
Methode zur Analyse von Reinigungsprozessen in nicht immergierten Systemen der Lebensmittelindustrie

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktoringenieur

(Dr.-Ing.)

vorgelegt der

Fakultät Maschinenwesen

der Technischen Universität Dresden

von

Marc Mauermann

geboren am 29.06.1976 in Pirna

Tag der Einreichung:	16.01.2012
Tag der Verteidigung:	22.05.2012
Erster Gutachter:	Prof. Dr.-Ing. J.-P. Majschak
Zweiter Gutachter:	Prof. Dr. rer. nat. habil. T. Bley
Vorsitzender der Promotionskommission:	Prof. Dr. rer. nat. techn. habil. H. Rohm

Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von Oktober 2009 bis Dezember 2011 am Fraunhofer Anwendungszentrum Verarbeitungsmaschinen und Verpackungstechnik (AVV) Dresden geschrieben.

An erster Stelle gilt mein herzlichster Dank Prof. Dr.-Ing. Jens-Peter Majschak für die wissenschaftliche Betreuung meiner Arbeit, die zahlreichen Anregungen und das Interesse am Fortgang der Ausarbeitungen sowie für die Möglichkeiten, die mir im Verlauf der Promotion eröffnet wurden.

Bei Prof. Dr. Thomas Bley möchte ich mich ebenfalls für die Betreuung der Promotion bedanken. Zudem war die Zusammenarbeit mit dem Institut für Lebensmittel- und Bioverfahrenstechnik der Technischen Universität Dresden stets eine große Stütze und hat verschiedene Laboruntersuchungen erst möglich gemacht. In diesem Zusammenhang gilt mein Dank Ursula Eschenhagen für die konstruktiven Diskussionen zu Fragen der IR- und Fluoreszenzspektroskopie, Dr.-Ing. Susann Zahn für ihre Unterstützung der Rheologieuntersuchungen und Lisa Wagenführ für ihren Einsatz während der letzten Projektmonate sowie für die Durchführung der Denaturierungsversuche mit Molkenprotein.

Dr. Cornelia Bellmann, Dr. Alfredo Calvimontes und Anja Caspari vom Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden möchte ich für die inspirierende und wunderbare Projektzusammenarbeit danken. Die stetigen Diskussionen der Versuchsergebnisse, die Durchführung der oberflächenanalytischen Untersuchungen, die Unterstützung bei mathematischen Fragestellungen und die Bereitstellung von Oberflächenproben haben zum Gelingen der Arbeit beigetragen.

Dr. Martin Geyer vom Leibniz-Institut für Agrartechnik Potsdam-Bornim möchte ich für die konstruktive Diskussion dieser Arbeit danken.

Bei meinen Kollegen des Fraunhofer AVV sowie des Instituts für Verarbeitungsmaschinen und Mobile Arbeitsmaschinen der Technischen Universität Dresden möchte ich mich für ihre stetige Hilfsbereitschaft und das angenehme Arbeitsklima bedanken. Insbesondere möchte ich Dr.-Ing. Martin Schöler danken. Sein Teamgeist, die gegenseitige Motivation und unzählige Brainstormings haben das Entstehen dieser Arbeit ermöglicht. Hannes Köhler möchte ich für seinen tollen Beitrag zur Automatisierung der Versuchsauswertung und -durchführung danken und Andre Boye sowie Tilo Hanke für ihre Beiträge zum Versuchsaufbau. Axel Gottwald und Peggy Roßmann waren im „unermüdlichen“ Arbeitseinsatz bei der Versuchsvorbereitung.

Thomas Weyrauch und Roman Murcek möchte ich für die Zusammenarbeit im Rahmen ihrer studentischen Arbeiten und weit darüber hinaus danken.

Abschließend möchte ich meiner Familie, meinen Freunden und besonders meiner Frau Regina für die Unterstützung und den zeitlichen Verzicht während der Erstellung der Arbeit danken.

Inhaltverzeichnis

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis.....	IV
Abbildungs- und Tabellenverzeichnis.....	VII
1 Einleitung	1
2 Industrielle Reinigungsprozesse	3
2.1 Abgrenzung von manueller und automatischer Reinigung.....	3
2.2 Allgemeine Verfahrensparameter	3
2.2.1 Verschmutzung.....	4
2.2.2 Reinigungsgut	6
2.2.3 Reinigungsmedium	7
2.3 Methoden und Verfahrensparameter nicht immersierter Reinigungssysteme	10
2.3.1 Methoden.....	10
2.3.2 Formen des Flüssigkeitsstrahlerfalls und Tropfenbildung	10
2.3.3 Düsenarten für Reinigungsprozesse.....	11
2.3.4 Struktur von Flüssigkeitsstrahlen	12
2.3.5 Strahlaufprall und Materialbeanspruchung	15
2.3.6 Reinigungskinetik und Reinigungseffizienz	20
2.3.7 Diskussion.....	25
3 Untersuchungsmethoden für Reinigungsprozesse	25
3.1 Arten und Ziele von Reinigungsuntersuchungen	25
3.2 Anforderungen an die Untersuchungsmethode	26
3.2.1 Oberflächenverschmutzung	26
3.2.2 Überwachung des Reinigungsverlaufs	27
3.3 Reinigbarkeitstests für nicht immersierte Systeme	28
3.3.1 Systematische Übersicht	28
3.3.2 Diskussion.....	31
3.4 Optische Methoden zur Bestimmung von Restverschmutzungen.....	32

3.4.1	Eingrenzung	32
3.4.2	Fluoreszenz	33
3.4.3	Ansatz zur zeitaufgelösten Bestimmung der Restverschmutzung	35
3.5	Diskussion	36
4	Zielsetzung der Arbeit und Vorgehen	37
5	Entwicklung der Untersuchungsmethode	39
5.1	Auswahl des Testsystems	39
5.1.1	Modellverschmutzung	39
5.1.2	Reinigungsmedium	39
5.1.3	Probenmaterial	40
5.1.4	Probenvorbehandlung	41
5.2	Methode zur definierten Verschmutzung ebener Flächen	42
5.2.1	Erzeugung einer stärkehaltigen Modellverschmutzung	42
5.2.2	Versuchsaufbau und Verschmutzungsaufbringung	47
5.2.3	Verifizierung der Verschmutzungsaufbringung	50
5.2.4	Charakterisierung der Stärkeschicht	51
5.3	Spritzreinigungsversuchsstand	54
5.3.1	Gesamtkonzept	54
5.3.2	Aufbau und Steuerung	56
5.3.3	Versuchsablauf	57
5.4	Methode zur optischen Detektion von Verschmutzungen	59
5.4.1	Vorbetrachtungen	59
5.4.2	Experimentelle Bestimmung von Fluoreszenzspektren	60
5.4.3	Abhängigkeit der Fluoreszenzintensität von der Verschmutzungsmenge	62
5.4.4	Versuchsaufbau optische Detektionsmethode	63
5.5	Messdatenauswertung	67
5.5.1	Definition des Messwerts	67
5.5.2	Auswahl des Bilddatenformats und Datenverarbeitung	68

5.5.3	Ermittlung des Reinigungsverlaufs	69
5.5.4	Überprüfung der Grauwertanalyse mittels Nah-Infrarot -Spektroskopie.....	73
5.6	Ableitung von Kennwerten.....	75
5.6.1	Auswahl des mathematischen Modells zur Beschreibung des Reinigungsprozesses	75
5.6.2	Messdatenvorbereitung	75
5.6.3	Vergleich von Weibull- und Sigmoidfunktion.....	77
5.6.4	Mittlere Reinigungsrate.....	81
5.7	Zusammenfassung zur Untersuchungsmethode.....	81
6	Experimentelle Untersuchungen zum Reinigungsverhalten.....	83
6.1	Zielsetzung und Vorgehen	83
6.2	Bestimmung von Strahlkennwerten.....	83
6.3	Reproduzierbarkeit der Versuchsdurchführung.....	84
6.4	Funktionelle Zusammenhänge zwischen Betriebsparametern und Reinigbarkeit	86
6.4.1	Einfluss des Verschmutzungsgewichts und Düsendurchmessers	86
6.4.2	Einfluss der Einwirkzeit.....	89
6.4.3	Einfluss des Betriebsdrucks	91
6.4.4	Einfluss des Düsenabstands	94
6.4.5	Einfluss des Strahlaufprallwinkels	98
6.5	Diskussion zu Möglichkeiten der orts- und zeitaufgelösten Analyse	98
6.6	Anwendung der Untersuchungsmethode auf weitere Verschmutzungen	102
6.6.1	Einfluss der Oberflächenenergie auf den Abtrag von Molkenproteinverschmutzungen	102
6.6.2	Einfluss der Oberflächenladung auf die Entfernung von Mikropartikeln	103
6.7	Schlussfolgerungen.....	105
7	Zusammenfassung und Ausblick	106
	Literaturverzeichnis.....	109
	Anlagenverzeichnis	117
	Anlagen.....	119

