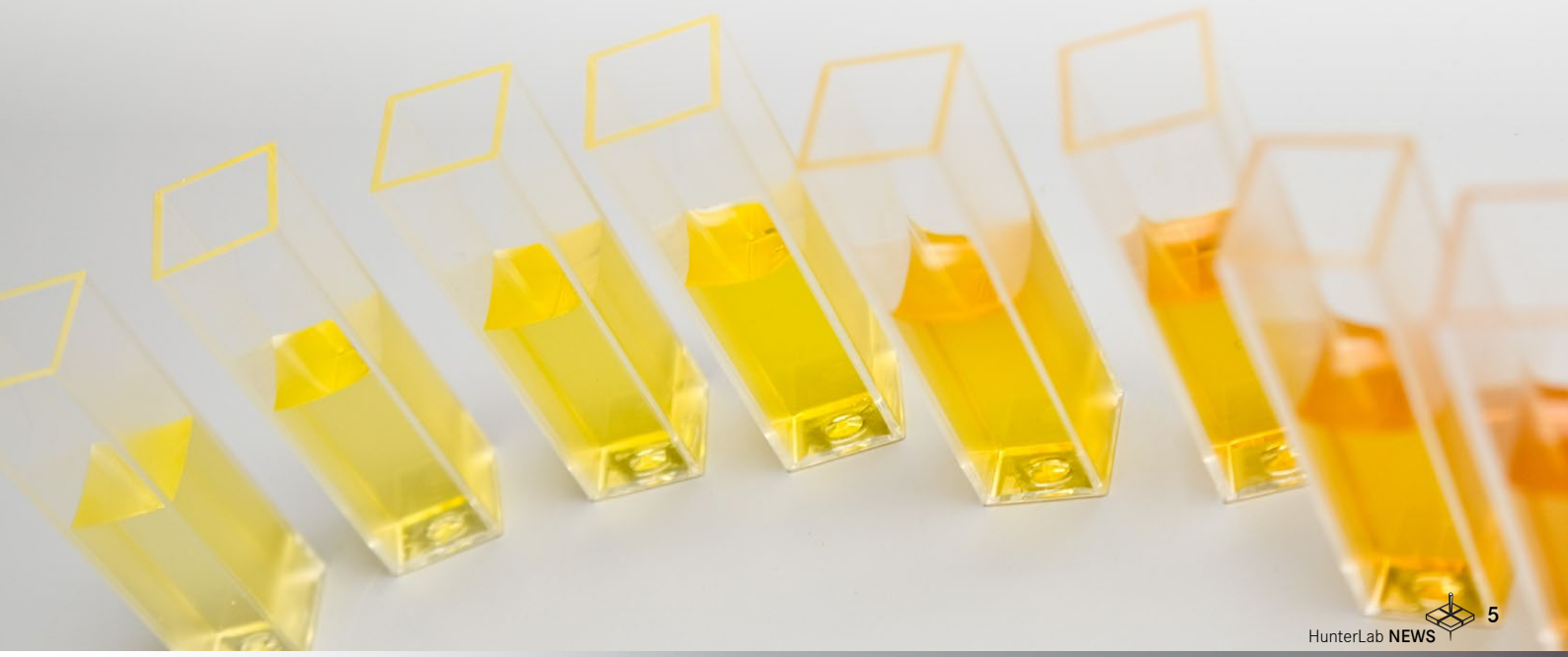
Auswahl der Küvette

Je nach Farbzahl stehen unterschiedliche Indizes für Küvetten, ISO Vials, Mikroküvetten und Ultramikroküvetten mit Schichtdicken von 10 mm bis 50 mm zur Verfügung. Somit können Proben in verschiedenen einfachen oder auch säure- oder temperaturbeständigen Küvetten aus Kunststoff oder Glas, mit den passenden Küvettenhaltern zuverlässig gemessen werden. Das Vista bietet die besondere Option, den Ausgabewert für eine andere als die gemessene Schichtdicke zu berechnen um damit Werte entsprechend der Normen von ASTM, DIN und ISO zu erhalten. Hierdurch kann oft auf die Anschaffung teurer Spezialküvetten verzichtet werden.





Für jede Anwendung bietet HunterLab die passende Küvette aus Glas oder Kunststoff um normkonforme Messungen durchzuführen.

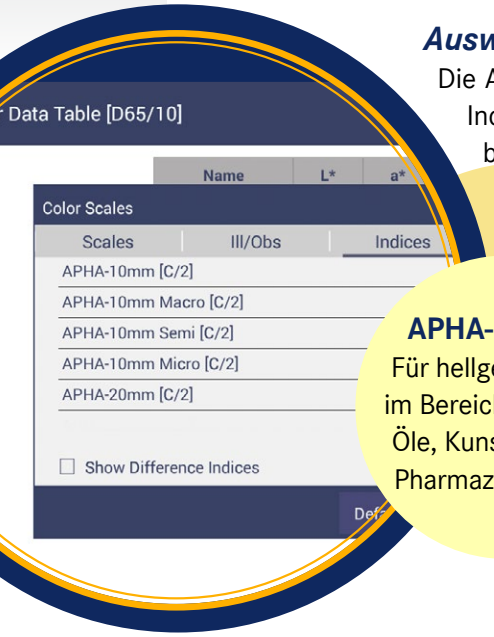


Praxisbeispiel

Farbmessung einer schwach gelblichen Lösung zur Bestimmung der Lovibond® Farbzahl mit dem HunterLab Vista

Die Lösung wurde in einer 10 mm Küvette gemessen. In der Farbwertetabelle wurden die Farbwerte L*, a*, b* und die Lovibond® Farbzahlen Lov-R und Lov-Y ausgewählt. Der Lovibond® Wert wird hier für die übliche Schichtdicke 5,25 in = 133 mm umgerechnet und ausgegeben.

ID	L*	a*	b*	Lov-R	Lov-Y	Lov Cell Path Length	Lov Report Path Length
Standard 1	97,30	2,46	18,24	3	15,0	10 mm	133,00 mm
Probe 1	98,30	1,38	10,85	2	6,5	10 mm	133,00 mm
Probe 2	98,02	1,64	12,75	2	8,1	10 mm	133,00 mm



Auswahl des passenden Index

Die Auswahl der passenden Farbzahl ist oft schon durch die übliche Nutzung bestimmter Indizes in der entsprechenden Industrie gegeben. Man kann auch die Farbtöne der Proben mit den physischen Standards der Indizes vergleichen.

