

Joanna Piepiórka-Stepuk, Sylwia Mierzejewska

Politechnika Koszalińska

e-mail: joanna.piepiorka@tu.koszalin.pl

WYKORZYSTANIE NEFELOMETRÓW W IDENTYFIKACJI PROCESU MYCIA W PRZEPLÝWIE*

Streszczenie: Monitorowanie procesów mycia w obiegu zamkniętym ma charakter jakościowy, wynikający ze sprawdzania skuteczności procesu w aspektach fizykochemicznej i mikrobiologicznej czystości powierzchni, jak również charakter procesowy polegający na monitorowaniu zmian przewodności cieczy myjącej lub odczynu pH. Pomiary te pozwalają wnioskować o poprawności przebiegu procesu mycia, właściwym stężeniu roztworów myjących oraz o stopniu ich wypłukania z instalacji w kolejnych etapach mycia. Przeprowadzone badania pozwalają przypuszczać, że skuteczną metodą monitorowania procesów mycia w przepływie może być również pomiar mętności cieczy.

Słowa kluczowe: mycie w systemie CIP, monitoring, mętność cieczy myjących.

1. Wstęp

W przemyśle spożywczym do higienizacji urządzeń oraz instalacji przesyłowych wykorzystuje się stacje CIP, realizujące mycie mechaniczne bez konieczności demontażu mytego elementu. Jest ono prowadzone w kilku etapach. Pierwszym jest płukanie wstępne, podczas którego usuwane są pozostałości poprodukcyjne. Następnie mycie właściwe (jednofazowe lub dwufazowe z płukaniem pośrednim), ponowne płukanie oraz dezynfekcja. W każdym z wymienionych etapów istotną rolę w pozyskaniu czystych powierzchni odgrywają czynniki mycia, tj.: czas trwania procesu mycia, temperatura cieczy myjącej, chemiczne środki myjące i ich stężenie, energia mechaniczna wyrażana jako oddziaływania cieczy na ścianki mytych elementów i lokalne naprężenia ścinające [Grasshoff 1992; Lelievre i in. 2002; Lelievre i in. 2003; Jensen i in. 2005; Blel i in. 2007].

Najczęściej proces mycia instalacji produkcyjnych w obiegu zamkniętym monitorowany jest pod względem zmian przewodności elektrycznej cieczy myjącej, rzadziej pH. Na podstawie tych pomiarów śledzi się przebieg mycia, ocenia sku-

* Praca naukowa finansowana ze środków na naukę w latach 2010-2011 jako projekt badawczy Nr N N313 136838.

teczność płukania oraz identyfikuje przepływające roztwory myjące, co ma istotne znaczenie w systemach odzyskiwania i regeneracji środków chemicznych [Diakun i in. 2009]. Z badań przeprowadzonych w Katedrze Procesów i Urządzeń Przemysłu Spożywczego Politechniki Koszalińskiej wynika, że istotny może być również pomiar mętności cieczy myjącej, który daje możliwość wnioskowania o procesie mycia, jego czasie oraz o intensywności wmywania zanieczyszczeń z instalacji. Monitorowane on-line zmiany mętności cieczy myjącej w trakcie procesu mycia na laboratoryjnej stacji mycia CIP, a następnie analiza uzyskanych charakterystyk umożliwiła określenie czasu, w którym następuje pierwsze intensywne wmywanie zanieczyszczeń fizycznych, a tym samym ustalenie minimalnego czasu mycia instalacji [Piepiórka-Stepuk, Diakun 2011]. Dalsze badania i analizy prowadzone w tym kierunku dały możliwość wyznaczenia trzech charakterystycznych faz procesu mycia, które zaprezentowano w dalszej części pracy.

Proponowany pomiar nefelometryczny może służyć jako jeden z pomocniczych pomiarów kontroli procesu mycia w obiegu zamkniętym. Jego celem jest zapobieganie zbędnemu wydłużaniu czasu płukania wstępnego i mycia zasadniczego, podczas których z instalacji produkcyjnej usuwane są zanieczyszczenia fizyczne. Pomiar ten nie informuje jednak o czystości mikrobiologicznej, którą w dalszym ciągu należy kontrolować tradycyjnymi metodami posiewowymi lub szybkimi testami wymazowymi.