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Lateinische Buchstaben

a		Parameter der Sigmoidfunktion
c_F	[m/s]	Schallgeschwindigkeit der Flüssigkeit
d_0	[m]	Düsendurchmesser
e, f		Pixelanzahl (Höhe, Breite) bei der Berechnung des mittleren Grauwerts
h	[mm]	Düsenabstand
h_i	[mm]	Länge des Anfangsbereichs
i, j		Laufvariablen bei der Berechnung des mittleren Grauwerts
k		Parameter der Sigmoidfunktion
k_R		Reinigungskonstante
m_s	[mg/cm ²]	Restschmutzmenge
m_0	[mg/cm ²]	Ausgangsverschmutzung
n		Probenanzahl
Δp	[Pa]	Druckdifferenz
p_{auf}	[mN/mm ²]	Aufpralldruck
$p_{auf,m}$	[mN/mm ²]	mittlerer Aufpralldruck
$\overline{p_{auf}}$	[mN/mm ²]	durchschnittlicher Aufpralldruck
p_{stau}	[Pa]	Staudruck
$p_{stoß}$	[Pa]	Stoßdruck
p_{wh}	[Pa]	Wasserhammerdruck
p_0	[bar]	Betriebsdruck
r		Rauigkeits-Faktor
r_c		Steigung der Reinigungscharakteristik im Weibull-Netz
$r(x)$	[%]	Restverschmutzung
$s(x)$	[%]	Reinigungsgrad nach DÜRR
t	[s]	Zeit
t_c		theoretische Anzahl an Reinigungszyklen zum Abtrag von 63,2% m_0
v_s	[m/s]	mittlere Fließgeschwindigkeit Freistrah
v_t	[m/s]	Tropfengeschwindigkeit
x		Reinigungszyklen

x_{95}		Reinigungszyklen zur Entfernung von 95 % m_0
z		Anzahl der Versuche
A	[mm ²]	Fläche
E	[mm]	engster Querschnitt
E_s	[g/mm ² /s]	Abtragseffizienz
$E_{s,\bar{R}}$	[mg/cm ² /W]	Reinigungseffizienz
F	[N]	Kraft
F_s	[N]	Strahlkraft
$F1$		Flachstrahldüse, Fa. Lechler GmbH, Typ: 660.446
$F2$		Flachstrahldüse, Fa. Lechler GmbH, Typ: 660.566
$F3$		Flachstrahldüse, Fa. Lechler GmbH, Typ: 660.726
I_a		absorbierte Photonen (Anregung)
I_f		emittierte Photonen (Fluoreszenz)
I_s	[N/s]	Strahlimpuls
Oh		von Ohnesorge-Kennzahl
R	[mg/cm ²]	Reinigungsrate
\bar{R}	[mg/cm ²]	mittlere Reinigungsrate
Re		Reynoldszahl
$R(x)$	[%/min]	Reinigungsrate nach Dürr
S_a	[μm]	arithmetischer Mittenrauwert
S_z	[μm]	gemittelte Rautiefe
S_{pk}	[μm]	reduzierte Spitzhöhe
S_{vk}	[μm]	reduzierte Rillentiefe
T	[°C]	Temperatur
\dot{V}	[m ³ /s]	Volumenstrom
We		Weber-Zahl
X_c		Parameter der Sigmoidfunktion

Griechische Buchstaben

α	[Grad]	Strahlaufprallwinkel
β		düsenabhängiger Effektivitätswert
γ	[Grad]	Winkel zwischen Flächennormalen der Wand und Strahlachse

η	[Pa·s]	dynamische Viskosität
ρ	[kg/m ³]	Flüssigkeitsdichte
P	[min ⁻¹]	relative Reinigungsrate nach DÜRR
Φ_F		Quantenausbeute

Indizes

q		Laufvariable für Fotonummer bei der Grauwertskalierung
\bar{R}		mit Bezug auf die mittlere Reinigungsrate
s		mit Sigmoidfunktion bestimmt
w		mit Weibullfunktion bestimmt

Abkürzungen

bzw.		beziehungsweise
CIP		Cleaning in place
DLVO		Adsorptionstheorie nach <u>D</u> erjaguin, <u>L</u> andau, <u>V</u> erwey, <u>O</u> verbeek
EM		Emission
EX		Anregung (Excitation)
GW		Grauwert
KI		Konfidenzintervall
MW		Mittelwert
NaOH		Natriumhydroxid
NIR		Nah-Infrarot
NBR		Nitrilkautschuk
PMMA		Polymethylmethacrylat
RGB		Farbraum: Rot, Grün, Blau
RZ		Reinigungszyklus
SRVST		Spritzreinigungsversuchsstand
UV		Ultraviolett
VG		Verschmutzungsgewicht
vgl.		vergleiche
VIS		visuell
VK		Variationskoeffizient
z.B.		zum Beispiel

Abbildungs- und Tabellenverzeichnis

Abbildungen

Abbildung 2-1:	Waschkreis, nach [113]	3
Abbildung 2-2:	Erweiterter Sinnerscher Kreis, nach [132].....	3
Abbildung 2-3:	Strahlzerfallsformen nach v. OHNESORGE, nach [120]	11
Abbildung 2-4:	Struktur eines Flüssigkeitsstrahls in gasförmiger Atmosphäre, [134] - modifiziert	13
Abbildung 2-5:	Schematischer Druck-Zeit-Verlauf bei verschiedenen Strahlzusammensetzungen, BEUTIN [8], KROSS [59] und MILCHERS [80] - modifiziert.....	16
Abbildung 2-6:	Einflussparameter bei Reinigungsprozessen mit Düsen, nach [85]	17
Abbildung 2-7:	Strahlbreite, -tiefe und -winkel der Düse $F3$ in Abhängigkeit von p_o , Düsenabstand $h = 100$ mm.....	18
Abbildung 2-8:	Vier idealisierte Reinigungsverläufe, lineares Diagramm, modifiziert [26].....	22
Abbildung 2-9:	Vier idealisierte Reinigungsverläufe, Weibull-Netz, modifiziert [26]	23
Abbildung 2-10:	Zeitlicher Verlauf der Reinigungsrate einer quellbaren Verschmutzung, schematisch	24
Abbildung 3-1:	Idealisiertes Absorptions- und Emissionsspektrum	34
Abbildung 3-2:	Konzentrationsabhängige Fluoreszenzintensität von Uranin, nach [52]	35
Abbildung 3-3:	Fluoreszenzintensität von Uranin in Abhängigkeit des pH-Werts, nach [52].....	35
Abbildung 5-1:	Temperatur der Stärkesuspension während der Verkleisterung	45
Abbildung 5-2:	Mikroskopische Aufnahmen von unverkleisterter Kartoffelstärke (a) und Kartoffelstärke nach der Verkleisterungsprozedur im Wasserbad mit Rührer (b)	45
Abbildung 5-3:	Drehmomentverlauf, Thermostattemperatur und Drehzahl während der Verkleisterung von Stärke, Lagerung bei $n = 50$ U/min.....	46
Abbildung 5-4:	Drehmomentverlauf, Thermostattemperatur und Drehzahl während der Verkleisterung von Stärke, Lagerung bei $n = 50$ U/min - intermittierend.....	47
Abbildung 5-5:	Beispielhafte Anordnung der Proben zum Beschichten.....	48
Abbildung 5-6:	Versuchsaufbau zum Probenausrichten (a) und Applizieren der Verschmutzung (b), Darstellung ohne Rahmen	48