Prinzipiell gelten folgende Kriterien zu Orientierung:

APHA-Farbzahl
Für hellgelbe Proben im Bereich Abwasser, Öle, Kunststoffe und Pharmazieprodukte.

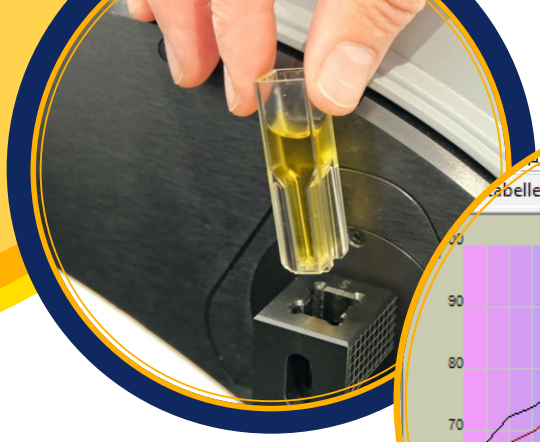
Gardner-Farbzahl
Für gelblich-grüne oder rötliche und auch gesättigtere Proben im Bereich Öle, Lacke, Lösungen, Fettsäuren und Harze.

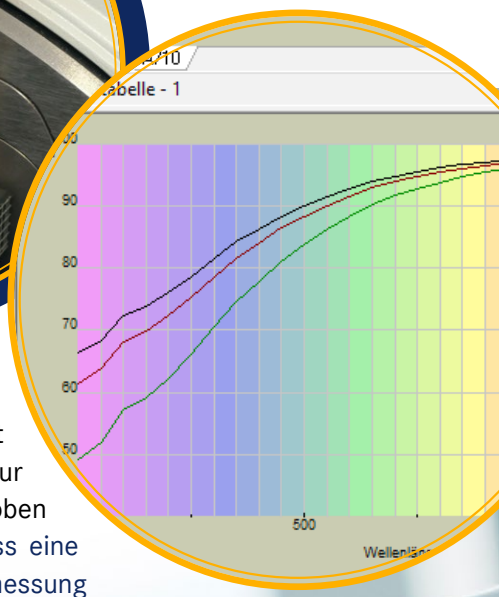
Lovibond®-Farbzahl
Für gelbliche oder rötliche und auch voll gesättigte Proben im Bereich Öle und Fette, Chemikalien, pharmazeutischen Produkte und Sirups.

Entsprechend der zur Verfügung stehenden Probenmengen oder der Gegebenheiten im Labor entscheidet man sich für eine Messküvette mit einer bestimmten Schichtdicke. Hierzu muss dann der passende Index in der Software ausgewählt werden. Zum Beispiel der APHA-10 mm Index für eine Transmissionsküvette mit 10 mm Schichtdicke.

Worauf ist zu achten?
Manchmal erhält man bei der Bestimmung der Farbzahlen Werte, die einen stutzen lassen, die aber mit der Auswahl eines falschen Index zusammenhängen:

- **Negative Werte:** Wenn ein Farbzahl Wert negativ oder viel niedriger ist, als erwartet, kann es sein, dass die Probe einen Farbton besitzt, der vom Standard der Farbzahl abweicht.
- **Zu hohe Werte:** Wenn der Wert sehr hoch ist, kann es sein, dass die Probe zwar den richtigen gelben Farbton hat, aber gesättigter ist, als die obere Grenze der Farbzahl. In diesem Fall sollte man einen anderen, passenderen Index wählen oder mit den Tristimulus-Werten der allgemeinen Farbmessung arbeiten (CIE L*a*b* oder Hunter Lab).





Kalibrierung des Vista

Die Kalibrierung des Vista im Modus „totale Transmission“ geschieht vollautomatisch. Es ist aber zu beachten, dass sich während des Vorgangs eine Küvette oder ein Röhrchen mit destilliertem Wasser im Transmissionsschacht befindet, um 100 % Transmission, also den Nullwert (0) der Skalen festzulegen. Zur Kalibrierung sollte immer destilliertes Wasser verwendet werden, egal ob die Proben auf Wasser, anderen Lösungsmitteln oder Öl basieren. Für die Kalibrierung muss eine Küvette oder ein Röhrchen verwendet werden, welches später auch zur Probenmessung eingesetzt wird. Diverse käuflich verfügbare Standards, die einer bestimmten Farbzahl der verwendeten Skala entsprechen, können im Laufe der Zeit immer wieder zur PQ des Geräts verwendet werden.

Genauigkeit der Methode

Die Genauigkeit hängt unter anderem von der Aufbereitung der Proben ab. Die Proben sollten immer auf dieselbe Weise aufbereitet und gemessen werden. Eine Dokumentation von Temperatur und ggf. Mischzeit und Filterung ist daher ratsam. Angaben zur Genauigkeit bezogen auf Standards und Geräte kann man in den entsprechenden Normen der ASTM, ISO und DIN finden.

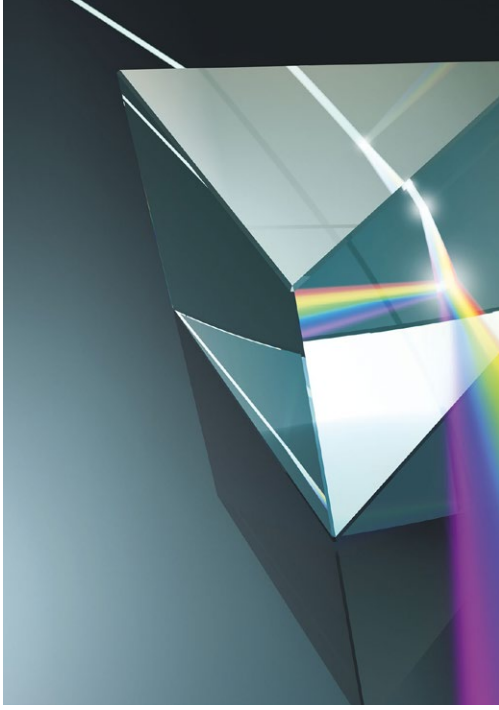
Fazit

Soll bei nahezu farblosen Flüssigkeiten, eine leichte Gelb- Rot- oder Grünfärbung im Zusammenhang mit dem Grad der Verunreinigung oder der Verarbeitungsqualität gemessen werden, ist die Anwendung der Farbzahlen von APHA, Gardner oder Lovibond® sinnvoll. Die Farbzahlen sind durch ihre Standards sehr genau festgelegt. Die Messung am Gerät beseitigt darüber hinaus die menschlichen und physikalischen Schwachstellen der Methoden. Die Auswahl des passenden Index basiert auf Farbton, Sättigung und Schichtdicke der Proben. Das HunterLab Vista ist leicht zu bedienen und ideal für die Messung von APHA-, Gardner- oder Lovibond®-Farbzahlen geeignet.