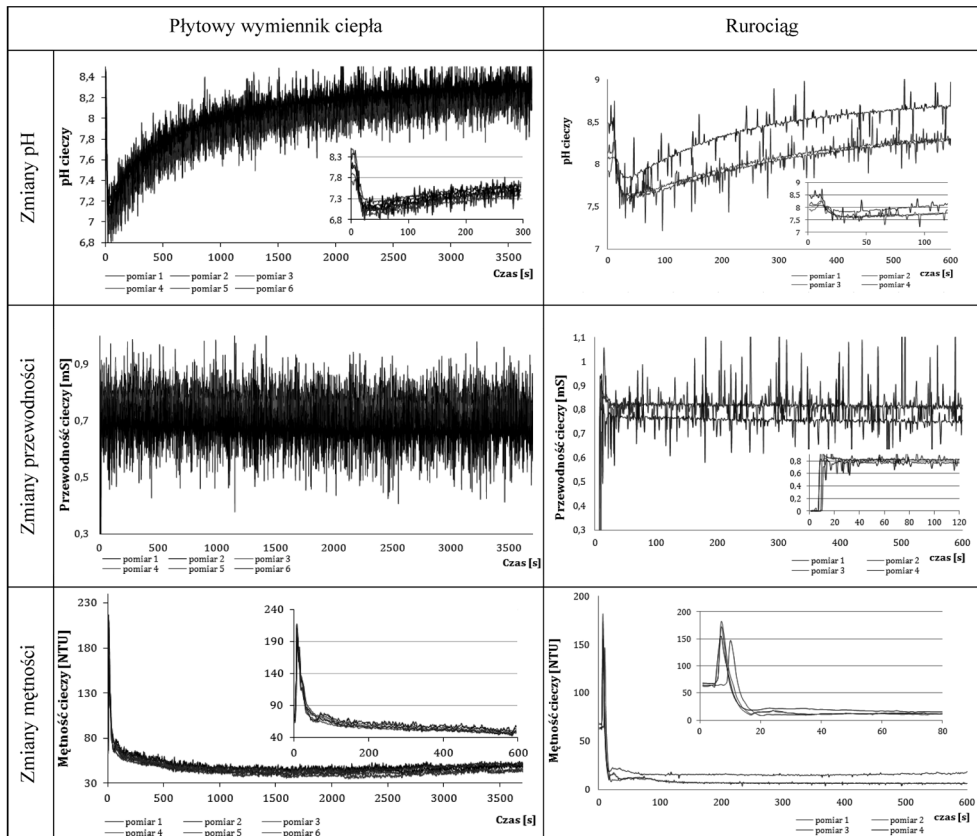
2. Cel i metoda badań

Prezentowane wyniki stanowią część badań prowadzonych w ramach projektu badawczego i dotyczą pomiaru zmian fizykochemicznych parametrów cieczy myjącej, tj. pH i przewodności oraz niestandardowego pomiaru mętności. Badania przeprowadzono na przykładzie płytowego wymiennika ciepła oraz instalacji rurociągowej, zanieczyszczonych gorącym mlekiem i mytych w obiegu zamkniętym w różnym czasie. W przypadku wymiennika brudzonych było 11 płyt typu chevron o łącznej powierzchni 0,96 m², natomiast w przypadku rurociągu brudzono 0,7 m rury o powierzchni 0,025 m². Kinetykę zmian mierzonych parametrów badano w sposób ciągły w trakcie procesu mycia czystą wodą o różnej temperaturze, przepływającą z różną prędkością. Warunki przepływu dobierano w taki sposób, aby przepływ był turbulentny. Pomiaru uzupełniono o badania z alkalicznymi roztworami myjącymi o różnym stężeniu. Do oznaczenia pH i przewodności wykorzystano tradycyjny pehametr i konduktometr, natomiast badanie mętności wykonano przy użyciu miernika ITM4 realizującego pomiar metodą cztero czterokierunkowego światła rozproszonego ze światłem białym o długości fali 860 nm, emitowanym pod kątem 90° do kierunku, z którego fotokomórka zbiera informacje, zgodnie z metodyką EPA (*Environmental Protection Agency*).