Abbildung 5-7:	Zeitlicher Verlauf der Relaxation der Ausgleichsmasse	49
Abbildung 5-8:	Edelstahlproben mit Stärkeschicht vor dem Rakeln, ohne Referenz	50
Abbildung 5-9:	Zeitliche Entwicklung des Probengewichts während der Trocknung.....	50
Abbildung 5-10:	Verschmutzungsgewicht der aufgetragenen Stärke in Abhängigkeit vom Rakelspalt; (n= 5, z = 2).....	51
Abbildung 5-11:	Oberflächenrauigkeit der Stärkeschicht in Abhängigkeit der Edelstahlrauigkeit.....	53
Abbildung 5-12:	Durchschnittliche Schichtdicke in Abhängigkeit der Edelstahlrauigkeit, Rakelspalt: 200 µm	53
Abbildung 5-13:	Beispielhafte 3D-Abbildung und zugehöriges Höhenprofil zweier Edelstahlproben mit halbseitiger Stärkebeschichtung, a) $S_a = 1 \mu\text{m}$ und b) $S_a = 0,1 \mu\text{m}$	53
Abbildung 5-14:	Prinzipskizze Spritzreinigungsversuchsstand mit optischer Detektionseinheit	56
Abbildung 5-15:	SRVST mit Detailaufnahme von Probenhalterung (1), Düsenstock (2) und optischer Detektionseinheit (3).....	56
Abbildung 5-16:	Ablaufschema Reinigbarkeitstests	58
Abbildung 5-17:	Arbeitsdiagramm Spritzreinigungsversuchsstand, Einwirkzeit: 16 s.....	59
Abbildung 5-18:	Relative Fluoreszenzintensität von Stärke-Uraninmischung (0,012 % Uranin) in Abhängigkeit der Anregungs - und Emissionswellenlänge. Jede Kontur begrenzt einen Fluoreszenzintensitätsbereich.....	61
Abbildung 5-19:	Relative Fluoreszenzintensität der Stärke-Uraninverschmutzung in Abhängigkeit des Verschmutzungsgewichts bei EX = 365 nm und EM = 513 nm	62
Abbildung 5-20:	Edelstahl $S_a = 0,27 \mu\text{m}$ mit Stärke - Uraninverschmutzung; keine diffuse Reflexion ..	63
Abbildung 5-21:	Edelstahl $S_a = 1 \mu\text{m}$ mit Stärke - Uraninverschmutzung; diffuse Reflexion.....	63
Abbildung 5-22:	Spektrale Intensitätsverteilung der verwendeten Quecksilberniederdrucklampe und Emissionsspektrum von Uranin bei Anregung mit 365 nm	65
Abbildung 5-23:	Modell der optischen Detektionseinheit am SRVST.....	66
Abbildung 5-24:	Prinzipskizze der optischen Detektionseinheit.....	66
Abbildung 5-25:	Mittlerer Grauwert von Stärke-Uranin in Abhängigkeit des VG.....	71

Abbildung 5-26:	Einfluss der Quellung der Stärke – Uraninverschmutzung auf den zeitlichen Verlauf des mittleren Grauwerts nach ein-, zwei- oder dreimaligem Bespritzen mit 0,5 % NaOH	72
Abbildung 5-27:	NIR-Spektren einer stärkeverschmutzten Edelstahlprobe in Abhängigkeit der Reinigungszyklen	74
Abbildung 5-28:	Mittlerer Grauwertverlauf und relative NIR-Adsorption (Wellenzahlbereich: 5507,5 - 5184,3 cm ⁻¹) über der Anzahl der Reinigungszyklen, skaliert 0-1	74
Abbildung 5-29:	Originale GW-Verläufe mit erstem Reinigungszyklus von zwei Proben mit unterschiedlichem Verschmutzungsgewicht.....	76
Abbildung 5-30:	Originale und verschobene GW-Verläufe (Ende auf GW = 0) ohne ersten Reinigungszyklus.....	77
Abbildung 5-31:	Originale und skalierte Messwerte mit Weibull-Fit, charakteristische Parameter	78
Abbildung 5-32:	Sigmoid-Fit und charakteristische Parameter	79
Abbildung 5-33:	Anfangs- und Endgrauwerte der untersuchten Reinigungsversuche.....	80
Abbildung 5-34:	Histogramm der Differenzen zwischen $x_{95,W}$ und $x_{95,S}$	80
Abbildung 5-35:	Schematischer Ablauf der Versuchsdurchführung und Auswertung	82
Abbildung 6-1:	Messprinzip zur Bestimmung von Strahlkennwerten der Fa. Lechler GmbH	84
Abbildung 6-2:	Mittlerer Aufpralldruck über der Strahlbreite in Abhängigkeit von p_0 ; $h = 100$ mm; Düse: <i>F1</i>	84
Abbildung 6-3:	Verteilung des Aufpralldrucks p_{auf} , Betriebsdruck p_0 : 8 bar; Düsenabstand $h = 200$ mm; Düse: <i>F1</i>	84
Abbildung 6-4:	Mittlerer Grauwert von Versuchsreihen mit unterschiedlichen Rauigkeiten in Abhängigkeit der Reinigungszyklen; Düse: <i>F1</i> ; $n = 3$, $z = 1$	85
Abbildung 6-5:	Reinigungsverlauf in Abhängigkeit des Verschmutzungsgewichts; Düse: <i>F1</i>	86
Abbildung 6-6:	Verschmutzungsgewicht, welches in Abhängigkeit der Reinigungszyklen $x_{95,W}$ und des Düsendurchmessers d_0 abgetragen wird. Düsen: <i>F1</i> , <i>F2</i> und <i>F3</i>	87
Abbildung 6-7:	Höhe der gequollenen Stärkeschicht in Abhängigkeit der Kontaktzeit mit Wasser und NaOH	89

Abbildung 6-8:	Mittlere Reinigungsrate in Abhängigkeit der Einwirkzeit und des Betriebsdrucks p_0 bei Düsenabständen $h = 100$ und 200 mm; Düse: $F1$; $n = 5$, $z = 2$	90
Abbildung 6-9:	Mittlere Reinigungsrate in Abhängigkeit von p_0 bei Düsenabständen $h = 40$, 100 und 200 mm, Düsen: $F1$, $F2$ und $F3$; $n = 3$, $z = 2$	92
Abbildung 6-10:	Reinigungseffizienz der Düsen $F1$, $F2$, $F3$ bei Düsenabständen $h = 40$, 100 und 200 mm in Abhängigkeit von p_0	93
Abbildung 6-11:	Mittlere Reinigungsrate als Funktion des Düsenabstands; Düsen: $F1$, $F2$, $F3$; $n = 4$, $z = 3$	95
Abbildung 6-12:	Mittlerer Aufpralldruck über der Strahlbreite in Abhängigkeit von h , Düse: $F3$	96
Abbildung 6-13:	Strahlbreite und -tiefe in Abhängigkeit von h ; Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar; Düse: $F3$	97
Abbildung 6-14:	Durchschnittlicher Aufpralldruck als Funktion von h ; $p_0 = 4$ bar; Düse: $F3$	97
Abbildung 6-15:	Reinigungseffizienz in Abhängigkeit von h ; Düsen: $F1$, $F2$, $F3$	97
Abbildung 6-16:	Mittlere Reinigungsrate in Abhängigkeit des Strahlaufprallwinkels bei Düsenabständen $h = 75$ und 200 mm; Düsen: $F1$, $F2$; $n = 4$, $z = 2$	98
Abbildung 6-17:	GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Düse: $F1$, $h = 15$ mm; $p_0 = 4$ bar.....	100
Abbildung 6-18:	GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Düse $F2$, $h = 15$ mm; $p_0 = 4$ bar.....	100
Abbildung 6-19:	GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Düse: $F3$, $h = 15$ mm; $p_0 = 4$ bar.....	100
Abbildung 6-20:	Mittlerer Aufpralldruck über der Strahlbreite der Düsen $F1$, $F2$ und $F3$, $h = 15$ mm; $p_0 = 4$ bar	101
Abbildung 6-21:	Mittlere Reinigungsrate in Abhängigkeit der Oberflächenenergie, Molkenproteinverschmutzung; Düse: $F1$; $n = 3$, $z = 1$	103
Abbildung 6-22:	Zetapotential der Mikropartikel $\varnothing = 4,71$ μm in Abhängigkeit des pH-Werts	103
Abbildung 6-23:	Reinigungskurven von Partikeln mit negativem Zetapotential in Abhängigkeit des Zetapotentials der zu reinigenden Oberflächen; Düsenabstand $h = 100$ mm; Betriebsdruck $p_0 = 3$ bar; Düse: $F1$	104

