

Technische Universität München

Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde

Stoffübergang bei der Reinigung als Qualifizierungsmethode der Reinigbarkeit

Jürgen Hofmann

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt der Technischen Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines

**Doktor-Ingenieurs
(Dr.-Ing.)**

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Horst-Christian Langowski

Prüfer der Dissertation:

1. Univ.-Prof. Dr.-Ing. Karl Sommer
2. Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Hermann Nirschl,
Universität Karlsruhe (TH)

Die Dissertation wurde am 17.10.2007 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt am 19.11.2007 angenommen.

Die vorliegende Arbeit wurde in den Jahren 1998 bis 2006 an der Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt der Technischen Universität München am Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde durchgeführt.

Besonders bedanken möchte ich mich bei dem Lehrstuhlinhaber Herrn Prof. Karl Sommer für die Möglichkeit, dass ich diese Doktorarbeit an seinem Institut durchführen konnte. Auch dem zweiten Prüfer Herrn Prof. Hermann Nirschl und dem Prüfungsvorsitzenden Herrn Prof. Horst-Christian Langowski danke ich für die Übernahme des jeweiligen Amtes.

Am Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde war ich bereits während des Studiums als Hilfwissenschaftler, dann als Diplomand und letztendlich als Doktorand tätig. Während dieser Zeit habe ich Dank der vielseitigen Interessen von Herrn Prof. Karl Sommer nicht nur im Bereich der Verfahrenstechnik, sondern auch auf vielen anderen Gebieten mein Wissen bereichern können. Ganz besonders möchte ich mich bei Herrn Prof. Karl Sommer bedanken, dass er sein Möglichstes gibt, uns Wissenschaftlern nicht zu „Fachidioten“, sondern viel mehr zu offenen, kritischen, sozial kompetenten und gut ausgebildeten Menschen zu erziehen, die bereit sind, Verantwortung in vielen Bereichen des Lebens zu übernehmen.

Auch allen anderen Mitarbeitern des Lehrstuhles gilt mein besonderer Dank. Das hervorragende Arbeitsklima, sowie die vorhandene Hilfsbereitschaft und Fachkompetenz, sowohl unter den Wissenschaftlern als auch unter allen anderen Mitarbeitern, ermöglichten mir ein angenehmes und effektives Arbeiten am Institut. Insbesondere bedanke ich mich bei der Werkstatt unter Leitung von Herrn Peter Rauscher, die mit Rat und Tat und vor allem mit viel Engagement jeder Zeit zur Stelle waren.

Sehr viel zu verdanken habe ich Herrn Dr. Gerhard Hauser. Er hat mich zum Hygienic Design Experten angelernt und mir die Thematik der Testmethoden näher gebracht. Um Erfahrungen in Gremien zu sammeln, hat er mich schon früh in die Arbeitsgruppen der EHEDG eingeführt. Nach Beginn seines wohlverdienten Ruhestandes durfte ich schließlich alle seine Aufgaben übernehmen und wurde überall dank seiner Reputation als kompetenter Ansprechpartner akzeptiert.

Dem früheren Lehrstuhl für Milchwissenschaft unter der Leitung von Herrn Dr. Ingolf Krause mit seiner Assistentin Frau Irmgard Sperrer bin ich sehr dankbar für die Unterstützung im Bereich Analytik. Lange Diskussionen über ungewöhnliche Randbedingungen, die durch die Reinigung entstehen, hatten weit reichende Anpassungen des ELISA zur Folge.

Ich möchte mich weiterhin beim Verein der Freunde des Lehrstuhls für Maschinen- und Apparatekunde e.V. für die Finanzierung der ELISA Tests nach Abschluss des AiF Projektes bedanken. Als keine Forschungsmittel mehr zur Verfügung standen, hat der Verein die entscheidende Aufgabe übernommen und dieses Projekt zu Ende geführt.

Ich danke ebenso den vielen studentischen Mitarbeitern, die einen wesentlichen Beitrag zu der vorliegenden Arbeit geleistet haben. Dies gilt allen, die als Hilfwissenschaftler für mich gearbeitet oder eine Semesterarbeit bei mir angefertigt haben. Besonders erwähnen möchte ich die Diplomanden Herrn Florian Kröber, Herrn Armin Dirscherl und Frau Daniela Schautzgy mit ihren hervorragenden Arbeiten.

Auch meine Eltern und meine Freunde haben viel dazu beigetragen, dass ich die lange Zeit als Student und Doktorand in Weihenstephan für immer in sehr guter Erinnerung behalten werde.

Zu guter Letzt möchte ich meiner Frau Harriet danken, die mich unterstützte, diese Arbeit zu Ende zu bringen und in den letzten beiden Jahren an vielen Wochenenden auf mich verzichten musste.

„Scientists tackle those problems which can be solved;
engineers are faced with problems which *must* be solved.”

Sherwood, 1952

Inhaltsverzeichnis

Formelzeichen und Abkürzungen	IV
1	Vorwort 6
2	Thematik 8
2.1	Lösungsansatz..... 8
2.2	Aufgabenstellung 9
3	Problemkreis und Kenntnisstand 10
3.1	Definitionen und rechtliche Grundlagen 10
3.2	Anforderungen der Reinigbarkeit (Hygienic Design) 12
3.2.1	Kontaminationsquellen..... 12
3.2.2	Hygienegerechte Produktionsstätten 13
3.2.3	Hygienegerechte Produktionsanlagen 13
3.3	Beurteilung der Reinigbarkeit (Testmethoden) 18
3.3.1	EHEDG Reinigbarkeitstest..... 18
3.3.2	QHD Prüfsystem 21
3.4	Reinigung und Reinigungsvalidierung..... 22
3.4.1	CIP-Reinigung in der Lebensmittelindustrie 23
3.4.2	Reinigungsvalidierung von Anlagen zur Lebensmittelherstellung 26
3.5	Bisherige Untersuchung zum Reinigungsverhalten 27
4	Theoretische Grundlagen 40
4.1	Diffusion..... 40
4.1.1	1. Fick'sches Gesetz..... 42
4.1.2	2. Fick'sches Gesetz..... 43
4.2	Strömungsmechanik und Schmutzabtrag 44
4.2.1	Strömungsmechanische Grundlagen..... 44
4.2.2	Laminare und turbulente Strömungsform..... 46
4.2.2.1	Laminare Strömung 47
4.2.2.2	Turbulente Strömung 47
4.2.3	Schubspannung 49
4.2.4	Grenzschichtströmung 50
4.3	Stoffübertragung bei turbulenter Vermischung 53
4.3.1	Konzentrationsgrenzschicht..... 55
4.3.2	Analogie zum Wärmeübergang..... 57

4.4	Gleichungen für die Berechnung des Wärme- und Stoffübergangs	59
4.5	Stömungsmechanische Einflussfaktoren auf die Reinigung	67
4.6	Stoffübergang und Reinigbarkeit.....	68
5	Entwicklung einer Methode zur Qualifizierung der Reinigbarkeit	70
5.1	Zusammenspiel von Verschmutzungsmatrix und Detektionsverfahren.....	70
5.1.1	β-Lactoglobulin und ELISA	72
5.1.2	Casein und ELISA.....	76
5.1.3	Protein und NIR/MIR.....	77
5.1.4	Protein und BCA Protein Test	78
5.2	Bewertungskriterium der Reinigbarkeit	79
6	Bestimmung des Diffusionskoeffizienten	82
6.1.1	Manuelle Probennahme	82
6.1.2	Automatische Trübungsmessung.....	83
6.2	Ergebnisse der Diffusionskoeffizientenbestimmung.....	84
6.2.1.1	Ergebnisse der manuellen Probennahme	85
6.2.1.2	Ergebnisse der automatischen Trübungsmessung	87
6.2.2	Ergebnis und Diskussion der Diffusionskoeffizientenbestimmung	90
7	Material und Methoden.....	92
7.1	Verschmutzungsmatrix	92
7.2	Analyseverfahren: BCA Protein Test	92
7.3	Testbauteile: geometrisch ähnliche Rohrstücke.....	95
7.4	Versuchsdurchführung	96
8	Ergebnisse und Diskussion.....	98
8.1	Versuchsergebnisse	98
8.1.1	Abreinigungsraten im geraden Rohr	98
8.1.1.1	Gerades Rohr mit Nennweite DN 25.....	98
8.1.1.2	Gerades Rohr mit Nennweite DN 50.....	101
8.1.1.3	Vergleich der Reinigungsdaten und Sherwood-Zahl Berechnung	104
8.1.1.4	Vergleich der unterschiedlichen Möglichkeiten zur Bestimmung der Sherwood-Zahl.....	107
8.2	Diskussion der Ergebnisse	110
8.2.1	Dimensionslose Darstellung des Reinigungsergebnisses.....	110
8.2.2	Anwendung der Wärmeübergangsgleichungen auf die Reinigung	112
8.2.3	Experimentelle Übereinstimmung	113

9	Ausblick.....	116
10	Zusammenfassung.....	118
11	Literaturverzeichnis.....	120
12	Abbildungs- und Tabellenverzeichnis	130
	Lebenslauf.....	133

Formelzeichen und Abkürzungen

Lateinisches Alphabet

<i>Bezeichnung</i>		<i>Einheit</i>
A	Fläche	[m ²]
a	Temperaturleitzahl	[m ² /s]
c	Konzentration	[g/m ³]
c _l	Konzentration der Reinigungsflüssigkeit	[g/m ³]
c _w	Konzentration an der Rohrwand	[g/m ³]
Δc	Konzentrationsdifferenz	[g/m ³]
c _p	spez. Wärmekapazität	[J/(kg*K)]
D	Diffusionskoeffizient	[m ² /s]
d	Rohrdurchmesser	[m]
h	Höhe	[m]
J	Teilchenstromdichte, Flux	[mol/m ² s]
k	Oberflächenrauheit	[μm]
L	Rohrlänge	[m]
m	Masse	[g]
ṁ	Massenstrom	[g/s]
m ₀	Einwaage an Molkenproteinmatrix	[g]
N ₀	Ausgangskeimzahl	[cm ⁻²]
Nu	Nusselt-Zahl	-
p	Druck	[bar]
Δp	Druckdifferenz	[bar]
pH	pH-Wert: Wasserstoffionenkonzentration	-
Pr	Prandtl-Zahl	-
Pr _w	Prandtl-Zahl bei Wandtemperatur θ _w	-
R	Reinigungsrate	[g/m ² s]
Ra	Mittenrauwert von Oberflächen	[μm]
Re	Reynolds-Zahl	-
Sc	Schmidt-Zahl	-
Sh	Sherwood-Zahl	-
t	Zeit	[s]
T	Temperatur	[°C]
u	Durchflussgeschwindigkeit	[m/s]
Ṁ	Volumenstrom	[m ³ /s]
x	allg.: Abstand; Rohrlänge	[m]

Griechisches Alphabet

<i>Bezeichnung</i>		<i>Einheit</i>
α	Wärmeübergangskoeffizienten	[W/m ² K]
β	Stoffübergangskoeffizienten	[m/s]
δ	Filmdicke, Grenzschichtdicke	[μ m]
ε	Sandkornrauigkeit k/d	-
γ'	Schergefälle	[s ⁻¹]
η	dynamische Viskosität	[N s/m ²]
λ	Wärmeleitfähigkeit	[W/mK]
λ_{turb}	Verlustbeiwert der turbulenten Strömung	-
ν	kinematische Viskosität	[m ² /s]
θ	Temperatur	[K]
ρ	Dichte	[m ³ /kg]
σ	Spannung	[N/m ²]
τ	Schubspannung	[N/m ²]

Indices

F	Film
l	Flüssigkeit (liquid)
s	Feststoff (solid)
w	Wand

Abkürzungen

AiF	Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen, www.aif.de
ATP	Adenosin-tri-phosphat
BCA	bicinchoninic acid (protein assay)
CFD	computational fluid dynamics, numerische Strömungssimulation
CIP	cleaning in place
COP	cleaning off place
DIN	Deutsches Institut für Normung, www.din.de
EHEDG	European Hygienic Engineering & Design Group, www.ehedg.org
ELISA	Enzyme Linked Immunosorbant Assay
EU	Europäische Union
GMP	Good Manufacturing Practice
HACCP	Hazard Analysis and Critical Control Points

H ₂ O	Dihydrogenmonoxid, Wasser
IDF	International Dairy Federation, www.fil-idf.org
MIR	mittleres Infrarot
NaOH	Natriumhydroxid, Natronlauge
NIR	nahes Infrarot
NSF	National Sanitary Foundation International, www.nsf.org
PBST	Phosphat buffered saline mit Tween [®] , Harnstoffpuffer
QHD	Qualified Hygienic Design
RLU	relative light units
Tween [®] 20	Polyaethylenglycolsorbitanmonolaurat
VDI	Verein Deutscher Ingenieure e.V., www.vdi.de
VDMA	Verband Deutscher Maschinen- und Anlagenbauer e.V., www.vdma.org

1 Vorwort

Ein immer wiederkehrendes Thema in allen Medien ist seit Jahren die Nichteinhaltung des Verbraucherschutzes. Etliche Lebensmittelskandale rufen nicht nur die Presse, sondern auch die Politik auf den Plan. Dies spiegelt sich wider in einer Fülle an überarbeiteten und neu veröffentlichten Gesetzen, Verordnungen und Normen in den letzten 7 Jahren. In Deutschland wurden Ministerien neu strukturiert und mit eindeutigen Aufgaben hinsichtlich Verbraucherschutz und Risikominimierung ausgestattet. Die EU hat eigens dafür eine neue Behörde installiert, die sich um Fragen der Produktsicherheit kümmert. Dies wurde im Rahmen des neu gestalteten Lebensmittelhygienerechts festgelegt [Europäisches Parlament und der Rat der Europäischen Union, 2002].

Die Gewohnheiten der Gesellschaft der Industrienationen verändern sich, so dass heute eine optimale und gesunde Ernährung im Vordergrund steht. Optimal bezieht sich nicht nur auf eine vollständige Abdeckung aller benötigten Nährstoffe, sondern auch auf den Umgang, die Haltbarkeit und die Zubereitung der Lebensmittel. Die Ansprüche in diesem Bereich steigen nicht nur beim Verbraucher, auch der Handel möchte gerne mit längeren Haltbarkeiten einfacher disponieren können.

Durch die verschiedenartigen Krankheiten und Allergien sind jedoch viele Menschen in der Auswahl ihrer Lebensmittel eingeschränkt. Auf der anderen Seite steigt damit der Bedarf an direkt auf diese Gruppen zugeschnittene Lebensmittel. So macht es für die Großindustrie bereits Sinn, laktosefreie Milch anzubieten, da die Anzahl an Abnehmern kontinuierlich steigt.

All diese Veränderungen haben direkte Auswirkungen auf die Produktionsanlagen, die Prozesstechnologie und das Qualitätsmanagement. Der hygienische Zustand einer Anlage vor und während der Produktion wird wichtiger denn je. Reinigungsvalidierungen und die Dokumentation der Reinigungsprozesse werden als Beweis bei Audits vorgelegt, dass ein optimaler hygienischer Zustand der Anlagen erreicht wurde. Voraussetzung für eine erfolgreiche Reinigungsvalidierung ist allerdings, dass die verwendeten Produktionsanlagen auch geeignet sind, sich vollständig reinigen zu lassen. Diesbezüglich sind allgemeine Anforderungen vom Gesetzgeber, den Normungsgremien und verschiedenen Organisationen (EHEDG, VDMA) veröffentlicht. Diese Thematik wird unter dem Begriff „Hygienic Design“ zusammengefasst. Eine praktische Überprüfung dieser Kriterien mit der Beweisführung, dass die Anlagen geeignet sind, wird im Detail noch nicht durchgeführt. Für den Betreiber und den Maschinenbauer steht die Funktion der Anlage und die Prozesstechnologie im Vordergrund. Der mikrobiologische Zustand des Produktes wird verwendet, um eine Aussage zum hygienischen Zustand der Produktionsanlage zu treffen. D. h. solange das Produkt nicht kontaminiert ist, ist die Produktionsanlage ausreichend gereinigt worden. Allerdings tritt häufig der Verderb von Lebensmitteln in einzelnen Packungen auf und wird damit aus statistischen Gründen nicht vollständig detektiert. Die kontaminierten Waren gelangen in den Verkauf und der Konsument kann geschädigt wer-

den. Verantwortlich hierfür ist der Lebensmittelhersteller [N.N., 2004b]. Daher sollte dieser alles daran setzen, sichere Lebensmittel herzustellen und das Risiko zu verringern.

Weiterhin sind die Reinigungsprozesse nach wie vor nicht optimal ausgelegt und verursachen zu hohe Kosten. Während der Reinigung kann nicht produziert werden und somit ist die Verfügbarkeit der Produktionsanlage eingeschränkt. Die Kosten für Reinigungsmittel sollten ebenso nicht unterschätzt werden. Hinzu kommt noch der Aufwand der Neutralisation, Klärung und Aufbereitung der Abwässer. Daher dürfen die Aspekte der reinigungsfreundlichen Gestaltung in diesem Zusammenhang nicht vergessen werden. Nur durch ein Zusammenspiel von Qualitätsmanagement und Hygienic Design ist die Sicherung der Produktqualität und eine effiziente Lebensmittelherstellung möglich.

2 Thematik

Im Rahmen der Qualitätssicherung werden während der laufenden Produktion stichprobenartig Chargen untersucht. Werden Abweichungen in der Qualität festgestellt, kommen diese Produktchargen nicht in den Verkauf. Somit wird zwar der Konsument geschützt, der Herstellungsbetrieb hat dagegen einen Verlust zu beklagen. Da diese Maßnahmen sehr wirkungsvoll für den Verbraucherschutz sind, der Hersteller jedoch nur reagieren kann, werden Managementsysteme entwickelt, die eine vorkehrende Sicherung der Produktqualität erlauben. Hierbei werden alle wichtigen Einflussfaktoren beleuchtet und versucht, das Risiko im Vorfeld zu minimieren [DIN - Deutsches Institut für Normung, 2005a].

Ein entscheidender Faktor in diesem Zusammenhang ist die Gestaltung und die Installation der Produktionsanlagen. Hier gibt bereits der Gesetzgeber einige grundlegende Anforderungen vor [Maschinenrichtlinie, 1998]. Die Überprüfung der Einhaltung dieser Kriterien kann anhand der Konstruktionszeichnung geschehen oder durch praktische Testmethoden, wobei der Beweis geführt wird, dass sich das Bauteil leicht reinigen lässt. Zur Beurteilung der Reinigungsfähigkeit sind bereits mehrere Testmethoden veröffentlicht (siehe Kap. 3.3), die sich allerdings nur auf Einzelkomponenten beschränken. Die Überprüfung von Gesamtanlagen ist bis heute nicht zufriedenstellend möglich.

2.1 Lösungsansatz

Der Bedarf an zusätzlichen Testmethoden war das Thema des ersten AiF Projektes (11799N) „Standardisierte Testmethoden zur Validierung der Reinigbarkeit von Apparaten und Anlagen der Lebensmittelindustrie“. Es sollte eine produktunabhängige Methode entwickelt werden, die in der Industrie vielseitig eingesetzt werden kann, um die reinigungsfreundliche Gestaltung von Produktionsanlagen zu bewerten. Der Fokus liegt auf Lebensmitteln die flüssig verarbeitet werden. Da die zu überprüfenden Anlagen bereits in den Fabriken aufgebaut sind, darf die Testmethode weder eine Gefahr für den folgenden Betrieb der Anlage, noch für die Prozessumgebung darstellen. Der Einsatz von Mikroorganismen ist aus diesen Gründen als problematisch anzusehen. Daher sollte mit einer nicht mikrobiologischen Verschmutzung und einem dazugehörigen Detektionsverfahren das Abreinigungsverhalten in den Produktionsanlagen bewertet werden. Damit würde eine Validierung der Reinigung und eine Überprüfung der Reinigungsfähigkeit der Anlagen ermöglicht. Für derartige Gesamtbeurteilungen ist eine Untersuchung von Spülwasserproben vorgesehen gewesen, welche im Anschluss an eine standardisierte Verschmutzung und Reinigung entnommen werden. Bei Feststellung von Befunden soll die Möglichkeit gegeben sein, hygienische Problemstellen einzugrenzen. Weiterhin war vorgesehen, dass die untoxische und nicht-mikrobielle Nachweissubstanz dem Lebensmittel zugesetzt wird und so unter Praxisbedingungen eine produktabhängige Validierung des Reinigungserfolges durchgeführt wird.

Trotz mehrjährigen Versuchen und verschiedenen Kombinationsmöglichkeiten von

Verschmutzungs- und Detektionsmethode konnte kein vernünftiges Bewertungssystem entwickelt werden. Die Ergebnisse sind bauteilspezifisch und es konnte keine allgemeingültige Ableitung gefunden werden, die die Reinigungsfähigkeit beurteilt. Für die Beurteilung des Reinigungserfolges fehlte ein Bewertungskriterium für eine saubere Anlage. Praxisversuche zeigten, dass nach der Reinigung der Produktionsanlagen immer noch Restschmutz detektiert werden konnte. Die Frage, wann eine Anlage als sauber definiert werden kann, konnte in Zusammenarbeit mit der Industrie nicht endgültig geklärt werden.

Mit Blick auf die Verfahrenstechnik entstand die Idee, den Reinigungsvorgang mit dimensionslosen Kennzahlen zu beschreiben und anhand derer eine Festlegung zu treffen, wann eine Anlage leicht zu reinigen ist.

2.2 Aufgabenstellung

Eine Betrachtung der Reinigung unter verfahrenstechnischen Gesichtspunkten schließt die Bereiche Stoffübergang, Strömungsmechanik und Haftung der Verschmutzungsmatrix ein.

Aufgabe dieser Arbeit ist, die Reinigung mit Hilfe des Stoffübergangs zu beurteilen und dies in eine Qualifizierungsmethode zur Bewertung der Reinigungsfähigkeit umzusetzen. Somit wird in der folgenden Arbeit der Beweis geführt, dass die Reinigung in Rohrleitungssystemen als Stoffübergang betrachtet werden kann und die bekannten Gesetzmäßigkeiten des Wärmeübergangs analog Verwendung finden. Demzufolge kann der Reinigungsvorgang mittels der dimensionslosen Kennzahlen von Sherwood Sh , Schmidt Sc und Reynolds Re charakterisiert werden.

Die Berücksichtigung des Stoffüberganges beim Reinigungsvorgang birgt großes Potential in sich, vor allem in Bezug auf die Auslegung und Planung von Produktionsanlagen. Dimensionslose Kennzahlen fassen die Abhängigkeit von sich gegenseitig beeinflussenden Faktoren zusammen. So können an einer kleinen Modellanlage die Kennzahlen ermittelt werden und direkt auf Großanlagen ohne weitere Versuche übertragen werden, so lange die geometrischen und strömungsmechanischen Verhältnisse ähnlich bleiben. Der Aufwand und die entstehenden Kosten werden bei diesem Vorgehen stark reduziert.

Weiterhin kann ein Grenzwert in der Sherwood-Zahl festgelegt werden, der mindestens erreicht werden muss, damit eine schnelle oder leichte Reinigung erfolgt. Diese Schnelligkeit der Reinigung in Form des Stoffübergangskoeffizienten β ist ein Maß für die Reinigungsfreundlichkeit einer Anlage. Eine weitere Möglichkeit ist der Vergleich von zwei Anlagen unterschiedlicher Hersteller für den gleichen Prozessschritt. Auch hier können die Kennzahlen des Stoffübergangs anhand von Kleinanlagen im Labor- oder Technikumsmaßstab ermittelt und miteinander verglichen werden, um herauszufinden, welche Anlage sich besser reinigen lässt. Damit ist die Auswahl einer optimalen Anlage möglich und mit praktischen Versuchen belegt.

3 Problemkreis und Kenntnisstand

Im Zusammenhang mit der Thematik Qualifizierung und Validierung der Reinigbarkeit von Maschinen bestehen spezielle konstruktive Anforderungen an Komponenten und Anlagen, welche für die Lebensmittelherstellung verwendet werden. Diese und die Grundlagen des Reinigungsprozesses werden in diesem Kapitel dargestellt.

3.1 Definitionen und rechtliche Grundlagen

Der Begriff Hygienic Design umfasst die Konstruktionsgrundlagen für Bauteile, Komponenten und Anlagen, um sie sicher, einfach und schnell reinigen zu können. Als Reinigung wird die Entfernung von Schmutz, d. h. aller unerwünschten Substanzen, auf den Oberflächen definiert [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 2004a]. Reinigbare Bauteile erfüllen somit diese spezifischen Anforderungen und lassen sich leicht von Schmutz befreien. Dies hat zum Ziel, dass zum einen die Anlagen sicher gesäubert werden können, d. h. reproduzierbar und vollständig, und gleichzeitig der Reinigungsaufwand minimiert werden kann.

Um sichere Lebensmittel herstellen zu können, ist es notwendig, einen gewissen hygienischen Status während der Produktion aufrecht zu erhalten. Dieser ist abhängig von einer Vielzahl von Einflussfaktoren. Unterteilt werden können diese in prozessabhängige und maschinenabhängige Faktoren (Abb. 3.1).

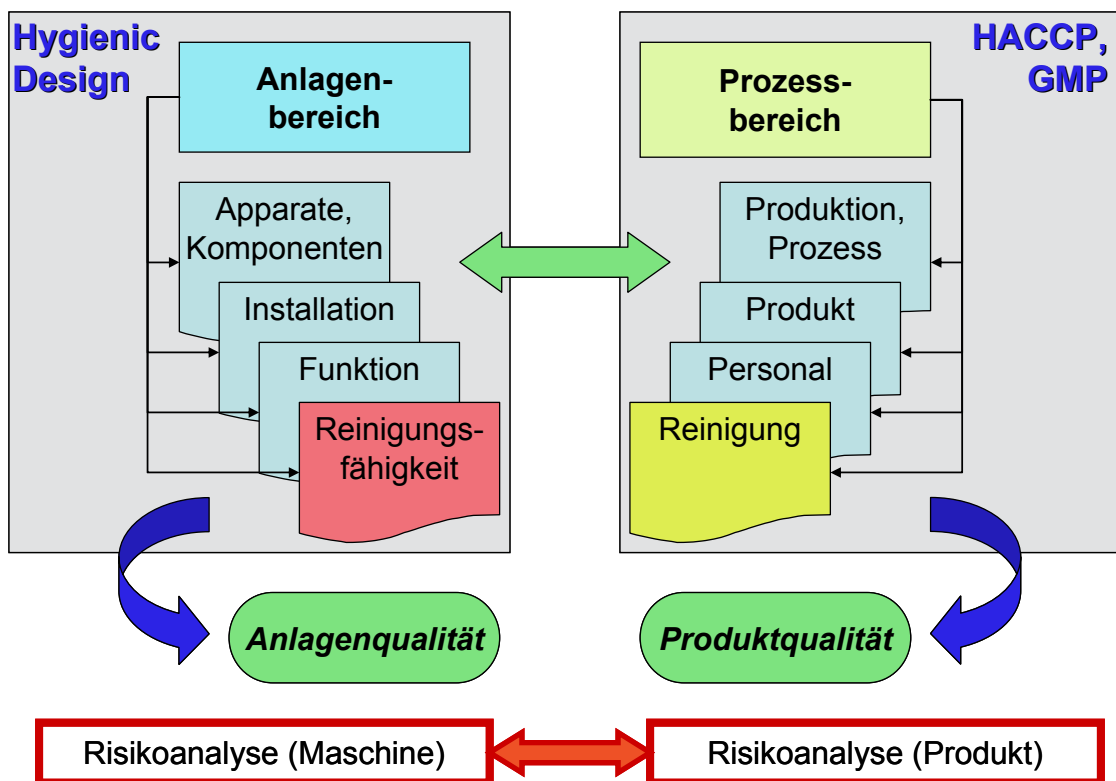


Abb. 3.1: Zuordnung von Begriffen und Bereichseinteilung in der Lebensmittelherstellung

Auf der produktabhängigen Seite (Prozessbereich rechts in Abb. 3.1) befindet sich sowohl die Qualität der Lebensmittel, deren Überwachung und Analysenmethoden als auch qualitätssichernde Maßnahmen. Hier ist vor allem das vom Gesetzgeber vorgeschriebene HACCP-Konzept zu nennen. Dies beleuchtet den gesamten Produktionsprozess und definiert Gefahren, die zu einer Produktkontamination führen können und damit den Verbraucher schädigen. Hiermit sind Punkte wie Personalhygiene, aber auch das optimale Reinigungsverfahren der Produktionsanlagen abgedeckt.

Dem gegenüber steht der Bereich der Maschinen und Anlagen. Hier sind die Voraussetzungen für eine hohe Lebensmittelqualität begründet. Die Anlagen für die Produktion von Lebensmitteln müssen laut Gesetzgeber dafür geeignet sein. Dies bedeutet, dass sie die Qualität des Lebensmittels während der Produktion nicht beeinflussen und auch keine Kontaminationsgefahr darstellen. Daher muss sichergestellt werden, dass sich die Anlagen vollständig reinigen lassen, denn nur dann besteht ein minimales Risiko, dass noch nach der Reinigung verbleibende Mikroorganismen oder Produktreste die Folgecharge kontaminieren könnten. Werden die konstruktiven Anforderungen des Hygienic Designs umgesetzt (siehe Kap. 3.2), ist eine sichere und vollständige Reinigung möglich. Das Reinigungsverfahren wiederum ist abhängig vom Lebensmittel und den Betriebszeiten der Anlage.

In Europa gibt es nur ein Gesetz, welches für den Bereich Hygienic Design zutrifft: Die Maschinenrichtlinie [Maschinenrichtlinie, 1998], die 1989 in Kraft trat und in ihrer aktuellen Version von 1998 gültig ist. Die neu überarbeitete Version vom Mai 2006 tritt Ende 2009 in Kraft [N.N., 2006]. Diese Richtlinie ist eine Sicherheitsrichtlinie und somit wurde erstmals festgelegt, dass von den Produktionsanlagen eine Gefahr auf die Lebensmittelsicherheit ausgehen kann. Im Anhang I dieser Richtlinie ist eine detaillierte Aufzählung von konstruktiven Anforderungen vorhanden, die bei Anlagen für die Lebensmittelproduktion angewendet werden müssen.

Neben diesem Gesetz gibt es noch zwei Normen, die diese Forderungen interpretieren und mit Beispielen belegen. Dies ist zum einen die international gültige Norm DIN EN ISO 14159 [DIN - Deutsches Institut für Normung, 2004], welche auch Anlagen für die Pharmaindustrie abdeckt. Zum anderen ist es die europäische Norm DIN EN 1672-2 [DIN - Deutsches Institut für Normung, 2005b], welche nur für den Lebensmittelbereich zuständig ist. Inhaltlich sind beide fast identisch. Nützlich in beiden Normen ist eine Risikoanalyse für Maschinen, um das Gefahrenpotential, welches von der Maschine ausgehen kann, beherrschen und beschreiben zu können.

Die Vorgaben für diese Normen lieferte vor allem eine private europäische Organisation, die seit 1989 existiert und seither viele Leitlinien bezüglich Hygienic Design veröffentlicht hat. Die European Hygienic Engineering & Design Group (EHEDG) interpretierte die Maschinenrichtlinie und stellte fest, wie eine hygienegerechte Konstruktion auszusehen hat. Dieser Organisation ist zu verdanken, dass Konstrukteure von Bauteilen und Anlagen eine Anleitung bekommen, was bei einer hygienegerechten Konstruktion zu berücksichtigen ist und wie sie ausgeführt werden kann.

Weitere Organisationen, die in diesem Bereich Leitlinien veröffentlicht haben, ist die Abteilung der sterilen Verfahrenstechnik des VDMA in Frankfurt und die International Dairy Federation (IDF) mit Sitz in Brüssel.

3.2 Anforderungen der Reinigbarkeit (Hygienic Design)

Nach der Definition beschränkt sich das Hygienic Design nur auf die konstruktiven Anforderungen von Produktionsanlagen. Wird jedoch die Lebensmittelsicherheit in den Vordergrund gestellt und analysiert, welche Bereiche diesbezüglich eine Gefahr darstellen, muss der Begriff Hygienic Design viel weiter gefasst werden.

3.2.1 Kontaminationsquellen

Für den Verbraucher ist es entscheidend, dass ihm durch den Verzehr von Lebensmitteln keinerlei gesundheitliche Beeinträchtigungen widerfahren. Ursachen hierfür können sehr unterschiedlich sein. Prinzipiell sind drei Quellen zu unterscheiden [DIN - Deutsches Institut für Normung, 2005b]:

- physikalische,
- chemische und
- mikrobiologische Kontaminationen.

Zu den physikalischen Kontaminationsquellen zählen alle Fremdstoffe, die aus der Umgebung oder von Maschinenbestandteilen stammen. So können z. B. Dreck, Steine und Holzsplitter in nicht ausreichend gewaschenem Salat, Obst oder Gemüse eine Verletzungsgefahr für den Konsumenten darstellen. Auf der anderen Seite können Materialabtragungen in den Anlagen zu einer erhöhten Schwermetallbelastung der Lebensmittel führen. Glassplitter und Kunststofffasern von Transportbändern oder Dichtungen sind weitere Kontaminationen.

Chemische Verunreinigungen können bereits in geringen Konzentrationen erheblichen Schaden an der Gesundheit des Verbrauchers hervorrufen. Die Ursachen sowohl einer chemischen Kontamination als auch die gesundheitsschädlichen Substanzen sind sehr vielfältig. Hauptquellen sind unter anderem Rückstände von Reinigungs- und Desinfektionsmitteln. Diese Rückstände treten z. B. bei falsch konstruierten Anlagen auf, wenn eine rückstandsfreie Entleerung von Behältern nicht möglich ist. Ebenfalls bei sehr langen toten Enden in Rohrleitungen, die in der zur Verfügung stehenden Reinigungszeit nicht ausgespült werden können. Weiterhin können chemische Kontaminationen durch den Kontakt mit Werkstoffen oder Verpackungsmaterial ausgelöst werden. Dadurch entsteht eine Migration von chemischen Substanzen, die sich im Lebensmittel anreichern. Ferner kann der Kontakt mit Schmiermitteln oder der Einfluss der Umgebung eine weitere chemische Kontaminationsquelle darstellen.

Die Hauptsorge der Lebensmittelindustrie stellt eine mikrobiologische Kontamination von Nahrungsmitteln dar. Das Vorhandensein von pathogenen Keimen und der damit verbundene Ausbruch einer Lebensmittelinfektionskrankheit kann einen Nahrungsmittelproduzenten in den Ruin treiben. Vergleichbar ist die Anwesenheit von mikrobiologischen Toxinen, die hitzeresistent sind und vor allem bei Konserven auftreten.

Die gesundheitliche Beeinträchtigung des Konsumenten kann enorm sein und bis zum Tode führen. Daher muss alles unternommen werden, um diese Gefahr zu beseitigen. Voraussetzung ist, dass die Produktionsanlagen gereinigt und sterilisiert werden können, wobei hier die Anforderungen des Hygienic Designs greifen müssen.

3.2.2 Hygienegerechte Produktionsstätten

Das Umfeld einer Produktionsanlage hat direkten Einfluss auf die Lebensmittelqualität und ist für eine Risikobetrachtung bezüglich Lebensmittelsicherheit relevant. Somit muss bereits bei der Standortauswahl das Betriebsgelände und die sich in der Nachbarschaft befindlichen Industrien berücksichtigt werden. Luft und Wasserqualität sind entscheidend [IDF - International Dairy Federation, 1987; Jowitt, 1980].

Das primäre Ziel von hygienegerechten Produktionsstätten ist der Aufbau und das Vorhandensein von wirksamen Grenzen gegenüber Kontaminationen, vor allem den mikrobiologischen. Deshalb sollten Produktionsstätten so geplant und konstruiert sein, dass sie mit einer Reihe von Maßnahmen das Eindringen von Kontaminationen in den Produktionsbereich verhindern. Somit entstehen innerhalb einer Produktionsstätte verschiedene Bereiche mit unterschiedlichen hygienischen Anforderungen. Die EHEDG unterscheidet hierbei drei Bereiche: Basic, medium und high hygienic zone [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 2003]. Diese Zonen dienen der Definition von Anforderungen bezüglich Hygienic Design und Produktionshygiene (inkl. Personalhygiene). Zudem wird verhindert, dass Kontaminationen bereichsübergreifend stattfinden können. Die medium hygienic zone dient z. B. als Barriere und Abschottung der high hygienic zone.

Demzufolge gibt es spezielle konstruktive Anforderungen an Produktionsräume (Böden, Wände, Decken), die eine Reinigung und Desinfektion ermöglichen und damit das Risiko einer Lebensmittelkontamination minimieren. Die Einbindung von Abwassersystemen und die Konstruktion von Gullys müssen so ausgeführt sein, dass keinerlei Kontaminationen rückwärts wieder in den Produktionsbereich gelangen können. In Bereichen, in denen mikrobiologisch empfindliche Produkte verarbeitet werden, sollten alle nicht benötigten Installationen entfernt werden. Somit empfiehlt sich die Einrichtung von Versorgungsräumen oder –schächten, die jederzeit von außen für Wartungsarbeiten zugänglich sind. Von hier aus kann auf kurzem direkten Weg eine Verbindung zur Produktionsanlage aufgebaut werden.

3.2.3 Hygienegerechte Produktionsanlagen

Die Anforderungen für die Produktionsstätten können ebenso auf die Produktionsanlagen übertragen werden. So ist eine zuverlässige Reinigung der Maschinen die Voraussetzung für die Gewährleistung einer hohen Lebensmittelqualität.

Das Hauptziel reinigungsgerechter Gestaltung von Nahrungsmittelmaschinen ist nach Shapton [Shapton, 2001]:

- der maximale Produktschutz;
- das Vorhandensein von geeigneten Oberflächen für die Lebensmittelproduktion, welche das Produkt nicht kontaminieren und leicht zu reinigen sind;

- das Verhindern von toten Bereichen, von denen eine chemische oder mikrobiologische Kontamination ausgehen kann;
- die Zugänglichkeit für Reinigung, Wartung und Inspektion.

Die Maschinenrichtlinie [Maschinenrichtlinie, 1998] definiert in diesem Zusammenhang die Grundvoraussetzungen, wie Anlagen zur Lebensmittelherstellung gestaltet werden müssen, um das Risiko einer Lebensmittelkontamination zu minimieren. Im Anhang I, Abschnitt 2.1 „Grundlegende Sicherheits- und Gesundheitsanforderungen für Nahrungsmittelmaschinen“ werden 7 Hygieneregeln aufgestellt, die bei allen Konstruktionen berücksichtigt werden müssen:

- 1) Alle Materialien, die mit den Lebensmitteln in Kontakt treten oder in Berührung kommen können, müssen den einschlägigen Richtlinien genügen und die notwendigen Zulassungen aufweisen. Die Lebensmittelproduktionsanlage muss so konzipiert und gebaut sein, dass alle Materialien vor jeder Verwendung sauber sein können.

Hier ist eine Definition der produktberührten Oberflächen notwendig. Alle Materialien, die nicht mit dem Lebensmittel in Kontakt kommen, sind hier nicht charakterisiert.

- 2) Alle produktberührten Oberflächen und ihre Verbindung müssen glatt sein. Sie dürfen keinerlei Fehler, wie erhöhte Rauheit, Kratzer und Riefen aufweisen, noch Vertiefungen, in denen sich organische Stoffe festsetzen können.

Die EHEDG hat in diesem Zusammenhang eine glatte Materialoberfläche definiert und legt den Grenzwert der Rauheit bei $Ra \leq 0,8 \mu\text{m}$ fest [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 2004b]. Dieser Wert wurde empirisch festgelegt und durch frühere Untersuchungen belegt [Timperley, 1981]. Verbindungen von Oberflächen, wie z. B. Schweißnähte müssen bündig sein und eine ebene Fläche darstellen, die ohne Probleme zu reinigen ist [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 1996].

- 3) Verbindungen müssen so konstruiert sein, dass vorstehende Teile, Leisten und versteckte Ecken auf ein Mindestmaß beschränkt sind. Sie sollen vorzugsweise geschweißt oder lückenlos verklebt sein.

Dies ist auch die Anforderung der EHEDG [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 2004b]. Wenn allerdings lösbare Verbindungen eingesetzt werden müssen, ist es notwendig, gewisse konstruktive Anforderungen zu berücksichtigen. So müssen diese Verbindungen bündig am Produktbereich abgedichtet werden und eine Zentrierung aufweisen, so dass keinerlei Stufen auf der Produktseite entstehen können [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 1997].

- 4) Alle produktberührten Oberflächen müssen leicht zu reinigen und zu desinfizieren sein, eventuell nach Abnehmen der leicht demontierbaren Teile. Die Innenflächen müssen durch Ausrundungen mit ausreichendem Durchmesser verbunden sein, damit sie vollständig gereinigt werden können.

Bezüglich Ausrundung hat die EHEDG festgelegt, dass ein Mindestradius von

- 3 mm eingehalten werden muss, damit eine leichte Reinigbarkeit gewährleistet ist [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 1993].
- 5) Von Lebensmitteln stammende Flüssigkeiten sowie Reinigungs-, Desinfizierungs- und Spülmittel müssen ungehindert aus der Maschine abfließen können (eventuell in „Reinigungs“-Stellung der Komponenten).
Diese sog. Selbstentleerbarkeit ist notwendig, damit keinerlei Reinigungs- oder Desinfektionsmittel in den Anlagen zurückbleiben und damit das Lebensmittel kontaminieren würden. Weiterhin sollte es bei Stillstand der Anlage möglich sein, durch selbsttätige Entleerung und anschließender Trocknung ein Mikroorganismenwachstum zu verhindern, da sich diese in Abwesenheit von Wasser nicht vermehren können [Lelieveld *et al.*, 2003].
- 6) Die Maschine muss so konstruiert und gebaut sein, dass jegliches Eindringen von Flüssigkeiten, Festsetzung organischer Stoffe oder das Eindringen von Lebewesen, insbesondere von Insekten, in die zur Reinigung nicht zugänglichen Bereiche der Maschine verhindert wird (z. B. bei Maschinen, die nicht auf ein Gestell oder Fahrwerk montiert sind, durch eine Abdichtung zwischen Maschine und Maschinensockel, Verwendung dichter Verbindungen usw.).
All diese Forderungen wurden von der EHEDG weiter erläutert und mit Beispielen versehen publiziert [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 1996].
- 7) Die Maschine muss so konzipiert und gebaut sein, dass Betriebsstoffe (z. B. Schmiermittel) nicht mit den Lebensmitteln in Berührung kommen können. Diese Anforderung ist so nicht direkt in die Praxis umsetzbar. Viele Maschinen müssen geschmiert werden, damit eine einwandfreie Funktion gewährleistet ist. Im Lebensmittel-, Bedarfsgegenstände- und Futtermittelgesetzbuch der Bundesrepublik Deutschland [Bundesregierung Deutschland, 2005] und in der Norm DIN EN 1672-2 wird deshalb ein Kontakt in technisch nicht vermeidbaren Mengen erlaubt. Die verwendeten Schmierstoffe müssen allerdings eine entsprechende Zulassung besitzen (üblich ist der Einsatz von NSF H1 Schmierstoffen).

Das größte Risiko einer Lebensmittelkontamination geht von den produktberührten Oberflächen aus. Daher ist es sehr wichtig, diesen Bereich genau zu definieren. Wird die europäische Norm DIN EN 1672-2 herangezogen, so wird hierbei nur die einzelne Maschine betrachtet. Produktberührte Oberflächen sind dann die Oberflächen, die direkt mit dem Produkt in Berührung stehen und diejenigen, an die das Produkt spritzt und selbsttätig wieder zurückfließen kann. Der Außenbereich von Maschinen ist nicht-produktberührter Bereich und muss somit nicht den Anforderungen des produktberührten Bereiches entsprechen.

Diese Einteilung ist sinnvoll, solange nur einzelne Komponenten betrachtet werden. Soll jedoch der gesamte Produktionsprozess qualifiziert werden, muss sowohl die Aufstellungssituation als auch das Prozessumfeld mit berücksichtigt werden. Dies hat zur Folge, dass produktberührte Oberflächen weitreichender definiert werden müssen. Die EHEDG hat diese Verhältnisse aufgegriffen und definiert als produktberührte

Oberflächen sämtliche Bereiche, die eine Gefahr für das Lebensmittel darstellen (Abb. 3.2). Eingeschlossen ist hierbei auch die das Lebensmittel umgebende Atmosphäre. Luft ist in der Lage, Mikroorganismen in Form von Partikeln oder Aerosolen über weite Strecken hin zu übertragen. Studien belegen, dass allein eine Konditionierung und Filtrierung der Luft im Abpackbereich von Fertigprodukten eine erhebliche Verlängerung der Haltbarkeitsdauer mit sich bringt [Spindler und Balla, 2005]. Damit wird ersichtlich, dass es sinnvoll ist, bestimmte Zonen einzuteilen, die unterschiedliche hygienische Anforderungen erfüllen müssen. In einer Zone mit sehr hohen hygienischen Ansprüchen (Verpackung) können sämtliche Oberflächen als produktberührt eingestuft werden.

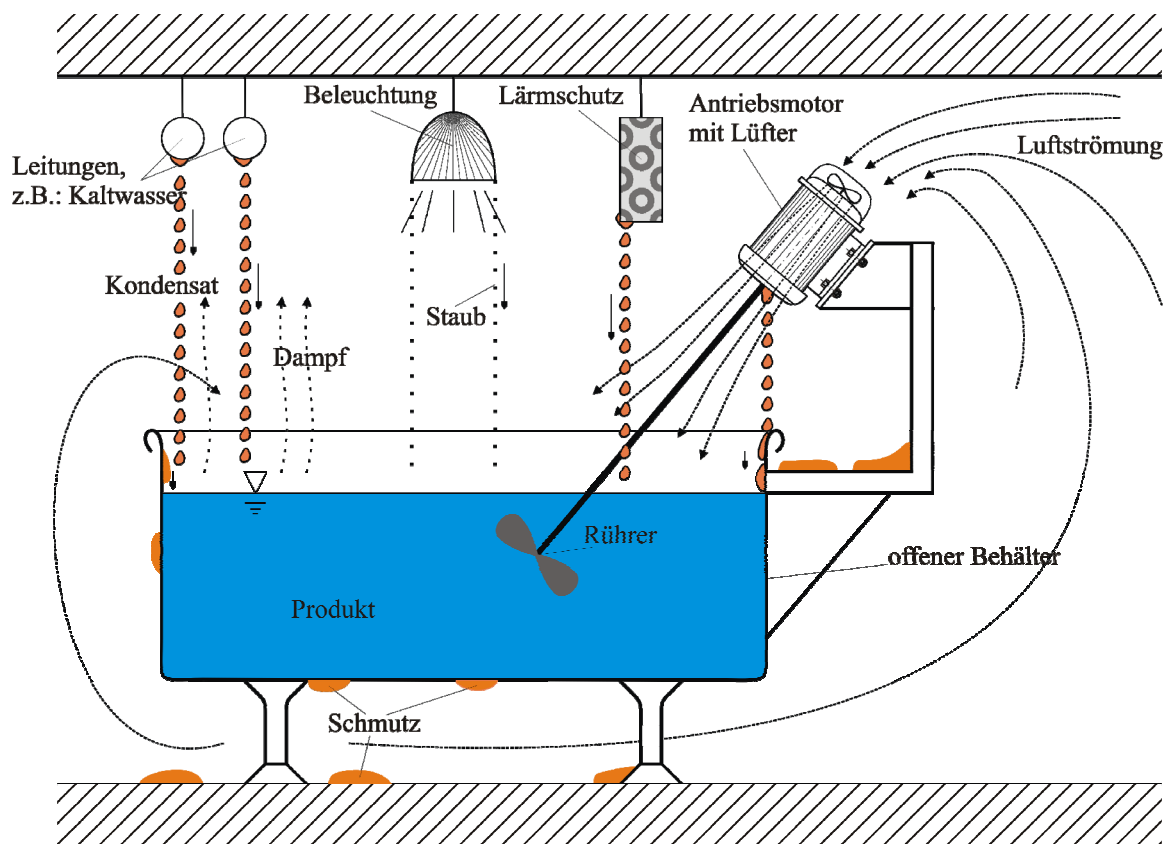


Abb. 3.2: Beispielhafte Darstellung der Kontaminationsquellen eines offenen Prozesses und die daraus resultierende Definition der produktberührten Oberfläche [Hofmann, 2006]

Bei komplett geschlossenen Prozessen, d. h. Produktionsanlagen, in denen das Lebensmittel nicht mit der Umgebung in Kontakt tritt, ist die Definition der relevanten Oberflächen etwas einfacher. Bei allen Maschinen, die in diesen Prozessen eingesetzt werden, ist darauf zu achten, dass die inneren Bereiche leicht zu reinigen sind und keine Möglichkeit der Produktansammlung bieten. Es wird hier zwischen einem CIP (cleaning in place)-fähigen Design und einem COP (cleaning off place)-fähigen Design unterschieden. CIP-fähig bedeutet, dass die Anlagen ohne Zerlegung automatisch gereinigt werden können. Dies stellt die größte Herausforderung an Konstrukteure in Bezug auf reinigungsgerechte Gestaltung. Müssen Einzelbereiche demontiert und extern gereinigt werden, wird von COP-fähigen Maschinen gesprochen.

In diesem Fall unterliegt die Konstruktion anderen Voraussetzungen. Die Reinigung ist allerdings zeit- und personalintensiver und lässt sich schwer standardisieren. Zudem besteht dann wieder die Gefahr einer Kontamination durch die Produktionsumgebung, da die Anlagen geöffnet werden.

Bei CIP-fähigen Anlagen ist vor allem darauf zu achten, dass keine Bereiche vorhanden sind, die nicht auszureinigen sind. Vor allem in Rohrleitungssystemen treten Totbereiche auf, die durch ihre Größe sehr lange Reinigungszeiten benötigen, oder gar nicht ausgereinigt werden können. Ausgiebige Untersuchungen zu dieser Thematik wurden an der Bundesanstalt für Milchforschung durchgeführt [Graßhoff, 1980, 1983b] (siehe Kap. 3.5). Aufgrund dieser Ergebnisse fordert die EHEDG, solche Totbereiche auf ein Minimum zu begrenzen und dass sie maximal eine Länge aufweisen, die gleich ist zu ihrem Durchmesser (Abb. 3.3).

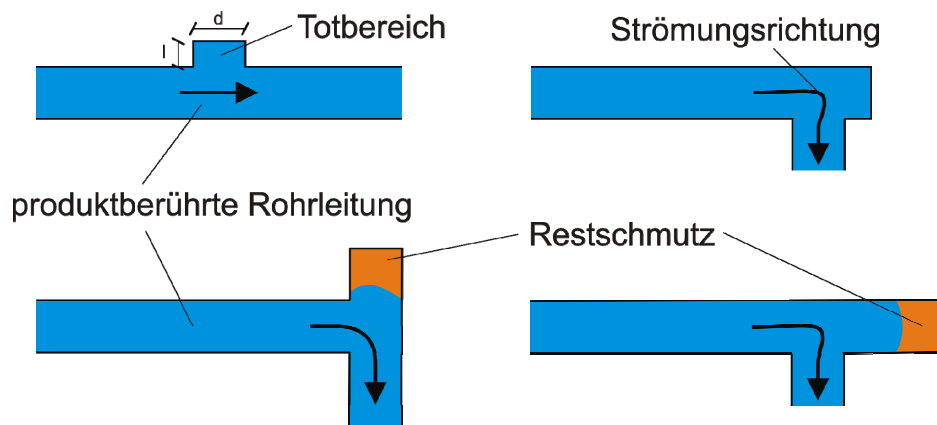


Abb. 3.3: Totbereiche in Rohrleitungen; (a) und (b) sind noch zu reinigen, (c) und (d) sind nicht zu reinigen [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 1993]

Als weitere für die Reinigung kritische Stellen sind alle lösbaren Verbindungen anzusehen. Diese müssen elastomergedichtet sein und weisen daher häufig einen Spalt auf, der im montierten Zustand (CIP-Reinigung) nicht zu reinigen ist. Diesbezüglich müssen folgende konstruktive Anforderungen eingehalten werden [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 1993]:

- Abdichtung direkt am Produktbereich, so dass kein Bereich entsteht, in dem sich Produkt ablagern kann.
- Zentrierung der Verbindungsflansche, um einen stufenlosen Übergang auf der Produktseite zu erreichen.
- Axialen Anschlag (metallisch) der Verbindungsflansche, damit eine definierte Verpressung des Elastomers gewährleistet ist. Nur so kann eine Beschädigung der Dichtung durch Überpressung ausgeschlossen werden.

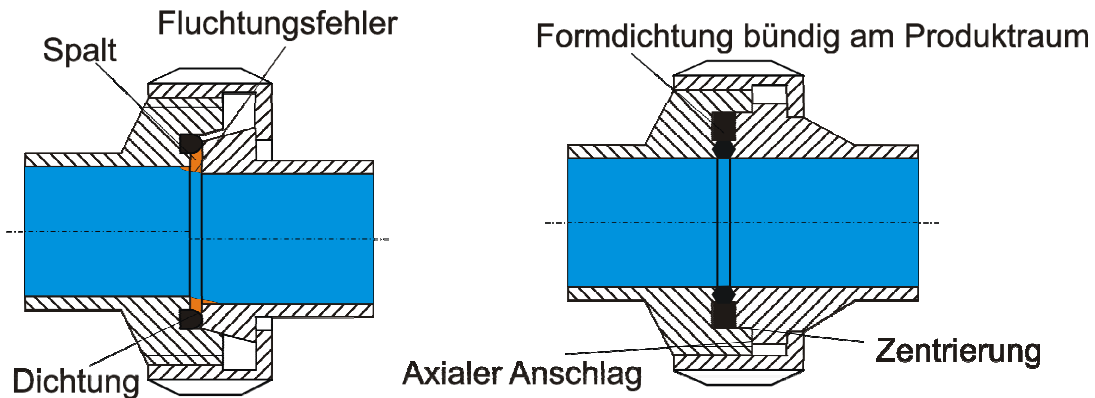


Abb. 3.4: Nicht reinigbare Rohrleitungsverbindung mit Spalten (links) und reinigungsgerecht konstruierte Verbindung (rechts) gemäß den Anforderungen [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 1993]

3.3 Beurteilung der Reinigbarkeit (Testmethoden)

In der Vergangenheit wurden viele Methoden entwickelt, die sowohl die Reinigbarkeit als auch den Reinigungserfolg bewerten. Häufig sind diese Methoden nicht standardisiert und auch nicht veröffentlicht worden. Einige Firmen haben Testmethoden als ihre eigene Hausmethode etabliert. Im folgenden werden die beiden wichtigsten Testmethoden beschrieben, die in der Industrie Anwendung finden. Beide sind gut dokumentiert und werden von unabhängigen Instituten, wie z. B. dem Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde der TU München Weihenstephan, seit vielen Jahren praktiziert. Beide Methoden sind jedoch nur für Einzelbauteile einsetzbar und können nicht für die Bewertung von Gesamtanlagen verwendet werden. Weiterhin sind es mikrobiologische Methoden mit Organismen, die im Produktionsbereich der Lebensmittelindustrie nicht auftreten dürfen.