3. Wyniki i dyskusja

3.1. Analiza uzyskanych charakterystyk

Uzyskane wyniki z pomiarów pH, przewodności i mętności cieczy myjącej w sześciu powtórzeniach dla jednego programu mycia w CIP płytowego wymiennika ciepła i czterech dla instalacji transportujących przedstawiono na rysunkach 1-5.



Rys. 1. Zmiany mierzonych wartości pH, przewodności, mętności cieczy myjącej w trakcie procesu mycia

Źródło: opracowano na podstawie badań własnych.

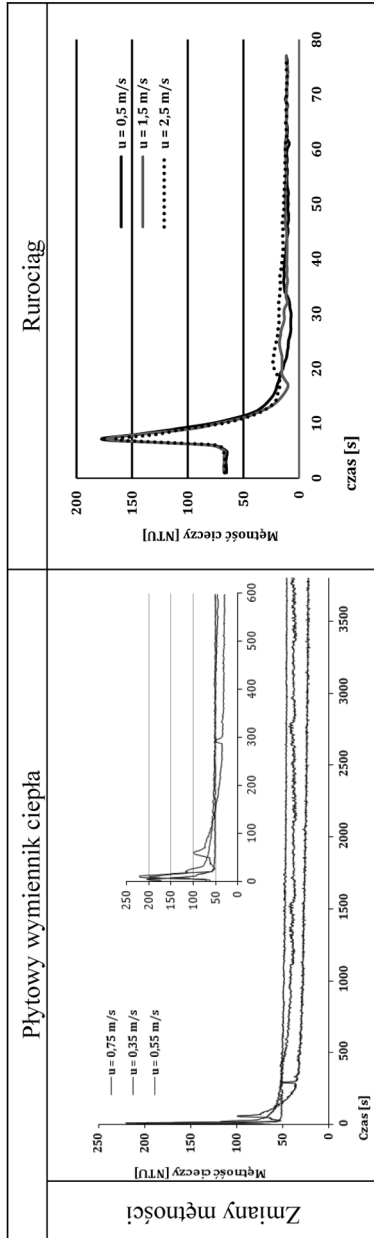
Przedstawione charakterystyki mierzonych wartości dla każdego z sześciu powtórzeń wykazują jednakowy charakter zmian. Zarówno wartości pH, jak i przewodności elektrycznej i mętności dla obu mytych obiektów stabilizują się w trakcie trwania procesu na określonym poziomie. W przypadku wartości pH zaobserwowano, że w pierwszej fazie procesu pH cieczy myjącej wyraźnie spada do wartości bli-

skiej 7. W przypadku płytowego wymiennika ciepła następuje to około 50. sekundy, w przypadku instalacji rurowej – około 30. sekundy. Spadek ten jest spowodowany wymywaniem z płyt wymiennika ciepła dużej ilości zanieczyszczeń mlekowych (pH mleka 6,5), co wyraźnie zmienia odczyn cieczy myjącej w kierunku kwaśnym. Po tym etapie następuje wzrost i stabilizowanie się pH wody płuczającej, co jest wynikiem jej mieszania się z wodą czystą i ponownego zawracania do instalacji. Na podstawie charakterystyki zmian odczynu cieczy myjącej można wnioskować, że w całym badanym zakresie czasu następowało wymywanie zanieczyszczeń z powierzchni płyt. Można przypuszczać, że im niższa wartość pH wody płuczającej i mniej zbliżona do pH wody pierwotnej, tym więcej zanieczyszczeń zostało wypłukanych z instalacji.

