

# **Abschlussbericht**

## **zu DBU-Projekt „ReMoVe“ - Reinigungsmodellverschmutzungen**

Erhöhung der Ressourceneffizienz von Reinigungsprozessen in der Lebensmittelindustrie durch modulare Modellverschmutzungen

### **Aktenzeichen der DBU:**

AZ 34742/01

### **Institutionen:**

Professur für Verarbeitungsmaschinen/Verarbeitungstechnik, TU Dresden (VAT)

Professur für Lebensmitteltechnik, TU Dresden (LT)

### **Verfasser:**

Dipl.-Ing. Manuel Helbig (VAT)

DLC Kristin Hovorka (LT)

Dr.-Ing. Susann Zahn (LT)

### **Projektlaufzeit:**

01.03.2021 - 31.08.2023

Dresden, 30.11.2023

## Inhaltsverzeichnis

1	Zusammenfassung .....	5
2	Bericht.....	6
	a) Einführung/Motivation .....	6
	b) Methodik/Vorgehensweise/Projektablauf.....	8
	c) Projektergebnisse .....	9
	Reinigungsverhalten ausgewählter Milchprodukte .....	9
	Reinigungsverhalten der Modellverschmutzungen.....	13
	Verfahren zur Charakterisierung der Verschmutzungen.....	18
	Industrielle Erprobung .....	30
	d) Öffentlichkeitsarbeit/Veröffentlichungen/Vorträge.....	36
	e) Fazit/Ausblick .....	37
3	Literaturangaben .....	39
4	Anlagen.....	40

## Abbildungsverzeichnis

Abb. 1	Reinigungsmechanismen .....	7
Abb. 2	Versuchsaufbau zur Bestimmung des Reinigungsverhaltens. (a) Fließschema und (b) Strömungskanal mit quadratischem Strömungsquerschnitt. ....	10
Abb. 3	Bildreihen von zwei Milchprodukten während der Reinigung mit entionisiertem Wasser bei 25 °C. ....	11
Abb. 4	Reinigungsverlauf von High-Protein-Pudding (HP), Pudding (Pu) und Soja-Joghurt (SJ).....	11
Abb. 5	Reinigungszeit $t_{90}$ und Reinigungsmechanismus der untersuchten Milchprodukte. ....	12
Abb. 6	(a) Skizze zur Zusammensetzung der MoVe; (b) Herstellungsverfahren MoVe...	14
Abb. 7	MoVe nach der Trocknung über Nacht unter Normklima.....	14
Abb. 8	Bildreihen von zwei MoVe während der Reinigung mit entionisiertem Wasser bei 25 °C.....	15
Abb. 9	Reinigungsverlauf der MoVe M.J.X15 und M.J.G10 als zeitliche Veränderung der skalierten Fluoreszenzintensität für unterschiedliche Versuche (V1 – V4) in Kontakt mit entionisiertem Wasser bei 25 °C.....	15
Abb. 10	Übersicht der Reinigungszeit $t_{90}$ und des Reinigungsmechanismus der MoVe in Abhängigkeit der Grundstoffe (Milch M, Joghurt J, Quark Q) und des Verdickungsmittelgehaltes. ....	16
Abb. 11	Einfluss der Verdickungsmittel in Kombination mit Milch bzw. Milch + Joghurt als Grundstoffe auf die Reinigungszeit.....	17
Abb. 12	Reinigungszeit $t_{90}$ und Reinigungsmechanismus der untersuchten Milchprodukte und ausgewählter MoVe.....	17
Abb. 13	(a) Schematische Darstellung des Messverfahrens zur Bestimmung der Abzugskraft; (b) repräsentative Kraft-Weg-Kurven $F/b$ während des Abziehens von zwei MoVe nach dem Einwirken in entionisiertem Wasser für 5 min. ....	19
Abb. 14	Normierte Abzugskraft der Milchprodukte und ausgewählter MoVe in Abhängigkeit der Einwirkdauer. Die Pfeile repräsentieren das tendenzielle Interaktionsverhalten der Verschmutzung gegenüber entionisiertem Wasser bei 25 °C.....	19
Abb. 15	Reinigungszeit als Funktion der mittleren Abzugskraft der vollständig gereinigten Milchprodukte (SK Schmelzkäse, Pu Pudding, HP High-Protein-Pudding) und ausgewählter MoVe (MoVe) mit Guarkernmehl (G) bzw. Xanthan (X).....	20
Abb. 16	Gegenüberstellung des Ablöseverhaltens bei Abzugsmessungen und des Reinigungsmechanismus.....	21
Abb. 17	Fließverhalten der Modellverschmutzungen.....	22

Abb. 18 Reinigungszeit $t_{90}$ als Funktion der Viskosität $\eta$ der MoVe bei einer Scherrate $\gamma$ von (a) $0,1 \text{ s}^{-1}$ und (b) $12,6 \text{ s}^{-1}$ und den jeweils resultierenden Bereichen der Schubspannung $\sigma$ .....	22
Abb. 19 (a) Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Rheologie quellender Schichten; (b) Beispielhafte Verläufe für $G'$ und $G''$ über der Messzeit für HP nach 120 s und 1200 s Einwirkdauer .....	23
Abb. 20 (a) Dekadischer Logarithmus des komplexen Schubmoduls $ G^* $ und (b) Verlustfaktor $\tan \delta$ , ermittelt aus den rheologischen Messungen der quellenden Verschmutzungsschichten nach 2 bzw. 20 min Einwirkdauer, dargestellt als Messpunkt 80 s nach Start der Oszillation ( $n=3$ ).....	24
Abb. 21 Schichtdickenänderung einer MoVe mit Xanthan in Kontakt mit entionisiertem Wasser bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$ . .....	25
Abb. 22 Relative Schichtdickenänderung der Milchprodukte und ausgewählter MoVe in Abhängigkeit der Einwirkdauer $t_{\text{quell}}$ .....	26
Abb. 23 Schematischer Versuchsaufbau zur Bestimmung der Massenänderung $\Delta m$ von konditionierten Schmutzschichten .....	26
Abb. 24 (a) Relative Massenänderung der Milchprodukte und (b) ausgewählter MoVe in Abhängigkeit der Einwirkdauer $t$ und Kontakt mit entionisiertem Wasser bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$ .....	27
Abb. 25 Zusammenhang der relativen Schichtdickenänderung zur relativen Massenänderung der Milchprodukte (a) und ausgewählter MoVe (b) für Einwirkdauern von 2–20 min mit entionisiertem Wasser bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$ .....	28
Abb. 26 Ergebnis der Hauptkomponentenanalyse mit den Zielgrößen Reinigungszeit $t_{90}$ , mittlere Abzugskraft $F_b$ , komplexer Schubmodul $ G^* $ , Verlustfaktor $\tan \delta$ , Schichtdickenänderung $\Delta h$ , Massenänderung $\Delta m$ und den Datenpunkten für die 13 einbezogenen Datensätze.....	29
Abb. 27 (a) Versuchsaufbau zur industriellen Erprobung; (b) Übersicht ausgewählter reinigungskritischer Stellen.....	31
Abb. 28 Visuelle Beurteilung der Proteinrückstände anhand des Medi-Check-Stiftes (Hygiene International Ltd.).....	32
Abb. 29 Ergebnisse Proteinnachweis und visuelle Beurteilung untersuchter reinigungskritischer Stellen.....	32
Abb. 30 (a) Auftrag einer MoVe mittels Rakeldüse und (b) das resultierende Flächenverschmutzungsgewicht ( $FVG$ ) und (c) die Breite der Streifen der MoVe nach der Trocknung unter Normklima.....	33
Abb. 31 (a) Versuchsaufbau der Spritzreinigung mit einer Flachstrahldüse .....	34
Abb. 32 Bildreihen der Reinigung von zwei MoVe im direkten Auftreffbereich (ROI) von Leitungswasser bei $21 \text{ }^\circ\text{C}$ unter Verwendung einer Flachstrahldüse .....	35

Abb. 33 (a) Reinigungsverlauf der MoVe M.J.X15 und M.J.G10 als zeitliche Veränderung der gemittelten, gereinigten Fläche im Auftreffbereich (ROI) des Flachstrahls(b) Entsprechende Reinigungszeiten im Kanal und (c) bei der Spritzreinigung. .... 35

## Tabellenverzeichnis

Tab. 1	Nährwertangaben entsprechend den Produktverpackungen der ausgewählten Milchprodukte. ....	9
Tab. 2	Versuchsablauf industrielle Erprobung.....	31

# 1 Zusammenfassung

Im Maschinen- und Anlagenbau werden gegenwärtig zur Auslegung von Reinigungsprozessen vor Produktionsbeginn Tests mit leicht zu reinigenden Testverschmutzungen durchgeführt, die das Reinigungsverhalten realer Produkte unzureichend widerspiegeln. Reale Produkte können jedoch meist nicht genutzt werden, da sie vielfach nur durch spezifische Produktionsschritte hergestellt und nicht oder nur schwer detektiert werden können. Um dennoch die Produktsicherheit zu gewährleisten, werden nachfolgend die Reinigungsprozesse bei der Lebensmittelproduktion überdimensioniert und somit unnötig viel Trinkwasser, Energie und Chemikalien verbraucht.

Ziel des Forschungsprojektes war es, anwendungsbereite, reproduzierbar herstellbare und gut zu detektierende Modellverschmutzungen aus einfachen Grundstoffen für unterschiedliche Reinigungsverhalten von Lebensmitteln am Beispiel von Milchprodukten zu entwickeln. Deren Nutzung ermöglicht perspektivisch eine umweltschonende und ressourceneffiziente Auslegung und Optimierung industrieller Reinigungsprozesse bereits im Planungsstadium beim Maschinen-/Anlagenbauer.

Der Stand der Forschung zeigt, dass das Reinigungsverhalten durch den Reinigungsmechanismus und durch die Hartnäckigkeit des Abtrags der Verschmutzung geprägt ist. Weiterhin werden reinigungsrelevante Eigenschaften, die das Interaktionsverhalten von Verschmutzung und Reinigungsflüssigkeit beschreiben, zunehmend erforscht.

Anhand von Reinigungsuntersuchungen, in einem Strömungskanal, an ausgewählten Milchprodukten, sowie der Bestimmung reinigungsrelevanter Eigenschaften (mittlere Abzugskraft, rheologische Eigenschaften, Schichtdicken- und Massenänderung) von Schmutzschichten nach Kontakt mit Reinigungsflüssigkeit wurde ein Portfolio an Modellverschmutzungen erarbeitet. Als Basis dient Milch, der Reinigungsmechanismus (*adhäsives Abtrennen, diffusives Auflösen/kohäsives Trennen*) und die Hartnäckigkeit (Reinigungsaufwand) können mittels Variation der Verdickungsmittel Xanthan und Guarkernmehl, sowie dem Einbringen von Joghurt und Quark eingestellt werden.

Ausgewählte Modellverschmutzungen wurden als Testprodukt im industriellen Umfeld in einem geschlossenen System sowie mittels Applikation mit einer Rakeldüse als Möglichkeit zur örtlichen Beurteilung von reinigungskritischen Stellen erfolgreich erprobt. Maschinen- und Anlagenbauer können nun entsprechend der zu erwartenden Eigenschaften der milchbasierten Verschmutzung gezielt eine Modellverschmutzung auswählen und damit einzelne Bauteile sowie das Zusammenspiel aus Reinigungstechnik, Reinigungsparametern und Verschmutzung noch vor Produktionsbeginn testen und optimieren. Das prinzipielle Vorgehen zur Entwicklung von Modellverschmutzungen kann analog auf weitere Produktgruppen anderer Branchen übertragen werden und perspektivisch im gesamten Lebensmittelbereich eine umweltschonendere Auslegung von Reinigungsprozessen ermöglichen.

## 2 Bericht

### a) Einführung/Motivation

Reinigungsprozesse in lebensmittelproduzierenden Unternehmen müssen dem Anspruch gerecht werden, die Produktsicherheit zu gewährleisten. Reinigungsprozesse werden aus Gründen der Risikominimierung daher häufig überdimensioniert. Dies führt zu einem unnötig hohen Verbrauch an Trinkwasser, Energie, Chemikalien sowie hohen Abwassermengen und hohen CO<sub>2</sub>-Emissionen für die Energiebereitstellung. Bei Haushaltsgeschirrspülern erfolgt seit mehr als drei Jahrzehnten eine systematische Optimierung der benötigten Ressourcen anhand standardisierter Tests mit ausgewählter Testverschmutzungen, die eine objektive Bewertung des Reinigungserfolgs gestatten. Der Energieverbrauch hat sich inzwischen mehr als halbiert und der Wasserverbrauch um ca. 70 % gesenkt<sup>1</sup>. Dies zeigt das immense Potential bei Anwendung vergleichbarer Tests für eine ressourcenschonende Reinigung bei der Lebensmittelproduktion. Zur Auslegung von Reinigungsprozessen seitens des Maschinen- und Anlagenbaus im lebensmittelproduzierenden Bereich werden aktuell leicht zu reinigende Testverschmutzungen genutzt, wie z.B. Riboflavinlösungen (VDMA-Merkblatt) oder RET-Medium für den Sprühschattentest (Oliver-Daumen, B.P.). Diese Tests untersuchen jedoch lediglich die grundsätzliche Erreichbarkeit aller zu reinigenden Oberflächen durch die Reinigungsflüssigkeit. Die leicht zu reinigenden Testverschmutzungen widerspiegeln nicht die Komplexität des Abtrags realer Produkte des Lebensmittelbereiches. Diese können für derartige Versuche aber zumeist nicht direkt genutzt werden, da sie vielfach nur durch spezifische Produktionsschritte hergestellt bzw. nicht oder schwer detektiert werden können.

Ziel des Forschungsprojektes war es daher, anwendungsbereite, reproduzierbar herstellbare und gut zu detektierende Modellverschmutzungen aus einfachen Grundstoffen für unterschiedliche Reinigungsverhalten von Lebensmitteln zu entwickeln. Nach aktuellem Stand der Forschung lässt sich das Reinigungsverhalten durch den Reinigungsmechanismus und durch die Hartnäckigkeit des Abtrags der Verschmutzung im jeweiligen Reinigungssystem beschreiben. Köhler et al. (2019) nennt vier grundlegende Reinigungsmechanismen im Kontext der Nassreinigung von lebensmittelbasierten Verschmutzungen. Dabei werden folgende Reinigungsmechanismen unterschieden: (a) *adhäsives Abtrennen*, (b) *diffusives Auflösen* bzw. *kohäsives Trennen*, sowie (c) *viskoses Verschieben* (Abb. 1). Als *adhäsiv* wird das Abtrennen einer Verschmutzung durch Überwindung der Adhäsionskräfte zwischen dieser und dem Substrat definiert. *Diffusives Auflösen* der Schmutzschicht erfolgt anhand von Diffusionsprozessen. Ein durch äußere Kräfte verursachter Trennprozess der Bindungskräfte innerhalb der Verschmutzungsschicht und dem anschließenden Abtransport von größeren, abgetrennten Bestandteilen wird als *kohäsiv* bezeichnet. *Viskoses Verschieben* erfolgt durch einen Abtransport der Verschmutzung mittels Schubkräften (Wegfließen). Die Reinigungsmechanismen *diffusives Auflösen* und *kohäsives Trennen*

---

<sup>1</sup> <https://www.umweltbundesamt.de/publikationen/energiesparen-im-haushalt>, Zugriff 3.2.2022

können mit bisherigen Methoden zur Detektion des Reinigungsverlaufes nicht klar unterschieden werden. Abgeleitete Schlussfolgerungen zur Optimierung der Reinigung sind aber weitestgehend identisch, weshalb diese zwei Reinigungsmechanismen zusammen betrachtet werden.

Die Reinigungsmechanismen ergeben sich aus der Interaktion der Hauptfaktoren der Reinigung (Verschmutzung, Reinigungsflüssigkeit, Reinigungsgut) und dem Zusammenwirken der Grundvorgänge bei der Reinigung (Transportvorgänge, chemisch-physikalische Vorgänge, chemische Reaktionen und mechanische Vorgänge). Im Fokus dieses Forschungsvorhabens stand daher sowohl die Entwicklung von Modellverschmutzungen (MoVe) mit unterschiedlichen Reinigungsmechanismen und Hartnäckigkeiten als auch die Etablierung von Verfahren zur Abschätzung des Interaktions- und Reinigungsverhaltens zwischen Verschmutzung und Reinigungsflüssigkeit.

Mit Kenntnis des vorherrschenden Reinigungsmechanismus und der Hartnäckigkeit einer Verschmutzung können Maschinen- und Anlagenbauer perspektivisch eine MoVe gezielt auswählen und bereits einzelne Bauteile sowie das Zusammenspiel aus Reinigungstechnik, Reinigungsparametern und Verschmutzung noch vor Produktionsbeginn testen und optimieren. Es ist zu erwarten, dass vergleichbar zu den Entwicklungstrends bei Haushaltsgeschirrspülmaschinen der Wettbewerb zwischen Maschinen- und Anlagenbauern bzgl. ressourcenschonender Reinigung gefördert wird.

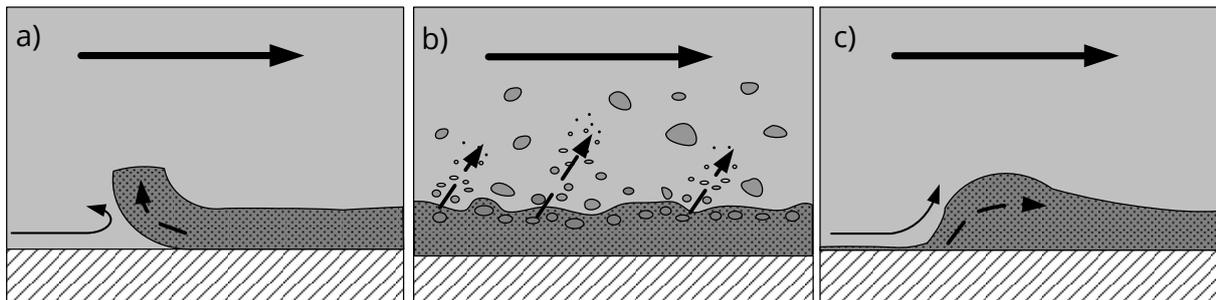


Abb. 1 Reinigungsmechanismen, (a) *adhäsives Abtrennen*, (b) *diffusives Auflösen* bzw. *kohäsives Trennen*, (c) *viskoses Verschieben* (nach Köhler et al., 2019)

## b) Methodik/Vorgehensweise/Projektablauf

### *Projektablauf*

Um die gesteckten Ziele zu erreichen, wurde zunächst das Reinigungsverhalten von ausgewählten Milchprodukten hinsichtlich der zugrundeliegenden Reinigungsmechanismen sowie der Hartnäckigkeit in Form der Reinigungszeit analysiert. Im Anschluss erfolgte die Synthese von MoVe, mit dem Kernanspruch, die vorherrschenden Reinigungsmechanismen der milchverarbeitenden Industrie in jeweils mindestens zwei unterschiedlichen Hartnäckigkeiten abzubilden. Dabei sollte die Komplexität in ihrer Zusammensetzung möglichst gering sein und standardisierte Grundstoffe aus der Milchverarbeitung wie H-Milch, Joghurt oder Quark genutzt werden, um deren Herstellung für die industrielle Anwendung praktikabel zu halten.

Zur Auswahl passender MoVe perspektivischer Reinigungstest industrieller Anlagen fehlen oftmals die Kenntnisse zum Reinigungsverhaltens der spezifischen Lebensmittelverschmutzungen. Daher wurden außerdem Verfahren hinsichtlich ihrer Eignung zur Charakterisierung des Reinigungsverhaltens bewertet. Hierzu wurden sowohl die ausgewählten Milchprodukte, als auch einige der erarbeiteten MoVe genutzt.

Abschließend wurde die Anwendung einzelner MoVe im industriellen Umfeld getestet. Zum einen wurde eine MoVe als Produkt in einer Abfüllanlage genutzt, um einerseits reinigungskritische Stellen in der Anlage durch die anschließende Reinigung zu identifizieren und andererseits die Reinigungswirkung unterschiedlicher Reinigungsverfahren zu vergleichen.

In einer zweiten Untersuchung wurde die Übertragbarkeit der Ergebnisse aus der Erprobung im Strömungskanal (geschlossenes Reinigungssystem) auf die Spritzreinigung (offenes Reinigungssystem) erforscht. Dazu wurde das Reinigungsverhalten von zwei MoVe mit einer differenzierten Charakteristik im Strömungskanal bei der Belastung durch einen Flachstrahl ermittelt. Zu diesem Zweck wurde außerdem eine Lösung zur industrietauglichen Applikation an ebenen, freizugänglichen Oberflächen erarbeitet.

## c) Projektergebnisse

### Reinigungsverhalten ausgewählter Milchprodukte

#### Produktauswahl

Für die Produktauswahl wurden in Vorversuchen zunächst unterschiedliche Milchprodukte hinsichtlich reinigungsrelevanter Eigenschaften und Reinigungsverhalten beurteilt. Dabei wurden unterschiedliche Fett-, Kohlenhydrat- und Proteingehalte berücksichtigt. Aus anfangs 11 ausgewählten Milchprodukten (Joghurt, Pudding, High-Protein-Pudding, Frischkäse, Schmelzkäse, Milchgetreidebrei, Quarkcreme etc.) wurden letztlich sieben repräsentative Produkte einzelner Hersteller ausgewählt, vgl. Tab. 1. Mit Soja-Joghurt wurde auch ein Vertreter mit einer alternativen Proteinquelle einbezogen.

Hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung wiesen High-Protein-Pudding (HP) sowie Joghurt (Jo), Soja-Joghurt (SJ) und Quark (Qu) im Vergleich zu den anderen Produkten einen hohen Proteingehalt auf. Ausgesprochen fettreiche Vertreter waren Quark, Frischkäse (FK) und Schmelzkäse (SK). Besonders hervorzuheben war der hohe Salzgehalt des Schmelzkäses aufgrund der enthaltenen Schmelzsalze. Weitergehend wurden die nicht löslichen Kohlenhydratbestandteile (Nicht-Zucker und Ballaststoffe), welche möglicherweise als Verdickungsmittel wirken, ermittelt. Der Nicht-Zucker-Anteil wurde rechnerisch aus der Differenz von Kohlenhydrat- und Zuckergehalt bestimmt. Nicht lösliche Kohlenhydrate lagen in den Produkten Pudding, High-Protein-Pudding und Soja-Joghurt vor. Hierbei handelte es sich entsprechend den Zutatenlisten um die Verdickungsmittel Carrageen, Stärke bzw. modifizierter Stärke, sowie Pektin.