hunterlab.de/vista

UV-Quantifizierung

Optische Aufheller und Weißmacher



Eine ideal weiße Oberfläche hat ein Reflexionsspektrum, das in allen sichtbaren Wellenlängenbereichen nahe an 100 % liegt. In unserem Alltag gibt es das nicht. Insbesondere im Wellenlängenbereich zwischen 400 nm und 550 nm (blau-grün) absorbieren viele Gebrauchsmaterialien wie Papier, Textilfasern und Kunststoffe, die eigentlich weiß sein sollten, aufgrund Ihrer natürlichen Bestandteile oder der Herstellung, trotz starker Bleichung, immer noch einen nicht geringen Anteil des Lichts. Dies führt bei diesen Materialien zu einem mehr oder weniger ausgeprägten Gelb- oder Braunstich.

Um dem entgegenzuwirken, verwendet man häufig optische Aufheller oder sogenannte Weißmacher. Diese chemischen Substanzen werden eingesetzt, um weiße Produkte wie Waschmittel, Zahnpasta, Textilien oder Papier, weißer erscheinen zu lassen indem sie die Reflexion im Bereich zwischen 400 und 550 nm durch ihre Fluoreszenz verstärken. Auch für Signalfarben wird dieser Effekt genutzt, um die Farben stärker strahlen zu lassen.

Was geschieht bei Fluoreszenz?

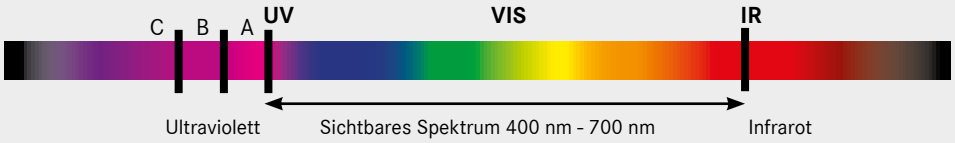
Eine fluoreszierende Substanz hat die Eigenschaft, dass sie Licht aus dem unsichtbaren ultravioletten Bereich des Sonnenlichts oder von Leuchtstoffröhren aufnimmt, einen Teil der Energie absorbiert und den größeren Teil als Licht im sichtbaren Bereich wieder emittiert. Die Emission findet meist im Bereich des blauen oder grünen sichtbaren Lichts statt. Das bedeutet, dass in diesem Bereich eine Reflexion von über 100 % gemessen wird, da zur Reflexion des eingestrahlten Lichts der transformierte Anteil hinzukommt. Hierdurch werden insbesondere Gelbtöne oder „Grauschleier“ des Objekts überdeckt. Üblicherweise liegt die Wellenlänge des emittierten Lichts beim Fluoreszenzeffekt zwischen 400 und 550 nm, also im blauen und grünen Bereich des sichtbaren Spektrums. Es gibt aber auch Substanzen, die im roten Bereich fluoreszieren.
Für die Farbmessung an fluoreszierenden Proben muss das anregende Licht deshalb UV-Anteile aufweisen. Will man den Fluoreszenzanteil bestimmen, benötigt man zwei Messungen: eine Messung mit UV-Anteil und eine ohne UV-Anteil des Messblitzes.

Reflexionswerte über 100%

Das HunterLab Agera kann den UV-Anteil der Lichtquelle zu- oder abschalten und kalibrieren. Misst man bei Zuschaltung des UV-Bereichs Reflexionswerte von über 100 %, so handelt es sich eindeutig um eine fluoreszierende Probe. Vergleicht man dieses Ergebnis mit einer Messung ohne UV-Anteil der Lichtquelle so kann man damit den Fluoreszenzanteil bestimmen.

Spektrum

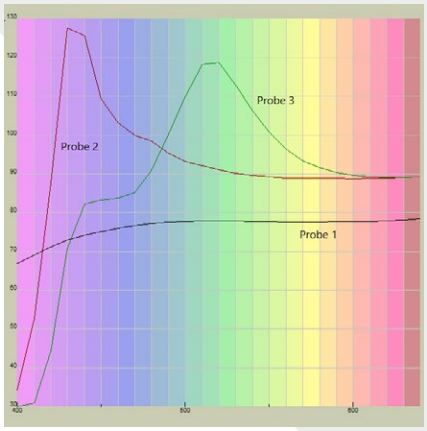
Das menschliche Auge sieht den Bereich zwischen 400 nm und 700 nm. Ultraviolette Strahlen dagegen sind unsichtbar und liegen zwischen 100 nm und 400 nm.



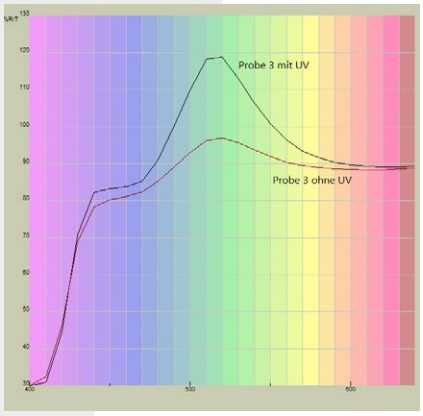
Praxisbeispiel

UV-Messung an flüssigem weißem Klebstoff mit dem HunterLab Agera und der Qualitätskontrollsoftware EasyMatch QC

In einem Laborversuch wurden drei unterschiedliche Klebstoffproben untersucht:



Fluoreszenz sichtbar machen: Das Spektraldiagramm veranschaulicht den Reflexionsgrad in Prozent, für die Wellenlängen im sichtbaren Bereich von 400 nm bis 640 nm, bei eingeschaltetem UV-Anteil der Lichtquelle. Es ist deutlich, dass der Reflexionsgrad von Probe 1 für alle Wellenlängen unter 100 % liegt. Hier liegt also keine Fluoreszenz vor. Hingegen zeigen die Probe 2 im Bereich von 425 nm bis 470 nm, und die Probe 3 im Bereich von 490 nm bis 550 nm, Reflexionsgrade von über 100 % und damit eine Fluoreszenz im blauen bzw. grünlichen Bereich des sichtbaren Lichts.



