

Joanna PIEPIÓRKA-STEPUK, Sylwia MIERZEJEWSKA, Mariusz S. KUBIAK  
POLITECHNIKA KOSZALIŃSKA, KATEDRA PROCESÓW I URZĄDZEŃ PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO

## Ocena występowania cząstek stałych w chemicznych roztworach myjących magazynowanych w zbiornikach CIP

Dr inż. Joanna PIEPIÓRKA-STEPUK

Absolwentka Wydziału Mechanicznego Politechniki Koszalińskiej. W roku 2013, z wyróżnieniem uzyskała stopień doktora nauk technicznych w dyscyplinie Inżynieria Żywności. Jest adiunktem w Katedrze Procesów i Urządzeń Przemysłu Spożywczego Wydziału Mechanicznego Politechniki Koszalińskiej. W swojej działalności naukowej zajmuje się procesami mycia i dezynfekcji w zakładach przetwórstwa spożywczego, głównie techniką CIP oraz systemami jakości.

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



Dr inż. Sylwia MIERZEJEWSKA

Absolwentka Wydziału Mechanicznego Politechniki Koszalińskiej. W roku 2011 uzyskała stopień doktora nauk technicznych w dyscyplinie budowa i eksploatacja maszyn. Jest adiunktem w Katedrze Procesów i Urządzeń Przemysłu Spożywczego Wydziału Mechanicznego Politechniki Koszalińskiej. W swojej działalności naukowej zajmuje się procesami mycia i dezynfekcji w zakładach przetwórstwa spożywczego.

e-mail: sylwia.mierzejewska@tu.koszalin.pl



### Streszczenie

W pracy przedstawiono zagadnienia związane z występowaniem zanieczyszczeń w chemicznych roztworach myjących pobranych z zakładów browarniczych z linii chłodzenia brzezki. Badania wykonano w oparciu o metodę *Shadow Sizing*. Do pomiarów wykorzystano kamerę Flow Sence 2M, wyposażoną w matrycę o rozdzielczości 1600×1200 pikseli oraz manualny obiektyw makro Nikkor 50 f.1.8. Na podstawie przeprowadzonych badań uzyskano informacje o ilości i wielkości cząstek stałych osadu występujących w chemicznych roztworach myjących oraz ich wymiarach charakterystycznych. Uzyskane wyniki badań pozwalają twierdzić, że pomiar techniką *Shadow Sizing* może być z powodzeniem wykorzystywany do monitorowania czystości i jakości chemicznych roztworów myjących w czasie ich przechowywania w tankach magazynowych stacji CIP.

**Słowa kluczowe:** chemiczne roztwory myjące, analiza cząstek, shadow sizing.

### Assessment of contamination of particles occurrence in chemical cleaning solutions stored in tanks of CIP

#### Abstract

Cleaning and disinfection processes in brewing, due to the way of production, are carried out in closed piping systems connected with high capacity tanks, heat exchangers and pumps. Cleaning chemical solutions are prepared in the CIP storage tanks and repeatedly used for cleaning. During their use, they are regenerated after the cleaning process, then again returned to the tanks and condensed. It is crucial for the economic aspect of the process (saving chemical preparations) and for environmental protection (minimizing the amount of discharged waste and their negative impact). Cleaning media go through standard control of their conductance, pH and chemical activity. The conducted studies indicate a different kind of threat, namely colloidal suspensions present in solutions recycled to the storage tanks, which once again pollute cleaned installations. The paper presents the results of study of particles' size and their quantity in chemical solutions taken from the production line from brewery. The study was performed based on Shadow Sizing method in DynamicStudio software. FlowSence 2M camera equipped with a 1600×1200 pixels matrix and manual macro lens Nikkor50 f.1.8 was used for the measurements. On the basis of the results the information about volume and amount of the sediment particles in chemical cleaning solution were obtained. The results