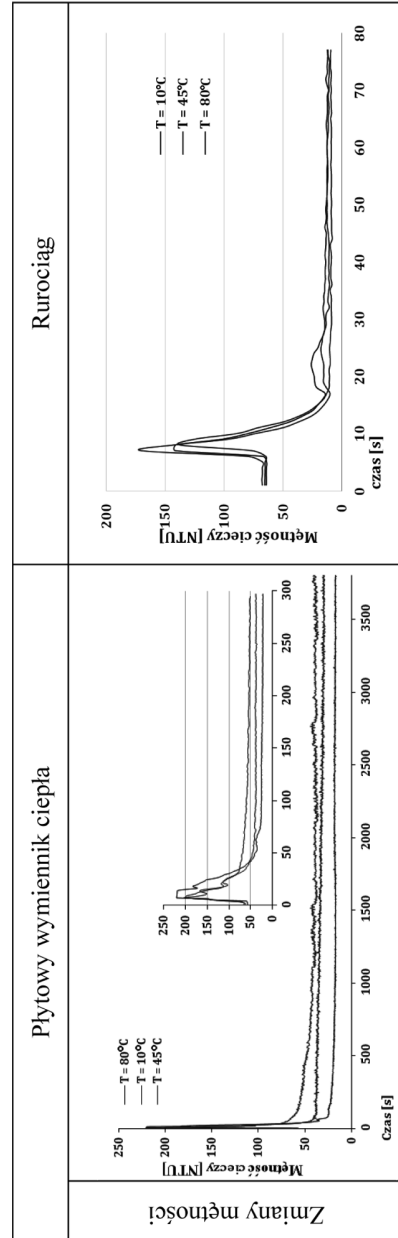
Tor układu pomiarowego przewodności elektrycznej cieczy myjącej był bardzo czuły na chwilowe zmiany mierzonej wielkości, co widać na zaprezentowanych charakterystykach. Przewodność wody czystej wynosi 0,8 mS/cm, natomiast przewodność mleka mieści się w zakresie od 0,2 mS/cm do 0,3 mS/cm. Można zatem przypuszczać, że im mniejsza przewodność, tym więcej zanieczyszczeń zostało wypłukanych z instalacji. Mierzona wielkość w trakcie mycia nie daje jednak jednoznacznych informacji o procesie. Zakres zmian przewodności elektrycznej jest niewielki zarówno w przypadku wymiennika, jak i rurociągu, a końcowa wartość przewodności w przypadku płytowego wymiennika ciepła kształtuje się na poziomie 0,7 mS/cm, natomiast rurociągu na poziomie 0,8 mS/cm.

Analiza charakterystyk zmian mętności cieczy myjącej obu badanych obiektów pozwala zaobserwować, że w pierwszych sekundach mycia następuje wyraźny skok wartości mętności do około 200 jednostek NTU. Świadczy to o wymywaniu dużej ilości zanieczyszczeń w pierwszym okresie mycia. Podczas mycia płytowego wymiennika ciepła po około 50 sekundach następuje gwałtowny spadek mętności i powolne stabilizowanie się na poziomie 45 jednostek NTU. Po około 900 sekundach (15 minutach) nie zachodzą już istotne zmiany, co świadczy o tym, że nie następuje już dalsze wymywanie zanieczyszczeń z powierzchni. Można z tego wnioskować, że przy tych parametrach procesu mycia jest to minimalny czas potrzebny do wypłukiwania zanieczyszczeń z instalacji. W przypadku mycia rurociągu spadek mętności następuje znacznie szybciej, bo już po około 20 sekundach i stabilizuje się na poziomie 15 jednostek NTU. Różnica ta wynika z wielkości powierzchni, która została zabrudzona mlekiem, a tym samym z ilości wprowadzonych w układ zanieczyszczeń. W obu przypadkach woda płuczająca nie osiąga wartości mętności wody czystej (początkowej), kształtującej się na poziomie $1 \div 4$ jednostek NTU, a im większa mętność wody płuczającej i różna od wody pierwotnej, tym więcej zanieczyszczeń zostało wypłukanych z instalacji.

Ponieważ zmiany wartości pH i przewodności słabo odzwierciedlają kinetykę procesu, to w dalszej części analizy pominięto je i skupiono się wyłącznie na zmianach mętności cieczy myjącej. Uzyskane z badań charakterystyki pogrupowano w zależności od stosowanych programów mycia, w których temperatura cieczy myjącej wynosiła 10°C; 45°C; 80°C, a prędkość przepływu czynnika myjącego



Rys. 2. Zmiany mierzonych wartości mętności cieczy myjącej dla programów mycia o różnych prędkościach przepływu
Źródło: opracowano na podstawie badań własnych.



Rys. 3. Zmiany mierzonych wartości mętności cieczy myjącej dla programów mycia o różnych temperaturach
Źródło: opracowano na podstawie badań własnych.

w przypadku płytowego wymiennika ciepła 0,35 m/s; 0,55 m/s; 0,75 m/s, natomiast w przypadku instalacji rurowej – 0,5 m/s; 1,5 m/s; 2,5 m/s. Wyniki pomiarów zaprezentowano na rysunkach 2 i 3.