Tab. 1 Nährwertangaben entsprechend den Produktverpackungen der ausgewählten Milchprodukte. Die beiden jeweils höchsten Werte für den Fett-, Kohlenhydrat- und Proteingehalt wurden fett und farbig markiert.

Milchprodukt	TM in g/ 100 g	Nährwerte in g/ 100 g TM					
		Fett	Kohlen- hydrat	Nicht- Zucker	Ballast- stoffe	Protein	Salz
Pudding	26,6	26,6	60,8	11,4	1,9	10,3	0,5
High-Protein-Pudding	27,8	7,1	40,1	16,3	0,0	50,8	1,9
Joghurt (3,5 % Fett)	15,1	28,1	38,6	0,0	0,0	32,2	1,1
Soja-Joghurt	10,8	23,8	21,8	0,0	10,4	41,5	2,6
Quark (40 % Fett in TM)	26,3	44,2	16,4	0,0	0,0	38,9	0,4
Sahniger Frischkäse*	32,0	75,1	9,0	0,0	0,0	13,5	2,4
Schmelzkäse**	45,6	52,4	22,8	4,3	0,0	19,6	5,2

Kohlenhydrat > 40 g/ 100 g

Protein > 30 g/ 100 g

Fett > 40 g/ 100 g

Salz > 5 g/ 100 g

\* Doppelrahmstufe

\*\* Sahne, Rahmstufe

## Probenherstellung

Für die nachfolgenden Reinigungsversuche, sowie Methoden zur Beschreibung reinigungsrelevanter Eigenschaften der Verschmutzungen wurden die zuvor kühl gelagerten Milchprodukte zunächst durch Rühren homogenisiert. Der Probenauftrag auf die mit Wasser und Ethanol gereinigten Substrate aus kaltgewalztem Edelstahl erfolgte durch Rakeln gemäß Köhler et al. (2021) bei Raumtemperatur mit einer definierten Ausgangsschichtdicke von  $h_{\text{wet}} = 0,5 \text{ mm}$  (für Reinigungsversuche exemplarisch auch mit  $h_{\text{wet}} = 1,0 \text{ mm}$ ). Anschließend wurden die Proben mindestens 16 h in einem Klimaschrank bei Normklima (23 °C, 50 % relative Luftfeuchte) bis zur Verwendung in den nachfolgenden Versuchen gelagert.

## Reinigungsversuche ausgewählter Milchprodukte

Zur Bestimmung des Reinigungsverhaltens der ausgewählten Milchprodukte und späteren MoVe wurde der in Abb. 2 dargestellte Versuchsaufbau verwendet. Dazu wurden die zuvor verschmutzten und getrockneten Substrate ( $13 \times 9,1 \text{ cm}^2$ ) in einem Strömungskanal mit quadratischem Strömungsquerschnitt integriert, dessen optische Zugänglichkeit durch ein einseitiges Sichtfenster gewährleistet war. Die Detektion des Reinigungsfortschrittes erfolgte über die kameragestützte Erfassung der Fluoreszenz der Schmutzschicht nach Aktivierung im ultravioletten (UV) Lichtspektrum. Die ausgewählten Milchprodukte zeigten die dafür notwendige Eigenfluoreszenz auf, siehe Anlage 1. Für die Reinigungsversuche wurde entionisiertes Wasser mit einer Temperatur von 25 °C und einer Strömungsgeschwindigkeit von 1,0 m/s genutzt.

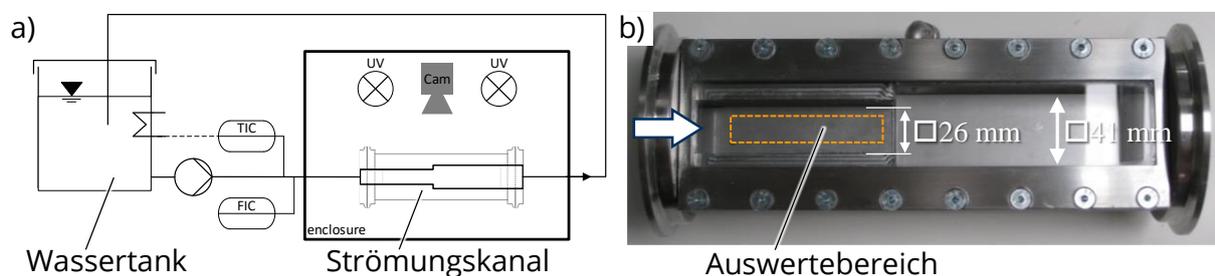


Abb. 2 Versuchsaufbau zur Bestimmung des Reinigungsverhaltens. (a) Fließschema und (b) Strömungskanal mit quadratischem Strömungsquerschnitt.

In Abb. 3 sind repräsentative Auszüge der Bildreihe der Reinigung von High-Protein-Pudding und Pudding dargestellt. Abb. 3a zeigt eine kontinuierliche Abnahme der Fluoreszenzintensität und die damit verbundene Abnahme der Schmutzschichtdicke von High-Protein-Pudding, was auf *diffusives Auflösen* oder *kohäsives Trennen* von Schmutzbestandteilen hinweist. Abb. 3b hingegen zeigt ein abruptes Abtrennen von Pudding in Form größerer Stücke unmittelbar vom Untergrund, wobei chemisch-physikalische Vorgänge die adhäsiven Haftkräfte zur Substratoberfläche reduzieren. Die Intensitätsabnahme bis zu diesem Zeitpunkt ( $t = 13,5 \text{ min}$ ) lässt darüber hinaus ein *diffusives Auflösen* spezifischer Bestandteile aus der kompakten Schmutzmatrix vermuten. Die Bildreihen dienen zudem der Analyse des Reinigungsverlaufs. Da Grundvorgänge wie die Benetzung oder die Quellung der Verschmutzung durch den Kontakt mit der Reinigungsflüssigkeit die Eigenfluoreszenz

beeinflussen können, wurde im gleichen experimentellen Aufbau die zeitliche Veränderung der Eigenfluoreszenz der Milchprodukte durch den Kontakt mit einer ruhenden Flüssigkeitssäule der Reinigungsflüssigkeit erfasst.

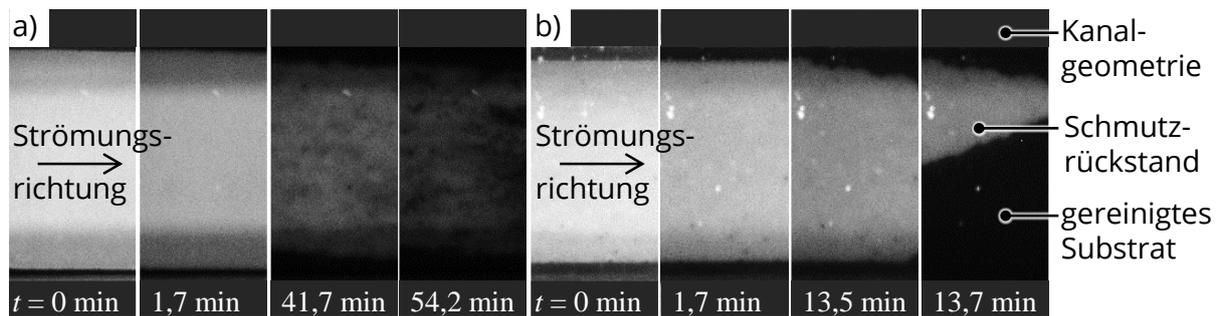


Abb. 3 Bildreihen von zwei Milchprodukten während der Reinigung mit entionisiertem Wasser bei 25 °C. (a) kohäsives Trennen von High-Protein-Pudding; (b) adhäsives Abtrennen von Pudding

Um diese Einflüsse zu korrigieren, wird der Verlauf der Intensität der Reinigung mit dem Intensitätsverlauf ohne Strömungseinfluss normiert. Abb. 4 zeigt die korrigierten Fluoreszenzintensitäten von High-Protein-Pudding, Pudding und Soja-Joghurt über der Zeit, wobei ein Wert von 1 einer vollständig verschmutzten Probe entspricht. Weitere Details zur Bildauswertung können Helbig et al. (2015) und Kricke et al. (2021) entnommen werden. Wie bereits die Bildreihe in Abb. 3 suggeriert, zeichnet sich der Reinigungsverlauf von High-Protein-Pudding in Abb. 4a durch eine kontinuierliche Abnahme der Fluoreszenzintensität aus, was auf ein *diffusives Auflösen* bzw. *kohäsives Trennen* hindeutet. Dem gegenüber ist die Reinigung von Pudding durch ein *adhäsives Abtrennen* gekennzeichnet, was sich in dem stufenartigen Reinigungsverlauf äußert, siehe Abb. 4b. Stellvertretend für Joghurt, Quark und Frischkäse zeigt Abb. 4c den Reinigungsverlauf von Soja-Joghurt, der sich durch eine nahezu konstante Fluoreszenzintensität auszeichnet. Die anfängliche Reduktion und spätere leichte Zunahme der Intensität lässt sich auf zeitlich differenzierte Diffusions- und Quellvorgänge bei der Messung mit (Reinigungsversuch) und ohne (Quellungsversuch) Strömungseinfluss begründen. Als Maß für die Hartnäckigkeit der jeweiligen Verschmutzung wurde die Reinigungszeit  $t_{90}$  ermittelt, bei der eine Restschmutzmenge von 10 % unterschritten wurde.

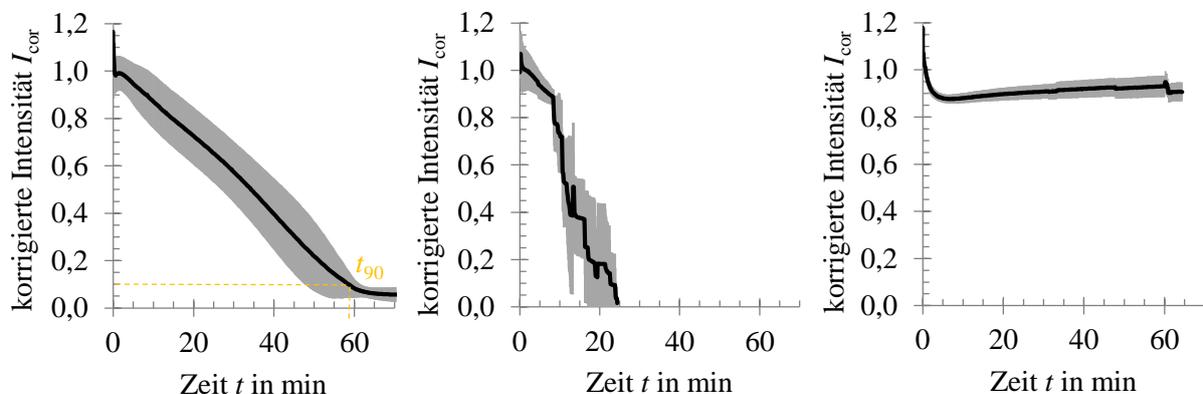


Abb. 4 Reinigungsverlauf von High-Protein-Pudding (HP), Pudding (Pu) und Soja-Joghurt (SJ) als zeitliche Veränderung der gemittelten, korrigierten Fluoreszenzintensität. Grauer Bereich entspricht der Standardabweichung von vier Messungen.

Zusammenfassend zeigt Abb. 5 die ermittelte Reinigungszeit  $t_{90}$  der sieben Milchprodukte. Gegenüber High-Protein-Pudding und Pudding wurde Schmelzkäse am zügigsten von dem Substrat entfernt. Dabei lag ein *diffusives Auflösen* und *kohäsives Trennen* vor, was in der guten Wasserlöslichkeit der Proteine aufgrund der einwirkenden Schmelzsalze begründet ist (Lee et al. 2003; Ney und Wirotama 1970). Die anderen vier Milchprodukte konnten stattdessen im betrachteten Zeitraum von bis zu 1,5 h nicht vom Substrat entfernt werden. Die aufgebrachte Belastung der Strömung genügte demnach nicht, um die kohäsiven und adhäsiven Bindungskräfte der verbleibenden Schmutzschicht zu überwinden.

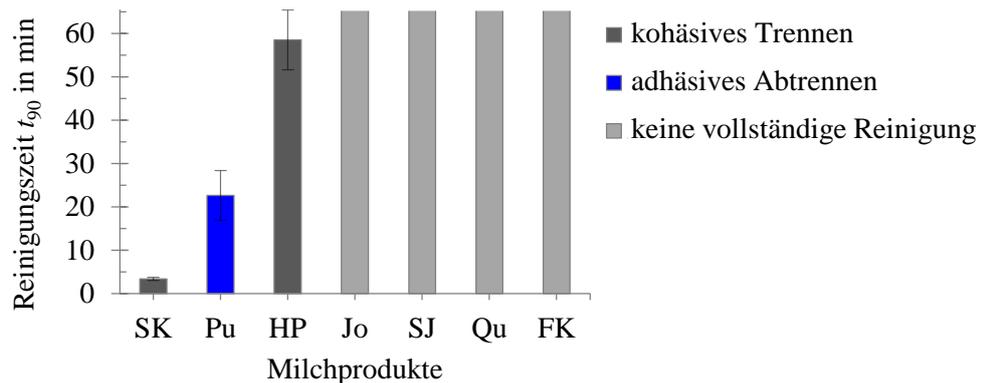


Abb. 5 Reinigungszeit  $t_{90}$  und Reinigungsmechanismus der untersuchten Milchprodukte. SK Schmelzkäse, Pu Pudding, HP High-Protein-Pudding, Jo Joghurt, SJ Soja-Joghurt, Qu Quark, FK Frischkäse

Die Ergebnisse deuten darauf hin, dass eine generelle Schlussfolgerung bezüglich des Reinigungsverhaltens aus der chemischen Zusammensetzung der analysierten Milchprodukte nicht gezogen werden kann. Die individuellen, auf molekularer und makroskopischer Ebene vorhandenen Strukturen prägen die kohäsiven und adhäsiven Bindungskräfte einer Verschmutzung und beeinflussen außerdem das Sorptionsverhalten der Verschmutzung gegenüber der Reinigungsflüssigkeit. Weitere Inhaltsstoffe, bspw. Emulgatoren, können außerdem Einfluss auf die reinigungsrelevanten Grundvorgänge nehmen und demzufolge das Reinigungsverhalten und den -mechanismus verändern. Ein *viskoses Verschieben* der Schmutzschicht wurde bei den untersuchten Milchprodukten in Kontakt mit Wasser bei 25 °C nicht beobachtet. In Messungen mit einer doppelten Ausgangsschichtdicke (1,0 mm) konnte ferner kein Einfluss der Schmutzschichtdicke auf den Reinigungsmechanismus festgestellt werden. Die Reinigungszeiten verlängerten sich jedoch erwartungsgemäß. Aus diesem Grund liegt der Fokus bei der anschließenden Synthese der MoVe auf der Abbildung des *kohäsiven Trennens* und dem *adhäsiven Abtrennen*.

### *Synthese der Modellverschmutzungen*

Bei den zu entwickelnden Modellverschmutzungen sollten die drei vorherrschenden Reinigungsmechanismen von Verschmutzungen der milchverarbeitenden Industrie in jeweils zwei unterschiedlichen Hartnäckigkeiten berücksichtigt werden. Als einfach zu handhabende Reinigungsflüssigkeit für den Maschinen- und Anlagenbau wurde entionisiertem Wasser bei Raumtemperatur ( $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ ) definiert. Für die Synthese der MoVe lag der Fokus in der ersten Phase auf der Variation der chemischen Zusammensetzung in Anlehnung an die Bestandteile der ausgewählten Milchprodukte. Somit wurde für die MoVe ein Proteingehalt von 3,5 bis 10 g/100 g und ein Fettgehalt von 3,5 bis 30 g/100 g festgelegt. Molkenproteinisolat (whey protein isolate, WPI, Sachsenmilch Leppersdorf GmbH) als Bestandteil von Milchprodukten wurde bereits in zahlreichen wissenschaftlichen Studien verwendet (Mercadé-Prieto and Chen, 2005; Xin et al., 2002, 2004) und daher zur Einstellung des Proteingehaltes eingesetzt. Der Fettgehalt wurde über die Variation des Verhältnisses aus haltbarer Vollmilch 1,5 %, sowie 3,5 % Fett (Sachsenmilch Leppersdorf GmbH) und frischer Schlagsahne 30 % Fett (K-Classic, Kaufland Warenhandel GmbH) eingestellt. Die Erhöhung des Fettgehaltes durch Einbringen von Palmfett und einem Emulgator wurde ebenfalls erprobt. Zum Einstellen der Viskosität wurden einerseits die Verdickungsmittel Guarkernmehl (CERAMEHL Guar Gum, Roeper GmbH), vorverkleisterte Wachsmaisstärke (C\*Gel<sup>TM</sup>-Instant 12410, Cargill Holding (Germany) GmbH, Düsseldorf, DE) und Carrageen (SATIAGEL ME 4 SB, Cargill Holding (Germany) GmbH, Düsseldorf, DE), sowie alternativ eine enzymatische Vernetzung von Milchkomponenten geprüft.

Bei dem Reinigungsversuch stellte sich allerdings heraus, dass bei MoVe mit WPI dieses bei Kontakt mit Wasser ausgewaschen wurde. Ein Erhitzen ( $>75 \text{ }^\circ\text{C}$ ) der MoVe wäre notwendig gewesen, um die Proteine mittels Denaturierung in der MoVe zu binden. Der Aufwand zur Temperierung wurde für die weitere Anwendbarkeit im industriellen Kontext als zu hoch eingeschätzt und daher auf den Einsatz von WPI verzichtet. Bei MoVe mit Zusatz von Palmfett und Emulgator war ein Herauslösen und Ansammeln von Fetttropfchen auf der Wasseroberfläche ersichtlich. Dies deutete darauf hin, dass das Fett nicht hinreichend emulgiert werden konnte, so dass diese Strategie ebenfalls nicht weiterverfolgt wurde. Der Einsatz von Stärke als Verdickungsmittel zeigte Mängel hinsichtlich der Reproduzierbarkeit, da das Einstellen der Viskosität hierbei temperaturabhängig ist. Hergestellte Carrageen-Gele ließen sich mittels Rakel nicht auftragen, da nach Anwendung einer Scherkraft durch das Rakeln eine Veränderung der Struktur und letztlich eine inhomogene Schicht entstand.

Basierend auf diesen Erfahrungen wurde in Phase 2 zur Synthese der MoVe Milch (3,5 % Fett) als Grundstoff genutzt. Zum Einstellen der Hartnäckigkeit der MoVe wurde Joghurt (Jo, 3,5 % Fett, K-Classic, Kaufland Warenhandel GmbH) und Quark (Qu, 40 % Fett, K-Classic, Kaufland Warenhandel GmbH) als Grundstoff ergänzt, da diese in den eingehenden Reinigungsversuchen (Abb. 5) eine hohe Hartnäckigkeit aufwiesen. Für die Variation des

Reinigungsmechanismus und der Hartnäckigkeit der MoVe wurden des Weiteren verschiedene Konzentrationen an Guarkernmehl (*adhäsives* Trennen in Kontakt mit Wasser und Raumtemperatur) und Xanthan (*kohäsives* Trennen in Kontakt mit Wasser und Raumtemperatur) verwendet. In Abb. 6a ist exemplarisch die Zusammensetzung der MoVe M.X15 und M.J.X20 aufgetragen. Dabei sind die Basiskomponenten jeder MoVe entlang der senkrechten Achse abzulesen. Entlang der waagerechten Achse variiert die Konzentration des jeweiligen Verdickungsmittels. Eine Auflistung aller betrachteter MoVe der Phase 2 und deren Zusammensetzung kann der Anlage 2 entnommen werden.

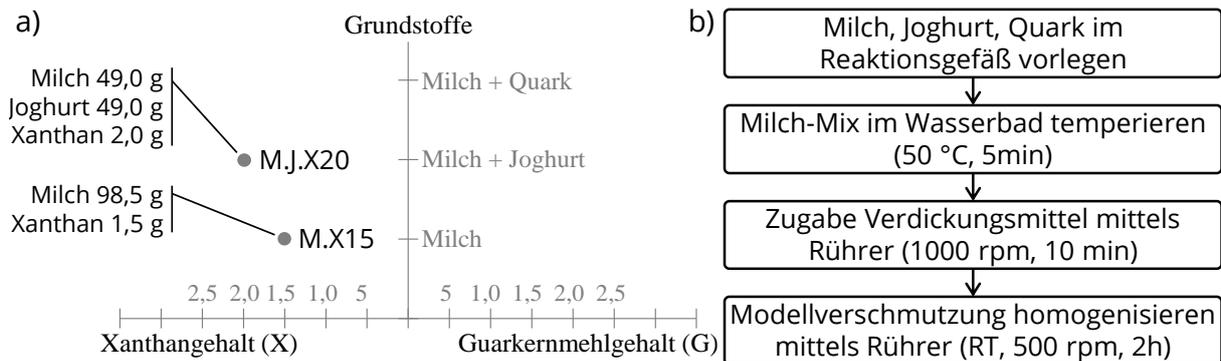


Abb. 6 (a) Skizze zur Zusammensetzung der MoVe; (b) Herstellungsverfahren MoVe

Das Herstellungsverfahren der MoVe ist in Abb. 6b schematisch dargestellt. Nachdem die Basis-Komponenten mittels Rühren homogenisiert und im Probengefäß vorgelegt wurden, wurden diese im Wasserbad auf 55 °C für 5 min platziert. Anschließend erfolgte die Zugabe des Verdickungsmittel-Pulvers schrittweise in den Strudel des Rührers bei 1000 rpm unter weiterem starken Rühren bei 55 °C in 10 min. Zur weiteren Homogenisierung und vollständigem Auflösen der Verdickungsmittel wurde die MoVe für weitere 2 Stunden bei Raumtemperatur und 500 rpm gerührt. Anschließend wurden die MoVe analog zu den Milchprodukten mittels Rakeln auf Edelstahlsubstrate aufgetragen und im Klimaschrank unter Normklima konditioniert. In Abb. 7 sind repräsentative Modellverschmutzungen mit Milch, Joghurt und Xanthan bzw. Garkernmehl nach der Trocknung dargestellt.