Dr inż. Mariusz S. KUBIAK

Obszar działalności badawczej dotyczy szeroko pojętego bezpieczeństwa żywności ze szczególnym zwróceniem uwagi na produkcję wyrobów wędzonych oraz możliwości obniżenia w nich zanieczyszczeń z grupy WWA poprzez wprowadzenie innowacyjnych rozwiązań konstrukcyjnych w komorze wędzarniczej. Interdyscyplinarny charakter zainteresowań obejmuje opracowywanie i aplikację przemysłową technologii innowacyjnych, żywność nowej generacji oraz analizę instrumentalną surowców spożywczych i badania tekstury.

e-mail: mariusz.kubiak@tu.koszalin.pl



obtained show that the Shadow Sizing measurement technique can be successfully used for monitoring the quality of chemical cleaning solutions.

**Keywords:** chemical cleaning solution, particle analysis, shadow sizing.

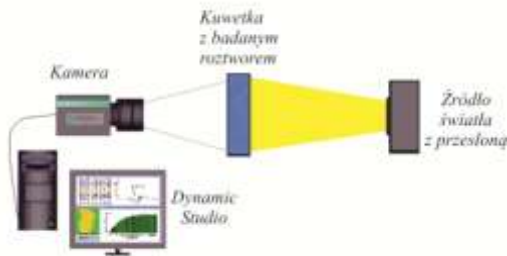
### 1. Wstęp

Procesy mycia i dezynfekcji urządzeń produkcyjnych, stanowią podstawę utrzymania higieny w zakładach przetwórstwa spożywczego. W zależności od specyfiki produkcji, przeprowadza się je różnymi technikami. W wielu gałęziach przemysłu spożywczego: w młeczarstwie, browarnictwie, gorzelnictwie czy w przemyśle owocowo-warzywnym w celu higienizacji urządzeń oraz instalacji przesyłowych prowadzi się mycie w obiegu zamkniętym. Istota tego procesu polega na przepuszczaniu przez instalacje produkcyjne mediów myjących, bez konieczności ich demontażu. Podstawę układu mycia stanowią instalacje rurowe połączone ze zbiornikami, wymiennikami ciepła, pompami, nalewakami itp. Roztwory myjące, wykorzystywane do mycia, są automatycznie dozowane do układu i po zakończonym procesie każdorazowo zwracane do zbiorników stacji CIP. Rozwiązanie minimalizuje koszty związane z zakupem chemicznych środków myjących oraz z ich neutralizacją. Po każdym procesie mycia roztwory chemiczne są regenerowane, zwykle metodą ultrafiltracji i w zbiornikach stacji CIP dotężane. Umożliwia to ich wtórne wykorzystanie w kolejnych zabiegach mycia. Sprawność regeneracji zależy od struktury membrany i wielkości cząstek substancji rozpuszczonej [3].

Długi okres wykorzystywania roztworów myjących (nawet do 8 miesięcy) nie sprzyja procesom mycia. Ich jakość zwykle określana jest laboratoryjnie na podstawie oceny aktywności chemicznej zawartych w nich substancji (wodorotlenek sodu i potasu, kwasy azotowy i fosforowy, kwas nadoctowy etc.), ich stężenia oraz obecności węglanów. Wizualnie oceniana jest również ich barwa i mętność. Na tej podstawie roztwory akceptowane są do dalszego stosowania w procesach mycia. W 2005 roku, Wawrzacz zwróciła uwagę na innego rodzaju zagrożenie związane z wielokrotnym wykorzystaniem roztworów myjących. Wykazała ona bowiem, że w tankach magazynowych środków myjących mogą wytrącać się różne, drobne zanieczyszczenia nieorganiczne, które w kolejnych procesach mycia deponowane są na czyszczonych powierzchniach. W roztworach, za pomocą metod mikroskopowych, zidentyfikowała cząstki wielkości rzędu  $\mu\text{m}$ , łączące się w większe aglomeraty zawieszane w cieczy. Z racji swoich rozmiarów, autorka zalicza je do suspensji koloidalnych, wskazując, że w drodze, tzw. rekontaminacji, mogą one prowadzić do wtórnego zanieczyszczenia mytych instalacji [7].