Tabellen

Tabelle 2-1:	Einteilung von Produktrückständen in der Lebensmittelindustrie nach dem Verhalten gegenüber Wasser, nach [132] und [83]	4
Tabelle 3-1:	Übersicht von Reinigbarkeitstests für nicht immmergierte Systeme.....	28
Tabelle 5-1:	Oberflächenbearbeitung von Edelstahl und Oberflächenkennwerte S_{or} , S_z , S_{pk} , S_{vk} und r	41
Tabelle 5-2:	Verkleisterungscharakteristik nativer Stärke, nach [117]	43
Tabelle 5-3:	Oberflächenkennwerte S_{or} , S_z , S_{pk} , S_{vk} und r der Stärkeschichten, Rakelspalt: 200 μm	52
Tabelle 5-4:	Kennwerte (Düsendurchmesser d_0 , Strahlwinkel und Volumenstrom \dot{V} in Abhängigkeit vom Betriebsdruck p_0) der verwendeten Flachstrahldüsen, Fa. Lechler GmbH	55
Tabelle 5-5:	Eingestellte Geräteparameter für die Fluoreszenzmessungen	60
Tabelle 5-6:	Günstige Anregungswellenlängen für die optische Detektion der Stärke-Uraninverschmutzung	61
Tabelle 5-7:	Kameraeinstellungen für Untersuchungen mit Stärke-Uraninverschmutzung	67
Tabelle 5-8:	Mittlere Grauwerte für Edelstahlproben mit unterschiedlichen Stärke – Uraninverschmutzungen, Beispiel 1: gemittelter GW über gesamte Probe, Beispiel 2: gemittelter GW in 5x11 Bereichen bestimmt	69
Tabelle 6-1:	Standardparameter der Reinigbarkeitsuntersuchungen	83
Tabelle 6-2:	Normierter Reinigungsmittelverbrauch, Reinigungszeit und Reinigungseffizienz $E_{s,\bar{R}}$ bei verschiedenen Einwirkzeiten, Betriebsdrücken p_0 und Düsenabständen h ; Düse: F1, (auf jeweils höchste Werte normiert).....	91
Tabelle 6-3:	Mittlere Reinigungsrate und durchschnittlicher Aufpralldruck p_{auf} in Abhängigkeit vom Betriebsdruck p_0 ; Düse: F1; KI-Konfidenzintervall.....	92
Tabelle 6-4:	Kombinationen der Düsen F1, F2 und F3 mit gleicher hydraulischer Leistung	94



1 Einleitung

Lebensmittelproduzenten haben die rechtliche Verantwortung zur Gewährleistung der Produktsicherheit [122]. Sie müssen deshalb garantieren, dass Lebensmittel den Konsumenten nicht schädigen, wenn sie in der dafür vorgesehenen Form zubereitet und / oder verzehrt werden [23]. Zur Sicherstellung dieser Anforderungen unterliegen Verarbeitungsmaschinen als Bestandteil von Anlagen zur Herstellung von Lebensmitteln, Pharmazie - und Kosmetikartikeln strengen Regularien, wie z.B. [70].

Verschärfte gesetzliche Anforderungen und Verbraucherforderungen nach naturbelassenen Lebensmitteln mit längeren Haltbarkeitsdaten stellen neue Ansprüche an die Lebensmittelherstellung, das Qualitätsmanagement und die eingesetzte Maschinenteknik. Der hygienische Anlagenzustand vor und während der Produktion wird damit immer wichtiger. Eine grundlegende Voraussetzung zur Erfüllung von hygienischen Vorgaben ist das regelmäßige Reinigen der Anlagentechnik sowie der umgebenden Gebäudestrukturen.

Reinigen bedeutet im Wesentlichen die Entfernung der zu einem bestimmten Zeitpunkt im Prozess unerwünschten Substanzen, den Verschmutzungen [25]. Die Zielstellungen von Reinigungsprozessen sind entsprechend:

1. die Entfernung von Verschmutzungen bis auf ein akzeptables Maß,
2. die Verhinderung von mikrobiellem Wachstum,
3. der Ausschluss von Kreuzkontaminationen sowie die Vermeidung von Verschleppungen zwischen Batches eines Produkts.

Von der eingesetzten Anlagentechnik ausgehend sind bei der Lebensmittelverarbeitung Reinigungsprozesse in geschlossenen und offenen Systemen zu unterscheiden. Reinigungsprozesse in geschlossenen bzw. immmergierten Systemen (z.B.: Rohrleitungen, Wärmetauscher, Ventile) sind durch ein Zwei-Phasensystem aus zu reinigender Oberfläche und Reinigungsflüssigkeit gekennzeichnet. Reinigungsprozesse in offenen bzw. nicht immmergierten Systemen (z.B.: Form-, Füll- und Verschleißmaschinen, Waschkabinen, Transportbehälter und Tanks) sind durch ein Drei-Phasensystem aus zu reinigender Oberfläche, Reinigungsflüssigkeit und umgebender Atmosphäre charakterisiert. Entsprechend unterscheiden sich die Reinigungsmechanismen und eingesetzten Reinigungsverfahren.

Für eine effektive und sichere Reinigung muss das Zusammenwirken der Einflussgrößen in einem Reinigungsprozess bekannt sein. Die Aufklärung von Wechselwirkungen ist aber noch nicht abgeschlossen und vielmehr Gegenstand von aktuellen Forschungsprojekten [33, 133]. Bei Untersu-

chungen zu Reinigungsprozessen in immmergierten Systemen ist deutlich geworden, dass aussagekräftige Ergebnisse nur mit ausgereiften Untersuchungsmethoden zu erzielen sind.

Für Untersuchungen von Reinigungsprozessen in nicht immmergierten Systemen sind bisher aber noch keine zufriedenstellenden Lösungen bekannt, da hohe Anforderungen an dessen messtechnische Erfassung bestehen. Die Auslegung der industriellen Reinigungsprozesse erfolgt deshalb überwiegend semi-empirisch und zur Gewährleistung der erforderlichen Produktsicherheit werden die Parameter Reinigungshäufigkeit, -dauer und Chemikalieneinsatz tendenziell zu hoch angesetzt [32]. Diese Überdimensionierung bindet Produktionszeit, Kapazitäten und erhöht den Material- und Energieeinsatz. Die Reinigungszeiten in der milchverarbeitenden Industrie liegen durchschnittlich bei 15 % der Gesamtproduktionszeit [29, 127]. Außerdem entstehen signifikante Reinigungskosten durch den Verbrauch an chemischen Reinigungsmitteln, Wasser und Dampf sowie durch die Entsorgung des Abwassers. Um die Produktsicherheit zu gewährleisten, wird produktionsbegleitend die Produktqualität stichprobenartig untersucht. Bei unzulässigen Abweichungen, z.B. durch Verschmutzungen, kommen oftmals ganze Produktionschargen nicht in den Verkauf.

Trotz dieser Aufwendungen stellen Schmutzablagerungen und Kreuzkontamination in der Lebensmittelverarbeitung ernsthafte Probleme dar, deren Ursache häufig mangelnde Reinigung ist. Im Jahr 1993 beliefen sich beispielsweise die Kosten für den Rückruf von Lebensmitteln auf dem amerikanischen Markt auf mehr als 30 Mrd. US \$ [17]. Der mangelnden Hygiene und Reinigung der Anlagen wird daran ein Anteil von mehr als 25 % zugeschrieben. Dies hat auch immense Folgen für den Endverbraucher. So wurden im Jahr 2005 in Deutschland 51.820 Erkrankungen durch meldepflichtige Erreger registriert, die potenziell auf kontaminierte Lebensmittel zurückgeführt werden können [94]. Die Brisanz dieser Problematik wird durch tagesaktuelle Meldungen über Lebensmittelkontaminationen in branchenbezogenen Informationsportalen, wie z.B. <http://www.foodproductiondaily.com/On-your-radar/Contamination> unterstrichen.

Aus den genannten Gründen ist es wünschenswert, die Wirkung von Einflussgrößen bei nicht immmergierten Reinigungsprozessen genau beschreiben zu können und die Thematik wissenschaftlich zu durchdringen. Das erweiterte Verständnis von Wirkzusammenhängen würde zu einer sicheren Auslegung von industriellen Reinigungsprozessen und zu effizienteren Prozessen führen. Die Motivation der Arbeit besteht deshalb darin, die Einflussgrößen in nicht immmergierten Reinigungsprozessen durch eine geeignete Untersuchungsmethode identifizierbar, analysierbar und quantifizierbar zu machen.

2 Industrielle Reinigungsprozesse

2.1 Abgrenzung von manueller und automatischer Reinigung

Bei der Reinigung im industriellen Maßstab wird zwischen manueller und automatischer (cleaning in place – CIP) Reinigung unterschieden. Die manuelle Reinigung erfolgt meist mit Schrubbern, Bürsten oder Wischtüchern. Als Ergebnis können optisch saubere Flächen erzielt werden. Da die Reinigungsutensilien aber in der Regel unerwünschte Mikroorganismen enthalten, können die zu reinigenden Oberflächen kontaminiert werden [105, 132]. Der zeitliche Aufwand ist im Allgemeinen höher als bei automatischer Reinigung. Bei dieser werden die zu reinigenden Oberflächen in einer festgelegten Reihenfolge und definierten Dauer mit Spül-, Reinigungs- und wenn notwendig auch mit Desinfektionsmedien benetzt. Dabei kommen automatisierte Reinigungssysteme zum Einsatz und der Eingriff des Menschen ist nur in Ausnahmefällen vorgesehen [132]. Da die automatische Reinigung eine größere Reproduzierbarkeit der Reinigungsergebnisse und Verbesserung der Reinigungseffizienz ermöglicht sowie die Reinigungszeit verringern kann, nimmt ihre Verbreitung zu. Deshalb werden diese Prozesse nachfolgend betrachtet.