3.3.1 EHEDG Reinigbarkeitstest

Dieser in der Industrie weit verbreitete Test beruht auf einem Vergleich der Reinigungsfähigkeit zwischen einem Referenzrohr und dem Testobjekt [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 2004c]. Außerdem ist er Bestandteil des Zertifizierungsschemata der EHEDG für Bauteile, die mit Flüssigkeiten gereinigt werden.

Das zum Einsatz kommende Referenzrohr ist ein gerades Rohrstück mit fest definierter, glatter Innenoberfläche. Es besitzt einen Mittenrauwert R_a von $0,5 \mu\text{m}$. Der Test beginnt mit der Verschmutzung des Referenzrohrs und des Testobjekts mit einer Suspension aus Sauermilch und Sporen des Keimes *Geobacillus stearothermophilus* var. *calidolactis* in einer Konzentration von 10^5 mL^{-1} . Es handelt sich hierbei um einen temperaturresistenten, schnell sporulierenden Keim, der auf einem speziellen Nährboden (modifizierter Shapton & Hindes Agar) nach dem Auswachsen der Sporen eine gelbe Farbreaktion hervorruft [Shapton und Hindes, 1963].

Das mit Keimsuspension aufgefüllte Bauteil wird auf der Produktseite mit einem Druck von $\Delta p = 5$ bar beaufschlagt. Alle beweglichen Teile müssen unter Druck bewegt werden, so dass die Suspension auch dynamische Bereiche an Dichtungen benetzen kann. Referenzrohr und Testobjekt werden nach dem Entleeren der Keimsuspension mit Sterilluft getrocknet, in die Reinigungsanlage eingebaut und mit einem mild alkalischen Reinigungsmittel gereinigt. Die verwendete Reinigungsanlage besteht üblicherweise aus zwei Stapelbehältern, einem Drosselventil, einer regelbaren Kreislumpumpe und der entsprechenden Ringleitung (Abb. 3.5). An Ein- und Auslauf des Testbauteils sind entsprechende Beruhigungsstrecken notwendig, um Beeinflussungen durch die Strömung zu vermeiden. Das Referenzrohr wird dem Testobjekt vorgeschaltet.

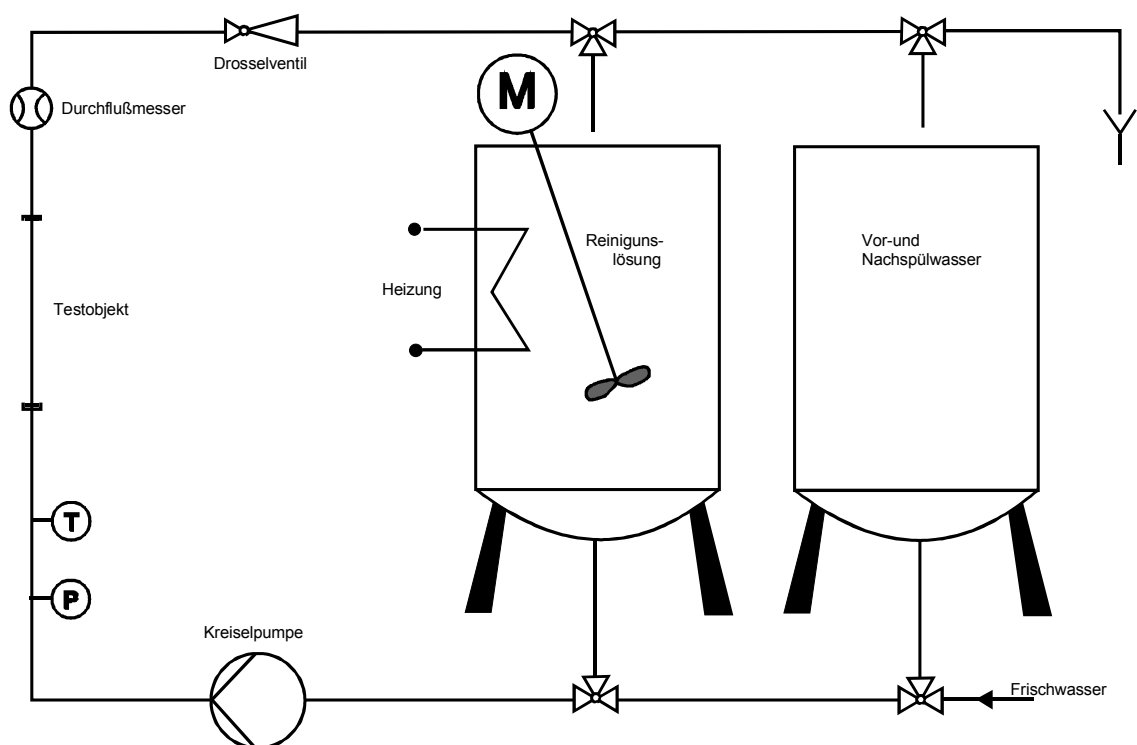


Abb. 3.5: Reinigungsstand zur Durchführung des EHEDG Reinigbarkeitstest

Der Test wird unter standardisierten Bedingungen, d. h. mit einer Strömungsgeschwindigkeit von $u = 1,5$ m/s bezogen auf den Durchmesser des Testbauteils bei einem Gegendruck von ca. 1 bar durchgeführt. Die Reinigung setzt sich aus einminütigem Vorspülen, verloren mit Kaltwasser, einer Zirkulationsreinigung mit Lauge (Anwendungskonzentration 1 %, 10 min., 62 °C) und dem einminütigen Nachspülen, ebenfalls verloren mit Kaltwasser, zusammen.

Das Referenzrohr und das Testobjekt werden mit Agar ausgekleidet und bebrütet. Die Inkubation findet für etwa 22 h bei einer Temperatur von 58 °C statt, dem Temperaturoptimum des *Geobacillus*keimes. Anschließend wird der Agar aus beiden Bauteilen herauspräpariert und begutachtet. Für eine statistisch abgesicherte Auswertung müssen mindestens drei Versuche mit ein und demselben Testobjekt durchgeführt werden.

Bewertung der Versuchsergebnisse: Das Referenzrohr weist nach dieser Reinigung typischerweise eine gelbe Verfärbung von 5 – 30 % der Innenfläche durch nach der Reinigung zurückbleibende Sporen auf. Abb. 3.6 zeigt den herauspräparierten Agar eines solchen Referenzrohres. Erst wenn diese Forderung des Verfärbungsanteils erfüllt ist, kann von einer korrekten Durchführung des Versuches ausgegangen werden. Dann ist auch eine Aussage über die Reinigbarkeit des Testobjekts im Vergleich zum Referenzrohr möglich. Bezüglich der Versuchsergebnisse werden folgende Fälle unterschieden:

Milchreste: Sind noch Milchreste im Teststück vorhanden, sind entweder fehlerhaftes Handling bei der Versuchsdurchführung oder schlecht reinigbare Konstruktionsbereiche die Ursache dafür. Der Test muss erneut durchgeführt werden. Zeigt sich im Wiederholungsfall ein gleichartiges Ergebnis, liegen erhebliche Mängel im hygienischen Design vor, z. B. bei falsch gestalteten Dichtungen.

Kolonien/Gelbfärbung: Bei Anwesenheit von Kolonien oder gelb verfärbten Bereichen im Agar des Testobjekts muss der Versuch laut Vorschrift insgesamt fünfmal wiederholt werden. Wird bei drei Wiederholungen an einer Stelle eine wiederkehrende Verkeimung festgestellt, liegt dort ein Mangel im hygienischen Design vor. Im Referenzrohr muss dabei der gelbe Flächenanteil von 5 – 30 % vorliegen. Ist dies der Fall, so ist eine konstruktive Überarbeitung der entsprechenden Stelle notwendig.

Bei zufällig über das gesamte Teststück verteilten Gelbfärbungen wird nach Vorschrift ein Vergleich der gelben Flächenanteile von Referenzrohr und Testobjekt durchgeführt. Als Bewertung ergibt sich, ob das zu testende Bauteil besser, genauso gut oder schlechter als das Referenzrohr zu reinigen ist.

Keine Verkeimung: Ist keine Verkeimung in Form von gelb verfärbten Bereichen im Teststück zu finden, so ist das Bauteil besser reinigbar als ein gerades Stück Rohr. Dies zeugt von einer sehr guten Reinigbarkeit.

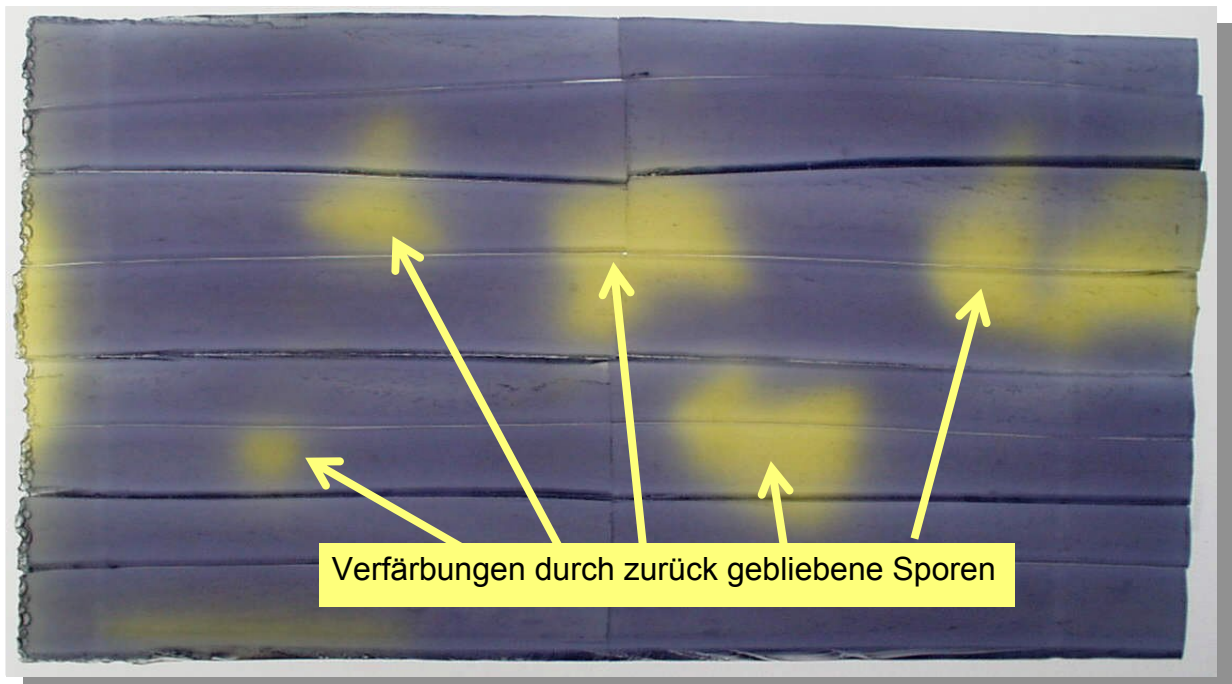


Abb. 3.6: Agar eines Referenzrohres mit gelben Verfärbungen zur Identifikation von Restschmutz

Ein Nachteil dieser Methode ist, dass für die Prüfung nur einzelne Bauteile in Frage kommen, die in Rohrleitungen eingebunden und auch zerlegt werden können. Es handelt sich hierbei hauptsächlich um Sensoren, Pumpen und Ventile. Weiterhin sind die Ausmaße der Bauteile beschränkt. Zu große Bauteile können nicht mehr bebrütet werden; bei zu kleinen Bauteilen kann es vorkommen, dass die einzelnen Schwachstellen nicht mehr detektierbar sind, da sich die gelb verfärbten Bereiche ausbreiten und somit über das ganze Bauteil erstrecken.

3.3.2 QHD Prüfsystem

Dieses Prüfsystem wurde vom VDMA in Frankfurt zusammen mit dem Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde der TU München Weihenstephan entwickelt. Ziel ist, eine einfach durchzuführende Testmethode zur Überprüfung der Reinigbarkeit von Komponenten, die ohne aufwendiges Labor auskommt, zur Verfügung zu haben. Zudem wird eine ausführliche Dokumentation über die konstruktive Gestaltung des Bauteils erstellt [Balley, 2000].

Die Testmethode, die Bestandteil des Prüfsystems ist, beruht auf einem Abstrichtest, bei dem der ATP-Gehalt gemessen und ausgewertet wird. ATP ist Adenosin-triphosphat und der Energielieferant in vegetativen Zellen. Vor Versuchsbeginn wird ein sog. Abstrichplan erstellt. Auf einer technischen Zeichnung des Bauteils werden alle als kritisch angesehenen Punkte markiert, die anschließend untersucht werden und der Reihe nach abgearbeitet werden müssen.

Als Verschmutzungsmatrix wird eine Stärke-Protein-Lösung hergestellt, der Backhefe zugesetzt wird. Die Hefezellen stellen den Nachweisorganismus und somit den ATP-Lieferanten dar. Die inneren Oberflächen des Testbauteils, die produktberührt sind,

werden mit dieser Matrix benetzt und angetrocknet. Danach wird das Bauteil in einen Reinigungskreislauf eingebaut und mit einer standardisierten Lauge gereinigt. Die Reinigung setzt sich aus einem einminütigen Vorspülen, einer 5-minütigen Zirkulationsreinigung (63 °C) und einem abschließenden Nachspülen von einer Minute zusammen. Die Strömungsgeschwindigkeit ist auf $u = 1,5 \text{ m/s}$ bezogen auf den Rohrdurchmesser des Testbauteils festgelegt. Das Vor- und Nachspülen erfolgt mit Kaltwasser verloren. Anschließend wird das Bauteil ausgebaut und untersucht. Sind visuell noch Matrixreste zu erkennen, weist dies auf Stellen hin, die nicht gereinigt wurden. Hier ist eine konstruktive Überarbeitung und Optimierung notwendig. Ansonsten werden anhand des Abstrichplans alle definierten Stellen mittels konfektio-nierter ATP-Tupfer untersucht. Diese Tupfer werden in einem speziellen Biolumino-meter ausgewertet und der Gehalt an ATP in relativen Lichteinheiten (RLU-Werte) angegeben. Die Kalibrierung dieser Werte erfolgt gerätespezifisch. Sind Stellen vorhanden, die nicht vollständig gereinigt wurden und die somit ein hygienisches Risiko darstellen, werden die gemessenen RLU-Werte hoch sein. Bei Wiederholungen des Versuchs werden unterschiedlich hohe Werte gemessen. Liegen dagegen die RLU-Werte immer auf einem sehr niedrigen Niveau (100 – 500 RLU) und besitzen sie eine geringe Streubreite, so sind diese Punkte als reinigbar einzustufen. Bei allen anderen Ergebnissen muss geprüft werden, ob eine konstruktive Änderung möglich ist.

3.4 Reinigung und Reinigungsvalidierung

Mit den vorher beschriebenen Methoden ist es möglich, nachzuweisen, dass Komponenten für die Lebensmittelherstellung einfach und vollständig gereinigt werden können. Für die Sicherung der Produktqualität der Lebensmittel ist es unerlässlich, dass alle Anlagen, die für die Produktion Verwendung finden, immer in einem einwandfreien Zustand sind. Da sich während der Produktion Lebensmittelinhaltsstoffe an Bauteilinnenoberflächen anhaften oder ablagern, ist eine anschließende Reinigung zur Säuberung dieser notwendig [Ripperger, 2004; Welchner, 2000a]. Weiterhin können sich auch noch verschiedene Abriebpartikel oder Korrosionsprodukte in den Anlagen anhäufen, die ebenfalls entfernt werden müssen [DIN - Deutsches Institut für Normung, 2001]. Die Reinigung kann jedoch nur zufriedenstellend durchgeführt werden, wenn reinigungsgerecht konstruierte Bauteile eingesetzt werden.

Eine Reinigung kann entweder vollständig trocken erfolgen oder mit Hilfe von Flüssigkeiten durchgeführt werden. Diese Arbeit beschränkt sich auf die nasse Reinigung.

Bei der Anlagerung und Anhaftung von Partikeln (Schmutz) an den Oberflächen wird Energie frei, so dass für die Abreinigung dieser Partikeln wiederum Energie aufgewendet werden muss. Dies kann durch die Mechanik, wie z. B. Bürsten oder hohe Wandschubspannungen erreicht werden und/oder durch die chemische oder physikalische Umwandlung der Substanzen mit Hilfe von Reinigungsmitteln. Dies hat zur Folge, dass die Hafteigenschaften sich ändern und ein Abtrag der Partikel ermöglicht wird. Je nach dem, wie Schmutzpartikeln oder Schmutzschichten auf den Oberflä-

chen abgelagert sind, treten unterschiedliche Mechanismen in Kraft, um diese wieder von den Oberflächen zu entfernen [Karlsson *et al.*, 1998; McGuire und Krisdhasima, 1997; Weigl, 2004]. Graßhoff behauptet in diesem Zusammenhang, dass zwischen einer reversiblen und irreversibeln Adhäsion von Partikeln unterschieden werden kann. Ist der Abstand zwischen Partikel und Oberfläche groß, ist die Ablösung einfach durchzuführen und daher reversibel. Haften die abgelagerten Partikel fester und sind somit auch näher mit der Oberfläche verbunden, ist ein hoher Aufwand notwendig, diese irreversibel gebundenen Partikel abzureinigen [Graßhoff, 1992]. Unklar ist hier, welcher Abstand gemeint ist. Praktische Versuche am Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde der TU München Weihenstephan konnten diese Unterscheidung nicht bestätigen [Kalb, 2002; Kivitz, 2002].

3.4.1 CIP-Reinigung in der Lebensmittelindustrie

Die CIP-Reinigung ist eine Reinigung von nicht demontierbaren Anlagen, die somit nicht zugänglich sind und daher automatisch gereinigt werden müssen. Hierbei handelt es sich in geschlossenen Prozessen hauptsächlich um Rohrleitungssysteme mit allen Einbauten, wie Ventilen, Pumpen und Sensoren. Eine CIP-Reinigung wird normalerweise mit Hilfe von Flüssigkeiten durchgeführt, die mit definierter Geschwindigkeit und Temperatur und speziell auf den Schmutz abgestimmte Reinigungsmittel Verwendung finden. Ohne den Einsatz von Chemie ist eine zufriedenstellende Reinigung nicht möglich [Loncin, 1978]. Die in der Lebensmittelindustrie üblichen Reinigungsgeschwindigkeiten zwischen 0,5 und 3 m/s genügen nicht, um einzelne Partikel von der Wand abzulösen [Weigl, 2004]. Die hierdurch auftretenden Wandschubspannungen sind zu gering, dass die Haftkräfte überwunden werden können [Graßhoff, 1983a]. Dieses Ergebnis stimmt mit den Versuchen in dieser Arbeit überein. Da die thermodynamischen Effekte nicht ausreichen, eine vollständige Reinigung der produktberührten Oberflächen zu gewährleisten, ist eine chemische Umwandlung des Schmutzbelages notwendig. Hierfür ist es entscheidend, dass frisches Reinigungsmittel die Oberflächen benetzen kann und anschließend der emulgierte Schmutz mit einer ausreichenden Strömung abtransportiert wird. Eine strömungsgünstige Gestaltung der Anlagen ist dabei von Vorteil [Jensen, 2002].

Rohrleitungen werden normalerweise mit Totalflutung gereinigt, wohingegen Behälter mit Sprüheinrichtungen nur benetzt werden. Die erforderliche Flüssigkeitsmenge für die Rohrleitungsreinigung steigt bei konstanter Strömungsgeschwindigkeit mit dem Durchmesser der Rohrleitung im Quadrat.

$$\dot{V} \sim d^2$$

Die Größe als auch die Kosten für eine derartige CIP-Anlage steigen ebenso. Behälter werden über Spritzkopfsysteme gereinigt, die an unterschiedlichen Stellen im Behälter installiert sind. Sie verteilen die Reinigungsflüssigkeit auf der Behälteroberfläche. Durch das Herablaufen des Flüssigkeitsfilmes an der Behälterwand erfolgt die Reinigung. Die Geschwindigkeit und Dicke des Filmes sollte so eingestellt sein, dass eine turbulente Strömung entsteht. Bei Rieselfilmen wird dies bereits bei einer kriti-

schen Reynoldszahl von $Re_{F, \text{krit.}} = 400$ erreicht. Die Reynolds-Zahl für Filmströmung Re_F wird aus der gemittelten Strömungsgeschwindigkeit u , der Filmdicke δ und der kinematischen Viskosität ν gebildet.

$$Re_F = \frac{u \cdot \delta}{\nu}$$

[Bird *et al.*, 1960; Brauer, 1958; Meyer, 1979; Wagner, 1981; Welchner, 2000b].

Der Aufbau von CIP-Reinigungsanlagen kann unterschiedlich geartet sein [Tetra Pak Processing GmbH, 2003]. Ursprünglich wurden dezentrale CIP-Stationen installiert. Hierbei werden vor Ort, direkt neben der Anlage die Reinigungsmedien vorbereitet und dann über kurze Wege an die Anlage gefördert. Im Gegensatz dazu stehen zentrale Anlagen, die über weite Anbindungswege die einzelnen Prozessbereiche erreichen müssen. Die Auslegung einer zentralen CIP-Anlage richtet sich nach den größten Verbrauchsmengen in den Spitzenzeiten. Eine Mischform stellt das Satelliten-CIP-System dar, bei dem ein zentrales Lager an Reinigungsmedien die dezentralen Satellitenstationen versorgen. Vorteil hierbei ist, dass Reinigungsmittelkonzentrate zentral gelagert werden können und nicht in der ganzen Produktionhalle verteilt werden müssen.

Eine typische Reinigung in der Lebensmittelindustrie setzt sich aus folgenden Schritten zusammen [Friedrich 1995]:

1. Vorspülung mit Kaltwasser, um Produkt auszuschieben und groben Schmutz auszutragen
2. Laugenreinigung zur Lösung organischer Schmutzbestandteile
3. Zwischenspülung mit Wasser zur Neutralisation
4. Säurereinigung zur Lösung anorganischer Salzurückstände
5. Zwischenspülung mit Wasser zur Neutralisation
6. Desinfektionsspülung um Restkeimgehalt zu beseitigen
7. Nachspülung mit Kaltwasser (aufbereitet) zur Entfernung des Desinfektionsmittels (gesetzlich vorgeschrieben)

Die optimale Anpassung der Reinigung zur Erzielung des maximalen Erfolges ist ein Zusammenspiel der drei Komponenten: Schmutz, Reinigungsobjekt (Bauteil) und Reinigungsfluid (Abb. 3.7).

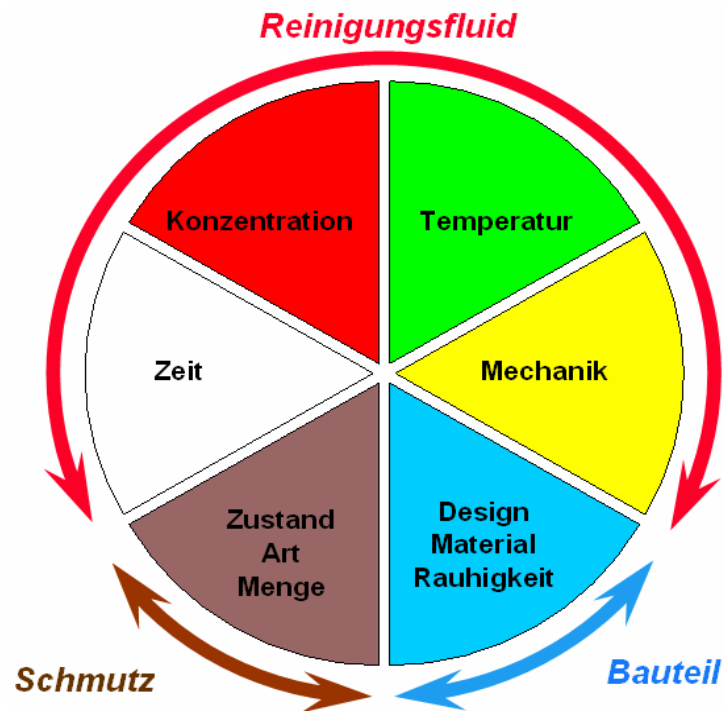


Abb. 3.7: Einflussfaktoren der Reinigung

Je nach Art, Zustand und Menge des Schmutzes muss das Reinigungsintervall gewählt werden. Ob intensiv oder leicht gereinigt werden kann, ist abhängig von der Gestaltung, Installation und Oberflächenbeschaffenheit des Reinigungsobjektes (Maschine, Anlage oder Komponente). Die einzigen Parameter, die der Lebensmittelproduzent bei jedem Reinigungsvorgang beeinflussen kann, sind die des Reinigungsfluides: Temperatur, Konzentration, Zeit und Mechanik. Diese Effektoren beeinflussen sich zum Teil gegenseitig und besitzen Optima [Kessler, 1996]. So wird z. B. mit einer hohen Laugenkonzentration (> 5 %) kein besseres Reinigungsziel erreicht. Bei sehr hohen Konzentrationen verschlechtert es sich sogar (Abb. 3.8) [Graßhoff, 1995].

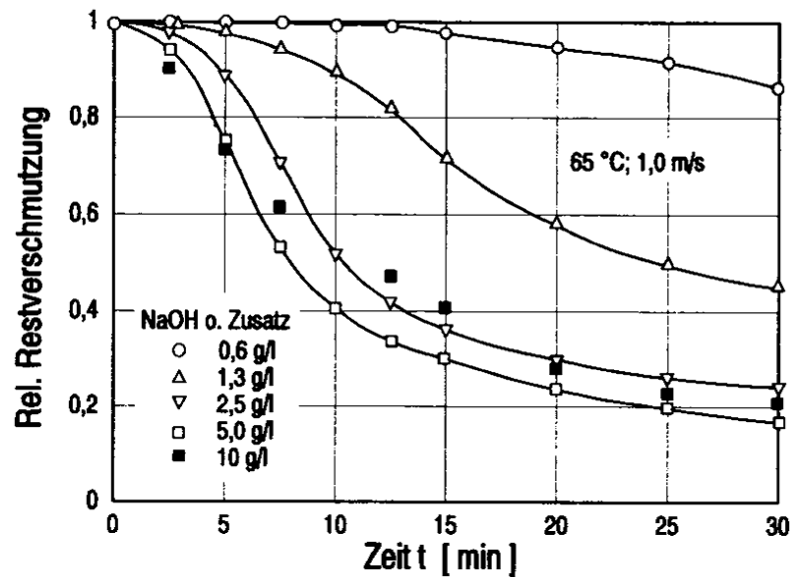


Abb. 3.8: Belagablösung in wässriger Natronlauge ohne Zusätze. Einfluss der NaOH-Konzentrationen [Graßhoff, 1995]

Neben der reinigungsfreundlichen Gestaltung von Anlagen die dazu beiträgt, eine schnelle, effektive und sichere Reinigung durchzuführen, ist es entscheidend, alle Bereiche in den Produktionssystemen zu erreichen. Vor allem Schnittstellen zwischen zwei Reinigungskreisläufen sind gefährdet, Totbereiche aufzuweisen, die eine enorme Kontaminationsgefahr darstellen, da sie nie gereinigt werden [Asteriadou *et al.*, 2005]. Das gleiche gilt für Tankanbindungen, die nicht durchgereinigt werden können, da im Tank Produkt gelagert wird. Diese reinigungstechnischen Schwachstellen muss der Anlagenplaner berücksichtigen und Maßnahmen ergreifen, diese auszuschalten. Eine Reinigungsvalidierung mit der hier entwickelten Testmethode könnte derartige Stellen in den Anlagen aufdecken. Zur Anwendung kommen üblicherweise andere Verfahren, wie im nächsten Kapitel dargestellt.

3.4.2 Reinigungsvalidierung von Anlagen zur Lebensmittelherstellung

Die Reinigungsvalidierung ist die Überprüfung des Reinigungseffektes. Sie ist ein wichtiger Bestandteil der Reinigung, um eine optimale Einstellung der Parameter zu erreichen und Kosten zu sparen [Schmitt, 2001]. Sie kann visuell, mikrobiologisch und chemisch erfolgen. Die visuelle Überprüfung ist bei geschlossenen Systemen häufig nicht einfach durchzuführen und meist unzureichend, da Mikroorganismen auf Oberflächen nicht erkannt werden können. Eine mikrobiologische Untersuchung der gereinigten Oberfläche findet erfahrungsgemäß nur an strategischen Stellen statt, die leicht zu erreichen sind. In der Milchindustrie wird hierbei normalerweise nur auf coliforme Bakterien untersucht. Es interessiert nicht der gesamte Restschmutzgehalt, sondern nur das Vorhandensein von Lebensmittelkontaminanten. Die gleiche Untersuchung erfolgt mit Proben des Nachspülwassers [Tetra Pak Processing GmbH, 2003]. Fraglich ist die Zuverlässigkeit und Aussagekraft dieser Untersuchungen.

Neben dem statistischen Problem der Probennahme ist es unwahrscheinlich, dass coliforme Bakterien im Nachspülwasser zu finden sind, wenn sie durch die Laugenreinigung, d. h. durch chemische Einwirkung, nicht entfernt werden konnten. Zu dem reichen die vorhandenen Wandschubspannungen in den Rohrleitungen nicht aus, einzelne Partikel abzulösen. Diese Art der Qualitätskontrolle wird nicht nur in der Molkerei, sondern in allen Branchen der Lebensmittel- und Getränkeherstellung praktiziert [Fourman und Mullen, 1993; Heidmann, 1995; Schwill-Miedaner *et al.*, 1997].

In diesem Zusammenhang ist es interessant, ab wann eine gereinigte Anlage als sauber anerkannt ist. Damit ist es notwendig Validierungsmethoden mit Grenzwerten zu standardisieren, die eine saubere Oberfläche definieren. Auf der anderen Seite muss untersucht werden, ob zurückbleibender organischer oder anorganischer Schmutz dem hygienischen Zustand der Produktionsanlage schadet. Dass dies der Fall ist, ist offensichtlich. Kontrovers diskutiert werden nur die Grenzwerte des Restschmutzes. In der Industrie hält sich allerdings der Schaden durch zurückbleibende Produktreste meist in Grenzen und daher wäre es interessant, wie groß der Aufwand ist, eine Anlage vollständig von Schmutz zu befreien und somit die Gefahr einer Lebensmittelkontamination nahezu auszuschalten. Bezogen auf diesen Bedarf wird eine weitere Testmethode zur Reinigungsvalidierung entwickelt, die den gesamten organischen Schmutz in einer Anlage erfasst [Illberg, 2006; Thonhauser, 2005]. Die ersten Ergebnisse zeigen, dass gereinigte Anlagen, die von der Qualitätssicherung für die Produktion frei gegeben wurden, noch erhebliche Mengen an organischem Schmutz aufweisen. In Zukunft wird sich die Definition einer sauberen Oberfläche oder Produktionsanlage wandeln und in die Richtung gehen, dass sämtlicher organischer Rückstand als Schmutz angesehen wird.

3.5 Bisherige Untersuchung zum Reinigungsverhalten

Voraussetzung für die Entwicklung von Methoden zur Reinigungsvalidierung ist die Kenntnis über das Abreinigungsverhalten von Schmutzschichten auf Oberflächen. Bislang gibt es nur wenig Literatur zu Reinigungsversuchen, die so betrachtet werden, dass allgemeingültige Aussagen zur Abreinigung abgeleitet werden könnten. Die meisten Veröffentlichungen zielen auf die Wirksamkeit von Reinigungsmitteln für eine bestimmte Schmutzart ab [Karlsson *et al.*, 1996; Oulahal-Lagsir *et al.*, 2000; Sauerer *et al.*, 1985]. In diesem Abschnitt sind ausgewählte Arbeiten dargestellt, die versuchen, die Reinigungsmechanismen zu erklären und produktunabhängige Aussagen zum Reinigungserfolg zu entwickeln.

Sehr intensiv hat sich Graßhoff am ehemaligen Institut für Verfahrenstechnik der Bundesanstalt für Milchwissenschaft in Kiel mit der Abreinigung von Schmutzbelägen in T-Stücken beschäftigt [Graßhoff, 1980, 1983a]. Durch den komplexen Rohrleitungsaufbau moderner Produktionsanlagen und aufwendiger Ventilschaltungen entstehen immer Abzweigungsbereiche, die nicht durchströmt werden. Diese sog. Toträume stellen ein hygienisches Risiko dar. Daher wurden diese Untersuchungen getätigt,

um den notwendigen Reinigungsaufwand abschätzen zu können, damit das Risiko der Restschmutzansammlung auf ein Minimum herabgesetzt werden kann. Grundsätzlich gilt, dass diese Toträume so kurz wie möglich gestaltet werden sollten. Um dies genauer zu belegen, muss der Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit und die geometrische Anordnung der T-Stücke berücksichtigt werden. Graßhoff untersuchte abzweigende Rohrleitungen in Nennweite 50 mm und unterschiedlicher Anströmung. Der Durchmesser des nicht durchströmten Bereiches ist genauso groß wie die Hauptleitung. Die Länge des Totraums kann über einen Kolben variiert werden (Abb. 3.9).

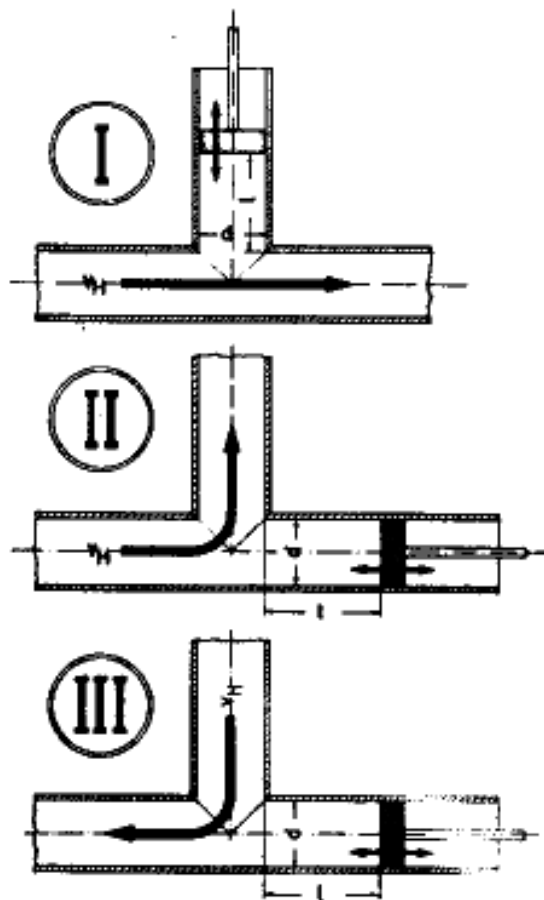


Abb. 3.9: Mögliche Durchströmung der Rohrleitung entsprechend der Anordnung des T-Stücks [Graßhoff, 1983b]

Gemäß Abb. 3.9 können drei unterschiedliche Strömungsführungen untersucht werden:

1. die Hauptströmung verläuft in der geraden Rohrleitung, der Totraum steht senkrecht auf der Hauptströmung;
2. die Hauptströmung verläuft abknickend, die Mündung des Totraums wird direkt angeströmt;
3. die Hauptströmung verläuft abknickend, die Totraumöffnung wird tangential angeströmt.

Bei allen drei Kombinationen wurden die Geschwindigkeiten in der Hauptströmung von 1,0 – 5,0 m/s variiert. Bei diesen Versuchen wurde mittels Kunststoffpartikeln die Strömung visualisiert und die verschiedenen Strömungsbilder qualitativ beschrieben. Die folgenden Auswertungen beziehen sich auf eine mittlere Strömungsgeschwindigkeit von 3 m/s.

Im 1. Strömungsfall (Abb. 3.10) wird das gerade Rohr gleichmäßig durchströmt. Im Bereich der Totraumöffnung kommt es zu einem Impulsaustausch der Hauptströmung mit der Flüssigkeit im Totraum, worauf sich hier ein Wirbel bildet. Diese primäre Zirkulation erstreckt sich nicht auf den gesamten Totraum, sondern nur bis zu einer Tiefe von ca. $L = 2 \cdot d$. Die Flüssigkeit im restlichen Totraum rotiert in einer sekundären Zirkulation um die Zylinderachse, jedoch sehr viel langsamer. Beide Zirkulationen werden durch unregelmäßige plötzliche Strömungsimpulse gestört.

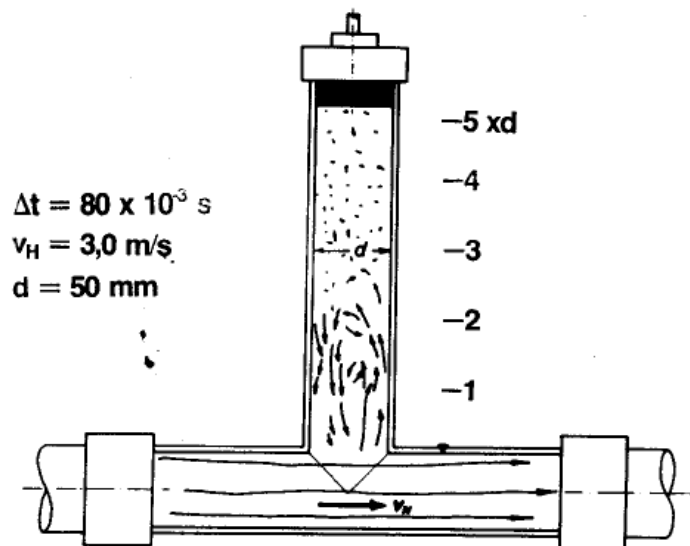


Abb. 3.10: Verlauf der Strömung im geradlinig durchströmten T-Stück

Im Strömungsfall 2 (Abb. 3.11) wird die Hauptströmung durch das Abknicken bereits stark verwirbelt. Durch die direkte Anströmung des Totbereiches gelangen die meisten Fluidteilchen in diesen Bereich hinein und verdrängen die dortige Flüssigkeit. Somit entsteht ein intensiver Austausch in einer primären Zirkulation. Der Impulsaustausch erzeugt auch hier eine sekundäre langsamere Zirkulation, die sich bis zu einer Länge von $L = 5 \cdot d$ ausbreitet. Danach wurde keine Bewegung der Flüssigkeit mehr festgestellt. Ebenso wie im Strömungsfall 1 stören in unregelmäßigen Abständen plötzliche Strömungsimpulse die gleichmäßige Zirkulation und bedingen einen höheren Austausch der Fluidteilchen.

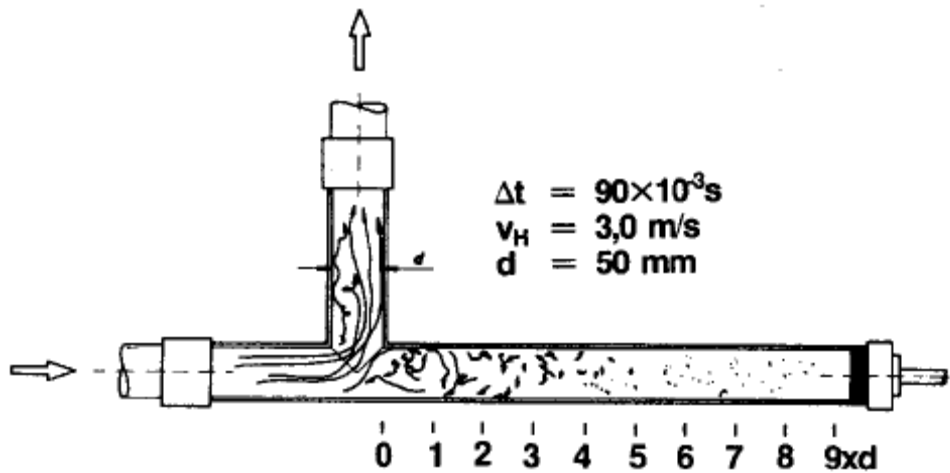


Abb. 3.11: Verlauf der Strömung im T-Stück gemäß Strömungsfall II

Der 3. Strömungsfall hat das tote Ende auf der abgewandten Seite der Hauptströmung. Auch hier gibt es starke Verwirbelungen in der Hauptströmung, bedingt durch den scharfen Knick in der Rohrleitung (Abb. 3.12). Ebenso bildet sich eine zweigeteilte Zirkulation aus, die allerdings hier nicht durch plötzliche Strömungsimpulse gestört wird. Daher erstreckt sich die primäre Zirkulation auf nur einen kurzen Bereich, der nicht einmal dem Durchmesser der Rohrleitung entspricht.

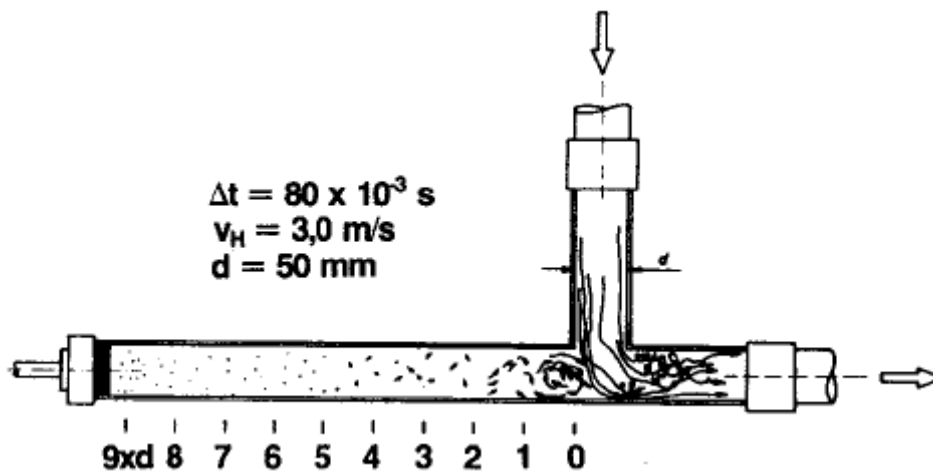


Abb. 3.12: Verlauf der Strömung im T-Stück entsprechend Strömungsfall III

Diese Versuche zeigen, dass vor allem die Anordnung, aber auch die Strömungsgeschwindigkeit einen großen Einfluss auf die Abreinigung in Totbereichen hat. Bei langsamerer Hauptströmung wird die Aktivität in den Totbereichen noch weiter herabgesetzt und damit der Austausch der Flüssigkeit extrem verlangsamt. Der Strömungsfall 2 weist die intensivsten Zirkulationen auf und ist somit am besten zu reinigen.

Graßhoff [Graßhoff, 1983b] kommt zum Ergebnis, dass Toträume vermieden werden müssen, da sie schlecht zu reinigen sind. Wenn dies allerdings nicht der Fall sein kann, dann sollte ihre Tiefe auf max. 1 bis 1,5 * Rohrdurchmessern begrenzt werden

und lediglich bei direkter Anströmung kann in Ausnahmesituationen eine Tiefe von 2,5 akzeptiert werden. Dieses Ergebnis wurde prinzipiell später von der EHEDG übernommen und veröffentlicht [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 1993].

Die zurückbleibende Verschmutzung in den Toträumen ist abhängig vom Austausch der Reinigungsflüssigkeit in diesen Bereichen. Höhere Geschwindigkeiten unterstützen dies, lange Toträume verringern den Austausch. Die Ergebnisse des axialen Flüssigkeitsaustausches im Totbereich in Abhängigkeit seiner Länge sind in Abb. 3.13 für den Strömungsfall I dargestellt. Je tiefer der Totraum ist (großes $x = L/d$), desto größer ist die benötigte Zeit für den Austausch der Flüssigkeit. Mit zunehmender Geschwindigkeit in der Hauptleitung v_H wird der Austausch unterstützt und die benötigte Zeit verringert sich.

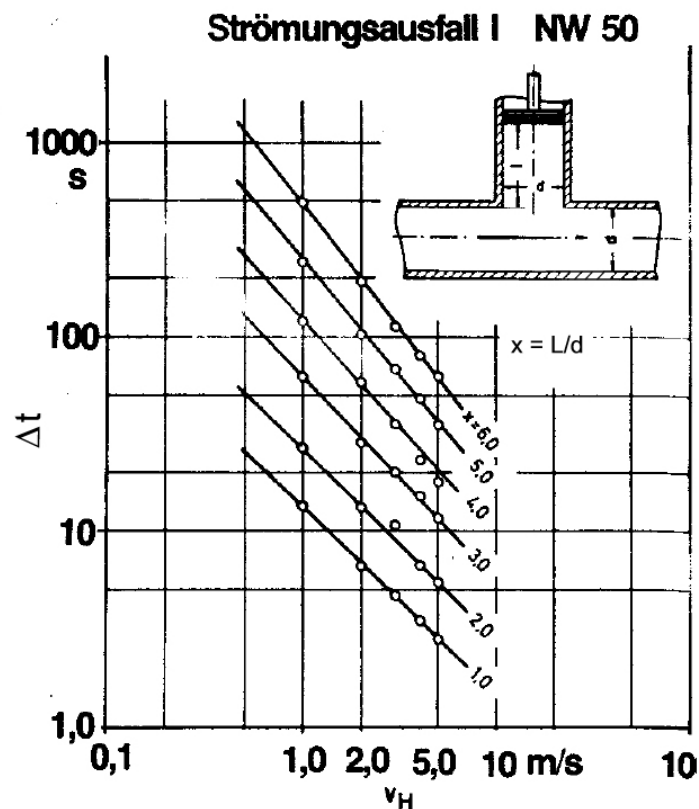


Abb. 3.13: Axialer Flüssigkeitsaustausch im Totrohr (Strömungsfall I, Totraum stehend) [Graßhoff, 1983a]

Die Erkenntnisse von Graßhoff sind wichtig, um den Stoffübergang während der Reinigung bewerten zu können. So ist eine gewisse Strömungsgeschwindigkeit notwendig, damit eine Abreinigung erfolgen kann. Dies würde bedeuten, dass ohne Geschwindigkeit und damit ohne Wandschubspannung keine Reinigung abläuft. Nachdem es aber möglich ist, über eine Standreinigung ebenfalls einen Reinigungseffekt zu erzielen, ist diese Schlussfolgerung falsch. Der Stoffübergang, bedingt durch Konzentrationsunterschiede, ist nicht von der Wandschubspannung abhängig.

Um die Konzentrationsdifferenz maximal zu erhalten, ist es notwendig, dass sich die Flüssigkeit bewegt und den Stoff abtransportiert. Weiterhin interessant ist in diesen Versuchen, dass durch die auftretende Wandschubspannung der Reinigungseffekt erhöht wird. Dies hat Auswirkungen auf die Ergebnisse in der vorliegenden Arbeit. Eine Berechnung des Stoffübergangs in Toträumen ist möglich und wird im Ausblick diskutiert.

In der Arbeit von Hoffmann [Hoffmann, 1983] wurden die in der DIN-Norm 11480 geforderten Rauheitswerte von produktberührten Oberflächen überprüft. Für die Milchindustrie gelten hier Ra-Werte kleiner 1 µm für Maschinen zur Produktbehandlung, bzw. kleiner 0,6 µm für Oberflächen zur Produktlagerung in Prozessbehältern [DIN - Deutsches Institut für Normung, 1992]. Die Untersuchungen fanden an geraden Rohrstücken mit unterschiedlichen Oberflächenbearbeitungsverfahren statt. Als Verschmutzungsmatrix wurden u.a. eingebrannte Milchbeläge als auch angetrocknete vereinzelte Sporen gewählt. Hoffmann ermittelte einen linearen Zusammenhang zwischen Restsporenmenge und Ra-Wert der Oberfläche (Abb. 3.14). D. h. je glatter die Oberfläche, desto weniger Restschmutz wurde nach einer Standardlaugenreinigung gemessen. Dieses Verhalten war unabhängig von der Oberflächenbehandlung.

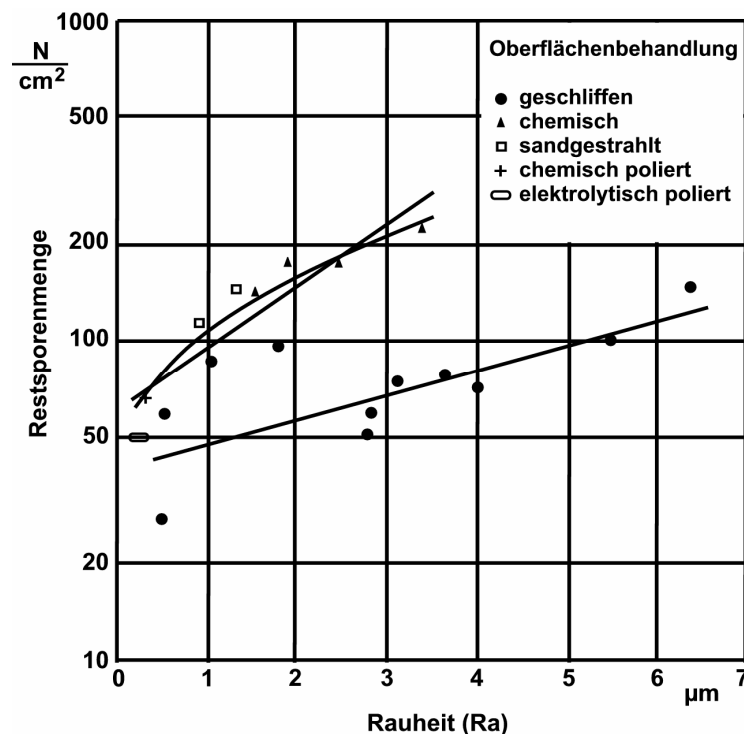


Abb. 3.14: Restsporenmenge in Abhängigkeit von der Rauheit bei unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen; Magermilch-Sporen-Belag; $N_o = 50000/cm^2$; 0,3% NaOH, T = 70 °C, u = 2 m/s, t = 5 min [Hoffmann, 1983] (modifiziert)

Aufschlussreich sind diese Versuche, da sich Sporen, die in einen Milchbelag eingebunden sind, wesentlich besser abreinigen lassen als vereinzelte Sporen, die direkt ohne weitere organische Stoffe auf den Oberflächen angetrocknet wurden. Die Varia-

tion der Reinigungsparameter Temperatur, Geschwindigkeit und Zeit hatten die erwarteten Effekte der gegenseitigen Beeinflussung und im Reinigungserfolg.

Weiterhin geht Hoffmann auf die Problematik ein, dass der Ra-Wert nur eine ungenügende Aussage zur wahren Oberflächenstruktur zulässt. Er stellt in Frage, ob der Ra-Wert für Beschreibung der Anforderung hinsichtlich Reinigungsfähigkeit überhaupt geeignet ist. So können unterschiedliche Bearbeitungsverfahren völlig verschiedene Oberflächentopographien entstehen lassen, die alle den selben Ra-Wert aufweisen.

Die Schlussfolgerung seiner Arbeit ist allerdings, dass der Einfluss der Rauheit im Hinblick auf die Reinigungsfähigkeit recht gering ist und auch nicht überschätzt werden sollte. Die Menge an Restschmutz nimmt bei Ra-Werten bis 1 μm nicht signifikant zu, so dass die in der DIN-Norm geforderten Rauheitswerte an produktberührten Oberflächen der Milchverarbeitung ausreichend sind.

Zu diesem Ergebnis kommen auch Versuchsreihen von Weigl und Bobe, die sich intensiv mit der Ablösung von Einzelpartikeln auf Oberflächen beschäftigen [Bobe *et al.*, 2007; Röck, 2002; Weigl, 2004].

Reinigungsprobleme in der praktischen Anwendung beschreibt Karl Welchner [Welchner, 1993] in seiner Dissertation, wenn er sich mit dem Ausspülverhalten hochviskoser Produkte aus Rohrleitungen beschäftigt. Diese Leitungen sind komplett mit Lebensmittel gefüllt und es folgt kein weiterer Schritt zur besseren Anhaftung der Produkte an die Oberfläche. Nach dem Ausschleiben des Rohrkernbereiches bleibt eine an den Rohrwänden haftende Produktschicht zurück. In diesem Zustand sind im System zwei Grenzflächen vorhanden; zum einen die Grenzfläche Rohrwand / Produkt und zum anderen die Grenzfläche Produkt / Spülfluid. Anschließend erfolgt das Spülen des Rohres mit dem Spülfluid zur Entfernung der anhaftenden Produktschicht von der Rohroberfläche. Für wasserlösliche Produkte existieren dabei unterschiedliche Stofftransportmechanismen, die an verschiedenen Stellen innerhalb des Systems wirksam sein können.

- An der Grenzfläche Rohrwand / Produkt kann es zu einer Unterspülung der Produktschicht und somit zu deren schnellen Ablösung kommen.
- Innerhalb der Schicht kann ein Abströmen des Produktes entlang der Rohrwand auftreten.
- An der Grenzfläche Produkt / Spülfluid kann es zum Abtrag von Produktflocken, sowie zu molekularem Stofftransport kommen.

Die Stofftransportmechanismen können dabei je nach Produkt und Reinigungsbedingungen einzeln oder kombiniert auftreten (Abb. 3.15).