Identyfikacja występujących w roztworach cząstek stałych, wymaga przeprowadzenia badań, z wykorzystaniem odpowiednich narzędzi badawczych. W tym celu, korzystne jest zastosowanie precyzyjnych i wysoko zawansowanych metod obrazowania, umożliwiających wizualizację i pomiar charakterystycznych wiel-

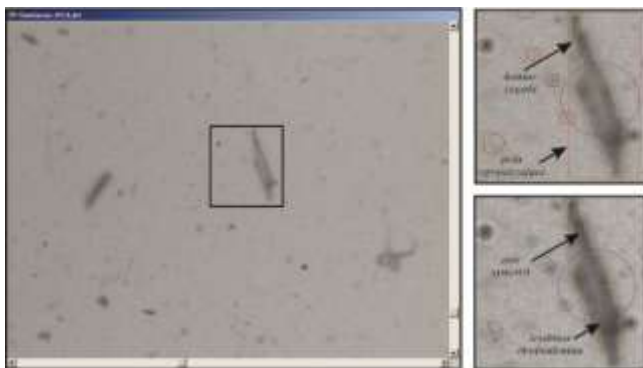
kości cząstek o nieregularnych kształtach. W niniejszej pracy do tego celu zaproponowano metodę *shadow sizing*. Opiera się ona na wysokiej rozdzielczości obrazowania z podświetleniem badanej próby, w wyniku czego, rejestrowany przez kamerę obraz zapisuje cień cząstek znajdujących się w polu obrazowania (rys. 1).



Rys. 1. Schemat stanowiska pomiarowego [Dantec Dynamics]  
Fig. 1. Scheme of the measuring setup [Dantec Dynamics]

Pomiar charakterystycznych wymiarów cząstek określony jest przez płaszczyznę ogniskową i głębnię ostrości systemu obrazowania. Technika ta może być stosowana do analizy różnego typu cząstek w tym pęcherzyków, kropelek cieczy, cząstek stałych i innych obiektów o dobrze zdefiniowanym konturze. W zależności od możliwości zastosowanego układu optycznego możliwe jest badanie wielkości cząstek w skali mikro. Według badań Kapulla i in. (2009) dolna granica pomiaru metodą *Shadow Sizing* umożliwia wykrywanie cząstek o średnicy odpowiadającej 3 pikselom [5]. Najistotniejszym aspektem podczas obrazowania jest oświetlenie. Źródłem światła może być laser impulsowy o specjalnej optyce światła lub światło lampy ledowej. Natężenie światła w układzie oświetlenia powinno być na tyle duże, aby na obrazie profil cząstek był dobrze widoczny a kontrastowość obrazu duża. Zbyt intensywne oświetlenie w tym przypadku jest nie wskazane, gdyż może powodować zafałszowanie rozmiarów samej cząstki, podobnie jak nieodpowiednio rozproszone światło, które negatywnie wpływa na dokładność pomiarów. Ponadto badania należy prowadzić w zaciemnionym pomieszczeniu lub stosować osłony światłochronne w celu wyeliminowanie zewnętrznych źródeł oświetlenia [1, 2].

Oceniane obiekty w płaszczyźnie oświetlenia rzucają cień w polu obrazowania, w wyniku czego na obrazie pojawiają się ciemne pola. Ich wymiarowanie polega na wyznaczeniu krawędzi pomiędzy jasnym a ciemnym polem zapisanego obrazu (rys. 2). Pojedynczo zarejestrowane przez kamerę klatki poddawane są analizie w środowisku DynamicStudio. Zastosowane oprogramowanie umożliwia ocenę badanych cząstek w zakresie ich charakterystycznych wymiarów, takich jak średnica ekwiwalentna, jej kształt, obwód, powierzchnia, dłuższa i krótsza oś symetrii oraz wyznaczony na ich podstawie współczynnik kształtu i geometryczne położenie środka ciężkości [2].