Veranschaulichung des Fluoreszenzanteiles: Im Diagramm rechts wird vergleichend die Messung mit und ohne UV-Anteil von Probe 3 gezeigt. Man erkennt deutlich, in welchem Bereich und wie stark der zugeschaltete UV-Anteil der Lichtquelle zu einer Verstärkung der Emission führt.

Vergleich in der Farbwerttabelle: Das Agera bietet aber auch die Möglichkeit, die farbmetrischen Daten, z. B. in der Darstellung der drei Parameter L* (Helligkeit), a* (Grün-Rot-Achse) und b* (Blau-Gelb-Achse) direkt in der Farbwerttabelle zu vergleichen (siehe unten). Hier sieht man deutlich, dass die Zuschaltung des UV-Anteils für Probe 1 keine spürbare Auswirkung (Unterschiede für L*, a* oder b* kleiner 0,5) auf die Messdaten hat, für Probe 2 aber eine deutliche Verschiebung in Richtung blau (b* deutlich negativer) und für Probe 3 in Richtung grün (a* deutlich negativer) zeigt. Außerdem zeigt der jeweils höhere Wert von L* bei Proben 2 und 3 auch, dass die Beleuchtung mit UV-Anteil zu einer größeren Helligkeit des Farbeindruckes der Proben insgesamt führt.

	ID	L*	a*	b*	ID	L*	a*	b*	ID	L*	a*	b*
Ohne UV-Anteil	Probe 1	90,49	-0,83	2,01	Probe 2	95,36	-0,34	-0,01	Probe 3	96,30	-7,52	10,97
Mit UV-Anteil	Probe 1	90,61	-0,91	2,19	Probe 2	96,39	2,91	-10,38	Probe 3	99,77	-16,15	14,18

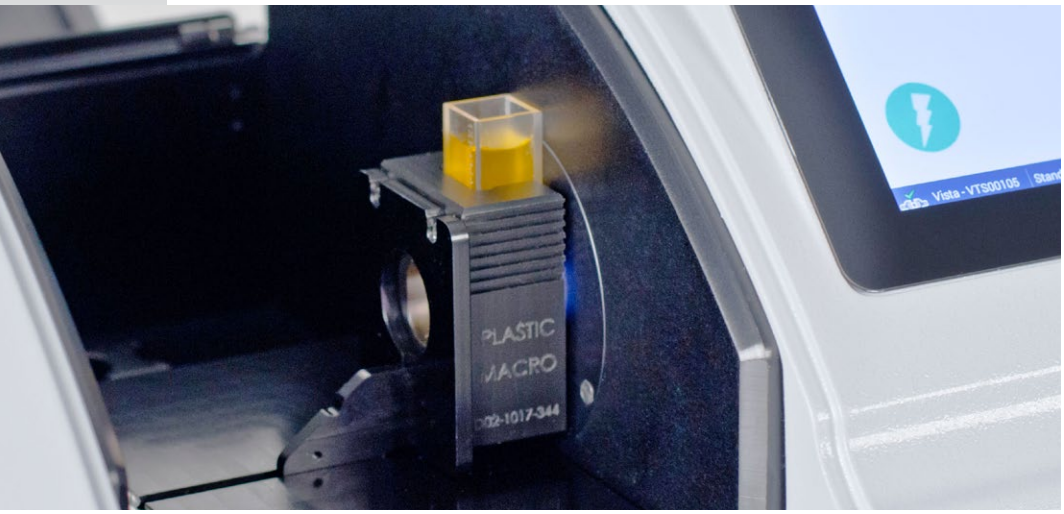
Das Agera simuliert die menschliche Farbwahrnehmung gemäß CIE-Normvalenzsystem in Sekundenschnelle mit absoluter Zuverlässigkeit und Sicherheit. Die integrierte UV Option (mit Kalibrierung) ermöglicht genaueste Weißgradbestimmung von allen aufgehellten Materialien. Eine integrierte Kamera bietet außerdem die Möglichkeit, die Probe genau zu platzieren, sowie ein Foto der Probe und dessen RGB-Wert mit den Messdaten abzuspeichern. Das Agera ist das erste HunterLab Gerät welches neben Farbe, auch den Glanzgrad (60° nach ASTM) und ein digitales Bild von Kunststoffen, Farben und Lacken reproduzierbar ermitteln kann.

hunterlab.de/agera

EP Farbzahlbestimmung an Kleinstmengen

Exakte Farbmessung

In Produktion und Entwicklung biopharmazeutischer Produkte ist man auf zuverlässige Lösungen zur Bestimmung der EP Farbzahl nach Ph. Eur. 2.2.2 angewiesen. HunterLab weiß um die speziellen Anforderungen in der Pharmaindustrie. Darum kann man mit HunterLab Geräten insbesondere die EP-Farbzahl instrumentell messen und mit speziellen technischen Lösungen auch die Farbe von sehr kleinen Mengen flüssiger Proben mit größter Genauigkeit untersuchen.



1. Die instrumentelle Messung der EP-Farbzahl

Qualitätskontrollen bei Pharmazeutika dürfen nicht auf die leichte Schulter genommen werden. Kleine Änderungen in biopharmazeutischen Wirkstoffen können große Auswirkungen haben. Die 37 flüssigen Vergleichslösungen der EP-Farbzahl wurden speziell entwickelt, um die Produktqualität von gelblichen, nahezu farblosen flüssigen Proben zu überprüfen. Mit ihnen bestimmt man zum Beispiel die Farbqualität von flüssigen pharmazeutischen Produkten, konzentrierten flüssigen Proteinen oder jeder Flüssigkeit, die aufgrund ihrer Ausgangsstoffe, oder im Prozessverlauf zur Gelbfärbung neigt. Somit ist ihr Wert insbesondere ein Indikator für Alterung oder Wirksamkeit medizinischer Stoffe.

Gelbfärbung kann ein Indikator sein für:

- Stoffalterung und damit Wirksamkeit
- Vorhandene Verunreinigung
- Prozessänderung oder –variation
- Uneinheitliche Komponenten

Das komplette 10 ml Set der flüssigen EP Farbstandards von z. B. Fluka® Analytical Sigma Aldrich®.

In vielen Unternehmen dient noch immer der visuelle Abgleich mit den EP-Farbstandards zur Charakterisierung der Farbe von flüssigen Arzneimittellösungen. Diese visuelle Methode ist allerdings sehr subjektiv, abhängig vom durchführenden Mitarbeiter und schwierig zu validieren und zu dokumentieren.