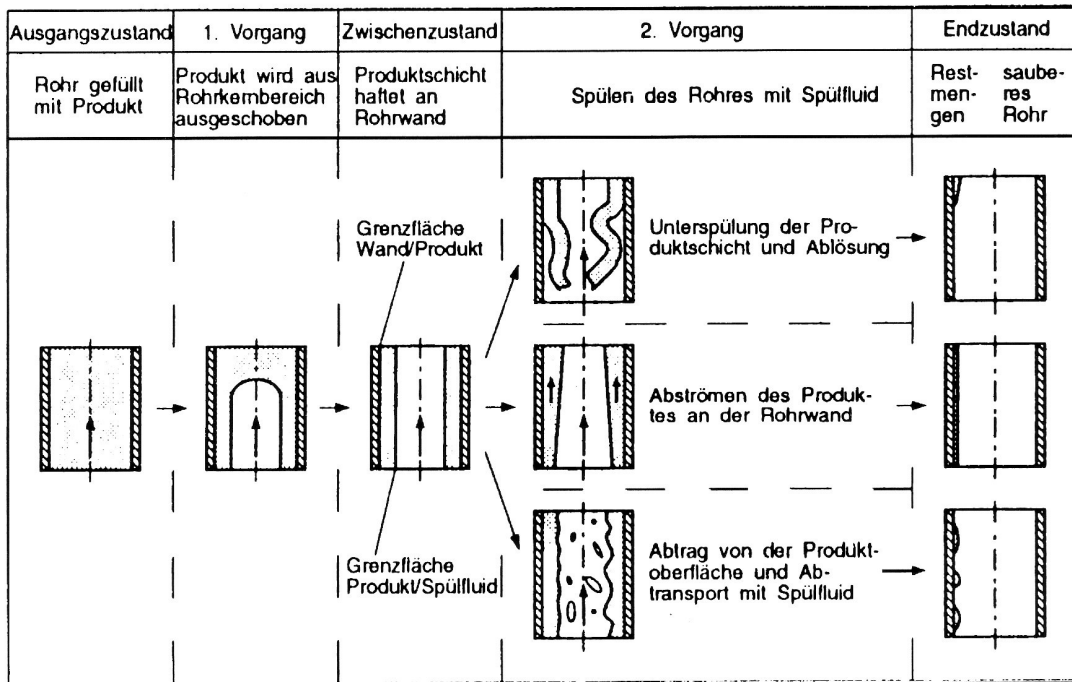


Abb. 3.15: Vorgänge beim Ausspülen hochviskoser Fluide aus Rohrleitungen [Welchner, 1993]

Kommt es an der Grenzfläche Produkt / Spülfluid zum Flockenabtrag, werden makroskopisch große Produktteile aus der Randschicht herausgelöst und mit der Spülfluidströmung aus der Rohrleitung entfernt. Beim molekularen Stofftransport bewirken Diffusion und Konvektion die Reduzierung von der an der Rohrwand haftenden Produktmasse, indem Produktbestandteile aus der Randschicht durch eine Konzentrationsgrenzschicht in die Hauptströmung transportiert werden (Abb. 3.16).

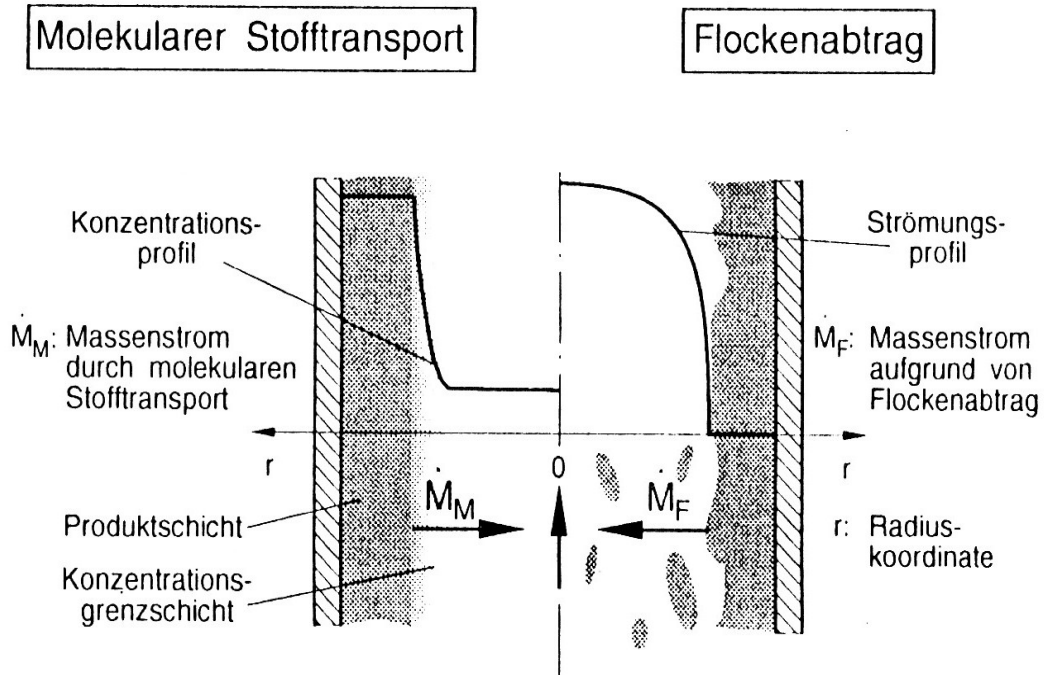


Abb. 3.16: Stofftransportmechanismen an der Grenzfläche Produkt / Spülfluid [Welchner, 1993]

Bei der Abschätzung des durch molekularen Stofftransport verursachten Massenstroms ermittelte Welchner das Vorhandensein einer annähernd konstanten Massenstromdichte, die nach einer bestimmten Zeit kontinuierlich abfällt. Dieser Abfall resultiert aus der Reduzierung der tatsächlichen Stoffübertragungsfläche A durch die Zunahme an bereits vollständig freigespülten Flächen. Graphisch ergibt sich aus der Auftragung der Massenstromdichte (auch als Reinigungsrate R bekannt) über der Spülzeit ein Plateau (siehe auch Abb. 3.19).

Welchner stellt den Stofftransport, welcher der Resthaftmengenreduzierung RHM entspricht als Reaktion 1. Ordnung dar:

$$\dot{m}_F = \frac{dRHM}{dt_s} = -k' \cdot RHM$$

k' ist die Geschwindigkeitskonstante dieser Reaktion.

Bei der Auftragung der Resthaftmenge über der Spülzeit entsteht eine abfallende Kurve, die in drei Bereiche unterteilt wird. Jeder dieser Bereiche besitzt eine negative Steigung $-k_i$, die dann mit obiger Gleichung eine Aussage über die Geschwindigkeit des Ausspülvorganges ermöglicht.

Diese Betrachtungsweise wird auf die Ausspülversuche in der vorliegenden Arbeit übertragen. Über den Reinigungszustand der konstanten Massenstromdichte wird der Stofftransport bestimmt und somit die Sherwood-Zahl berechnet (siehe Kap. 8). Eine Unterspülung des Belages und der damit verbundene Flockenabtrag ist unwahrscheinlich, da durch einen Trocknungsvorgang eine feste Bindung zur Oberfläche entsteht. Der Flockenabtrag ist erst bei hohen Wandschubspannungen interes-

sant. Diese werden jedoch bei den vorliegenden Reinigungsgeschwindigkeiten nicht erreicht.

C. R. Gillham, P. J. Fryer, A. P. M. Hasting und D.I. Wilson [Gillham *et al.*, 1999] untersuchten das Verhalten von Molkenproteinablagerungen in Edelstahlrohren bei der CIP-Reinigung mit einem milden alkalischen Reinigungsmittel (H_2O mit 0,5% NaOH) in Abhängigkeit von verschiedenen Temperaturen ($T = 20 - 80^\circ C$) und Durchflussraten ($Re = 500 - 5000$). Die Ergebnisse zeigen, dass der Reinigungsvorgang in drei Stufen abläuft: Aufquellen der Ablagerungen (a), gleichmäßige Abtragung der Schmutzschicht (b) und schließlich der Zerfall der Schmutzschicht (c) (Abb. 3.17).

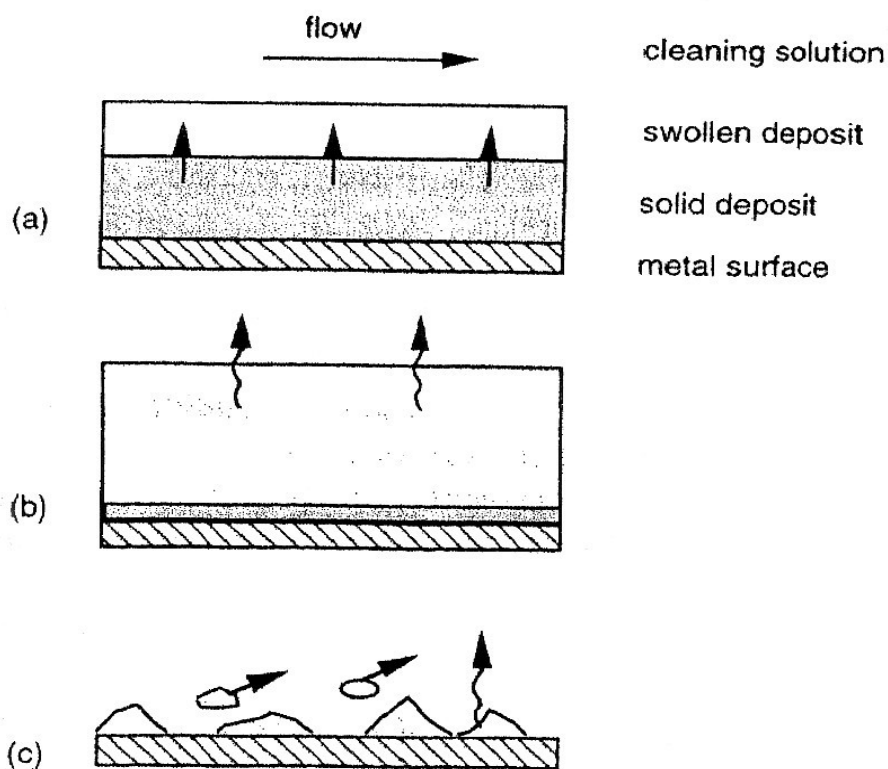


Abb. 3.17: Schematische Darstellung der drei Phasen bei der Abreinigung von Molkenproteinablagerungen [Gillham *et al.*, 1999]

In der ersten Phase kommt die Proteinschicht mit der alkalischen Reinigungsflüssigkeit in Berührung und beginnt zu quellen. Die Matrix lockert auf und wird in der zweiten Phase durch die Wandschubspannung und Diffusionsvorgänge konstant abgereinigt. Dadurch wird die gequollene Schicht immer dünner, bis nur noch einzelne „Matrixinseln“ vorhanden sind. Diese werden in der dritten Phase durch Massentransport vollständig abgereinigt. Wie schon Welchner ermittelt hat, ergibt die Auftragung der Reinigungsrate R über der Spülzeit t in der konstanten Abreinigungsphase ein Plateau.

Die Einflüsse von Temperatur und Durchfluss auf die Reinigungsrate zeigen in den verschiedenen Phasen Unterschiede. Die Reinigungsrate in der Stufe der gleichmä-

ßigen Abreinigung ist stark von der Temperatur an der Grenzfläche Ablagerung / Spülfluid und der Diffusion der Proteine in der gequollenen Ablagerungsmatrix abhängig. Hingegen ist die Stufe des Zerfalls eher von der durch turbulente Strömung erzeugten Wandschubspannung, sowie durch den Massentransfer von Produktteilchen von der Ablagerungsoberfläche in das Spülfluid beeinflusst.

Im Unterschied hierzu wird bei den vorliegenden Versuchen dieser Arbeit als Spülfluid ausschließlich Wasser verwendet, allerdings bei höheren Reynolds-Zahlen. Es werden aber genauso die bereits bekannten drei Phasen der Reinigung beobachtet.

H. Xin, X. D. Chen und N. Özkan [Xin *et al.*, 2002] beschäftigten sich mit der Reinigungsrate in der konstanten Ablösephase von Molkenproteinablagerungen in Rohren und bestätigten die Ergebnisse von Gillham *et al.*, 1999. Auch Xin *et al.* verschmutzten Edelstahlrohre mit einem definierten Molkenproteingel und reinigten mit einem Spülfluid aus H₂O und 0,5% NaOH bei verschiedenen Temperaturen und Durchflussgeschwindigkeiten. Die wesentlichen physikalischen Vorgänge beim Abreinigen der Molkenproteinmatrix von der Rohroberfläche sind in Abb. 3.18 dargestellt. Zuerst wird die Reinigungsflüssigkeit durch eine Grenzschicht hindurch auf die Oberfläche der Proteinmatrix transportiert. Durch den Kontakt der Ablagerungen mit dem Spülfluid wird eine Reihe von Reaktionen ausgelöst, und Zwischenprodukte werden gebildet. Bei weiterem Eindringen der Reinigungslösung in die Ablagerungen bildet sich eine „Reaktions-Zone“ und erzeugt eine aufgequollene Molkenproteingelschicht. Anschließend werden die Proteinmoleküle aus der Schmutzschicht herausgelöst und mit der Reinigungsflüssigkeit abtransportiert.

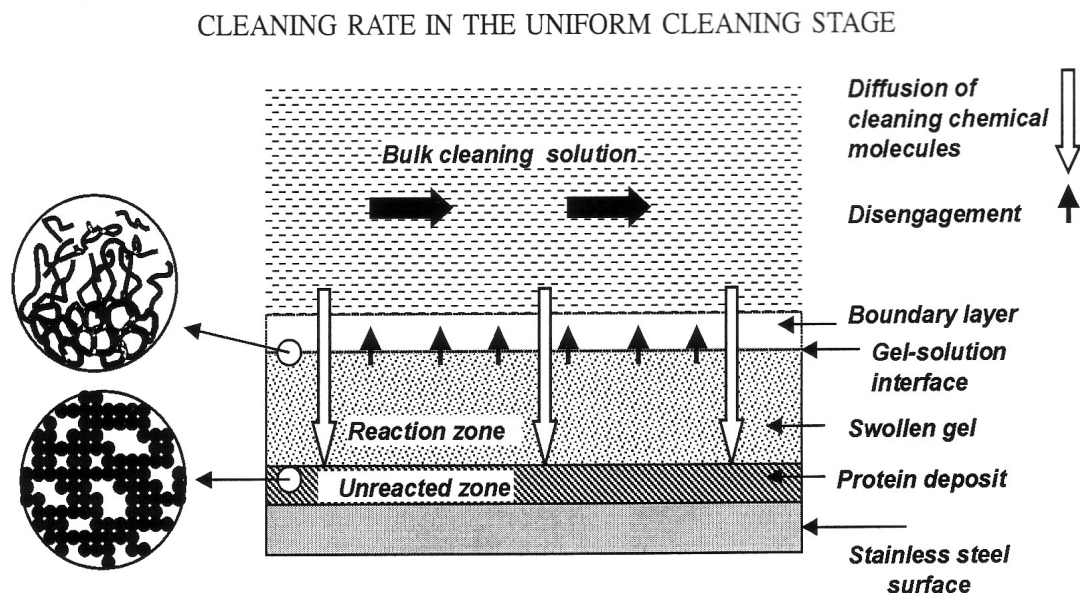


Abb. 3.18: Schematische Darstellung des Abreinigungsverhaltens von Molkenproteinablagerungen [Xin *et al.*, 2003]

Der wichtigste Parameter ist die während der Phase des gleichmäßigen Schmutzabtrages auftretende zeitlich konstante Reinigungsrate R . Häufig kann die konstante

Reinigungsrate direkt aus den durchgeführten Experimenten bestimmt werden. Ist das Ablöseverhalten jedoch nur über einen sehr kurzen Zeitraum hinweg konstant und zeigt Schwankungen in einem engen Bereich auf, würde die Annahme des größten Wertes zu falschen Ergebnissen führen. In diesen Fällen kann eine mittlere näherungsweise konstante Reinigungsrate R_m mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$R_m = \frac{m_m}{t_m} \quad (1)$$

wobei m_m [g/m²] die mittlere abgetragene Masse und t_m [s] das Zeitintervall während der „konstanten“ Abreinigung sind.

Eine graphische Darstellung einer typischen Reinigungsrate mit dem entsprechend schwankenden Verlauf über der Reinigungszeit zeigt Abb. 3.19:

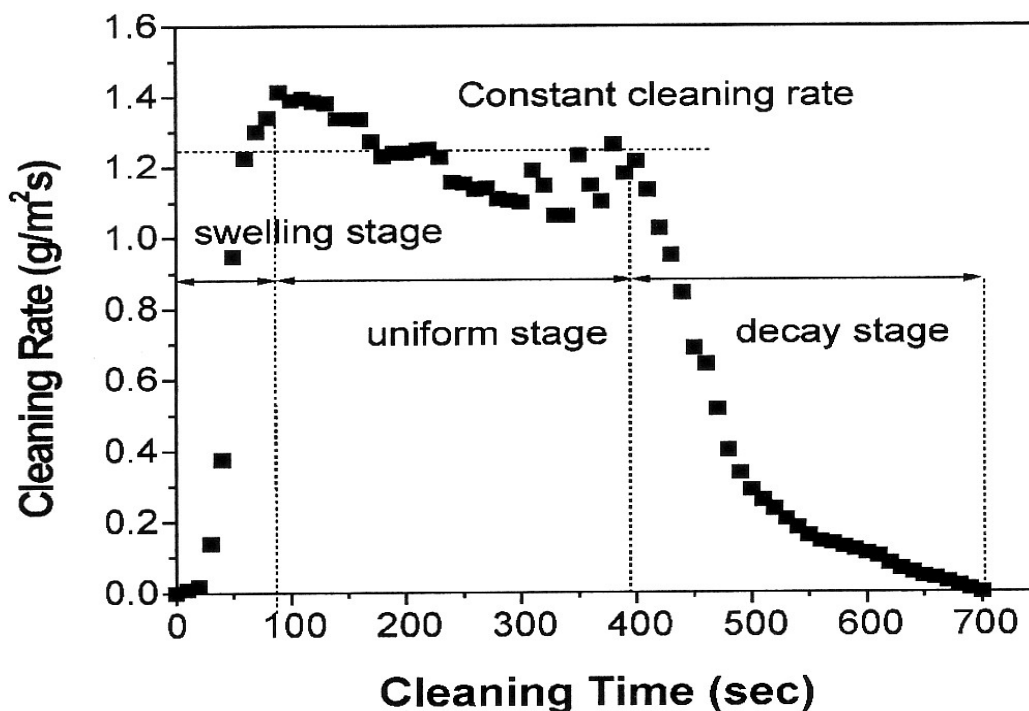


Abb. 3.19: Typischer Reinigungsverlauf einer Molkenproteinschicht auf Edelstahl mit Auftragung der Reinigungsrate über der Reinigungszeit [Xin et al., 2002]

Mit steigender Reinigungstemperatur und Durchflussgeschwindigkeit verkürzt sich die Reinigungszeit und somit auch die Länge des Plateaus. Stattdessen ergeben sich bei extremen Bedingungen nur noch Peaks. In diesen Fällen sollte ein Zeitintervall des gleichmäßigen Schmutzabtrags definiert werden, mit dem näherungsweise die „konstante“ Reinigungsrate mittels Gleichung 1 berechnet wird.

Die Beschreibung dieser Reinigungsverläufe ist identisch mit den gemessenen dieser Arbeit. Auch hier kam es bei höheren Strömungsgeschwindigkeiten zur Ausbildung eines Peaks. Im Unterschied zu den geschilderten Versuchen von Xin et al.

wird bei den anstehenden Versuchen auf den Einfluss von chemischen Reinigungsmitteln verzichtet. Die Definition der Reinigungsrate wird für die folgenden Versuche übernommen.

Alle diese Arbeiten zeigen vergleichbare Ergebnisse mit den Versuchsreihen dieser Arbeit und liefern den Grundstock für die Diskussion des Reinigungsverlaufes. Die Betrachtung der Reinigung als Stoffübergang mit den entsprechenden Gesetzmäßigkeiten wurde jedoch von keinem der Autoren durchgeführt. Ebenso wenig wurde versucht, diese Versuchsergebnisse in eine Testmethode zur Qualifizierung der Reinigbarkeit umzusetzen. Diese Punkte werden in dieser Arbeit aufgegriffen und umgesetzt.

4 Theoretische Grundlagen

4.1 Diffusion

Der Begriff der Diffusion ist in der DIN 5491 erläutert: „Diffusion ist der Materietransport, der als Folge von Konzentrationsgefällen in einem System oder Phasengrenzen auftritt und zu einem Konzentrationsausgleich führt.“ [DIN - Deutsches Institut für Normung, 1970]

In der Literatur wird diese Definition prinzipiell übernommen und noch weiter spezifiziert. So wird unter Diffusion der Ausgleich eines Konzentrationsunterschiedes von gasförmigen oder gelösten Stoffen oder Energie verstanden, bei dem sich die Partikel im statistischen Mittel durch Brown'sche Molekularbewegung temperaturabhängig von der höheren zur niedrigeren Konzentration bewegen. Dies kann frei, oder bei der Transfusion durch eine poröse Wand oder Membran hindurch geschehen.

Die einzelnen Partikel bewegen sich zufällig und ungerichtet. Sind in einem Raum Partikel oder Energie ungleichmäßig verteilt, dann führt die ungeordnete thermische Bewegung der Partikeln mit der Zeit dazu, dass sie in diesem Raum statistisch gleichmäßig verteilt sind, ihre Konzentration also an jedem Messpunkt im Raum gleich hoch ist. Aufgrund räumlicher Konzentrationsunterschiede besteht ein Transport an Partikeln, bis sich ein stationärer Zustand, das thermodynamische Gleichgewicht, einstellt. Dieser Vorgang ist meist ein sehr langsamer Prozess, wobei die Bewegungsgeschwindigkeit der Moleküle (Stofftransportkoeffizient) in Gasen um etwa drei Zehnerpotenzen größer ist als in Flüssigkeiten und nochmals um etwa drei Zehnerpotenzen größer als in Feststoffen [Atkins, 2006; Cussler, 1997].

Bereits Einstein interpretierte die bei der Diffusion vorhandene Brown'sche Molekularbewegung mit der zufälligen Aufenthaltswahrscheinlichkeit.

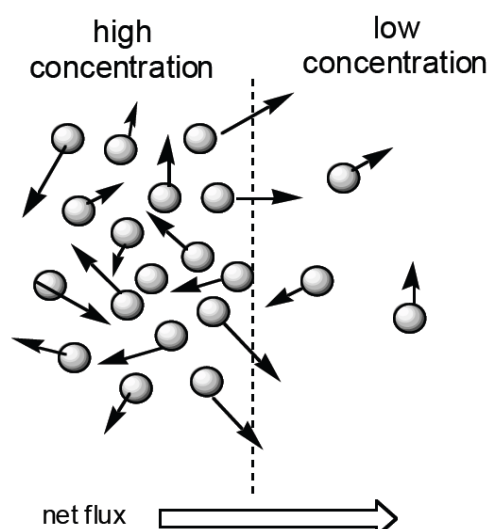


Abb. 4.1: Konzentrationsausgleich [Atkins, 2006]

Eine hohe Molekülkonzentration auf der linken Seite von Abb. 4.1 verleitet zur Annahme, dass die Moleküle nach rechts wandern. Jedes Molekül hat jedoch die gleiche Wahrscheinlichkeit sowohl nach rechts, als auch nach links zu wandern. Die Aufenthaltswahrscheinlichkeit ist an jedem Ort gleich groß. Der messbare Nettofluss nach rechts rührt daher, dass links mehr Partikel vorhanden sind und ist definiert als die Wahrscheinlichkeit nach rechts zu wandern mal der Anzahl der Partikel auf der rechten Seite.

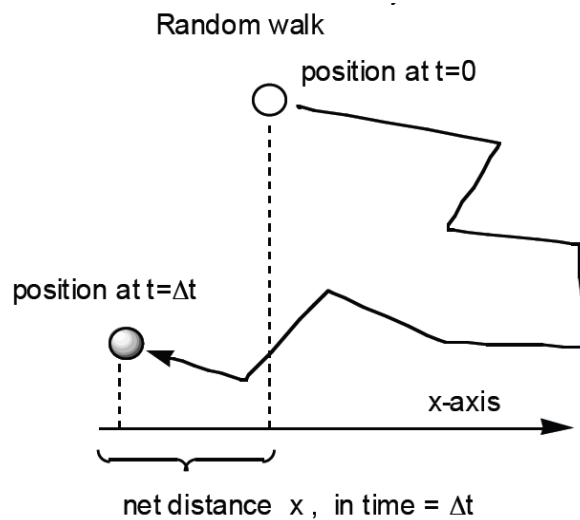


Abb. 4.2: Brown'sche Molekularbewegung [Atkins, 2006]

Die Brown'sche Molekularbewegung von Partikeln (Abb. 4.2) kann als zufällige Bewegung beschrieben werden, wobei x die Nettostrecke in x -Richtung ist, die in einer Zeit Δt zurückgelegt wird [Atkins, 2006].

Das Phänomen der Diffusion kann durch unterschiedliche Kräfte beeinflusst werden. So werden in einem isothermen System drei verschiedene Triebkräfte unterschieden, die auf die Moleküle einer Komponente der Stoffübertragung einwirken und dadurch eine Bewegung auslösen:

1. Triebkräfte aufgrund von Partialdruck- oder Konzentrationsgradienten,
2. Triebkräfte aufgrund von Gesamtdruckgradienten,
3. Triebkräfte aufgrund von äußeren Kräften.

Es können noch weitere äußere Kräfte einwirken, die z. B. elektrischer oder magnetischer Art sind [Mersmann, 1986].

Je nach Vorhandensein der äußeren Kräfte gibt es zwei Möglichkeiten die Vorgänge der Diffusion zu erklären:

Ist nur der Konzentrationsunterschied die entscheidende Triebkraft, so kann das Fick'sche Gesetz herangezogen werden. Für grundlegende Studien, bei denen die Konzentration in Abhängigkeit der Zeit und des Ortes bestimmt werden soll, ist es sinnvoll, mit dem Diffusionskoeffizienten zu arbeiten.

Sind weitere Einflüsse gleichzeitig vorhanden, liefern die Stefan-Maxwell-Gleichungen bessere Ergebnisse. Hierbei werden die thermodynamischen Vorgänge

durch Beeinflussung des Druckes oder der Elektrostatik besser berücksichtigt. Vor allem in Gassystemen mit mehr als zwei Bestandteilen wird die Anwendung der Fick'schen Gleichung sehr kompliziert.

Für den Stoffübergang bei der Reinigung ist allerdings nur das Konzentrationsgefälle entscheidend. Somit ist die Anwendung der Fick'schen Gleichungen möglich und wird in der Literatur ebenfalls vorgeschlagen [Krishna und Wesselingh, 1997; Wesselingh und Krishna, 1990, 2000].

4.1.1 1. Fick'sches Gesetz

Die Teilchenstromdichte (Flux) J beschreibt die Geschwindigkeit der Diffusion und wird entweder definiert als die Anzahl der Atome, die pro Zeiteinheit durch eine Flächeneinheit diffundieren, oder in Zusammenhang mit dem Massenstrom die Masse der Atome, die pro Zeiteinheit durch eine Flächeneinheit diffundiert.

$$J = \frac{1}{A} \cdot \frac{dM}{dt} \Rightarrow \left[\frac{\text{kg}}{\text{m}^2 \text{s}} \right] \text{ oder } \left[\frac{\text{Atome}}{\text{m}^2 \text{s}} \right]$$

Das 1. Fick'sche Gesetz für eindimensionale Diffusion macht eine quantitative Aussage über die im statistischen Mittel gerichtete Bewegung von Teilchen, d. h. wie viele Teilchen einer Stoffmenge sich pro Zeiteinheit durch eine Flächeneinheit, die senkrecht zur Diffusionsrichtung liegt, netto bewegen (Abb. 4.3).

$$J = -D \cdot \frac{\partial c}{\partial x}$$

Die Teilchenstromdichte (Flux) J [$\text{mol}/\text{m}^2\text{s}$] in x -Richtung ist proportional dem Diffusionskoeffizienten D [m^2/s] und dem Konzentrationsgradienten dc/dx . Das negative Vorzeichen in der Gleichung bedeutet, dass die Diffusion in Richtung niedrigerer Konzentrationen (Konzentrationsgradienten) verläuft.

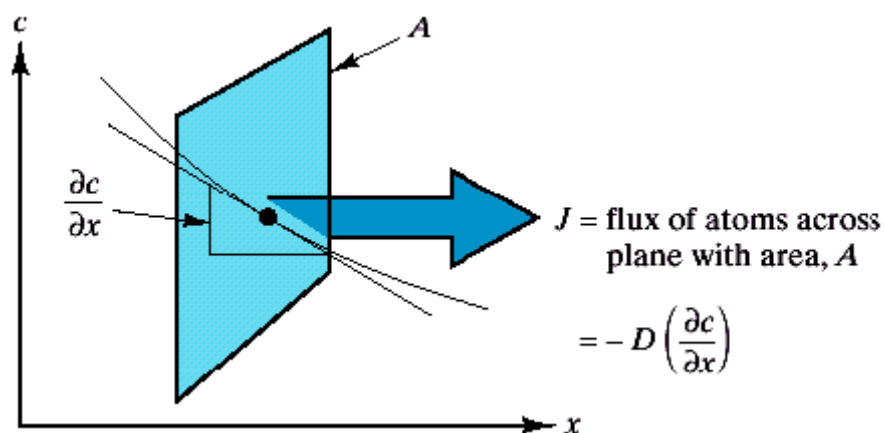


Abb. 4.3: Stationäre Diffusion (1. Fick'sches Gesetz) [Cussler, 1997]

4.1.2 2. Fick'sches Gesetz

Das 2. Fick'sche Gesetz für eindimensionale Diffusion stellt eine Beziehung zwischen zeitlichen und örtlichen Konzentrationsunterschieden dar (Abb. 4.4). Es eignet sich somit zur Darstellung instationärer (zeitabhängiger) Diffusion, im Gegensatz zum 1. Fick'schen Gesetz, das einen stationären (zeitunabhängigen) Diffusionsfluss mit ortsabhängigen Konzentrationsprofilen beschreibt.

Das 2. Fick'sche Gesetz lautet:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 c}{\partial x^2}$$

Die instationäre Diffusion gemäß dem 2. Fick'schen Gesetz ist in folgender Abbildung dargestellt (Abb. 4.4).

Der Konzentrationsverlauf ändert sich mit der Zeit. Durch die Sättigung an der Wand ist die Konzentration 1.0 vorhanden. Sie nimmt in kurzem Wandabstand sehr schnell ab und der Großteil des Mediums über der Wand besitzt noch die Konzentration 0. Mit fortschreitender Zeit kommt es in diesem Beispiel zu einem Konzentrationsausgleich, so dass bei einer Zeit $t = 10$ s eine fast waagrechte Kurve entsteht. Diese Art der Diffusion entsteht, wenn an der Wand die Konzentration 1.0 erhalten bleibt, d. h. dass genügend Material vorhanden ist, welches in Lösung gehen kann.

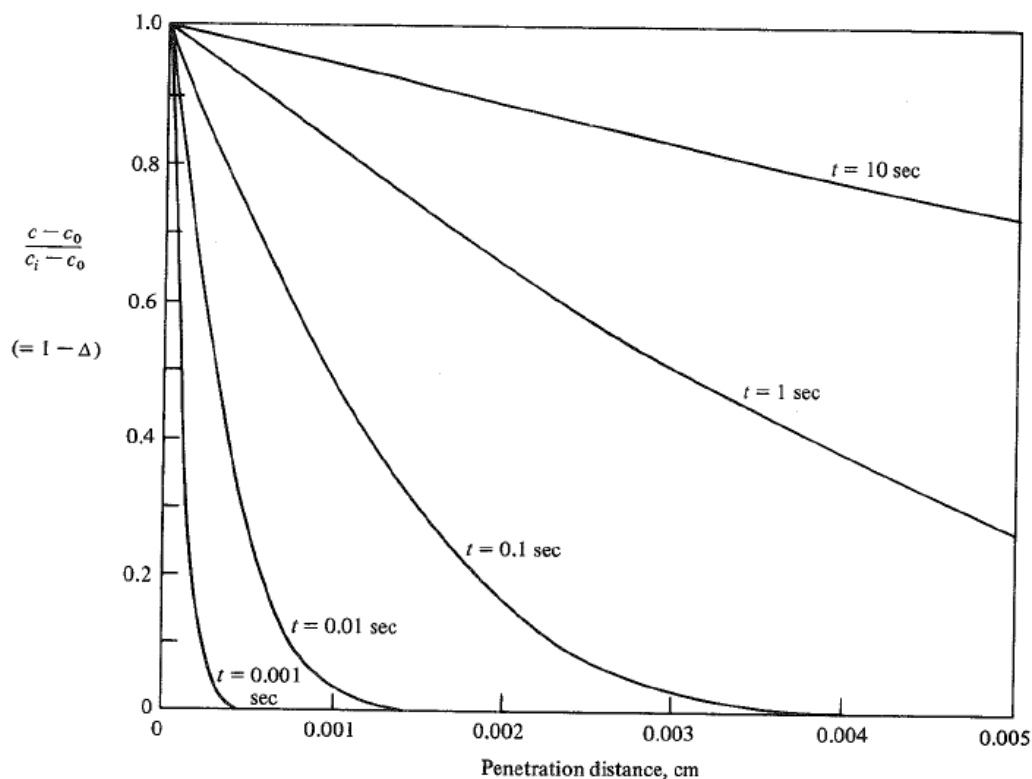


Abb. 4.4: Diffusion eines gelösten Stoffes in ein infinites Medium [Sherwood *et al.*, 1975]. Die angegebenen Zeiten entsprechen einer Diffusion in einer Flüssigkeit mit $D = 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$

Exakt gleiche Verhältnisse treten auf, wenn die Verschmutzungsmatrix sich in der Reinigungsflüssigkeit über Diffusion löst. Der Schmutzbelag ist dick genug, so dass die Sättigungskonzentration von 1 nicht unterschritten wird; zumindest solange noch ein Belag auf der Oberfläche vorhanden ist. Die Flüssigkeit darüber wird sich langsam mit Proteinlösung anreichern.

Das 2. Fick'sche Gesetz wird zur Bestimmung des Diffusionskoeffizienten der Verschmutzungsmatrix verwendet (siehe Kap. 6.2).

4.2 Strömungsmechanik und Schmutzabtrag

Zum Verständnis des Stofftransportes während der Reinigung müssen im Vorfeld strömungsmechanische Grundlagen erläutert werden. Es wird auf die verschiedenen Strömungsformen eingegangen und die Grenzschichtströmung erklärt.

4.2.1 Strömungsmechanische Grundlagen

Die Reinigung von Rohrleitungsbereichen in der Lebensmittelindustrie, wie sie hier betrachtet wird, erfolgt vollautomatisch mittels CIP-Reinigung. Die Reinigungsmedien sind wässrige Lösungen mit alkalischen oder sauren Eigenschaften, um den Schmutz abzulösen. Somit beschränkt sich die folgende Darstellung der strömungsmechanischen Grundlagen auf Newtonsche Fluide in Rohren.

Wässrige Lösungen werden üblicherweise unter Normalbedingungen als inkompressible Flüssigkeiten angesehen. Somit können die Berechnungen etwas vereinfacht werden. Strömen inkompressible Flüssigkeiten, bleibt die Dichte konstant, so dass es über die Zeit zu keinerlei Volumenänderung kommt. Weiterhin weisen sie einen linearen Zusammenhang in der Schubspannung mit dem Schergefälle auf. Flüssigkeiten, die ein proportionales Fließverhalten besitzen, werden als Newtonsche Fluide bezeichnet. Dem gegenüber stehen die nicht-Newtonschen Fluide, die ein sprunghaftes und nicht proportionales Fließverhalten aufzeigen (Abb. 4.5). Beispiele sind Mayonnaise oder Butter mit pseudoplastischem Verhalten und einer Fließgrenze (e).

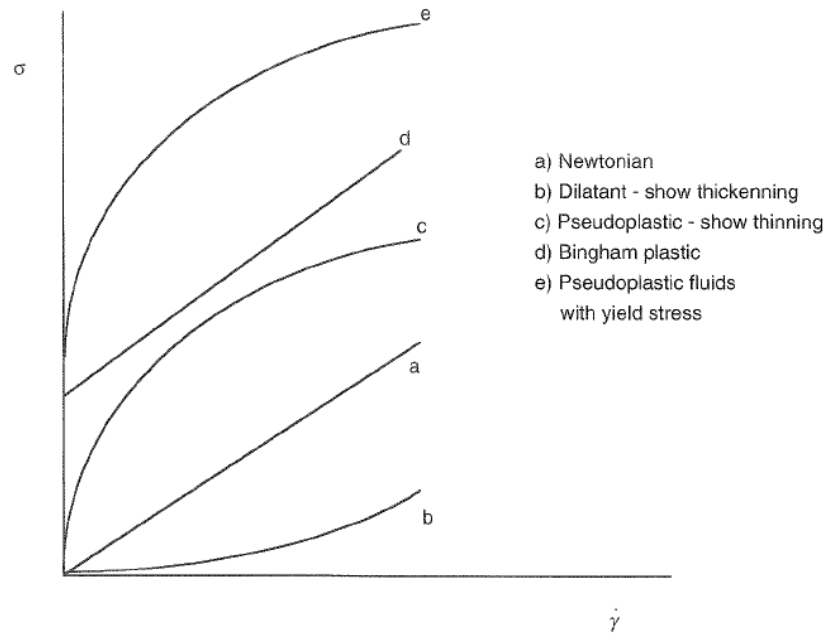


Abb. 4.5: Rheogramm von zeitunabhängigen Newtonschen und nicht-Newtonschen Flüssigkeiten [Ibarz und Barbosa-Cánovas, 2003]

In der Hydrodynamik lassen sich zwei der allgemeinsten physikalischen Sätze erfolgreich anwenden, um zu den Grundgleichungen der Flüssigkeitsbewegung zu gelangen. Es sind dies die Erhaltung der Masse und die Impulserhaltung mit der Newtonschen Gleichung: Kraft = Masse x Beschleunigung.

Somit führen alle strömungsmechanischen Grundgleichungen zurück auf die kontinuumsmechanischen Erhaltungsgleichungen für Masse, Impuls und Energie.

Die Massenerhaltung bezieht sich auf die Kontinuitätsgleichung der Hydrodynamik und ist in Abb. 4.6 anhand der ein- und austretenden Ströme verdeutlicht.

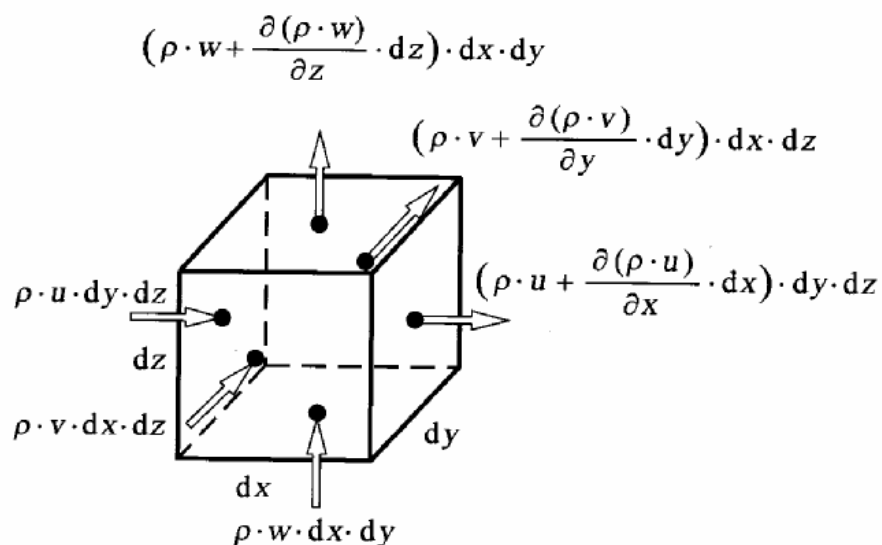


Abb. 4.6: Ein- und ausströmende Massenströme am Volumenelement dV [Oertel, 2002]

Allgemein kann die Massenerhaltung als zeitliche Änderung der Masse in einem Volumenelement beschrieben werden, die sich aus der Summe der einströmenden minus der Summe der ausströmenden Massenströme am Volumenelement zusammensetzt. Daraus wird die Kontinuitätsgleichung erhalten:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \frac{\partial(\rho \cdot \mathbf{u})}{\partial x} + \frac{\partial(\rho \cdot \mathbf{v})}{\partial y} + \frac{\partial(\rho \cdot \mathbf{w})}{\partial z} = 0$$

Die Kontinuitätsgleichung sagt aus, dass innerhalb eines Volumenelementes Flüssigkeit weder verschwindet noch neu hinzutritt, die Strömung ist also senken- und quellenfrei.

Für inkompressible Fluide, wie sie hier verwendet werden, vereinfacht sich die Gleichung zu:

$$\frac{\partial \mathbf{u}}{\partial x} + \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial y} + \frac{\partial \mathbf{w}}{\partial z} = 0 \quad (2)$$

Für die Bestimmung des Diffusionskoeffizienten und bei der Betrachtung des Stoffübergangs gibt die Kontinuitätsgleichung die Randbedingungen an. Der Stoffaustausch ist endlich und kann nicht über die Grenzen des betrachteten Systems hinaus laufen.

[Grigull, 1963; Oertel, 2002; Prandtl, 1944; Truckenbrodt, 1996]

4.2.2 Laminare und turbulente Strömungsform

Die Untersuchungen zur Beschreibung der Strömung wurden hauptsächlich an überströmten Platten durchgeführt. Als Strömungsmedium wird meist Luft verwendet, da die Flugzeugindustrie die treibende Kraft innerhalb der Forschungsaktivitäten am Anfang des 20. Jahrhunderts war. Die Flüssigkeitsströmung durch geschlossene Rohre wurde immer nur nebenbei betrachtet.

Die Charakterisierung einer Rohrströmung erfolgt durch die dimensionslose Reynolds-Zahl Re . Sie beschreibt das Verhältnis von Trägheits- zu Reibungskräften der Flüssigkeit. Bei der Rohrströmung wird die Reynolds-Zahl Re mit dem Rohrdurchmesser d , der mittleren Geschwindigkeit u und der kinematischen Viskosität ν gebildet:

$$Re = \frac{u \cdot d}{\nu} \quad (3)$$

Durch diesen Reibungseinfluss sind zwei Strömungszustände in Abhängigkeit der Größe der Reynolds-Zahl möglich, die laminare und die turbulente Strömung.

4.2.2.1 Laminare Strömung

Sind die durch die Viskosität verursachten Reibungskräfte groß im Verhältnis zu den Trägheitskräften, liegt eine laminare oder Schichtenströmung vor.

Die Geschwindigkeitsverteilung des ausgebildeten Strömungsprofils hat die Form einer Parabel (Abb. 4.7). Die Untersuchungen hierzu gehen zurück auf Reynolds im Jahre 1883. Er machte systematische Messungen mit eingedüster Farbe in die durchströmte Rohrleitung und beobachtete die Ausbildung von Stromlinien ohne jegliche Vermischung [Reynolds, 1883].

Nur bei kleinen Reynolds-Zahlen ist diese stabile und geordnete Strömung möglich. Bis zu einer Reynolds-Zahl von $Re = 2300$ liegen die Stromlinien nebeneinander und besitzen keinerlei Austausch. Die laminare Strömung ist allerdings ein instabiler Strömungszustand. Sobald eine Störung, wie z. B. ein Strömungshindernis vorhanden ist, schlägt sie in eine turbulente Strömung um. Ist das Rohr störungsfrei ausgeführt, können Übergangs-Reynolds-Zahlen von bis zu 10^5 beobachtet werden [Oertel, 2002].

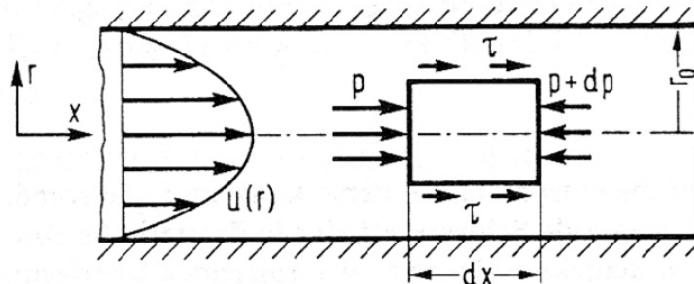


Abb. 4.7: Geschwindigkeitsprofil einer laminaren Rohrströmung [Becker, 1993]

In Folge der Druckdifferenz Δp im durchströmten Rohr stellt sich eine entsprechende Geschwindigkeit ein. Die Druckabnahme in Strömungsrichtung äußert sich durch den Reibungseinfluss. Für laminare Strömungen gilt ein linearer Zusammenhang zwischen Δp und der mittleren Strömungsgeschwindigkeit u .

$$\Delta p \sim u$$

4.2.2.2 Turbulente Strömung

Überschreitet die Reynolds-Zahl in einer reinen Rohrströmung den charakteristischen Wert von 2300, so stellt sich eine turbulente oder ungeordnete Strömung ein.

In seinen Farbversuchen beobachtete Reynolds eine schnelle Vermischung über den Rohrquerschnitt. Die Geschwindigkeit der einzelnen Flüssigkeitsteilchen schwankt unregelmäßig und es kommt nicht zu achsenparallelen Bahnen, wie bei der laminaren Strömung. Die Fluktuationen lenken die Flüssigkeitsteilchen in alle Richtungen ab, so dass ein Austausch quer zur Strömung vorhanden ist [Zierep, 1982].

Das örtliche Geschwindigkeitsfeld einer turbulenten Strömung angeben zu wollen, ist nahezu unmöglich. Meist interessieren hier auch nicht die lokalen Einzelheiten und

es reicht ein zeitlicher Mittelwert des Strömungsfeldes aus. So entsteht das „Kolbenprofil“ der turbulenten Strömung mit konstanter mittlerer Geschwindigkeit über fast dem gesamten Rohrquerschnitt. In Wandnähe muss aufgrund der Haftbedingungen die Geschwindigkeit wieder abnehmen.

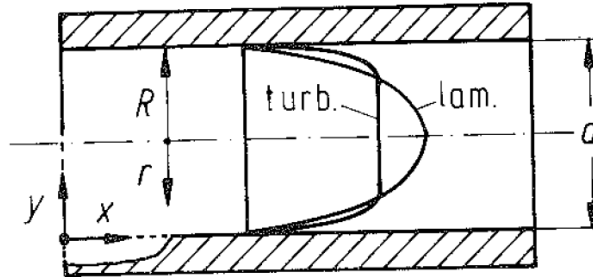


Abb. 4.8: Geschwindigkeitsprofile bei laminarer und turbulenter Strömung im Rohr [Mersmann, 1986]

Der Druckverlust ist jetzt nicht mehr allein von der Geschwindigkeit abhängig, sondern vom Verlustbeiwert λ_{turb} . Dieser muss in Abhängigkeit der Rauheit der Oberfläche bestimmt werden. Es werden hier hydraulisch glatte Oberflächen von rauen unterschieden. Mittels der Sandkornrauigkeit, die dem Verhältnis von Oberflächenrauheit k zu Rohrdurchmesser d entspricht, kann über das Nikuradse-Diagramm (Abb. 4.9) der Verlustbeiwert ausgelesen werden.

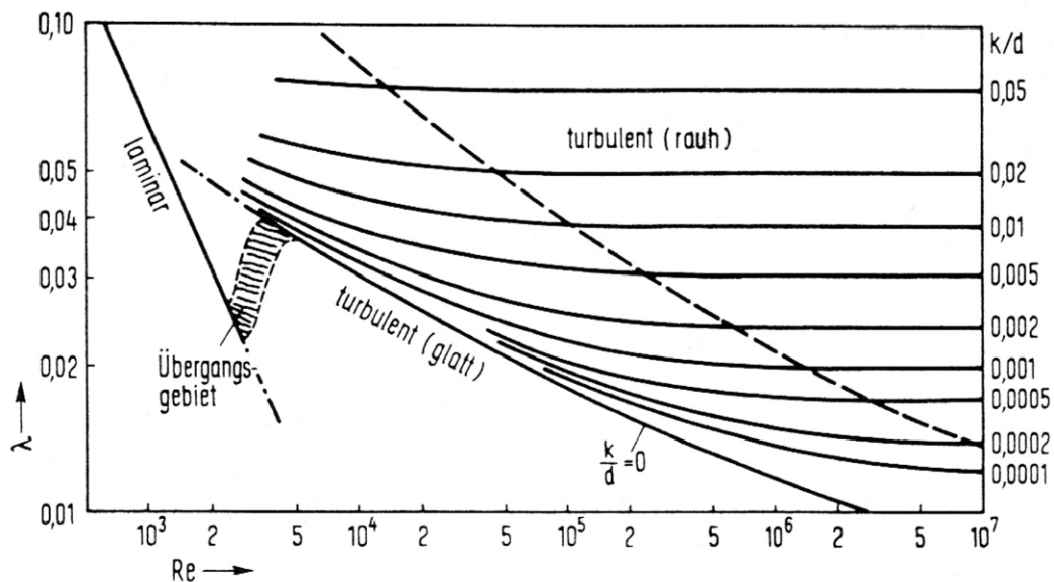


Abb. 4.9: Nikuradsediagramm zur Bestimmung des Verlustbeiwertes λ [Becker, 1993]

Bei turbulenter Strömung und glatten Rohren ist $k/d \approx 0$ und die unterste Linie im Nikuradsediagramm ist entscheidend [Toledo, 1999]. Hier gilt der Ansatz von Blasius:

$$\lambda_{\text{turb}} = \frac{0.3164}{\text{Re}^{\frac{1}{4}}}$$

Demzufolge ist der Verlustbeiwert nur von der Reynolds-Zahl abhängig. Edelstahlrohrleitungen für die Lebensmittelindustrie, wie sie auch bei diesen Versuchen eingesetzt werden, besitzen eine mittlere Oberflächenrauheit von $R_a \approx 0,5 \mu\text{m}$. Daraus ergibt sich eine Sandkornrauigkeit von $\varepsilon = 0,00001$ bei Rohren der Nennweite DN 50. Dieser Wert kann prinzipiell gleich Null gesetzt werden, da im Diagramm diese Größenordnung der Sandkornrauigkeit als glatt angesehen wird.

4.2.3 Schubspannung

Alle realen Fluide besitzen eine innere Reibung, welche bewirkt, dass Strömungsvorgänge ohne Energiezufuhr zum Stillstand kommen. Diese Reibung wird wirksam, wenn zwei benachbarte Fluidschichten sich mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten bewegen. In Abb. 4.10 sind zwei Platten mit dazwischen liegender Flüssigkeit dargestellt. Die untere Platte steht fest, wohingegen die obere aktiv bewegt wird. Dazwischen im Abstand y bildet sich ein Geschwindigkeitsprofil aus, da sich die einzelnen Fluidschichten unterschiedlich schnell bewegen.

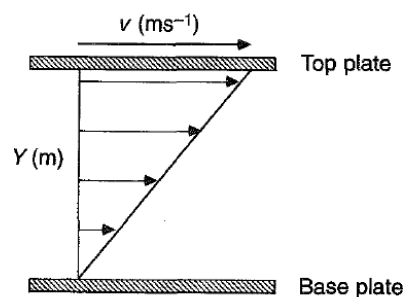


Abb. 4.10: Geschwindigkeitsverteilung zwischen zwei Platten, wobei eine beweglich ist [Fryer et al., 1997]

In Abb. 4.11 ist eine überströmte Platte, welche auch der Rohrleitungswand entsprechen kann, dargestellt. Im Randbereich entstehen vergleichbare Geschwindigkeitsverteilungen wie zwischen den oben dargestellten Platten.

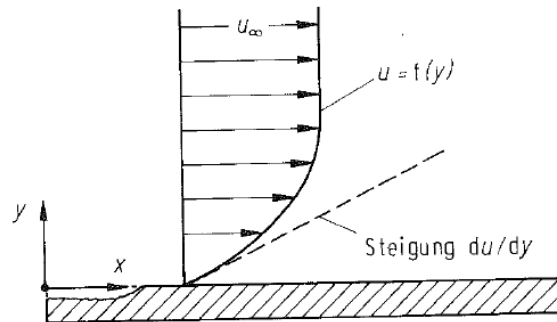


Abb. 4.11: Geschwindigkeitsprofil $u=f(y)$ eines Fluids, welches eine Platte überströmt [Mersmann, 1986]

Die Fluidgeschwindigkeit unmittelbar an der Wandoberfläche beträgt wegen der Haftbedingung Null und steigt mit zunehmendem Abstand y auf die Freistromgeschwindigkeit u . Das Geschwindigkeitsgefälle du/dy verursacht wegen der inneren Reibung eine Schubspannung τ in der Gleitebene $y = \text{const.}$:

$$\tau = \eta \cdot \frac{du}{dy}$$

Der Proportionalitätskoeffizient η wird dynamische Viskosität genannt. Wird diese Größe durch die Dichte ρ der Flüssigkeit geteilt, ergibt sich die kinematische Viskosität ν :

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}$$

4.2.4 Grenzschichtströmung

Für die Reinigung relevant ist der wandnahe Bereich. Der hier haftende Schmutz muss abgelöst werden. In diesem Bereich treten Grenzschichtströmungen auf, die je nach Strömungsform unterschiedlich ausgebildet sind. Allerdings sind die Geschwindigkeiten so gering, dass eine reibungsbehaftete Strömungsform vorliegt. Sowohl bei der laminaren als auch der turbulenten Strömung gilt folgendes: Die Geschwindigkeit steigt unmittelbar in der Nähe der festen Wand oder der geschlossenen Schmutzschicht vom Wert Null an. Unterschiedlich ist jedoch, in welchem Abstand zur Wand dies geschieht. Dies stellen die beiden unterschiedlichen Strömungsprofile dar (Abb. 4.12). Für die Beschreibung des Stoffübergangs zwischen festen Körpern und überströmenden Fluiden ist die Grenzschichtströmung zusammen mit dem Massenerhaltungssatz entscheidend.