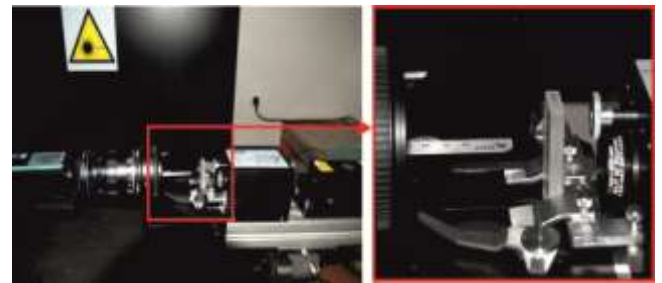


Rys. 2. Pojedyncza klatka zapisana kamerą  
Fig. 2. One frame saved by a camera

W pracy zaproponowano wykorzystanie nowej metody obrazowania cząstek *shadow sizing* do oceny czystości fizycznej roztworów chemicznych, wykorzystywanych do mycia w systemie CIP instalacji browarniczych. W literaturze brakuje badań dotyczących jakości roztworów myjących w aspekcie występujących w nich osadów stałych. Brakuje również informacji o metodach umożliwiających ich ocenę pod tym kątem. Ocenie poddano roztwory kwasu i zasady sodowej wykorzystywane do mycia urządzeń znajdujących się na dziale warzelni. Higiena tego działu ma istotny wpływ na wyprodukowanie dobrej jakości piwa. Powstające tam osady są trudne do usunięcia a ich podstawowy skład stanowią białka, cukry (monocukry i dwocukry) jak również błonnik, skarmelizowane węglowodany, celulozy oraz cząsteczki skrobi [8]. Wykazują one dużą zdolność adhezyjną, co sprzyja ich osadzeniu się na ściankach urządzeń i w konsekwencji stanowi doskonałą pożywkę dla drobnoustrojów. Prowadzi to do obniżenia barwy brzezki i nadaje piwu wodnisty smak i nieczysty zapach [4, 6].