2.2 Allgemeine Verfahrensparameter

Unabhängig von der Herkunft der Verschmutzung ist die Anlagerung von Materie auf einer festen Oberfläche immer mit dem Freisetzen von Energie verbunden. Im Umkehrschluss muss für das Entfernen bzw. das Reinigen mechanische, thermische oder chemische Energie aufgewendet werden [38]. Nach SINNER [113] kann der Reinigungsprozess als ein von vier Einflussgrößen abhängiges System beschrieben werden (Abbildung 2-1). Unter Einbeziehung des Reinigungsguts (Maschine) und der Verschmutzung kann der Prozess entsprechend des erweiterten Sinnerschen Kreises nach WILDBRETT [132] als ein von sechs Einflussgrößen abhängiges System beschrieben werden (Abbildung 2-2).

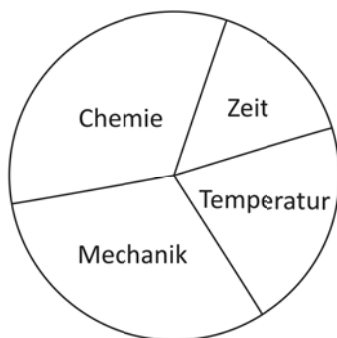


Abbildung 2-1: Waschkreis, nach [113]



Abbildung 2-2: Erweiterter Sinnerscher Kreis, nach [132]

2.2.1 Verschmutzung

Verschmutzungen können entsprechend ihres Ursprungs in drei Kategorien eingeteilt werden:

- physikalisch (z.B.: aus der Verarbeitungsmaschine, aus der Umgebung, vom Menschen),
- chemisch (z.B.: Rückstände von Reinigungsmitteln, Schmiermitteln) und
- mikrobiell.

Der Fokus dieser Arbeit liegt auf der Reinigung von Maschinenteknik und dem Abtrag von physikalischen Verschmutzungen. Die Entfernung dieser Verschmutzungen ist in vielen Fällen eine Grundvoraussetzung für Verarbeitungsmaschinen, die unter mikrobiologischen Aspekten als sicher gelten müssen [83, 124, 130]. Typische physikalische Produktkontaminationen mit Ursprung in der Verarbeitungsmaschine sind Produktreste (Kreuzkontaminationen), organische und anorganische Verschmutzungen des Verarbeitungsguts (z.B.: Steine von nicht ausreichend gewaschenem Obst oder Gemüse), lose Maschinenteile und Packmittelreste. Kontaminationen, die aus der Umgebung kommen, sind beispielsweise Staub, Insekten oder Mikroorganismen. Maschinenbediener oder Wartungspersonal sind im Allgemeinen die größte Gefährdung für die Produktsicherheit. Ringe, Werkzeuge, Verschmutzungen sowie Mikroorganismen, die von Händen, Haaren oder Bekleidung kommen, stellen typische Probleme dar. Diese Gefährdungsquellen werden aber durch gezielte Personalhygiene und Arbeitsorganisation minimiert. Die Produktreste zählen in der Lebensmittelverarbeitung zu den bedeutendsten Verschmutzungen und liegen im besonderen Fokus dieser Arbeit.

In der Anlage verbleibende Produktreste bieten Anlagerungspunkte und bilden das Vermehrungssubstrat sowie physikalischen Schutz vor Desinfektionsprozessen für unerwünschte Mikroorganismen [124]. Weiterhin kann durch Anhaftungen die Rostbildung begünstigt und die Gefahr von Kreuzkontaminationen zwischen verschiedenen Produktchargen erhöht werden.

Bei der in der Lebensmittelverarbeitung vorherrschenden Reinigung mit wasserbasierten Medien ist eine Einteilung von Produktresten nach dem Verhalten gegenüber Wasser zweckmäßig (Tabelle 2-1).

Tabelle 2-1: Einteilung von Produktrückständen in der Lebensmittelindustrie nach dem Verhalten gegenüber Wasser, nach [132] und [83]

Verhalten gegenüber Wasser	Produktrückstand
wasserlöslich	z.B. niedermolekulare Kohlenhydrate, Säuren, Salze
säurelöslich	z.B. Wasserstein, Kesselstein, Milchstein, Bierstein
quellbar	z.B. höhermolekulare Kohlenhydrate, Proteine
emulgierbar	z.B. Fette, Öle, Lipide
suspendierbar	z.B. Staub, grobe Feststoffe (Samenkörner, Fasern)

In der von FRYER UND ASTERIADOU [32] veröffentlichten „Cleaning Map“ wird die Klassifizierung von Reinigungsproblemen basierend auf

- der Verschmutzungsart und
- den vorliegenden Reinigungsmechanismen vorgeschlagen.

Darin werden von FRYER UND ASTERIADOU aus der Vielzahl von Produktrückständen in der Lebensmittel- und Kosmetikindustrie Gruppen von vergleichbaren Reinigungsproblemen gebildet. Die drei nachfolgenden Verschmutzungstypen werden insbesondere hervorgehoben, da diese die größten Herausforderungen an den Reinigungsprozess stellen.

Typ 1: hochviskose oder viskoelastische Verschmutzungen (mit Wasser entfernbar)

Typ 2: Biofilme

Typ 3: feste Verschmutzungen (mit chemischen Reinigungsmitteln entfernbar)

Den Verschmutzungen des Typs 3 aus der Lebensmittelindustrie soll bei den weiteren Ausführungen besondere Aufmerksamkeit zukommen.

Eine weitere Klassifizierung der drei Verschmutzungstypen ist auf Grundlage der Reinigungsmechanismen möglich [67]. Bei der Reinigung müssen die Kohäsionskräfte innerhalb der Schmutzschicht überwunden werden und die Adhäsionskräfte der Schmutzschicht zur Oberfläche. Entsprechend kann eine Gruppe mit Verschmutzungen gebildet werden, deren Reinigungsmechanismen durch überwiegendes Kohäsionsversagen gekennzeichnet sind (Adhäsionskräfte größer als Kohäsionskräfte). Die zweite Gruppe ist durch Adhäsionsversagen gekennzeichnet (Kohäsionskräfte größer als Adhäsionskräfte).

Die dominierenden Reinigungsmechanismen und auch die Zuordnung zu einem der vorgenannten Verschmutzungstypen können sich mit der Zeit verändern. Relevante Prozessbedingungen sind insbesondere die Alterung durch Trocknung an Luft oder auf erwärmten Oberflächen und die Diffusion von Reinigungsmedien in die Verschmutzung.

Im Forschungsbereich der Wärmeübertragertechnik wird die Bildung von Ablagerungen als Fouling bezeichnet. EPSTEIN [30] unterscheidet zwischen Reaktionsfouling, biologischem Fouling, Kristallisations- oder Abscheidungs-fouling, partikulärem Fouling und Korrosionsfouling. Jeder dieser fünf Foulingtypen läuft in fünf Schritten ab: Induktion, Produktansatzwachstum, Rückdiffusion, Alterung sowie Erosion und Auflösung.

Hinsichtlich der besonderen Situation bei Mikroorganismen und Biofilmen wird auf die Literatur verwiesen [20, 31, 48, 77, 135].

2.2.2 Reinigungsgut

Anlagenseitig können durch eine hygienegerechte Konstruktion (Material und Gestaltung) die Voraussetzungen für eine gute Reinigbarkeit geschaffen werden. Konstruktionsprinzipien werden unter anderem in Form von Guidelines durch die European Hygienic Engineering and Design Group (EHEDG) erarbeitet oder können in HAUSER [41] nachgelesen werden.

Die Auswahl der produktberührenden Oberflächen konzentriert sich in der Lebensmittel- und Pharmaindustrie meistens auf Edelstähle, da diese gut zu verarbeiten sind und eine hohe Korrosionsbeständigkeit gegenüber gängigen Reinigungs- und Desinfektionsmedien sowie Produktbestandteilen besitzen. Edelstahl wird in verschiedenen Sorten und Oberflächenausführungen angeboten. Durch Oberflächenbearbeitungen und -modifikationen können die Eigenschaften der produktberührenden Oberfläche zusätzlich beeinflusst werden. Diese Eigenschaften haben wiederum Einfluss auf die Wechselwirkungen zwischen Verschmutzung und Festkörperoberfläche und damit auf die Adsorption bzw. Adhäsion der Verschmutzung.