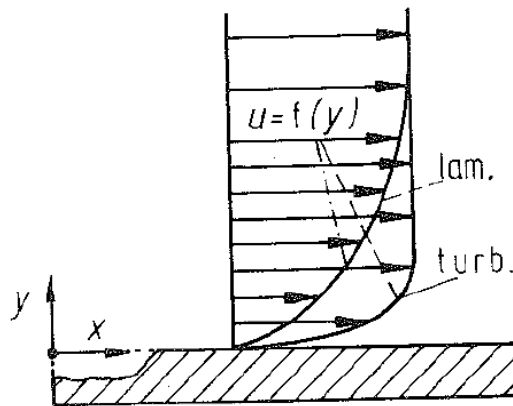


Abb. 4.12: Geschwindigkeitsprofile bei laminarer und turbulenter Strömung an überströmter Platte [Mersmann, 1986]

Wird die überströmte Platte betrachtet, so bildet sich eine Grenzschicht aus, die mit der Lauflänge x in ihrer Dicke zunimmt (Abb. 4.13). Während außerhalb dieser Grenzschicht die Reibungskräfte im allgemeinen vernachlässigbar sind, müssen sie bei Strömungsvorgängen in der Grenzschicht berücksichtigt werden. Bei der Übertragung auf die Rohrströmung verändern sich die Verhältnisse. Da die Rohrwand als eine im Kreis gebogene ebene Platte angesehen werden muss, bildet sich ebenfalls die Grenzschicht aus. In der Ausdehnung ist sie allerdings begrenzt, da die Grenzschicht nur bis zur Rohrachse reichen kann. Dies bedeutet, dass die Rohrströmung immer im Zustand der vollausgebildeten Turbulenz nichts anderes als eine Grenzschichtströmung ist. Bleibt diese Strömungsform unverändert, wird von „ausgebildeter Strömung“ gesprochen. Die Dicke der Grenzschicht δ entspricht der Größe des Rohrradius und die maximale Geschwindigkeit in der Rohrmitte u_{\max} der Anströmgeschwindigkeit u der Platte. Ein grundsätzlicher Unterschied besteht in dieser Analogie darin, dass der Rohrradius R konstant ist, während die Grenzschichtdicke mit der Lauflänge x zunimmt. Darüber hinaus kommt die Rohrströmung nur durch einen Druckabfall zustande, während bei der Plattenströmung Gleichdruck herrscht. Hier muss die Grenzschichtdicke ständig zunehmen, um den Impulsverlust durch Reibung zu decken. [Grigull, 1963; Truckenbrodt, 1999].

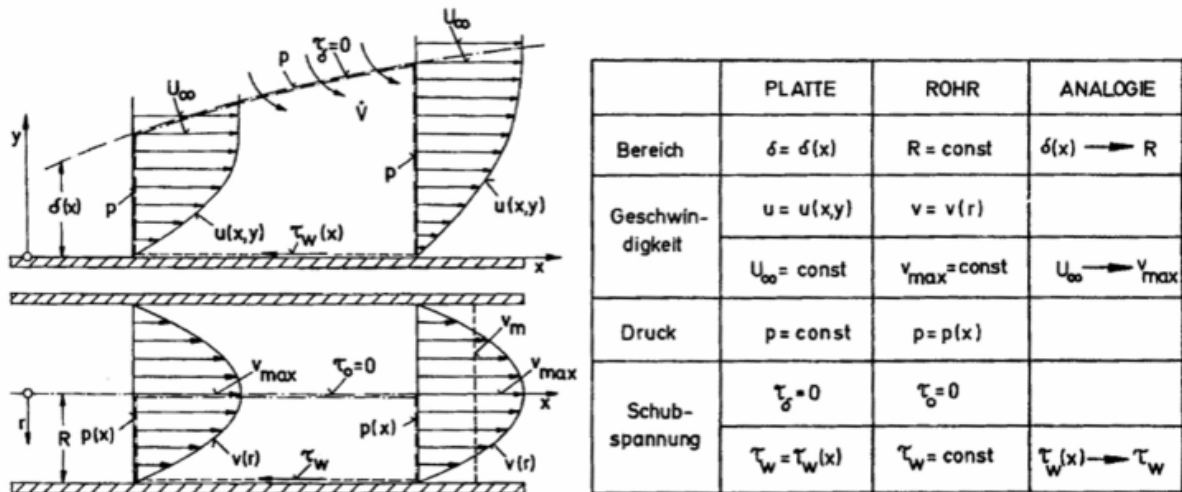


Abb. 4.13: Analogiebetrachtung Platte - Rohr, Geschwindigkeitsverteilungen und Gegenüberstellung der maßgebenden Größen [Truckenbrodt, 1976]

Sowohl an der angeströmten Platte als auch im durchströmten Rohr gibt es einen Einlaufbereich, in dem sich das Strömungsprofil vollständig ausbildet (Abb. 4.14). Diese Einlaufstrecke ist kaum von der Reynolds-Zahl abhängig. Für die turbulente Strömung gilt

$$\frac{x}{d} = 20 - 30$$

x Einlaufstrecke; d Rohrdurchmesser

je nachdem, wie genau das Endprofil erfasst wird [Zierep, 1982]. Das nahezu rechteckförmige Profil der turbulenten Strömung ähnelt stark dem Einlaufprofil, so dass die Ausbildung nach kurzer Strecke erfolgt ist. Alle Strömungsversuche dieser Arbeit sind mit wesentlich längeren Einlaufstrecken durchgeführt worden. Weiterhin sind die betrachteten Rohre vollständig mit Flüssigkeit gefüllt und die Durchflussmenge zeitlich konstant. Damit ist die Strömung bereits voll ausgebildet und es treten keine Phänomene der Einlaufbereiche auf, die auch nicht näher behandelt werden [Rotta, 1972].

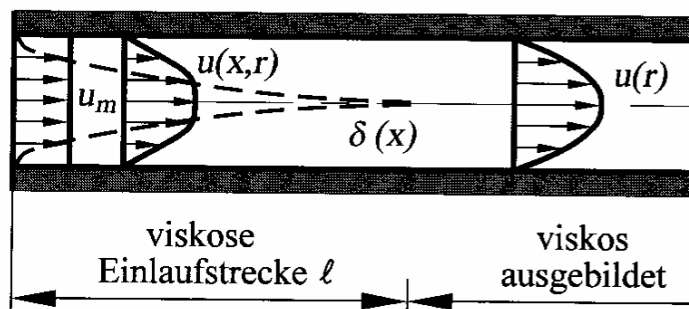


Abb. 4.14: Entwicklung des Geschwindigkeitsprofils der Rohrströmung [Oertel, 2002]

Die hydrodynamische Grenzschicht der turbulenten Strömung kann noch weiter unterteilt werden (Abb. 4.15). So ist direkt in Wandnähe ($0 < y < \delta_0$) die Geschwindigkeit so klein, dass keine turbulente Austauschbewegung mehr stattfindet. Die Strömungsform wird wieder laminar. Dieser Bereich wird als laminare Unterschicht δ_0 bezeichnet. Diese wird wiederum von einer Zwischenschicht oder Übergangsschicht überlagert, in der zeitweise laminare oder turbulente Zustände auftreten können. Der Übergang ist fließend [Walz, 1966].

Andere Autoren sprechen davon, dass die laminare Unterschicht bei weitem nicht so gleichförmig ist und von Turbulenzballen durchbrochen wird [Cleave und Yates, 1973]. Hierfür gibt es unterschiedliche Ansatzpunkte, die widersprüchlich in der Literatur diskutiert werden. Für die hier durchgeführten Reinigungsversuche hat dies keinen Einfluss.

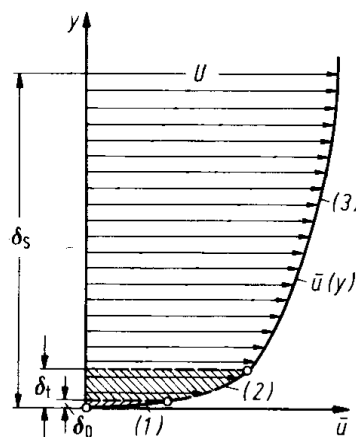


Abb. 4.15: Bereichseinteilung turbulenter Strömungsgrenzschichten. Längsangeströmte Platte, (1) viskose Unterschicht, (2) Übergangsschicht, (3) turbulente Schicht. [Truckenbrodt, 1999]

4.3 Stoffübertragung bei turbulenter Vermischung

Wird das Lösen einer Substanz in einer Flüssigkeit beobachtet, so sind eine Reihe von physikalischen Parametern zu berücksichtigen, um diesen Vorgang in Gleichungen zu fassen. Grundsätzlich wird bei diesem Transportvorgang zwischen der Übertragung des Impulses, der Energie und des Stoffes unterschieden. Diese drei Transportphänomene haben wichtige Gemeinsamkeiten und ähneln sich in ihren Gleichungen [Kay und Nedderman, 1985]. Daher wird der Stoffübergang in der Literatur meist im Zusammenhang mit dem Wärmeübergang behandelt [Baehr und Stephan, 1998; Eckert, 1966; Loncin, 1968]. Durch das ähnliche Verhalten der beiden Übertragungsmöglichkeiten wird der Wärmeübergang behandelt und nur am Rande der

Stoffübergang. Ein weiterer Grund liegt in den vielfältigen verfahrenstechnischen Anwendungen der Wärmeübertragung im Vergleich zum Stofftransport.

Die Übertragung der Wärme kann auf unterschiedliche Weise erfolgen, wie z. B. durch Wärmeleitung, freiem oder erzwungenem konvektiven Wärmeübergang oder durch Wärmestrahlung [Elsner, 1988]. Ebenso wird bei der Stoffübertragung zwischen Diffusion, konvektivem Stoffübergang und Stoffdurchgang unterschieden [Baehr und Stephan, 1998; Sherwood *et al.*, 1975]. Eine Entsprechung der Wärmestrahlung ist bei der Übertragung von Stoffen nicht vorhanden.

Da unter Stoffübertragung der Transport von einer oder mehreren Komponenten eines Gemisches fluider oder fester Stoffe innerhalb einer Phase oder über Phasengrenzflächen hinweg verstanden wird, spielt bei der Reinigung nur der Stoffübergang und die Diffusion eine Rolle. Der Stoffdurchgang spielt im Rahmen dieser Arbeit keine Rolle und wird daher nicht behandelt.

Damit die Schmutzschicht während der Reinigung von der Rohrwand abgelöst und in das Reinigungsfluid übertragen werden kann, wird eine treibende Kraft benötigt. Allgemein sind hier Druck-, Temperatur- und Konzentrationsgradienten möglich. Im Reinigungsfall spielt nur der Konzentrationsgradient eine Rolle. Temperatur und Druck werden konstant gehalten. Die meisten Prozesse in Natur und Technik erfolgen durch Diffusion. Da sie auch in laminaren Strömungen auftritt, ist die Diffusion bei der Reinigung ein wichtiger Bestandteil.

Für die Beschreibung des Stoffübergangs und der Berechnung des Stoffübergangskoeffizienten β sind verschiedene Theorien entwickelt worden. Je nach Art und Aufbau des Prozesses kann die Film-, die Grenzschicht- oder die Penetrationstheorie verwendet werden [Mersmann, 1986]. Die Filmtheorie kommt bei frei überströmten Oberflächen zum Einsatz, wohingegen die Penetrationstheorie nicht stationäre Zustände beschreiben vermag, wie z. B. der Absorption einer Gaskomponente in einem laminaren Rieselfilm. Bei der Durchströmung von Rohrleitungen, wie es bei der CIP-Reinigung erfolgt, ist die Grenzschichttheorie die passende, vor allem in Hinblick auf die turbulente Durchströmung. Bei Film- und Grenzschichttheorie wird ein konstanter Stofftransport vorausgesetzt. Der Stoffübergang erfolgt in einer dünnen wandnahen Schicht. Im Gegensatz zur Filmtheorie, bei der die Konzentrationen und Geschwindigkeiten nur in Richtung der y -Achse berücksichtigt werden, werden bei der Grenzschichttheorie auch die weiteren Koordinatenachsen berücksichtigt. Da jedoch die Änderung des Konzentrationsprofils in der wandnahen Grenzschicht groß ist im Vergleich zur Änderung in Richtung der übrigen Koordinatenachsen, genügt es auch hier nur die y -Richtung zu berücksichtigen. Dadurch vereinfachen sich die Differenzialgleichungen für das Konzentrationsfeld entscheidend. Weiterhin genügt es normalerweise mit dem mittleren Stoffübergangskoeffizienten β zu rechnen.

$$\beta = \frac{1}{L} \cdot \int_{x=0}^L \beta \, dx$$

Für die erzwungene Strömung wird somit die mittlere Sherwood-Zahl berechnet:

$$\text{Sh} = f(\text{Re}, \text{Sc}) = \beta \cdot \frac{L}{D} \quad (4)$$

Bei der Reinigung wird die Reinigungsrate R gemessen. Damit kann der Stoffübergangskoeffizient für einen Stoff A durch die Gleichung

$$R_A = \beta_A \cdot \Delta c_A \quad (5)$$

beschrieben werden. Die Reinigungsrate stellt hier die Menge des übergegangenen Stoffes A pro Fläche und Zeit dar. Die Gleichung beschreibt nur den Stoffübergang und darf nicht als Gesetz angesehen werden. Der Stoffübergangskoeffizient ist im allgemeinen nicht konstant und bei instationären Vorgängen auch zeitlich veränderlich. So hängt er von der Strömung, den Stoffeigenschaften des Fluids und der geometrischen Verhältnisse der übertragenden Oberflächen ab. Um den Mechanismus der Stoffübertragung zu beschreiben, muss die Strömung mit berücksichtigt werden. Hier wird zwischen einer erzwungenen und einer freien Strömung unterschieden. Die erzwungene Strömung findet während der Reinigung von Rohrleitungen statt, da durch die Förderpumpe von Außen eine Kraft erzeugt wird. Die Strömung transportiert den Stoff ab, so dass ein konstanter Konzentrationsunterschied aufrechterhalten bleibt.

Die freie Strömung wird z. B. bei der Reinigung ohne Strömung, der sogenannten Standreinigung auftreten. Hierbei diffundiert der Stoff gemäß dem Konzentrationsgefälle in die Flüssigkeit. Da kein Abtransport stattfindet, ändert sich über der Zeit die Konzentration und damit auch der Stofftransport.

4.3.1 Konzentrationsgrenzschicht

In dieser Arbeit wird der Stoffübergang von Schmutz, der an der Rohrwand haftet, in die Rohrströmung betrachtet. Die treibende Kraft für diesen Vorgang ist der Konzentrationsunterschied zwischen Schmutzschicht und Rohrströmung. Somit ist die Geschwindigkeit des Stoffübergangs abhängig von der Konzentrationsdifferenz (vgl. Gleichung 5).

Werden Rohre durchströmt, können, wie bereits oben erwähnt, zwei verschiedene Strömungsarten auftreten. Die laminare oder auch Schichtenströmung weist keinen Austausch quer zur Strömungsrichtung auf. Somit treibt die Konzentrationsdifferenz zwischen den einzelnen Schichten den Stoffübergang an. Nur bei sehr langsamen Strömungsgeschwindigkeiten kommt es zu einer Stoffanreicherung in einer Schicht und damit zu einer zeitlich veränderten Konzentrationsdifferenz. Der Stoffübergang verlangsamt sich.

Ist die Rohrströmung turbulent, so stellt sich eine mittlere konstante Konzentrationsdifferenz zwischen der Hauptströmung und der Wand ein. Durch den starken Austausch quer zur Strömungsrichtung, gibt es in diesem Fall keine Anreicherung in einzelnen Schichten. Der Bereich des „Strömungskolbens“ in der Mitte des Rohres besitzt eine gleichmäßige Stoffkonzentration und wird durch die großen Strömungs-

geschwindigkeiten grundsätzlich so niedrig gehalten, dass sie gleich Null gesetzt werden kann. Im Randbereich nimmt die Strömungsgeschwindigkeit ab und es entsteht eine laminare Unterschicht der turbulenten Strömung. Durch die fehlende Quervermischung kommt es hier wieder zu einem linearen Konzentrationsanstieg. Im Bereich des Übergangs zwischen laminarer Unterschicht und turbulenter Hauptströmung werden sich die Konzentrationen annähern. Zur Definition der Konzentrationsgrenzschicht δ kann der Wandabstand bis zum Schnittpunkt der beiden Konzentrationen verwendet werden (Abb. 4.16).

Als Randbedingungen werden für den Stoffübergang in turbulenter Strömung folgende Vereinbarungen getroffen:

Die Schmutzschicht an der Wand hat die maximale Konzentration c_w (Sättigungskonzentration), wohingegen die Flüssigkeit in der Mitte der turbulenten Strömung keine Stoffkonzentration aufweist, so dass der Konzentrationsunterschied maximal bei Eins liegt. Der Stoffübergang β ist dann die Steigung des Konzentrationsverlaufs in der Nähe der Schmutzschicht.

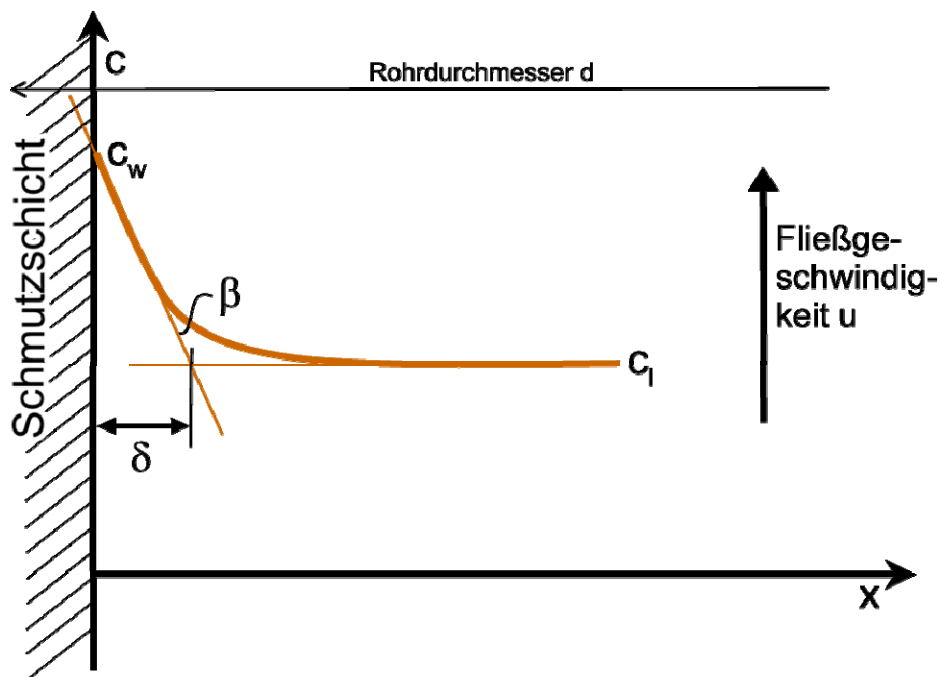


Abb. 4.16: Konzentrationsgrenzschicht δ und Stoffübergang in einer turbulenten Rohrströmung

Die turbulente Strömung ist deshalb für einen großen und schnellen Stoffübergang notwendig, da in kleinem Wandabstand innerhalb der Konzentrationsgrenzschicht die Diffusion wirkt. Die Dicke der Konzentrationsgrenzschicht ist abhängig von der Strömungsgeschwindigkeit und damit von der Reynolds-Zahl. Die laminare Strömung ermöglicht ebenfalls einen Stoffübergang. Allerdings ist die Stoffübergangsgeschwindigkeit deutlich geringer, da die Konzentrationsgrenzschicht bis in die Mitte der Rohrleitung reicht. Die Steigung der Geraden (Stoffübergang β) ist dann sehr gering.

Bei der Reinigung mit Einsatz von Reinigungsmitteln, muss dieses noch in die

Grenzschicht an der Wand eindringen, um den Schmutz umwandeln und abtransportieren zu können. Dies ist bei laminarer Strömung ein zeitraubender Schritt. Daher stellt Welchner fest, dass eine derartige Strömungsform für die Reinigung ungeeignet ist, da das Reinigungsmittel nicht an die Wand zum Schmutz vordringen kann. Daher ist für eine wirkungsvolle Reinigung die ausgebildete turbulente Strömung notwendig [Welchner, 2000a].

4.3.2 Analogie zum Wärmeübergang

Die Ausgangsgleichung bei der Stoffübertragung ist der allgemeine Stofferhaltungssatz (Gleichung 2), der je nach vorliegendem Problem häufig vereinfacht werden kann. Die spezielle Lösung dieser Differenzialgleichung hängt von den jeweiligen Rand- und Ausgangsbedingungen ab. Energie- und Stofferhaltungssätze sind formell gleich aufgebaut. Dadurch sind auch die Definitionen der Sherwood-Zahl, als dimensionslosen mittleren Stoffübergangskoeffizienten, und der Nusselt-Zahl, als dimensionslosem mittleren Wärmübergangskoeffizienten, vergleichbar aufgebaut. Werden die Erhaltungssätze mit dimensionslosen Koordinaten aufgelöst, so ergibt sich die Analogie zwischen Wärme- und Stoffaustausch:

$$\text{Nu} = f(\text{Re}, \text{Pr})$$

Die Nusselt-Zahl ist eine Funktion der Reynolds- und Prandtl-Zahl. Übertragen auf den diffusiven Stofftransport ist die Nusselt-Zahl für Diffusion Nu_D , welche der Sherwood-Zahl entspricht, eine Funktion von Reynolds- und Schmidt-Zahl.

$$\text{Nu}_D \equiv \text{Sh} = f(\text{Re}, \text{Sc})$$

In beiden Gleichungen ist die Art der Funktion f bei gleichen Randbedingungen dieselbe. Diese Analogie bedeutet, dass Ergebnisse der Wärmeübertragung zur Berechnung des Stoffübergangs benutzt werden können und umgekehrt. Es sind lediglich die Sherwood- und die Nusselt-Zahl einerseits, und die Schmidt-, sowie die Prandtl-Zahl andererseits zu vertauschen [Mersmann, 1986]. Vorteilhaft an dieser Analogie ist, dass der Wärmetransport experimentell einfacher bestimmt werden kann als der gesuchte Stofftransport. Dies könnte auch der Nutzen zur Beurteilung der Reinigungsfähigkeit von Anlagen sein. Eine experimentelle Messung des Wärmübergangs könnte somit Auskunft geben, wie gut sich die Anlage reinigen lässt.

Analog zum Wärmetransport ist der Stofftransport ein Massentransport zwischen zwei Systemen auf Grund von Konzentrationsunterschieden eines Stoffes A in einem Stoffgemisch. Der Stofftransport kann dabei (im Wesentlichen) erfolgen durch Diffusion und Konvektion. In einer turbulent durchströmten Rohrleitung kann der zwischen einer Rohrwand und dem daran entlang strömenden Fluid übertragene Massenstrom $\dot{m}(x)$ nach Gleichung (6) formuliert werden [Bauer, 1971].

$$\dot{m}(x) = dA \cdot \beta \cdot \Delta c(x) \tag{6}$$

Hierin bedeuten β den Stoffübergangskoeffizienten, A die Stoffübertragungsfläche und $\Delta c(x)$ den Betrag der Konzentrationsdifferenz der diffundierenden Komponente zwischen der Rohrwand (Index w) und dem strömenden Fluid (Index l) über die Rohrlänge x .

$$\Delta c(x) = |c_w - c_l|$$

Wegen der grundsätzlichen Ähnlichkeit der beiden Transportprozesse sind auch die zugrunde liegenden Berechnungsformeln ähnlich. Die Definitionen der dimensionslosen Kennzahlen sind direkt übertragbar.

Folgende analoge Kenngrößen werden verwendet:

Die Prandtl-Zahl Pr aus dem Wärmeübergang ist die dimensionslose Kennzahl eines Stoffwert-Verhältnisses. Hierin bedeuten ν die kinematische Viskosität und a die Temperaturleitzahl.

$$Pr = \frac{\nu}{a}$$

Die Schmidt-Zahl Sc aus dem Stoffübergang steht in Analogie zur Prandtl-Zahl. Hierin bedeuten ν die kinematische Viskosität und D den Diffusionskoeffizienten.

$$Sc = \frac{\nu}{D}$$

Die Nusselt-Zahl Nu ist ein dimensionsloser Wärmeübergangskoeffizient. Hierin bedeuten α den Wärmeübergangskoeffizienten, d den Rohrdurchmesser und λ die einem Stoff eigene Wärmeleitfähigkeit.

$$Nu = \frac{\alpha \cdot d}{\lambda}$$

Die Sherwood-Zahl Sh ist, entsprechend der Nusselt-Zahl, ein dimensionsloser Stoffübergangskoeffizient. Hierin bedeuten β den Stoffübergangskoeffizienten, d den Rohrdurchmesser und D den Diffusionskoeffizienten der diffundierenden Komponente.

$$Sh = \frac{\beta \cdot d}{D}$$

Folglich lassen sich die Gleichungen in der Form zur Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten α auch zur Berechnung des Stoffübergangskoeffizienten β verwenden, wenn Nu durch Sh und Pr durch Sc ersetzt wird.

Ein kritischer Punkt bei den Literaturveröffentlichungen ist, welche Auswirkungen der Austausch der Stoffkenngrößen Schmidt-Zahl und Prandtl-Zahl mit sich bringen. Dieser Punkt zielt auf die Größe (Zahlenwert) der Schmidt-Zahl Sc im Vergleich zur thermischen Prandtl-Zahl Pr ab. Bei Gasen liegt die Schmidt-Zahl, wie die Prandtl-

Zahl in der Größenordnung 1, da sich a und D nur wenig unterscheiden. Demzufolge ergeben sich in Gasen bei konstanter Reynolds-Zahl Nusselt-Zahlen der gleichen Größenordnung für den Wärme- und Stofftransport. Dagegen sind in wässrigen Lösungen die Schmidt-Zahlen deutlich größer als die Prandtl-Zahlen. Für die Diffusion von Makromolekülen in wässrigen Lösungen ergeben sich Schmidt-Zahlen in der Größenordnung von 10^4 während die Prandtl-Zahl von Wasser lediglich 7 beträgt. Damit sind die Ergebnisse von Wärme- und Stoffaustausch nicht mehr vergleichbar. Der Stoffaustausch in wässrigen Lösungen ist demzufolge verwandt mit dem Wärmeaustausch in zähen Ölen [Oertel, 2002]. Dieser Aspekt muss bei der Auswahl und Anwendung der Gleichungen berücksichtigt werden. Deshalb gilt es zu prüfen, für welchen Bereich an Prandtl-Zahlen die Gleichung für den Wärmeübergang entwickelt wurde, bevor der Einsatz für den Stoffübergang erwogen wird.

Ein weiterer Gesichtspunkt, der in der Literatur diskutiert wird und Auswirkungen auf die Messung des Stoffübergangs hat, sind die Eigenschaften der wirbelbehafteten Strömung. In diesen Wirbeln, wie sie bei turbulenten Strömungsformen vorkommen können, ist der Stoffübergang normalerweise erhöht. Dies ist bedingt durch den stetigen Austausch der Flüssigkeitsbereiche in der Hauptströmung. Es werden jedoch auch Phänomene beschrieben, in denen der Stoffaustausch herabgesetzt ist. Dies wird damit begründet, dass ein Wechsel von linksdrehenden Wirbeln auf rechtsdrehend eine Beeinflussung des Stoffübergangs bis zum Faktor 2 nach sich ziehen kann [Martemianov und Okulov, 2002]. Ist dies der Fall und kann der Drehsinn der Wirbel nicht beeinflusst werden, so erscheint es schwierig, reproduzierbare Versuche durchzuführen. Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen jedoch, dass dieser Effekt nicht so stark sein kann und im Rahmen der Messungenauigkeit nicht auffällt. Da die Wirbel nur lokal auftreten, werden sie bei der Messung des mittleren Stoffübergangs nicht erfasst.

4.4 Gleichungen für die Berechnung des Wärme- und Stoffübergangs

Es sind eine Vielzahl an Gleichungen zur Berechnung des Stoffübergangs an einer überströmten Oberfläche, in der Rohrleitung oder an anderen Körpern veröffentlicht, so dass die richtige Auswahl mit Bedacht durchgeführt werden muss. Jeder Autor hat seine eigene empirisch entwickelte Gleichung für seine Ergebnisse. Meist sind nur die konstanten Faktoren angepasst oder zusätzliche Korrekturfaktoren eingesetzt. Da die betrachteten Versuchssysteme, an die die Gleichungen angepasst werden, sehr unterschiedlich sind, ist ein Vergleich und eine direkte Übertragung auf andere Systeme nicht immer möglich.

Hinzu kommt noch, dass viele Gleichungen mit Wärmeübergangsversuchen entwickelt werden und dann beim Stoffübergang zum Einsatz kommen. Da allerdings die Größenordnungen von Prandtl-Zahl und Schmidt-Zahl nicht identisch sind, ist eine Anpassung fast unumgänglich.

Im Standardwerk für Wärme- und Stoffübergang, dem VDI-Wärmeatlas [Verein Deutscher Ingenieure (VDI) - Gesellschaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen, 1997], befindet sich eine umfangreiche Darstellung dieser Thematik mit verschiedenen Gleichungen.

Mit einer Überarbeitung des VDI-Wärmeatlas im Jahr 1963 überprüfte Gnielinski, inwieweit die Gleichungen zur Berechnung von Wärmeübergangskoeffizienten bei turbulenter Strömung in Rohren und Kanälen dem Stand der Forschung entsprechen [Gnielinski, 1975a]. Die darin veröffentlichte Gleichung 7 von Hausen aus dem Jahr 1959 wurde durch eine Reihe weiterer Veröffentlichungen und die Auswertung von experimentellen Daten angezweifelt.

$$\text{Nu} = 0.037(\text{Re}^{0.75} - 180) \text{Pr}^{0.42} \left[1 + \left(\frac{d}{L} \right)^{\frac{2}{3}} \right] \left(\frac{\eta_F}{\eta_W} \right)^{0.14} \quad (7)$$

Gültigkeitsbereich: $0 < \frac{d}{L} < 1$, $0,6 < \text{Pr} < 10^3$, $2300 < \text{Re} < 10^6$

So versucht Gnielinski mit der Auswertung vieler Literaturquellen eine neue Gleichung zu entwickeln. Die Beziehung zwischen Reynolds- und Prandtl-Zahl beim Wärmeübergang wurde erstmals von Prandtl [Prandtl, 1944] angegeben. Diese wurde mehrfach verbessert und Petukhov [Petukhov *et al.*, 1973] veröffentlichte folgenden Zusammenhang für turbulente Strömung in langen Rohren:

$$\text{Nu} = \frac{\left(\frac{\xi}{8} \right) \text{Re} \cdot \text{Pr}}{\kappa + 12.7 \sqrt{\frac{\xi}{8}} \cdot \left(\text{Pr}^{\frac{2}{3}} - 1 \right)} \quad (8)$$

$$\text{mit } \kappa = 1.07 + \left(\frac{900}{\text{Re}} \right) - \frac{0.63}{1 + 10\text{Pr}}$$

$$\text{und Widerstandsbeiwert } \xi = (1.82 \lg(\text{Re}) - 1.64)^{-2}$$

Werden beide Gleichungen verglichen, stellt sich heraus, dass Gleichung 8 im Bereich großer Reynolds-Zahlen höhere Nusselt-Zahlen liefert als Gleichung 7 (Abb. 4.17). Durch eine Modifikation der Gleichung 8 wird eine Übereinstimmung der Werte im Bereich $\text{Re} > 10^4$ erreicht. Weiterhin wird die Gleichung um das Verhältnis der Prandtl-Zahl Pr bei der mittleren Flüssigkeitstemperatur θ_m und der Prandtl-Zahl Pr_W

bei Wandtemperatur θ_w zur Berücksichtigung der Temperaturabhängigkeit der erhaltenen Stoffgrößen ergänzt.

$$\text{Nu} = \frac{\left(\frac{\xi}{8}\right)(\text{Re} - 1000) \cdot \text{Pr}}{1 + 12.7 \sqrt{\frac{\xi}{8}} \cdot \left(\frac{2}{\text{Pr}^3} - 1\right)} \left[1 + \left(\frac{d}{L}\right)^{\frac{2}{3}} \right] \left(\frac{\text{Pr}}{\text{Pr}_w}\right)^{0.11} \quad (9)$$

Mit dieser Gleichung kann der Wärmeübergang bei turbulenter Strömung in Rohren für einen weiten Bereich der Prandtl-Zahl wiedergegeben werden. Die Berechnung dieser Gleichung war damals umständlich, so dass näherungsweise die Gleichung 10 vom Typ der Hausen-Gleichung für Flüssigkeiten ($1,5 < \text{Pr} < 500$) verwendet werden konnte.

$$\text{Nu} = 0.012 \left(\text{Re}^{0.87} - 280 \right) \text{Pr}^{0.4} \quad (10)$$

Die folgende Abbildung stellt diese vier Gleichungen mit identischen Werten in den Kennzahlen einander gegenüber. Unter anderem wurde eine kleine Prandtl-Zahl eingesetzt. Die unterschiedlichen Verläufe und die geringen Abweichungen sind gut zu erkennen.

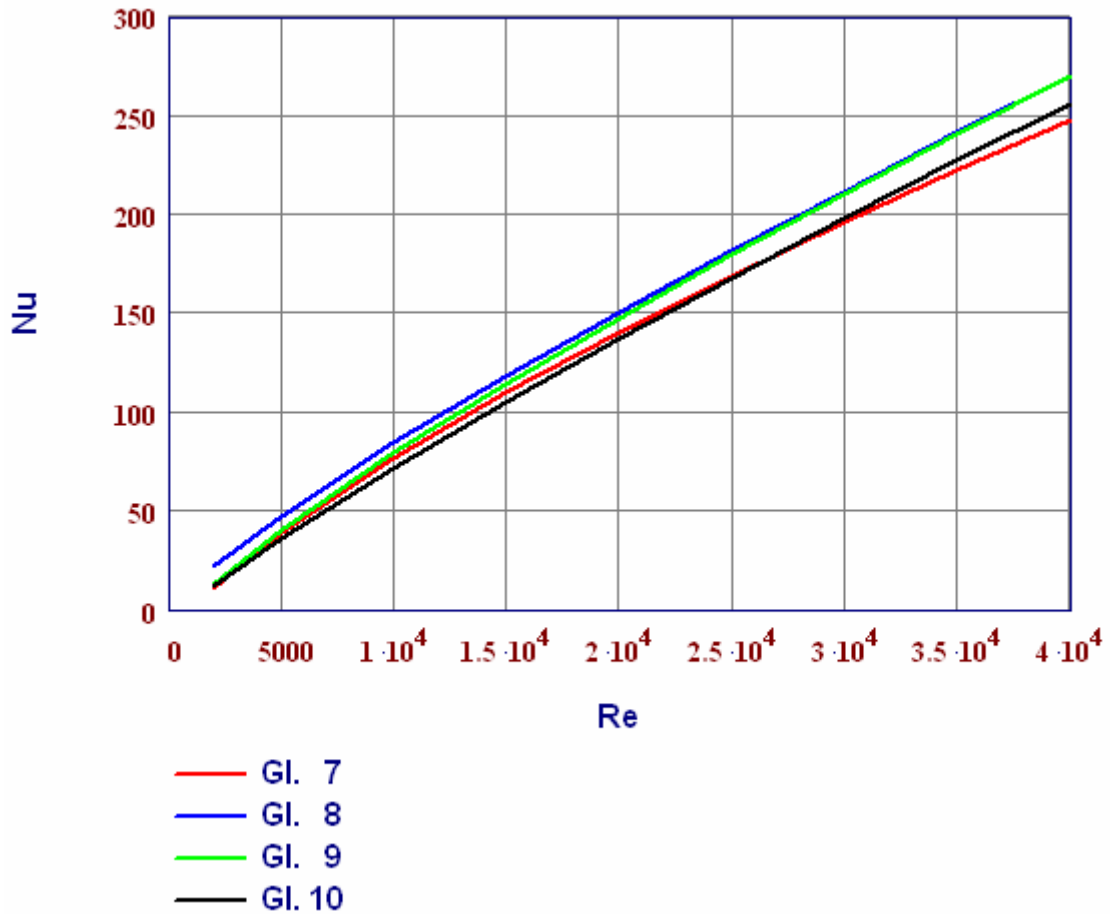


Abb. 4.17: Vergleich der unterschiedlichen Gleichungen zur Berechnung des Wärmeübergangs bei turbulenter Rohrströmung des VDI-Wärmeatlas an exemplarischen Werten (u.a. $Pr = 7$)

Wird eine große Prandtl-Zahl eingesetzt, so verschieben sich die Kurven nach oben zu größeren Nusselt-Zahlen. Die Kurven der Gleichungen bleiben trotzdem nahe beieinander. Nur die Produktgleichung von Hansen weicht davon ab, da der Definitionsbereich bei $Pr = 500$ bereits beendet ist.

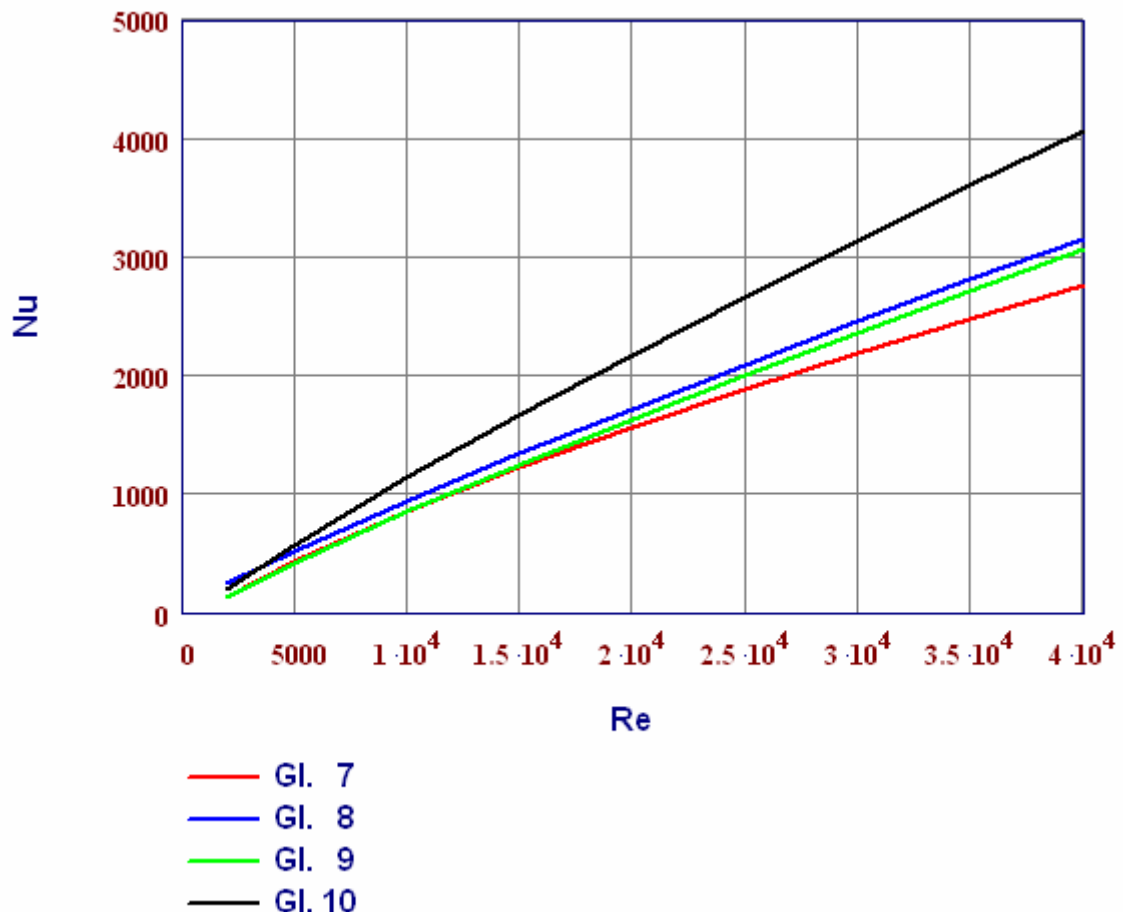


Abb. 4.18: Vergleich der unterschiedlichen Gleichungen zur Berechnung des Wärmeübergangs bei turbulenter Rohrströmung des VDI-Wärmeatlas an exemplarischen Werten (u.a. $Pr = 7000$)

Weiter veröffentlichte Gnielinski, dass auf Grund der Analogie zwischen Wärme- und Stoffübergang die dimensionslosen Kennzahlen in Gleichung 9 ausgetauscht werden können und die Gültigkeit erhalten bleibt. Harriott und Hamilton überprüften diesen Sachverhalt mit dem System Benzoesäurebeschichtung und Glycerinlösung in der Rohrströmung und konnten auch ohne Korrekturfaktor $(Pr/Pr_w)^{0.11}$ in Gleichung 9 eine gute Übereinstimmung feststellen. Eine Variation der Schmidt-Zahlen zwischen 430 und 98 000 ergab eine Abweichung der gemessenen Sherwood-Zahlen von nur 15 % [Harriott und Hamilton, 1965].

Gnielinski stellte somit fest, dass es möglich ist, eine allgemein gültige Wärmeübergangsgleichung in Form von Kenngrößen-Potenzprodukten, wie es Nußelt [Nußelt, 1909] vorgeschlagen hat, aufzustellen. Ebenso möglich ist die Entwicklung einer Gleichung über die von Prandtl [Prandtl, 1944] entwickelte Grundform des Wärmeübergangs.

Im gleichen Jahr 1975 entwickelte Gnielinski weiterhin eine Gleichung für die Berechnung mittlerer Wärme- und Stoffübergangskoeffizienten an laminar und turbulent überströmten Einzelkörpern [Gnielinski, 1975b]. Als Einzelkörper wurden Platten, Zylinder und Kugeln betrachtet. Für die überströmte Platte stellte sich heraus, dass

der laminare und der turbulente Bereich mit unterschiedlichen Gleichungen wiedergegeben werden muss. Gnielinski kombinierte den Verlauf durch eine quadratische Überlagerung (Gleichung 11) und erhielt eine gute Übereinstimmung mit den Messwerten aus der Literatur:

$$\mathbf{Nu} = \sqrt{\mathbf{Nu}_{\text{lam}}^2 + \mathbf{Nu}_{\text{turb}}^2} \quad (11)$$

mit $\mathbf{Nu}_{\text{lam}} = 0.664 \mathbf{Re}^{\frac{1}{2}} \mathbf{Pr}^{\frac{1}{3}}$ nach [Pohlhausen, 1921]

und $\mathbf{Nu}_{\text{turb}} = \frac{0.037 \mathbf{Re}^{0.8} \mathbf{Pr}}{1 + 2.443 \mathbf{Re}^{-0.1} \left(\frac{2}{\mathbf{Pr}^3} - 1 \right)}$ nach [Petukhov und Popov, 1963].

Überprüfter Bereich: $0.7 < \mathbf{Pr} < 600$, $2300 < \mathbf{Re} < 10^6$

Auch hier kommt die Analogie zwischen Wärme- und Stofftransport zum Tragen und es wurde nachgewiesen, dass die experimentell ermittelten Sherwood-Zahlen mit Gleichung 11 gut beschrieben werden können, wenn Nu gegen Sh und Pr gegen Sc ausgetauscht wird. Schmidt-Zahlen wurden im Bereich von 0,7 bis 70 000 variiert.

Angepasst an den Stoffübergang lautet die Gleichung für eine turbulent überströmte Platte [Petukhov und Popov, 1963]:

$$\mathbf{Sh}_{\text{turb}} = \frac{0.037 \mathbf{Re}^{0.8} \mathbf{Sc}}{1 + 2.443 \mathbf{Re}^{-0.1} \left(\frac{2}{\mathbf{Sc}^3} - 1 \right)} \quad (12)$$

Überprüfter Bereich: $0.7 < \mathbf{Sc} < 70000$, $2300 < \mathbf{Re} < 10^6$

Diese Beziehung für den Stoffübergang bei turbulenter Strömung ist auch für weitere über- oder umströmte Einzelkörper, wie die Kugel oder den Zylinder brauchbar.

Dem gegenüber steht die häufig in der Literatur zitierte empirische Gleichung von Hausen für die turbulente Rohrströmung [Hausen, 1959]:

$$\text{Sh}_{\text{turb}} = 0.037 \left(\text{Re}^{0.75} - 180 \right) \text{Sc}^{0.42} \left[1 + \left(\frac{d}{L} \right)^{\frac{2}{3}} \right] \quad (13)$$

Beide Kurven haben einen ähnlichen Verlauf, wobei die Ergebnisse von Hausen etwas oberhalb der Petukhov Gleichung liegen. Unterschiedlich ist auch das betrachtete System der Umströmung von Einzelkörpern und der Rohrströmung. Der empirisch gefundene Wert 180 wurde von Hausen eingeführt, weil im Bereich der Reynoldszahlen $2300 < \text{Re} < 10^4$ noch keine vollturbulente Strömung vorliegt.

In der Literatur werden von verschiedenen Autoren noch weitere Produktgleichungen mit angepassten Konstanten und Exponenten für die turbulente Rohrströmung veröffentlicht. Nachfolgend einige Beispiele:

Harriott und Hamilton [Harriott und Hamilton, 1965] haben für den Bereich $\text{Sc} = 430$ bis 10^5 und $\text{Re} = 10^4$ bis 10^5 folgende Gleichung aufgestellt:

$$\text{Sh} = 0.0096 \cdot \text{Sc}^{0.346} \text{Re}^{0.913} \quad (14)$$

Gültigkeitsbereich: $430 < \text{Sc} < 10^5$, $10^4 < \text{Re} < 10^5$

Shaw und Hanratty [Shaw und Hanratty, 1977] untersuchten den Bereich $\text{Sc} = 700$ bis 37000 und $\text{Re} = 10^4$ bis 10^5 und kommen zu folgender Gleichung:

$$\text{Sh} = 0.0135 \cdot \text{Sc}^{0.296} \text{Re}^{0.9} \quad (15)$$

Gültigkeitsbereich: $700 < \text{Sc} < 37000$, $10^4 < \text{Re} < 10^5$

Grassmann und Tuma [Grassmann und Tuma, 1979] haben einen entsprechenden Bereich gewählt: $\text{Sc} = 2769$ bis 11200 und $\text{Re} = 3000$ bis $5 \cdot 10^4$.

$$\text{Sh} = 0.0218 \cdot \text{Sc}^{0.264} \text{Re}^{0.875} \quad (16)$$

Gültigkeitsbereich: $2769 < \text{Sc} < 11200$, $3000 < \text{Re} < 5 \cdot 10^4$

In der folgenden Abbildung sind alle diese Gleichungen miteinander dargestellt. Es zeigt sich, dass die Abweichungen untereinander bei größeren Reynolds-Zahlen beträchtlich groß werden. Obwohl diese Gleichungen für nahezu gleiche Gültigkeitsbereiche hinsichtlich Reynolds- und Schmidt-Zahlen aufgestellt sind, findet keine Übereinstimmung in den Ergebnissen statt. Weiterhin sind alle Gleichungen für die turbulente Rohrströmung aufgestellt worden, mit der Ausnahme der Gleichung von Petukhov. Diese liegt jedoch innerhalb der anderen Kurvenverläufe.

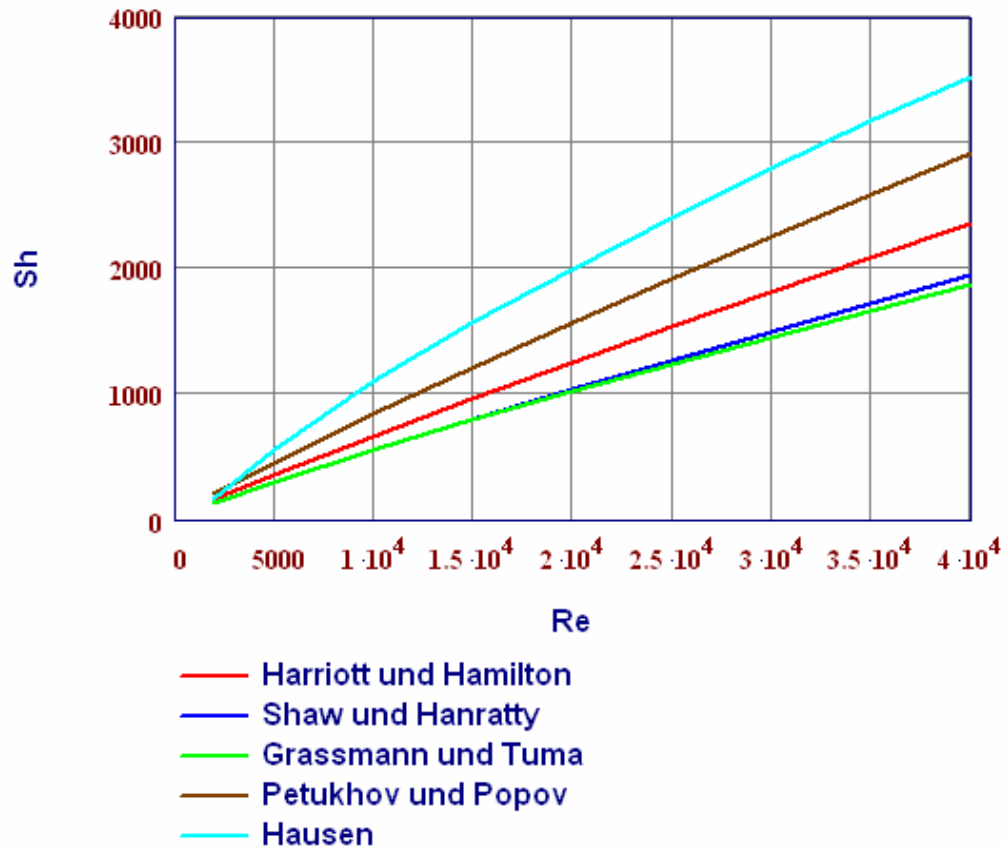


Abb. 4.19: Vergleich der Gleichungen zur Berechnung der Sherwood-Zahl bei turbulenter Rohrströmung und der Umströmung von Einzelkörpern (Petukhov) (mit $Sc = 2700$)

Angetrieben durch die unüberschaubare Anzahl an Gleichungen zum Wärme- und Stoffübergang, versuchten Friend und Metzner eine Einteilung nach Strömungszuständen und Viskositäten der Stoffe durchzuführen [Friend und Metzner, 1958]. Sie untersuchten auch, inwieweit eine Analogie zwischen Wärme- und Stoffaustausch in turbulenten Rohrströmungen möglich ist. Dies endete jedoch in der Entwicklung einer neuen Gleichung für die Berechnung der Sherwood-Zahl. Da die verwendeten Stoffe bei Wärme- und Stoffaustausch verschieden sind, können auch Schmidt-Zahl und Prandtl-Zahl nicht einfach gleich gesetzt werden. Die angepasste Gleichung für vollturbulente Strömung im Rohr, die experimentell überprüft und angepasst wurde, lautet:

$$Sh = \frac{\frac{f}{2}}{1.20 + 11.8 \cdot \sqrt{\frac{f}{2}} (Sc - 1) Sc^{\frac{-1}{3}}} \quad (17)$$

Überprüfter Bereich: $1000 < Sc < 3000$

Der hydraulische Widerstandsbeiwert f ist von der Reynolds-Zahl abhängig und kann je nach Strömungszustand durch verschiedene Theorien berechnet werden. Für die voll ausgebildete turbulente Rohrströmung kann entweder eine direkte Bestimmung nach Swamee-Jain [Walski, 2002] erfolgen

$$f = \frac{1.325}{\ln\left(\frac{e}{3.7 \cdot d} + \frac{5.74}{\text{Re}^{0.9}}\right)^2}$$

oder iterativ nach McKoen [McKEON *et al.*, 2005]:

$$\frac{1}{\sqrt{\lambda}} = 1.930 \cdot \log(\text{Re} \cdot \sqrt{\lambda}) - 0.537$$

Eine weitere Möglichkeit ist die Lösung nach Schultz-Grunow [Yamin, 2003]:

$$f = 0.37 \cdot \log(\text{Re})^{-2.584}$$

Für laminare Strömungen gilt der Ansatz nach Blasius:

$$f = \frac{0.664}{\sqrt{\text{Re}}}$$

Diese Lösung ist für den turbulenten Bereich nicht gültig und würde auch viel zu kleine Sherwood-Zahlen ergeben.

Die Lösungen für die turbulente Rohrströmung unterscheiden sich nur geringfügig und liegen in der Größenordnung der bereits oben vorgestellten Gleichungen. Die Unterschiede sind verglichen mit der Größe der in den Versuchen dieser Arbeit gemessenen Konvidenzintervallen jedoch gering, wie später noch dargestellt wird. In Kap. 8.1.1.4 werden einige dieser Gleichungen mit den Ergebnissen der hier durchgeführten Versuche verglichen. Als Schlussfolgerung werden zwei Gleichungen angegeben, die für das untersuchte System angewendet werden können.

4.5 Stömungsmechanische Einflussfaktoren auf die Reinigung

Entscheidend für diese Arbeit ist die Auswirkung der verschiedenen strömungsmechanischen Einflüsse auf die Abreinigung von Schmutzbelägen in Rohrleitungen und Produktionsanlagen. Werden die theoretischen Grundlagen der Strömungsmechanik zusammen mit den dargestellten Ergebnissen aus der Literatur auf die Vorgänge während einer CIP-Reinigung angewendet, lassen sich folgende Erkenntnisse gewinnen:

- Wandschubspannungen sind bei partikulären Verschmutzungen der entscheidende Faktor zur Abreinigung [Weigl, 2004].

- Bei Vorhandensein von dicken, geschlossenen Belägen ist der Stoffübergang die treibende Kraft.

Sind einzelne kleine Partikel auf der Oberfläche vorhanden, die abgereinigt werden sollen, so müssen Haftkräfte überwunden werden. Es findet kein Lösungsvorgang statt und somit auch kein Stoffübergang.

Anders ist es, wenn die Oberfläche von einem Belag vollständig überdeckt ist und sich dieser in der Reinigungsflüssigkeit über das vorhandene Konzentrationsgefälle löst. Die hierbei stattfindende Diffusion ist unabhängig von der Wandschubspannung. Wird als Reinigungsflüssigkeit eine chemische Substanz verwendet, die den Lösungsprozess unterstützt, so beschleunigt sich der Stoffübergang zusätzlich. Die hierbei eintretende Kinetik muss noch zusätzlich berücksichtigt werden.

Dies zeigt, dass der Stoffübergang notwendig ist, um die Beläge abzureinigen und eine ausreichende Wandschubspannung vorhanden sein muss, um die restlichen Partikel von der Oberfläche abzutrennen. Eine Überlagerung beider Effekte beschleunigt die Reinigung. Zudem sind beide unter anderem eine Funktion von Reynolds:

$$Sh = f(Re, \dots) \quad \text{und} \quad \tau = f(Re, \dots)$$

Damit sind die Strömungsgeschwindigkeit und die geometrischen Verhältnisse entscheidend für den Reinigungserfolg.

Dies zeigen auch die Versuche von Graßhoff (vgl. Kap. 3.5, [Graßhoff, 1983b]). Seine untersuchten Toträume können in akzeptabler Zeit nur ausgereinigt werden, wenn die Geschwindigkeit der Reinigungsflüssigkeit in diesen nicht zu gering ist. Somit wird das maximale Konzentrationsgefälle für den Stoffaustausch aufrechterhalten und die Wandschubspannung bedingt restliche Ablösung von Schmutzpartikeln.