## 2. Materiał i metoda

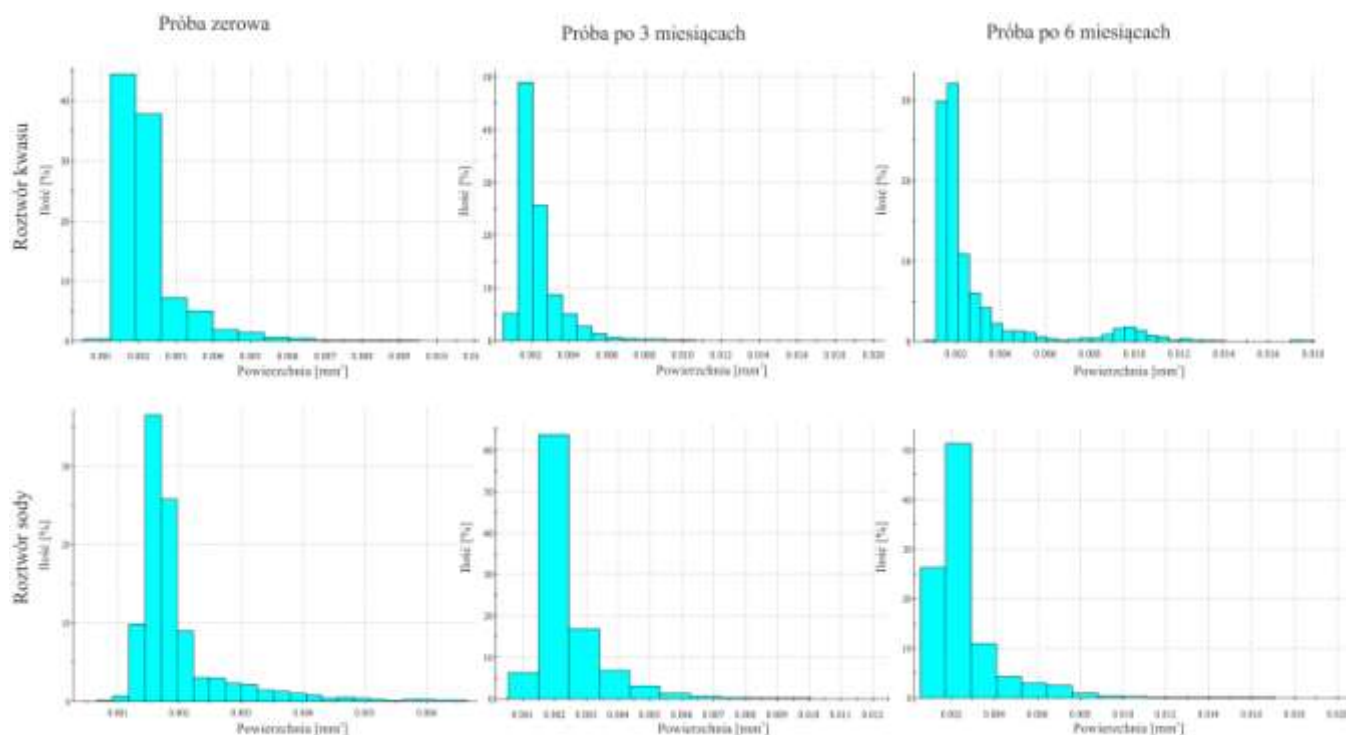
Roztwory pobierano ze zbiorników magazynowych stacji mycia CIP. Zrzut roztworów i mycie zbiorników magazynowych w zakładzie odbywa się zgodnie z harmonogramem procesów mycia, co 6 miesięcy. W tym okresie prowadzono badania. Pierwsze próby pobrano zaraz po napełnieniu i rozтворzeniu środków myjących w zbiornikach, przed ich pierwszym użyciem. Kolejne próby pobierano, co trzy miesiące. Roztwory testowano pod względem ilości występowania w nich osadów oraz ich cech morfometrycznych. Badania prowadzono w oparciu o metodę *Shadow Sizing* na platformie DynamicStudio. Próbkę analizowanych roztworów umieszczano w 2,5 mm kuwecie ze szkła optycznego i oświetlano je jednolicie rozproszonym światłem lasera, o długości fali 532 nm, którego źródło, o mocy 1000 mW, znajdowało się za kuwetą. Przed kuwetą znajdowała się kamera Flow-Sence 2M, wyposażona w matrycę o rozdzielczości 1600×1200 pikseli oraz manualny obiektyw makro Nikkor 50 f.1.8 wraz z zestawem trzech pierścieni pośrednich (rys. 3).



Rys. 3. Stanowisko do pomiaru metodą *Shadow Sizing* z układem pozycjonowania  
Fig. 3. The setup of the measuring by the *Shadow Sizing* method with positioning system

Rozwiązanie umożliwiło uzyskanie dużych powiększeń analizowanego obszaru. Obraz, w pełnej rozdzielczości kamery, zapisywany był jako 8 bitowy a następnie analizowany w środowisku DynamicStudio za pomocą wysoko zaawansowanego algorytmu identyfikacji krawędzi cząstki, w celu jej rozpoznania i opisanie. Na tej podstawie uzyskiwano informacje o wielkości cząstek tworzących się w roztworach myjących oraz ich procentowym udziale.