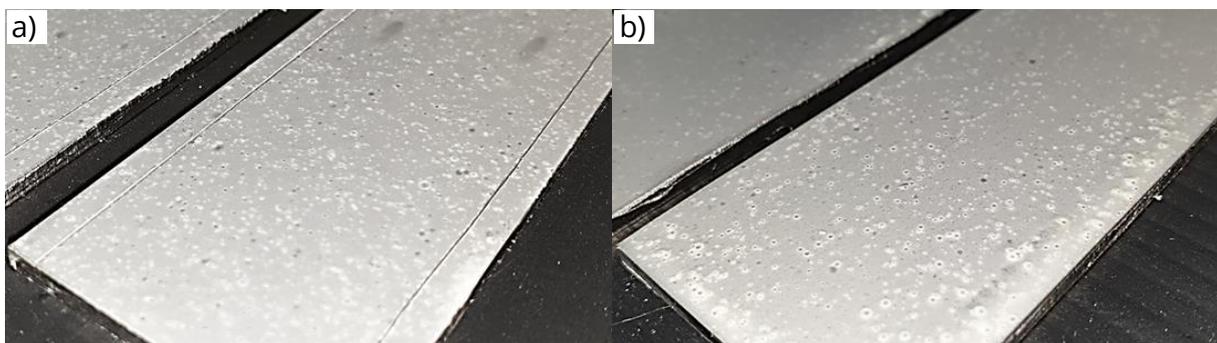


Abb. 7 MoVe nach der Trocknung über Nacht unter Normklima. (a) M.J.X15; (b) M.J.G10

## Reinigungsversuche mit Modellschmutz

Das Reinigungsverhalten der MoVe wurde analog der Milchprodukte im Strömungskanal (vgl. Abb. 2) untersucht. Entionisiertes Wasser bei 25 °C wurde wiederum als Reinigungsflüssigkeit verwendet, mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 1,0 m/s. Repräsentative Auszüge der Bildreihen der Reinigung von einer MoVe mit Xanthan (M.J.X15) und mit Guarkernmehl (M.J.G10) sind in Abb. 8 dargestellt. Die kontinuierliche Abnahme der Fluoreszenzintensität in Abb. 8a lässt auf ein *diffusives Auflösen* oder auf ein *kohäsives Trennen* von Schmutzbestandteilen schließen. Abb. 8b hingegen zeigt ein abruptes Abtrennen der MoVe mit Guarkernmehl in Form größerer Stücke unmittelbar vom Untergrund, was auf ein *adhäsives Abtrennen* als Reinigungsmechanismus hinweist. Folglich liegt ein adhäsives Abtrennen als Reinigungsmechanismus vor. Die leichte Abnahme der Fluoreszenzintensität bis zur Überwindung der adhäsiven Bindungskräfte lässt sich anhand von Benetzungseffekten durch die Reinigungsflüssigkeit, der daraus resultierenden Quellung der Schmutzschicht oder ein *diffusivem Lösen* spezifischer Schmutzbestandteile begründen.

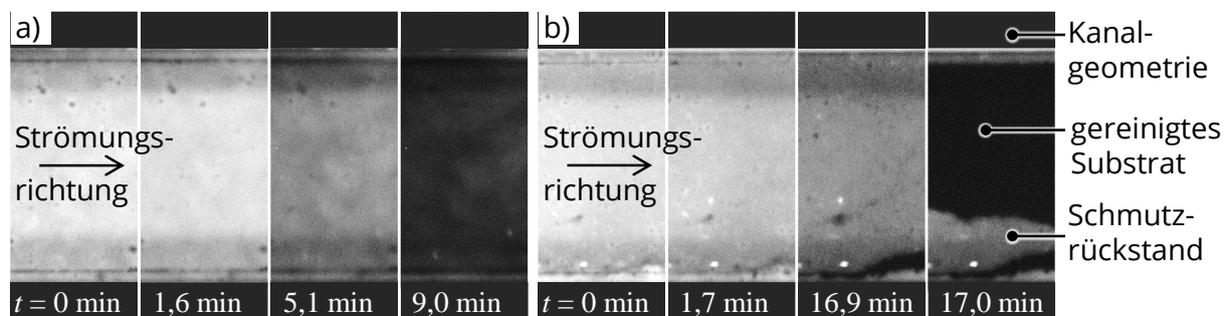


Abb. 8 Bildreihen von zwei MoVe während der Reinigung mit entionisiertem Wasser bei 25 °C.  
(a) *kohäsives Trennen* von M.J.X15; (b) *adhäsives Abtrennen* von M.J.G10

Das unterschiedliche Reinigungsverhalten der MoVe aus Abb. 8 spiegelt sich auch in den zugehörigen Reinigungsverläufen in Abb. 9 wieder. Deutlich zu erkennen ist der stufenartige Abfall der skalierten Fluoreszenzintensität der MoVe mit Guarkernmehl, aufgrund des bereichsweise abrupten Abtrennens der Schmutzfläche vom Untergrund. Aufgrund der sehr komplexen Einflussgrößen und Zusammenhänge (bspw. Substrateigenschaften, Probenvorbereitung, feine Risse in der Schmutzschicht) beim *adhäsiven Abtrennen* streuen die Zeitpunkte der abrupten Schmutztrennung und deren örtliche Ausprägung.

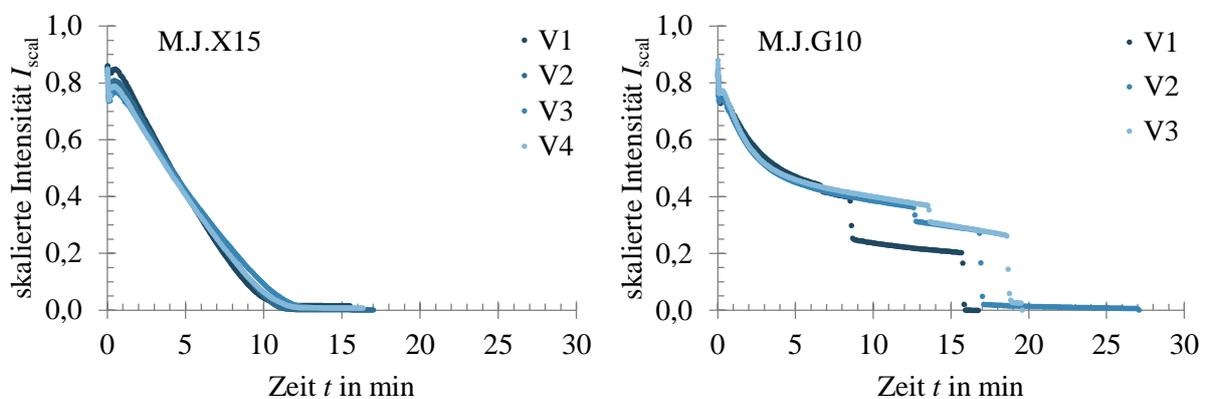


Abb. 9 Reinigungsverlauf der MoVe M.J.X15 und M.J.G10 als zeitliche Veränderung der skalierten Fluoreszenzintensität für unterschiedliche Versuche (V1 – V4) in Kontakt mit entionisiertem Wasser bei 25 °C.

Abb. 10 fasst die Ergebnisse der Reinigungsuntersuchungen der MoVe in Abhängigkeit der verwendeten Grundstoffe und Verdickungsmittel zusammen (vgl. Abb. 6a). Die Größe der Kreise veranschaulichen die gemittelte Reinigungszeit  $t_{90}$ , bei der eine skalierte Fluoreszenzintensität von 10 % unterschritten wurde. Ergänzend repräsentiert die Kreisfüllung den identifizierten Reinigungsmechanismus. Ein deutlich *adhäsives Abtrennen* zeigten die MoVe mit Milch und Joghurt bei einem Guarkernmehlgehalt von 0,5 g/100g (M.J.G05) und 1,0 g/100g (M.J.G10). Seitens Xanthan wiesen grundlegend alle untersuchten Konfigurationen ein *kohäsives Trennen* als Reinigungsmechanismus auf. Demnach lässt sich mittels Xanthan ein überwiegend *kohäsives Trennen* und mittels Guarkernmehl ein überwiegend *adhäsives Abtrennen* einstellen. Jedoch trat bei beiden Verdickungsmitteln (Guarkernmehl und Xanthan) mit Erhöhung des Gehaltes ein Wechsel des Reinigungsmechanismus auf. Mit der Zugabe eines Verdickungsmittels verändern sich sowohl die Bindungskräfte innerhalb der MoVe (kohäsive Bindungskräfte), als auch die Haftkraft zum Untergrund (adhäsive Bindungskräfte). Demnach bewirkt die Variation des Gehaltes der Verdickungsmittel eine Verschiebung des Bindungskräfteverhältnisses. Diese Wechselwirkung in Kombination der Interaktion mit der Reinigungsflüssigkeit konnte in ihrer Komplexität im Projekt nicht weiter nachgegangen werden. Ferner war bei einem Guarkernmehlgehalt von 2,5 g/100g bzw. bei Guarkernmehl in Kombination mit Quark keine vollständige Reinigung innerhalb der betrachteten 30 min möglich. Demnach reichte die aufgeprägte Belastung bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 1,0 m/s (entspricht einer Wandschubspannung von circa 3 Pa) nicht aus, um die kohäsiven bzw. adhäsiven Bindungskräfte zu überwinden.

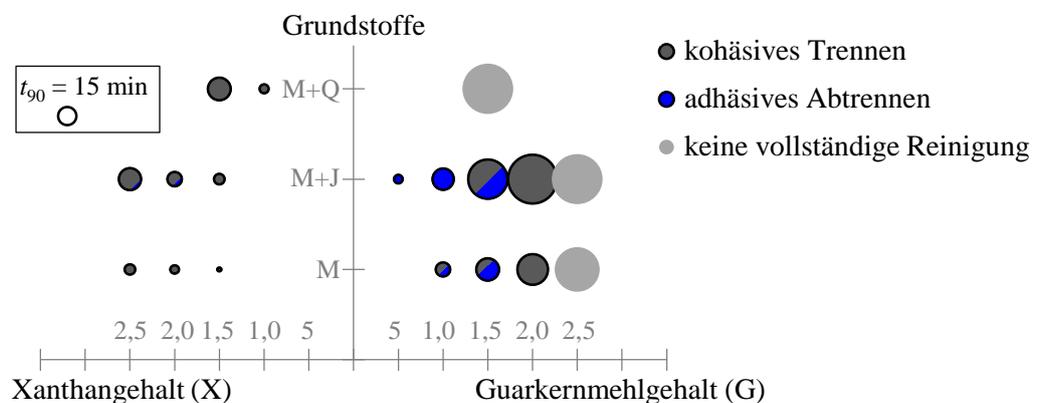


Abb. 10 Übersicht der Reinigungszeit  $t_{90}$  und des Reinigungsmechanismus der MoVe in Abhängigkeit der Grundstoffe (Milch M, Joghurt J, Quark Q) und des Verdickungsmittelgehaltes. Kreisdurchmesser stehen für die benötigte Reinigungszeit im Strömungskanal.

Um den Einfluss des Verdickungsmittelgehaltes auf die Hartnäckigkeit deutlich herauszustellen ist in Abb. 11 die Reinigungszeit in Abhängigkeit des Gehaltes von Xanthan und Guarkernmehl dargestellt. Sowohl in Kombination mit Milch als auch mit Milch + Joghurt als Grundstoffe zeigt sich eine lineare Korrelation zum Gehalt des Verdickungsmittels. Ferner führt der Zusatz von Joghurt zu einer systematischen Steigerung der Hartnäckigkeit der MoVe.

Zur perspektivischen Anwendung dieser Ergebnisse sind in Abb. 11 die Reinigungszeiten von zwei Milchprodukten ergänzt. Die MoVe mit Milch in Kombination mit 1,5 g/100 g Xanthan würde demnach am ehesten die Reinigungszeit von Schmelzkäse widerspiegeln, vgl. Abb. 11a. Alternativ könnte auch die Erweiterung mit Joghurt und einem reduzierten Xanthangehalt von circa 0,75 g/100 g zur Abbildung des Reinigungsverhaltens von Schmelzkäse weiter verfolgt werden. Demgegenüber wies die Kombination aus Milch mit 2,0 g/100 g Guarkernmehl am ehesten die Reinigungszeit von Pudding auf (vgl. Abb. 11b). Allerdings zeigt diese MoVe kein ausgeprägtes *adhäsives Abtrennen*, was charakteristisch für die Reinigung von Pudding war. Zielführend wäre voraussichtlich eine weitere MoVe der Kombination Milch, Joghurt und einem Guarkernmehlgehalt von 1,25 g/100 g.

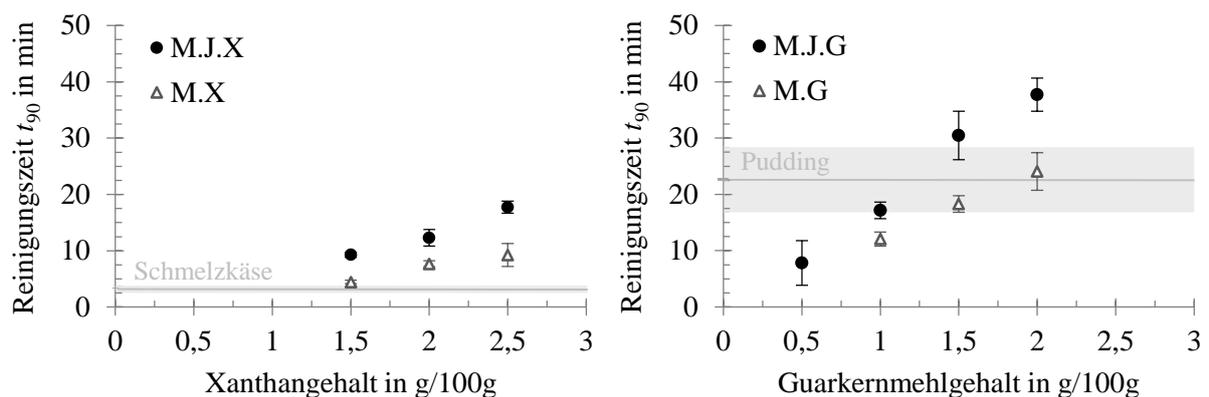


Abb. 11 Einfluss der Verdickungsmittel in Kombination mit Milch bzw. Milch + Joghurt als Grundstoffe auf die Reinigungszeit. Fehlerbalken entsprechen der Standardabweichung von i.d.R. drei Messungen.

Zusammenfassend sind in Abb. 12 die Reinigungszeiten der sieben Milchprodukte im Vergleich der Reinigungszeiten ausgewählter MoVe dargestellt und der jeweilige Reinigungsmechanismus farblich zugewiesen.

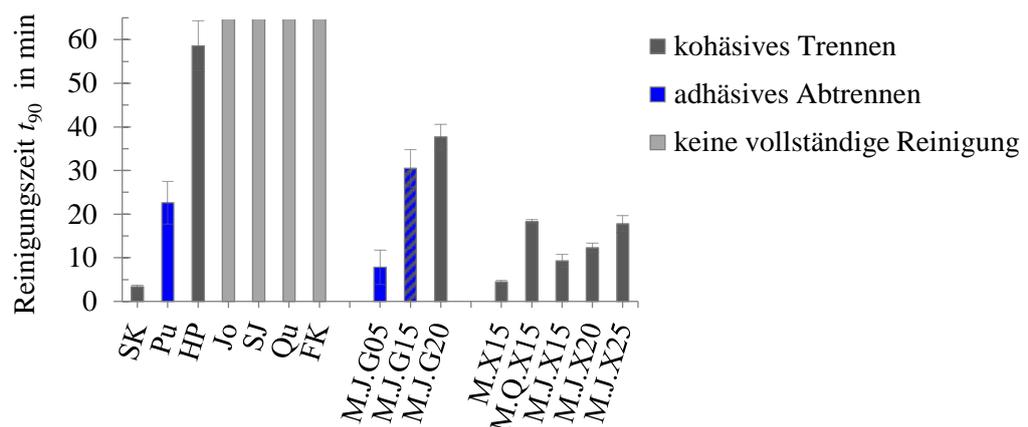


Abb. 12 Reinigungszeit  $t_{90}$  und Reinigungsmechanismus der untersuchten Milchprodukte und ausgewählter MoVe. SK Schmelzkäse, Pu Pudding, HP High-Protein-Pudding, Jo Joghurt, SJ Soja-Joghurt, Qu Quark, FK Frischkäse.

Im Bereich der industriellen Praxis besteht häufig eine Einschränkung der Einschätzung des Reinigungsverhaltens von spezifischen Verschmutzungen, die in der verarbeiteten Lebensmittelindustrie auftreten. Dennoch ist die Kenntnis über das Verhalten einer Verschmutzung in Kontakt mit einer spezifischen Reinigungsflüssigkeit von entscheidender Bedeutung, um geeignete MoVe entsprechend ihrer zu erwartenden Reinigungsmechanismen und ihrer potenziellen Hartnäckigkeit für den jeweiligen Anwendungsfall auszuwählen. Eine Zielsetzung des "ReMoVe"-Projekts war daher, die Eignung von Charakterisierungsverfahren zur Abschätzung des Reinigungsverhaltens realer Verschmutzungen zu bewerten sowie Empfehlungen für deren industrielle Anwendung zu geben.

Zur Bestimmung der Hartnäckigkeit wurden die Verfahren der Abzugsmessung und der Rheologie quellender Schichten näher untersucht:

Abzugsmessungen, auch als "Micro- / Millimanipulation" im Forschungsumfeld bekannt, zielen darauf ab, die erforderlichen Kräfte zur Trennung einer Schmutzschicht mittels einer Rakel zu bestimmen. Das Hauptziel dieses Verfahrens besteht in der Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften von Verschmutzungen sowie in der Klassifizierung des dabei auftretenden Ablöseverhaltens.

Im Bereich der Rheologie wurde das etablierte Verfahren der Oszillationsmessung aus der Lebensmittelanalytik modifiziert, um quellende Schichten zu untersuchen. Das Ziel dieses Verfahrens liegt in der Charakterisierung der Steifigkeit sowie der elastischen/viskosen Anteile der Verschmutzungen.

Zur Bestimmung des Interaktionsverhaltens zwischen einer Verschmutzung und einer Reinigungsflüssigkeit wurden Verfahren zur Quantifizierung der Schichtdicken- und Massenänderung einer Schmutzschicht in Kontakt mit einer Reinigungsflüssigkeit betrachtet:

Die optische Bestimmung der Schichtdickenänderung zeichnet sich durch ein nicht-invasives Messprinzip sowie der orts- und zeitaufgelösten Bestimmung des "Quellverhalten" aus. Darüber hinaus liefert es Möglichkeiten zur Identifizierung beteiligter grundlegenden chemisch-physikalischer Grundvorgänge, die maßgeblich das Reinigungsverhalten prägen.

Das gravimetrische Verfahren zur Bestimmung der Massenänderung stellt eine praktikable und einfach umsetzbare Methode dar, um das "Quellverhalten" zu quantifizieren.

### *Abzugsmessungen*

Zur Bestimmung der Festigkeit der Milchprodukte und ausgewählter MoVe wurde ein von Helbig et al. (2019) beschriebener Bindungskraftversuchsaufbau verwendet. Dabei werden die adhäsiven und kohäsiven Bindungskräfte erfasst, die während der Verformung und Verschiebung einer Schmutzschicht zu überwinden sind. Nach definierten Einwirkdauern  $t_{\text{quell}}$  von 5 min, 10 min bzw. 15 min in entionisiertem Wasser bei 25 °C wurde das verschmutzte Substrat (Edelstahl, 40 × 20mm<sup>2</sup>) in einem Spaltabstand  $\delta_{\text{gap}}$  von 100 µm zwischen der Substratoberfläche und der Unterkante des Rakels positioniert. Die Kraft, die

zum Abziehen der Schmutzschicht bei einer konstanten Rakelgeschwindigkeit von 2,6 mm/s erforderlich ist, wurde mit einem Kraftsensor (KD40s, 2 N, ME-Meßsysteme GmbH, Hennigsdorf, Deutschland) bei einer Frequenz von 100 Hz gemessen. Das grundsätzliche Messprinzip ist schematisch in Abb. 13a dargestellt. Repräsentativ ist in Abb. 13b die Abzugskraft  $F$  normiert auf die Schmutzbreite  $b$  von 20 mm über den Weg  $x$  des Rakels für zwei MoVe dargestellt. Um die Festigkeit der verschiedenen Schmutzschichten in einem charakteristischen Skalarwert abzubilden, wurde die mittlere Abzugskraft über die gesamte Substratlänge  $L = 40$  mm bestimmt, wie von Köhler et al. (2021) beschrieben.

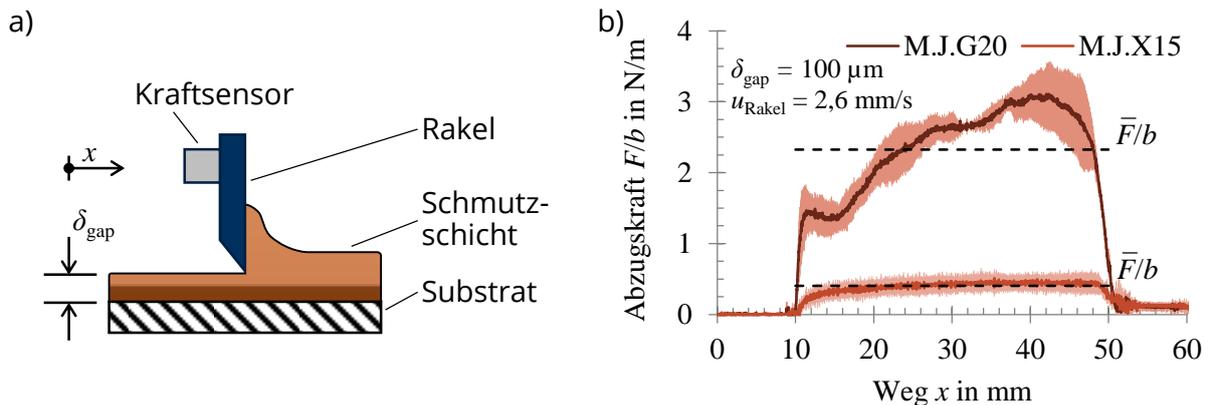


Abb. 13 (a) Schematische Darstellung des Messverfahrens zur Bestimmung der Abzugskraft; (b) repräsentative Kraft-Weg-Kurven  $F/b$  während des Abziehens von zwei MoVe nach dem Einwirken in entionisiertem Wasser für 5 min. Schattierte Flächen stellen die Standardabweichung von mindestens 3 Wiederholungen dar.

Die Ergebnisse der mittleren Abzugskräfte ( $\bar{F}/b$ ) in Abhängigkeit der Einwirkdauer sind für die sieben Milchprodukte und die ausgewählten MoVe in Abb. 14 dargestellt. Bei den Milchprodukten weist Pudding die geringste mittlere Abzugskraft nach einer Einwirkdauer von 5 min auf, die sich nach weiteren 5 min nochmals verringert. Die mittlere Abzugskraft von Schmelzkäse sinkt mit zunehmender Einwirkdauer von 5 min auf 10 min sehr stark, sogar unterhalb der Abzugskraft von Pudding. Dies kann wiederum auf die gute Wasserlöslichkeit der Proteine aufgrund der enthaltenen Schmelzsätze im Schmelzkäse (siehe Beschreibung Abb. 5) zurückgeführt werden.