Ähnliche Ergebnisse hatte Hoffmann erhalten mit der Erkenntnis, dass sich Beläge schneller und besser abreinigen lassen als Einzelsporen [Hoffmann, 1983]. Die in diesen Versuchen vorhandene Wandschubspannung reichte nicht aus, die Einzelpartikel abzureinigen. Weiterhin veröffentlicht er, dass eine Oberflächenrauheit, die kleiner $Ra = 1 \mu\text{m}$ ist, den Reinigungseffekt nicht entscheidend beeinflusst. Solange der Belag die Oberflächenrauheit bedeckt, ist sie sicher nicht entscheidend hinsichtlich der Stoffübergangsraten. Ist der Belag in der Oberflächenrauheit „verborgen“, ist wiederum eine ausreichende Wandschubspannung notwendig.

Diese Erkenntnisse sind für die weitere Interpretation des Reinigungserfolges essentiell.

4.6 Stoffübergang und Reinigbarkeit

Die Reinigbarkeit von Produktionsanlagen in der Lebensmittelindustrie zielt darauf ab, dass die Konstruktion der Bauteile so ausgelegt ist, dass diese schnell und vollständig gereinigt werden können. Das bedeutet, dass die Effektivität der Reinigung durch die Gestaltung der Anlagen beeinflusst ist. Für eine Qualifizierung des Reinigungsergebnisses kann die Geschwindigkeit der Abreinigung herangezogen werden. Folglich ist der Stoffübergang während der Reinigung der entscheidende Faktor zur

Bewertung der Reinigbarkeit. Je schneller der Schmutz in das Reinigungsmittel übergeht, desto besser ist die Reinigbarkeit der Anlage.

Beim Stoffübergang stehen verschiedene Kenngrößen zur Auswahl, die zur Qualifizierung der Reinigbarkeit herangezogen werden können.

- Die Sherwood-Zahl Sh

Als dimensionslose Kennzahl des Stoffübergangs ist sie prädestiniert für die Beurteilung der Reinigbarkeit. Sie berücksichtigt sowohl die Stoffwerte des Schmutzes als auch die geometrischen Einflüsse der Bauteile.

Werden zwei verschiedene Anlagen miteinander hinsichtlich ihrer Reinigungsfreundlichkeit verglichen, so kann mittels Sherwood-Zahl eine Aussage über die besser zu reinigende Anlage getroffen werden. Soll jedoch eine einzelne Anlage bewertet werden, so besteht die Problematik, einen Grenzwert fest zu legen. Aber auch hier kann wie bei anderen Testmethoden das gerade Rohr als Referenz dienen. Somit können die in dieser Arbeit ermittelten Sherwood-Zahlen der geraden Rohre als Grenzwert für eine optimale Reinigbarkeit dienen.

- Der Stoffübergangskoeffizient β

Er ist ein Maß für die Geschwindigkeit der Stoffübertragung. Über die praktische Messung der Abreinigungskurven ist er leicht zu bestimmen. Wichtig ist, dass nur geometrisch gleiche Bauteile verglichen werden dürfen, die mit der gleichen Schmutzart belegt waren und identischen Reinigungsverfahren unterzogen wurden. Im Stoffübergangskoeffizienten werden keinerlei weitere Einflussparameter der Reinigung berücksichtigt. Damit werden die Einsatzmöglichkeiten zur Qualifizierung stark eingeschränkt.

- Das Produkt aus Stoffübergangskoeffizient und Fläche $\beta \cdot A$

Wird zum Stoffübergangskoeffizienten noch die schmutzbedeckte Fläche hinzugenommen, so werden zumindest die geometrischen Unterschiede der untersuchten Bauteile berücksichtigt. Alle weiteren Parameter müssen in standardisierten Testmethoden konstant gehalten werden. Auch hier gilt, wie oben beschrieben, dass der Vergleich von zwei unterschiedlichen Bauteilen einfach durchführbar ist. Soll ein einzelnes Bauteil jedoch bewertet werden, so muss auch hier der Grenzwert des geraden Rohres zum Vergleich herangezogen werden.

Den Ausführungen zur Folge wird als Bewertungskriterium für eine Qualifizierungsmethode der Reinigbarkeit entweder das Produkt aus Stoffübergangskoeffizient und Fläche oder die Sherwood-Zahl heran gezogen werden. Beide Kenngrößen haben ihre Vor- und Nachteile. Bei der Erprobung dieser Testmethode mit komplexeren Bauteilen und Anlagen wird sich in Zukunft herausstellen, welcher Kennwert aussagekräftiger ist.

In Kap. 5.2 wird die Bewertung der Reinigbarkeit in Zusammenhang mit der Methodenentwicklung diskutiert. Hierbei kommen die Einflussfaktoren in der praktischen Durchführung der Tests zur Sprache.

5 Entwicklung einer Methode zur Qualifizierung der Reinigbarkeit

Projektziel dieser Arbeit ist die Entwicklung einer Methode zur Qualifizierung der Reinigbarkeit von gesamten Anlagen oder größeren Prozesseinheiten in der Lebensmittelproduktion. Die Strategie dieser Methode änderte sich mit zunehmendem Erkenntnisgewinn aufgrund durchgeführter Versuche. Zu Beginn, im Rahmen des AiF Projektes, wurde versucht, die Anlage standardisiert zu verschmutzen, anschließend zu reinigen und danach den verbleibenden Restschmutz mittels eines weiteren Reinigungsschrittes herauszulösen. Dabei ergab sich die Schwierigkeit, dass der ermittelte Restschmutz lediglich einen Wert nach einer bestimmten Reinigungszeit darstellt und nur schwierig bewertet werden kann. Weiterhin war die Verfügbarkeit von Analysenmethoden eingeschränkt, da die zweite intensive Reinigung mit ihren chemischen Inhaltsstoffen viele Störfaktoren aufwies. Abhilfe schaffte hier die Einführung eines Lösungsschrittes mittels Harnstoffpuffer, der das nach der Reinigung noch verbleibende Protein herauslöst und die Analytik nicht immer behindert.

In der Folge wurde die Versuchsdurchführung umgestellt und nur noch ein Reinigungsschritt vollzogen. Während diesem wurde die abgelöste Schmutzmenge in kurzen Zeitabständen detektiert und somit die Reinigungsrate über der Reinigungszeit dargestellt. Eine anfängliche Kreislaufreinigung zeigte Probleme bei der Detektion geringer Ablöseunterschiede auf, da sich der Schmutzgehalt in der Reinigungsflüssigkeit akkumulierte. Eine verlorene Reinigung ist die beste Alternative dazu.

5.1 Zusammenspiel von Verschmutzungsmatrix und Detektionsverfahren

Bei Testmethoden für eine Überprüfung und Beurteilung von Bauteilen, ist es entscheidend, dass alle Einzelschritte in der Versuchsdurchführung aufeinander abgestimmt sind. Im Rahmen dieser Methodenentwicklung gab es wichtige Anforderungen an die Verschmutzungsmatrix und die Durchführungsmodalitäten des Tests. Nicht zu vergessen ist das Detektionsverfahren, welches ebenfalls klare Anforderungen hinsichtlich Durchführbarkeit und Empfindlichkeit hat und auf die Verschmutzungsmatrix abgestimmt sein muss. Durch dieses Zusammenspiel sind mehrere Kombinationsmöglichkeiten vorhanden, die teilweise ausprobiert wurden und im Folgenden auch dargestellt werden. Nicht jede Kombination war von Erfolg gekrönt. Grundsätzlich besteht eine Testmethode zur Beurteilung der Reinigbarkeit aus den drei Einzelschritten Verschmutzung, Reinigung und Restschmutzdetektion. Die Verschmutzung muss eine Nachweissubstanz (Tracer) beinhalten, die im letzten Schritt detektiert wird.

Die Verschmutzung selbst muss leicht durchzuführen sein und darf nicht giftig sein, so dass sie von geschultem Personal ausgeführt werden kann. Weiterhin müssen alle Inhaltsstoffe in ausreichenden Mengen verfügbar sein und sollten nicht zu hohe Kosten verursachen. Da die zu entwickelnde Methode nicht nur im Labor durchge-

führt werden sollte, sondern auch an fertig installierten Anlagen in der Industrie, kommen noch weitere Anforderungen hinzu. Alle in der Literatur veröffentlichten Testmethoden verwenden Mikroorganismen als Tracer [Balley, 2000; Baumgart, 1993; Holah, 1996; Kircher *et al.*, 1996; Lelièvre *et al.*, 2003; Seddon *et al.*, 1993; Tsiouri *et al.*, 1994; Wagner, 1994]. Dies hat den Vorteil, dass Einzelpartikel nach der Reinigung durch Inkubation vermehrt werden können und dadurch einfacher zu detektieren sind. Allerdings sind die gängig verwendeten Mikroorganismen in Anlagen der Lebensmittelproduktion unerwünscht. Da keine vollständige Entfernung nach Testende gewährleistet werden kann, muss bei der zu entwickelnden Methode auf Mikroorganismen verzichtet werden. Das bedeutet, dass als Nachweissubstanz nur organische oder anorganische Moleküle in Frage kommen. In Hinblick auf das Detektionsverfahren sind nur wenige Kombinationen möglich.

Das wichtigste Kriterium bei der Entwicklung der Verschmutzungsmatrix ist die gleichmäßige Benetzung und Haftung auf den zu testenden Oberflächen. Von der Werkstoffseite her sind dies hauptsächlich Edelstahloberflächen, aber auch Kunststoffe und Elastomere. Die Benetzung ist mit oberflächenaktiven Substanzen leicht zu beeinflussen. Bei der Haftung der Matrix auf der Oberfläche ist es nicht so einfach. Solange der Schmutzfilm feucht auf der Oberfläche vorhanden ist, entsteht keine feste Bindung mit dem Edelstahlwerkstoff. Erst durch Einwirkung von Hitze kommt es zu einem Einbrennen der organischen Moleküle auf die Oberfläche. Dies ist von Erhitzeranlagen bei der Milchherstellung bekannt [Kessler, 1996]. Würde dieses Verfahren in Betracht gezogen, müsste die gesamte zu testende Anlage auf hohe Temperaturen ($> 80\text{ °C}$) erhitzt werden. Die Temperatureinwirkung muss von außen erfolgen, weil nur dann ein Einbrennen stattfindet. Dies ist nur bei kleineren Einzelkomponenten machbar und nicht bei kompletten Produktionsanlagen.

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, der Verschmutzung das Wasser zu entziehen und somit über Kapillarkräfte eine feste Bindung zur Oberfläche zu erreichen. Solch ein Trocknungsverfahren wird bereits bei der EHEDG cleanability Methode angewendet [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 2004c]. Nach der Benetzung der Oberfläche wird mit trockener Luft das Bauteil durchgeblasen und somit ein harter Oberflächenbelag erzeugt. Dies ist auch bei größeren Anlagen möglich. In den weiteren Versuchen entschieden wir uns für den Trocknungsschritt.

Das zu wählende Analyseverfahren zur Detektion des Restschmutzes sollte auf der einen Seite einfach und ohne aufwendiges Labor durchzuführen sein, auf der anderen Seite jedoch so empfindlich sein, dass kleinste Restmengen in den Anlagen detektiert werden können. Sollen kleine Spalten an Dichtungen detektiert werden, in denen wenige Mikrogramm (μg) Substanz anhaften und die Gesamtanlage ein Volumen von mehreren Tausend Litern hat, dann muss die Nachweisgrenze mindestens im ppb-Bereich liegen. Damit wird deutlich, dass das Verfahren aus der Spurenanalytik kommen muss, welches meist nicht ohne kostspieliges Labor durchzuführen ist. Dieser Widerspruch war eine der Herausforderungen in der Methodenentwicklung.

Zwischen der Verschmutzung und der Detektion des Restschmutzes liegt noch der Schritt der Reinigung. Sie musste auf die Inhaltsstoffe der Verschmutzungsmatrix und auf deren Haftvermögen abgestimmt werden. Sie durfte jedoch nicht so erfolgreich sein, dass die zu detektierenden Schwachstellen ausgereinigt werden konnten. Die Einstellung der Reinigungsparameter wurde anhand von Modellbauteilen durchgeführt.

5.1.1 β -Lactoglobulin und ELISA

Eine mögliche Kombination von Nachweissubstanz und Analyseverfahren stellt das Protein β -Lactoglobulin und dessen immunochemische Analyse dar.

Die Vorteile von β -Lactoglobulin sind vielfältig und deshalb wurde diese Substanz zu Beginn als Tracer ausgewählt. β -Lactoglobulin ist der Hauptbestandteil von Molkenprotein und damit kostengünstig in größeren Mengen verfügbar [Fox, 2001]. Weiterhin ist dieses Protein sehr reaktiv und haftet gut auf Edelstahloberflächen [Jeurnink *et al.*, 1996; Kim und Lund, 1997]. Skudder [Skudder *et al.*, 1981] zeigte, dass die Ansatzbildung stark mit der Anzahl „freier“ SH-Gruppen der Proteine korreliert. Die Zugabe von Jodat zu Milch bewirkte eine Abnahme der Belagbildung. Daraus folgt, dass dem β -Lactoglobulin eine zentrale Rolle im Mechanismus der Belagbildung zugesprochen werden kann. Hierbei ist eine Korrelation zwischen Ansatzbildung und Denaturierung der Molkenproteine festzustellen, d. h. die Denaturierungsreaktion ist mit der Anlagerungsreaktion vergleichbar [Sakiyama *et al.*, 2006; Sakiyama *et al.*, 1999].

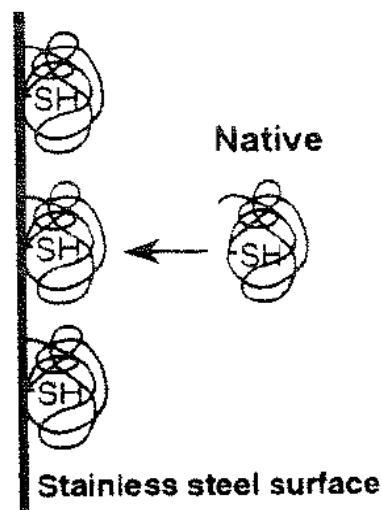


Abb. 5.1: Anlagerung von nativem β -Lactoglobulin an Edelstahloberflächen bei Raumtemperatur [Itoh *et al.*, 1995]

Bei beiden Reaktionen wird die reaktive freie SH-Gruppe entweder durch Adsorption an der Oberfläche belegt oder durch Denaturierung inaktiviert [Nakanishi *et al.*, 2001]. Aus diesem Grund eignen sich nur native Proteine zur Belagbildung, so wie sie auch in sprühgetrocknetem Molkenpulver noch vorhanden sind [Itoh *et al.*, 1995]. Ist die thermische Belastung während des Sprühtrocknens gering, tritt kaum eine

Denaturierung der Proteine auf. Bei Untersuchungen über die Zusammensetzung der Beläge in Milcherhitzern wurde β -Lactoglobulin als Hauptbestandteil und Verursacher festgestellt [Kessler, 1996]. Aber auch ohne Hitzeeinwirkung zieht sich dieses Protein auf den Oberflächen auf und ist zumindest mit Wasser nicht so einfach wieder abzuspülen [Arnebrant *et al.*, 1987; Baeza *et al.*, 2005; Tornberg, 1979]. Für die Herstellung der Verschmutzungsmatrix wird Molkenprotein in hoher Konzentration (bis 25 %) in Wasser gelöst, so dass ein dickflüssiges Gel mit niedriger Oberflächenspannung entsteht. So können alle produktberührten Innenoberflächen der Bauteile benetzt werden und sich eine gleichmäßig dünne Schmutzschicht aufbauen, die anschließend angetrocknet wird.

Die Restschmutzdetektion erfolgt durch die Konzentrationsbestimmung des β -Lactoglobulins im Spülwasser der zweiten Reinigung. Hierfür steht ein immunochemischer Nachweis zur Verfügung. Der große Verdünnungsgrad im Spülwasser erfordert eine hohe Genauigkeit in der Analytik, welches durch die Nachweisgrenze von 100 ng/ml gegeben ist [Stapf, 1993]. Dieser ELISA Test wurde speziell am ehemaligen Lehrstuhl für Milchwissenschaft an der TU München Weihenstephan entwickelt und speziell auf die hier notwendigen Bedingungen angepasst. Die ursprüngliche Verwendung des Tests war für den Nachweis von Kuhmilch in Schafs- und Ziegenkäse angedacht [Beer *et al.*, 1996].

Dieser indirekt kompetitive ELISA Test beruht auf einer spezifischen Reaktion zwischen einem Antikörper und dem entsprechenden Antigen. Hierbei konkurrieren freie und gebundene Antigene um eine begrenzte Anzahl von Antigen-Bindungen. In den Versuchen stellt das β -Lactoglobulin das freie Antigen dar. Das immobilisierte Antigen (standardisiertes β -Lactoglobulin) wird an eine Festphase (Mikrotiterplatte) gebunden. Nach Entfernung der ungebundenen Antigen-Fraktion wird die behandelte Festphase gleichzeitig mit freiem Antigen und einer limitierten Anzahl an antigenspezifischen Antikörpern inkubiert. Es tritt die erwähnte Konkurrenz zwischen dem freien und dem gebundenen Antigen um die limitierte Anzahl an Antikörpern auf. Nach einem Waschschrift wird noch ein zweiter markierter Antikörper zugegeben, der sich auf den Ersten anlagert. Der zweite Antikörper ist enzymmarkiert, wodurch die gebundene Antikörperfraktion nach Substratzugabe über die Enzymreaktion visualisiert wird. Die vorhandene Antigenkonzentration wird somit indirekt über die gebundene Antikörperkonzentration sichtbar gemacht (Abb. 5.2).

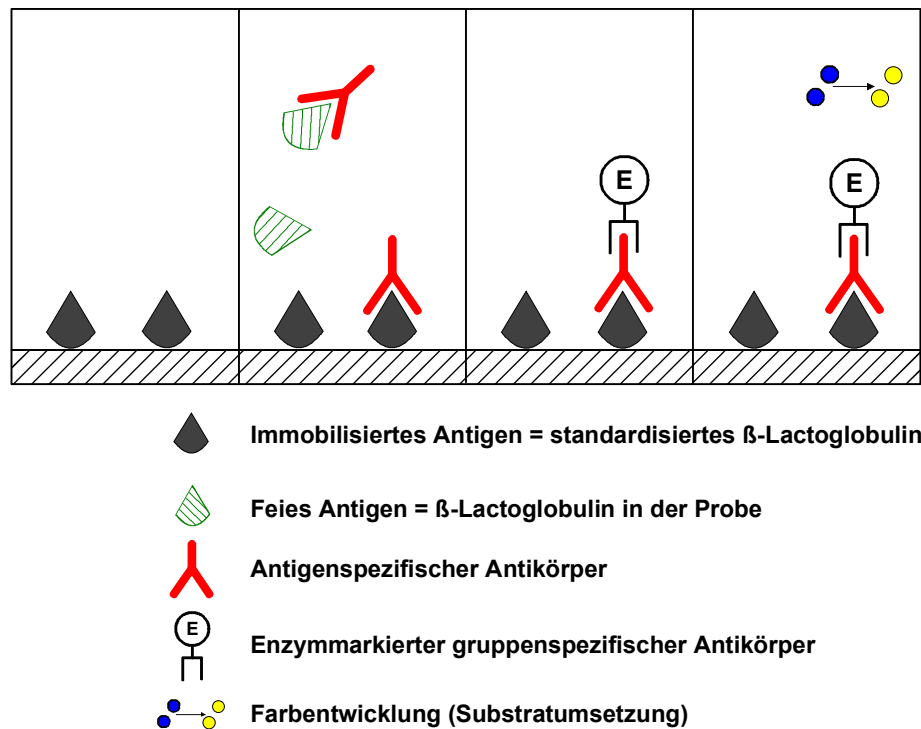


Abb. 5.2: Reaktionsschema des indirekt kompetitiven ELISA

Ein weiterer Vorteil dieses ELISA ist, dass nur denaturiertes Protein analysiert wird. Das native β -Lactoglobulin, welches sich während der Verschmutzung an die Oberfläche haftet, wird während der Reinigung und des Lösungsschrittes vollständig denaturiert. Somit ist dieses Analyseverfahren in der Lage, auf die veränderten Proteinstrukturen zu reagieren.

Alle wesentlichen Anforderungen, die eine Verschmutzungsmatrix und das dazugehörige Nachweisverfahren aufweisen müssen, sind erfüllt. In vielen Versuchsreihen wurde das Verfahren immer weiter optimiert und die Parameter angepasst.

Das Benetzungs- und Anhaftungsverhalten der β -Lactoglobulinmatrix wurde als erstes untersucht. Es zeigte sich, dass mit der Zeit immer mehr Moleküle an der Oberfläche anhaften und durch die Reinigung nicht wieder entfernt werden (Abb. 5.3).

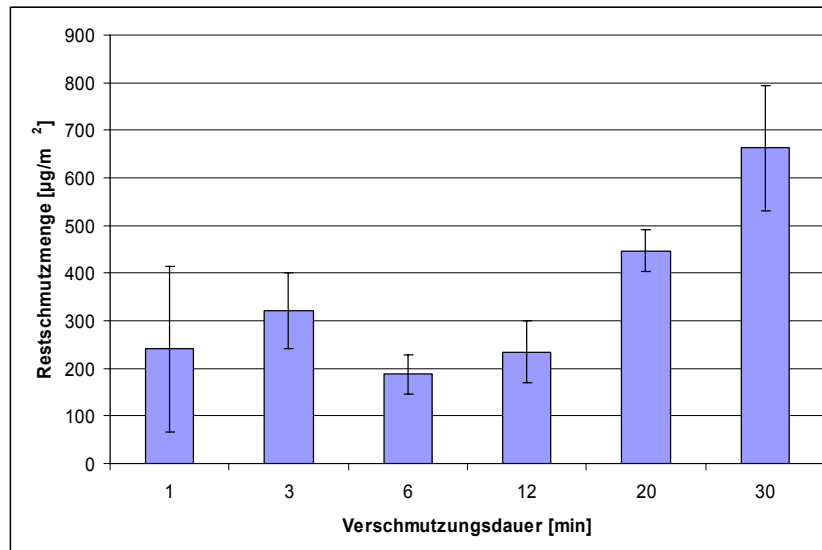


Abb. 5.3: Restschmutzmengen bei veränderter Verschmutzungsdauer, gerades Rohr, Verschmutzung bei Raumtemperatur, Reinigung mit Wasser 14 °C [Kroeber, 2001]

Dieses Biofouling der Testbauteile wurde bei Raumtemperatur durchgeführt. Nach 30 Minuten Einwirkungszeit konnte eine signifikant höhere Konzentration an nach der Reinigung noch zurückgebliebenen β -Lactoglobulinmolekülen detektiert werden.

Unterschiedliche Strömungsverhältnisse in Bauteilen konnten ebenfalls mit dieser Methodik nachgewiesen werden. Der Vergleich von zwei unterschiedlichen Bauteilen (Wellenschlauch und spezielles Nutenrohr) zeigte bei Abbruch der Reinigung nach einer bestimmten Zeit ebenfalls Unterschiede.

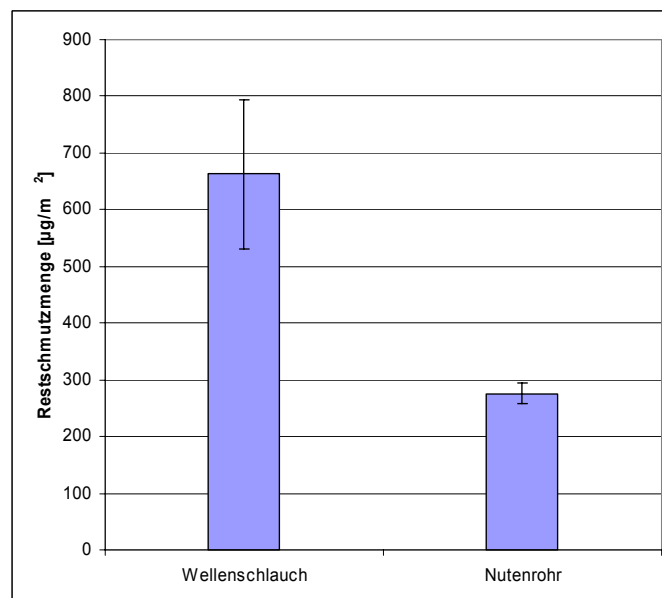


Abb. 5.4: Restschmutzmengen in verschiedenen leicht zu reinigenden Bauteilen, Reinigungszeit 30 min mit Kaltwasser [Kroeber, 2001]

Das bedeutet, dass der Wellenschlauch noch einen wesentlich höheren Restverschmutzungsgrad aufweist und damit einen höheren Reinigungsaufwand benötigt als das Nutenrohr. Das Nutenrohr besteht aus einem geraden Rohr mit fünf eingedrehten Nuten, die ein strömungstechnisches Hindernis darstellen. Der Wellenschlauch besitzt ebenfalls Nuten, die direkt aneinandergereiht sind. Es fehlen im Prinzip die geraden Rohrstücke dazwischen und die Anzahl der Nuten ist wesentlich größer.

Mit diesem Verfahren ist es möglich, eine Proteinanhaftung (Biofouling) auf der Oberfläche zu erreichen, die mit einer entsprechend eingestellten Reinigungsprozedur nicht sofort wieder abgelöst wird. Unterschiedlich konstruierte Bauteile weisen nach gleicher Behandlung auch unterschiedlich viel Restschmutz auf. Eine absolute Bewertung, wann ein Bauteil leicht zu reinigen sei, gestaltet sich jedoch schwierig (siehe Kap. 5.2).

5.1.2 Casein und ELISA

Es galt nach wie vor, die Haftung der Verschmutzungsmatrix auf der Oberfläche zu verbessern und die Durchführbarkeit zu optimieren. β -Lactoglobulin haftet gut auf der Oberfläche, jedoch ist der Zeitbedarf erheblich und die Reproduzierbarkeit der Belagschichten nicht optimal gegeben, was sich in sehr unterschiedlichen Ergebnissen in der Restschmutzbestimmung äußert [Linsenmeier, 2002]. Auf der Suche nach Alternativen zu β -Lactoglobulin wurden Versuche mit Casein durchgeführt.

Das Protein Casein ist ein bedeutender Milchbestandteil und macht 80 % des Gesamteiweißgehaltes der Milch aus. Es besitzt seinen isoelektrischen Punkt bei pH 4,6 und kann somit sehr einfach mit einer schwachen Säure ausgefällt werden. Koagulierte Casein haftet extrem gut auf Edelstahloberflächen und kann nur mit hohem Reinigungsaufwand wieder abgelöst werden [Dickinson, 1998; Skudder *et al.*, 1981].

Für die nach der Reinigung folgende Restschmutzbestimmung steht ebenfalls ein ELISA Test zur Verfügung. Der ebenso am ehemaligen Lehrstuhl für Milchwissenschaft der TU München Weihenstephan entwickelte ELISA für Casein konnte auf die hier benötigten Bedürfnisse angepasst werden [Richter *et al.*, 1997]. Diese Analysemethode hat eine vergleichbare Empfindlichkeit wie der ELISA für β -Lactoglobulin, ist jedoch etwas schneller durchzuführen.

Für die Bildung des Schmutzbelages wurden die Bauteile mit einer Caseinlösung gefüllt und anschließend Säure hinzu gegeben. Das Casein fällt aus und bildet Aggregate, die an der Bauteilwand anhaften. Es entsteht damit allerdings kein gleichmäßiger Flächenbelag, sondern einzelne punktuell haftende Caseinaggregate. Diese sind willkürlich verteilt, so dass nicht gewährleistet werden kann, dass alle relevanten Stellen auch verschmutzt sind.

Da keine gleichmäßige Flächenbelegung als Verschmutzung entsteht, kann eine Bewertung der Reinigungsfähigkeit nicht durchgeführt werden. Die Verschmutzung ist nicht reproduzierbar und der Reinigungserfolg abhängig vom Ort der Aggregatanhaftung. Somit wurde von dieser Kombination Abstand genommen.

5.1.3 Protein und NIR/MIR

Eine weitere Möglichkeit, Proteine in Flüssigkeiten zu detektieren, ist die Infrarotspektroskopie [Günzler und Heise, 1996]. Abhängig von der Wellenlänge wird einerseits in nahes Infrarot NIR bei 800 – 2500 nm und andererseits in mittleres Infrarot MIR zwischen 2500 – 50000 nm unterschieden. Ebenso unterscheiden sich die Anwendungen, die mit der Absorption der unterschiedlichen Strahlung zusammenhängen. So werden im mittleren Infrarot die Molekülbindungen detektiert und im nahen Infrarot hauptsächlich Kombinationsschwingungen dieser Molekülbindungen, insbesondere der OH-, CH- und NH-Bindungen. Diese sind bei Proteinen in großer Zahl vorhanden, so dass eine effektive Detektion möglich ist [Ciurczak und Drennen, 2002; Gottwald und Wachter, 1997; Günzler und Gremlich, 2003].

Wird der Reinigungsverlauf aufgenommen, so ist es notwendig, dass im Abstand von wenigen Sekunden Proben gezogen werden. Die große Anzahl an Proben macht den ELISA Test aufwendig und teuer. Der Vorteil der Infrarotspektroskopie ist, dass die Analyse sehr schnell durchzuführen ist, und die Empfindlichkeit sehr hoch ist. Es gibt sowohl off-line als auch in-line Geräte, was eine Messung der Restschmutzkonzentrationen im Reinigungsmedium ermöglichen würde. Aus diesem Grund wurden Probemessungen mit verschiedenen Lösungen durchgeführt.

Beide Verfahren, NIR und MIR, ergaben jedoch mit all den Randbedingungen keine zufriedenstellenden Ergebnisse. Eine reine Proteindetektion ist sehr gut durchzuführen. Bei der Testmethode muss allerdings das Protein mit einem Lösungsmittel aus den Anlagen herausgelöst werden. Hierzu wurde entweder ein Harnstoffpuffer (PBST-Urea) oder reine Natronlauge verwendet. Beide Lösungsmittel störten die Messung in solcher Weise, dass die Peaks der Proteine nicht mehr zu erkennen waren. Die Absorptionsintensitäten der beiden Lösungsmittel sind sehr hoch und weisen genau im typischen Absorptionsbereich von Proteinen (Amidbindungen) ihre maximalen Werte auf (Abb. 5.5).

Dies hätte zur Folge, dass neue Lösungsmittel gesucht werden müssen, die ein anderes Absorptionsspektrum aufweisen, so dass die Proteine wieder detektiert werden können. Dieser Aufwand übersteigt den Nutzen, so dass auch von dieser Kombination Abstand genommen wurde [Baier, 2002; Niemöller, 2002].

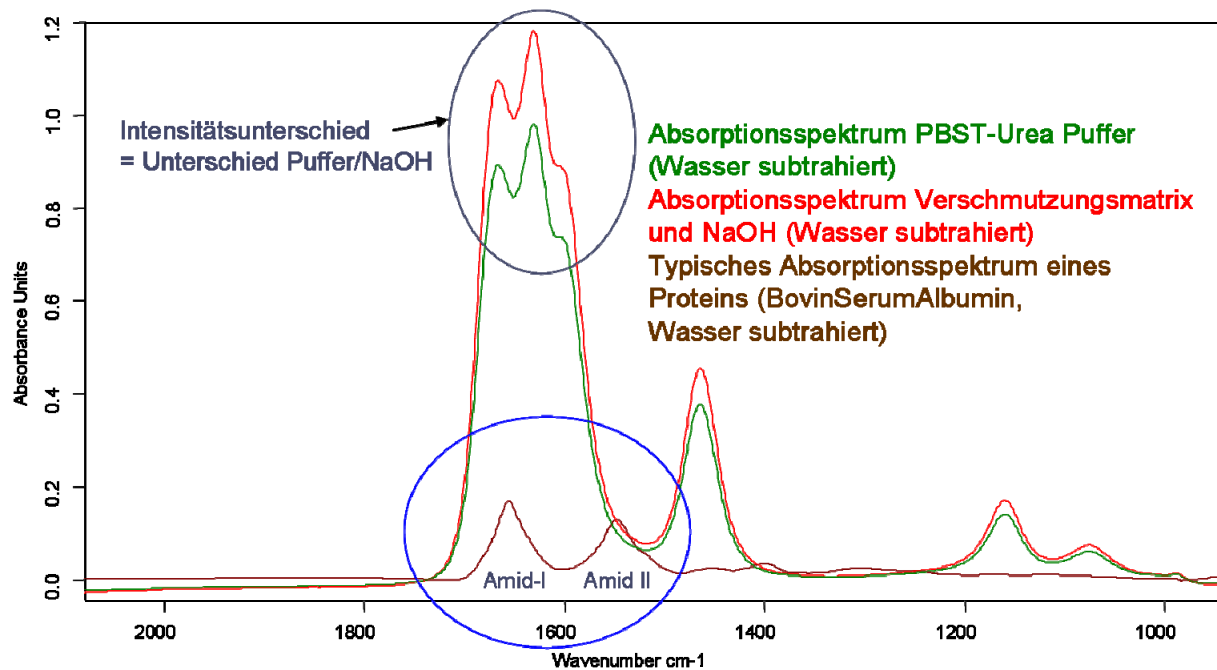


Abb. 5.5: MIR-Absorptionsspektren: Vergleich von Harnstoffpuffer zu Verschmutzungsmatrix in Lauge gelöst

5.1.4 Protein und BCA Protein Test

Mit steigendem Erkenntnisgewinn wurde die Versuchsdurchführung dahingehend geändert, dass nur ein einziger Reinigungsschritt eingeführt wurde, mit dessen Hilfe der gesamte Reinigungsverlauf aufgezeichnet wird. Dies hatte zur Folge, dass kontinuierlich während der Reinigungszeit Proben genommen werden mussten. Die dadurch entstehende große Anzahl an Analysen machte den ELISA umständlich und zu teuer. Somit wurde nach einer alternativen Proteinbestimmungsmethode gesucht. Eine weitere kommerziell genutzte Möglichkeit ist der BCA Protein Test. Eine detaillierte Beschreibung des BCA Protein Tests befindet sich in Kap. 7.2..

Die Versuchsdurchführung wurde derart geändert, dass die verschmutzten Bauteile mit einer verlorenen Reinigung durchspült werden, und das abgelöste Protein im Spülwasser detektiert wird. Für die Berechnung des Stoffübergangs ist vor allem der Anfangsbereich der Abreinigung von Bedeutung. Hierbei werden größere Mengen an Protein abgelöst, so dass die Empfindlichkeit der Analysenmethode nicht das entscheidende Kriterium ist.

Mit der Änderung dieser Anforderung konnte der BCA Protein Test gewählt werden. Er kommt nicht an die Empfindlichkeit des ELISA heran, ist jedoch wesentlich schneller und kostengünstiger durchzuführen. Konventionelle Test-Kits sind erhältlich. Es wird keine aufwendige Laborarbeit notwendig, da die zu analysierenden Proben mit den standardisierten Reaktionslösungen versetzt werden und nach einer Inkubationsphase im Photometer gemessen werden.

Ein weiterer Vorteil dieser Analysenmethode besteht darin, dass ohne Probenaufbereitung ein großer Konzentrationsbereich analysiert werden kann. Dies erleichtert die Versuchsdurchführung. Weiterhin wird unspezifisch jedes Protein detektiert und nicht nur das β -Lactoglobulin. Damit wird die Nachweisempfindlichkeit in dieser Testmethode verstärkt, da alle Proteine der Verschmutzungsmatrix analysiert werden und nicht nur der Anteil an β -Lactoglobulin. Hinzu kommt, dass sowohl geringe Mengen an Reinigungslauge als auch Harnstoffpuffer die Analysenmethode nicht beeinflussen.

Aus diesen Gründen wird die Kombination aus Molkenproteinmatrix als Modellverschmutzung und BCA Protein Test als Analysenmethode für alle weiteren Untersuchungen gewählt.

5.2 Bewertungskriterium der Reinigbarkeit

Wie bereits zu Beginn dieses Kapitels erwähnt, müssen bei der Entwicklung der Testmethode zur Überprüfung der Reinigbarkeit von Komponenten und Anlagen viele Parameter berücksichtigt werden, die sich zum Teil gegenseitig beeinflussen. Ein weiterer wichtiger Punkt ist die Interpretation der Ergebnisse dieser Versuche und die Entwicklung von Beurteilungskriterien für die Reinigbarkeit.

Bei schon etablierten Methoden werden entweder Referenzbauteile verwendet oder Absolutwerte festgelegt. So wird bei der EHEDG Reinigbarkeitsmethode neben dem Testbauteil ein Referenzrohr genauso behandelt und anschließend der Reinigungsgrad im Vergleich begutachtet. Dies ist hier möglich, da die gesamte innere Oberfläche bewertet wird und reinigungstechnische Schwachstellen direkt erkannt werden. Für die Aussage, ob das Bauteil genauso gut oder sogar besser zu reinigen ist als das Referenzrohr, sollten die produktberührten Oberflächen gleich groß sein.

Dieses Bewertungsverfahren ist auf eine Testmethode für komplette Anlagen nicht übertragbar. Identische Innenoberflächen sind nicht praktikabel und ein Einzelbauteil kann in Bezug auf den Reinigungseffekt nicht in Relation gesetzt werden.

Das QHD-Prüfsystem legt einen Grenzwert fest, der bei Unterschreitung auf eine saubere Oberfläche hinweist. Bei diesem Verfahren ist die Reinigung so ausgelegt, dass nur noch schwer zu reinigende Bereiche kontaminiert vorliegen. Sind diese vorhanden, können sie mit hohen Analysewerten belegt werden. Da der Reinigungserfolg nicht reproduzierbar eingestellt werden kann, ist die Empfindlichkeit dieser Methode nicht sehr hoch. Sie kann deshalb nur eingesetzt werden, um größere Spalten zu detektieren.

Zu Beginn der Methodenentwicklung wurde ebenfalls versucht, mit einem Grenzwert des Restschmutzes reinigungsgerecht gestaltete Bauteile zu charakterisieren. Die Verschmutzungs- und Reinigungsparameter wurden so eingestellt, dass das gerade Rohr, welches leicht zu reinigen ist, fast vollständig gesäubert ist. Alle Bauteile, die mehr Restschmutz aufweisen, sind demnach schlechter zu reinigen. Die Anforderung an die leichte Reinigbarkeit wäre in diesem Fall vergleichbar mit der der EHEDG Methode. Als Problem stellte sich hierbei allerdings heraus, dass der Reinigungser-

folg von sehr vielen Parametern abhängig ist, die nicht reproduzierbar einzustellen sind. Das beginnt mit dem Schmutzbelag und endet bei der Reinigungsdurchführung. Im Folgenden, auch mit Einführung der verlorenen Reinigung, wurden neue Bewertungskriterien in Erwägung gezogen. Durch die Aufnahme der Abreinigungskurven über der Zeit können konstante Bereiche, Steigungen oder bestimmte Konzentrationen Verwendung finden. Die Abreinigung von Schmutz erfolgt im abnehmenden Ast immer exponentiell (Abb. 5.6). So kann das Gefälle einer Abreinigungskurve Aufschluss über die Menge an schnell abgereinigtem Schmutz geben. Leicht zu reinigende Bauteile geben am Anfang auch viel Schmutz ab. Sind jedoch hygienische Schwachstellen vorhanden, die nur mit hohem Aufwand ausgereinigt werden können, so wird die Kurve im asymptotischen Teil wesentlich flacher verlaufen. Die Zeit zum Erreichen der Nachweisgrenze des Detektionsverfahrens, was gleich gesetzt wird mit einer sauberen Anlage, wäre ein weiteres Indiz für die reinigungsgerechte Gestaltung einer Anlage.

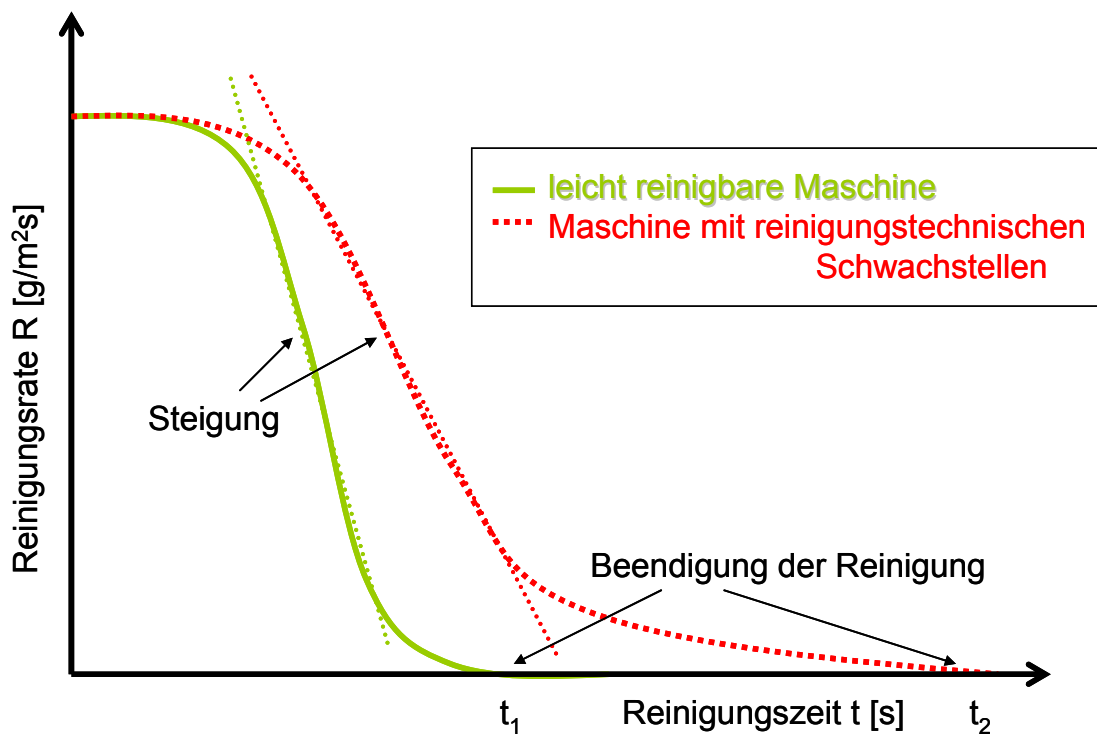


Abb. 5.6: Reinigungsverlauf von leicht und schwierig zu reinigenden Bauteilen

Diese Bewertungsmöglichkeit hatte jedoch keinen Anspruch auf Allgemeingültigkeit. So ist die aufgenommene Abreinigungskurve neben den konstant zu haltenden Reinigungsparametern noch abhängig von der Dicke der Schmutzschicht und der belegten Oberfläche. Folglich ist es nur möglich, zwei ähnlich gestaltete Bauteile miteinander zu vergleichen und nicht eine allgemeingültige Aussage über die Reinigungsfreundlichkeit beliebiger Komponenten und Anlagen zu treffen.

Bedingt durch diese Gegebenheiten ist die Überlegung entstanden, die Reinigung verfahrenstechnisch zu beleuchten. Da das Auflösen einer Schmutzschicht nichts anderes ist als der Stoffübergang von einer festen Phase in ein Lösungsmittel, kann der Reinigungsvorgang mit diesen Gesetzmäßigkeiten beschrieben werden. Damit ist eine Bewertung des Reinigungserfolges über dimensionslose Kennzahlen des Stoffübergangs möglich (vgl. Kap. 4.6). Diese Kennzahlen haben den Vorteil, dass Abhängigkeiten von Parametern bereits berücksichtigt sind. Allgemeingültige Aussagen und Bewertungen hinsichtlich der Reinigbarkeit von Anlagen sind somit möglich.

Im Praxisversuch kann der konstante Massenstrom während der Reinigung bestimmt werden. Der Stoffübergangskoeffizient β multipliziert mit der Innenoberfläche A des Bauteils gibt in Abhängigkeit der Reinigungsgeschwindigkeit in Form der Reynolds-Zahl Re eine Aussage zur Reinigbarkeit im Vergleich zum geraden Rohr.

$$\dot{m} = f(\beta, A, Re)$$

Ein weiterer Vorteil der Verwendung von dimensionslosen Kennzahlen, wie der Reynolds-Zahl und der Sherwood-Zahl, ist die Übertragung der Ergebnisse auf veränderte, genauer gesagt ähnlich geometrische Verhältnisse. Die Reynolds-Zahl ist unter anderem eine Funktion der geometrischen Verhältnisse

$$Re = f\left(\frac{L}{d}, \dots\right)$$

und die Sherwood-Zahl ist wiederum eine Funktion der Reynolds-Zahl.

$$Sh = f(Re, \dots)$$

So kann der praktische Versuchsteil an einer kleinen Anlage durchgeführt werden und die Aussagen direkt auf geometrisch ähnlich größere Anlagen projiziert werden. Dies spart Kosten und Zeit in der Versuchsdurchführung und ist für die industrielle Anwendung von großem Nutzen.

Für die Bewertung der Reinigungsfähigkeit von Anlagen werden demnach mehrere Kriterien angesetzt. Die Sherwood-Zahl gibt Auskunft, ob ein großer Stoffübergang vorhanden ist. Dies lässt auf eine strömungsgünstige Gestaltung der Anlagen schließen und ermöglicht somit eine schnelle und effektive Reinigung. Die Interpretation des Verlaufs der Reinigungskurve (Restschmutzgehalt in Abhängigkeit der Reinigungszeit) zeigt, ob noch Schwachstellen in der Anlage vorhanden sind, die einen wesentlich höheren Reinigungsaufwand benötigen. Je nachdem in welcher Zeit die Reinigung abgeschlossen werden kann, sind mehr oder weniger gravierende hygienische Schwachstellen vorhanden. Kann die Reinigung gar nicht abgeschlossen werden, besteht ein enormes hygienisches Risiko einer Produktkontamination.

6 Bestimmung des Diffusionskoeffizienten

Die dimensionslose Sherwood-Zahl ist ein Maß für den Stoffübergang und soll für die Qualifizierung der Reinigbarkeit von Produktionsanlagen in der Lebensmittelindustrie eingesetzt werden. Bevor jedoch die Sherwood-Zahl berechnet oder durch Versuche bestimmt werden kann, muss der Diffusionskoeffizient des übergehenden Stoffes bekannt sein. In den Versuchen wird als Verschmutzungsmatrix eine komplexe Molkenproteinlösung verwendet (Zusammensetzung vgl. Kap. 7.1). Da keine Reinsubstanzen als Schmutz verwendet werden, kann nicht auf Literaturwerte zurückgegriffen werden. Es gibt einige Werte für Proteine in der Literatur, jedoch nicht für das Zusammenspiel der verschiedenen Molkenproteine [Fito *et al.*, 1997; Krokida *et al.*, 2001; Poling *et al.*, 2001]. Zudem wird der Diffusionskoeffizient noch beeinflusst durch die weiteren Zutaten der Verschmutzungsmatrix, wie Xanthan, Glycerin und Tween[®]. Die Bestimmung des Diffusionskoeffizienten D muss anhand von Versuchen im Labor durchgeführt werden.

Für die Bestimmung des Diffusionskoeffizienten finden sich in der Literatur [Chhaniwal *et al.*, 2004; Rastogi und Raghavarao, 2004] verschiedene Verfahren, wie z. B. Stoke'sche Membran Zelle [Saravacos und Maroulis, 2001]. Diese sind allerdings für diesen Anwendungsfall mit der Molkenproteinmatrix nicht geeignet. Da keine vollständige Lösung wie bei Salzen, die sich in ihre Ionen auflösen, stattfindet, wird auch nicht der „echte“ Diffusionskoeffizient bestimmt, sondern ein Wert, der eine Aussage trifft, wie schnell die Matrix hydratisiert wird und sich die Proteinmoleküle in der Flüssigkeit „lösen“. Dies geschieht nicht nur mit einzelnen Molekülen, sondern es können sich ganze Cluster von der Haftschrift ablösen. Der hier bestimmte Diffusionskoeffizient der Verschmutzungsmatrix berücksichtigt den Vorgang der Quellung genauso wie die Diffusion der Proteine in die Flüssigkeit.

Für die Bestimmung dieses Diffusionskoeffizienten wurde ein sehr einfacher Versuchsaufbau gewählt und manuell Proben gezogen. Die Ergebnisse wurden später mit einem automatischen Trübungsmessgerät bestätigt.

6.1.1 Manuelle Probennahme

Zur Bestimmung des Diffusionskoeffizienten werden 2 g Verschmutzungsmatrix (vgl. Kap. 7.1) in 100 ml Bechergläser gefüllt und mit trockener Sterilluft auf dem Boden angetrocknet. So entsteht ein harter Belag der Molkenproteinmatrix auf dem Becherglasboden. Anschließend werden 60 ml Wasser in das Becherglas gegeben und die Diffusion beobachtet. Zu festgelegten Zeiten werden in drei unterschiedlichen Höhen mit einer Spritze Proben entnommen (Abb. 6.1). Diese werden auf ihren Gehalt an Protein mittels BCA Protein Test analysiert.



Abb. 6.1: Versuchsaufbau zur Bestimmung des Diffusionskoeffizienten: Probennahme mittels Spritze in definierter Diffusionshöhe

Jedes Becherglas wird für nur eine Probennahme verwendet, da die Erschütterungen und das Eintauchen und Herausnehmen der Spritze einen zu starken Effekt auf die Vermischung innerhalb der Flüssigkeit hat. Die Versuche wurden in einem klimatisierten Raum mit hoher Luftfeuchtigkeit durchgeführt. Somit wurde ein Verdunsten der Lösung auf ein Minimum herabgesetzt.

6.1.2 Automatische Trübungsmessung

Die Ergebnisse der manuellen Diffusionskoeffizientenbestimmung wurden mit einem Trübungsmessgerät überprüft. Durch die höhere Auflösung und verbesserte Genauigkeit des Gerätes werden mehr Erkenntnisse über den Vorgang der Diffusion der Molkenproteine erwartet.

Das verwendete Trübungsmessgerät, Turbiscan LabExpert, der Firma Formulacion, l'Union Frankreich ist mit einer temperierbaren Messkammer ausgestattet (Abb. 6.2).



Abb. 6.2: Trübungsmessgerät Turbiscan LabExpert mit Auswertecomputer

Auch hier werden auf dem Boden des Messglases 2 g Proteinmatrix eingetrocknet und dann mit Leitungswasser aufgefüllt. Anschließend wird das Glas mit einem Deckel verschlossen, um die Verdunstung zu unterbinden und in das Messgerät eingestellt. Die automatische Messung scannt jede Minute die komplette Höhe des Messglases ab und nimmt die Transmissionsrate auf. Die Messzeit kann bis auf zwei Tage ausgedehnt werden.

Mit den erhaltenen Kurven kann die Quellung der Matrix auf dem Boden gut beobachtet werden, da der Bereich, in der keine Transmission stattfindet sich nach oben ausbreitet. Weiterhin kann beobachtet werden, wie die Trübung in der Flüssigkeit über dem Bodensatz mit der Zeit zunimmt. Eine vollständige Diffusion, d. h. ein Konzentrationsausgleich in der gesamten Flüssigkeit konnte allerdings nicht erreicht werden.

Für die Bestimmung des Diffusionskoeffizienten wird nur die Anfangszeit in Betracht gezogen, da auch die Reinigungsversuche nur wenigen Minuten andauern und keine längere Diffusion ermöglichen.

6.2 Ergebnisse der Diffusionskoeffizientenbestimmung

Im Folgenden werden die Ergebnisse der beiden Methoden zur Diffusionskoeffizientenbestimmung dargestellt. Ebenso wird dargestellt, wie der Diffusionskoeffizient über die Lösung eines Differenzialgleichungssystems bestimmt wird.

Beide Verfahren sind nicht optimal geeignet und liefern je nach Betrachtungszeit und Lösungshöhe unterschiedliche Diffusionskoeffizienten. Für alle weiteren Berechnungen wird der Mittelwert dieser Versuche verwendet. Damit ist der Diffusionskoeffizient dieser Verschmutzungsmatrix (Molkenproteinlösung mit Xanthan, Tween® und Glycerin) auf $D = 1,34 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$ festgelegt. Die gemessenen Diffusionskoeffizienten aus den Versuchen bewegen sich im Bereich zwischen $D = 1,08 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$ und $D = 1,72 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$.

6.2.1.1 Ergebnisse der manuellen Probennahme

Bei der manuellen Probennahme wurde ein einfacher Versuchsaufbau gewählt, wobei in drei verschiedenen Höhen Proben aus mit Wasser gefüllten Bechergläsern entnommen werden. In die Gläser wird vorher Molkenproteinmatrix eingebracht und am Boden angetrocknet. Die Auswertung der Proben mittels des BCA Protein Tests ergibt die unterschiedlichen Konzentrationen des Molkenproteins in den Bechergläsern über der Zeit und der Höhe. Durch die Diffusion der Proteinmoleküle ergeben sich unterschiedliche Konzentrationsverläufe in den verschiedenen Messpunkten. Hierfür wurde eine Vierfachbestimmung durchgeführt, die Werte gemittelt und die Konfidenzintervalle mit einer 95%igen Sicherheitswahrscheinlichkeit berechnet.