Zestawienie na jednym wykresie uzyskanych charakterystyk zmian mętności cieczy myjącej w programach mycia z różną prędkości pozwala zaobserwować istotne różnice pomiędzy nimi. Analogicznie do wcześniej omawianych charakterystyk w pierwszych sekundach następuje istotny spadek wartości mętności, a następnie powolne stabilizowanie się jej na określonym poziomie jednostek NTU. Zaobserwowano, że im większa prędkość przepływu, tym szybciej następuje spadek mętności, a jej wartość stabilizuje się na wyższym poziomie. Jest to szczególnie widoczne w programach mycia płytowego wymiennika ciepła. Oznacza to, że z mytych obiektów wymytych zostało więcej zanieczyszczeń powodujących wzrost zmętnienia wody. Po tym czasie nie obserwuje się już istotnych zmian mętności, co świadczy o tym, że dalsze wymywanie zanieczyszczeń z instalacji już nie następuje. Czas, w którym mętność stabilizuje się, można uznać za minimalny, potrzebny do wypłukania zanieczyszczeń z instalacji.

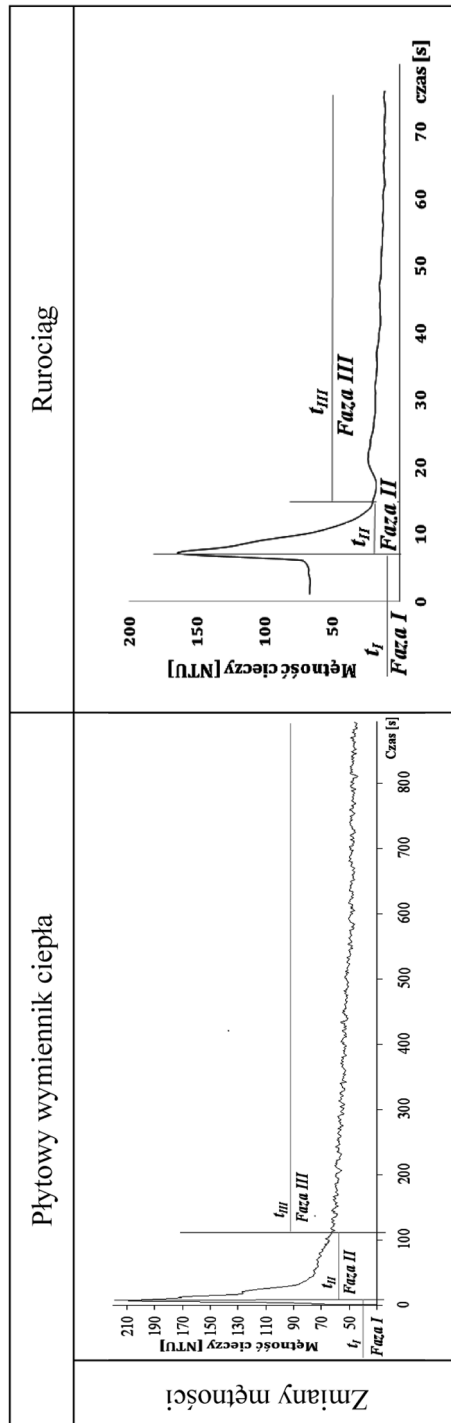
Na podstawie charakterystyk uzyskanych w programach mycia płytowego wymiennika ciepła można wnioskować, że mętność zmienia się znacząco w zależności od temperatury. Przykładowo w pierwszych sekundach procesu mycia płytowego wymiennika ciepła, w przypadku temperatury $T = 80^{\circ}\text{C}$, obserwuje się większy wzrost mętności – do około 220 NTU – niż dla temperatur niższych. Świadczy to o wymywaniu większej ilości zanieczyszczeń w tym czasie. W kolejnych sekundach procesu następuje spadek wartości mętności i jej stabilizowanie się na określonym poziomie. Zaobserwowano, że dynamika tego etapu jest różna dla różnych temperatur – podobnie jak końcowe wartości mętności. Najszybciej mętność stabilizuje się dla programu mycia z temperaturą cieczy myjącej $T = 45^{\circ}\text{C}$. Następuje to już po około 40 sekundach z końcową wartością około 50 jednostek NTU.