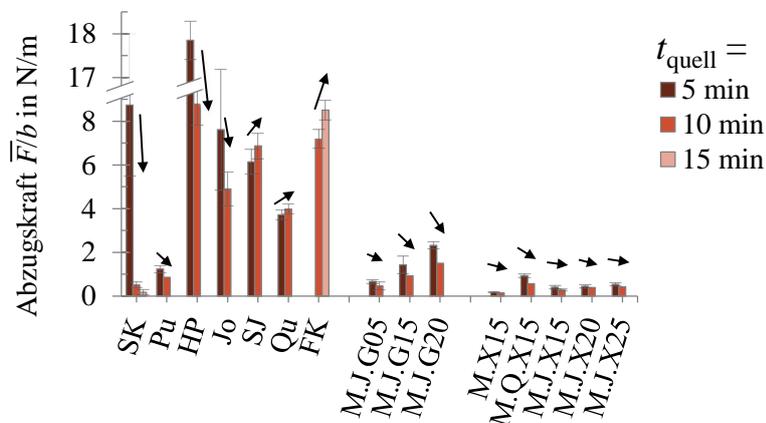


Abb. 14 Normierte Abzugskraft der Milchprodukte und ausgewählter MoVe in Abhängigkeit der Einwirkdauer. Die Pfeile repräsentieren das tendenzielle Interaktionsverhalten der Verschmutzung gegenüber entionisiertem Wasser bei 25 °C. SK Schmelzkäse, Pu Pudding, HP High-Protein-Pudding, Jo Joghurt, SJ Soja-Joghurt, Qu Quark, FK Frischkäse.

High-Protein-Pudding besitzt nach einer Einwirkdauer von 5 min die größte mittlere Abzugskraft, wobei eine deutliche Abnahme nach 10 min zu verzeichnen ist. Die mittleren Abzugskräfte der MoVe mit Guarkernmehl liegen über dem Kraftniveau der MoVe mit Xanthan und entsprechen dem Kraftbereich von Pudding. Das Kraftniveau der verbleibenden vier Milchprodukte (Joghurt, Soja-Joghurt, Quark, Frischkäse) liegt deutlich über dem von Schmelzkäse, Pudding und den ausgewählten MoVe. Die Pfeile veranschaulichen das tendenzielle Interaktionsverhalten der Verschmutzung gegenüber Wasser bei 25 °C. Im Vergleich zu Abb. 12 wird deutlich, dass bei Schmutzschichten mit einem nahezu horizontalen oder steigenden Pfeil keine vollständige Reinigung mit Strömungskanal vorlag.

In Abb. 15 wird der Zusammenhang zwischen den Reinigungszeiten und den mittleren Abzugskräften nach einer Einwirkdauer von 5 min und 10 min für verschiedene Schmutzschichten verdeutlicht. Die dargestellten Linien zeigen das Resultat der Regression mittels einer Potenzfunktion und unterstreichen die starke Korrelation zwischen der Reinigungszeit und der mittleren Abzugskraft. Wie zuvor erläutert, zeigt sich die signifikante Wirkung der Schmelzsalze auf die Löslichkeit der Proteine erst nach einer Einwirkdauer von 5 min. Dies erklärt die Abweichung des Schmelzkäses in Abb. 15a vom allgemeinen Trend der anderen Schmutzschichten. Darüber hinaus ist anzumerken, dass diese Korrelation vorrangig für ein *kohäsives Trennen* bei der Reinigung und während der Abzugsmessung gilt.

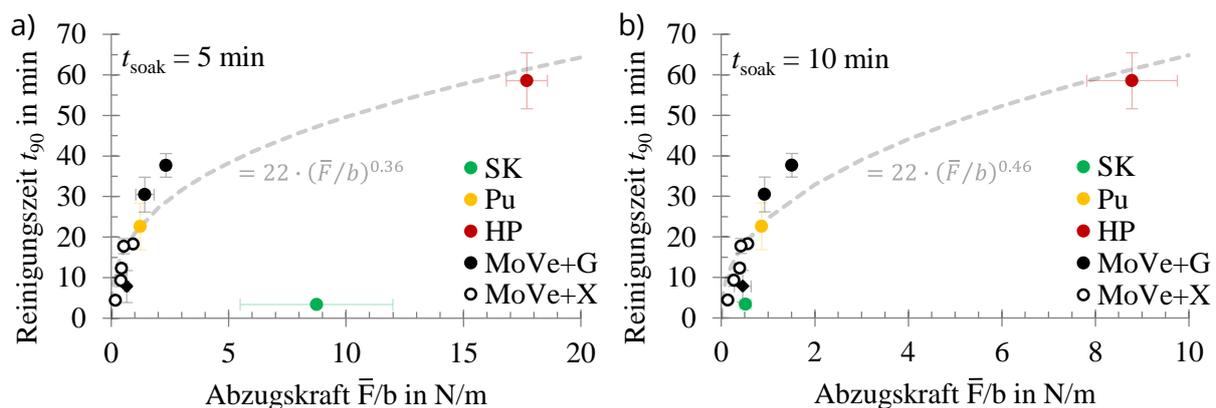


Abb. 15 Reinigungszeit als Funktion der mittleren Abzugskraft der vollständig gereinigten Milchprodukte (SK Schmelzkäse, Pu Pudding, HP High-Protein-Pudding) und ausgewählter MoVe (MoVe) mit Guarkernmehl (G) bzw. Xanthan (X). Bestimmung der Abzugskraft nach einer Einwirkdauer von (a) 5 min und (b) 10 min.

Von den betrachteten Charakterisierungsverfahren bietet die Abzugsmessung zudem die Möglichkeit, das Ablöseverhalten einer Schmutzschicht vom Substrat zu betrachten. Bei diesem Verfahren kommen alle drei Hauptfaktoren gemäß des erweiterten Sinner'schen Kreises zum Tragen: die Verschmutzung, die Reinigungsflüssigkeit und das Verarbeitungsgut (der Untergrund). Hierdurch entsteht eine Analogie zum Reinigungsprozess, trotz der unterschiedlichen Zustände der aufgetragenen Belastung. Abb. 16 zeigt die Draufsicht auf einige Milchprodukte und MoVe nach einer Abzugsmessung nach einer Einwirkdauer von 5 min und dem Spaltabstand von 100  $\mu\text{m}$ . Eine verbleibende Schmutzschicht deutet darauf hin, dass die adhäsiven Bindungen zum Substrat intakt geblieben sind, während die kohäsiven Bindungen durch die Scherbelastung der Rake überwunden

wurden. Zum Vergleich symbolisieren die dargestellten Quadrate den Reinigungsmechanismus bei der Reinigung im Strömungskanal gemäß Abb. 12 (blau  $\triangleq$  adhäsives Abtrennen, grau  $\triangleq$  kohäsives Trennen). Zum Beispiel ist der zuvor diskutierte Wechsel vom adhäsiven Abtrennen bei M.J.G05, über das gemischte Versagen bei M.J.G10, hin zum kohäsiven Trennen bei M.J.G20 auch bei den Abzugsmessungen zu beobachten. Auch die Sonderstellung im Reinigungsverhalten des Schmelzkäses zeigt sich in dem schlieren- und wellenartiges Verhalten bei der Abzugsmessung. Die Abzugsmessung liefert demzufolge nicht nur Erkenntnisse zur Festigkeit einer Schmutzschicht, durch die mittleren Abzugskraft, sondern ermöglicht auch die Ableitung des Reinigungsmechanismus und der zugrundeliegenden Versagensart.

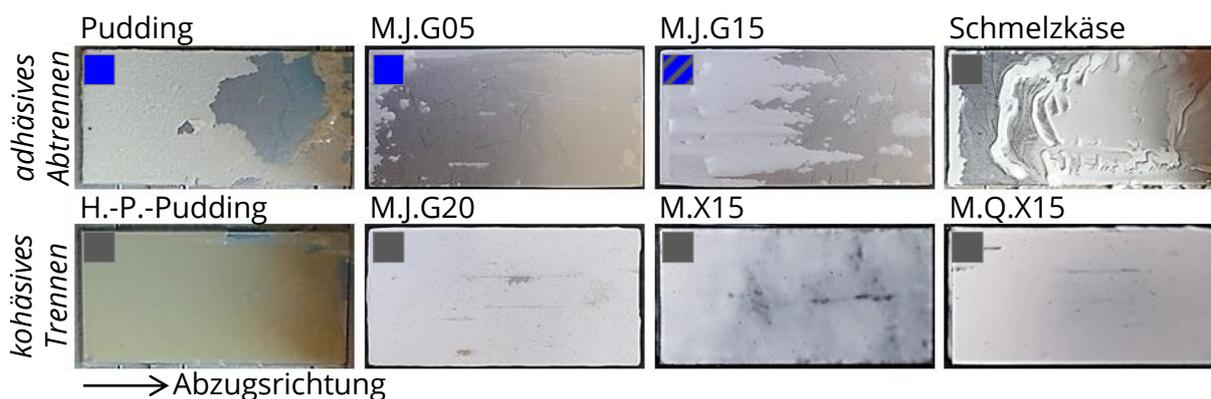


Abb. 16 Gegenüberstellung des Ablöseverhaltens bei Abzugsmessungen und des Reinigungsmechanismus. Draufsicht auf verschiedene Schmutzschichten nach einer Einwirkdauer von 5 min und anschließender Abzugsmessung. Farben der Quadrate symbolisieren den Reinigungsmechanismus im Strömungskanal gemäß Abb. 12 (blau  $\triangleq$  adhäsives Abtrennen, grau  $\triangleq$  kohäsives Trennen).

### *Fließverhalten ausgewählter Modellverschmutzungen*

Um die Anwendbarkeit (Handling) der MoVe für die industrielle Erprobung abzuschätzen, wurde das Fließverhalten derer durch rheologische Messungen am MCR 302 (Anton Paar GmbH, Ostfildern) mit einem Kegel/Platte-Messsystem bei 23 °C bestimmt. Dabei wurde die Scherrate  $\dot{\gamma}$  von  $0,1 \text{ s}^{-1}$  auf  $100 \text{ s}^{-1}$  kontinuierlich angehoben, dann für eine Minute bei  $100 \text{ s}^{-1}$  gehalten und wieder auf  $0,1 \text{ s}^{-1}$  gesenkt. Vergleichend wurden zudem ausgewählter Milchprodukte (Jo, Qu, Pu) analog analysiert.

Für alle MoVe und Milchprodukte wurde ein scherverdünnendes Verhalten mit gering ausgeprägten Hystereseschleifen der Viskositäten  $\eta$  als Funktion der Scherrate ermittelt, siehe Abb. 17. Für die hergestellten MoVe bedeutete dies, dass das weitere Handling beim Auftragen für industrielle Zwecke gut umsetzbar ist. Das scherverdünnende Verhalten ermöglicht ein gutes Fließen beim Auftrag der Verschmutzung unter stärkerer Scherung und minimiert zugleich ein Abfließen bei vertikaler Auftragung. Die geringe Hysterese gewährleistet reproduzierbare rheologische Eigenschaften unabhängig von der Intensität und Dauer vorheriger Scherung.

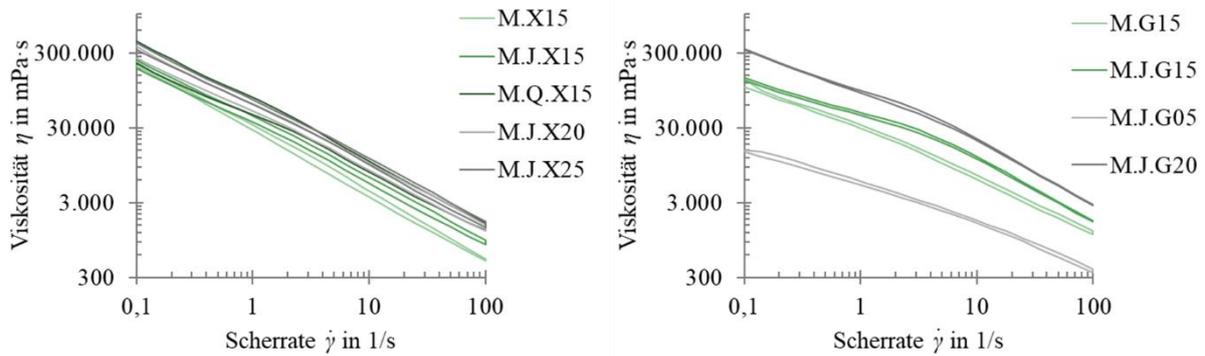


Abb. 17 Fließverhalten der Modellverschmutzungen

Weiterhin wird verdeutlicht, dass die Viskosität mit Zunahme des Verdickungsmittelanteils sowie dem Zusatz von Joghurt bzw. Quark anstieg. Darüber hinaus zeigt die Gegenüberstellung mit den Ergebnissen der Reinigungsversuche in Abb. 18, dass innerhalb einer MoVe-Gruppe eine Korrelation der Reinigungszeit mit der ermittelten Viskosität der angerührten MoVe besteht.

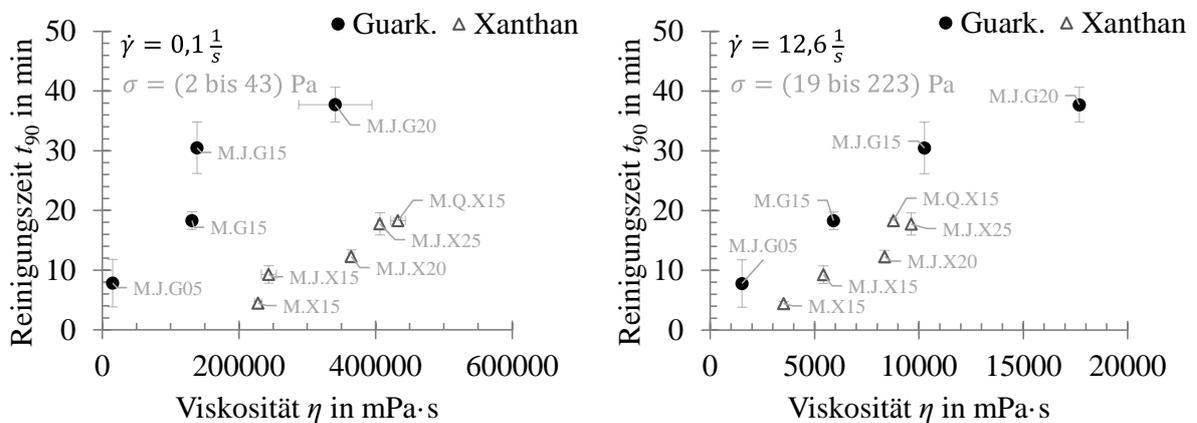


Abb. 18 Reinigungszeit  $t_{90}$  als Funktion der Viskosität  $\eta$  der MoVe bei einer Scherrate  $\dot{\gamma}$  von (a)  $0,1 \text{ s}^{-1}$  und (b)  $12,6 \text{ s}^{-1}$  und den jeweils resultierenden Bereichen der Schubspannung  $\sigma$

Durch die Scherrate von  $\dot{\gamma}$  von  $0,1 \text{ s}^{-1}$  resultierten Schubspannungen  $\sigma$  im Bereich von 2 bis 43 Pa. Diese Größenordnung entspricht ansatzweise der wirkenden Wandschubspannung von circa 3 Pa im Strömungskanal. Bei einer Scherrate von  $\dot{\gamma}$  von  $12,6 \text{ s}^{-1}$  unterlagen den MoVe deutlich größeren Schubspannungen, siehe Abb. 18b. Dennoch liegen für beide Belastungszustände lineare Korrelationen zwischen der Viskosität und den Reinigungszeiten innerhalb einer MoVe-Gruppe vor. Aus praktischer Sicht bedeutet dies, dass zur Einschätzung der Hartnäckigkeit auch die Viskosität fließfähiger Produktgruppen herangezogen werden kann.

### Rheologie quellender Schichten

Die Analyse der Veränderung der mechanischen Eigenschaften bzw. Hartnäckigkeit der Schmutzschichten nach Kontakt mit der Reinigungsflüssigkeit erfolgte durch oszillierende rheologische Messungen. Hierbei wurde eine bereits etablierte Methode hinsichtlich des Zeitaufwandes bei der Probenherstellung und der Einwirkdauer der Reinigungsflüssigkeit

optimiert sowie bzgl. des Probenauftrages angepasst, siehe Abb. 19a. Die pastösen Milchprodukte bzw. MoVe wurden auf runde Edelstahlsubstrate (D 40) analog zum Probenauftrag für die Reinigungsversuche aufgerakelt und getrocknet. Nachfolgend wurden die Substrate an der unteren Geometrie, dem Tribologie-Zubehör Sample Cup, des Rheometers ARES-G2 (TA Instruments, Eschborn, D) fixiert. Nach Positionierung der oberen Platte in 1 mm Höhe über dem Substrat wurde die Reinigungsflüssigkeit in den Spalt pipettiert und die Schmutzschicht für 2 min bzw. 20 min vorgequollen. Anschließend wurde die obere Platte verschmutzungsabhängig auf eine Normalkraft von 3,75 N herabgesenkt und der Zeitdurchlauf in Oszillation bei  $\gamma = 0,5\%$  und  $\omega = 1$  rad/s gestartet. Aus den aufgezeichneten Parametern Speichermodul  $G'$  und Verlustmodul  $G''$  wurden als charakteristische Zielgrößen für die Auswertung der komplexe Schubmodul  $|G^*|$  (zur besseren Vergleichbarkeit logarithmiert zur Basis 10 berechnet) sowie der Verlustfaktor  $\tan \delta$  jeweils 80 s nach Start der Oszillation berechnet (Abb. 19b). Dabei gibt der komplexe Schubmodul eine Aussage über die Steifigkeit und der  $\tan \delta$  beschreibt die Anteile an viskosen zu elastischen Anteilen der gequollenen Schichten.

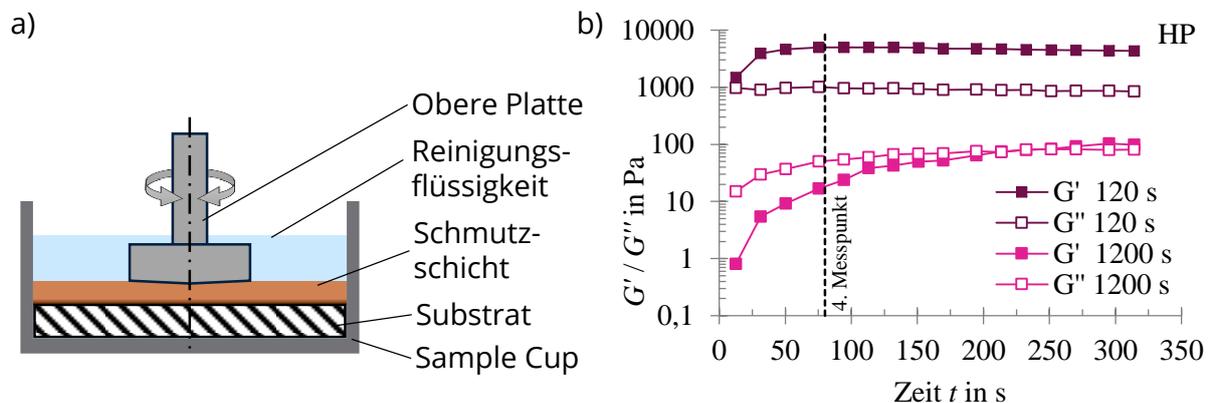


Abb. 19 (a) Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Rheologie quellender Schichten; (b) Beispielhafte Verläufe für  $G'$  und  $G''$  über der Messzeit für HP nach 120 s und 1200 s Einwirkdauer

Abb. 20 zeigt, dass Jo, SJ, Qu und FK im zeitlichen Verlauf keine Veränderung der rheologischen Verhalten aufwiesen. Dies deutet auf ein geringes Interaktionsverhalten zwischen den Schmutzschichten und Reinigungsflüssigkeit hin. Bei SK nimmt hingegen die Steifigkeit  $|G^*|$  in der gequollenen Schmutzschicht zu während  $\tan \delta$  mit der Einwirkdauer abnimmt, d.h. die elastischen Anteile nehmen zu. Für HP sowie die meisten MoVe zeigte sich hingegen eine deutliche Zunahme des  $\tan \delta$  und somit die Zunahme an viskosen Anteilen in der gequollenen Schmutzschicht. Charakteristisch für HP war auch die Abnahme der Steifigkeit  $|G^*|$  dieser Schichten mit der Einwirkdauer, während bei Pu  $|G^*|$  tendenziell steigt und  $\tan \delta$  unverändert bleibt. In Hinblick auf das Reinigungsverhalten sind eher Verknüpfungen zur tendenziellen Veränderung der rheologischen Zielgrößen als zur absoluten Höhe von  $|G^*|$  und  $\tan \delta$  erkennbar. Schmutzschichten, die nach Kontakt mit Reinigungsflüssigkeit keine Veränderungen des rheologischen Verhaltens zeigten, besaßen längere Reinigungszeiten.