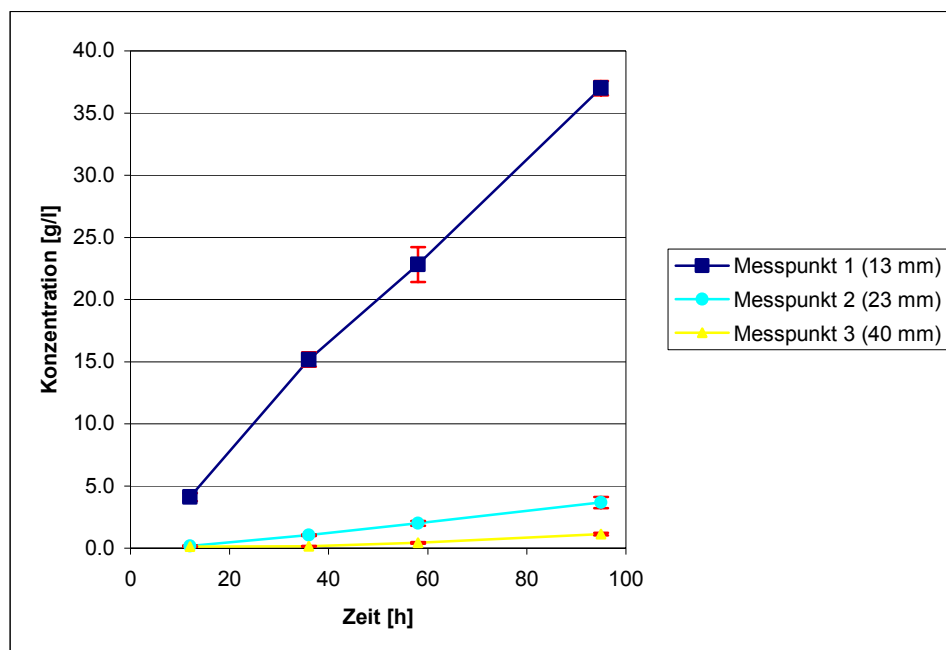


Abb. 6.3: Durchschnittlicher Konzentrationsverlauf des Molkenproteins über der Zeit in Abhängigkeit der Messpunkte

Erkennbar ist die deutliche Zunahme der Proteinkonzentration am Messpunkt 1 in der Höhe von nur 13 mm über dem Bodenbelag. Auch am Messpunkt 2 (23 mm) ist innerhalb der 83 h Versuchsdauer ein noch deutlicher Anstieg der Proteinkonzentration um 3,5 g/l von 0,2 g/l auf 3,7 g/l festzustellen, wohingegen am obersten Mess-

punkt 3 (40 mm vom Bodenbelag entfernt) in derselben Zeitspanne nur eine geringe Steigerung der Proteinkonzentration von anfänglich 0,1 g/l auf 1,1 g/l zu erkennen ist. Durch die Auswertung der Proben wurden die Konzentrationen c zu verschiedenen Zeiten t und unterschiedlichen Orten x ermittelt. Der Diffusionskoeffizient D kann nun über die Lösung des 2. Fick'schen Gesetzes berechnet werden:

$$\frac{\partial}{\partial t}(c(x, t)) = D \cdot \frac{\partial^2}{\partial x^2} c(x, t) \quad (18)$$

Es gelten folgende Randbedingungen:

Das Becherglas, mit Matrix und Wasser gefüllt, wird als geschlossenes System betrachtet. Am Becherboden (an der Stelle $x = 0$ mm) liegt zu allen Zeiten die Anfangskonzentration (= Sättigungskonzentration) $c_0 = 1$ vor. Auf der anderen Seite ($x = 40$ mm) kann über die Grenze der Wasseroberfläche hinaus keine Diffusion stattfinden. In Gleichung 19 bedeuten weiterhin h die Gesamtlänge und n die Anzahl der Glieder.

Eine Lösung dieser Differentialgleichung ist nach Carslaw und Jäger [Carslaw und Jäger, 1959]:

$$\frac{c(x, t, D)}{c_0} = 1 + \frac{2}{h} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \left[e^{-D \cdot t \cdot \frac{(2n+1)^2 \cdot \pi^2}{4 \cdot h^2}} \cdot \cos\left[\frac{(2 \cdot n + 1) \cdot \pi \cdot x}{2 \cdot h}\right] \cdot \left[\frac{2 \cdot h \cdot (-1)^{n+1}}{(2 \cdot n + 1) \cdot \pi} + \frac{1}{c_0} \cdot \int_0^h f(x) \cdot \cos\left[\frac{(2 \cdot n + 1) \cdot \pi \cdot x}{2 \cdot h}\right] dx \right] \right] \quad (19)$$

Die Anfangskonzentration ist eine Funktion des Ortes. Als Anfangsbedingung gilt: $f(x) = 0$. Für die Berechnung sind für große Zeiten t nur die ersten beiden Glieder maßgebend, da die weiteren so kleine Werte annehmen, dass sie vernachlässigt werden können.

Mit $\frac{x}{h} = \xi$ gilt folglich:

$$c(\xi, D) = 1 - \frac{4}{\pi} \cdot \left(e^{-D \cdot t \cdot \frac{\pi^2}{4 \cdot h^2}} \cdot \cos\left(\frac{\pi \cdot \xi}{2}\right) \right) + \frac{4}{3 \cdot \pi} \cdot \left(e^{-D \cdot t \cdot \frac{3^2}{4 \cdot h^2}} \cdot \cos\left(\frac{3\pi \cdot \xi}{2}\right) \right) \quad (20)$$

Mit Hilfe der Mathematiksoftware Mathcad von Mathsoft werden nun zu den verschiedenen Zeiten t für die verschiedenen Orte x die gemessenen Konzentrationen c in Gleichung 20 eingesetzt und in einem Diagramm als Kurven der Form $c(\xi, D)$ über

ξ aufgetragen. Gerechnet wird zunächst mit einem angenommenen Diffusionskoeffizienten D . Die sich ergebenden Kurven werden normiert, indem x und c durch die jeweiligen Höchstwerte geteilt werden. Dadurch ergibt sich als letzter Messwert immer 1. Anschließend werden über die Anpassungsfunktion $F(\xi, D)$ in diese Kurven Funktionen gelegt. Die Anpassung kann über ein automatisches Fitten von Mathcad oder durch manuelle Angleichung erfolgen. Der Diffusionskoeffizient D , der für die Funktion gilt, die am besten an eine Kurve angepasst ist, wird als der „reale“ Diffusionskoeffizient angesehen. Erwartet wird ein Diffusionskoeffizient, der an allen Orten und zu allen Zeiten gleich ist, da die Diffusion theoretisch konstant verläuft. Abb. 6.4 zeigt eine Kurve der Form $c(\xi, D)$ über ξ mit einer möglichen Anpassungsfunktion.

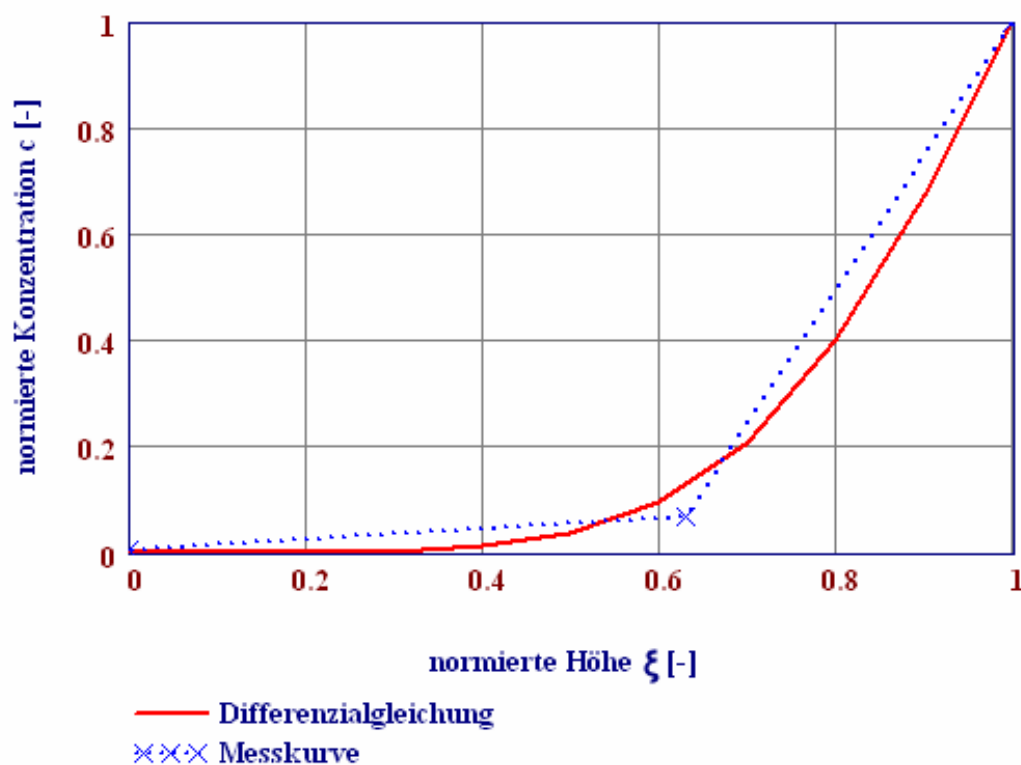


Abb. 6.4: Kurve $c(\xi, D)$ mit ihrer Anpassungsfunktion

Wird diese Anpassung für jede Zeit durchgeführt und anschließend gemittelt, so wird ein durchschnittlicher Wert für den Diffusionskoeffizienten D von $1,34 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$ erhalten.

6.2.1.2 Ergebnisse der automatischen Trübungsmessung

Mit dem Trübungsmessgerät Turbiscan LabExpert der Firma Formulacion konnte der zuvor ermittelte Diffusionskoeffizient bestätigt werden. Vorteil dieser automatischen Messung ist, dass die gesamte Höhe des Messglases abgescannt wird und dadurch ein genaueres Bild über die fortschreitende Diffusion entsteht.

Bei diesen Versuchen konnten wesentlich mehr Informationen gewonnen werden und es wurde weiterhin deutlich, dass die Molkenproteine in bestimmten Höhen Ban-

den bilden und schweben. Dieses Phänomen kann durch eine Aggregatbildung der einzelnen Proteine begründet werden.

Aus der Vielzahl der gemessenen Transmissionskurven (Abb. 6.5) wurden Einzelwerte zu bestimmten Zeiten heraus exportiert und aufbereitet. Weiterhin wurde das Gerät kalibriert, d. h. es wurde eine Verdünnungsreihe der Molkenproteinmatrix hergestellt und die zugehörige Transmission gemessen.

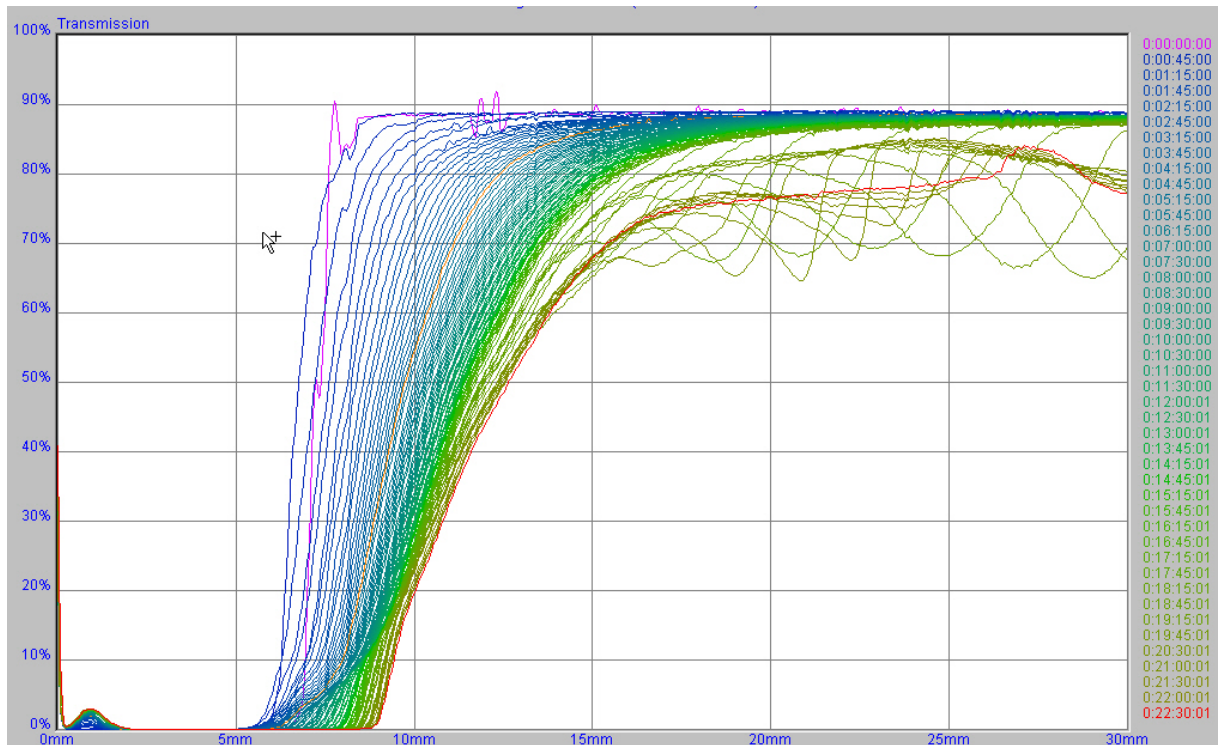


Abb. 6.5: Screenshot der Softwareanzeige nach Messende: Dargestellt sind alle einzelnen Transmissionsmessungen über der Höhe des Messglases

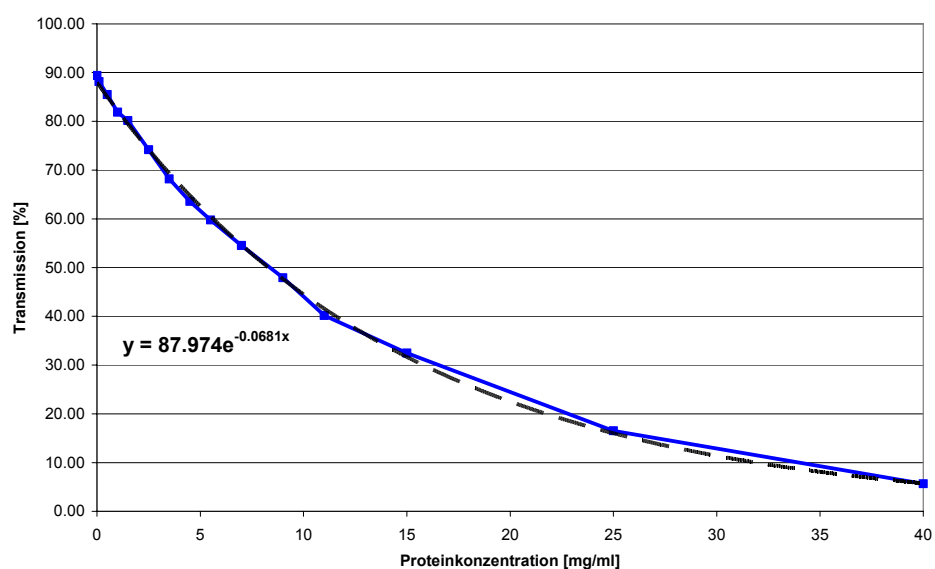


Abb. 6.6: Kalibrierkurve des Trübungsmessgerätes mit der Verschmutzungsmatrix

Mit der angepassten exponentiellen Funktion an die Kalibrierkurve können die gemessenen Transmissionskurven in die entsprechenden Konzentrationen über der Höhe umgerechnet werden. Wird anschließend die Höhe als auch die Konzentration normiert, entstehen folgende Kurven (Abb. 6.7):

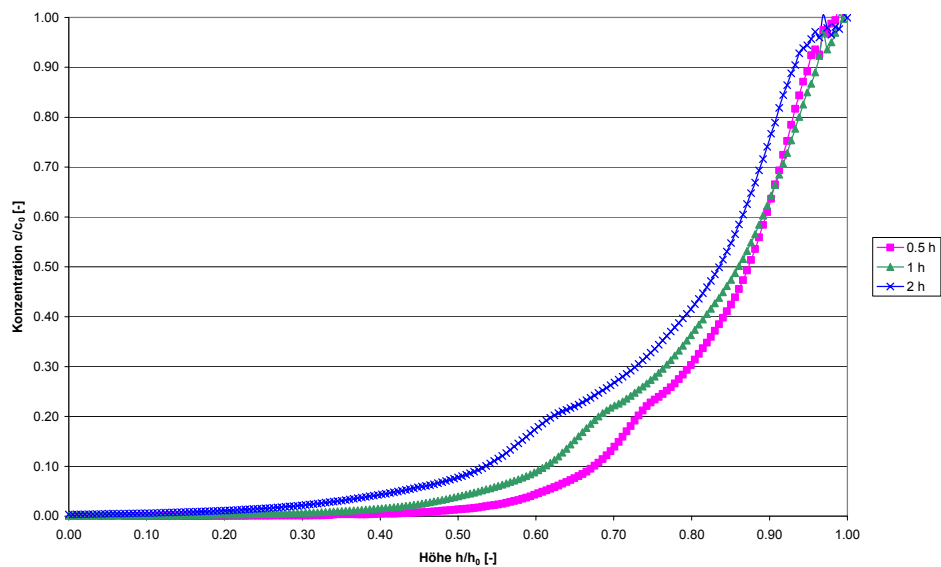


Abb. 6.7: Konzentrationsverlauf im Messglas bei verschiedenen Zeiten

Diese Kurven werden für die Berechnung des Diffusionskoeffizienten verwendet. Hierzu wird ebenfalls mit Hilfe der Mathematiksoftware Mathcad die Gleichung 20 an diese Kurven angepasst und der Diffusionskoeffizient bestimmt.

Folgende Abbildung zeigt ein Beispiel einer ausgewerteten Messkurve, wobei hier der Diffusionskoeffizient mit $D = 1,57 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$ bestimmt wurde.

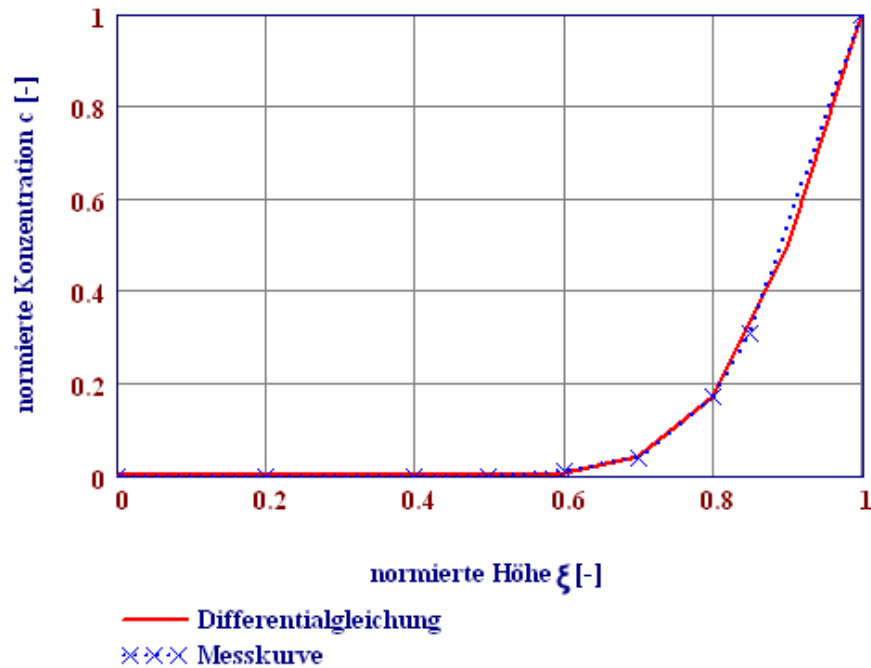


Abb. 6.8: Messkurve mit Anpassungsfunktion

Aus mehreren dieser Kurven ergibt sich ein mittlerer Diffusionskoeffizient von $D = 1,34 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$, welcher bereits bei der manuellen Probennahme zuvor ermittelt wurde.

6.2.2 Ergebnis und Diskussion der Diffusionskoeffizientenbestimmung

Der Diffusionskoeffizient ist ein Maß für die Beweglichkeit der Materie und lässt sich aus der in einer bestimmten Zeit zurückgelegten Wegstrecke ermitteln [Cussler, 1997]. In der Literatur sind Diffusionskoeffizienten für viele Substanzen, vor allem in der chemischen Industrie, veröffentlicht. Für einzelne Lebensmittelbestandteile, wie z. B. Proteine, sind Literaturwerte nur sehr spärlich vorhanden.

Da für die Beschreibung des Stoffübergangs der Diffusionskoeffizient des Schmutzes in der Reinigungsflüssigkeit benötigt wird, muss dieser experimentell bestimmt werden. Die Verschmutzungsmatrix besteht zudem nicht aus einer einzigen Substanz, sondern stellt eine Mischung aus vielen verschiedenen Proteinen, Polysacchariden und Tensiden dar. Somit ist es unerlässlich, eine experimentelle Bestimmung durchzuführen.

Die Verfolgung des Diffusionsvorgangs in einem Becherglas erbrachte erste Ergebnisse (siehe Kap. 6.1.1). Durch eine manuelle Probennahme in unterschiedlichen Höhen des Becherglases über die Zeit hinweg, konnte der Diffusionskoeffizient bestimmt werden. In diesen Versuchen wurde deutlich, dass es unterschiedliche Lösungsstufen gibt. Die auf dem Becherglasboden eingetrocknete Proteinschicht (Verschmutzungsmatrix) wurde mit Wasser überschichtet. Es folgt ein Quellvorgang, bei dem sich die Proteinschicht ausdehnt, an Höhe zunimmt und eine lockere Struktur

bekommt. Dies hat zur Folge, dass der Messpunkt 1 in einer Höhe von 13 mm am Ende der Versuchszeit an die Grenzschicht der gequollenen Proteinschicht stößt. Die darüber liegende Flüssigkeit nimmt während der Versuchszeit nur sehr wenig Proteinmoleküle auf. Folglich sind die bestimmten Diffusionskoeffizienten für die unterschiedlichen Messpunkte verschieden. Die Theorie der Diffusion gibt jedoch ein anderes Ergebnis vor. Demnach müsste der Diffusionskoeffizient, egal zu welcher Zeit und an welchem Ort gemessen wird, immer identisch sein.

Zur Aufklärung dieses Verhaltens wurde eine automatische Trübungsmessung durchgeführt, die das Becherglas in bestimmten Zeitintervallen scannt (siehe Kap. 6.1.2). Hierbei wurde festgestellt, dass sich gleich zu Beginn Proteinmoleküle in der Flüssigkeit lösen, diese Konzentration sich aber zunächst nicht ändert. Am Boden entsteht durch Quellung eine wachsende Schicht, die keinerlei Licht durchlässt. Erstaunlich war, dass nach ca. einem Tag sich in einer bestimmten Höhe im Becherglas eine Bande ergibt, die eine stärkere Lichtabsorption besitzt. In diesem Bereich aggregieren die Proteine wieder miteinander und bleiben in Schwebe. Da dies nichts mit Diffusion zu tun hat, konnte dieser Bereich der Kurven nicht für eine Auswertung verwendet werden. Auswertbar ist somit nur noch der Anfang der Versuchsdurchführung. Der hier ermittelte Diffusionskoeffizient ist im Mittel der verschiedenen Auswertzeiten genauso groß wie der vorherig bestimmte.

Für die Berechnung der Sherwood-Zahl wurde dieser Mittelwert von $D = 1,34 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$ bestätigt und für alle Versuche eingesetzt. Der kleinste Diffusionskoeffizient der gemessen wurde war $D_{\text{min}} = 1,08 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$ und der maximale Diffusionskoeffizient $D_{\text{max}} = 1,72 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$.

Die hier benötigte Diffusionskonstante entspricht nicht dem Diffusionskoeffizienten, wie er zum Teil in der Literatur zu finden ist [Crank, 1979; Poling *et al.*, 2001]. Es handelt sich hierbei mehr um einen Koeffizienten, der die Gesamtheit aller Vorgänge beschreibt. Hierbei muss auch die Quellung der getrockneten Verschmutzungsschicht mit in Betracht gezogen werden. Daher genügt die Verwendung eines Mittelwertes, da sich der Lösungsprozess der Proteine mit der Zeit verändert.

Werden Versuche mit anderen Schmutzschichten durchgeführt, so muss für diese ebenfalls der Diffusionskoeffizient bestimmt werden. Für zukünftige Versuche ist zu überlegen, ob nicht mit Substanzen gearbeitet wird, die einen eindeutigen Diffusionskoeffizienten aufweisen. Bei der Betrachtung des Stoffübergangs sind in der Schmidt-Zahl die Stoffeigenschaften berücksichtigt.

7 Material und Methoden

Neben den Versuchen zur Bestimmung des Diffusionskoeffizienten (siehe Kap. 6) wurden Experimente zum Stoffübergang in Rohrleitungen durchgeführt. Die hierfür benötigte Verschmutzungsmatrix, das Analysenverfahren und die Testobjekte werden im Folgenden beschrieben.

7.1 Verschmutzungsmatrix

Reproduzierbare Versuchsergebnisse bedingen standardisierte Versuchsbedingungen. Einen entscheidenden Einfluss auf die Auswertung der Ergebnisse hat die Verschmutzungsmatrix. Als Nachweissubstanz (Tracer) dient Molkenprotein, bestehend aus den Komponenten α -Lactalbumin, β -Lactoglobulin und einigen weiteren Proteinen. Zu Beginn der Methodenentwicklung wurde nur das β -Lactoglobulin als Tracer verwendet. Das am Anfang verwendete Molkenprotein Globulal 70N wurde von der Molkerei Meggle Wasserburg GmbH & Co. KG bezogen und hatte einen β -Lactoglobulingehalt von ca. 30 %. Später wurde auf kostengünstigeres, nicht angereiches Molkenprotein der Firma Sachsenmilch AG, Leppersdorf, gewechselt, welches einen Gesamtproteinanteil von 35 % aufweist.

Aktuell setzen sich 500 g der Verschmutzungsmatrix aus folgenden Bestandteilen zusammen:

- 200,0 g Molkenprotein
- 2,5 g Glycerin
- 1,5 g Tween[®] 20
- 1,0 g Xanthan
- 295,0 g Leitungswasser (ca. 30 °C)

Glycerin wird der Matrix beigefügt, um die Benetzung der Oberfläche der Testobjekte zu verbessern, so dass nach dem Trocknen eine glatte, geschlossene Schicht entsteht, die nicht aufplatzt und abbröckelt. Tween[®] 20 wird zur Reduzierung der Schaumbildung bei der Herstellung zugegeben. Xanthan ist für eine Erhöhung der Viskosität und für ein Eindicken der Matrix zuständig. Beim Lösen des Molkenproteins muss darauf geachtet werden, dass eine gleichmäßige Masse entsteht und keine Klumpen mehr vorhanden sind. Die fertige Matrix wird bei ca. 4 °C im Kühlschrank aufbewahrt und muss vor der ersten Verschmutzung der Testobjekte für etwa 24 h quellen. Gekühlt kann die Matrix eine Woche aufbewahrt und wiederverwendet werden.

7.2 Analyseverfahren: BCA Protein Test

Zur Ermittlung der Proteinmenge in wässrigen Lösungen, wie es bei der Reinigung der Verschmutzungsmatrix der Fall ist, gibt es verschiedene Nachweismethoden. Gemäß der Reaktionsprinzipien gibt es Absorptionsmethoden, Farbstoffbindungen und chemische Reaktionen. Analysenmethoden der ersten beiden Gruppen werden entweder durch chemische Substanzen gestört oder sind sehr aufwendig in ihrer

Durchführung [N.N., 2003]. Der BCA Protein Test zählt zu den chemischen Reaktionen und ist eine Modifikation auf der Lowry-Methode. Bei dieser wird ein alkalinstabiles Folin-Ciocalteu-Reagenz zum Abfangen der Kupfer-Ionen eingesetzt, welches bei alkalischem pH-Wert instabil ist. Da die Reinigung im alkalischen Milieu durchgeführt wird, ist dieses Reagenz ungeeignet. Aus diesem Grund wurde der BCA Protein Test gewählt, der unter alkalischen Bedingungen stabil ist [N.N., 2002, 2004a].

Er zeichnet sich durch eine hohe Empfindlichkeit und seine geringe Störanfälligkeit aus. Lediglich Komplexbildner und Reduktionsmittel stören die Reaktion, die jedoch bei den Versuchen nicht zum Einsatz kommen. Der Proteingehalt der Proben wurde mittels eines kommerziellen Protein Quantitation Kits (MicroBC Assay; FT75860) der Firma Uptima (Vertrieb über Interchim, Montluçon Cedex, Frankreich) bestimmt.

Das Prinzip des BCA Protein Tests basiert auf dem Einsatz von Bicinchoninsäure (2,2'-Bichinolin-4,4'-dicarbonsäure, bicinchoninic acid, BCA) als Cu^+ -Komplexbildner. Es finden zwei Reaktionen hintereinander statt. In alkalischem Milieu bilden die Proteine in Gegenwart von Cu^{2+} -Ionen einen Komplex. Durch die Seitenketten der Aminosäuren von z. B. Tyrosin, Tryptophan oder Cystein wird das Kupfer zu Cu^+ reduziert. Im zweiten Schritt bildet das entstandene einfach positiv geladene Kupferion mit zwei Molekülen BCA einen stabilen typisch violetten Farbkomplex (Abb. 7.1), dessen Absorption bei 562 nm gemessen wird. Beide Schritte sind temperaturkritisch und können über die Versuchsparameter beeinflusst werden [Owusu-Apenten, 2002].

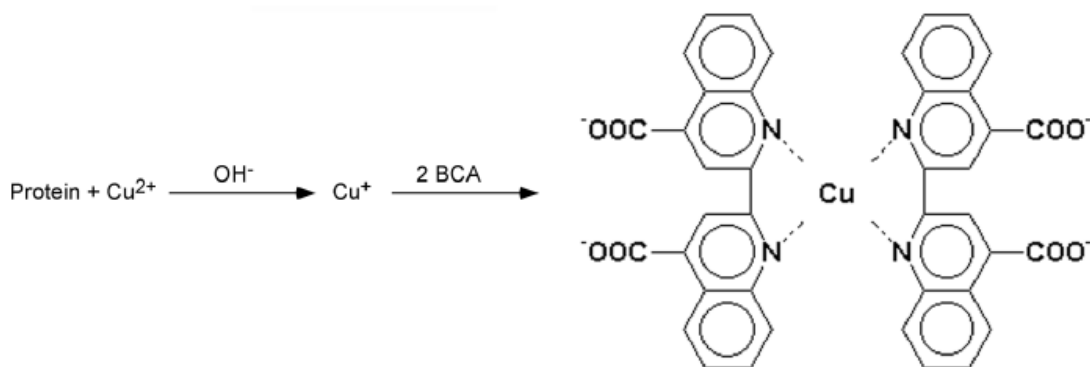


Abb. 7.1: BCA Reaktion [N.N.]

Der Proteingehalt der Probe kann nach erfolgter Reaktion über den Vergleich der gemessenen Extinktion zu den zuvor ermittelten Werten einer Kalibrierkurve berechnet werden. Der Nachweisbereich an Protein liegt mit dieser Analysendurchführung zwischen 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ und 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$.

Der BCA Protein Test wurde entsprechend der Anleitung des Herstellers durchgeführt. Die gezogenen Proben wurden bei Bedarf definiert mit Leitungswasser verdünnt, um innerhalb des Nachweisbereiches zu liegen. Mit einer Pipette wurden je 1 ml der verdünnten Proben in 10 mm Einwegküvetten überführt. Parallel dazu wurden einige Küvetten für die Kalibrierkurve vorbereitet. Hierfür wurde aus Leitungs-

wasser und getrockneter Verschmutzungsmatrix eine Verdünnungsreihe im Bereich zwischen 5,0 µg/ml und 0,4 mg/ml hergestellt. Aus jeder Stufe der Verdünnungsreihe wurde ebenfalls je 1 ml Lösung in je eine Küvette pipettiert. Nachdem alle Küvetten befüllt waren, wurde jeweils 1 ml des zuvor angesetzten BCA-Reagenz zugegeben. Das Reagenz besteht aus den drei Komponenten A, B und C des Protein Quantitation Kits, die im Verhältnis 25:25:1 angesetzt wurden. Komponente A ist Natriumtartratpuffer, B enthält die Bicinchoninsäure und C ist die Kupfer-(II)-sulfatlösung. Nach der Zugabe wurden Probe und Reagenz gut durchmischt und für genau eine Stunde in einem auf 37 °C temperierten Wärmeofen inkubiert, da bei erhöhten Temperaturen die BCA-Reaktion beschleunigt wird. Nach Ablauf der 60 Minuten wurden die Proben aus dem Wärmeofen genommen und deren Extinktion sofort bestimmt [Uptima, 1999]. Die Messungen müssen dabei sehr zügig erfolgen, da die Reaktion nicht abgestoppt werden kann. Gemessen wurde mit dem Photometer Spectronic 1201 der Firma Milton Roy Company, USA, bei einer Wellenlänge von $\lambda = 562 \text{ nm}$.



Abb. 7.2: Durchführung des BCA Protein Tests im Labor

Die Kalibrierkurve (Abb. 7.3) dient dazu, die gemessenen E_{562} -Werte der Proben in die zugehörigen Proteinkonzentrationen umzurechnen. Mit den eingewogenen Proteinnengen und den zugehörigen Extinktionswerten lässt sich die Kalibrierkurve erstellen. Anschließend wird durch alle Werte der Kalibrierkurve eine Ausgleichsgerade gelegt, die zugleich den Nullpunkt schneidet. Die Gleichung dieser Ausgleichsfunktion ermöglicht es nun, aus den Extinktionswerten die Proteinkonzentrationen der Proben zu ermitteln. Dabei muss auch der eventuelle anfängliche Verdünnungsfaktor der Proben mitberücksichtigt werden. Die Kalibrierung des Systems muss bei jeder Auswertung mit durchgeführt werden, da die Reaktion durch geringfügig veränderte

Randbedingungen (Reaktionszeit, Temperatur) bereits verändert abläuft, d. h. die Ausgleichsfunktion hat jedes mal eine andere Steigung.

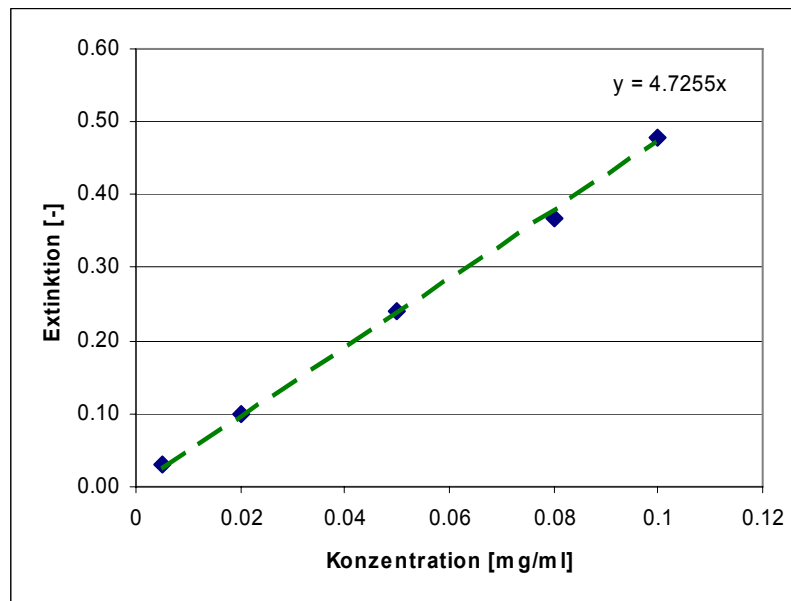


Abb. 7.3: Beispiel einer Kalibriergeraden

7.3 Testbauteile: geometrisch ähnliche Rohrstücke

Für die Optimierung der Methode wurden viele verschiedene Bauteile verwendet. Es kamen neben geraden Rohrstücken auch T-Stücke mit unterschiedlich langen nicht durchströmten Enden zum Einsatz. Zur endgültigen Ermittlung des Stoffübergangs und zur Überprüfung der Gesetzmäßigkeiten wurden in dieser Arbeit nur geometrisch ähnliche Testobjekte ausgewertet. Hierfür wurden gerade Edelstahlrohre mit folgenden Nennweiten (DN) und Längen verwendet:

DN 25, 395 mm

DN 50, 790 mm

Beide Rohrtypen besitzen an den Enden Milchrührverschraubungen nach DIN 11851 und konnten somit in den vorhandenen Reinigungsstand eingebunden werden. Es handelt sich hierbei um längsgeschweißte Getränkerohre mit einer Rauheit von unter $Ra = 0,6 \mu\text{m}$. In dieser Größenordnung hat die Oberflächenrauheit keinen Einfluss mehr auf den Reinigungseffekt [Hoffmann, 1983].



Abb. 7.4: Verwendete Rohre als Testobjekte

7.4 Versuchsdurchführung

Bauteilverschmutzung

Die verwendeten Testobjekte werden einseitig mit einem Blinddeckel verschlossen und mit Matrix befüllt. Anschließend werden die Rohre wieder entleert, wobei durch Drehen sichergestellt wird, dass die gesamte innere Mantelfläche der Rohre vollständig mit Matrix benetzt ist. Die verschmutzten Rohre werden senkrecht aufgehängt und der zurückgebliebene dünne Film auf der Metalloberfläche wird ange trocknet. Hierfür wird absolut trockene Sterilluft von ca. 2 bar über eine Fritte in das Rohr eingeblasen. Dadurch entsteht ein verwirbelter Luftstrom, der die Matrix nicht von der Oberfläche bläst. Die eingebrachte Menge an Verschmutzungsmatrix wird mittels Differenzwägung, trockenes sauberes Rohr – trockenes verschmutztes Rohr, ermittelt.

Reinigung

Die verwendete Reinigungsanlage (Abb. 7.5) besteht aus folgenden Komponenten:

- Vorratsbehälter, der mit Wasser als Reinigungsfluid direkt aus der Leitung gespeist wird,
- Kreiselpumpe für die nötigen Förderung des Reinigungsfluids,
- Durchflussmesser zum Ablesen des Volumenstromes,
- Drosselventil zum Einstellen des Gegendrucks und des Volumenstroms,
- Manometer zum Ablesen des Gegendrucks,
- Probenahmeventil.

Abb. 7.5 zeigt den schematischen Aufbau der Reinigungsanlage. Die verschmutzten und trockenen Testrohre werden über verschiedene Adapterrohre einzeln in die

Reinigungsanlage eingebaut. Alle Versuche werden mit verloraener Reinigung durchgeführt. Als Reinigungsmittel wird Kaltwasser aus der Leitung mit durchschnittlich 12 °C verwendet. Der Vorratsbehälter wurde ständig mit Wasser versorgt, so dass er komplett gefüllt war und überlief. Durch die Gewährleistung der konstanten geodätischen Höhe des Wasserspiegels ändern sich während der Versuchsdurchführung keine hydraulischen Strömungsverhältnisse.

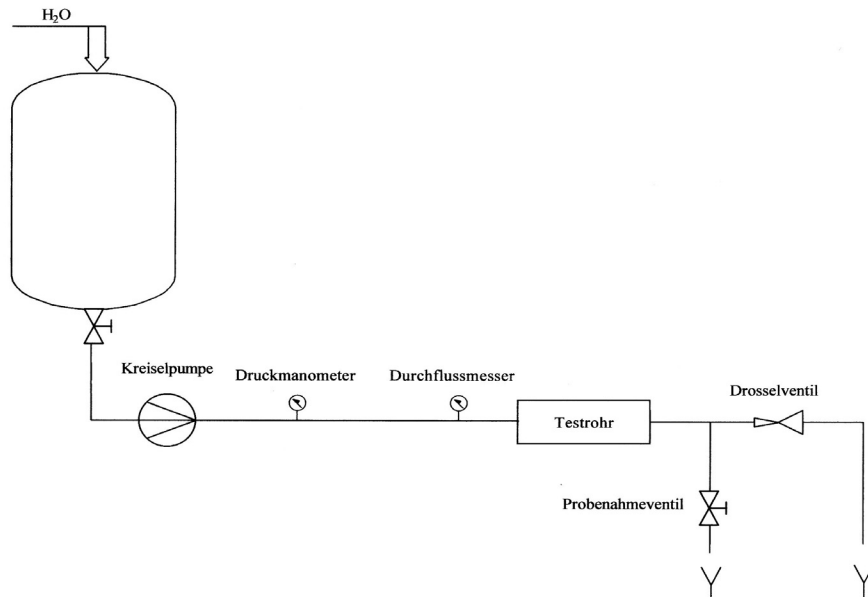


Abb. 7.5: Reinigungsanlage

Probennahme

Zur Aufnahme der Reinigungskurven werden manuell Proben genommen. Das Probenahmeventil ist während der gesamten Reinigung geöffnet, so dass immer ein Teilstrom abgezweigt wurde. Zu vorher festgelegten Zeiten wurde ein Probennahmeröhrchen darunter gehalten, um die Lösung aufzufangen. Die zeitlichen Abstände der Proben sind unterschiedlich, angepasst an die Strömungsbedingungen und in den Ergebnissen der Versuche angegeben.

Probenanalyse

Die Proben wurden anschließend im Labor analysiert. Die Lösungen, die zu Beginn der Reinigung genommen wurden, mussten verdünnt werden, um sich im optimalen Analysebereich des BCA Protein Tests aufzuhalten. Alle weiteren Proben wurden ohne Aufbereitung verwendet. Die Analyse erfolgt nach der Beschreibung in Kap. 7.2.

Nachbereitung

Nach jeder Testdurchführung wurden die Rohre intensiv mit Lauge und Säure gewaschen, so dass keinerlei Rückstände des vorangegangenen Experiments vorhanden sind. Nach Trocknung wurden sie für weitere Durchgänge verwendet.

8 Ergebnisse und Diskussion

8.1 Versuchsergebnisse

In diesem Kapitel sind nur ausgewählte Versuchsergebnisse dargestellt, die für das Ziel dieser Arbeit entscheidend sind. Eine Fülle an weiteren Versuchsreihen wurden durchgeführt, die in den jeweiligen Semester- und Diplomarbeiten veröffentlicht sind [Dirscherl, 2003; Hofmann, 1998; Krämer, 2003; Kroeber, 2001; Linsenmeier, 2002; März, 2004; Mayr, 2006; Schautzgy, 2005; Schröfl, 2001]. Diese waren für die Entwicklung und Optimierung der Methode notwendig und ermöglichten schließlich die Ergebnisfindung, sind aber hier nicht weiter aufgeführt.

8.1.1 Abreinigungsraten im geraden Rohr

Zur Bestimmung des Stoffübergangs von einer festen Wand in ein strömendes Medium wurden gerade Rohrstücke verwendet. Die Versuchsdurchführung erfolgte wie in Kap. 7.4 dargestellt. Der Verlauf der Reinigung wird als Reinigungsrate über der Reinigungszeit dargestellt. Die Reinigungsrate wird gemäß Gleichung 1 bestimmt:

$$R_m = \frac{m_m}{t_m}$$

Um die geometrische Abhängigkeit zu überprüfen, werden ähnlich große Rohre in den Versuchen verwendet.

8.1.1.1 Gerades Rohr mit Nennweite DN 25

Die geraden Rohre mit Nennweite DN 25 besitzen einen Innendurchmesser von 25 mm und weisen den kleinsten Querschnitt in diesen Versuchsreihen auf. Es wurden Versuche mit verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten (siehe Tabelle 1) durchgeführt, wobei alle weiteren Parameter, wie Verschmutzung, Reinigungsmedium und Temperatur konstant gehalten werden. Die entsprechenden Reynoldszahlen (nach Gleichung 3) der verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten sind ebenfalls in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1: Strömungsgeschwindigkeiten der Versuche und die entsprechende Reynoldszahl

Strömungsgeschwindigkeit u [m/s]	0,50	0,75	1,00	1,50
Reynoldszahl Re [-]	10 000	15 000	20 000	30 000

Folgend sind in Abb. 8.1 bis Abb. 8.4 die gemittelten Verläufe der Reinigungsrate R über der Reinigungszeit t dargestellt. Die Reinigungsrate R berechnet sich nach Gleichung 1 und gibt an, welche Menge an Proteinmatrix in Abhängigkeit der Fläche

und der Zeit in das Reinigungsmedium übergeht. Die dabei bestimmten Konfidenzintervalle entsprechen einer Sicherheit von $\beta = 95\%$ bei vier Einzelwerten.

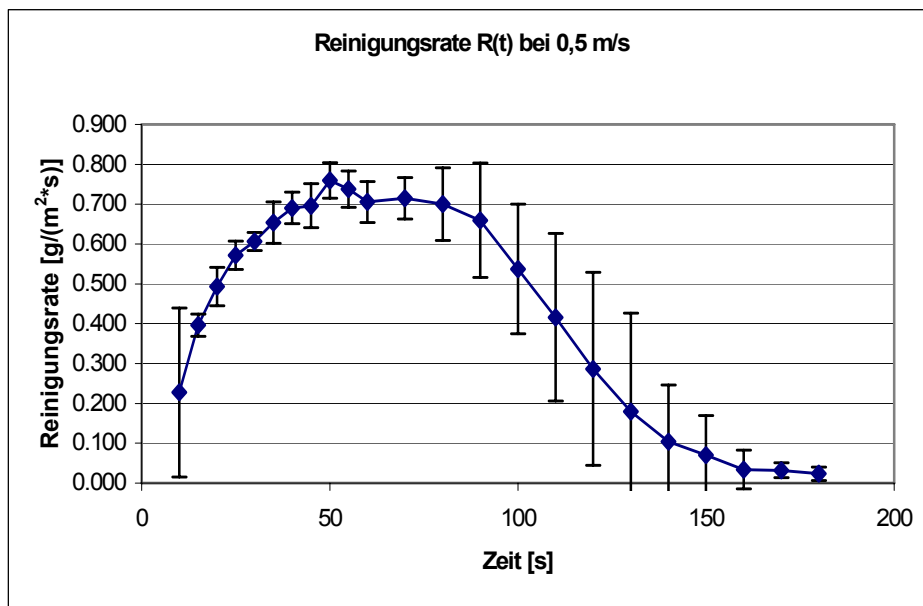


Abb. 8.1: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 0,5$ m/s, Rohr DN 25, Länge 39,5 cm

Bei der langsamsten Strömungsgeschwindigkeit von $u = 0,5$ m/s tritt eine Art Plateau in der Reinigungskurve zwischen $40\text{ s} < t < 80\text{ s}$ auf. In diesem Bereich ändert sich die Reinigungsrate $R \approx 0,7\text{ g/(m}^2\text{s)}$ nicht. Dies bedeutet, dass eine konstante Menge an Protein in die Reinigungslösung übergeht. Dieser Bereich des konstanten Stoffübergangs ist gleichzeitig das Maximum der Reinigungsrate. Ab einer Reinigungszeit von 80 Sekunden sinkt diese wieder, da sich dann die mit Schmutz belegte Fläche A ändert und diese direkt in die Berechnung der Reinigungsrate R mit eingeht. Es zeigen sich an der Rohrinneoberfläche die ersten Stellen, an denen die Molkenproteinschicht bereits komplett abgereinigt ist. Nähert sich die Reinigungsrate asymptotisch dem Nullwert [$R = 0\text{ g/(m}^2\text{s)}$], kann das Rohr als sauber angesehen werden, da die Nachweisgrenze erreicht ist. Sobald ein Konfidenzintervall die Null-Linie erreicht, ist das Rohr mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % sauber gereinigt. Dies ist hier nach einer Zeit von 130 s der Fall. Die Molkenproteinkonzentration liegt unterhalb der Nachweisgrenze des BCA Protein Tests und kann im Spülwasser nicht mehr detektiert werden.

Bei identischen Versuchen mit einer erhöhten mittleren Rohrgeschwindigkeit von 0,75 m/s zeigt sich folgendes Ergebnis:

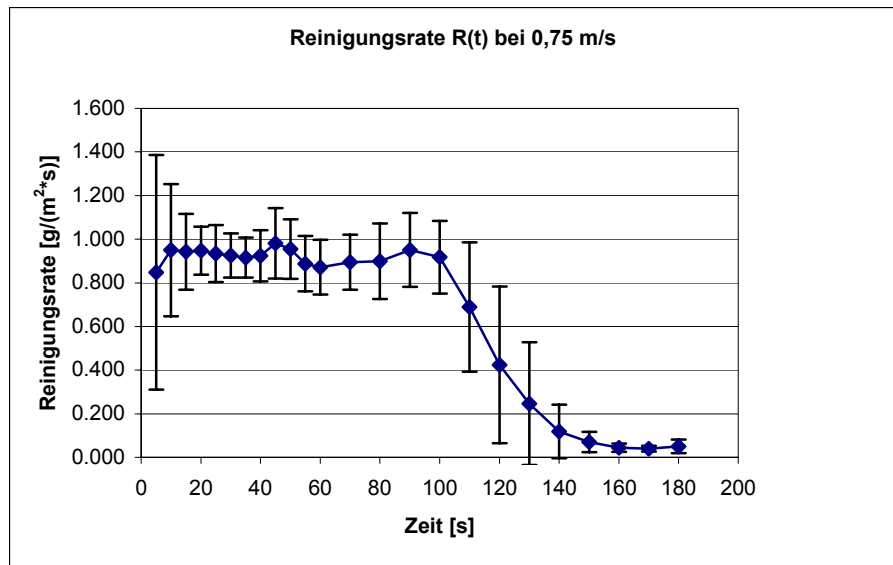


Abb. 8.2: Mittlere Reinigungsrate R(t) bei $u = 0,75$ m/s, Rohr DN 25, Länge 39,5 cm

Der Bereich der konstanten Schmutzablösung ist bei der Geschwindigkeit von 0,75 m/s viel stärker ausgeprägt als bei der langsameren Geschwindigkeit von 0,5 m/s. Weiterhin ist der ausgeprägte Anstieg zum Plateau nicht mehr zu erkennen, da der erhöhte Volumenstrom schneller stationäre Bedingungen einstellt. Das Plateau der konstanten Abreinigung liegt bei dieser Geschwindigkeit bei einer Reinigungsrate $R \approx 0,9$ g/(m²s) und ist damit etwas größer als bei niedrigerer Strömungsgeschwindigkeit. Das Ende der Reinigung ist hier ebenfalls nach 130 s erreicht. Die Erhöhung der Reinigungsgeschwindigkeit hat keinen signifikanten Einfluss auf die Gesamtreinigungszeit.

Wird die mittlere Geschwindigkeit der Rohrströmung weiter erhöht auf 1,0 m/s, ergibt sich folgende Abreinigungskurve:

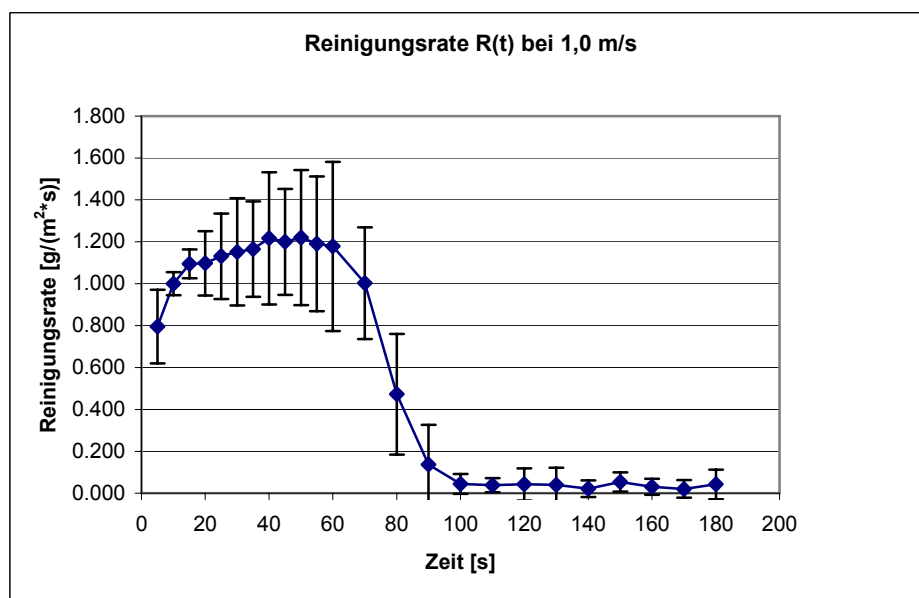


Abb. 8.3: Mittlere Reinigungsrate R(t) bei $u = 1,0$ m/s, Rohr DN 25, Länge 39,5 cm

Auch hier stellt sich schnell der Bereich des konstanten Stoffübergangs ein. Der Anfangsbereich beschränkt sich auf wenige Sekunden. Die Reinigungsrate wird bei dieser Geschwindigkeit auf $R \approx 1,18 \text{ g}/(\text{m}^2\text{s})$ gemittelt. Bei fortschreitender Reinigung wird das Plateau verlassen und fällt steil, innerhalb weniger Sekunden, ab. Das Ende ist bei dieser Geschwindigkeit bereits nach 90 s erreicht. Die Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit äußert sich jetzt in einem veränderten Kurvenverlauf. Bei der maximalen Geschwindigkeit von 1,5 m/s, zeigt sich folgender Verlauf:

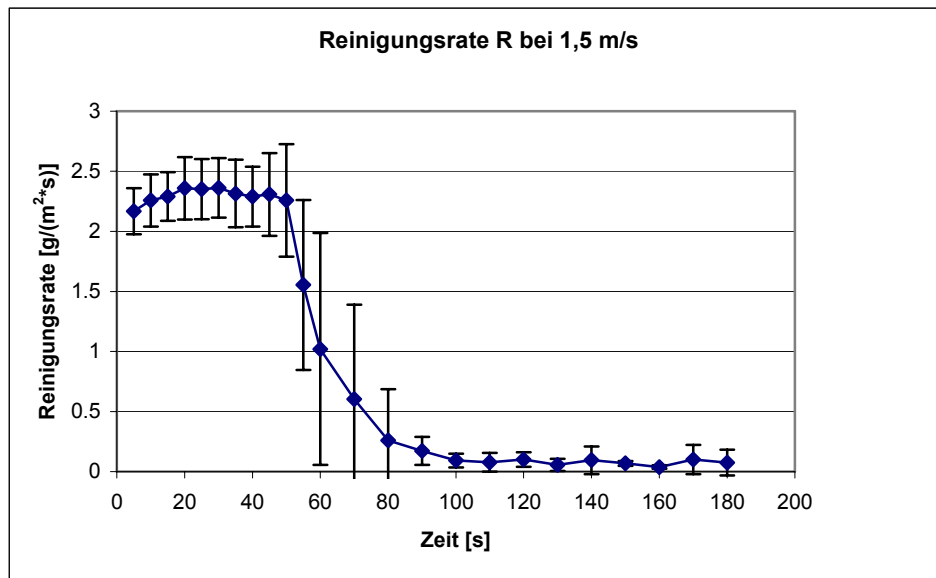


Abb. 8.4: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 1,5 \text{ m/s}$, Rohr DN 25, Länge 39,5 cm

Es stellen sich sofort konstante Bedingungen des Stoffübergangs ein und der Anfangsbereich der Proteinquellung ist nicht mehr erkennbar. Der Abschnitt des konstanten Schmutzabtrages liegt hier bei einer Reinigungsrate $R \approx 2,30 \text{ g}/(\text{m}^2\text{s})$. Das Plateau endet abrupt in einem kleinen Zeitintervall. Das Rohr wird über eine steil abfallende Kurve in kurzer Zeit vollständig gereinigt. In dieser Versuchsreihe war die Reinigung nach nur 70 s beendet.