Wechselwirkung zwischen Oberfläche und Verschmutzung

Die Adhäsion von Verschmutzungen und Mikroorganismen auf chemisch inerten Festkörperoberflächen resultiert aus elektrostatischen und nicht elektrostatischen Wechselwirkungen zwischen der Festkörperoberfläche und der Verschmutzung bzw. dem Mikroorganismus [13]. Des Weiteren kommen noch formschlüssige Verbindungen in Betracht, wie sie zum Beispiel bei rauen Oberflächen auftreten können. Elektrostatische Wechselwirkungen entstehen, wenn die elektrostatischen Doppelschichten von Festkörperoberfläche und Verschmutzung in Kontakt kommen. Entsprechend den vorliegenden Ladungen der beiden Kontaktpartner können diese attraktiv oder repulsiv sein. Die elektrostatischen Eigenschaften einer Oberfläche werden durch elektrokinetische Untersuchungen bestimmt und durch das Zetapotential charakterisiert [6]. Bei den nicht elektrostatischen Wechselwirkungen spielen im Wesentlichen die van der Waals Kräfte eine Rolle. Van der Waals Kräfte sind immer attraktiv und setzen sich aus Londonwechselwirkungen, Keesom- bzw. Orientierungswechselwirkungen und Debye- bzw. Induktionswechselwirkungen zusammen [10]. Entscheidenden Einfluss auf die van der Waals Kraft haben die Oberflächenenergie und die Rauigkeit der Festkörperoberfläche [10].

Aus der Kolloidchemie sind verschiedenste Modelle zur Adsorption bzw. Desorption von Molekülen und Partikeln bekannt. Das am meisten genutzte Modell ist das der DLVO (Derjaguin, Landau, Verwey, Overbeek)-Theorie [24, 126]. Dieses Modell geht davon aus, dass attraktive van der Waals Wechselwirkungen mit repulsiven elektrostatischen Wechselwirkungen konkurrieren. Die Wirkung der Einzelkräfte ändert sich mit zunehmendem Wandabstand. Die elektrostatischen Kräfte besitzen die größte Reichweite, während die van der Waals Kräfte schon bei sehr geringem Wandabstand be-

deutungslos werden [88]. Je nach Umgebungsbedingungen setzt sich die resultierende Kraft summarisch aus Einzelkräften zusammen. Als Einflussgrößen sind die Oberflächenenergie und die Oberflächenladung zu beachten. In ihrer ursprünglichen Form werden von der DLVO-Theorie die Energiebeiträge der Bornschen Abstoßung, der elektrostatischen Abstoßung und der van der Waals Anziehung zur Wechselwirkung an der Grenzfläche berücksichtigt.

Der Einfluss von Oberflächeneigenschaften auf die Reinigbarkeit wird beispielsweise von LIU ET AL. [67], BOBE [11], SAIKHWAN ET AL. [97] und JULLIEN ET AL. [49] diskutiert.

2.2.3 Reinigungsmedium

Reinigungszeit

Während der Reinigungszeit wirken die chemischen Substanzen, die Temperatur und die mechanischen Effekte des Reinigungsmediums auf die Verschmutzung. Das Reinigen von Oberflächen ist kein spontan ablaufender Prozess, sondern beginnt oft erst nach einer gewissen Einwirkzeit zwischen Reinigungsmedium und Verschmutzung. Die Zeitabhängigkeit ergibt sich z. B. daraus, dass verschiedene Verschmutzungen durch Diffusion und Quellung sowie durch weitere Vorgänge erst in einen Zustand überführt werden müssen, der einen leichten Abtrag ermöglicht. Diffusionsvorgänge zwischen Verschmutzung und Reinigungsmedium verlaufen in beiden Richtungen in Abhängigkeit der Zeit und dem Konzentrationsgefälle. Dicke Schmutzschichten verlängern die Diffusionsstrecke und damit die Diffusionszeit [132]. Des Weiteren laufen enzymatische Reaktionen und das Umnetzen fettverschmutzter Oberflächen in mehreren Teilschritten ab.

Temperatur

Auf Grund der komplexen Wirkmechanismen bei Reinigungsprozessen sind positive und negative Auswirkungen von erhöhten Temperaturen des Reinigungsmediums zu verzeichnen. Eine Erhöhung der Reinigungstemperatur um 10 °C führt nach GRABHOFF [38] zu einer um den Faktor 1,6 höheren Belagablöseaktivität. Das ist beispielsweise auf die erhöhte Löslichkeit von Verschmutzungsbestandteilen sowie auf beschleunigte chemische und enzymatische Reaktionen als auch auf beschleunigte Diffusions- und Quellvorgänge zurückzuführen [91]. Auf der anderen Seite können Enzyme durch überhöhte Temperatur geschädigt werden. Bei proteinhaltigen Verschmutzungen muss eine Temperatur gewählt werden, die nicht zu einer unerwünschten Veränderung der Verschmutzung führt, in deren Folge diese schwerer zu entfernen ist [132]. BIRD UND BARTLETT [9] stellten für Stärkeverschmutzungen im Temperaturbereich 30 – 50 °C eine direkte Proportionalität zwischen Temperatur und Reinigbarkeit fest. Bei höheren Temperaturen verschlechterte sich die Reinigbarkeit wieder. Nach BIRD UND BARTLETT [9] kann dieses Verhalten durch die Struktur der gequollenen Stärke erklärt werden. Bei Temperaturen bis 50 °C verbessern sich das Aufweichen und die Lösung der Verschmutzung.

Bei höheren Temperaturen quillt die Verschmutzung stärker, ist klebriger und kann nicht so gut durch Natriumhydroxid (NaOH) aufgeweicht werden. CERNY ET AL. [21] führten Reinigungsuntersuchungen mit Stärkeverschmutzungen bis 55 °C durch und stellten für die Reinigungszeit eine gewisse Plateauausbildung bei 50 – 55 °C fest. Die Ergebnisse von BIRD UND BARTLETT und CERNY ET AL. können aber auf Grund von nicht übereinstimmenden Temperaturbereichen und fehlenden Angaben zur Stärkeart nur qualitativ verglichen werden. SCHMIDT [104] konnte bei eiweißhaltigen Verschmutzungen und Spritzreinigungsprozessen diese Effekte nicht feststellen. Nach Meinung von SCHMIDT war die Kontaktzeit der Reinigungsflüssigkeit mit der Verschmutzung zu gering, um zu einer nachteiligen Veränderung der Verschmutzung zu führen.

Mit Blick auf die Maschinenteknik müssen die Anwendungstemperaturen der eingesetzten Dichtungswerkstoffe bei der Wahl der Reinigungstemperatur beachtet werden.

Chemische und chemisch-physikalische Effekte

Wird der Reinigungsprozess mit chemischen Reinigungsmedien als sequentieller oder paralleler Ablauf von Stofftransport- und Reinigungsreaktionen gesehen, treten nach PLETT [91] sowie MÜLLER UND WEBER [83] zuerst die folgenden Stofftransportreaktionen auf:

- konvektiver Transport oder die Diffusion der Reinigungsmittel zur Oberfläche der Verschmutzung und
- Stofftransport der Reinigungsmittel innerhalb der Verschmutzung.

Ist das Reinigungsmittel in die Verschmutzung eingedrungen, kommt es zu Reinigungsreaktionen, durch welche die Verschmutzungen in eine wasserlösliche Form überführt werden. Nach PLETT [91] können diese physikalischen, physikochemischen sowie chemischen Reaktionen allgemein zusammengefasst werden zu:

- Lösen und Quellen,
- Benetzen und Schmelzen,
- Emulgieren und Dispergieren,
- Hydrolysieren und Peptisieren,
- Verseifen und Komplexieren.

Durch die nachfolgenden Stofftransportreaktionen gelangen die Reaktionsprodukte in das Reinigungsmittel und werden von der zu reinigenden Oberfläche entfernt:

- Diffusion der Reaktionsprodukte an die Oberfläche und
- Diffusion oder strömungsunterstützten Abtransport der Reaktionsprodukte von der Grenzfläche in das Reinigungsmittel.

Die Reinigungsmittelauswahl richtet sich nach der Art der Reinigung und der Verschmutzung. So werden organische Bestandteile durch alkalische Reinigungsmittel (z.B. NaOH, Natriumcarbonat) entfernt. Sie wirken sehr gut quellend und lösend. Fette und Öle werden partiell verseift und Eiweißverbindungen hydrolysiert [83].

Saure Reinigungsmittel bestehen aus anorganischen oder organischen Säuren und werden zum Entfernen von anorganischen Belägen verwendet (siehe Tabelle 2-1, Seite 4).

Neutrale Reiniger sind Mischungen aus Tensiden und anderen Stoffen, wie z.B. eiweißspaltenden Enzymen, und werden zum Emulgieren von Fetten sowie zur Verbesserung der Oberflächenbenetzung eingesetzt. Des Weiteren kommen sie beim manuellen Reinigen zum Einsatz, da sie hautverträglicher und werkstoffschonender sind. Die Reinigungswirkung ist im Vergleich zu Säuren und Laugen geringer.