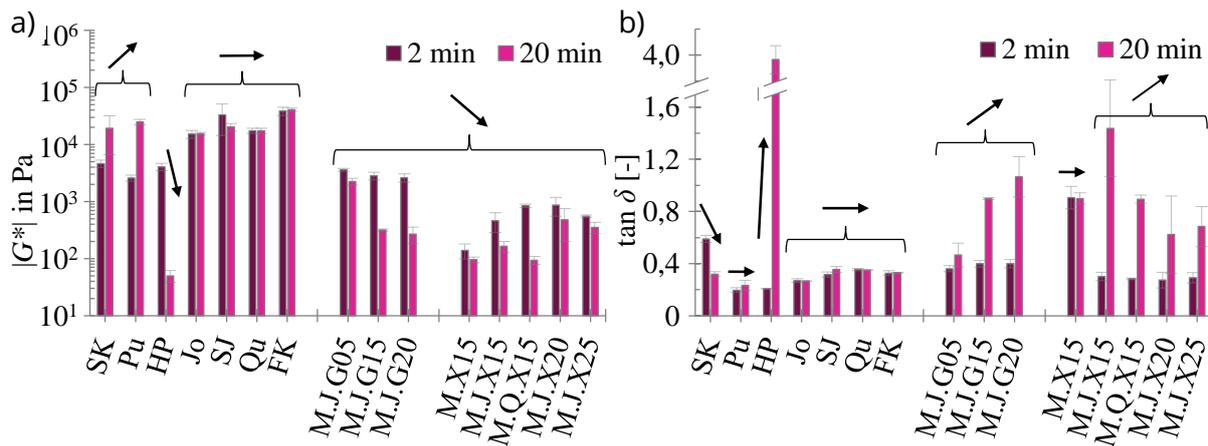


Abb. 20 (a) Dekadischer Logarithmus des komplexen Schubmoduls  $|G^*|$  und (b) Verlustfaktor  $\tan \delta$ , ermittelt aus den rheologischen Messungen der quellenden Verschmutzungsschichten nach 2 bzw. 20 min Einwirkdauer, dargestellt als Messpunkt 80 s nach Start der Oszillation ( $n=3$ )

### Schichtdickenänderung

Zur optischen Erfassung der Schichtdickenänderung der Milchprodukte und ausgewählter MoVe während der Interaktion mit Wasser bei 25 °C wurde ein Kameraversuchsaufbau genutzt, welcher im Rahmen des vorliegenden Projektes auf Grundlage der in Köhler et al. (2021) beschriebenen Erstaufführung etabliert wurde. Die verschmutzten Edelstahl-Substrate ( $40 \times 20\text{mm}^2$ ) wurden horizontal in einem Becken mit transparenten Wänden gelegt und durch ein rasches Fluten mit Wasser vollständig benetzt. Das Höhenprofil der anwachsenden Schmutzschicht wird dabei seitlich von einer Industriekamera mit Makroobjektiv zeitaufgelöst für 30 min erfasst und deren zeitliche Verschiebung mithilfe eines kontrastbasierten Auswertungsskriptes (Matlab®) ermittelt. Aufgrund der inhaltsstoffabhängig unterschiedlich stark ausgeprägten Austrocknung der Schmutzschichten während der Lagerung bei Normklima, ergaben sich für die Versuche unterschiedliche Ausgangsschichtdicken. Um die Schichtdickenänderungen für die untersuchten Milchprodukte und MoVe dennoch vergleichen zu können, wurde die relative Schichtdickenänderung  $\Delta h/h_0$  herangezogen. Diese entspricht, gemäß Gleichung (1), der Schichtdickenänderung  $\Delta h = h(t) - h_0$  nach der Einwirkdauer  $t$  bezogen auf die Ausgangsschichtdicke  $h_0$  nach Lagerungen bei Normklima  $h_0$ . Bei einer relativen Schichtdickenänderung von 100 % entspricht die Schichtdickendifferenz  $\Delta h$  dem Doppelten der Ausgangsschichtdicke. Eine relative Schichtdickenänderung von 200 % bedeutet eine Verdreifachung und so weiter.

$$\frac{\Delta h}{h_0}(t) = \frac{h(t) - h(t=0)}{h(t=0)} \cdot 100\% \quad (1)$$

Die in Abb. 21a repräsentative Bildreihe einer MoVe in Kontakt mit entionisiertem Wasser bei 25 °C zeigt eine initial schnelle Schichtdickenzunahme bis circa 3,5 min, gefolgt von einem Aufklaren und der Abzeichnung einer verbleibenden Kernschicht. Dieses differenzierte Erscheinungsbild unterschiedlicher Stoffbereiche war charakteristisch für die Milchprodukte und den MoVe. Die untersuchten Schmutzschichten stellen Mehrstoffsysteme dar, bestehend aus einer Kombination von beispielsweise Fetten, Kohlenhydraten, Zu-

cker, Proteinen und Salzen. Diese reagieren individuell auf den Kontakt mit der Reinigungsflüssigkeit. Demzufolge wird vermutet, dass die Veränderungen in der Dicke der Kernschicht hauptsächlich auf den Grundvorgang der Quellung und Relaxation zurückzuführen sind, während sich die Gesamtdicke zusätzlich durch das *diffusive* Herauslösen wasserlöslicher Inhaltsstoffe kennzeichnet. Abb. 21a zeigt einen repräsentativen Verlauf der gemittelten, relativen Schichtdickenänderung der Gesamt- und Kernschicht. Für die weiteren Betrachtungen wurde die relative Schichtdickenänderung der Kernschicht nach einer Einwirkdauer von 2 min, 4 min und 16 min herangezogen, da ihr Verbleib aus industrieller Sicht die notwendige Reinigungszeit definiert.

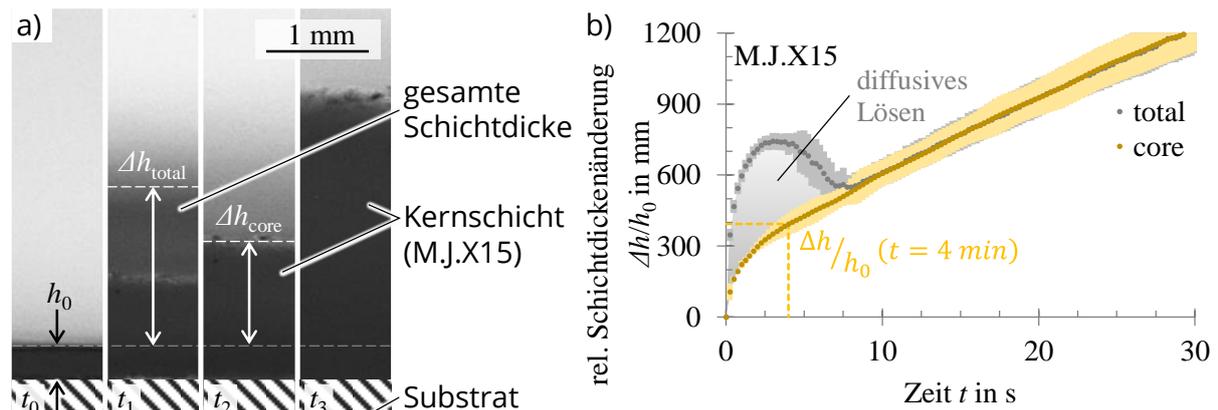


Abb. 21 Schichtdickenänderung einer MoVe mit Xanthan in Kontakt mit entionisiertem Wasser bei 25 °C. (a) Repräsentative Bildfolge nach verschiedenen Einwirkdauern; (b) zeitlicher Verlauf der gemittelten, relativen Schichtdickenänderung der gesamten Schmutzschicht und deren Kern. Schattierte Bereiche entsprechen der Standardabweichung von fünf Messungen.

Abb. 22b zeigt die Ergebnisse für die betrachteten Milchprodukte und ausgewählter MoVe mit Guarkernmehl und Xanthan. MoVe mit Xanthan zeigen im Vergleich zu solchen mit Guarkernmehl unabhängig von der Einwirkdauer eine deutlich ausgeprägte Veränderung der Schichtdicke. Der Vergleich mit den Reinigungszeiten in Abb. 12 legt nahe, dass eine stärkere Veränderung der Schichtdicke auf eine Lockerung der Schmutzstruktur hindeutet, die an Festigkeit verliert und daher vermutlich schneller zu reinigen ist. Betrachtet man allerdings High-Protein-Pudding, der eine deutlich ausgeprägte relative Schichtdickenänderung aufweist, aber dennoch die längste Reinigungszeit von annähernd 30 min besitzt, wird deutlich, dass die relative Schichtdickenänderung kein alleinstehendes Maß für die Prognose des Reinigungsverhaltens ist. Auffällig ist allerdings, dass bei den verbleibenden vier Milchprodukten Joghurt, Soja-Joghurt, Quark und Frischkäse bei allen Einwirkdauern nur eine geringe Schichtdickenänderung und vor allem keine deutliche Steigerung von  $\Delta h/h_0$  mit steigender Einwirkdauer auftrat. Wasser als Reinigungsflüssigkeit trat somit nur sehr eingeschränkt in eine sichtbare Interaktion mit diesen Verschmutzungen, was sich auch in einem geringen Reinigungserfolg äußerte (vgl. Abb. 12).

Die Veränderung der relativen Schichtdicken in Abhängigkeit von der Einwirkdauer liefert wertvolle Kenntnisse über das Interaktionsverhalten zwischen Verschmutzungen und der Reinigungsflüssigkeit. Allerdings darf bei dieser Betrachtung die Festigkeit der Verschmutzung, bspw. bemessen anhand der Abzugskraft, nicht außer Acht gelassen werden. Diese

Festigkeit bestimmt in erster Linie die grundlegende Hartnäckigkeit der Verschmutzung. Die Aufgabe der Reinigungsflüssigkeit besteht daher darin, durch chemisch-physikalische Vorgänge und chemische Reaktionen die kohäsiven und adhäsiven Bindungskräfte herabzusetzen. Diese Prozesse unterliegen zeitlichen Einschränkungen und beeinflussen somit wesentlich die Kinetik und Effektivität eines Reinigungsvorgangs.

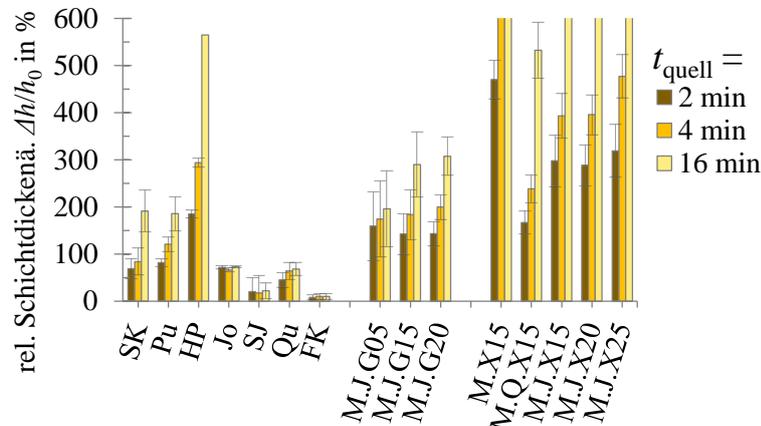


Abb. 22 Relative Schichtdickenänderung der Milchprodukte und ausgewählter MoVe in Abhängigkeit der Einwirkdauer  $t_{\text{quell}}$ . Die Pfeile repräsentieren das tendenzielle Interaktionsverhalten der Verschmutzung gegenüber entionisiertem Wasser bei 25 °C.

### Massenänderung

Als praktikable Möglichkeit im industriellen Umfeld, das Interaktionsverhalten von Schutzschichten in Kontakt mit Reinigungsflüssigkeit abzuschätzen, wurde ein Verfahren zur Bestimmung der Massenänderung etabliert. Dafür wurde das verschmutzte und konditionierte Substrat ( $40 \times 20\text{mm}^2$ ) in eine Petrischale gelegt und mit Reinigungsflüssigkeit (entionisiertes Wasser bei 25 °C) jeweils für eine definierte Einwirkdauer von 2, 4, 8, 16 bzw. 20 min überschichtet, Abb. 23. Durch Wiegen der leeren Substrate sowie der Substrate vor ( $m_1$ ) und nach ( $m_2$ ) dem Kontakt mit Reinigungsflüssigkeit wurde die Massenänderung berechnet. Weiterhin wurde für jede Verschmutzung eine Einwirkdauer mit der Reinigungsflüssigkeit von 5 Sekunden angewendet, daraus ein stoffspezifisches Benetzungsverhalten  $m_0$  ermittelt und dies von der Masseänderung  $\Delta m$  abgezogen.

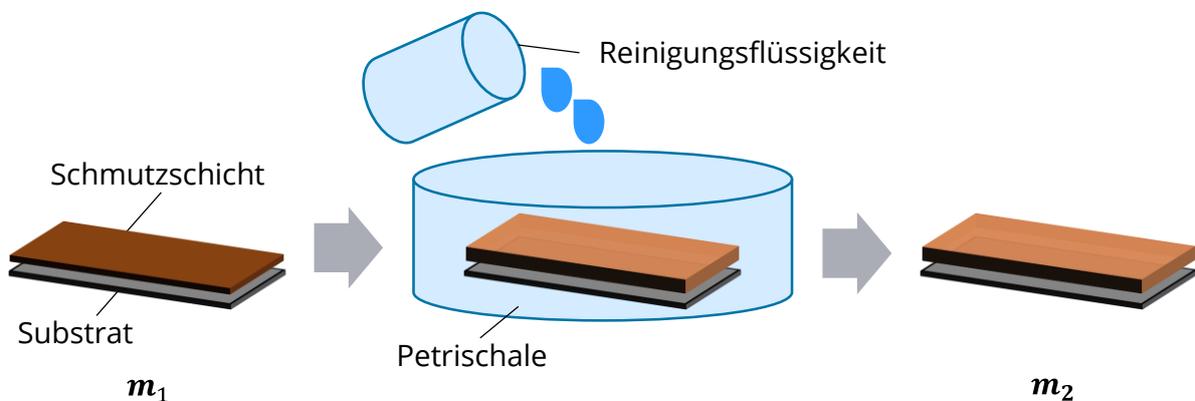


Abb. 23 Schematischer Versuchsaufbau zur Bestimmung der Massenänderung  $\Delta m$  von konditionierten Schmutzschichten

Anhand der ermittelten Trockenmassen der jeweiligen Verschmutzungen nach der Konditionierung wurde die Masseänderung abschließend auf die trockene Ausgangsschmutzmasse ( $\Delta m_{TM}$ ) bezogen. Bei den Milchprodukten stieg nur die Masseänderung der Schmutzschicht von High-Protein-Pudding während der gesamten Einwirkdauer kontinuierlich an und deutet auf ein ausgeprägtes Quellverhalten hin, siehe Abb. 24a. Die Schmutzschichten von Pudding, Joghurt, Quark und Schmelzkäse stiegen zunächst nur leicht an und blieben nach 8 min konstant, im Fall von Joghurt war hingegen eine Masseabnahme zu erkennen. Dies deutet auf ein partielles Lösen der Schmutzschicht hin. Die Frischkäse- und Soja-Joghurtverschmutzungen wiesen keine Massenänderung auf. Ein geringerer Anteil an quellbaren Kohlenhydraten und Proteinen hemmt hier offensichtlich die Wasserabsorption. Tendenziell zeigten die Verschmutzungen ohne Massenänderung (SJ, FK), also geringem Interaktionsverhalten, bei den Reinigungsuntersuchungen keine vollständige Reinigung.

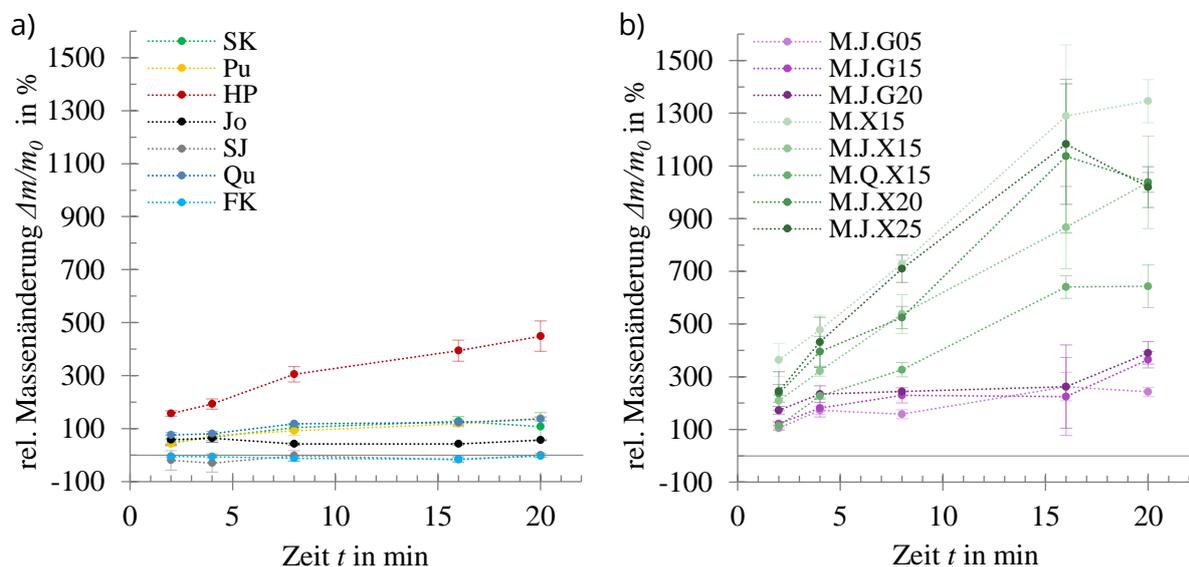


Abb. 24 (a) Relative Massenänderung der Milchprodukte und (b) ausgewählter MoVe in Abhängigkeit der Einwirkdauer  $t$  und Kontakt mit entionisiertem Wasser bei 25 °C.

Für die Massenänderung der Schmutzschichten der MoVe konnte in allen Fällen eine Zunahme verzeichnet werden (Abb. 24b). Dabei stieg die Massenänderung für die Schmutzschichten mit Xanthan stärker an, als für die Schmutzschichten mit Guarkernmehl. Die MoVe M.X15 wies dabei die höchste Massenänderung auf. Im Vergleich zu den Reinigungsuntersuchungen korrelierte für die MoVe eine hohe Massenänderung mit einer kürzeren Reinigungszeit.

Ein Vergleich der Ergebnisse aus dem Verfahren zur Bestimmung der Schichtdicken- und Massenänderung zeigt Abb. 25, in der die eingezeichnete Diagonale die ideale Korrelation beider Verfahren repräsentiert. Für die meisten Milchprodukte wurde eine Übereinstimmung der Ergebnisse beider Verfahren erzielt. Für die Schmutzschichten von High-Protein-Pudding war die Volumenzunahme (Schichtdickenänderung) höher als die gravimetrische Zunahme (Massenänderung) und für Quark tendenziell umgekehrt. Für Soja-Joghurt und Frischkäse trat nur eine äußerst geringe Quellung in Form einer Schichtdicken-

zunahme auf. Das überwiegende, *diffusive Auflösen / kohäsive Trennen* führte daher tendenziell zu negativen Werten in der Massenänderung. Die MoVe deckten einen größeren Bereich des Interaktionsverhaltens ab, da hier Zunahmen der Schichtdicke und Massen bis zu 1600 % ermittelt wurden. Weiterhin besteht für alle einbezogenen Milchprodukte sowie MoVe eine Korrelation von 0,958 für die beiden Verfahren. Die Bestimmung der Massenänderung erwies sich für quellfähige Verschmutzungen somit als praktikable Methode zur Abschätzung der Quellung und ggf. auch der Löslichkeit im industriellen Kontext.

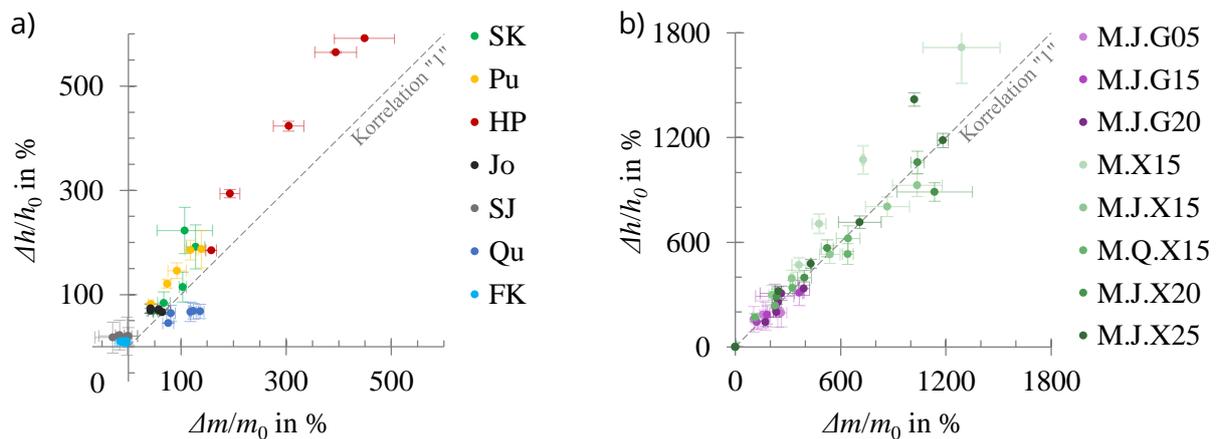


Abb. 25 Zusammenhang der relativen Schichtdickenänderung zur relativen Massenänderung der Milchprodukte (a) und ausgewählter MoVe (b) für Einwirkdauern von 2–20 min mit entionisiertem Wasser bei 25 °C.

### Statische Auswertung

Zur statistischen Auswertung mittels einer Hauptkomponentenanalyse (Principal Component Analysis, PCA) wurden 13 Datensätze bestehend aus den Milchprodukten Pudding, Frischkäse, High-Protein-Pudding, Soja-Joghurt und Schmelzkäse, sowie den ausgewählten MoVe herangezogen. Dabei wurden die Zielgrößen Reinigungszeit  $t_{90}$ , mittlere Abzugskraft  $\bar{F}/b$ , komplexer Schubmodul  $|G^*|$ , sowie Verlustfaktor  $\tan \delta$  berücksichtigt. Für die Schichtdicken- und Massenänderung wurde zudem ein „Startwert“ bei 2 min sowie jeweils, der mittels linearer Regression berechnete Anstieg der Verläufe bis zu einer Dauer von 20 min einbezogen. In der PCA wurde eine Gesamtvarianz von 74,6 % erreicht, welche sich auf die 1. Hauptkomponente (PC 1) mit 52,7 % und auf die 2. Hauptkomponente (PC 2) mit 21,9 % verteilte.

Der bereits angesprochene Zusammenhang von Schichtdicken- und Massenänderung spiegelte sich auch in der PCA wieder (Abb. 26), da vor allem die zeitlichen Anstiege derer einen Korrelationskoeffizienten von 0,936 aufzeigten. Steifigkeit und Schichtdicken- bzw. Massenänderung nach 2 min sind ebenso über die PC 1 verteilt und zeigten eine entgegengesetzte Korrelation (-0,7 bis -0,8). Dies stimmte mit den zuvor getroffenen Aussagen überein, dass die Steifigkeit abnahm, wenn die Schmutzschicht mehr Interaktionsverhalten mit der Reinigungsflüssigkeit zeigte (Schichtdicken- bzw. Massenänderung stärker ausgeprägt). Reinigungszeit und Verlustfaktor (20 min) orientieren sich stärker an der PC 2.