Mit zunehmender Geschwindigkeit des Reinigungsfluids erhöht sich die Reinigungsrate R und die Gesamtzeit t der Reinigung verringert sich erheblich.

8.1.1.2 Gerades Rohr mit Nennweite DN 50

Zur Validierung der zu verwendenden Stoffübergangsgleichungen sind Versuche mit geometrisch ähnlichen Bauteilen notwendig. Daher wurde ein gerades Rohr mit doppeltem Durchmesser und doppelter Länge als weiteres Testobjekt verwendet. Das Verhältnis

$$\frac{d}{L} = 0.063$$

ist bei beiden Rohren gleich groß.

Neben den geometrischen Verhältnissen müssen die Reinigungsraten bei ebenfalls

konstanten Reynolds-Zahlen bestimmt werden. Bei größeren Rohrdurchmessern werden mit geringen Strömungsgeschwindigkeiten bereits hohe Reynolds-Zahlen erreicht. Bei sehr langsamen Strömungsgeschwindigkeiten gestaltet sich die Probennahme schwierig. Eine reproduzierbare Versuchsdurchführung ist hierbei nicht immer möglich.

Die Versuche mit geringen Geschwindigkeiten ergeben sehr unterschiedliche Verläufe, was sich in sehr großen Konfidenzintervallen widerspiegelt. Bei schnellerer Durchflussgeschwindigkeit macht die Probennahme weniger Probleme. Die Zeitpunkte der Probennahme werden hier im Vergleich zu den Versuchen mit dem dünnen Rohr verändert, da die Versuchszeit von 3 min, wie bei den vorhergehenden Versuchsreihen, nicht ausreicht, um die Rohre vollständig zu reinigen.

Um die Reynoldszahl 10 000 zu erreichen, ist bei diesem Rohrdurchmesser eine Strömungsgeschwindigkeit u von nur 0,25 m/s notwendig. Der Verlauf der Reinigung in Abhängigkeit der Zeit ist in folgender Abbildung dargestellt:

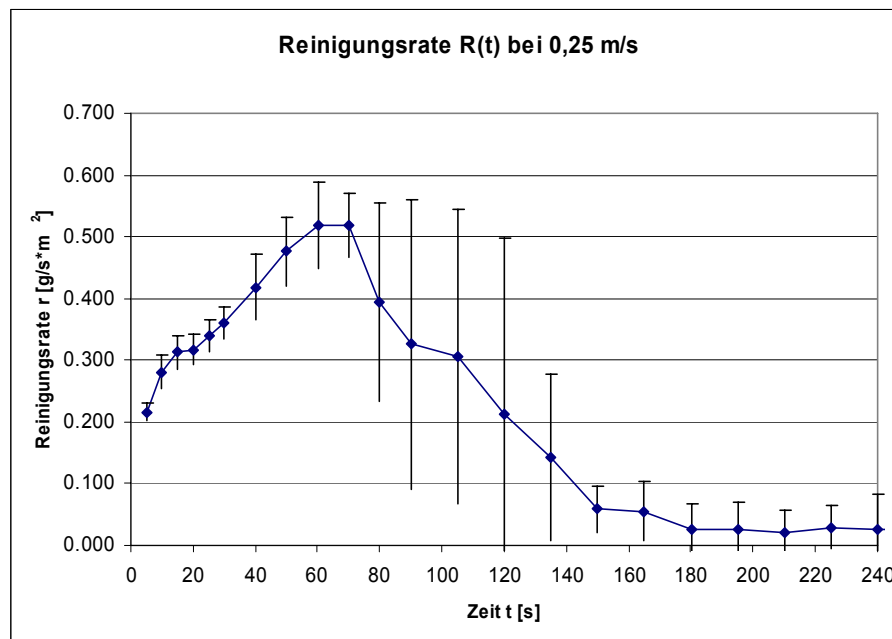


Abb. 8.5: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 0,25$ m/s, Rohr DN 50, Länge 79 cm

Wie bereits erwähnt, ergaben die Einzelversuche sehr unterschiedliche Verläufe. Dies ist auf die sehr langsame Reinigungsgeschwindigkeit zurück zu führen. Die Probennahme ergibt keinen repräsentativen Mittelwert für die Proteinkonzentration im Rohrquerschnitt. Trotzdem wird dieser Versuch mit in die Auswertung einbezogen.

Nach einem langen Anfangsbereich, in dem die angetrocknete Verschmutzungsmatrix aufquillt und langsam in Lösung geht, folgt ein sehr kurzes Plateau. Die abfallende Kurve verläuft in den Einzelversuchen sehr unterschiedlich, so dass sehr große Konfidenzintervalle entstehen. Bemerkenswert ist, dass trotz der geringen Strömungsgeschwindigkeit in einer Zeit von 120 bis 180 Sekunden das Rohr gereinigt wird. Eine

optische Kontrolle der Innenoberflächen ergibt jedoch ein gegenteiliges Ergebnis. Es sind noch vereinzelt Bereiche vorhanden, an denen Verschmutzungsmatrix an der Oberfläche haftet. Der Stoffübergang ist somit zu gering, um detektiert zu werden. Damit kann der Verlauf der Kurve nach dem Plateau nicht mit den anderen Versuchen verglichen werden.

Die Reinigungsrate bei einer mittleren Strömungsgeschwindigkeit u von 0,25 m/s wird mit $R \approx 0,52 \text{ g}/(\text{m}^2\text{s})$ gemessen.

Bei Verdopplung der Geschwindigkeit auf $u = 0,5 \text{ m/s}$ ergibt sich für die Reinigungsrate R über der Zeit t folgende Kurve:

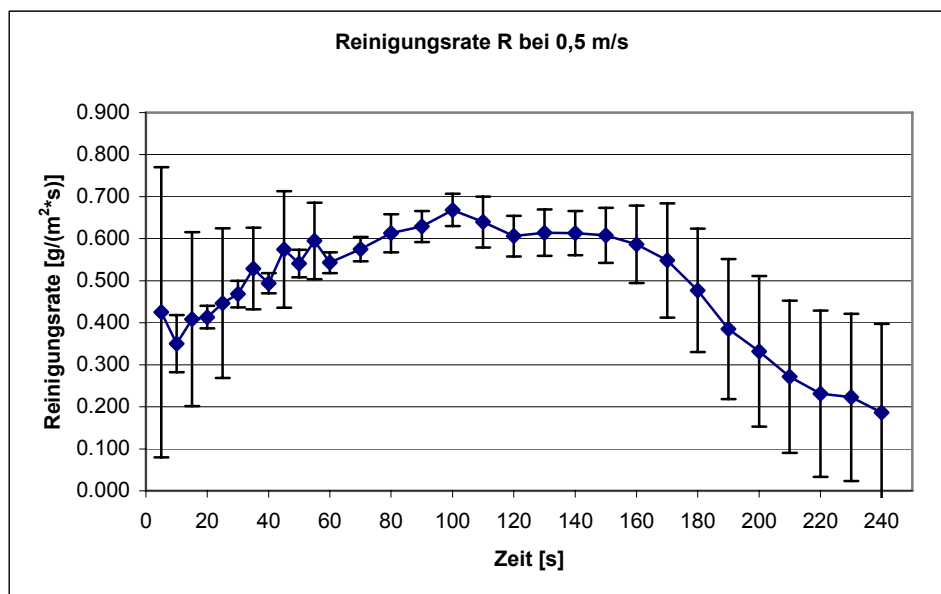


Abb. 8.6: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 0,5 \text{ m/s}$, Rohr DN 50, Länge 79 cm

Bei dieser Strömungsgeschwindigkeit bildet sich, vergleichbar mit dem dünneren Rohr, ein ausgeprägter Anfangsbereich heraus. Innerhalb von 100 Sekunden nimmt die Reinigungsrate zu. Dies weist auf einen noch längeren Quellvorgang als bei den Versuchen mit halber Strömungsgeschwindigkeit hin. Der Stoffübergang beginnt jedoch schon mit großen Werten und nimmt nur noch leicht bis zum Maximum zu. Es gehen also die gequollenen Moleküle direkt in die Strömung über. Der Bereich des konstanten Stoffübergangs stellt sich bei einer Reinigungsrate von $R \approx 0,60 \text{ g}/(\text{m}^2\text{s})$ ein. Bei vielen Einzelversuchen war nach 4 Minuten Reinigungszeit immer noch ein kleiner Rest an Proteinmatrix in der Rohrleitung vorhanden. Die Beendigung der Reinigung wird trotzdem mit 240 s angegeben.

Bei einer Erhöhung der mittleren Rohrgeschwindigkeit u auf 0,75 m/s ergeben sich folgende Werte:

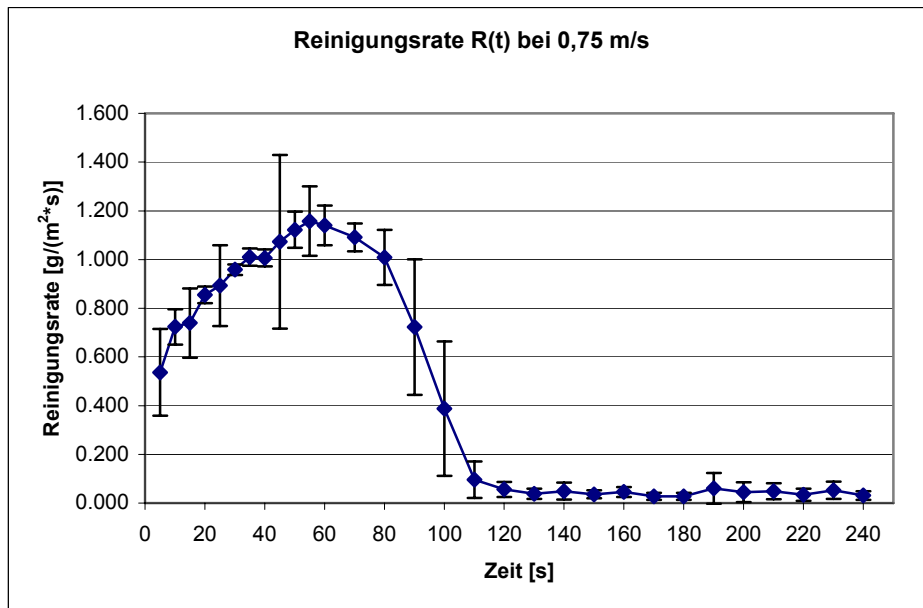


Abb. 8.7: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 0,75$ m/s, Rohr DN 50, Länge 79 cm

Der Reinigungsverlauf ähnelt jetzt wieder den Kurven des dünneren Rohres. Jedoch ist weiterhin ein ausgeprägter Anfangsbereich vorhanden. Der Abschnitt des konstanten Stoffübergangs bildet sich hier nicht eindeutig ab, so dass für die Bestimmung der Reinigungsrate R die vier Werte um das Maximum herum verwendet werden. Damit ergibt sich $R \approx 1,10$ g/(m²·s). Der dritte Bereich verläuft wieder typisch mit steilem Abfall auf die Nulllinie. Da die Konfidenzintervalle in dieser Versuchsreihe sehr klein sind, nähert sich die Abreinigungskurve asymptotisch der Nulllinie an, was in einer Verlängerung der Gesamtreinigungszeit enden würde. Um einen besseren Vergleich mit den Versuchsreihen des dünnen Rohres zu haben, wird hier die Beendigung der Reinigung auf eine Zeit von $t = 110$ s festgelegt.

8.1.1.3 Vergleich der Reinigungsraten und Sherwood-Zahl Berechnung

Die in den Versuchsreihen bestimmten Reinigungsraten der beiden ähnlich großen Rohre sind im folgenden Diagramm in Abhängigkeit der Reynolds-Zahl aufgetragen.

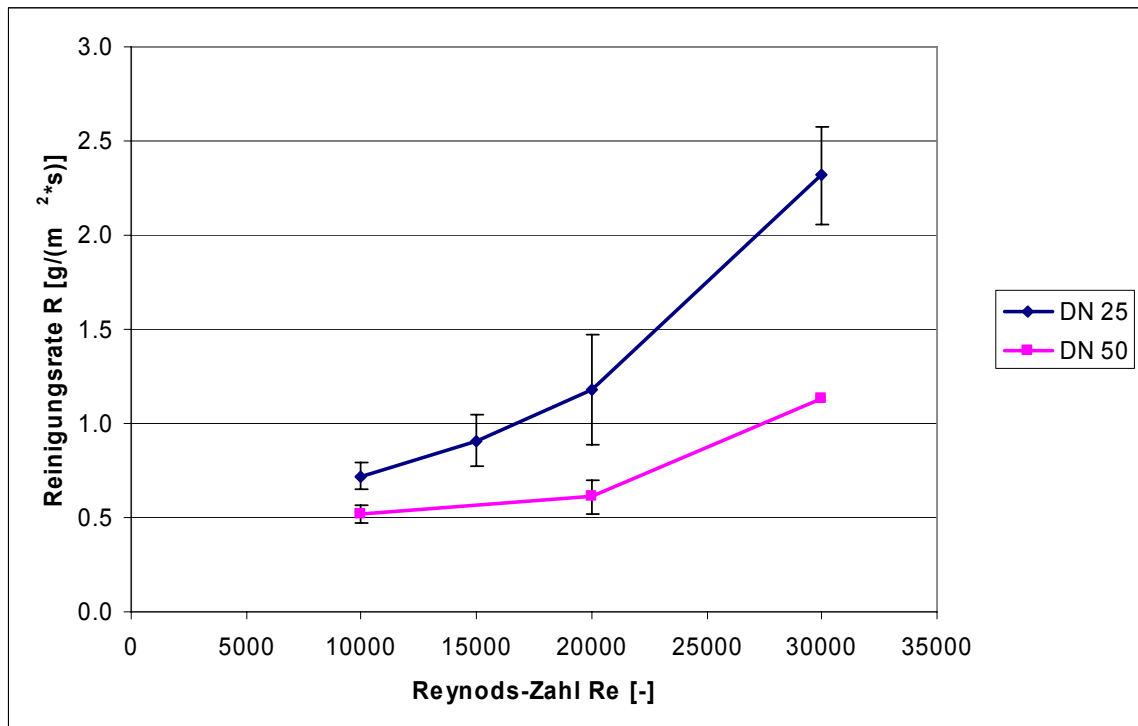


Abb. 8.8: Reinigungsraten der Versuchsreihen in Abhängigkeit der Reynolds-Zahl

Hierbei ist ein weiteres interessantes Ergebnis zu beobachten. Die Reynolds-Zahl ist ein Maß für die Strömungsverhältnisse in der Rohrleitung. Gleiche Reynolds-Zahlen in den verschiedenen großen Rohren ergeben jedoch nicht die gleiche Reinigungsrate. Mit zunehmender Geschwindigkeit nimmt die Reinigungsrate bei beiden Rohrdurchmessern zu. Bei DN 50 allerdings wesentlich langsamer als beim kleineren Durchmesser.

Diese Reinigungsraten werden in Gleichung 5 eingesetzt und der Stoffübergangskoeffizient β berechnet. Der Verlauf der Kurven ist proportional, da während aller Versuche die Konzentrationsdifferenz der Proteine Δc konstant ist. Es wird davon ausgegangen, dass an der Wand immer eine gesättigte Schicht an Molkenproteinen vorhanden ist und sich in der Mitte der Hauptströmung keine Konzentrationserhöhung ergibt. Da die Rohre sehr kurz sind, ist die Verweilzeit der Spülflüssigkeit im Rohr ebenfalls sehr klein (unter 2 Sekunden), so dass nicht von einer Aufkonzentrierung in der Hauptströmung ausgegangen werden kann.

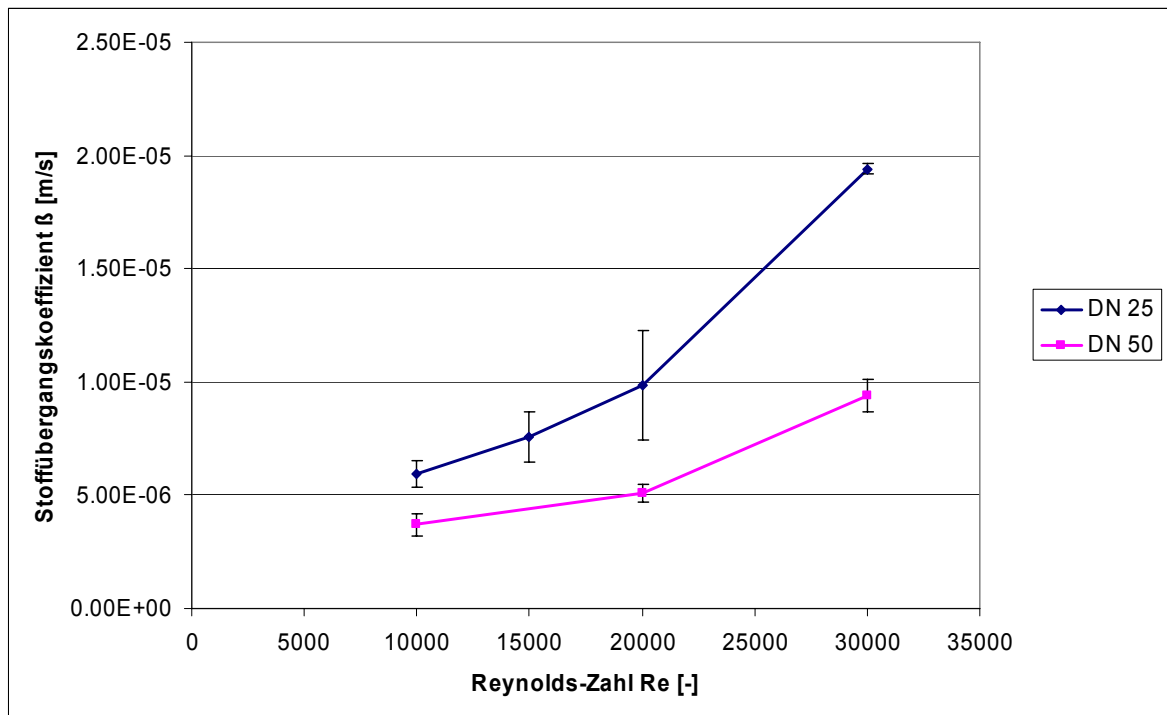


Abb. 8.9: Stoffübergangskoeffizient β in Abhängigkeit der Reynolds-Zahl Re

Mit dem gemessenen Diffusionskoeffizienten der Verschmutzungsmatrix kann die Sherwood-Zahl nach Gleichung 4 berechnet werden.

Wie in Kap. 6.2 dargestellt, ist die Bestimmung des Diffusionskoeffizienten der Molkenproteinmatrix nicht exakt möglich. Je nach dem, welcher Wert hier festgelegt wird, verändert sich die berechnete Sherwood-Zahl.

In folgendem Diagramm sind die beiden Kurven der ähnlichen Rohre für jeweils drei unterschiedliche Diffusionskoeffizienten aufgetragen, um darzustellen, in welchem Bereich sich die Ergebnisse bewegen können. Es werden die aus der Messung des Diffusionskoeffizienten auftretenden Minimal- und Maximalwerte eingesetzt. Im Diagramm aufgetragen ist

der minimale Diffusionskoeffizient mit $D_{\min} = 1,08 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$,

der mittlere Diffusionskoeffizient $D = 1,34 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$ und

der maximale Diffusionskoeffizient $D_{\max} = 1,72 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$.

Diese Kurvenschar schließt den Bereich der Sherwood-Zahlen ein, die vom eingesetzten Diffusionskoeffizienten abhängig ist. Je nachdem welcher Diffusionskoeffizient verwendet wird, unterscheidet sich nicht nur der Wert der Sherwood-Zahl, sondern auch der Verlauf der Kurve über der Reynolds-Zahl. Mit zunehmendem Diffusionskoeffizienten wird der Verlauf steiler.

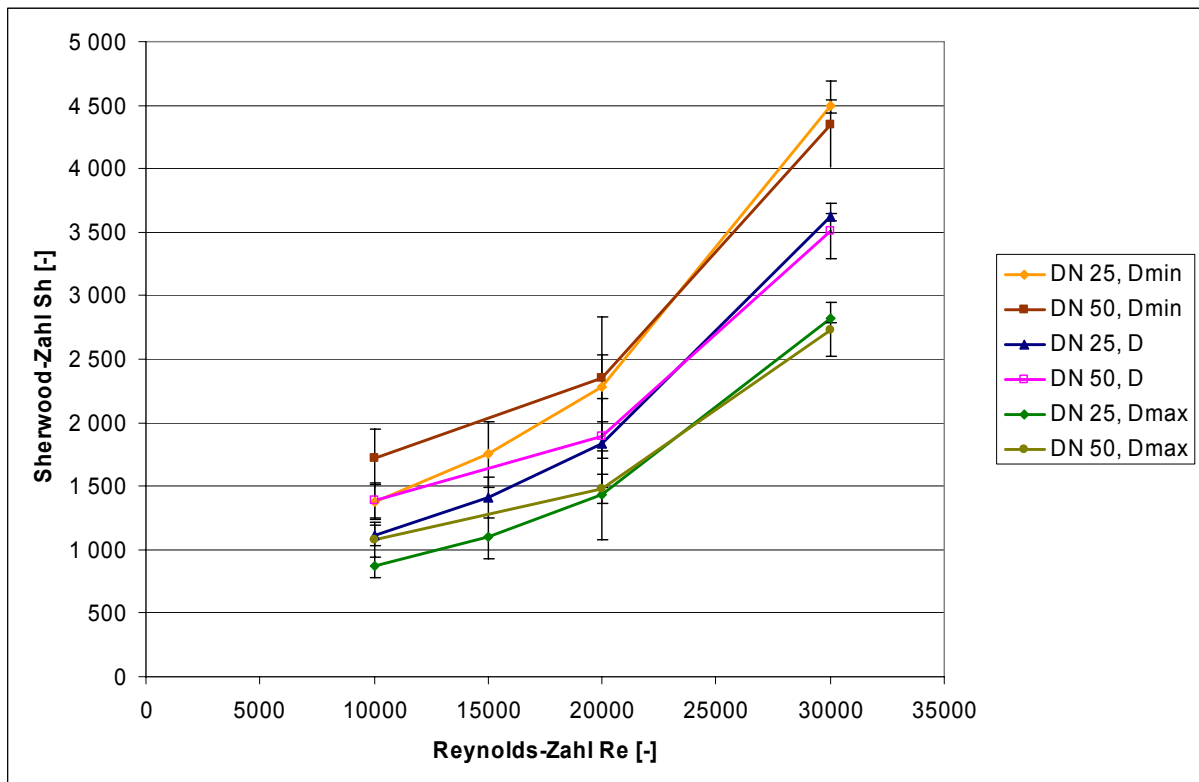


Abb. 8.10: Sherwood-Zahl Sh über Reynolds-Zahl Re in Abhängigkeit von verschiedenen Diffusionskoeffizienten D

Ein Ziel dieser Arbeit ist der Beweis, dass die Wärmeübergangsgleichungen für den Stoffübergang in geraden Rohren verwendet werden können. Da der Einfluss des Diffusionskoeffizienten auf die Bestimmung der Sherwood-Zahl entscheidend ist, gestaltet sich eine experimentell exakte Festsetzung als schwierig. Daraus folgt auch eine vage Beweisführung. Wie die Kurven belegen, ist nur die Angabe von Bereichen möglich, in denen die Sherwood-Zahl verläuft. Die hierfür wichtige Diskussion befindet sich in Kap. 8.2.3.

8.1.1.4 Vergleich der unterschiedlichen Möglichkeiten zur Bestimmung der Sherwood-Zahl

In Kap. 4.4 sind eine Reihe von Gleichungen zur Berechnung des Wärme- und Stoffübergangs aus der Literatur zusammengestellt. Im Folgenden sind einige dieser Gleichungen auf der Basis miteinander verglichen, dass der hier bestimmte mittlere Diffusionskoeffizient $D = 1,34 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$ und die matrixspezifische Schmidt-Zahl $Sc = 9121$ eingesetzt sind.

Die nachstehend aufgeführten Gleichungen, die bereits in Kap. 4.4 vorgestellt wurden, werden mit den gemessenen Werten der geraden Rohre verglichen.

1. Petukhov und Popov [Petukhov und Popov, 1963]:

$$\text{Sh}_{\text{turb}} = \frac{0.037 \text{ Re}^{0.8} \text{ Sc}}{1 + 2.443 \text{ Re}^{-0.1} \left(\text{Sc}^{\frac{2}{3}} - 1 \right)}$$

2. Hausen [Hausen, 1959]

$$\text{Sh}_{\text{turb}} = 0.037 \left(\text{Re}^{0.75} - 180 \right) \text{ Sc}^{0.42} \left[1 + \left(\frac{d}{L} \right)^{\frac{2}{3}} \right]$$

3. Harriott und Hamilton [Harriott und Hamilton, 1965]:

$$\text{Sh} = 0.0096 \cdot \text{Sc}^{0.346} \text{ Re}^{0.913}$$

4. VDI Wärmeatlas (Gnielinski) [Verein Deutscher Ingenieure (VDI) - Gesellschaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen, 1997]:

$$\text{Sh} = \frac{\left[\frac{(1.82 \cdot \log(\text{Re}) - 1.64)^{-2}}{8} \right] \cdot (\text{Re} - 1000) \cdot \text{Sc}}{1 + 12.7 \cdot \sqrt{\frac{(1.82 \cdot \log(\text{Re}) - 1.64)^{-2}}{8}} \cdot \left(\text{Sc}^{\frac{2}{3}} - 1 \right)} \cdot \left[1 + \left(\frac{d}{L} \right)^{\frac{2}{3}} \right]$$

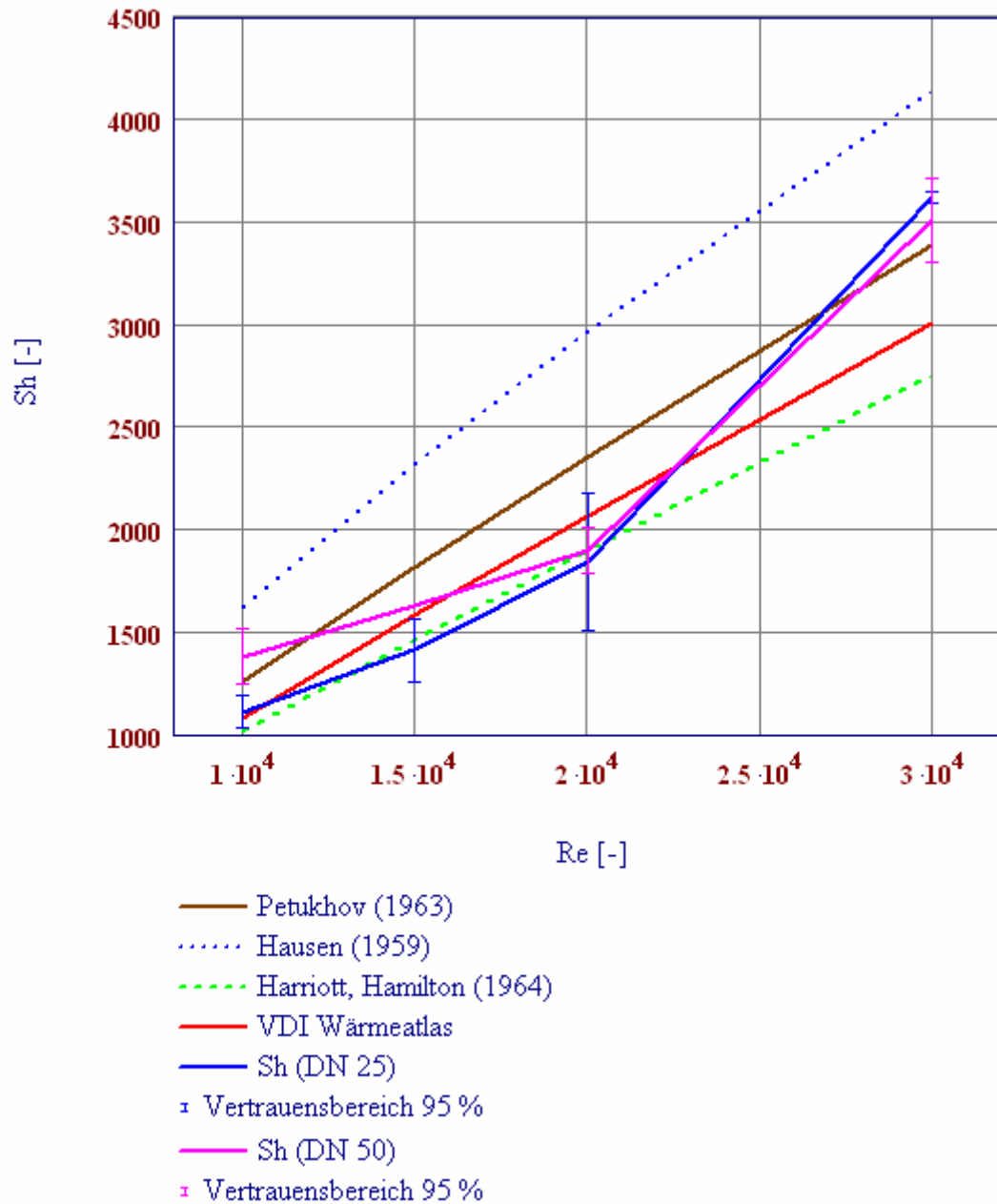


Abb. 8.11: Zusammenstellung der Sherwood-Gleichungen aus der Literatur

Beim Aufbau der Gleichungen aus der Literatur gibt es zwei Arten, die einfache Produktform und die komplexere logarithmische Form der Faktoren Reynolds und Schmidt. Die einfachste Gleichung als Potenzprodukt hat Harriott und Hamilton aufgestellt. Petukhov und Hausen haben ähnliche Gleichungen entwickelt, die sich in den Anpassungsfaktoren unterscheiden. Einen logarithmischen Zusammenhang stellt Gnielinski im VDI Wärmeatlas auf.

Werden die Kurvenverläufe dieser Gleichungen betrachtet, fällt auf, dass sie in diesem Reynoldsbereich ähnlich verlaufen. Dadurch, dass sie nahezu parallel verschoben sind, kann die Sherwood-Zahl bei gleichem Reynolds unterschiedliche Werte annehmen. Alle Gleichungen aus der Literatur sind empirisch für den Wärmeüber-

gang entwickelt worden und auf ein bestimmtes Stoffsystem angepasst. Dies bringt zwangsläufig Unterschiede mit sich.

Die weiterhin eingezeichneten Kurven der aus den vorliegenden Versuchen stammenden Sherwood-Zahlen zeigen einen etwas anderen Verlauf. Somit ist eine eindeutige Zuordnung einer passenden Kurve aus der Literatur nicht möglich. Die gemessenen Kurven weisen einen „Knick“ bei $Re = 20\,000$ auf, der bei den Gleichungen aus der Literatur nicht vorkommt. Wird der Bereich der kleinen Reynolds-Zahlen betrachtet, so ist eine bessere Übereinstimmung vorhanden. In diesem Gebiet werden die Werte von zwei Gleichungen gut abgedeckt: Die Lösung von Harriott & Hamilton und der Gleichung von Gnielinski aus dem VDI Wärmeatlas.

8.2 Diskussion der Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die oben dargestellten Ergebnisse diskutiert und der Zusammenhang zwischen Stoffübergang und Qualifizierung der Reinigbarkeit erläutert.

8.2.1 Dimensionslose Darstellung des Reinigungsergebnisses

Für die Beschreibung von Vorgängen in der Physik, Mechanik und Thermodynamik werden Gleichungen verwendet. Diese rationalen Gleichungen sind dimensionsmäßig homogen, da auf beiden Seiten des Gleichheitszeichens die gleiche Dimension steht. Mit der Dimensionsanalyse werden alle Beziehungen erfasst, die einen Einfluss auf die Beschreibung des Vorgangs haben. Damit entsteht eine Funktion, die von mehreren Einheiten abhängig ist. Diese Gleichung ist nun gültig, unabhängig vom verwendeten System. Zur Vereinfachung der Gleichung werden die unterschiedlichen Einheiten auf die Grundgrößen Masse, Länge und Zeit bezogen und die Abhängigkeit dargestellt. So entstehen Ähnlichkeitszahlen (dimensionslose Kennzahlen), die eine Ausgangsgleichung mit mehreren Größen, von denen wenige als Grundgrößen benötigt werden, beschreiben. Damit wird ein Vorgang auf Kenngrößen zurückgeführt und allgemeingültig für jedes angewandte System dargestellt [Loncin und Merson, 1979].

Der Begriff der Dimensionsanalyse wird im π -Theorem verallgemeinert:

„Wenn n unabhängige Größen in einem Vorgang in Erscheinung treten und n' Grundgrößen zu ihrer Formulierung erforderlich sind, so kann jede Beziehung zwischen den n Größen auf eine Beziehung zwischen $n - n'$ dimensionslosen Zahlen zurückgeführt werden.“ [Loncin, 1968]

Der Vorteil der Dimensionsanalyse liegt in der Verminderung der Anzahl der Variablen. Dies schlägt sich vor allem in der benötigten Anzahl der experimentellen Untersuchungen nieder, die für die Bestimmung der Gleichungen notwendig sind. Durch die Zusammenfassung der Abhängigkeiten müssen wesentlich weniger Parameter überprüft werden, und es entstehen allgemein gültige Aussagen.

Ein weiterer Vorteil ist, dass die Verwendung von Modellsystemen ermöglicht wird. Es können somit in einem kleinen handlichen Modellsystem mit weniger Aufwand die erforderlichen Variablen bestimmt werden und anschließend auf geometrisch ähnli-

che Systeme übertragen werden. Genau dieser Vorteil soll genutzt werden, um den Reinigungsprozess allgemeingültig mittels Stoffübergang darzustellen und für beliebig ähnliche Systeme zu übertragen.

Werden die grundsätzlichen Abhängigkeiten der Reinigung aufgetragen, so entsteht eine umfangreiche Anzahl an Faktoren:

- Reinigungsflüssigkeit mit Temperatur, Geschwindigkeit und Viskosität,
- Schmutz mit Viskosität und Diffusionskoeffizienten,
- Bauteil mit Länge, Durchmesser und Oberflächenbeschaffenheit.

Mit der Einführung der dimensionslosen Kennzahlen ist es möglich, die untereinander abhängigen Parameter der Strömungsflüssigkeit im Bauteil auf die Reynolds-Zahl zurückzuführen. Die Schmidt-Zahl berücksichtigt die physikalischen Abhängigkeiten des Schmutzbelages.

Somit kann der Stoffübergang in einem Rohr mittels der Sherwood-Zahl dargestellt werden, die eine Funktion der Reynolds- und Schmidt-Zahl ist in Abhängigkeit der geometrischen Ähnlichkeit der Rohrleitung.

Werden in Modellsystemen grundlegende Parameter des Reinigungsprozesses bestimmt, kann ein drei-dimensionales Diagramm entwickelt werden, welches die Abhängigkeit des Schmutzes, Schmidt-Zahl Sc , und der Reinigungsflüssigkeit (vor allem der Geschwindigkeit in Form der Reynolds-Zahl) vom Stoffübergang Sh beschreibt (Abb. 8.12). Die Übertragung dieser Ergebnisse auf beliebig geometrisch ähnliche Systeme ist möglich.

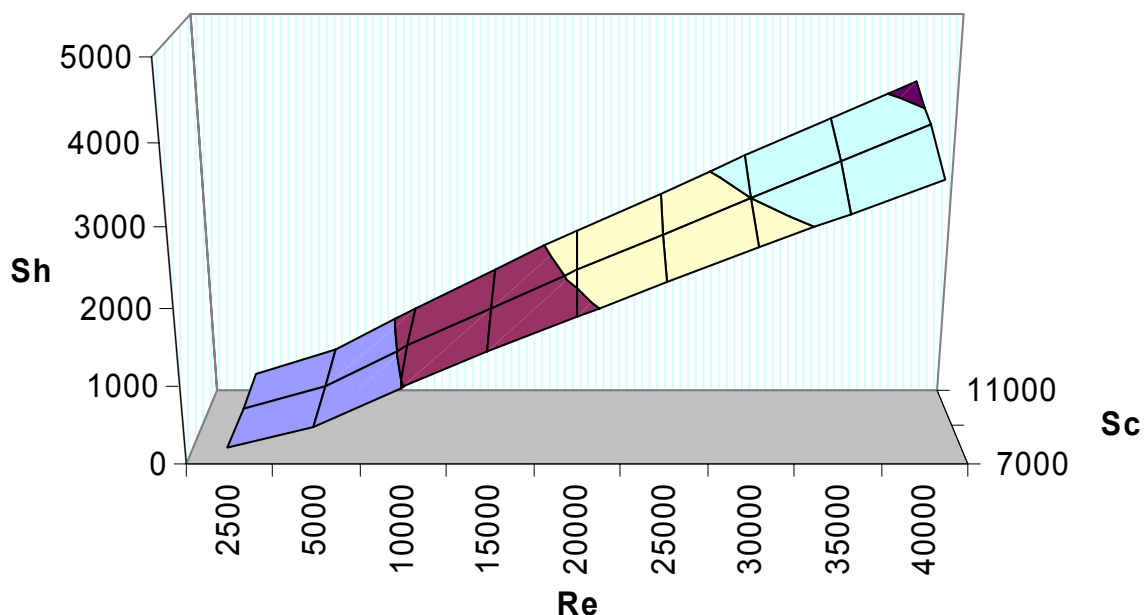


Abb. 8.12: Darstellung der Abhängigkeit der dimensionslosen Kennzahlen Re , Sh und Sc

Mit Hilfe dieses Diagramms kann die Sherwood-Zahl bestimmt werden, die ein Maß für den Reinigungseffekt ist und damit auch für die Qualifizierung der Reinigung eingesetzt werden kann. Die Abhängigkeit vom Schmutzbelag (Schmidt-Zahl) und

den strömungsmechanischen Eigenschaften (Reynolds-Zahl) wird somit berücksichtigt.

In den Versuchen dieser Arbeit wurde nur eine standardisierte Schmutzart verwendet und daher eine Kurve der Fläche bei konstanter Schmidt-Zahl ermittelt.

8.2.2 Anwendung der Wärmeübergangsgleichungen auf die Reinigung

Um das Reinigungsergebnis dimensionslos darzustellen, gibt es neben der Durchführung praktischer Versuche zur Bestimmung der Sherwood-Zahl noch die Möglichkeit, bereits angepasste Gleichungen für diesen Zweck zu übernehmen. Hierfür stehen eine Reihe von in der Literatur veröffentlichte Gleichungen zum Stoffübergang zur Verfügung. Somit ist eine Simulation der Reinigung und eine Voraussage des Reinigungsergebnisses ermöglicht.

Allerdings wird der Stoffübergang in der Literatur meist nur nebensächlich genannt. Bezüglich Wärmeübergang ist eine wesentlich größere Anzahl an Veröffentlichungen und Lehrbüchern zu finden. Meist wird dann in einem Nebensatz erwähnt, dass die Gleichungen des Wärmeübergangs auch auf den Stoffübergang übertragen werden können, es müsse nur die Nusselt-Zahl gegen die Sherwood-Zahl und die Prandtl-Zahl gegen die Schmidt-Zahl ausgetauscht werden.

Prinzipiell ist das richtig, da der Aufbau der Gleichungen identisch ist und der Vorgang der Diffusion vergleichbar. Es wird jedoch nicht beachtet, dass die Lösungen der Wärmeübergangsgleichungen nur in bestimmten Grenzen der Prandtl-Zahl Gültigkeit besitzen. Das Gleichsetzen der Beträge von Prandtl-Zahl und Schmidt-Zahl ist jedoch meist in der Praxis nicht möglich. Sherwood verweist auf dieses Problem und stellt die Analogie von Wärme- und Stoffübergang nur für $Pr = Sc = 1$ her, wie es für Gase zutrifft [Sherwood *et al.*, 1975].

Demgegenüber wird nach wie vor in der Literatur nur auf den Austausch der Kennzahlen eingegangen, ohne die Auswirkungen zu überprüfen. So entwickelt z. B. Stein [Stein, 1988] eine neue Gleichung zur Beschreibung des Wärmeübergangs und behauptet am Schluss, dass diese ebenfalls für den Stoffübergang verwendet werden kann. Eine Anwendung dieser Gleichung mit den hier gefundenen Stoffkennzahlen ergibt allerdings eine Sherwood-Zahl, die zwei Zehnerpotenzen zu groß ist.

Aber auch Friend und Metzner [Friend und Metzner, 1958] veröffentlichten eine Wärmeübergangsgleichung, die ebenfalls für den Stoffübergang eingesetzt werden soll. Die hiermit berechnete Sherwood-Zahl ist 8 Zehnerpotenzen kleiner als die gemessenen Werte. Dies zeigt, dass nicht jede Wärmeübergangsgleichung, trotz Behauptung der Autoren, ohne weiteres für den Stoffübergang eingesetzt werden kann.

Ein wesentlicher Unterschied zwischen den Wärmeübergangs- und Stoffübergangsgleichungen besteht dadurch, dass beim Wärmeübergang neben der Diffusion noch die spezifische Kapazität des Mediums entscheidend ist. Die spezifische Wärmekapazität der Trägerflüssigkeit c_p geht in die Berechnung der Prandtl-Zahl mit ein, wohingegen ein vergleichbarer Faktor in der Schmidt-Zahl fehlt.

$$\text{Pr} = \frac{v}{a} = \frac{c_p \cdot \eta}{\lambda} \quad \leftrightarrow \quad \text{Sc} = \frac{v}{D} = \frac{\eta}{\rho \cdot D}$$

Damit ist grundsätzlich eine Anwendung der Wärmeübergangsgleichungen für den Stoffübergang möglich. Die Schwierigkeit liegt darin, die richtige Wärmeübergangsgleichung herauszusuchen, da jede Gleichung nur für bestimmte Betriebsbedingungen gilt. Die angegebenen Grenzen der Prandtl-Zahl sind nicht direkt auf die Schmidt-Zahl zu übertragen, da die Beträge völlig unterschiedlich sind.

Es könnte also notwendig sein, eine Anpassung der konstanten Faktoren in den Wärmeübergangsgleichungen durchzuführen und somit eine Stoffübergangsgleichung zu entwickeln mit einem neuen Gültigkeitsbereich für die hier verwendete Schmidt-Zahl.

8.2.3 Experimentelle Übereinstimmung

In Abb. 8.11 sind die empirisch entwickelten Gleichungen des Wärmeübergangs im Vergleich dargestellt, welche bereits vor Jahrzehnten in der Literatur veröffentlicht wurden. In diesen Gleichungen wurde jedoch die Nusselt- und Prandtl-Zahl ausgetauscht. Die Gegenüberstellung macht deutlich, dass jede Gleichung für ein spezielles Stoffsystem entwickelt wurde. In Abhängigkeit der Reynolds-Zahl gibt es für jede Gleichung einen eigenen Wertebereich des Sherwoods. Es liegt keine Überschneidung vor.

Wird der Kurvenverlauf der Gleichungen aus der Literatur mit den in dieser Arbeit experimentell bestimmten Werten verglichen, fällt auf, dass die Form unterschiedlich ist. Es scheint so, als ob die Steigung bei großen Reynolds-Zahlen zunimmt. Daraus würde ein exponentieller Verlauf resultieren. Auf der anderen Seite sind die Konfidenzintervalle so groß, dass nicht gesichert von einem anderen Verlauf ausgegangen werden kann. Zudem sind noch weitere Messpunkte notwendig, um die Auflösung zu erhöhen und das Ergebnis abzusichern.

Bei den kleineren Reynolds-Zahlen scheint es, dass die Steigung etwas geringer ist als die der Gleichungen aus der Literatur. Aber auch hier überdecken die Konfidenzintervalle mehrere Kurven, so dass auch diese Aussage nicht gesichert ist.

Ein weiterer Parameter ist der Diffusionskoeffizient, mit dem sich die Deckung der Gleichungen variieren lässt. Der Diffusionskoeffizient der Molkenproteinmatrix, die als Schmutzschicht verwendet wurde, konnte über praktische Versuche nicht exakt bestimmt werden. Dies hat entscheidenden Einfluss auf die Schmidt-Zahl und dadurch auch auf den Verlauf der Kurven Sherwood-Zahl über Reynolds-Zahl. In Abb. 8.11 wurde der mittlere Diffusionskoeffizient $D = 1,34 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$ eingesetzt, wodurch sich eine mittlere Schmidt-Zahl $\text{Sc} = 9121$ ergibt, da als Reinigungsmedium Wasser mit $12 \text{ }^\circ\text{C}$ verwendet wurde.

Wird jedoch der minimale oder maximale Diffusionskoeffizient aus Kap. 6.2 eingesetzt, so variiert die Schmidt-Zahl zwischen $\text{Sc}_{D_{\min}} = 11317$ und $\text{Sc}_{D_{\max}} = 7106$. Dieser große Schwankungsbereich lässt die Kurven deutlich unterschiedlich verlaufen (Abb. 8.13). Gut zu erkennen ist, dass die Deckung der Versuchsergebnisse mit der

Gleichung aus dem VDI Wärmeatlas oder der Produktgleichung von Harriott & Hamilton bei kleinerer Schmidt-Zahl über den gesamten Verlauf besser wird als bei größerer Schmidt-Zahl.

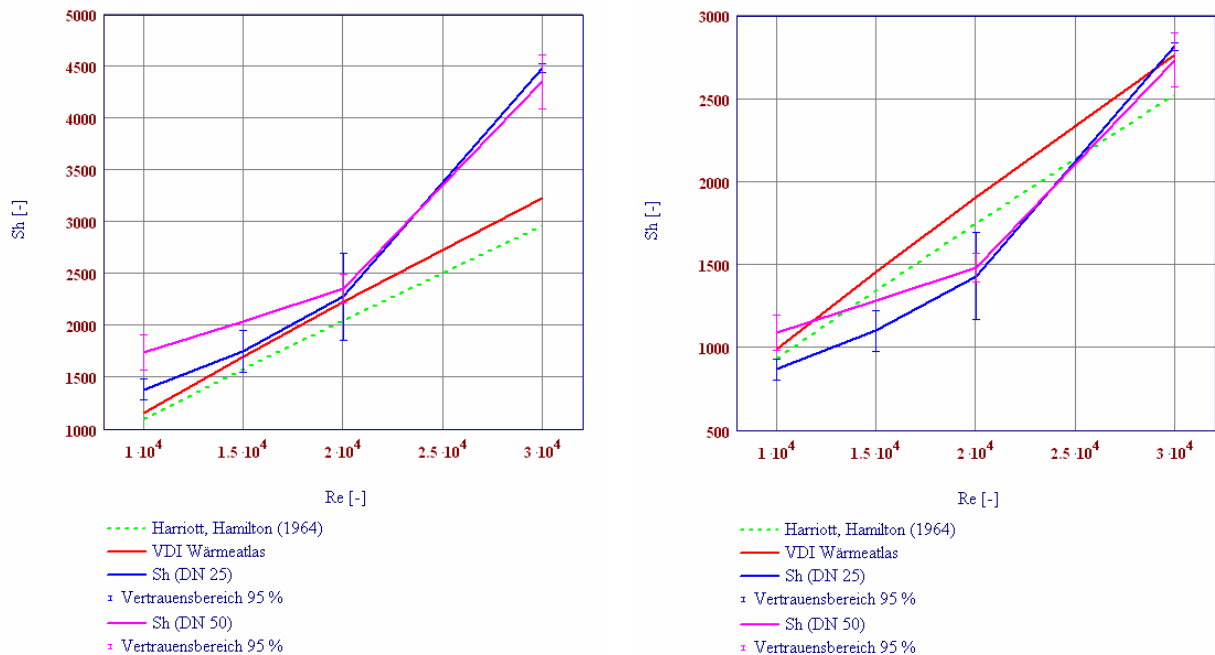


Abb. 8.13: Vergleich der Kurvenverläufe bei unterschiedlicher Schmidt-Zahl.
 Links $Sc = 11317$ mit $D_{\min} = 1,08 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$, rechts $Sc = 7106$ mit $D_{\max} = 1,72 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$

Diese Ergebnisse machen deutlich, dass für die Berechnung des Stoffübergangs während der Reinigung von Rohren keine neue Gleichung entwickelt werden muss. Eine Übereinstimmung mit den Wärmeübergangsgleichungen kann aufgrund der Konfidenzintervalle der Versuchsergebnisse und der Variation des Diffusionskoeffizienten angenommen werden. Sowohl die Gleichung von Harriott & Hamilton als auch die Gleichung von Gnielinski aus dem VDI Wärmeatlas decken diesen Bereich ab. Hier ist eine direkte Übertragung der Wärmeübergangsgleichungen auf diesen Stoffübergang möglich. Für dieses Stoffsystem kann mit Hilfe dieser Gleichungen eine Aussage über den Reinigungserfolg von Rohrleitungssystemen gemacht werden.

Soll der Reinigungserfolg mit einem anderen Schmutz bestimmt werden, muss allein die Schmidt-Zahl angepasst werden. Dies ist der einzige Aufwand um das Gleichungssystem auf andere Schmutzarten zu übertragen.

Eine weitere Erkenntnis, die aus den Reinigungsversuchen gewonnen werden konnte, ist die Tatsache, dass die Sherwood-Zahl bei konstantem Reynolds gleich ist, unabhängig vom Durchmesser der ähnlichen Rohre. Daraus folgt, dass die Wandschubspannung in diesem Reynolds-Bereich keinen Einfluss auf den Reinigungseffekt hat. In Abb. 8.14 ist die Wandschubspannung der beiden Rohrdurchmesser in Abhängigkeit der Sherwood-Zahlen aufgetragen. Bei Reynolds $Re = 20\,000$ beträgt

die Sherwood-Zahl beider Rohre $Sh = 1800$. Die Wandschubspannung im großen DN 50 Rohr beträgt dann aber nur 1/5 des kleineren DN 25 Rohres. Bei Reynolds $Re = 30\,000$ geht das Verhältnis noch viel weiter auseinander.

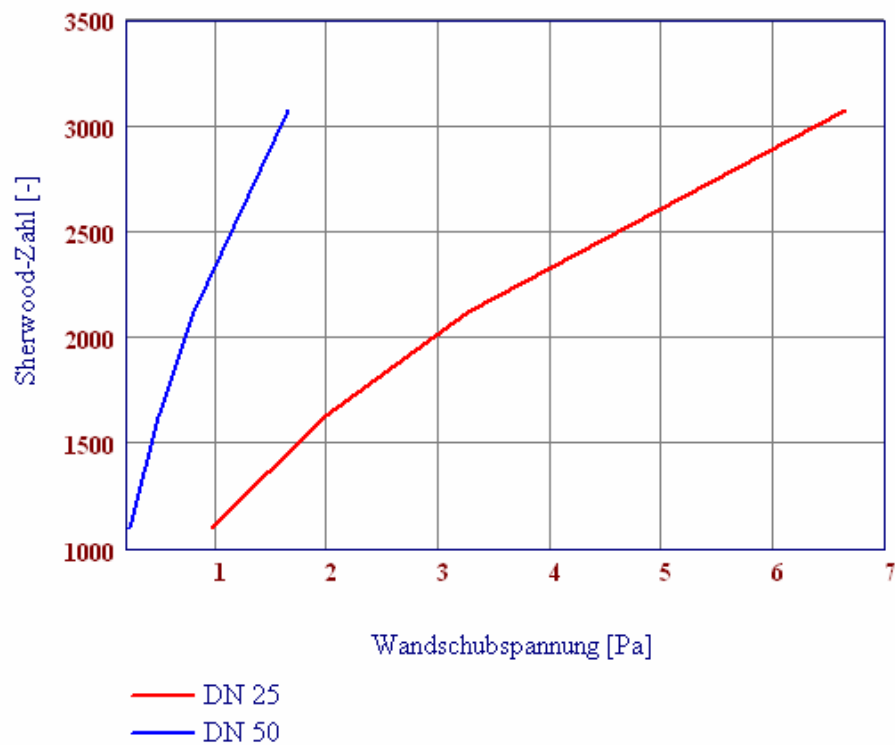


Abb. 8.14: Sherwood-Zahl über Wandschubspannung der beiden Rohrgrößen

Hierbei wird deutlich, dass die Reinigung von Belägen mit den in der Industrie üblichen Strömungsgeschwindigkeiten von 1,5 m/s nur vom Stoffübergang abhängt und die Wandschubspannung in diesem Bereich keinen Einfluss hat.

9 Ausblick

Mit den Untersuchungen an geraden Rohrstücken ist der Grundstein für die Entwicklung einer industriell anwendbaren Testmethode für die Qualifizierung der Reinigungsfähigkeit gelegt. Alle notwendigen Grundlagen, wie das System Verschmutzungsmatrix mit Detektionsmethode und der Diffusionskoeffizient der Matrix sind vorhanden. Der nächste Schritt ist die Untersuchung von komplexeren Bauteilen, die sich nicht so gut reinigen lassen wie das gerade Rohr. Die Reinigungskurve, die dabei erwartet wird, weist dann zwei oder mehrere Plateaus auf (Abb. 9.1).

Solange die innere Oberfläche des Bauteils komplett mit Matrix bedeckt ist, ist der Stoffübergang mit dem geraden Rohr vergleichbar. Die Grenzfläche Verschmutzungsmatrix Reinigungsflüssigkeit ist unverändert. Erst wenn sich die bedeckte Oberfläche ändert und die Reinigungsrate abnimmt, kommt der Unterschied zum tragen. Im geraden Rohr verläuft die Kurve exponentiell gegen $R = 0 \text{ g/m}^2\cdot\text{s}$. Ist ein Totraum vorhanden und dieser mit Matrix gefüllt, findet hier wieder ein konstanter Stofftransport statt. Somit entsteht ein weiteres Plateau.