Für diese Arbeit ist das Quellen von Kohlehydraten und Molkenproteinen von besonderem Interesse. CHRISTIAN [22] beschreibt ausführlich die Reinigungsmechanismen und die Wirkung von NaOH bei Molkenprotein- und Kohlenhydratverschmutzungen. BIRD UND BARTLETT [9] verweisen darauf, dass die Reinigung von Stärke mit Wasser sehr langsam verläuft und die Stärke minimal quillt. Durch die Verwendung eines alkalischen Reinigungsmittels quillt der Stärkeverbund stark und die Festigkeit der Verschmutzungsmatrix reduziert sich so weit, dass die Stärke leicht entfernt werden kann [38]. Die Quellung beruht auf der Aufweichung des Stärkenetzwerks unter Aufnahme von Wassermolekülen durch Hydroxylgruppen, welche durch gelöste Wasserstoffbrückenbindungen innerhalb des Netzwerks freigelegt wurden [117, 129]. Des Weiteren reagieren Medien mit hohen pH-Werten mit Stärke, sodass Wasser leichter in den Stärkeverband eingelagert wird. BIRD UND BARTLETT [9], SCHLÜSSLER [100] und GRAßHOFF [40] finden bei Stärke- und Molkenproteinverschmutzungen bis zu einer bestimmten Laugenkonzentration einen proportionalen Zusammenhang zwischen Laugenkonzentration und Reinigungsrate. Bei höheren Konzentrationen soll sich die Reinigungsrate wieder verringern.

GILLHAM ET AL. [35], GRAßHOFF [38], BIRD UND BARTLETT [9] und CHRISTIAN [22] zeigen in ihren Untersuchungen, dass durch das Quellen und Lösen der Verschmutzungen günstige Voraussetzungen für effizientes Entfernen durch die Wirkung mechanischer Reinigungskomponenten geschaffen werden.

Mechanische Effekte

Neben der Wirkung der chemischen Komponente ist die Wirkung der mechanischen Reinigungskomponente entscheidend für eine schnelle und effiziente Reinigung. Dabei wird die festkörper- (z.B. Molchen, Bürsten) und die hydromechanische Reinigungswirkung unterschieden. Wird die letztere Komponente betrachtet, muss zwischen Reinigungsprozessen in immmergierten Systemen (Zwei-Phasensystem) und nicht immmergierten Systemen (Drei-Phasensystem) unterschieden werden.

In immergierten Systemen bewirkt das strömende Reinigungsmedium eine Intensivierung der Stofftransportvorgänge durch Turbulenzbildung und eine Veränderung der Grenzschicht. Diesem Prozess überlagert ist die rein mechanische Wirkung der Strömung durch in Wandnähe auftretende Schubspannungen.

Bezüglich der Reinigungsmechanismen in immergierten Systemen wird auf [42, 46, 107, 118] verwiesen. In nicht immergierten Systemen entsteht nach WILDBRETT [132], PATEL UND JORDAN [89], MULUGETA UND GEYER [85] sowie SCOTT ET AL. [110] die mechanische Reinigungswirkung auf der Oberfläche

- durch den Aufprall des Flüssigkeitsstrahls oder bzw. und
- durch das Abfließen der Reinigungsflüssigkeit (Schwallreinigung).

2.3 Methoden und Verfahrensparameter nicht immergierter Reinigungssysteme

2.3.1 Methoden

Nicht immernierte und automatisch gereinigte Systeme sind einer manuellen Reinigung meist zugänglich, werden aber durch automatische Systeme gesäubert. In diesen Systemen werden die Reinigungs-, Desinfektions- und Spülmedien durch statische oder rotierende Düsen unter Druck über die zu reinigenden Flächen verteilt. Neben der Spritzreinigung mit entsprechenden Flüssigkeiten werden in der Lebensmittelverarbeitung auch die Niederdruck-Schaum- und Gelreinigung eingesetzt. Bei der Spritzreinigung wird zwischen Niederdruckreinigung (ca. 0,5 – 15 bar), Druckstrahlreinigung (ca. 20 – 40 bar) und Hochdruckreinigung (ca. 40 – 130 bar) unterschieden.

2.3.2 Formen des Flüssigkeitsstrahlzerfalls und Tropfenbildung

Die Wirkung eines Flüssigkeitsstrahls ist nach ROSE [95] von dem durch eine Pumpe erzeugten Betriebsdruck, der Art des Strahlzerfalls und der Tropfenbildung abhängig. Dabei kommt der Düse als Bauteil, welches den Strahl formt, besondere Bedeutung zu. Diese hat neben der Strömungsgeschwindigkeit, dem Volumenstrom, der Turbulenz im Strahl und den physikalischen Eigenschaften der Flüssigkeit Einfluss auf den Strahlzerfall. Eine Unterteilung des Strahlzerfalls in verschiedene Zerfallsformen wird von v. OHNESORGE [120] im so genannten *von-Ohnesorge-Diagramm* vorgenommen (Abbildung 2-3). Darin erfolgt die Definition der Bereiche Zertropfen, Zerwellen und Zerstäuben über die von-Ohnesorge-Kennzahl Oh in Abhängigkeit der Reynoldszahl Re . Die Ohnesorge-Kennzahl wird durch das Verhältnis von viskosen Kräften zu Oberflächen- und Trägheitskräften bestimmt. Die Reynoldszahl beschreibt den Grad der Turbulenz. SCHMIDT UND WALZEL [102] erweitern die Einteilung um die Bereiche Auslauf und Abtropfen. Für eine genauere Beschreibung der Zerfallsformen wird auf SCHMIDT UND WALZEL [102] verwiesen.

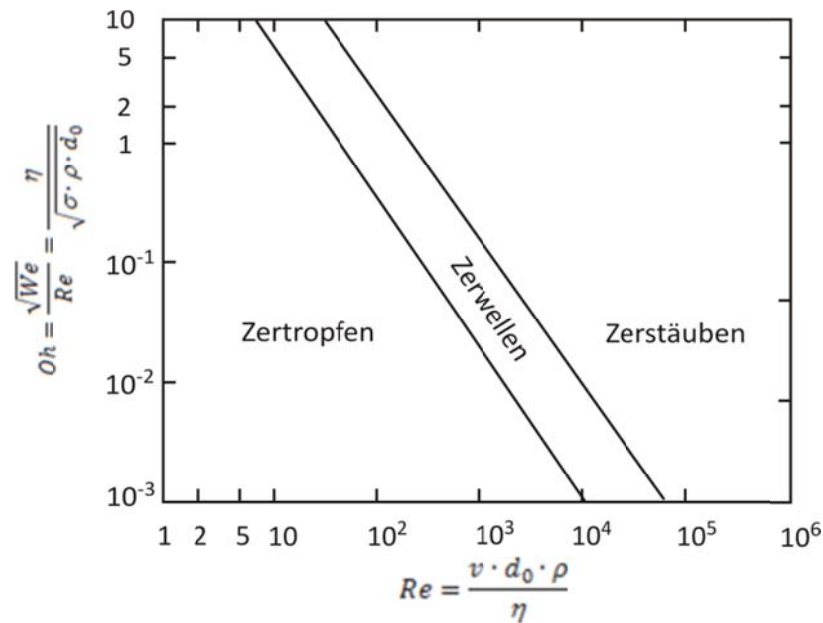


Abbildung 2-3: Strahlzerfallsformen nach v. OHNESORGE, nach [120]

Die Zerstäubung ist für die in dieser Arbeit verwendeten Düsen, Druckbereiche und Reinigungsmedien der relevante Zerfallsprozess.

2.3.3 Düsenarten für Reinigungsprozesse

Bei industriellen Anwendungen von Düsensystemen wird zwischen Einstoff- und Mehrstoffdüsen unterschieden. Für Reinigungsprozesse werden günstige Strahlzerfallsformen und Strukturen der Flüssigkeitsstrahlen durch Einstoff-Druckdüsen erreicht [95]. Diese können entsprechend der Strahlform wie folgt eingeteilt werden.

Rundstrahldüsen

Der meist geringe Strahldurchmesser führt zum größten Strahl Druck. Die Düsen werden z.B. in der Hochdruckreinigung und zum Schneiden / Trennen eingesetzt. In der Lebensmittelverarbeitung sind Sprühkugeln typische Vertreter der Rundstrahlreiniger. Diese werden für einfache Reinigungsaufgaben im Niederdruckbereich bis 3 bar eingesetzt. Der überwiegende Teil der Reinigungswirkung beruht bei Sprühkugeln auf dem abfließenden Reinigungsmedium.