Przy temperaturze $T = 80^{\circ}\text{C}$ stabilizacja mętności następuje po około 80 sekundach na poziomie 25 jednostek NTU, co świadczy o tym, że mycie w tym przypadku było mniej skuteczne niż w temperaturze $T = 45^{\circ}\text{C}$. W przypadku charakterystyk uzyskanych z mycia rurociągu różnice pomiędzy uzyskanymi charakterystykami są niewielkie.

3.2. Wyznaczenie charakterystycznych faz mycia

Analizując zmiany mętności cieczy w trakcie procesu mycia, uznano, iż na podstawie tego pomiaru możliwe jest wyznaczenie charakterystycznych faz mycia. Przykładowej analizie dokonano dla programów mycia prowadzonych w temperaturze 45°C i w przypadku płytowego wymiennika ciepła dla prędkości przepływu 0,55 m/s, natomiast dla rurociągu – 1,5 m/s. Uzyskane wyniki zaprezentowano na rysunku 4.

W pierwszej fazie następuje zerwanie słabo związanych z powierzchnią cząstek osadu, w wyniku czego mętność w ciągu kilku sekund rośnie do wartości ok.



Rys. 4. Fazy procesu mycia

Źródło: opracowano na podstawie badań własnych.

210 NTU (wymyennik) i 170 NTU (rurociąg). W kolejnej fazie (faza II) obserwuje się spadek wartości mętności do około 60 jednostek NTU (wymyennik) i 25 NTU (rurociąg). W fazie tej następuje usuwanie zanieczyszczeń mocniej związanych z powierzchnią. Można przypuszczać, że w tym czasie głębsze warstwy struktury osadu są zwilżane, co skutkuje ich łatwiejszym wmywaniem. Jednak spadek wartości mętności cieczy informuje o tym, że ilość wmywanych zanieczyszczeń maleje w czasie. Ta faza mycia trwa do momentu, w którym pozostają osady bardzo mocno związane z powierzchnią. W przypadku analizowanej charakterystyki czas tej fazy wynosi około 120 sekund (wymyennik) i 20 sekund (rurociąg). To istotne różnicowanie w czasie zależy od wielkości zabrudzonej powierzchni, która w przypadku płytowego wymiennika ciepła wynosiła 0,46 m² natomiast w przypadku rurociągu 0,025 m². W kolejnej fazie, III, następuje domywanie osadów i powolne zmniejszanie się mętności.

Na podstawie przeprowadzonej analizy wyznaczono następujące fazy mycia:

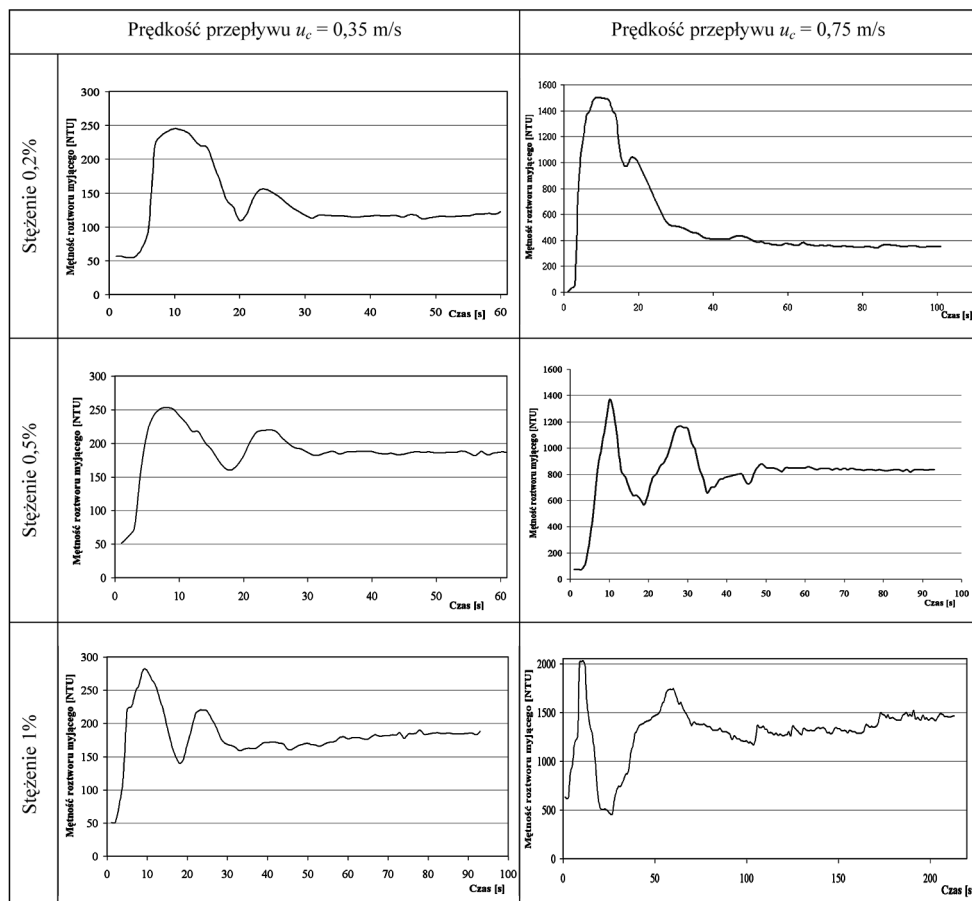
- faza I – faza omywania;
- faza II – faza intensywnego mycia;
- faza III – faza domywania.