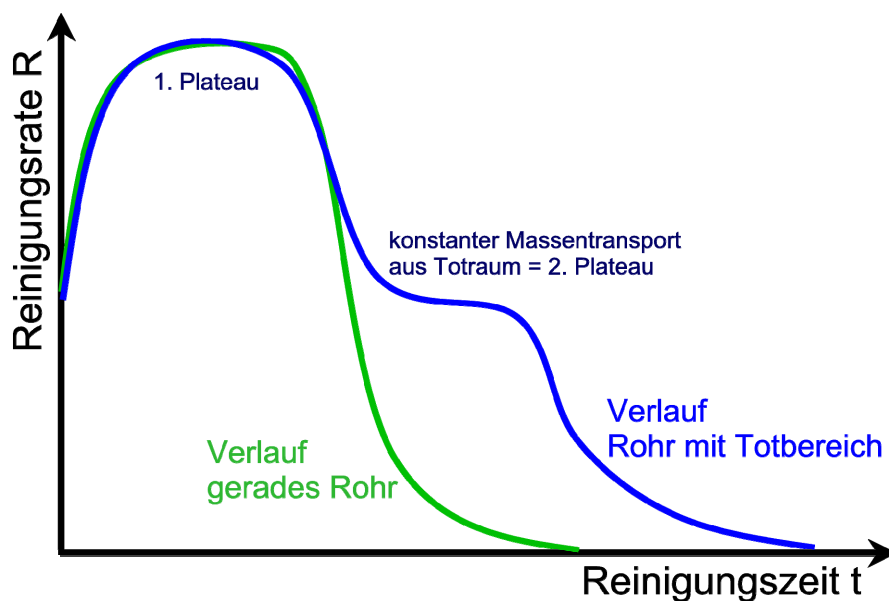


Abb. 9.1: Verlauf der Reinigung eines Rohres mit und ohne Totbereich

Dies stellt auch das Beurteilungskriterium für die reinigungsfreundliche Gestaltung von Maschinen dar. Weicht der Verlauf der Reinigung stark von dem des geraden Rohres ab, sind Bereiche vorhanden, die sich nicht leicht und sicher reinigen lassen.

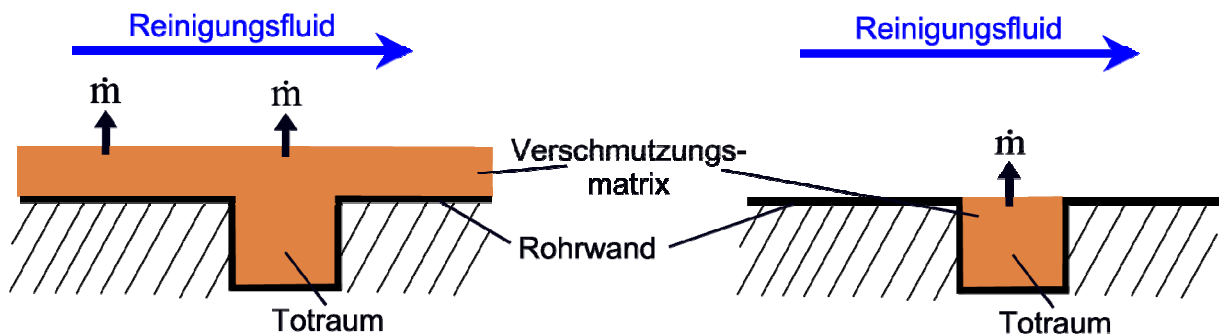


Abb. 9.2: Fortschreitende Reinigung bei Vorhandensein eines Totraums und Darstellung des Massenstroms. Links zu Beginn, Schmutzschicht belegt die gesamte innere Oberfläche; rechts am Ende, Rohrleitungsoberfläche ist gereinigt, Schmutz ist nur noch in Toträumen vorhanden, Stoffübergang ist dann deutlich herabgesetzt.

Sind in einer Maschine mehrere solcher Toträume vorhanden, findet sicherlich eine Überlagerung statt. Fraglich ist, ob diese in der Reinigungskurve aufgelöst werden können. Ob dies allerdings überhaupt notwendig ist, muss die Anwendung zeigen. Wichtig ist, dass vor Testbeginn die Maschine bereits gemäß den Hygienic Design Kriterien konstruiert und anhand der Zeichnung überprüft wird. Ansonsten wird nur das detektiert, was sowieso vorher schon ersichtlich ist.

Bei der Untersuchung zur Ausreinigung von T-Stücken stellte Graßhoff [Graßhoff, 1983a] fest, dass eine bestimmte Geschwindigkeit in dem toten Ende noch vorhanden sein muss, damit eine Reinigung stattfindet. Dieses Ergebnis lässt sich auch mit dem Stoffübergang begründen. Steht die Flüssigkeit über der Verschmutzung, wird sie sich mit der Matrix anreichern. Die Konzentrationsdifferenz zwischen verschmutzter Wand und Reinigungsfluid nimmt damit ab. Dies hat zur Folge, dass auch der Stofftransport geringer wird. Somit verlangsamt sich der Stoffübergang und es wird ein kleinerer Stoffübergangskoeffizient β berechnet. Damit wird deutlich, dass die Reinigung von diesen komplizierter aufgebauten Bauteilen mittels Stoffübergang betrachtet werden kann.

Seit einigen Jahren wird mit Hilfe von CFD Simulationen die Wandschubspannung in Bauteilen berechnet. Aufgrund dieser Wandschubspannungsverteilungen wollen Wissenschaftler, u. a. Jensen [Jensen und Friis, 2005], eine Aussage zur Reinigungsfähigkeit abgeben. Jensen stellte fest, dass nicht nur die Wandschubspannung entscheidend ist für den Reinigungserfolg und berücksichtigt deshalb noch die örtliche Geschwindigkeitsverteilung. Nur das Zusammenspiel beider Effekte liefert nach seinen Aussagen ein Ergebnis zum Reinigungserfolg.

Wird der Stoffübergang in diesen Simulationen berücksichtigt, könnte eine wesentlich detailliertere Aussage zur reinigungsfreundlichen Gestaltung abgegeben werden. Dieser Sachverhalt sollte geprüft werden und stellt die Grundlage für weitere wissenschaftliche Arbeiten dar.

10 Zusammenfassung

Die Aufgabenstellung dieser Arbeit ist die Betrachtung der Reinigung als Stoffübergang und ihre Adaption als Qualifizierungsmethode für die Reinigbarkeit von Produktionsanlagen in der Lebensmittelindustrie. Sie basiert auf dem Wunsch die Reinigung zu verifizieren und ihre Wirkung vorauszubestimmen.

Es war zu ermitteln, dass mit dem Stoffübergang einer standardisierten Verschmutzung in einer Rohrströmung die Bewertung der Reinigungsfreundlichkeit möglich ist. Es wurde der Beweis geführt, dass die Gesetzmäßigkeiten des Wärmeübergangs bei der Reinigung von Rohrleitungssystemen analog für dieses System des Stoffübergangs Verwendung finden können. Dadurch besteht die Möglichkeit, mit dimensionslosen Kennzahlen zu modellieren und das Reinigungsergebnis vorherzusagen. Die bisher angewendeten Testmethoden beziehen sich ausschließlich auf die Reinigungsfreundlichkeit von Einzelkomponenten der Anlagen. Ganze Anlagen sind allerdings zur Zeit noch nicht qualifizierbar. Mit der vorliegenden Betrachtungsweise wurde die Basis für die Entwicklung einer individuellen Testmethode gelegt.

Zu Beginn wird auf die Problematik der hygienegerechten Konstruktion bei Maschinen und Komponenten eingegangen mit der Erläuterung der rechtlichen Grundlagen. Danach folgt die Vorstellung der bereits veröffentlichten verschiedenen Testmethoden zur Prüfung von Bauteilen hinsichtlich Hygienic Design. Die Unterschiede und die Abgrenzung zwischen der Überprüfung des Reinigungserfolges und des Tests auf Reinigbarkeit werden aufgezeigt.

Aufgrund der theoretischen Grundlagen über die strömungstechnischen Voraussetzungen in Rohrleitungen findet der Stoffübergang während der Reinigung als Abtrag von Materie in der Grenzschicht zwischen Schmutzschicht und Rohrströmung statt. Die entscheidenden Vorgänge vollziehen sich in der hydrodynamischen laminaren Unterschicht der Rohrströmung, da die Hauptströmung turbulent ausgebildet ist. Die Erläuterung der Berechnungsgrundlagen zeigt die Ähnlichkeit zur Konzentrationsgrenzschicht. Dies ist der Bereich in dem sich der Stoffübergang diffusiv vollzieht. Für die Berechnung ist der Diffusionskoeffizient der Verschmutzungsmatrix notwendig. Da sich diese komplex zusammensetzt, ist der Diffusionskoeffizient experimentell zu bestimmen. Es gibt darüber bisher keine Literaturhinweise. Deshalb wurde ein einfacher manueller Versuchsaufbau entwickelt, der verwertbare Ergebnisse liefert. Messungen mit einem automatischen Trübungsmessungsgerät verifizierten die Resultate. Die Bestimmung des Diffusionskoeffizienten erfolgt mit der Anwendung des 2. Fick'schen Gesetzes.

Im Folgenden werden die verschiedenen Gleichungen des Wärmeübergangs der unterschiedlichen Autoren aus der Literatur vorgestellt und auf deren Unterschiede eingegangen. Durch die Analogie des Wärmeübergangs und des Stoffübergangs finden diese Gleichungen auch bei der Berechnung der Sherwood-Zahl Verwendung. Die Versuchsreihen ergaben, welche dieser Gleichungen für das hier beschriebene Stoffsystem zur Anwendung kommen können.

Die Methodenentwicklung bis hin zur Messung des Stoffübergangs als Qualifizierungsmöglichkeit der Reinigungsfähigkeit gestaltete sich komplex und schwierig. Verschiedene Stoffsysteme mit den dazugehörigen Analysemethoden wurden geprüft. Es konnten gute Erfolge in der Analytik erzielt und Unterschiede in der Reinigbarkeit von Modellbauteilen detektiert werden. Als schwierig stellte sich jedoch die Qualifizierung und Bewertung der Effektivität der Reinigung heraus. Erst durch die Betrachtung des Stoffübergangs konnte eine Aussage zum Reinigungserfolg gemacht werden.

Die Versuchsbeschreibung mit Details zum Material und der Methoden zeigt die Herstellung der Proteinverschmutzungsmatrix, die Reinigung und das Analyseverfahren der BCA Protein Quantifizierung. Die Versuchsergebnisse der geometrisch ähnlichen Rohre sind in Abhängigkeit der untersuchten Reinigungsparameter dargestellt. Hierbei kommen die spezifische Reinigungsrate und die entsprechende Sherwood-Zahl zum Einsatz.

In der Diskussion wird eine Auswahl an Wärmeübergangsgleichungen auf den Stoffübergang übertragen und angewendet. Dem Austausch der Prandtl-Zahl durch die Schmidt-Zahl kommt besondere Bedeutung zu. Die Größenordnung dieser beiden Zahlen ist nur bei Gasen gleich. Bei flüssigen Systemen, wie sie hier vorliegen, unterscheiden sich diese Kennzahlen um den Faktor 10^4 . Dies hat zur Folge, dass nicht jede Wärmeübergangsgleichung für die turbulente Rohrströmung ohne Prüfung der Schmidt-Zahl für einen entsprechenden Fall im Stoffübergang eingesetzt werden kann. Dies zeigt auch der Vergleich von Kurven aus der Literatur mit den experimentell gewonnenen Werten dieser Arbeit. Eine gute Übereinstimmung im turbulent durchströmten kurzen Rohr kann nur mit zwei Gleichungen aus der Literatur gefunden werden. Zum einen ist es die gültige Wärmeübergangsgleichung des VDI-Wärmeatlas und zum anderen ist es eine Produktgleichung von Harriott & Hamilton. Die Differenzen im Kurvenverlauf dieser beiden Gleichungen sind geringer als die Größe der Konfidenzintervalle der Versuchsergebnisse.

Das entscheidende Ergebnis dieser Versuche ist, dass für die Abreinigung dieses Schmutzbelages nur der Stoffübergang verantwortlich ist. Ein Vergleich mit den auftretenden Wandschubspannungen zeigt, dass diese um den Faktor 5 differieren, wobei die gemessene Sherwood-Zahl und damit der Reinigungseffekt identisch ist.

Als grundlegend neue Erkenntnis dieser Arbeit wurde ermittelt, dass der Stoffübergang bei der Reinigung als Qualifizierungsmethode der Reinigbarkeit eingesetzt werden kann. Eine Berechnung des Stoffübergangs in der Rohrströmung kann mittels bekannter Gleichungen aus dem Wärmeübergang durchgeführt werden. Für die Übertragung auf andere Rohrgeometrien und Verschmutzungen müssen lediglich die entsprechenden Kennzahlen angepasst werden.

Folglich ist eine dimensionslose Darstellung und Simulation der Rohrreinigung bezüglich ihrer Wirkung möglich.

11 Literaturverzeichnis

- Arnebrant, T., Barton, K., und Nylander, T. (1987). "Adsorption of alpha-Lactalbumin and beta-Lactoglobulin on Metal Surfaces versus Temperature." *Journal of Colloid and Interface Science*, 119(2), 383.
- Asteriadou, K., Hasting, A. P. M., Bird, M. R., und Melrose, J. (Year). "Cleanability predictions for complex geometries in the food industry using CFD." *7th World Congress of Chemical Engineering*, EFCE, Glasgow.
- Atkins, P. W. (2006). *Atkin's physical chemistry*, 8. Ed., Oxford Univ. Press, Oxford.
- Baehr, H. D., und Stephan, K. (1998). *Wärme- und Stoffübertragung*, 3. Ed., Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York.
- Baeza, R., Carrera Sanchez, C., Pílosof, A. M. R., und Rodriguez Patino, J. M. (2005). "Interactions of polysaccharides with [beta]-lactoglobulin adsorbed films at the air-water interface." *Food Hydrocolloids*, 19(2), 239-248.
- Baier, A. (2002). "MIR-Spektroskopie mit Molkenproteinlösungen." Bruker Optik GmbH, Ettlingen.
- Balley, M. (2000). "Qualified Hygienic Design." In: *dei - die ernährungs industrie*, 32.
- Bauer, H. (1971). *Stoffaustausch einschließlich chemischer Reaktionen*, Sauerländer, Frankfurt.
- Baumgart, J. (1993). "Food inspection and quality control. Rapid microbiological-hygienic methods." *Fleischwirtschaft*, 73(4), 392-396.
- Becker, E. (1993). *Technische Strömungslehre*, 7. Ed., B.G. Teubner, Stuttgart.
- Beer, M., Krause, I., Stapf, M., Schwarzer, C., und Klostermeyer, H. (1996). "Indirect competitive enzyme-linked immunosorbent assay for the detection of native and heat-denatured bovine β -lactoglobulin in ewes' and goats' milk cheese." *Zeitschrift für Lebensmitteluntersuchung und -Forschung A*, 203(1), 21-26.
- Bird, R. B., Steward, W. E., und Lightfoot, E. N. (1960). *Transport Phenomena*, Wiley International Edition, New York.
- Bobe, U., Hofmann, J., Sommer, K., Beck, U., und Reiners, G. (2007). "Adhesion - where cleaning starts." *Trends in Food Science & Technology*, 18(1), S36-S39.
- Brauer, H. (1958). "Stoffaustausch beim Rieselfilm." 30(2), 75-84.
- Bundesregierung Deutschland. (2005). "Lebensmittel-, Bedarfsgegenstände- und Futtermittelgesetzbuch (LFGB)." BGBl I 2005, 2618.
- Carlsaw, H. S., und Jäger, J. C. (1959). *Conduction of heat in solids*, 2. Ed., Clarendon Press, Oxford.
- Chhaniwal, V. K. V. K., Anand, A., und Narayanamurthy, C. S. (2004). "Measurement of diffusion coefficient of transparent liquid solutions using Michelson interferometer." *Optics and Lasers in Engineering*, 42(1), 9-20.
- Ciurczak, E. W., und Drennen, J. K. (2002). *Pharmaceutical and medical applications of near-infrared spectroscopy*, Marcel Dekker, New York.

- Cleaver, J. W., und Yates, B. (1973). "Mechanism of detachment of colloidal particles from a flat substrate in a turbulent flow." *Journal of Colloid and Interface Science*, 44(3), 464-474.
- Crank, J. (1979). *The Mathematics of Diffusion*, 2. Ed., Oxford University Press, Oxford.
- Cussler, E. L. (1997). *Diffusion - mass transfer in fluid systems* 2nd Ed., Cambridge Univ. Press, Cambridge.
- Dickinson, E. (1998). "Stability and rheological implications of electrostatic milk protein-polysaccharide interactions." *Trends in Food Science & Technology*, 9(10), 347-354.
- DIN - Deutsches Institut für Normung. (1970). "Stoffübertragung - Diffusion und Stoffübergang, Grundbegriffe, Größen, Formelzeichen, Kenngrößen." DIN 5491, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN - Deutsches Institut für Normung. (1992). "Milchwirtschaftliche Maschinen in Molkereibetrieben, Tanks und Apparate, Oberflächen." DIN 11480, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN - Deutsches Institut für Normung. (2001). "Lebensmittelhygiene - Reinigung und Desinfektion." DIN 10516, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN - Deutsches Institut für Normung. (2004). "Sicherheit von Maschinen - Hygieneanforderungen an die Gestaltung von Maschinen." DIN EN ISO 14159, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN - Deutsches Institut für Normung. (2005a). "Managementsysteme für die Lebensmittelsicherheit - Anforderungen an Organisationen in der Lebensmittelkette." DIN EN ISO 22000, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN - Deutsches Institut für Normung. (2005b). "Nahrungsmittelmaschinen - Allgemeine Gestaltungsleitsätze - Teil 2: Hygieneanforderungen." DIN EN 1672-2, Beuth Verlag, Berlin.
- Dirscherl, A. (2003). "Optimierung einer Hygienic Design Testmethode zur Quantifizierung der Reinigbarkeit an ausgewählten Bauteilen," Diplomarbeit, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- Eckert, E. R. G. (1966). *Einführung in den Wärme- und Stoffaustausch*, 3. Ed., Springer-Verlag, Berlin.
- EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group. (1993). "Hygienic design of closed equipment for the processing of liquid food." doc. 10.
- EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group. (1996). "Hygienic design of equipment for open processing." doc. 13, European Hygienic Engineering & Design Group.
- EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group. (1997). "Hygienic pipe couplings." doc. 16, European Hygienic Engineering & Design Group.
- EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group. (2003). "Hygienic Engineering of Plants for the Processing of Dry Particulate Materials." doc. 26.
- EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group. (2004a). "Glossary." 2004/04.G01.

- EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group. (2004b). "Hygienic equipment design criteria." doc. 8.
- EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group. (2004c). "A method for assessing the in-place cleanability of food processing equipment." doc. 2.
- Elsner, N. (1988). *Grundlagen der Technischen Thermodynamik*, 7. Ed., Akademie-Verlag, Berlin.
- Europäisches Parlament und der Rat der Europäischen Union. (2002). " zur Festlegung der allgemeinen Grundsätze und Anforderungen des Lebensmittelrechts, zur Errichtung der Europäischen Behörde für Lebensmittelsicherheit und zur Festlegung von Verfahren zur Lebensmittelsicherheit." Verordnung (EG) Nr. 178/, Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften.
- Fito, P., Ortega-Rodriguez, E., und Barbosa-Cánovas, G. V. (1997). *Food Engineering 2000*, Chapman & Hall [u.a.], New York [u.a.].
- Fourman, G. L., und Mullen, M. V. (1993). "Determining Cleaning Validation Acceptance Limits for Pharmaceutical Manufacturing Operations." *Pharmaceutical Technology International*, 46-49.
- Fox, P. F. (2001). "Milk proteins as Food Ingredients." *International Journal of Dairy Technology*, 54(2), 41-55.
- Friedrich, G. (1995). "Cleaning in Place - Validierbare Technik für das Reinigen innerer Oberflächen." *Pharma Technologie Journal*, 16(2), 63-68.
- Friend, W. L., und Metzner, A. B. (1958). "Turbulent heat transfer inside tubes and the analogy among heat, mass, and momentum transfer." *AIChE Journal*, 4(4), 393-402.
- Fryer, P. J., Pyle, D. L., und Rielly, C. D. (1997). *Chemical Engineering for the Food Industry*, Chapman & Hall, London u.a.
- Gillham, C. R., Fryer, P. J., Hasting, A. P. M., und Wilson, D. I. (1999). "Cleaning-in-Place of whey protein fouling deposits: Mechanisms controlling cleaning." *Trans IChemE*, 77(Part C), 127-136.
- Gnielinski, V. (1975a). "New Correlations for Heat and Mass Transfer in Turbulent Pipe and Channel Flow [Neue Gleichungen für den Wärme- und Stoffübergang in turbulent durchströmten Rohren und Kanälen]." *Forschung im Ingenieurwesen/Engineering Research*, 41(1), 8-16.
- Gnielinski, V. (1975b). "Single Correlation for Calculating Average Heat and Mass Transfer Coefficients to Single Bodies in Laminar and Turbulent Flow [Berechnung mittlerer Wärme- und Stoffübergangskoeffizienten an laminar und turbulent überströmten Einzelkörpern mit Hilfe einer einheitlichen Gleichung]." *Forschung im Ingenieurwesen/Engineering Research*, 41(5), 145-153.
- Gottwald, W., und Wachter, G. (1997). *IR-Spektroskopie für Anwender: Die Praxis der instrumentellen Analytik*, Wiley-VCH, Weinheim.
- Graßhoff, A. (1980). "Untersuchungen zum Strömungsverhalten von Flüssigkeiten in zylindrischen Toträumen von Rohrleitungssystemen." *Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte*, 32(4), 273-298.

- Graßhoff, A. (1983a). "Die örtliche Flüssigkeitsbewegung und deren Einfluss auf den Reinigungsprozess in zylindrischen Toträumen." *Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte*, 325(4), 471-492.
- Graßhoff, A. (1983b). "Toträume in CIP-gereinigten Rohrleitungssystemen." *Deutsche Milchwirtschaft*, 13, 407-414.
- Graßhoff, A. (1992). "Hygienic Design - the basis for computer controlled automation." *Trans IChemE*, 70(Part C, H. 2), 69-77.
- Graßhoff, A. (1995). "Zum Wirkfaktor "Chemie" beim Reinigen von Plattenpasteuriserapparaten." *dmz Deutsche Molkerei Zeitung*, 116, 588-598.
- Grassmann, P., und Tuma, M. (1979). "Kritische Reynolds-Zahlen bei oszillierenden und pulsierenden Rohrströmungen." *Heat and Mass Transfer*, 12(3), 203-209.
- Grigull, U. (1963). *Die Grundgesetze der Wärmeübertragung*, 3. Ed., Springer-Verlag, Berlin.
- Günzler, H., und Gremlich, H.-U. (2003). *IR-Spektroskopie*, 4. Ed., Wiley-VCH, Weinheim.
- Günzler, H., und Heise, H. M. (1996). *IR-Spectroscopy: An introduction*, Wiley-VCH, Weinheim.
- Harriott, P., und Hamilton, R. M. (1965). "Solid-liquid mass transfer in turbulent pipe flow." *Chemical Engineering Science*, 20(12), 1073-1078.
- Hausen, H. (1959). "Neue Gleichungen für die Wärmeübertragung bei freier und erzwungener Strömung." *Allgemeine Wärmetechnik*(9), 75-79.
- Heidmann, A. (1995). "ATP-Messung zur Überprüfung der Reinigungsleistung im Lebensmittelbereich." *Lebensmitteltechnik*, 10, 50-54.
- Hoffmann, W. (1983). "Zirkulationsreinigen CIP von geraden Rohren," Dissertation, Bundesanstalt für Milchforschung, Institut für Verfahrenstechnik, Kiel.
- Hofmann, J. (1998). "Entwicklung einer Methode zur Validierung der Reinigungsfähigkeit von Produktionsanlagen der Lebensmittelindustrie und Projektierung einer Testanlage," Diplomarbeit, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- Hofmann, J. (2006). "Hygienefreundliche Gestaltung von Betriebsräumen, Anlagen und Geräten." In: *Reinigung und Desinfektion in der Lebensmittelindustrie*, G. Wildbrett, ed., Behr's Verlag, Hamburg.
- Holah, J. (1996). "Test Method Development for the Practical Assessment of Food Processing Equipment Cleanability." Campden, UK.
- Ibarz, A., und Barbosa-Cánovas, G. V. (2003). *Unit Operations in Food Engineering*, CRC Press, Washington D.C.
- IDF - International Dairy Federation. (1987). "Hygienic design of dairy processing equipment." Bulletin 218/1987.
- Ilberg, V. (2006). "Überprüfung einer CIP-Anlage." *LVT - Lebensmittel Industrie*(3), 44-46.
- Itoh, H., Nagata, A., Toyomasu, T., Sakiyama, T., Nagai, T., Saeki, T., und Nakanishi, K. (1995). "Adsorption of beta-lactoglobuline onto the surface of stainless steel particles." *Bioscience, Biotechnology and Biochemistry*, 59(9), 1648-1651.

- Jensen, B. B. B. (2002). "Hygienic Design of Closed Processing Equipment by use of Computational Fluid Dynamics," BioCentrum - DTU, Food Biotechnology and Engineering Group, Lyngby.
- Jensen, B. B. B., und Friis, A. (2005). "Predicting the Cleanability of Mix-Proof Valves by use of Wall Shear Stress." *Journal of Food Process Engineering*, 28(2), 89-106.
- Jeurnink, T. J. M., Walstra, P., und Kruif, C. G. d. (1996). "Mechanisms of fouling in dairy processing." *Netherlands Milk and Dairy Journal*, 50(3), 407-426.
- Jowitt, R. (1980). *Hygienic design and operation of food plant*, Ellis Horwood Publishers, London.
- Kalb, A. (2002). "Bestimmung der Trennkräfte von Partikeln: Konstruktion, Inbetriebnahme und Messung am Strömungskanal," Diplomarbeit, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- Karlsson, C. A. C., Trägårdh, A. C., und Wahlgren, M. C. (1996). "Time and temperature aspects of β -lactoglobulin removal from methylated silica surfaces by sodium dodecyl sulphate." *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 6(4-5), 317-328.
- Karlsson, C. A. C., Wahlgren, M. C., und Trägårdh, A. C. (1998). "The removal of beta-lactoglobulin from stainless steel surfaces at high and low temperatures as influenced by the type and concentration of cleaning agent." *Journal of Food Process Engineering*, 21(6), 485-501.
- Kay, J. M., und Nedderman, R. M. (1985). *Fluid mechanics and transfer processes*, Cambridge University Press, Cambridge.
- Kessler, H. G. (1996). *Lebensmittel- und Bioverfahrenstechnik, Molkereitechnologie*, 4 Ed., Kessler Verlag, München.
- Kim, J. C., und Lund, D. B. (1997). "Adsorption behavior of beta-lactoglobulin onto stainless steel surfaces." *Journal of Food Processing and Preservation*, 21(4), 303-317.
- Kircher, D., Blüte, M., und Reuter, G. (1996). "Eignung eines Biolumineszenzverfahrens zur Überprüfung der Reinigung und Desinfektion im Bereich der Lebensmittelverarbeitung." *Fleischwirtschaft*, 76(9), 897-903.
- Kivitz, E. (2002). "Trennkraftbestimmung von Partikeln: Ein Vergleich von Zentrifugenmethode und Strömungskanal," Diplomarbeit, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- Krämer, C. (2003). "Abreinigung von Proteinbelägen auf Edelstahloberflächen als Verschmutzungsmatrix zur Reinigungsvalidierung," Semesterarbeit, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- Krishna, R., und Wesselingh, J. A. (1997). "The Maxwell-Stefan approach to mass transfer." *Chemical Engineering Science*, 52(6), 861-911.
- Kroeber, F. (2001). "Belegung von Oberflächen mit Proteinen zur Entwicklung einer Methode zur Reinigungsvalidierung von Gesamtanlagen," Diplomarbeit Braumeister, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.

- Krokida, M. K., Zogzas, N. P., und Maroulis, Z. B. (2001). "Mass transfer coefficient in food processing: compilation of literature data." *International journal of Food Properties*, 4(3), 373 - 382.
- Lelieveld, H. L. M., Mostert, M. A., Holah, J., und White, B. (2003). *Hygiene in food processing*, Woodhead Publishing Ltd., Cambridge.
- Lelièvre, C., Legentilhomme, P., Legrand, J., Faille, C., und Benezech, T. (2003). "Hygienic Design: Influence of the Local Wall Shear Stress Variations on the Cleanability of a Three-Way Valve." *ICHEM E*, 81(A9 Special issue: 9th Congress of the French Society of Chemical Engineering), 1071-1076.
- Linsenmeier, A. (2002). "Untersuchung des Abreinigungsverhaltens von β -Lactoglobulin zur Entwicklung einer Methode zur Reinigungsvalidierung von Gesamtanlagen," Semesterarbeit, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- Loncín, M. (1968). *Die Grundlagen der Verfahrenstechnik in der Lebensmittelindustrie*, Verlag Sauerländer Aran, Frankfurt am Main.
- Loncín, M. (1978). "Reinigung und Desinfektion in der Lebensmittelindustrie." *Brauwelt*(11), 333-335.
- Loncín, M., und Merson, R. L. (1979). *Food Engineering*, Academic Press, New York.
- Martemianov, S., und Okulov, V. L. (2002). "Mass transfer ambiguities in swirling pipe flows." *Journal of Applied Electrochemistry*, 32(1), 25.
- März, J. (2004). "Beurteilung des Hygienic Designs von Rohrleitungskomponenten anhand neuartiger Testmethode," Diplomarbeit Braumeister, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- Maschinenrichtlinie. (1998). "RICHTLINIE 98/37/EG DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES vom 22. Juni 1998 zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften der Mitgliedstaaten für Maschinen." 98/37/EG, EU.
- Mayr, S. (2006). "Anwendung der Wärmeübergangsgleichungen für den Stoffübergang bei der Reinigung von geraden Rohren," Semesterarbeit, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- McGuire, J., und Krisdhasima, V. (1997). "Surface Thermodynamics, Protein Adsorption, and Biofilm Development." In: *Physical Chemistry of Foods*, H. G. Schwartzberg und R. W. Hartel, eds., Marcel Dekker Inc., New York.
- McKEON, B. J., ZAGAROLA, M. V., und SMITS, A. J. (2005). "A new friction factor relationship for fully developed pipe flow." *Journal of fluid mechanics*, 538, 429-443.
- Mersmann, A. (1986). *Stoffübertragung*, Springer-Verlag, Berlin; Heidelberg.
- Meyer, K. (1979). "Untersuchung des lokalen Stoffüberganges am laminaren und turbulenten Riesel Film." *Heat and Mass Transfer*, 12(2), 121-129.
- N.N. "Biochemisches Anfängerpraktikum: Gelfiltration, Ionenaustauschchromatographie, SDS-PAGE, Proteinbestimmung." Abteilung für Biochemie und Molekularbiologie, Fachbereich Chemie, Universität Hamburg, Hamburg.

- N.N. (2002). "BCA-Protein-Test." RÖMPP Online, Version 2.12.
- N.N. (2003). "Protein-Bestimmung." RÖMPP Online, Version 2.12.
- N.N. (2004a). "Lowry-Methode." RÖMPP Online, Version 2.12.
- N.N. (2004b). "Verordnung (EG) Nr. 852/2004 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 29. April 2004 über Lebensmittelhygiene." Verordnung (EG) Nr. 852/2004, Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften L139/1.
- N.N. (2006). "Richtlinie 2006/42/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 17. Mai 2006 über Maschinen und zur Änderung der Richtlinie 95/16/EG." 2006/42/EG, Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften L157/24.
- Nakanishi, K., Sakiyama, T., und Imamura, K. (2001). "On the adsorption of proteins on solid surfaces, a common but very complicated phenomenon." *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 91(3), 233-244.
- Niemöller, A. (2002). "NIR-Spektren wässriger Lösungen mit Molkenprotein." Bruker Optik GmbH, Ettlingen.
- Nußelt, W. (1909). "Der Wärmeübergang in Rohrleitungen," Habilitationsschrift, Kgl. Sächs. Technische Hochschule, Dresden.
- Oertel, H. (2002). *Prandtl - Führer durch die Strömungslehre*, 11. Ed., Vieweg Verlag, Braunschweig.
- Oulahal-Lagsir, N., Martial-Gros, A., Boistier, E., Blum, L. J., und Bonneau, M. (2000). "The development of an ultrasonic apparatus for the noninvasive and repeatable removal of fouling in food processing equipment." *Letters in Applied Microbiology*, 30(1), 47-52.
- Owusu-Apenten, R. K. (2002). *Food protein analysis: quantitative effects on processing*, Marcel Dekker, Inc., New York.
- Petukhov, B. S., Kurganov, V. A., und Gladuntsov, A. I. (1973). "Heat transfer in turbulent pipe flow of gases with variable properties." *Heat Transfer Soviet Res.*, 5(4), 109-116.
- Petukhov, B. S., und Popov, V. N. (1963). "Theoretical calculation of heat exchange and frictional resistance in turbulent flow in tubes of an incompressible fluid with variable physical properties." *High Temperature*, 1(1), 69-83.
- Pohlhausen, E. (1921). "Der Wärmeaustausch zwischen festen Körpern und Flüssigkeiten mit kleiner Reibung und kleiner Wärmeleitung." *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*, 1(2), 115-121.
- Poling, B. E., Prausnitz, J. M., und O'Connell, J. P. (2001). *The Properties of Gases and Liquides*, Fifth Edition Ed., McGraw-Hill, New York, u.a.
- Prandtl, L. (1944). *Führer durch die Strömungslehre*, Vieweg u. Sohn, Braunschweig.
- Rastogi, N. K., und Raghavarao, K. S. M. S. (2004). "Mass transfer during osmotic dehydration of pineapple: considering Fickian diffusion in cubical configuration." *Lebensmittel-Wissenschaft und -Technologie*, 37(1), 43-47.

- Reynolds, O. (1883). "On the experimental investigation of the circumstances which determine whether the motion of water shall be direct or sinuous, and the law of resistance in parallel channels." *Phil. Trans. Roy. Soc.*, 174, 935-982.
- Richter, W., Krause, I., Graf, C., Sperrer, I., Schwarzer, C., und Klostermeyer, H. (1997). "An indirect competitive ELISA for the detection of cows' milk and caseinate in goats' and ewes' milk and cheese using polyclonal antibodies against bovine γ -caseins." *Zeitschrift für Lebensmitteluntersuchung und -Forschung A*, 204(1), 21-26.
- Ripperger, S. (2004). "Reinigung, Desinfektion und Sterilisation von verfahrenstechnischen Anlagen." *Filtrieren & Separieren*, 18(3), 110-116.
- Röck, M. (2002). "Haftkräfte von Partikeln auf technischen Oberflächen: Theoretische Berechnungen und Vergleich mit dem Experiment," Diplomarbeit, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- u. Apparatekunde, Weihenstephan.
- Rotta, J. C. (1972). *Turbulente Strömungen*, B. G. Teubner, Stuttgart.
- Sakiyama, T., Aya, A., Embutsu, M., Imamura, K., und Nakanishi, K. (2006). "Protease susceptibility of [beta]-lactoglobulin adsorbed on stainless steel surface as evidence of contribution of its specific segment to adsorption." *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 101(5), 434-439.
- Sakiyama, T., Tanino, K., Urakawa, M., Imamura, K., Takahashi, T., Nagai, T., und Nakanishi, K. (1999). "Adsorption characteristics of tryptic fragments of bovine [beta]-lactoglobulin on a stainless steel surface." *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 88(5), 536-541.
- Saravacos, G. D., und Maroulis, Z. B. (2001). *Transport Properties of Foods*, Marcel Dekker, Inc., New York.
- Sauerer, V., Pichert, H., und Wildbrett, G. (1985). "Reinigungsversuche an Milchleitungen aus unterschiedlichen Materialien in einer Modellanlage." *Milchwissenschaft*, 40, 538-541.
- Schautzgy, D. (2005). "Betrachtung der Reinigung als Stoffübergang zwischen Bauteilwand und Reinigungsflüssigkeit zur Qualifizierung des Hygienic Desings," Diplomarbeit, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- Schmitt, S. (2001). "Streng nach Plan." *Pharma + Food*(2), 62-64.
- Schröfl, A. (2001). "Abreinigung von Proteinbelägen auf Edelstahloberflächen als Verschmutzungsmatrix zur Reinigungsvalidierung," Semesterarbeit, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- Schwill-Miedaner, A., Vogel, H., Eichert, U., und Boldt, M. (1997). "Neue Methoden zur Beurteilung des Hygienestatus in Schankanlagen." *Brauwelt*(17), 646-650.
- Seddon, B., McKlay, T., MacKenzie, L., und Kemp, J. S. (1993). "The Use of Viablue and DEFT for the Detection of Yeast, Moulds and Bacteria." *International Biodeterioration & Biodegradation*, 32, 3-18.
- Shapton, D. A. (2001). *Principles and practices for the safe processing of foods*, Woodhead Publ., Cambridge [u.a.].

- Shapton, D. A., und Hinds, W. A. (1963). "The standardisation of a spore count technique." *Chemistry and Industry*, 6, 230-234.
- Shaw, D. A., und Hanratty, T. J. (1977). "Turbulent mass transfer rates to a wall for large Schmidt numbers." *A.I.Ch.E.*, 23(1), 28-37.
- Sherwood, T. K., Pigford, R. L., und Wilke, C. R. (1975). *Mass transfer*, McGraw-Hill, Inc., United States of America.
- Skudder, P. J., Thomas, E. L., Pavey, J. A., und Perkin, A. G. (1981). "Effects of adding potassium iodate to milk before UHT treatment. I. Reduction in the amount of deposit on the heated surfaces." *Journal of Dairy Research*, 48(1).
- Spindler, K., und Balla, Z. (2005). "MHD-Verlängerung." In: *Lebensmitteltechnik*, 20-21.
- Stapf, M. (1993). "Antikörper aus Eidottern als Reagenzien zum Nachweis von bovinem β -Lactoglobulin," Diss., TU München, Lehrstuhl für Milchwissenschaft, Weihenstephan.
- Stein, W. A. (1988). "Eine neue Gleichung für den Wärme- und den Stoffübergang in durchströmten Rohren (Teil 2)." *Forschung im Ingenieurwesen*, 54(5), 161-168.
- Tetra Pak Processing GmbH. (2003). *Handbuch der Milch- und Molkereitechnik*, Verlag Th. Mann, Gelsenkirchen.
- Thonhauser, P. (2005). "CIP-Verifizierung in Echtzeit." *Brauwelt*, 145(22), 685.
- Timperley, D. A. (1981). "Modern cleaning and recovery systems and techniques." *Journal of the Society of Dairy Technology*. 1981, 34(1):, 6-14.
- Toledo, R. T. (1999). *Fundamentals of food process engineering*, 3. Ed., Springer Science and Business Media, New York.
- Tornberg, E. (1979). "The absorption behavior of proteins at an interface as related to their emulsifying properties." *Journal of Science and Food Agricultural*(29), 762-773.
- Truckenbrodt, E. (1976). "Näherungslösungen der Strömungsmechanik und ihre physikalische Deutung." *Zeitschrift für Flugwissenschaften*, 24(4), 177-187.
- Truckenbrodt, E. (1996). *Grundlagen und elementare Strömungsvorgänge dichtebeständiger Fluide*, 4. Ed., Springer Verlag, Berlin.
- Truckenbrodt, E. (1999). *Elementare Strömungsvorgänge dichteveränderlicher Fluide sowie Potential- und Grenzschichtströmungen*, 4. Ed., Springer-Verlag, Berlin.
- Tsiouri, E., Gutmann, M., und Pfeiffer, G. (1994). "Reinigung und Desinfektion in der Brauerei." *Brauwelt*(49), 2624-2626.
- Uptima. (1999). "MicroBC Assay: protein quantification kit." (FT-UP/5860).
- Verein Deutscher Ingenieure (VDI) - Gesellschaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen. (1997). *VDI Wärmeatlas*, 8. Auflage Ed., Springer Verlag, Heidelberg.
- Wagner, M. (1994). "Prinzipien der Polymerase-Kettenreaktion (PCR) und ausgewählte Beispiele ihres Einsatzes in der Lebensmittelindustrie." *Milchwiss. Berichte, Wolfpassing*(119), 99-101.
- Wagner, W. (1981). *Wärmeübertragung*, Vogel-Verlag, Würzburg.

- Walski, T. M. (2002). *Computer applications in hydraulic engineering : connecting theory to practice*, Haestad Press, Waterbury, CT.
- Walz, A. (1966). *Strömungs- und Temperaturgrenzschichten*, G. Braun GmbH, Karlsruhe.
- Weigl, B. (2004). "Trennkkräfte zwischen Mikroorganismen, Partikeln und Oberflächen," Dissertation, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Weihenstephan.
- Welchner, K. (1993). "Zum Ausspülverhalten hochviskoser Produkte aus Rohrleitungen - Wechselwirkung zwischen Produkt und Spülfluid -," Dissertation, TU München, Lehrstuhl für Lebensmittelverfahrenstechnik und Molkereitechnologie, Weihenstephan.
- Welchner, K. (2000a). "Oberstes Gebot." *Pharma + Food*(2), 20-22.
- Welchner, K. (2000b). "Oberstes Gebot." *Pharma + Food*(3), 21-23.
- Wesselingh, J. A., und Krishna, R. (1990). *Mass Transfer*, Ellis Horwood Ltd., Chichester, England.
- Wesselingh, J. A., und Krishna, R. (2000). *Mass transfer in multicomponent mixtures*, 1. ed. Ed., Delft University Press, Delft.
- Xin, H., Chen, X. D., und Özkan, N. (2002). "Whey Protein-Based Gel as a Model Material for Studying Initial Cleaning Mechanisms of Milk Fouling." *Journal of Food Science*, 67(7), 2702-2711.
- Xin, H., Chen, X. D., und Özkan, N. (Year). "A Mathematical Model of the Removal of Milk Protein Deposit." *ECI Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning: Fundamentals and Applications*, Santa Fe, New Mexico, USA.
- Yamin, M. (2003). "Aktive Beeinflussung der Strömung an einer generischen Flügelkonfiguration mit Ablösung und Wiederanlegung," Dissertation, Technischen Universität Berlin, Verkehrs- und Maschinensysteme, Berlin.
- Zierep, J. (1982). *Grundzüge der Strömungslehre*, 2. Ed., G. Braun, Karlsruhe.

12 Abbildungs- und Tabellenverzeichnis

- Abb. 3.1: Zuordnung von Begriffen und Bereichseinteilung in der Lebensmittelherstellung
- Abb. 3.2: Beispielhafte Darstellung der Kontaminationsquellen eines offenen Prozesses und die daraus resultierende Definition der produktberührten Oberfläche [Hofmann, 2006]
- Abb. 3.3: Totbereiche in Rohrleitungen; (a) und (b) sind noch zu reinigen, (c) und (d) sind nicht zu reinigen [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 1993]
- Abb. 3.4: Nicht reinigbare Rohrleitungsverbindung mit Spalten (links) und reinigungsgerecht konstruierte Verbindung (rechts) gemäß den Anforderungen [EHEDG - European Hygienic Engineering & Design Group, 1993]
- Abb. 3.5: Reinigungsstand zur Durchführung des EHEDG Reinigbarkeitstest
- Abb. 3.6: Agar eines Referenzrohres mit gelben Verfärbungen zur Identifikation von Restschmutz
- Abb. 3.7: Einflussfaktoren der Reinigung
- Abb. 3.8: Belagablösung in wässriger Natronlauge ohne Zusätze. Einfluss der NaOH-Konzentrationen [Graßhoff, 1995]
- Abb. 3.9: Mögliche Durchströmung der Rohrleitung entsprechend der Anordnung des T-Stücks [Graßhoff, 1983b]
- Abb. 3.10: Verlauf der Strömung im geradlinig durchströmten T-Stück
- Abb. 3.11: Verlauf der Strömung im T-Stück gemäß Strömungsfall II
- Abb. 3.12: Verlauf der Strömung im T-Stück entsprechend Strömungsfall III
- Abb. 3.13: Axialer Flüssigkeitsaustausch im Totrohr (Strömungsfall I, Totraum stehend) [Graßhoff, 1983a]
- Abb. 3.14: Restsporenmenge in Abhängigkeit von der Rauheit bei unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen; Magermilch-Sporen-Belag; $N_o = 50000/\text{cm}^2$; 0,3% NaOH, $T = 70\text{ }^\circ\text{C}$, $u = 2\text{ m/s}$, $t = 5\text{ min}$ [Hoffmann, 1983] (modifiziert)
- Abb. 3.15: Vorgänge beim Ausspülen hochviskoser Fluide aus Rohrleitungen [Welchner, 1993]
- Abb. 3.16: Stofftransportmechanismen an der Grenzfläche Produkt / Spülfluid [Welchner, 1993]
- Abb. 3.17: Schematische Darstellung der drei Phasen bei der Abreinigung von Molkenproteinablagerungen [Gillham *et al.*, 1999]
- Abb. 3.18: Schematische Darstellung des Abreinigungsverhaltens von Molkenproteinablagerungen [Xin *et al.*, 2003]
- Abb. 3.19: Typischer Reinigungsverlauf einer Molkenproteinschicht auf Edelstahl mit Auftragung der Reinigungsrate über der Reinigungszeit [Xin *et al.*, 2002]
- Abb. 4.1: Konzentrationsausgleich [Atkins, 2006]
- Abb. 4.2: Brown'sche Molekularbewegung [Atkins, 2006]
- Abb. 4.3: Stationäre Diffusion (1. Fick'sches Gesetz) [Cussler, 1997]
- Abb. 4.4: Diffusion eines gelösten Stoffes in ein infinites Medium [Sherwood *et al.*, 1975]. Die angegebenen Zeiten entsprechen einer Diffusion in einer Flüssigkeit mit $D = 10^{-5}\text{ cm}^2/\text{s}$
- Abb. 4.5: Rheogramm von zeitunabhängigen Newtonschen und nicht-Newtonschen Flüssigkeiten [Ibarz und Barbosa-Cánovas, 2003]
- Abb. 4.6: Ein- und ausströmende Massenströme am Volumenelement dV [Oertel, 2002]
- Abb. 4.7: Geschwindigkeitsprofil einer laminaren Rohrströmung [Becker, 1993]
- Abb. 4.8: Geschwindigkeitsprofile bei laminarer und turbulenter Strömung im Rohr [Mersmann, 1986]
- Abb. 4.9: Nikuradsediagramm zur Bestimmung des Verlustbeiwertes λ [Becker, 1993]
- Abb. 4.10: Geschwindigkeitsverteilung zwischen zwei Platten, wobei eine beweglich ist [Fryer *et al.*, 1997]
- Abb. 4.11: Geschwindigkeitsprofil $u=f(y)$ eines Fluids, welches eine Platte überströmt [Mersmann, 1986]

- Abb. 4.12: Geschwindigkeitsprofile bei laminarer und turbulenter Strömung an überströmter Platte [Mersmann, 1986]
- Abb. 4.13: Analogiebetrachtung Platte - Rohr, Geschwindigkeitsverteilungen und Gegenüberstellung der maßgebenden Größen [Truckenbrodt, 1976]
- Abb. 4.14: Entwicklung des Geschwindigkeitsprofils der Rohrströmung [Oertel, 2002]
- Abb. 4.15: Bereichseinteilung turbulenter Strömungsgrenzschichten. Längsangeströmte Platte, (1) viskose Unterschicht, (2) Übergangsschicht, (3) turbulente Schicht. [Truckenbrodt, 1999]
- Abb. 4.16: Konzentrationsgrenzschicht δ und Stoffübergang in einer turbulenten Rohrströmung
- Abb. 4.17: Vergleich der unterschiedlichen Gleichungen zur Berechnung des Wärmeübergangs bei turbulenter Rohrströmung des VDI-Wärmeatlas an exemplarischen Werten (u.a. $Pr = 7$)
- Abb. 4.18: Vergleich der unterschiedlichen Gleichungen zur Berechnung des Wärmeübergangs bei turbulenter Rohrströmung des VDI-Wärmeatlas an exemplarischen Werten (u.a. $Pr = 7000$)
- Abb. 4.19: Vergleich der Gleichungen zur Berechnung der Sherwood-Zahl bei turbulenter Rohrströmung und der Umströmung von Einzelkörpern (Petukhov) (mit $Sc = 2700$)
- Abb. 5.1: Anlagerung von nativem β -Lactoglobulin an Edelstahloberflächen bei Raumtemperatur [Itoh *et al.*, 1995]
- Abb. 5.2: Reaktionsschema des indirekt kompetitiven ELISA
- Abb. 5.3: Restschmutzmengen bei veränderter Verschmutzungszeit, gerades Rohr, Verschmutzung bei Raumtemperatur, Reinigung mit Wasser 14 °C [Kroeber, 2001]
- Abb. 5.4: Restschmutzmengen in verschieden leicht zu reinigenden Bauteilen, Reinigungszeit 30 min mit Kaltwasser [Kroeber, 2001]
- Abb. 5.5: MIR-Absorptionsspektren: Vergleich von Harnstoffpuffer zu Verschmutzungsmatrix in Lauge gelöst
- Abb. 5.6: Reinigungsverlauf von leicht und schwierig zu reinigenden Bauteilen
- Abb. 6.1: Versuchsaufbau zur Bestimmung des Diffusionskoeffizienten: Probennahme mittels Spritze in definierter Diffusionshöhe
- Abb. 6.2: Trübungsmessgerät Turbiscan LabExpert mit Auswertecomputer
- Abb. 6.3: Durchschnittlicher Konzentrationsverlauf des Molkenproteins über der Zeit in Abhängigkeit der Messpunkte
- Abb. 6.4: Kurve $c(\xi, D)$ mit ihrer Anpassungsfunktion
- Abb. 6.5: Screenshot der Softwareanzeige nach Messende: Dargestellt sind alle einzelnen Transmissionsmessungen über der Höhe des Messglases
- Abb. 6.6: Kalibrierkurve des Trübungsmessgerätes mit der Verschmutzungsmatrix
- Abb. 6.7: Konzentrationsverlauf im Messglas bei verschiedenen Zeiten
- Abb. 6.8: Messkurve mit Anpassungsfunktion
- Abb. 7.1: BCA Reaktion [N.N.]
- Abb. 7.2: Durchführung des BCA Protein Tests im Labor
- Abb. 7.3: Beispiel einer Kalibriergeraden
- Abb. 7.4: Verwendete Rohre als Testobjekte
- Abb. 7.5: Reinigungsanlage
- Abb. 8.1: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 0,5$ m/s, Rohr DN 25, Länge 39,5 cm
- Abb. 8.2: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 0,75$ m/s, Rohr DN 25, Länge 39,5 cm
- Abb. 8.3: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 1,0$ m/s, Rohr DN 25, Länge 39,5 cm
- Abb. 8.4: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 1,5$ m/s, Rohr DN 25, Länge 39,5 cm
- Abb. 8.5: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 0,25$ m/s, Rohr DN 50, Länge 79 cm
- Abb. 8.6: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 0,5$ m/s, Rohr DN 50, Länge 79 cm
- Abb. 8.7: Mittlere Reinigungsrate $R(t)$ bei $u = 0,75$ m/s, Rohr DN 50, Länge 79 cm
- Abb. 8.8: Reinigungsrate der Versuchsreihen in Abhängigkeit der Reynolds-Zahl

- Abb. 8.9: Stoffübergangskoeffizient β in Abhängigkeit der Reynolds-Zahl Re
- Abb. 8.10: Sherwood-Zahl Sh über Reynolds-Zahl Re in Abhängigkeit von verschiedenen Diffusionskoeffizienten D
- Abb. 8.11: Zusammenstellung der Sherwood-Gleichungen aus der Literatur
- Abb. 8.12: Darstellung der Abhängigkeit der dimensionslosen Kennzahlen Re , Sh und Sc
- Abb. 8.13: Vergleich der Kurvenverläufe bei unterschiedlicher Schmidt-Zahl. Links $Sc = 11317$ mit $D_{\min} = 1,08 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$, rechts $Sc = 7106$ mit $D_{\max} = 1,72 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$
- Abb. 8.14: Sherwood-Zahl über Wandschubspannung der beiden Rohrgrößen
- Abb. 9.1: Verlauf der Reinigung eines Rohres mit und ohne Totbereich
- Abb. 9.2: Fortschreitende Reinigung bei Vorhandensein eines Totraums und Darstellung des Massenstroms. Links zu Beginn, Schmutzschicht belegt die gesamte innere Oberfläche; rechts am Ende, Rohrleitungsoberfläche ist gereinigt, Schmutz ist nur noch in Toträumen vorhanden, Stoffübergang ist dann deutlich herabgesetzt.

Tabelle 1: Strömungsgeschwindigkeiten der Versuche und die entsprechende Reynoldszahl

Lebenslauf

Name		<u>Jürgen</u> Thilo Hofmann
Anschrift		Fichtenweg 8a 85604 Zorneding
Geburtsdatum		10.05.1971
Geburtsort		Bayreuth
Staatsangehörigkeit		Deutsch
Familienstand		verheiratet
Schulbildung	1981-1991	Graf-Münster-Gymnasium Bayreuth naturwissenschaftlicher Zweig
Schulabschluss	1991	allgemeine Hochschulreife (Abitur)
Wehrdienst	1991-1992	Artilleriebataillon 125, Bayreuth
Studium	1992-1998	TU München Weihenstephan Studiengang: Technologie und Biotechnologie der Lebensmittel
Studienabschluss		Dipl.-Ing. (Univ.)
wissenschaftlicher Mitarbeiter	1999-2000	Lehrstuhl für Maschinen- u. Apparatekunde der TU München Weihenstephan
wissenschaftlicher Assistent, C1	2000-2006	Lehrstuhl für Maschinen- u. Apparatekunde der TU München Weihenstephan
selbstständiger Berater	seit 2006	Hygienic Design Ingenieurbüro Hofmann
wissenschaftlicher Angestellter	seit 2007	Fraunhofer-Institut für Verfahrenstechnik und Verpackung IVV, Freising, Halbtagsstelle
Stipendium	1998-1999	Fleischmann Stipendium
Praktika	1992 1993 1994	Milchhof Bayreuth-Kemnath, Käserei Kemnath Reichelbräu Kulmbach Miller Brewing Company, Cincinnati/Ohio, USA
sonstige Tätigkeit	seit 1992 seit 1999 seit 2001 seit 2004	Mitglied der Studentenverbindung Alt Weihenstephaner Brauerbund, Freising Mitglied der Subgroup Test Methods, EHEDG Executive Committee Member EHEDG Mitglied Normungsgremium CEN TC 153
Lehraufträge		Hygienic Design, TU München Weihenstephan Hygienic Design, ETH Zürich