Całkowita objętość próbki poddawanej ocenie wynikała z objętości kuwety i wynosiła 1,5 ml. Powierzchnia ekspozycji pojedynczego pomiaru wynosiła 0,1875 cm<sup>2</sup>, co wskazuje, że objętość pomiarowa badanego roztworu wynosiła około 0,05 ml. Dla każdego roztworu wykonano po 20 obrazów z częstotliwością zapisu 1 Hz (klatka na sekundę). Badania dla każdego roztworu wykonano w 3 powtórzeniach. Uzyskane wyniki uśredniono i poddano analizie w środowisku DynamicStudio. Ze względu na niejednorodny kształt badanych cząstek, w ocenie uwzględniono ich powierzchnię, długość obu osi symetrii (krótszej i dłuższej) oraz ich średnicę ekwiwalentną, będącą wypadkową osi.



Rys. 4. Zestawienie wyników zmian wielkości powierzchni cząstek w okresie 6 miesięcy

Fig. 4. Statement of results of changes the particles area for 6 months

Na podstawie uzyskanych wyników wykonano wykresy, obrazujące procentowy udział poszczególnych cząstek w badanych roztworach oraz ich zmiany następujące w 6-miesięcznym okresie ich użytkowania.

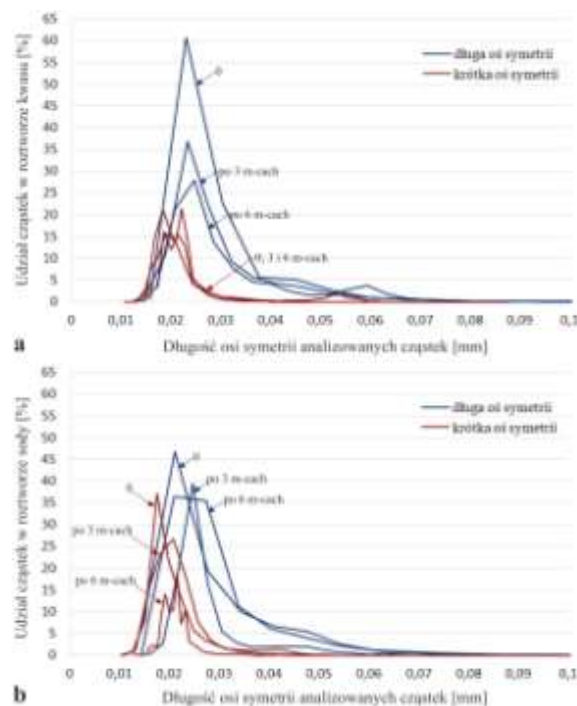
### 3. Wyniki badań i ich analiza

Analizując wyniki badań dotyczące pola powierzchni cząstek można zaobserwować, że w roztworach myjących, zarówno kwaśnych jak i zasadowych, przeważają cząstki o wielkości powierzchni od 0,001 do 0,002 mm<sup>2</sup> (rys. 4).

W początkowym okresie przetrzymywania roztworów, stanowią one około 50% wszystkich cząstek stałych obecnych w roztworach. W 6 miesiącu badań obserwuje się nieznaczny spadek udziału cząstek o tej powierzchni, natomiast pojawiają się cząstki znacznie większe. Zaobserwowano również, że w kolejnych miesiącach prowadzenia badań, powierzchnie cząstek obecnych w badanych roztworach wykazywały tendencję do powiększania się. Zaraz po przygotowaniu roztworów zidentyfikowano cząstki o maksymalnej wielkości powierzchni 0,007 mm<sup>2</sup> natomiast po sześciu miesiącach ich wykorzystywania w procesach mycia ich powierzchnia wzrosła do około 0,018 mm<sup>2</sup>. Może to sugerować obniżenie efektywności procesu regeneracji roztworów lub o zdolności cząstek osadów do koagulacji i tworzenia większych aglomeratów.