Przedstawione fazy procesu mycia w pewnym stopniu przypominają etapy procesu mycia omawiane przez Gillhama i in. [2000]; Xina i in. [2003] oraz Wilsona [2003]. W przypadku badań Xin i in. [2003] oraz Wilsona [2003] w I i II etapie następowało pęcznienie osadu mlekowego, którego ze względu na zamknięty charakter procesu mycia nie zaobserwowano w badaniach własnych, natomiast w III etapie następowało domywanie osadów. Wyznaczone na podstawie krzywej mętności fazy mycia są zgodne z cytowanymi badaniami. Pomiar mętności jest zatem parametrem, na podstawie którego w warunkach *on-line* można wnioskować o procesie mycia i jego czasie.

3.3. Sprawdzenie poprawności pomiarów nefelometrycznych w obecności chemicznych środków myjących

Ponieważ poprzednie badania dotyczyły procesu mycia z wykorzystaniem czystej wody myjącej, postanowiono sprawdzić, czy pomiar mętności będzie również się sprawdzał w przypadku mycia z chemicznymi środkami myjącymi. Badania przeprowadzono wyłącznie dla płytowego wymiennika ciepła, który poddano myciu alkalicznym środkiem myjącym MIP CIP o różnych stężeniach, w temperaturze 10°C i przy różnych prędkościach przepływu. Uzyskane charakterystyki z badań przedstawiono na rysunku 5.

Uzyskane charakterystyki mętności w badaniach z wykorzystaniem alkalicznych środków myjących kształtują się w podobny sposób jak te, które omawiano we wcześniejszej części publikacji. W początkowej fazie mycia obserwuje się wzrost mętności, a następnie jej stabilizowanie się na określonym poziomie. Dalsza analiza pozwala zaważyć, że wraz ze wzrostem stężenia chemicznego środka myjącego



Rys. 5. Zmiany mętności roztworu myjącego o różnym stężeniu w trakcie procesu mycia

Źródło: opracowano na podstawie badań własnych.

go, a także ze wzrostem prędkości przepływu wzrasta końcowa wartość mętności, na której stabilizuje się roztwór myjący. Oznacza to, że w programach tych z powierzchni płyt wymiennika usuwane były większe ilości zanieczyszczeń. Najwyższą końcową wartość mętności, na poziomie $1300 \div 1400$ jednostek NTU uzyskano dla programu mycia z prędkością przepływu $u_c = 0,75$ m/s. Prowadzone badania każdorazowo monitorowano również pod kątem czystości mytych powierzchni. W przypadku programu, w którym uzyskano najwyższe wartości mętności, osiągnięto również bardzo dobre wyniki skuteczności mycia. Potwierdza to słuszność stosowania nefelometrów do monitorowania procesu mycia oraz poprawność tej metody.

4. Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, że zmiany pH i przewodności są niewielkie i ich wartości stabilizują się w trakcie procesu na określonym poziomie. W przypadku analizy charakterystyk zmian mętności obserwuje się istotne różnice, zależne od warunków mycia. Na ich podstawie wyznaczono trzy charakterystyczne fazy procesu mycia. Uzyskane charakterystyki zmian mętności, zarówno dla czystej wody, jak i dla chemicznych roztworów myjących w trakcie procesu mycia, pozwalają twierdzić o słuszności stosowania tej metody pomiaru jako metody monitorującej procesy mycia oraz wskazującej czas wymywania zanieczyszczeń z instalacji.

Biorąc pod uwagę wartości NTU jako wyznacznika ilości usuniętych zanieczyszczeń, można twierdzić o stopniu ich wymywania. Pomiaru te wymagają jednak wcześniejszych analiz w danym środowisku w celu poznania zakresu wartości mętności usuwanych w określonym procesie mycia danego urządzenia, których należy się spodziewać.

Literatura

- Blel W., Benezech T., Legentilhomme P., Legrand J., Le Gentil-Lelievre C., *Effect of flow arrangement on the removal of Bacillus spores from stainless steel equipment surfaces during a Cleaning In Place procedure*, Chemical Engineering Science 2007, 62, s. 3798–3808.
- Diakun J., Mierzejewska S., Piepiórka J., *Monitorowanie parametrów czynnika myjącego podczas mycia w przepływie*, Postępy Techniki 2009, 1.
- Gillham C.R., Fryer P.J., Hasting A.P.M., Wilson D.I., *Enhanced cleaning of whey protein soils using pulsed flows*, Journal of Food Engineering 2000, 46, s. 199-209.
- Grasshoff A., *Hygienic design: the basis for computer controlled automation*, Food and Bioproducts Processing 1992, Transactions of The Institution of Chemical Engineers Part C 70, s. 69-77.
- Jensen B.B.B., Friis A., Bénézech T., Legentilhomme P., Lelièvre C., *Local wall shear stress variations predicted by computational fluid dynamics for hygienic design*, Food and Bioproducts Processing 2005, Transactions of The Institution of Chemical Engineers Part C 83, Issue 1, s. 1-8.
- Lelievre C., Legentilhomme P., Gaucher C., Legrand J., Faille C., Bénézech T., *Cleaning in place: effect of local wall shear stress variation on bacterial removal from stainless steel equipment*, Chemical Engineering Science 2002, 57, Issue 8, s. 1287–1297.
- Lelievre C., Legentilhomme P., Legrand J., Faille C., Bénézech T., *Hygienic design: influence of the local wall shear stress variations on the cleanability of a three-way valve*, Food and Bioproducts Processing 2003, Transactions of The Institution of Chemical Engineers, Part A 81, s. 1071-1076.
- Piepiórka-Stepuk J., Diakun J., *Pomiar czynników charakteryzujących proces mycia płytowych wymienników ciepła*, Konferencja „Metody fizyczne w badaniu środowiska rolno-spożywczego i leśnego”, 7-9 września 2011.
- Wilson D.I., *Challenges in Cleaning: Recent Developments and Future Prospects*, Heat Exchanger Fouling and Cleaning: Fundamentals and Applications 2003, Vol. RP1, Article 21, s. 148-157.
- Xin H., Chen X. D., Özkan N., *A Mathematical Model of the Removal of Milk Protein Deposit, Heat Exchanger Fouling and Cleaning*, Fundamentals and Applications 2003, Vol. RP1, Article 22, s. 158-166.

APPLICATIONS OF NEFELOMETERS TO IDENTIFY CLEANING PROCESS IN THE FLOW

Summary: Monitoring closed circuit cleaning processes is both qualitative, as it entails inspecting the effectiveness of the process and taking into consideration physicochemical and microbiological aspects of surface cleanliness; and procedural, as it entails monitoring conductivity of the cleaning fluid and/or its pH. These measurements allow one to assess the correctness of cleaning process, the proper concentration of cleaning fluids and the degree of their washing out of the system in sequential cleaning stages. The research suggests that measuring liquid turbidity may also be an effective method of monitoring CIP systems.

Keywords: CIP system, monitoring, turbidity of cleaning solutions.