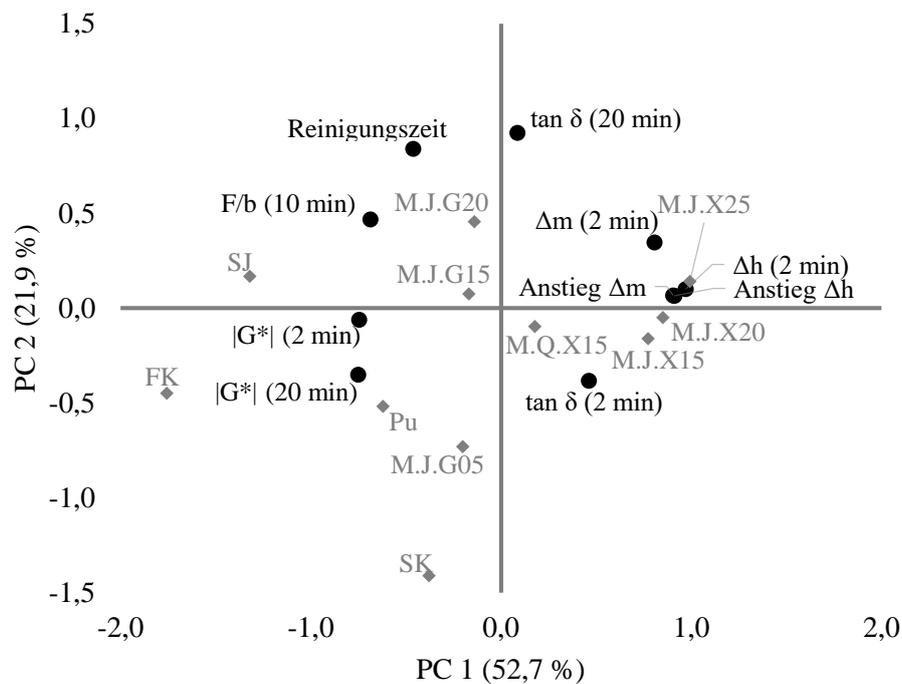


Abb. 26 Ergebnis der Hauptkomponentenanalyse mit den Zielgrößen Reinigungszeit  $t_{90}$ , mittlere Abzugskraft  $\bar{F}/b$ , komplexer Schubmodul  $|G^*|$ , Verlustfaktor  $\tan \delta$ , Schichtdickenänderung  $\Delta h$ , Massenänderung  $\Delta m$  und den Datenpunkten für die 13 einbezogenen Datensätze.

Die Festigkeit einer Schmutzschicht (mittlere Abzugskraft) ist sowohl hinsichtlich PC 1 und PC 2 ausgeprägt und widerspiegelt integral die komplexen mechanischen Eigenschaften, da die rheologischen Zielgrößen Verlustfaktor und komplexe Schubmodul ein Vektor-Feld um die mittlere Abzugskraft bilden. Der Zusammenhang zur Reinigungszeit kann mittels linearer Korrelation alleinstehend nicht durch eine Zielgröße abgebildet werden. Aus der hier angewendeten PCA kann jedoch die Aussage getroffen werden, dass ein geringes Interaktionsverhalten der Schmutzschichten mit einer Reinigungsflüssigkeit, hohe Steifigkeiten und Festigkeiten der Probe bedingen und letztlich die Reinigungszeit hoch ist. Dies lässt sich an den Proben Frischkäse, Sojajoghurt, sowie MoVe M.X15 exemplarisch aufzeigen. Frischkäse und Sojajoghurt korrelieren negativ mit der PC 1 (Abb. 26) und zeigten bei geringem Interaktionsverhalten (geringe Quellung) und hoher Steifigkeit eine ebenfalls hohe Reinigungszeit bzw. wurden in den Reinigungsuntersuchungen nicht vollständig abgereinigt. Die MoVe M.X15 korreliert positiv mit der PC 1 und zeigte ein hohes Interaktionsverhalten (starke Quellung), eine geringe Steifigkeit und eine geringe Reinigungszeit. Eine besondere Stellung nahm die Probe High-Protein-Pudding ein. Dieser Datenpunkt befindet sich bei dem Wert 2,9 auf der PC 2 und zeigt einen sehr hohen Verlustfaktor, was für ein ausgeprägtes viskoses Verhalten im Verlauf der Quellung spricht. In Verbindung mit dem vergleichsweise guten Zusammenhalt ist ein *kohäsiver* Abtrag nur schwer möglich. Daraus ergibt sich die ebenfalls hohe Reinigungszeit.

Betrachtet man nur die MoVe so ist ersichtlich, dass sich diese über der PC 1 in Abhängigkeit der Verdickungsmittel verteilen. Xanthan-MoVe zeigten gegenüber den Guarkernmehl-MoVe ein stärkeres Interaktionsverhalten in Reinigungsflüssigkeit, da diese, wie auch die Schichtdicken- und Massenänderung stärker positiv entlang der PC 1 ausgeprägt

sind. Der Anteil der Verdickungsmittel an den MoVe spiegelte sich hingegen an der Verteilung entlang der PC 2 wieder. Mit Zunahme des Verdickungsmittelanteils steigt demnach auch die Reinigungszeit je nach Art des Verdickungsmittels mehr oder minder an.

## Industrielle Erprobung

Abschließend wurden MoVe im industriellen Umfeld getestet. Dabei wurde einerseits eine MoVe als Produkt in einer Abfüllanlage eingesetzt und andererseits die Übertragbarkeit der Ergebnisse aus dem geschlossenen Reinigungssystem des Strömungskanals auf die offene Spritzreinigung erforscht. Ferner wurden Möglichkeiten zur Applikation bzw. Integration der MoVe in perspektivisch zugänglichen Maschinenoberflächen im Austausch mit dem projektbegleitenden Ausschuss eruiert. Quintessenz einer Meinungsumfrage (siehe Anlage 4) und der Diskussion des zweiten Projektteamtreffens am 09.01.2023 war, dass ein Einbringen einer Modellverschmutzung mittels extern verschmutzter Metallträger oder flexiblen Trägerfolien bezüglich der industriellen Anwendbarkeit (Produktsicherheit, Verfälschung der Strömung oder stofflicher Eigenschaften) auf Skepsis stieß.

### *MoVe als Produkt (geschlossene Reinigung)*

Die industrielle Erprobung der MoVe erfolgte mit freundlicher Unterstützung der Hansella GmbH in einer Abfüllanlage im Technikums-Maßstab. Dabei wurde die MoVe als Produkt in den Prozess eingebracht. Ziel der Untersuchungen war zum einen die Identifizierung reinigungskritischer Stellen und zum anderen der Vergleich der Reinigungswirkung von kontinuierlichem Wasserstrom und einer firmenspezifischen Jet-Reinigung. Der Reinigungstest wurde als gelungen definiert, wenn produktberührende Stellen überwiegend sauber waren. Eine ungenügende Aussagekraft der gewählten Modellverschmutzung wäre vorhanden, wenn die produktberührenden Stellen komplett sauber bzw. nicht sauber wären. Die Auswahl der MoVe erfolgte anhand der unterschiedlichen Reinigungszeiten und Reinigungsmechanismen, welche in Abb. 10 für alle untersuchten MoVe aufgeführt sind. Die MoVe M.G15 wurde zu Beginn für die industrielle Erprobung ausgewählt. Dabei wurde auf die Komponenten Joghurt und Quark verzichtet, um die Herstellung (im Technikumsmaßstab) zu erleichtern. Die gewählte MoVe besitzt außerdem eine mittlere bis hohe Hartnäckigkeit, sowie eine mittlere Reinigungszeit, sodass bei Bedarf im Verlauf der industriellen Erprobung diese Eigenschaften variiert werden konnten.

Der Versuchsaufbau ist in Abb. 27 dargestellt und zeigt die wesentlichen Bestandteile der Abfüllanlage. Die MoVe wurde zum Verschmutzen als Produkt einmal vom Füllgutbehälter bis zum Abfüllrohr gepumpt und anschließend für 1,5 h oder über Nacht (mind. 14 h) in der Anlage belassen. Zur Reinigung wurde das Abfüllrohr dann in eine Spüllaterne gesteckt und die Außenseite des Abfüllrohres wurde somit ebenfalls umspült. Alle Reinigungsuntersuchungen wurden mit Leitungswasser bei etwa 25 °C für 15 min durchgeführt. Die Reinigung mit kontinuierlichem Wasserstrom erfolgte, indem anstelle des Füllgutbehälters ein Wassertank platziert wurde und mit einer konstanten Pumpenfrequenz von etwa 10,8 Hz und einem Durchfluss von etwa 12,5 L letztlich 190 L Wasser die Anlage

durchströmten. Für die Jet-Reinigung erfolgte eine Modifikation, indem ein weiterer kleiner Wassertank oberhalb der Abfüllanlage ergänzt wurde. Insgesamt wurden hier 10 L über eine Vorreinigung schwallartig für 5 min zugeführt und anschließend zweimal die Jet-Reinigung mit einem Druckluft-Wasser-Gemisch (10 L Wasser) für jeweils 5 min durchgeführt. Der Wasserverbrauch lag somit bei 30 L Wasser.

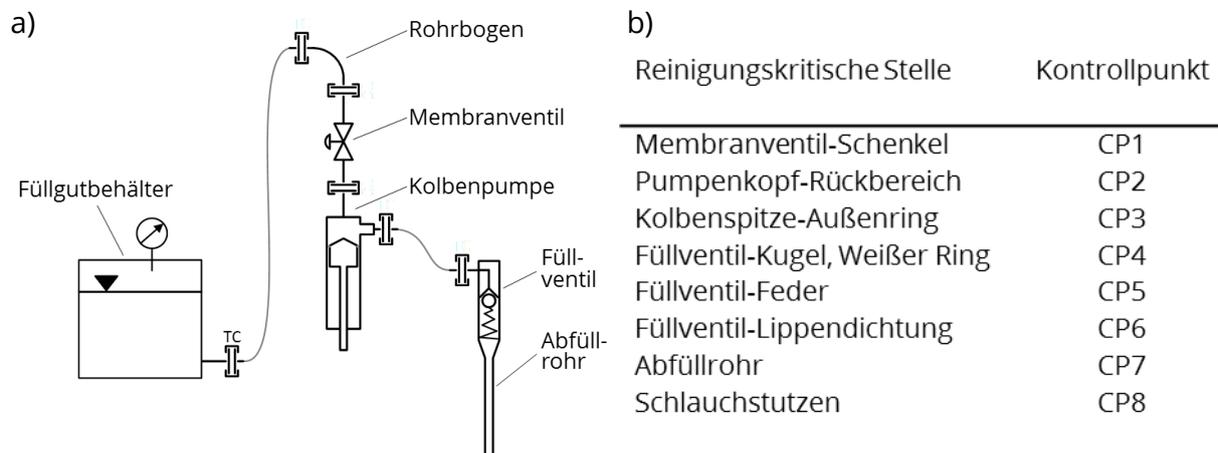


Abb. 27 (a) Versuchsaufbau zur industriellen Erprobung; (b) Übersicht ausgewählter reinigungskritischer Stellen

Es wurden insgesamt 6 Versuche zur industriellen Erprobung durchgeführt, siehe Tab. 2. Dabei erfolgte eine Variation der Trocknungszeit und des Reinigungsverfahrens. Aufgrund der begrenzten Haltbarkeit der verwendeten MoVe und damit veränderten Eigenschaften konnten die Ergebnisse von Versuch 4 und 5 nicht weiter berücksichtigt werden. Im Versuch 6 wurde eine neu hergestellte MoVe eingesetzt. Weiterhin erfolgte ein Lernprozess in den Versuchen 1 und 2, indem die reinigungskritischen Stellen vor Probenahme mit Frischwasser gespült wurden, um sicherzustellen, dass kein verschmutztes Spülwasser zu einem falschen positiven Ergebnis führte. Dieses Spülen erfolgte in Versuch 5 und 6.

Tab. 2 Versuchsaufbau industrielle Erprobung

	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3	Versuch 4	Versuch 5	Versuch 6
Trocknungszeit MoVe in h	14	1,5	18	1,5	1,5	14
Reinigungsverfahren	kontinuierlicher Wasserstrom		Jet-Reinigung	kontinuierlicher Wasserstrom		

Für die Reinigungstests wurden 8 reinigungskritische Stellen ausgewählt und die Bereiche zur Probennahme definiert (Abb. 26 b, Anlage 5). Die Reinigungsergebnisse wurden mittels Proteinnachweis und visueller Beurteilung bewertet. Der Proteinnachweis erfolgte anhand des Medi-Check-Stiftes (Hygiene International Ltd.). Dieser Swap-Test kann mittels Biuret-Reaktion Proteinrückstände bis zu 1 µg nachweisen. Dabei färbt sich die zu Beginn grüne Flüssigkeit nach Kontakt mit Proteinrückständen und Inkubation von 15 min bei 55 °C violett (Abb. 28). Alle reinigungskritischen Stellen wurden vor dem Verschmutzen mit Probe auf Sauberkeit und Proteinrückstände überprüft. Hier zeigte sich, dass beispielsweise ein neuer Silikonschlauch positiv auf den Proteinnachweis reagierte und somit nicht für die weiteren Reinigungstests genutzt werden konnte.

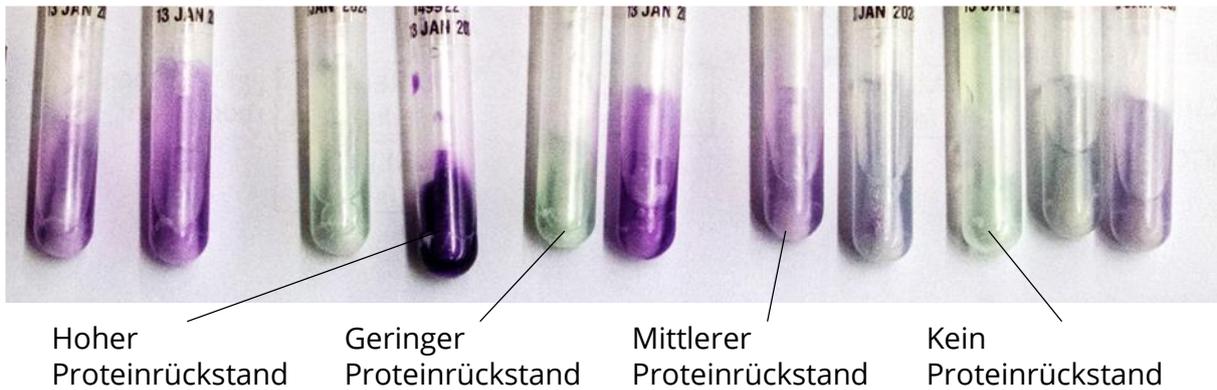


Abb. 28 Visuelle Beurteilung der Proteinrückstände anhand des Medi-Check-Stiftes (Hygiene International Ltd.)

Die Reinigungsergebnisse der festgelegten Kontrollpunkte (CP) sind bildhaft in Anlage 6, sowie graphisch für die beiden Detektionsmethoden in Abb. 29 dargestellt. Für die reinigungskritische Stelle CP 1 wies der ausgewählte Bereich (Schenkel des Membranventils) nach allen Reinigungsversuchen stets Schleier an Verschmutzungsrückstand auf. Dies deckt sich mit den Ergebnissen des Proteinnachweises. CP 1 wurde daher als reinigungskritische Stelle mittleren Grades eingestuft. Insgesamt zeigte der Rückbereich des Pumpenkopfes (CP 2) nicht den vermuteten lokalen Rückstand an MoVe aufgrund der ungünstigen Strömungsumlenkung und wurde als reinigungskritische Stelle mittleren Grades identifiziert. Als reinigungskritische Stelle hohen Grades wurden CP 3 und CP 4 eingestuft. Allerdings wurde der Kolben zur Reinigung nicht in die dafür vorgesehene Stellung positioniert und der Dichtungsbereich zeigte somit erwartungsgemäß deutliche, visuelle Rückstände der MoVe auf. Die Ergebnisse des Proteinnachweises bestätigen den visuellen Eindruck.

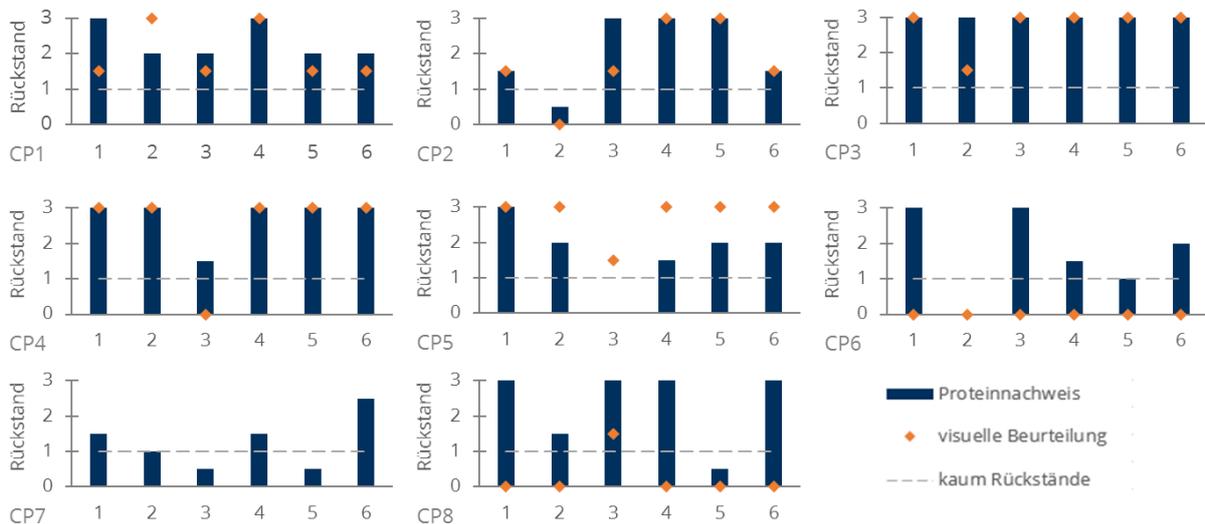


Abb. 29 Ergebnisse Proteinnachweis und visuelle Beurteilung untersuchter reinigungskritischer Stellen

Die schwierige Reinigbarkeit von Dichtungen insbesondere an strömungsgünstigen Bereichen wurde damit bestätigt. CP 5 zeigte geringere Rückstandsmengen gegenüber CP 4 und wurde daher als reinigungskritische Stelle mittleren Grades eingeordnet. Die visuelle Beurteilung wurde stets durch eine verschmutzte Federsitznut am oberen Rand des Füll-

ventils negativ beeinflusst, weshalb diese als weitere reinigungskritische Stelle hohen Grades identifiziert werden konnte. Da die visuelle Beurteilung des Inneren des Abfüllrohres (CP 7), sowie des Schlauchstutzens (CP 8) nicht oder nur sehr schwierig möglich war, wurde hier lediglich der Proteinnachweis angewendet. Dieser zeigte geringe Rückstandsmengen und führte dazu, dass CP 7 als nicht reinigungskritisch und CP 8 als reinigungskritische Stelle geringeren bis mittleren Grades eingestuft wurde.

Weiterhin konnte eine reinigungskritische Stelle, die eingangs nicht als CP definiert wurde, identifiziert werden. Der Rohrbogen wies vorrangig am Innenradius stets deutliche Rückstände an MoVe auf. Mögliche Ursache kann die reduzierte Strömungsgeschwindigkeit gegenüber Silikonschlauch darstellen. Der Rohrbogen kann daher als „Schmutzherd“ angesehen werden, der zur kontinuierlichen Verschleppung der MoVe im gesamten System führte. Es erfolgte die Identifizierung als reinigungskritische Stelle hohen Grades.

Der Vergleich der Reinigungswirkung der Verfahren kontinuierlichen Wasserstrom und Jet-Reinigung (Versuch 6) zeigte eine Reduzierung der Wassermenge bei gleichbleibendem Reinigungserfolg. Allerdings hat der Reinigungsprozess Einfluss auf die Art der Rückstände. Bei der Jet-Reinigung verblieben fettige Schlieren, wohingegen bei der Reinigung mit kontinuierlichen Wasserstrom weiße mineralartige Rückstände zu beobachten waren.

#### Reinigungsverhalten der MoVe bei der Spritzreinigung

Sowohl die Synthese der Modellschmutzungen als auch die industrielle Erprobung in der Abfüllanlage der Hansella GmbH betrachtete das Reinigungsverhalten in geschlossenen Systemen (auch bekannt als immersiertes Reinigungssystem). Für zwei MoVe (M.G.10 und M.J.X15, vgl. Abb. 9) erfolgten außerdem Reinigungsversuche im offenen Reinigungssystem (sogenanntes nicht-immersierte System). Zur Applikation der MoVe an ebene freizugänglichen Oberflächen im industriellen Umfeld konnte die bisher genutzte Rakelverfahren zur Probenherstellung nicht genutzt werden. Aus diesem Grund wurde die in Abb. 30a dargestellt Rakeldüse entwickelt, um MoVe mit definierter Schichtdicke direkt auf ebene Oberflächen aufzutragen. Abb. 30b und c gibt Aufschluss über die Reproduzierbarkeit der händischen Applikationsmethode.

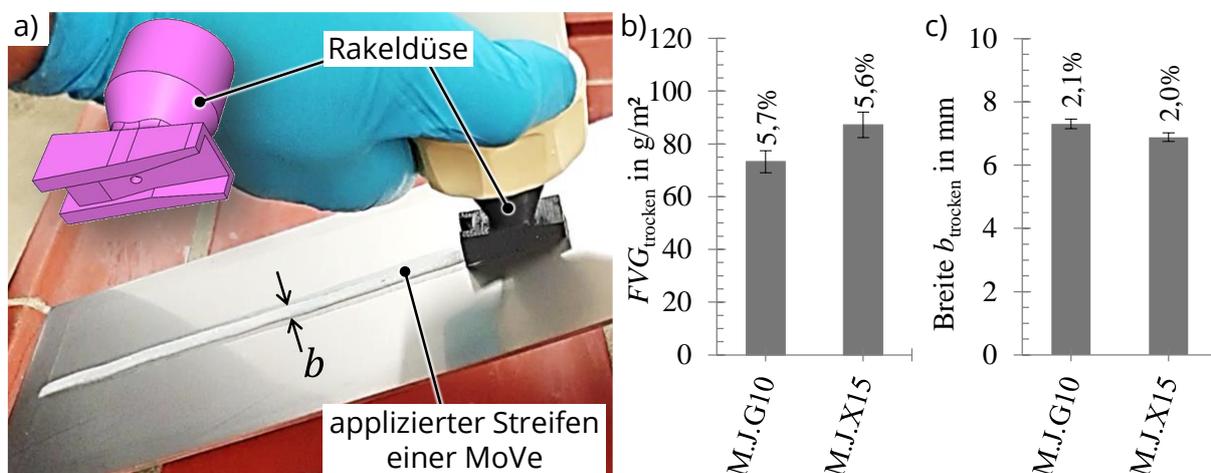


Abb. 30 (a) Auftrag einer MoVe mittels Rakeldüse und (b) das resultierende Flächenverschmutzungsgewicht (FVG) und (c) die Breite der Streifen der MoVe nach der Trocknung unter Normklima. Prozentuale Angaben repräsentieren die relative Streuung der Kennwerte.

Dazu würde das einerseits das Flächenverschmutzungsgewicht  $FVG_{\text{trocken}}$  und die Breite des applizierten Schmutzstreifens  $b_{\text{trocken}}$  nach der Trocknung über Nacht unter Normklima ermittelt. Beide Kennwerte weisen mit einer relativen Streuung von circa 5 %, oder kleiner, eine hinreichende Reproduzierbarkeit auf. Daraus lässt sich ableiten, dass die Streuung der Schichtdicke der Steifen ebenfalls im akzeptablen Bereichs liegt. Geringfügige Unterschiede im  $FVG_{\text{trocken}}$  oder der Breite sind auf unterschiedliche Wasseranteile vor der Trocknung bzw. unterschiedlichem Fließverhalten zurückzuführen.