Na rysunku 5 przedstawiono wyniki dotyczące długości poszczególnych osi symetrii pomierzonych cząstek osadu, dłuższej i krótszej. Wymiary te podają informacje o kształcie pomierzonych cząstek. Na ich podstawie zaobserwowano, że w badanych roztworach przeważają cząstki o kształcie eliptycznym, przy czym cząstki w roztworach kwaśnych są znacznie dłuższe niż cząstki występujące w roztworach zasadowych. W zerowej próbie roztworu kwasu, aż 60% obecnych cząstek, dłuższą oś symetrii posiada w zakresie 0,02 ÷ 0,04 mm, podczas gdy w roztworze sody, 45%. Udział tych cząstek, w trakcie użytkowania roztworów, obniża się. W zamian tworzą się osady jeszcze bardziej wydłużone. W rezultacie cząstki występujące zarówno w kwasie jak i zasadzie osiągają maksymalną długość 0,06 mm.

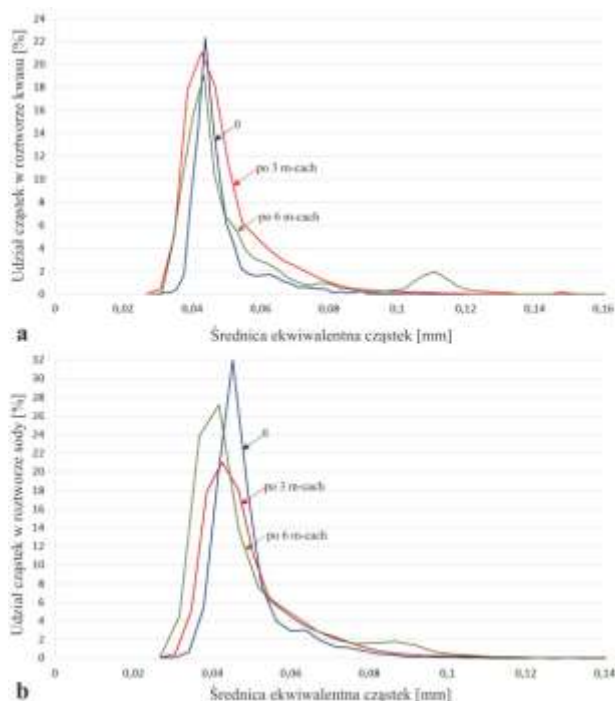
W podobny sposób kształtuje się rozkład krótkich osi symetrii analizowanych osadów. Ich wartości mieszczą się w zakresie 0,01 ÷ 0,025 mm. W całym okresie przetrzymywania roztworów, utrzymują się one na poziomie około 20% dla roztworów kwaśnych i około 25% dla roztworów zasadowych.



Rys. 5. Długość osi symetrii analizowanych cząstek tworzących się w roztworach, a) kwasu; b) sody, w okresie 6 miesięcy

Fig. 5. The length of the symmetry axis of investigated particles which form in the chemical solutions, a) acid; b) soda, in a period of 6 months

Kolejne analizy dotyczyły zmian średnicy ekwiwalentnej pomierzonych cząstek. Wymiar ten jest średnicą zastępczą, opisującą kulistą cząstkę o takiej samej powierzchni, jak zmierzony obiekt. Pomiar tej wielkości charakteryzuje cząstkę dając pośrednią informację o jej wielkości. Wyniki badań średnicy ekwiwalentnej przedstawiono na rysunku 6. W obu badanych roztworach wymiar ten mieści się w granicach od 0,03 ÷ 0,06 mm. Analogicznie do wcześniejszych analiz, zaobserwowano wzrost średnicy ekwiwalentnej następujący w kolejnych miesiącach prowadzenia badań. Potwierdza to wcześniejsze obserwacje sugerujące powiększanie się cząstek osadów w trakcie magazynowania i użytkowania roztworów.