Der Prozess lässt sich jedoch sehr einfach durch eine Messtechnik ersetzen. Die Geräte von HunterLab können Farbe im dreidimensionalen L*, a*, b* - Farbraum messen und darstellen. Zur Messung der EP-Farbzahl wurden die Zielfarbwerte von HunterLab jeweils mit dem Mittelwert aller käuflich erhältlichen visuellen Farbstandards, die den strengen Anforderungen des Europäischen Arzneibuches entsprechen, abgeglichen und direkt in die Software integriert. Die sich daraus ergebende instrumentelle Messung ist exakt genug, um die EP Farbzahl sogar auf ein Zehntel genau anzugeben, z. B. „EP Y 3,1“. Um sich allerdings auf den ursprünglichen visuellen Vergleichstest zu beziehen, können die EP Farbwerte auch in ganzen Zahlen, z.B. „EP Y3“, ausgegeben werden. Damit ermöglichen die Geräte von HunterLab sowohl durch die L*, a*, b* -Werte als auch über die EP-Farbzahl eine normierte

ID	L*	a*	b*	EP-Macro (D65/10)
Standard 1	96,33	-1,85	18,29	EP BY 2,7
Probe 1	97,72	-1,34	10,87	EP BY 3,8
Probe 2	97,34	-1,51	12,78	EP BY 3,5

Farbwertetabelle einer Messung der EP Farbzahl von bräunlich-gelb gefärbten Flüssigkeiten.

Dokumentation von Daten über Farbton und Farbintensität, die zu einer verbesserten Produktcharakterisierung und Qualitätskontrolle führt.

Individuelle Anpassung der Software

HunterLab geht auf die Bedürfnisse und Vorgehensweisen seiner Kunden ein: Je nach Anforderungen des Unternehmens können selbstverständlich bestimmte Werte oder Standards in die Software eingepflegt werden. Insbesondere kann das Vista von HunterLab so eingestellt werden, dass eine gewohnte Zuordnung beibehalten wird, wenn bisher im nahezu farblosen Bereich visuell andere Farbstämme ausgewählt wurden, als die exakte Messung mit dem Gerät ergibt (z. B. Gelb (Y) statt bräunlichem Gelb (BY)).

Neben der EP-Farbzahl und der amerikanischen USP-Farbzahl können auch viele andere übliche Indizes bestimmt werden (siehe Artikel auf Seite 4).

2. Messung kleinster Probenmengen mit größter Genauigkeit

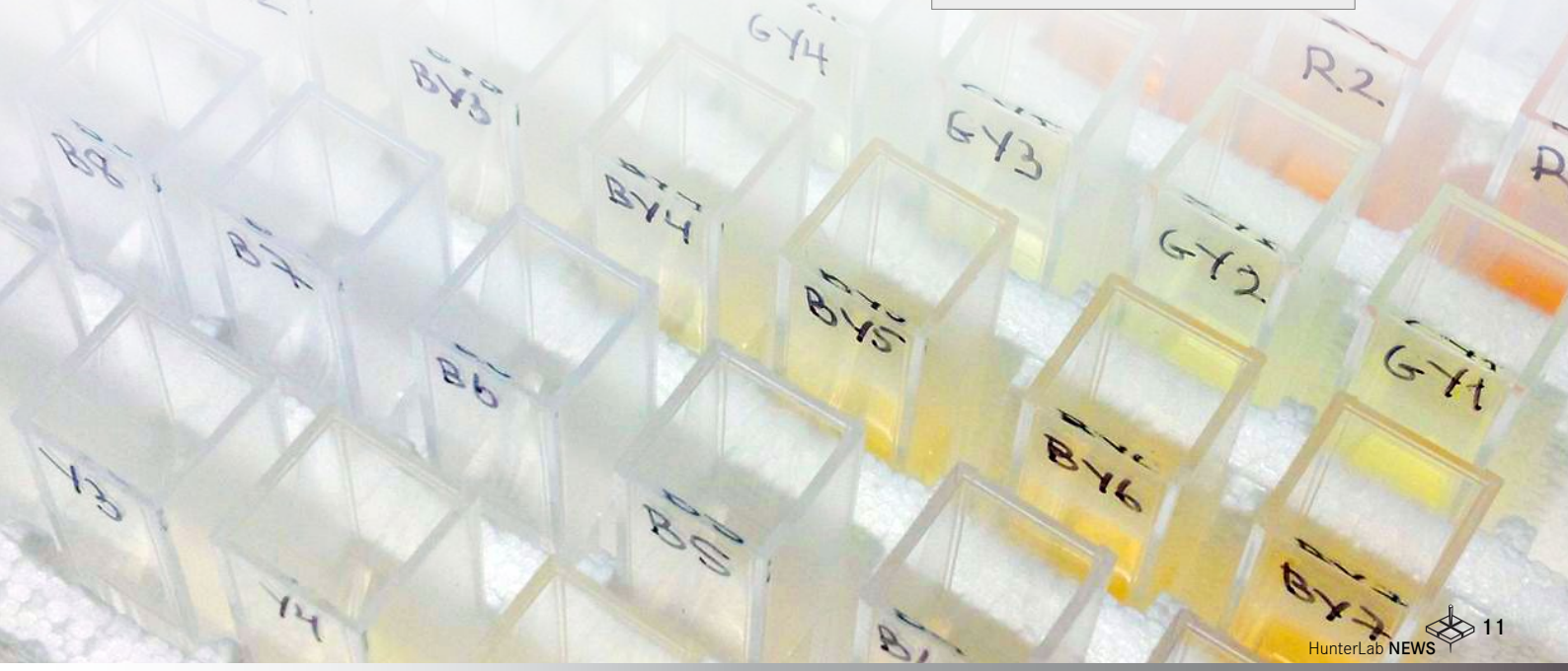
Die zuverlässige Messung von extrem kleinen Proben stellt eine Herausforderung für die pharmazeutische Industrie dar – sowohl messtechnisch, als auch wirtschaftlich. Biopharmazeutische Flüssigprodukte sind meist wertvoll, teuer in der Herstellung oder stehen nur in sehr kleinen Mengen zur Verfügung. Deshalb wurde von HunterLab spezielles Zubehör entwickelt, um die Probenmenge so klein wie technisch möglich zu halten. Für die Messung von Farbe und

EP-Farbstandards

Um uneindeutige Wortbeschreibungen, wie „rötliches Gelb“ beim Vergleich von gelblichen Flüssigkeiten zu ersetzen, wurde in Methode 2.2.2 des Europäischen Arzneibuches (European Pharmacopoeia) ein visueller Standard mit einem festen Set von 37 durchsichtigen flüssigen EP-Vergleichslösungen festgelegt. Dieser basiert auf 5 Farbstämmen, die jeweils unterschiedlich stark mit Salzsäure verdünnt, die 37 flüssigen EP-Farbstandards ergeben:

- B (braun - 9 Abstufungen)
- BY (bräunliches Gelb - 7 Abstufungen)
- Y (Gelb – 7 Abstufungen)
- GY (grünliches Gelb – 7 Abstufungen)
- R (Rot 7 Abstufungen)

Diese flüssigen EP-Farbstandards werden von verschiedenen Herstellern angeboten.