Als repräsentatives Szenario einer offenen Reinigung wurde der in Abb. 31a dargestellte Versuchsaufbau genutzt. Hierbei wurden die verschmutzten Edelstahlsubstrate ( $30 \times 20 \text{ cm}^2$ ) auf einer Trägerplatte befestigt und im Abstand von  $L = 25 \text{ cm}$  eine feststehende Flachstrahldüse (632.642, Lechler GmbH, äquivalenter Bohrungsdurchmesser 2,5 mm) orthogonal dazu angeordnet. Die Spritzreinigungsversuche erfolgten unter Nutzung von Leitungswasser bei circa  $21 \text{ °C}$  und einem Düsendruck unmittelbar vor der Düse von  $p = 3 \text{ bar}$ , woraus ein Volumenstrom von  $4,9 \text{ L/min}$  resultiert. Abb. 31b zeigt den getrockneten Schmutzstreifen (M.J.G10) vor dem Versuch und den verbleibenden Schmutzstreifen unmittelbar nach der Reinigung von 5 min.

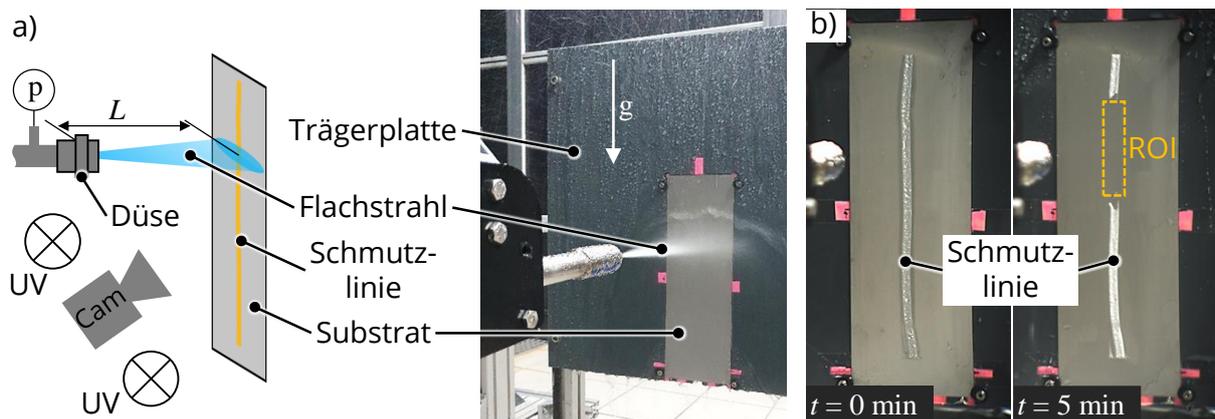


Abb. 31 (a) Versuchsaufbau der Spritzreinigung mit einer Flachstrahldüse im Abstand von  $L = 25 \text{ cm}$  zum Substrat ( $30 \times 10 \text{ cm}^2$ ) und (b) ein Streifen einer MoVe vor und nach der Reinigung. ROI (Region of Interest) markiert den direkten Auftreffbereich des Flachstrahls.

Deutlich zu erkennen ist der gereinigte Bereich im direkten Auftreffbereich des Flachstrahls. Im Umkehrschluss zeigt sich, dass die MoVe nicht durch den abfließenden Wasserfilm entfernt werden konnte. Dieses Ergebnis ist repräsentativ für die beiden untersuchten MoVe und unterstreicht die anvisierte Hartnäckigkeit.

Um genauere Informationen zum Reinigungsverhalten zu erhalten, wurde der Spritzreinigungsprozess in einem abgedunkelten Raum unter UV-Licht mit einer Kamera dokumentiert. Abb. 32 zeigt exemplarisch Auszüge einer Bildreihe der Spritzreinigung der MoVe M.J.X15 und M.J.G10 im direkten Auftreffbereich (ROI) des Flachstrahls. Während der Fortschritt des Schmutzabtrags von M.J.X15 gleichmäßig radial zum Strahlmittelpunkt erfolgt, zeigt M.J.G10 lokal Bereiche einer schlagartigen Schmutzentfernung (gestrichelter Bereich in Abb. 32b). In Übereinstimmung mit den identifizierten Reinigungsmechanismen im Kanal kann daher die Reinigung der MoVe mit Xanthan einem *kohäsiven Trennen* und der MoVe mit Guarkernmehl einem *adhäsiven Abtrennen* zugeteilt werden.

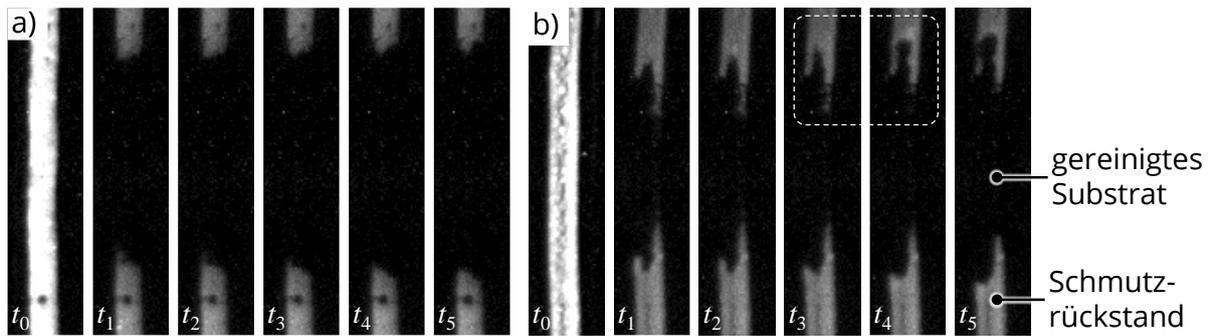


Abb. 32 Bildreihen der Reinigung von zwei MoVe im direkten Auftreffbereich (ROI) von Leitungswasser bei 21 °C unter Verwendung einer Flachstrahldüse nach der Spritzdauer von  $t_0 = 0$  s,  $t_1 = 36,7$  s,  $t_2 = 39,6$  s,  $t_3 = 42,4$  s,  $t_4 = 45,2$  s,  $t_5 = 48,0$  s. (a) *kohäsives Trennen* von M.J.X15; (b) partiell *adhäsives Abtrennen* von M.J.G10.

Die Bilderreihen dienen wiederum zur Ermittlung des Reinigungsverlaufes. Abb. 33a zeigt die gereinigte Fläche  $A_{\text{sauber}}$  normiert auf die initial verschmutzte Schmutzfläche als Funktion der Zeit. Die gemittelten Verläufe (Versuchszahl  $n \geq 4$ ) zeigen, dass innerhalb des Auftreffbereichs (ROI) des Flachstrahls beide MoVe entfernt werden konnten. Währenddessen die gereinigte Fläche von M.J.X10 gleichmäßig entfernt wurde, ist der Verlauf durch einige Knicke gekennzeichnet, was wiederum auf ein *adhäsives Abtrennen* partieller Schmutzbereiche deutet. Dennoch zeigt sich gegenüber der geschlossenen Reinigung im Kanal eine weitaus geringe Differenzierung der Reinigungsmechanismen der exemplarisch untersuchten MoVe mit Xanthan bzw. Guarkernmehl (vgl. Abb. 9), was auf stark unterschiedliche Belastungszustände der Spritzreinigung gegenüber der geschlossenen Reinigung zurückzuführen ist. In Abb. 32c ist Reinigungszeit bis 90 % der initialen Schmutzfläche im ROI entfernt wurde gegenüber der Reinigungszeit  $t_{90}$  im Kanal (Abb. 32b) dargestellt. Tendenziell ist das Verhalten der zwei MoVe zwischen den zwei grundsätzlich unterschiedlichen Reinigungssystemen vergleichbar, wenn gleich die absolute Reinigungszeit bei der Spritzreinigung gegenüber der Reinigungszeit im Kanal circa um den Faktor 10 geringer ist.

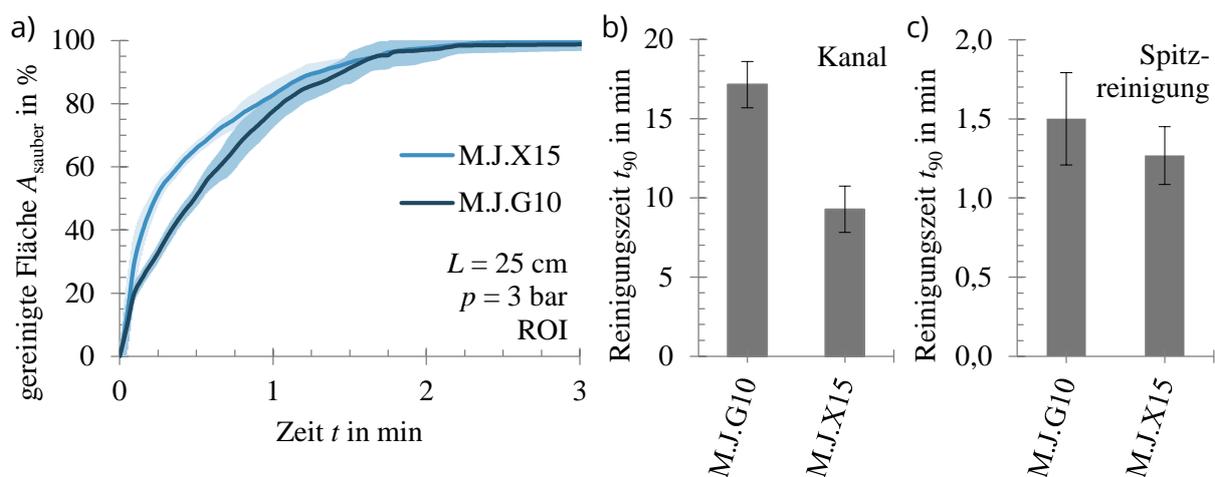


Abb. 33 (a) Reinigungsverlauf der MoVe M.J.X15 und M.J.G10 als zeitliche Veränderung der gemittelten, gereinigten Fläche im Auftreffbereich (ROI) des Flachstrahls (b) Entsprechende Reinigungszeiten im Kanal und (c) bei der Spritzreinigung. Schattierter Bereich (a) und Fehlerbalken (b, c) entsprechen der Standardabweichung von mindestens vier Messungen.

#### d) Öffentlichkeitsarbeit/Veröffentlichungen/Vorträge

Für den Austausch mit Industriepartnern wurde für dieses Forschungsvorhaben ein projektbegleitender Ausschuss eingerichtet. Dieser bestand aus zwölf Unternehmen, die überwiegend dem Bereich Maschinenbau angehören, sowie wissenschaftlichen Mitarbeitenden der beteiligten Professuren. Im Rahmen von drei online durchgeführten Sitzungen (11.11.2021, 09.01.2023, 27.10.2023) wurden die Forschungsergebnisse kommuniziert und diskutiert. Der stetige Verweis auf das Forschungsvorhaben und die erzielten Ergebnisse erfolgte zudem in den Projektteamtreffen parallellaufender Forschungsvorhaben zur Thematik Reinigung von Maschinen und Anlagen am Institut für Naturstofftechnik der Technischen Universität Dresden.

Studierende wurde im Rahmen von Vorlesungen (u.a. Reinigungstechnik und Betriebshygiene) auf das Projekt aufmerksam gemacht und als studentische Hilfskräfte in die Projektbearbeitung einbezogen. Des Weiteren setzte sich ein Studierender im Rahmen einer studentischen Arbeit zum Thema „Bestimmung des Reinigungsmechanismus und der Reinigungskinetik realer Verschmutzungen im immmergierten System“ intensiver mit der Thematik auseinander. Erste Ergebnisse des Projektes wurden in den Fachzeitschriften „Rundschau für Fleischhygiene und Lebensmittelüberwachung“ und „Molkerei-Industrie“ einer breiten Leserschaft aus dem industriellen Bereich zugänglich gemacht, siehe Helbig et al. (2023a, b). Ferner ist eine weitere Veröffentlichung in der Fachzeitschrift „Der Lebensmittelbrief“ im Jahr 2024 vorgesehen, in der weitere Projektergebnisse präsentiert werden.

Im Rahmen der Mitgliederversammlung der Gesellschaft Deutscher Lebensmitteltechnologe n e.V. (GDL) wurde in einem Vortrag zur Schmutzstrukturbasierten Reinigung von Anlagen (13.10.2023) ebenso auf die Problematik und das Projekt aufmerksam gemacht. Weiterhin erfolgte die Projektvorstellung über die Website des Verband Deutscher Maschinen- und Anlagenbau e. V. ↗ [Link<sup>2</sup>](#), sowie den digitalen Plattformen beider Professuren ↗ [Link<sup>3</sup>](#).

Die industrielle Erprobung bei der Firma Hansella GmbH hat bereits dazu geführt, dass die neu entwickelten Modellverschmutzungen in der Industrie erprobt und somit die Projekterkenntnisse und Ansätze zur Ressourceneinsparung nahtlos in der Industrie umgesetzt werden können.

---

<sup>2</sup> <https://www.vdma.org/viewer/-/v2article/render/36877289>

<sup>3</sup> <https://tud.link/k8ws>

## e) Fazit/Ausblick

Im Rahmen dieses Forschungsvorhabens wurden sieben Milchprodukte hinsichtlich ihres Reinigungsverhaltens im geschlossenen System (Strömungskanal) untersucht. Die Synthese der Modellverschmutzungen (MoVe) erfolgte anfangs auf Grundlage der chemischen Zusammensetzung der Milchprodukte und endete mit der Nutzung von Milch als Basis und Variation der Verdickungsmittel Xanthan und Guarkernmehl zum Einstellen des Reinigungsmechanismus, sowie dem Einbringen von Joghurt und Quark zum Einstellen der notwendigen Hartnäckigkeit beim Reinigen. Ein *viskoses Verschieben* der Schmutzschichten wurde bei den untersuchten Milchprodukten in Kontakt mit Wasser bei 25 °C nicht beobachtet. Aus diesem Grund lag der Fokus bei der anschließenden Synthese der MoVe auf der Abbildung des *kohäsiven Trennens* und dem *adhäsiven Abtrennen*. Eine generelle Schlussfolgerung bezüglich des Reinigungsverhaltens aus der chemischen Zusammensetzung der analysierten Milchprodukte konnte nicht gezogen werden.

Somit erfolgte neben der Entwicklung von MoVe mit den vorherrschenden Reinigungsmechanismen der Verschmutzungen der milchverarbeitenden Industrie, die Betrachtung des Interaktions- und Reinigungsverhaltens in Form weiterer reinigungsrelevanter Eigenschaften. Die Hartnäckigkeit einer Verschmutzung wurde anhand von Abzugsmessungen und rheologischen Untersuchungen bestimmt. Die Bestimmung der Abzugskräfte beim Abzug einer Verschmutzung und Klassifizierung des Ablöseverhaltens ist eine im Forschungsumfeld etabliertes Verfahren. Für Verschmutzungen mit vorrangig *kohäsivem Trennen* korrelierte die mittlere Abzugskraft mit der Reinigungszeit. Weiterhin lieferte die mittlere Abzugskraft Erkenntnisse zum Reinigungsmechanismus der betrachteten Verschmutzungen. Die Bestimmung der rheologischen Eigenschaften quellender Schichten ermöglichte Aussagen zur Steifigkeit und dem Verhältnis viskoser und elastischer Anteile einer Schmutzschicht nach Kontakt mit Reinigungsflüssigkeit. Es konnte gezeigt werden, dass ein Zusammenhang zwischen Reinigungszeit und Veränderung der rheologischen Zielgrößen im zeitlichen Verlauf besteht. Die Einschätzung des Interaktionsverhaltens zwischen Verschmutzung und Reinigungsflüssigkeit erfolgte darüber hinaus mittels Bestimmung der Schichtdicken- und Massenänderung. Die Schichtdickenänderung als optisches, nicht-invasives und zeitaufgelöstes Verfahren diente zur Quantifizierung des Interaktionsverhaltens und zur Identifizierung beteiligter Grundvorgänge. Die Bestimmung der Massenänderung als gravimetrisches und praktikables Verfahren bildete das Interaktionsverhalten weitergehend quantitativ ab. Es zeigte sich, dass die Änderung der relativen Schichtdicke bzw. Masse für quellfähige Verschmutzungen korrelierte und in Abhängigkeit der Zeit Kenntnisse zum Interaktionsverhalten lieferte. Das Interaktionsvermögen stellte dennoch kein alleiniges Maß zur Prognose des Reinigungsverhaltens dar. Die Analyse und Bewertung dieser Verfahren im Gesamten (Überblick siehe Anlage 3) ermöglichten jedoch eine fundierte Abschätzung zur Charakterisierung des Reinigungsverhaltens realer Verschmutzungen in der Lebensmittelproduktion und tragen dazu bei, geeignete Reinigungsmethoden effektiv zu wählen und anzuwenden.

Aus der statistischen Betrachtung geht hervor, dass die hier untersuchten MoVe größtenteils die Eigenschaften der ausgewählten Milchprodukte abdecken. Vor allem das Interaktionsverhalten wird gut abgebildet. Weitere MoVe mit stärkeren Ausprägungen hinsichtlich der Eigenschaften Steifigkeit und geringem Interaktionsverhalten könnten an dieser Stelle die hartnäckigen Milchprodukte, wie z.B. Frischkäse und Sojajoghurt ergänzen.

Innerhalb der industriellen Erprobung konnte die ausgewählte MoVe gut als Ersatzprodukt in einem geschlossenen System eingesetzt werden und zeigte eine ausreichende Hartnäckigkeit unabhängig von Trocknungszeit und Schichtdicke. Zukünftig müsste die Lagerstabilität bzw. Wiederverwendbarkeit der frisch hergestellten MoVe für vergleichbare Ergebnisse berücksichtigt werden. Die Einordnung der Sensitivität des Proteinnachweises bedarf für weitere Untersuchungen je nach Produkt und Branche einer Einschätzung akzeptabler Rückstände für eine sichere Prozessführung. Die Untersuchung des gesamten Systems ist generell zur Identifizierung reinigungskritischer Stellen unabhängig von subjektiven Vermutungen geeignet. Für weitere Untersuchungen wäre es sinnvoll zwischen der Reinigbarkeit einzelner Bauteile und des gesamten Systems zu differenzieren. Für eine exakte Lokalisierung reinigungskritischer Stellen, insbesondere mittels Proteinnachweis, scheint die Untersuchung einzelner Bauteile zielführender zu sein. Hier spielt der Aspekt der Verschleppung von MoVe aus einem Schmutzherd eine Rolle.

Des Weiteren wurden zwei MoVe mit einer weiteren Applikationsmethode im offenen Reinigungssystem untersucht. Dabei zeigte sich, dass das Auftragen mittels Rakeldüse eine weitere Möglichkeit zur örtlichen Beurteilung von reinigungskritischen Stellen ist. Tendenziell ist das Verhalten der zwei ausgewählten MoVe trotz der zwei grundsätzlich unterschiedlichen Reinigungssysteme vergleichbar.

Maschinen- und Anlagenbauer können nun entsprechend der zu erwartenden Eigenschaften der milchbasierten Verschmutzung eine MoVe gezielt auswählen und bereits einzelne Bauteile sowie das Zusammenspiel aus Reinigungstechnik, Reinigungsparametern und Verschmutzung noch vor Produktionsbeginn testen und optimieren. Dieses prinzipielle Vorgehen zur Entwicklung von MoVe kann analog auf weitere Produktgruppen anderer Branchen übertragen werden.

### 3 Literaturangaben

- Helbig, M., Föste, H., Augustin, W., Scholl, S., 2015. Description of the cleaning mechanism of a model food soil using an optical detection method and the fdg technique. Presented at the Heat Exchanger Fouling and Cleaning XI, Enfield (Dublin), Ireland.
- Helbig, M., Zahn, S., Böttcher, K., Rohm, H., Majschak, J.-P., 2019. Laboratory methods to predict the cleaning behaviour of egg yolk lay-ers in a flow channel. Food Bioprod. Process. 113, 108–117
- Helbig, M.; Hovorka, K.; Schmidt, C.; Zahn, S., 2023a. Reinigung im Visier: Analyse des Reinigungsverhaltens von Milchprodukten zur Entwicklung von Testverschmutzungen, Rundschau für Fleischhygiene und Lebensmittelüberwachung: RFL, Jg. 75, Nr. 6, S. 208-211
- Helbig, M.; Hovorka, K.; Schmidt, C.; Zahn, S., 2023b. Reinigung im Visier: Analyse des Reinigungsverhaltens von Milchprodukten zur Entwicklung von Testverschmutzungen, Molkerei-Industrie: Fachmagazin für die Milchverarbeitung, 2023, Nr. 7, S. 26-30 <https://www.moproweb.de/blmedien-epaper/molkerei-industrie-07-2023/>
- Köhler, H., Liebmann, V., Golla, C., Fröhlich, J., Rüdiger, F., 2021. Modeling and CFD-Simulation of Cleaning Process for Adhesively Detaching Film-Like Soils With Respect to Industrial Application. Food and Bioproducts Processing 129, 157–167.
- Kricke, S., Böttcher, K., Zahn, S., Majschak, J.-P., Rohm, H., 2021. Effect of Physicochemical Properties of Native Starches on Cleaning in Falling Film and Plane Channel Flow Experiments. Heat Transfer Engineering 1–10.
- Lee, S.K., Buwalda, R.J., Euston, S.R., Foegeding, E.A., McKenna, A.B., 2003. Changes in the rheology and microstructure of processed cheese during cooking. LWT - Food Science and Technology 36, 339–345.
- Mercadé-Prieto, R., Chen, X., 2005. Caustic-induced gelation of whey deposits in the alkali cleaning of membranes. J. Membr. Sci. 254, 157–167.
- Ney, K.H., Wirotama, I.P.G., 1970. Veränderungen der Käseproteine durch den Schmelzprozeß; Untersuchungen mit konventionellen und elektrophoretischen Methoden. Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und Forschung 142, 288–295.
- Oliver-Daumen, B.P., 2012. Überprüfung der Isolator- und Reinraumbereiche an Ab-füllanlagen mittels neu entwickelten, nährstofffreien Spezialmedium für den Spritzschatten-test/Retentionstest, in: VVD 2012 Tagungsband, Technische Universität Dresden, Dresden, 367–384.
- VDMA, Merkblatt 2007. Riboflavintest für keimarme oder sterile Verfahrenstechniken, 1-10.
- Xin, H., Chen, X.D., Özkan, N., 2002. Cleaning Rate in the Uniform Cleaning Stage for Whey Protein Gel Deposits. Food Bioprod. Process. 80, 240–246.
- Xin, H., Chen, X.D., Özkan, N., 2004. Removal of a model protein foulant from metal surfaces. AIChE J. 50, 1961–1973.