Rys. 6. Średnica ekwiwalentna analizowanych cząstek w roztworach, a) kwasu; b) sody, w okresie 6 miesięcy

Fig. 6. Equivalent diameter of investigated particles which form in the chemical solutions, a) acid; b) soda, in a period of 6 months

## 4. Podsumowanie

Na podstawie przeprowadzonych badań i pomiarów metodą *Shadow Sizing* możliwe było potwierdzenie obecności występujących w chemicznych roztworach myjących cząstek stałych oraz zidentyfikowanie ich ilości i wielkości. Określono charakterystyczne wymiary cząstek, na podstawie których możliwe było zdefiniowanie ich wydłużonego i wrzecionowatego kształtu oraz zmian jakim ulegają w okresie 6-miesięcznego wykorzystywania roztworów w procesach mycia i magazynowania w zbiornikach CIP.

Wyniki badań potwierdzają, że metoda *Shadow Sizing* jest precyzyjną i wysoko zawansowaną metodą obrazowania, umożliwiającą wizualizację i pomiar cząstek tworzących się osadów w roztworach chemicznych. Na jej podstawie możliwa była ocena i wnioskowanie dotyczące ich wielkości i udziału w badanej próbce. Przeprowadzone analizy pozwalają wnioskować, że zastosowana technika pomiarowa z powodzeniem może być wykorzystana do oceny jakości i czystości roztworów myjących.

## 5. Literatura

- [1] Alabrudziński S., Kowalewski T., Suchecki W.: Metoda analizy pola prędkości z uwzględnieniem istnienia dużych obiektów w przepływie <http://www.wsuchecki.pw.plock.pl/ps&pdf/pole-pr-2faz.pdf>, dostęp 2014.
- [2] Dantec Dynamics A/S.: *DynamicStudio*. Przewodnik użytkownika. Publikacja nr 9040U1856. 18-06-2013.
- [3] Gésan-Guizieu G., Boyaval E.: Nanofiltration for the recovery of caustic cleaning-in-place solutions: robustness towards large variations of composition. *Desalination*, vol. 149, s. 127–129, 2002.
- [4] Kądzielski F.: Mycie i dezynfekcja w browarze. *Przemysł fermentacyjny i owocowo-warzywny*, nr 12, s. 19-21, 1996.
- [5] Kapulla R., Tuchtenhagen J., Müller A., Dullenkopf K., Bauer H.J.: Performance Analysis of Different Shadow Sizing Codes, [http://www.its.kit.edu/Veroeffentlichungen\\_2668.php](http://www.its.kit.edu/Veroeffentlichungen_2668.php), dostęp 2014.
- [6] Piepiórka J., Diakun J.: Analiza programów mycia w systemie CIP w browarze. *Inżynieria Rolnicza*, 2 (111), s. 2009, 153-160.
- [7] Wawrzacz B.: Ocena skuteczności mycia linii brzości w oparciu o analizę suspensji koloidalnych w instalacjach CIP. *Inżynieria Rolnicza*, nr 7(82), s. 431-438, 2006.
- [8] Yazdanshenas, M., Soltanieh, M., Nejad, S.A.R.T., Fillaudeau, L.: Cross-flow microfiltration of rough non-alcoholic beer and diluted malt extract with tubular ceramic membranes: Investigation of fouling mechanisms. *Journal of Membrane Science*, 362, n. 1-2, s. 306-316, 2010.

otrzymano / received: 23.06.2014

przyjęto do druku / accepted: 02.09.2014

artykuł recenzowany / revised paper

## INFORMACJE

### Informacja redakcji dotycząca artykułów współautorskich

W miesięczniku PAK od numeru 06/2010 w nagłówkach artykułów współautorskich wskazywany jest autor korespondujący (Corresponding Author), tj. ten z którym redakcja prowadzi wszelkie uzgodnienia na etapie przygotowania artykułu do publikacji. Jego nazwisko jest wyróżnione drukiem pogrubionym. Takie oznaczenie nie odnosi się do faktycznego udziału współautora w opracowaniu artykułu. Ponadto w nagłówku artykułu podawane są adresy korespondencyjne wszystkich współautorów.

Wprowadzona procedura wynika z międzynarodowych standardów wydawniczych.