EP-Farbzahl flüssiger Proben gibt es für die HunterLab Spektralphotometer Vista, UltraScan VIS und UltraScan PRO eine große Anzahl an Adaptern, Haltern und Küvetten, die für sehr kleine Probenmengen geeignet sind.

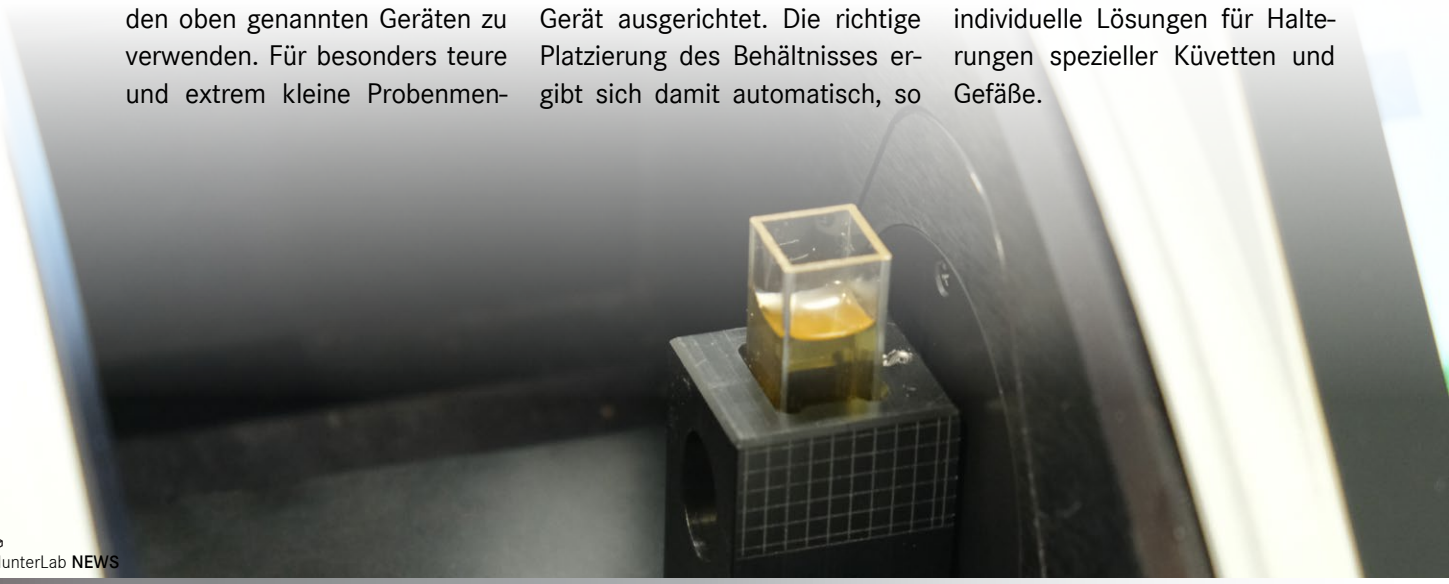
Stehen Volumina größer als 2,5 ml zur Probenmessung zur Verfügung, verwendet man meist Makroküvetten aus Glas oder Kunststoff mit 10 mm Schichtdicke. Für kleinere Mengen ab ca. 0,6 ml gibt es Halbmikroküvetten, die sich bei gleicher Schichtdicke nach unten verjüngen und somit weniger Substanz bei der Farbmessung verbrauchen. Auch diese Küvetten sind aus Glas oder Kunststoff erhältlich und mit den passenden Küvettenhaltern in den oben genannten Geräten zu verwenden. Für besonders teure und extrem kleine Probenmengen ab einem minimalen Volumen von ca. 300 µl wird man schließlich die Ultra-Micro Küvetten einsetzen.

Vial mit Injektionsverschluss und Halter für das HunterLab Vista.

Alle Halter für die verschiedenen Küvetten und Vials sind über passende Adapterplatten perfekt im Gerät ausgerichtet. Die richtige Platzierung des Behältnisses ergibt sich damit automatisch, so dass stets genaue und wiederholbare Messwerte erzeugt werden. In der Pharmaindustrie arbeitet man häufig mit den ISO 2R oder 4R Vials mit 4 ml bzw. 6 ml Inhalt, da diese mit dem praktischen Injektionsverschluss verwendet werden können. Speziell für das Vista gibt es dazu den passenden Halter.

Custom Design

Manchmal ergeben sich für Anwendungen in der Pharmaindustrie aus den Produkteigenschaften oder den Produktionsumständen spezielle Anforderungen bezüglich des Probenhandlings im Messgerät. HunterLab Deutschland setzt sich mit den Gegebenheiten auseinander und entwickelt auf Kundenwunsch individuelle Lösungen für Halterungen spezieller Küvetten und Gefäße.



Validierung und Zertifizierung nach den Bestimmungen der pharmazeutischen Industrie

Die Validierung der Prozesse innerhalb der Qualitätssicherung der pharmazeutischen Industrie ist ein wesentlicher Bestandteil der Good Manufacturing Practice (GMP). HunterLab hilft Kunden bei der Validierung ihrer HunterLab-Geräte und -Ausrüstungen, um gesetzliche Vorschriften einzuhalten. Automatisierte Softwarelösungen, gedruckte Validierungs- und Compliance-Handbücher, angepasste Leistungsqualifikationen, sowie Installation und Schulung vor Ort garantieren die Einhaltung der Regularien.

Mit der Norm 21 CFR Part 11 formuliert die Food & Drug Association, kurz FDA, Anforderungen an die elektronischen Aufzeichnungen und Unterschriften, die auf dem amerikanischen Markt verpflichtend sind, an denen sich aber auch europäische Hersteller von Medizinprodukten orientieren, um international agieren zu können.