---

## 4 Anlagen

Anlage 1	Fluoreszenzverhalten der ausgewählten Milchprodukte .....	41
Anlage 2	Zusammensetzung der Modellverschmutzungen aus Phase 2.....	43
Anlage 3	Ergebnisse der Reinigung und Charakterisierungsverfahren.....	44
Anlage 4	Meinungsumfrage .....	45
Anlage 5	Auswahl reinigungskritischer Stellen und Bereiche der Probenentnahme.....	48
Anlage 6	Reinigungsergebnisse reinigungskritischer Stellen.....	49

## Anlage 1 Fluoreszenzverhalten der ausgewählten Milchprodukte

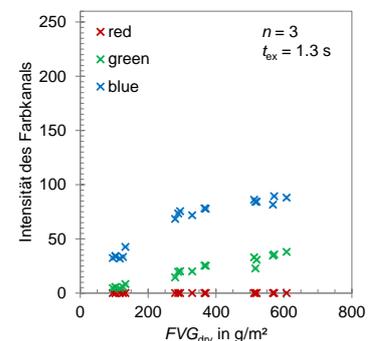
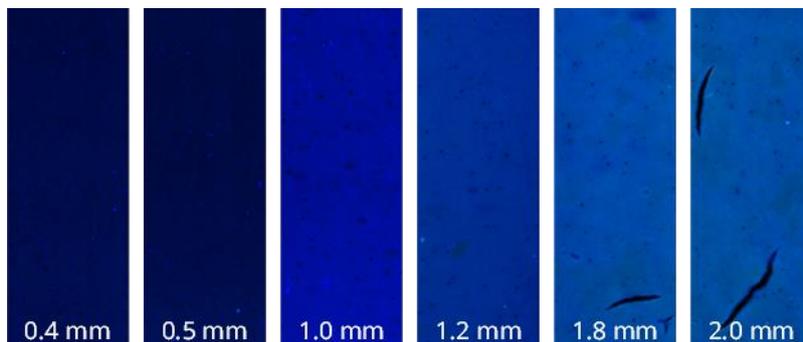
Die folgenden Abbildungen zeigen das Fluoreszenzverhalten der verschiedenen Milchprodukte nach der Trocknung unter Normklima (23 °C und 50 % rH) für 48 h. Dazu erfolgte die Applikation der Produkte im Originalzustand (keine Verdünnung, keine Zusätze, Homogenisierung mit Plattenrührer) mit unterschiedlichen Schichtdicken im Bereich von 0,4 mm bis 2,0 mm auf Edelstahlbleche.

Die Erfassung der Eigenfluoreszenz erfolgte analog zu den Reinigungsversuchen mit einem Kamerasystem unter Bestrahlung mit UV-Licht. Die Belichtungszeit der Kamera wurde mit  $t_{\text{ex}} = 1,3$  s konstant gelassen, jedoch wiesen Frisch- und Schmelzkäse eine deutlich intensivere Fluoreszenz auf. Zur Abbildung des Einflusses der Schichtdicke musste die Belichtungszeit in diesen Fällen reduziert werden. Neben den Bildreihen zum qualitativen Eindruck, ist die Fluoreszenzintensität quantitativ für die drei Farbkanäle der Farbkamera in Abhängigkeit des resultierenden Flächenverschmutzungsgewichtes, siehe Gleichung (2), dargestellt.

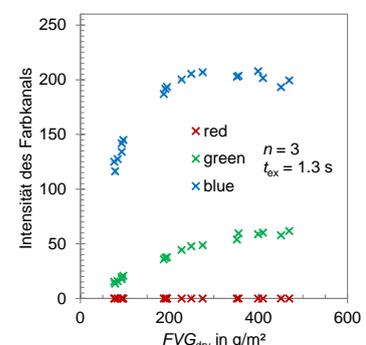
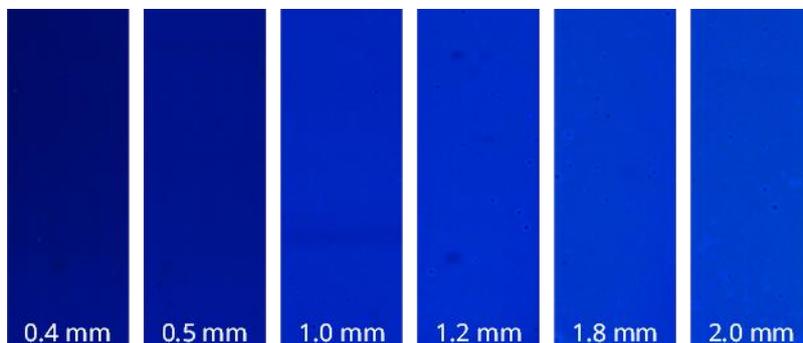
$$FVG_{\text{dry}} = \frac{m_{\text{soil.dry}} - m_{\text{blank}}}{A_{\text{soil}}} \quad (2)$$

$m_{\text{soil.dry}}$  ist die Masse des verschmutzten Bleches nach der Trocknung unter Normklima,  $m_{\text{blank}}$  das Leergewicht des Bleches und  $A_{\text{soil}}$  die verschmutzte Fläche.

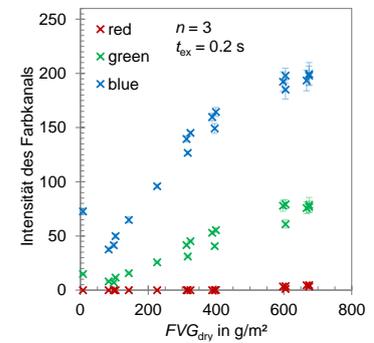
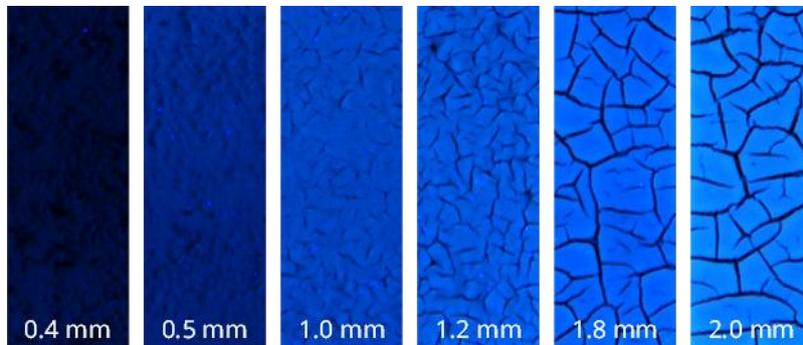
### Pudding Vanille



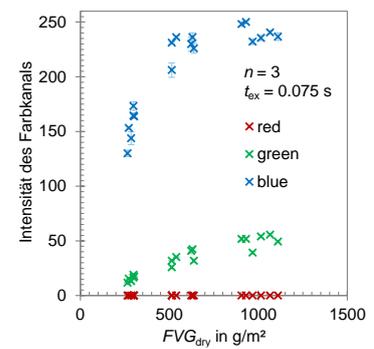
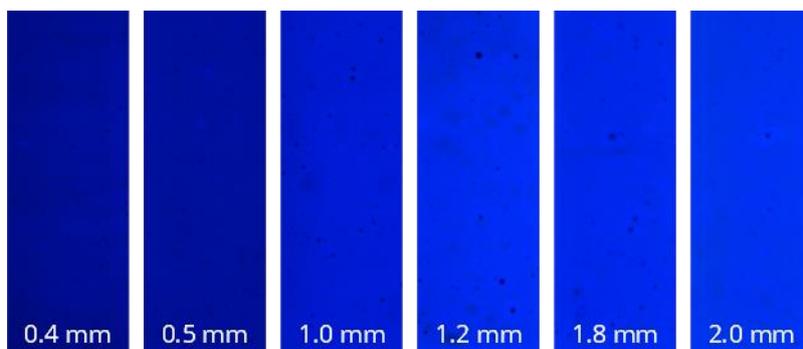
### High Protein Pudding



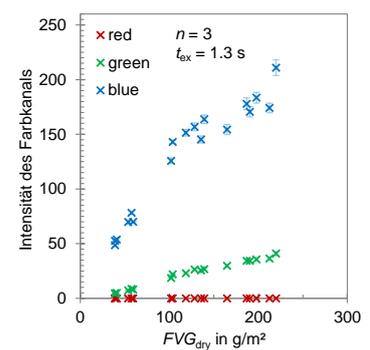
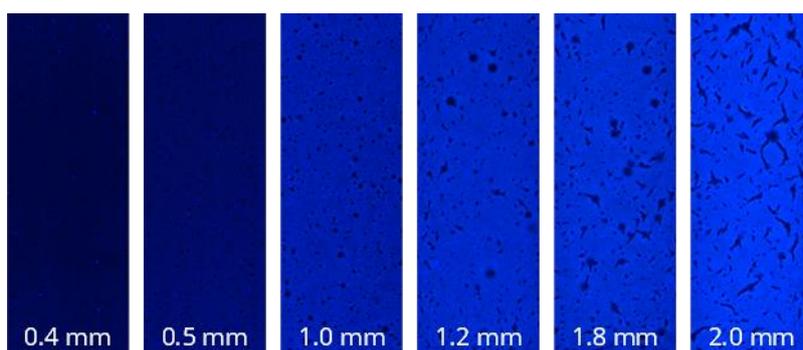
## Frischkäse



## Schmelzkäse



## Soja-Joghurt

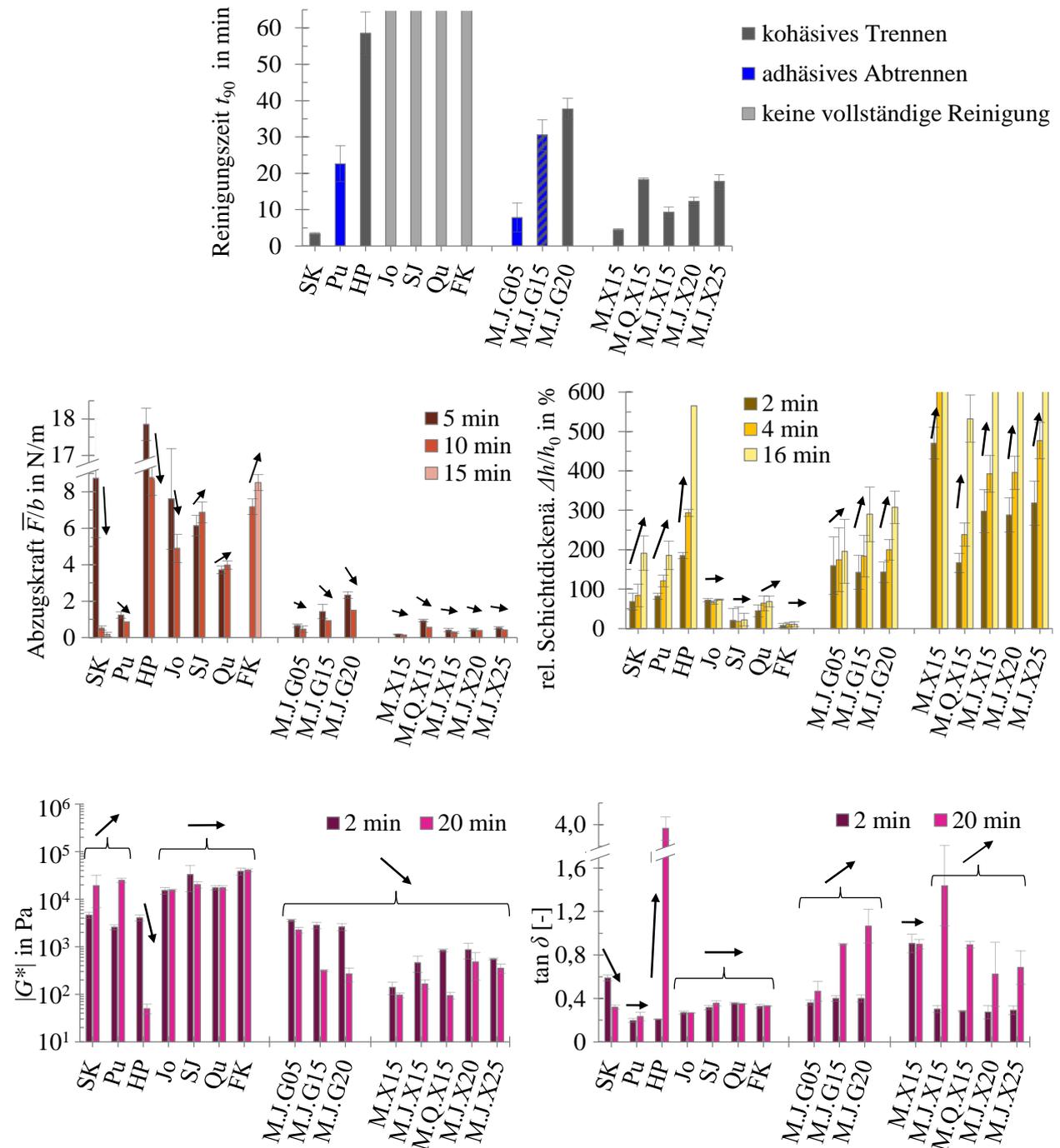


## Anlage 2 Zusammensetzung der Modellverschmutzungen aus Phase 2

<b>MoVe</b>	<b>Milch (M)</b>	<b>Quark (Q)</b>	<b>Joghurt (J)</b>	<b>Verdickungsmittel</b>
M.G.10/ M.X.10	99,00 g	-	-	1,0 g
M.G.15/ M.X.15	98,50 g	-	-	1,5 g
M.J.G05/ M.J.X05	49,75 g	-	49,75 g	0,5 g
M.J.G.15/ M.J.X.15	49,25 g	-	49,25 g	1,5 g
M.J.G20/ M.J.X20	49,00 g	-	49,00 g	2,0 g
M.J.G25/ M.J.X25	48,75 g	-	48,75 g	2,5 g
M.Q.G10/ M.Q.X10	49,50 g	49,50 g	-	1,0 g
M.Q.G15/ M.Q.X15	49,25 g	49,25 g	-	1,5 g

Anlage 3 Ergebnisse der Reinigung und Charakterisierungsverfahren

Vergleich der Reinigungszeiten der untersuchten Milchprodukte und ausgewählter MoVe und der Ergebnisse der Verfahren zur Charakterisierung mechanischer Eigenschaften (Abzugsmessung, Rheologie quellender Schichten) und dem Interaktionsverhalten gegenüber entionisiertem Wasser bei 25 °C (relative Schichtdickenänderung).



## Anlage 4 Meinungsumfrage

Meinungsumfrage zum 1. PTT



**Meinungsumfrage**  
**DBU - Forschungsprojekt 34742/01**  
**„Reinigungsmodellverschmutzung (ReMoVe)“**

Bewilligungszeitraum des Projektes: 01.03.2021 – 28.02.2023

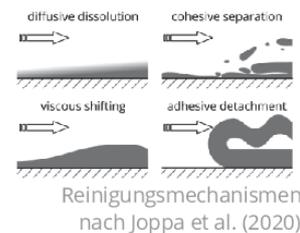
Bitte nutzen Sie den Platz auf der Rückseite für Antworten, Kommentare und konstruktive Kritik.

**Schmutzeigenschaften und -verfügbarkeit**

1. Kennen Sie in der Regel das dominierende Ablöseverhalten (Reinigungsmechanismus) und die Hartnäckigkeit der Verschmutzungen in Ihrem System?

ja  nein

Wenn ja, wie wird das Ablöseverhalten bzw. die Hartnäckigkeit ermittelt?



2. Werden Problemstellungen (hartnäckige Verschmutzungen, Limitierung chemischer Reinigungsmittel) anhand von Fotos oder Beschreibungen an Sie herangetragen?

ja  nein

3. Erhalten Sie als Maschinenbauer Proben des existierenden oder zukünftigen Produktes zur Auslegung der Maschinenkonstruktion und des Reinigungsprozesses?

ja  nein

## Meinungsumfrage zum 1. PTT

4. Ist die Entnahme des Produktes aus dem realen Prozess zur Nachstellung der Verschmutzung in der Regel überhaupt möglich, um Laboruntersuchungen zur Charakterisierung der Verschmutzung durchzuführen?

ja  nein

### Applikation von Modellverschmutzungen

5. In welcher Form haben Sie bereits Testverschmutzungen aufgetragen? Mehrfachnennung möglich.

Pinseln, Tupfen  
 Trägerfolie  
 Rakeln von Pasten/ Gelen  
 Metallträger  
 Sprühen  
 sonstige Applikation:

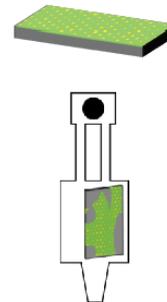
6. Sehen Sie die Applikation von Metallträgern mittels doppelseitigem Klebestreifen zur Durchführung von Reinigungstests als Maschinenbauer kritisch in Bezug auf

a) die Aussagekraft der Messung (Veränderung der Strömungsbedingung, Benetzung, ...),

ja  nein

b) die zu gewährleistende Sicherheit (Produktsicherheit, Beschädigung der Anlage, ...)?

ja  nein

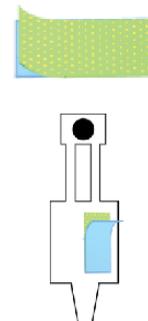


7. Sehen Sie den Einsatz flexibler Trägerfolien zur Applikation der Modellverschmutzungen kritisch? (Übergang der Trägerfolie oder Folienstücke in das Produkt durch eine unachtsame Handhabung)

ja  nein

Sollte die Trägerfolie dotiert sein, um ggf. durch bestehende Sicherheitssysteme erkannt zu werden (HACCP -> Metallsensor etc.)?

ja  nein



## Meinungsumfrage zum 1. PTT

8. Wie werden produktberührende Oberflächen aktuell gereinigt, bevor die Maschine in den Verkehr gebracht wird?



Ist der Einsatz von Ethanol akzeptabel?

- ja  nein

### Detektion

9. Welche Detektionsmethoden sind Ihnen bisher zum Hygiene- und Rückstandsmonitoring bekannt? (ATP, Protein-Test, Thonhauser-Methode, Fluoreszenz, ...)

Welchen von diesen wenden Sie an? (bitte unterstreichen)

10. Sofern aktuell Reinigungstests oder Reinigungsvalidierungen durchgeführt werden, wie werden verschmutzte Maschinenbereiche markiert, sodass der Reinigungserfolg bestimmt werden kann (Vergleich vorher – nachher)?



11. Ist die Abdunkelung von Anlagenbereichen umsetzbar, um eine Detektion fluoreszierender Modellverschmutzungen durchzuführen?

- ja  nein



### Relevanz

12. Welche Konstruktionsmaterialien und Oberflächenmodifikationen der produktberührenden Oberflächen sind für Ihre Anwendung relevant?
13. Welche Art von Verschmutzungen (Produktkategorie, konkrete Produkte, spezifische Eigenschaften von Verschmutzungen, ...) würden Sie gern in diesem Vorhaben (Milchprodukte) oder folgenden Forschungsprojekten berücksichtigt sehen?

Vielen Dank!

Anlage 5 Auswahl reinigungskritischer Stellen und Bereiche der Probenentnahme

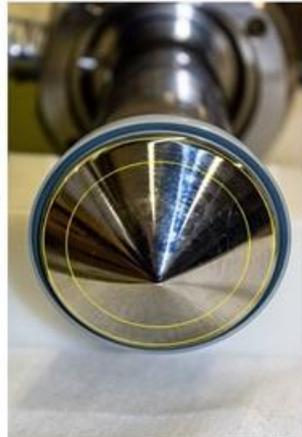
Membranventil - Schenkel  
CP 1



Pumpenkopf - Rückbereich  
CP 2



Kolbenspitze - Außenring  
CP 3



Schlauchstutzen  
CP 8



Füllventil - Kugel, Weißer Ring  
CP 4



Füllventil - Feder  
CP 5



Füllventil - Lippendichtung  
CP 6



Abfüllrohr  
CP 7



## Anlage 6 Reinigungsergebnisse reinigungskritischer Stellen

## CP 1:



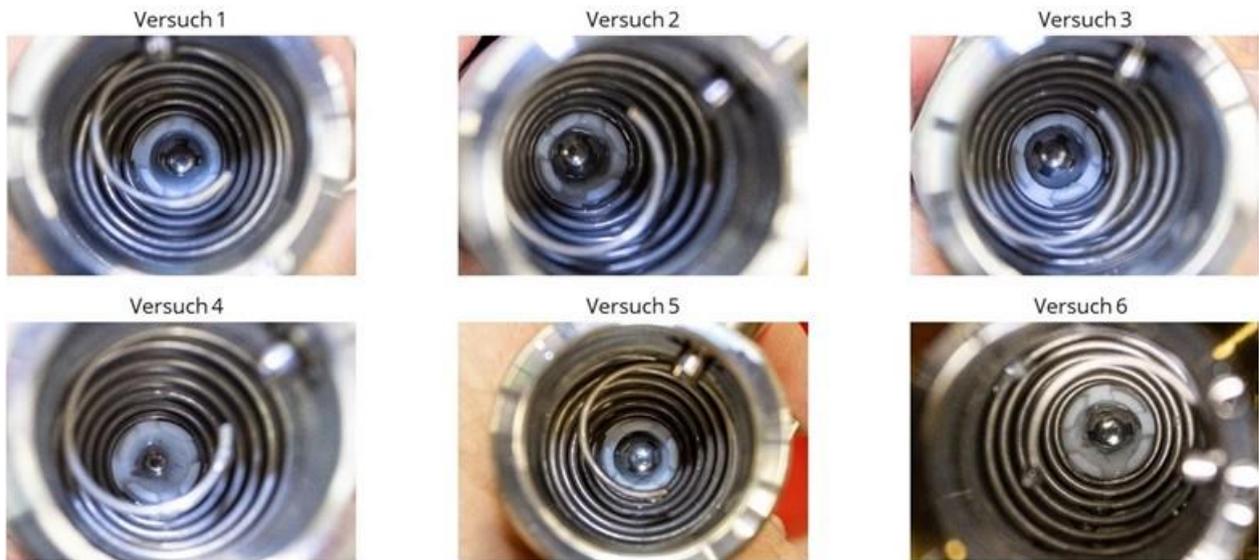
## CP 2:



## CP 3:



## CP 4:



## CP 5:



## CP 6:



CP 7:



CP 8:



CP Rohrbogen vor Membranventil:



Anschluss  
Membran-  
ventil

\* Rohrbogen vor Reinigung COP