Von der Firmware bis zur Software bietet HunterLab 21 CFR Part 11-konforme Lösungen. Wir binden uns an die Vorgaben im Netzwerk des Kunden und ermöglichen über unsere Software EasyMatch QC-ER die validierte Benutzeranmeldung autorisierter Anwender. Mit E-Signatur, Audit Trail und Event Log erlaubt ein vollständig abgesichertes System die richtlinienkonforme Verwendung der Geräte. Bei der Implementierung führen wir einen IT-Sicherheitstest für den Kunden durch und erstellen für jedes Gerät IQ- und OQ-Protokolle, als auch PQ Vorschläge.

Bei Inbetriebnahme des Geräts oder nach einer Wartung müssen IQ- und OQ-Protokolle gemäß der Anforderungen erstellt werden. Hierfür bietet HunterLab je nach Bedarf folgende Komponenten:

HunterLab
QUALIFICATION · VALIDATION · COMPLIANCE
SOLUTIONS

Digital Qualification Notebook

Alternativ zu den instrumenten- und anwendungsspezifischen Papierdokumenten hat HunterLab für das Validierungs- und Complianceverfahren einen Digital Qualification Notebookgenerator (DQNB) entwickelt, der diesen Prozess vereinfacht und die Kosten erheblich senkt.
Der Digital Qualifikation Notebookgenerator führt den Anwender auf Englisch mit einer einfachen Benutzerschnittstelle durch einen leicht zu befolgenden elektronischen Fragenkatalog. Damit wird ein entsprechendes Validierungs- und Compliance-Notizbuch mit Schritt-für-Schritt-Anweisungen erstellt, die dann durchgegangen werden, um die ISO-Vorschriften individuell für jeden Nutzer zu erfüllen. Mit wenigen Klicks verarbeitet der DQNB Document Generator dann diese Eingaben, um das entsprechende Validierungs- und Compliance-Notizbuch zu erstellen, das ausgedruckt, in einem Ordner abgeheftet und zur Dokumentation der IQ-, OQ- und PQ-Prozesse verwendet werden kann.

Benutzerdefiniertes IQ-, OQ-, PQ Qualification Notebook

Da die Erstellung des Qualification Notebooks einmalig bei der Inbetriebnahme des Gerätes erfolgt, bietet HunterLab auch an, die Bereitstellung eines benutzerdefinierten IQ-, OQ-, PQ-Protokolls mittels einer Befragung des Kunden über die beabsichtigte Nutzung des Instruments durch einen Servicemitarbeiter durchzuführen. Dieser stellt mit Hilfe des DQNB speziell für die Anwendung der Kunden Schritt für Schritt einen Ablauf zur Installation, zum Betrieb und zur Leistungsqualifizierung zusammen, um für den Kunden die Instrumentenqualifizierung und -dokumentation durchzuführen. Jedes Paket enthält Gerät und Softwaretyp, Firmennamen, Adresse, Qualifikationsübersicht, Systemübersicht und relevante Genehmigungssignaturen für die Protokolle. Alle Verfahren werden Schritt für Schritt erläutert. Die Protokollpakete umfassen gewöhnlich 20 bis 30 Seiten und können ausgedruckt und

abgeheftet werden, um das Prozedere, zum Beispiel wenn das Gerät einmal eingeschickt werden muss, wieder richtig durchzuführen. Das IQ-, OQ-, PQ-Notebook enthält, angepasst an die Anwendung, eine Schritt für Schritt Anweisung zum IQ, OQ und PQ-Protokoll.

EasyMatch QC-ER

Die EasyMatch QC Software enthält in der ER (Electronic Recordkeeping) Version alle wichtigen Ergänzungen, um die Vorschriften der FDA (Food Drug Administration) nach 21 CFR Part 11 einzuhalten, sowie ein Digital Qualification Notebook mit IQ und OQ Protokollen und PQ Vorlagen. Die Software schützt und verwaltet vollständige und genaue Aufzeichnungen, prüft und begrenzt den Zugriff auf das System, stellt einen vom Computer erstellten Prüfpfad bereit und enthält eine elektronische Signatur um eine nicht manipulierbare Dokumentation zu erstellen.

Standalone-Lösung

Das Spektralphotometer Vista mit Essentials-ER Embedded-Software bietet eine eigenständige Farbmesslösung für Messungen in Transmission, mit der Benutzer die FDA 21 CFR Part 11-Konformität einhalten können. Durch die Standalone-Lösung muss der Anwender keine externen, ER-kompatiblen Software- und Computerlösungen erwerben. Das Spektralphotometer Vista-ER enthält das Validierungs- und Compliance-Notebook im PDF-Format auf einem USB-Stick. Eine gedruckte Version kann separat bestellt werden.

hunterlab.de/compliance

Was genau ist 21 CFR Part 11?

Im März 1997 brachte die Food & Drug Association, kurz FDA, in den USA Vorschriften heraus, die Kriterien festlegten, nach denen die FDA elektronische Aufzeichnungen, elektronische Signaturen und handschriftliche Unterschriften für elektronische Dokumente anerkennt. Der Fokus der genannten Vorschrift liegt auf Unternehmen für Medizinprodukte und deren Qualitätsstandards. Diese Regeln gelten auch für Firmen im Pharma- und Biotechbereich, für Entwickler von Biologika und andere Industrien die von der FDA reguliert werden. Diese Vorschriften werden als **Part 11 des Kapitels 21 im Code of Federal Regulations**, beziehungsweise **21 CFR Part 11**, oder nur kurz **Part 11** bezeichnet.

21 CFR Part 11 ist in drei Unterpunkte aufgeteilt:

- *Der Abschnitt „Allgemeine Bestimmungen“ regelt den Geltungsbereich der Vorschriften, wann und wie sie umgesetzt werden und definiert einige Schlüsselbegriffe, die in den Vorschriften verwendet werden.*
- *Der Abschnitt „Electronic Records“ legt die Anforderungen an die Verwaltung von geschlossenen und offenen elektronischen Dokumentationssystemen dar und geht dann auf die Erstellung von Signaturen ein und die Voraussetzungen, um eine Verbindung zwischen Signaturen und Aufzeichnungen herzustellen.*
- *Der Abschnitt „Elektronische Signaturen“ besteht schließlich aus drei Teilen: Allgemeine Anforderung an elektronische Signaturen, Komponenten und Steuerung elektronischer Signaturen, Kontrollen für die Identifizierung/Passwörter.*

Messgeräte und Software
für Industrie und Forschung

HIGHLIGHTS

Messgeräte von HunterLab sind hochentwickelte Spektralphotometer, für die Anwendung in Industrie und Forschung. Zahlreiche Sonderentwicklungen mit Labor- und Online-Geräten sowie Softwareanpassungen wurden von uns bereits installiert. Unser Netzwerk von HunterLab Partnern in allen Teilen der Welt ermöglicht Lösungsvorschläge zu verschiedenen Applikationen. Wir stellen hier unsere neuesten Entwicklungen für Labor und Produktion vor:

Agera®

0°/45°

Das Farbmessgerät Agera® misst Farbe so, wie sie das menschliche Auge sieht und garantiert exakte Reproduzierbarkeit und Langzeitstabilität bei einfacher Bedienung über das Touch Pad.

- Integrierte Kamera mit 45°/0° Geometrie.
- Wellenlängenbereich: 400 nm - 700 nm.
- Messblenden in den Größen 51 mm, 25 mm, 15 mm.
- UV-Kontrolle und -Kalibrierung.
- ASTM 60° Glanzmessung.
- Integrierte QC Software mit bereits vorinstallierten Farbskalen und Indizes.
- Lizenz für RAS (Remote Access Support) inklusive.

Port up/forward

Aeros®

0°/30°

Das Farbmessgerät Aeros® misst berührungslos Proben aller Art, z.B. Kunststoffe, Granulate, Tabletten, Baustoffe (Zement, Kalk) und Lebensmittel (Kekse, Nüsse, Chips, Gewürze).

- Messfläche: 177.25 cm^2.
- Bedienung über Touch Pad mit QC Software.
- Berührungslose spektrale Farbmessung mit Höhenanpassung.
- Robustes Design für anspruchsvolle Umgebung.
- Einfache Probenhandhabung.
- USB und Netzwerk Schnittstellen.
- Lizenz für RAS (Remote Access Support) inklusive.

Vista®

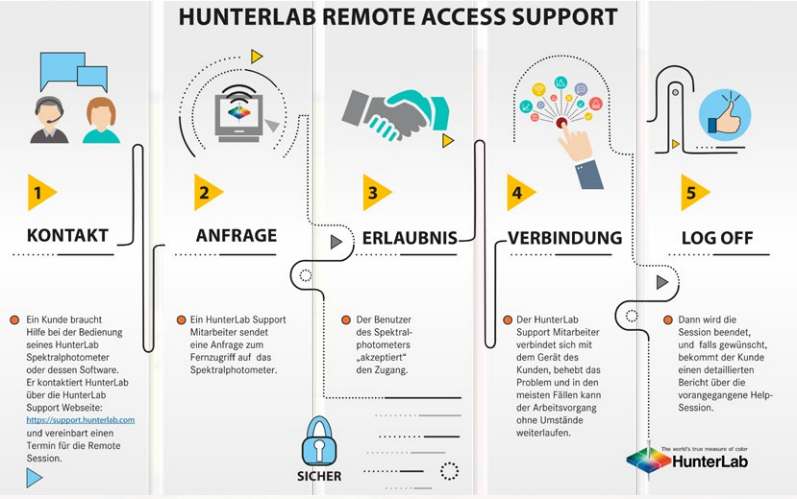
diffus/0°

Das stationäre Farbmessgerät Vista® ermöglicht unkomplizierte Farbmessung an transparenten und transluzenten Proben, sowie automatische Haze Messung nach ASTM D1003.

- Wellenlängenbereich: 400 nm - 700 nm.
- Misst totale (TTRAN) und reguläre (RTRAN) Transmission, Farbe und Haze.
- Großer Probenschacht von drei Seiten zugänglich.
- Integrierte QC Software mit bereits vorinstallierten Farbskalen und Indizes.
- Kugeldurchmesser: Ø76 mm (3.0 inch).
- Lizenz für RAS (Remote Access Support) inklusive.

Remote Access Support

Unterstützung und Hilfe kompetent und schnell



Die HunterLab Spektralphotometer Aeros®, Agera® und Vista® verfügen über die Möglichkeit der webbasierten Kundenunterstützung. Mit Ihrer Freigabe schalten wir uns compliancegerecht auf Ihr Gerät und können Ihnen so bei Diagnose, Softwareaktualisierung oder Anwenderschulung aus der Ferne helfen. Der HunterLab Remote Access Support (RAS) ist beim Kauf eines der Geräte Aeros®, Agera® oder Vista® das erste Jahr inklusive.

Mit einer sicheren Remote-Verbindung zu Ihrem HunterLab-Farbmessgerät können unsere Support-Spezialisten direkt mit Ihnen und Ihrem Messgerät kommunizieren. Mit integrierten Funktionen zur Chat- und Dateiübertragung können unsere Experten Sie bei Anwendungsfragen unterstützen und auch komplexere Aufgaben wie Software-/Firmware-Updates und Validierung der Geräteleistung lösen.

Wartungskosten reduzieren

Der Remote Access Support (RAS) von HunterLab verfügt über integrierte Verschlüsselung und Multi-Faktor-Authentifizierung, so erhalten Sie Support ohne Ihre Sicherheit, Ihren Workflow oder Ihre Compliance zu gefährden. Anstatt Ihr Gerät zum Service zu schicken, erhalten Sie per Fernwartung Hilfestellung bei technischen Fragen und Updates. Nachdem Sie Ihr Gerät (Aeros®, Agera®, Vista®) registriert haben, senden Sie uns eine Supportanfrage und wir bitten um Erlaubnis uns mit Ihrem Farbmessgerät zu verbinden. Haben wir Ihr Einverständnis, wird sich unmittelbar ein HunterLab Experte auf Ihr Gerät schalten und Ihr Anliegen bearbeiten. Ist die Hilfestellung erfolgt, endet die Session und der HunterLab Mitarbeiter sendet Ihnen zum Abschluss ein Protokoll, damit Sie die Details schwarz auf weiß vorliegen haben.

Einfach, schnell, unkompliziert:
HunterLab
Remote Access Support!

Weitere Informationen auf unserem Blog unter
hunterlab.com/blog

The world's true measure of color
HunterLab

Herausgeber & Produktion
FMS Jansen GmbH & Co. KG HunterLab Europe
Dr.-August-Einsele-Ring 15, 82418 Murnau
Kontakt: Tel. +49 8841 9464 info@hunterlab.de
www.hunterlab.de

©2020 HunterLab. Alle Rechte vorbehalten. Gedruckt in Deutschland.
Alle in diesem Dokument genannten Firmennamen und Produktnamen sind möglicherweise Markenzeichen der jeweiligen Rechteinhaber.
Lovibond® ist ein eingetragenes Warenzeichen der Tintometer Firmengruppe.
Technische Änderungen vorbehalten.