Vollkegeldüsen

Diese Düsen erzeugen einen nahezu kreisrunden Strahl aufprallbereich, der sich mit zunehmender Strahllänge entsprechend des Strahlwinkels vergrößert. Der Strahlkern ist durch größere Tropfen gekennzeichnet. Dieser wird durch einen Ringstrahl mit kleineren Tropfen umschlossen. Vollkegelstrahlen haben eine sehr geringe Reinigungswirkung und werden vor allem zur Oberflächenbenetzung und Schwallreinigung eingesetzt.

Hohlkegeldüsen

Hohlkegeldüsen sind durch hyperbolische Flüssigkeitslamellen mit einer geradlinigen und von der Achse geneigten Hüllkurve gekennzeichnet. Einsatzbereiche für diese Düsenart sind die Luft- und Gaswäsche. Für industrielle Reinigungszwecke in der Lebensmittelverarbeitung werden sie kaum eingesetzt.

Flachstrahldüsen

Mit Flachstrahldüsen werden fächerartige Flüssigkeitslamellen erzeugt, die über dem Querschnitt eine inhomogene Verteilung der Strahlmakro- und -mikrostruktur aufweisen. Der Strahlaufprallbereich hat die Form einer langgestreckten Ellipse. Beim Vergleich von Flachstrahl- und Vollkegeldüsen stellte MULUGETA [84] fest, dass Flachstrahldüsen bei vergleichbaren Bedingungen zu einem effizienteren Abtrag an Sand-Bindemittelgemisch-Platten führen als Vollkegeldüsen.

In der Lebensmittelverarbeitung werden neben statischen auch rotierende Düsen verwendet. Rotierende Düsen werden im Druckbereich von 1 – 15 bar und teilweise bis 130 bar betrieben. Dabei rotieren die Düsen um eine oder zwei Achsen. Durch die Rotation können größere Mengen Reinigungsmedium in kürzerer Zeit gleichmäßig verteilt werden. Bei rotierenden Schwallreinigern beruht die Reinigungswirkung überwiegend auf dem abfließenden Reinigungsmedium. Bei Zielstrahlreinigern kommt zusätzlich noch ein erheblicher mechanischer Reinigungseffekt hinzu, der auch für größere Wurfweiten reicht. Der Einsparung von Reinigungsmedium und Reinigungszeit steht aber die Möglichkeit des Rotationsversagens gegenüber. Typische Anwendungsgebiete von rotierenden Düsen sind die Tank- und Behälterreinigung.

Der Fokus dieser Arbeit liegt ausschließlich auf Spritzreinigungsprozessen und der Reinigungswirkung infolge des direkten Aufpralls eines statischen Niederdruck-Flüssigkeitsstrahls.

2.3.4 Struktur von Flüssigkeitsstrahlen

Bei Einstoff-Druckdüsen wird die Flüssigkeit durch die Umwandlung von potentieller (Strömungs-) Energie in kinetische (Strahl-)Energie mit hoher Geschwindigkeit in die umgebende Atmosphäre gedrückt. Strömt die Flüssigkeit in ein Medium viel kleinerer Dichte und kommt es auf Grund der Oberflächenspannung nur zu einer unwesentlichen Vermischung, wird der entstehende Strahl als Freistahl bezeichnet [56]. Als Grenzfall gilt Wasser in Luft.

Der sich am Düsenausgang bildende Freistahl ändert in Strahlrichtung seine geometrischen Abmessungen. Die Ursache dafür sind Reibungen mit der gasförmigen Atmosphäre und innere Turbulenzen. Im Gegensatz zu laminaren Strahlen besitzen die Flüssigkeitsteilchen von turbulenten Strahlen eine Geschwindigkeitskomponente senkrecht zur Ausbreitungsrichtung. Nach KRAUTTER UND VETTER [57] kann bei reinigungstechnisch relevanter Systemauslegung praktisch immer von voll turbulenten

Strahlen ausgegangen werden. Die Turbulenz bewirkt nach Verlassen der Düse ein Aufreißen des Strahls. Die Größe der anfangs eingeprägten Turbulenz beeinflusst die Durchmischungsrate mit der umgebenden gasförmigen Atmosphäre.

In Untersuchungen zur Dichte von Flüssigkeitsstrahlen und zum Anteil von eingedrunenem Gas aus der umgebenden Atmosphäre wurden in axialer Strahlrichtung drei Bereiche ermittelt: i) Anfangs-, ii) Haupt- und iii) Endbereich (Abbildung 2-4), [65, 82, 84, 134]. Darüber hinaus ist nach YANAIDA UND OHASHI [134] der Strahl in Abhängigkeit des Strahlerfalls und der Druckanteile durch die drei axialen Bereiche i) zusammenhängender Strahl, ii) Tropfenstrahl und iii) zerstäubter Strahl gekennzeichnet.

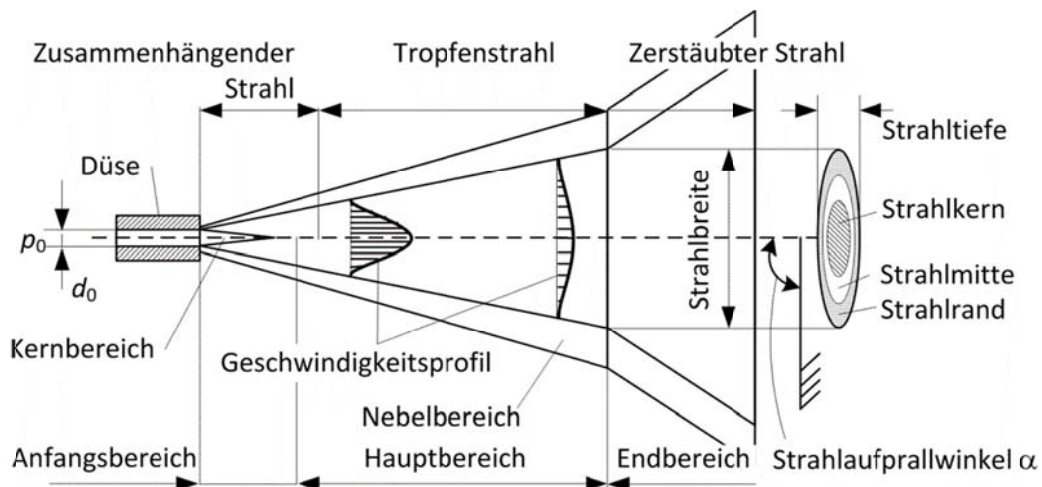


Abbildung 2-4: Struktur eines Flüssigkeitsstrahls in gasförmiger Atmosphäre, [134] - modifiziert

Im Anfangsbereich kommt es durch Instabilitäten bei der Oberflächentrennung von Flüssigkeit und Düse zur Ausbildung von Wirbeln im Flüssigkeitsstrahl, durch die Gas aus der umgebenden Atmosphäre in den Flüssigkeitsstrahl befördert wird. Der Flüssigkeitsstrahl ist im Anfangsbereich noch durch einen kontinuierlichen Fluss mit wenig eingeschlossenem Gas und einer keilförmigen Kernzone gekennzeichnet. Diese keilförmige Zone ist von einer Vermischungsschicht umgeben, die sich mit zunehmender Strahlänge in die Umgebung sowie zur Strahlachse hin ausbreitet. Bis zum Zusammenwachsen der Vermischungsschicht in der Strahlachse entspricht die Geschwindigkeit im Kern der Geschwindigkeit am Düsenaustritt. Erst am Ende dieses Bereichs kommt es durch die anhaltenden Wechselwirkungen im Strahlinneren zum Aufbrechen des Flüssigkeitsstrahls in Tropfen und zur Verringerung der Tropfengeschwindigkeit. Dieser Vorgang wird durch Reibung mit der gasförmigen Atmosphäre beschleunigt, findet aber auch im Vakuum statt, da die eingeprägte Turbulenz dafür verantwortlich ist. Bei sehr hohen Turbulenzen tritt keine ausgeprägte Kernzone auf und der Strahl zerfällt unmittelbar hinter dem Düsenaustritt [65, 98]. Im Hauptbereich kommt es zur vollständigen Durchmischung von Strahl und umgebender Atmosphäre. Damit einhergehend sind der Zerfall des Strahls in Tropfen und die Strahlausbreitung. Mit zunehmendem Abstand zur Düse zerfällt der Strahl

in kleinere Tropfen. Je weiter der Zerfall fortschreitet, desto größer ist der geschwindigkeitsreduzierende Einfluss der Reibung mit der gasförmigen Atmosphäre. Das ist auf die Zunahme des Verhältnisses von Tropfenoberfläche zum Volumen zurückzuführen. MILCHERS [80] zeigt in seinen Simulationen zum Zerfall eines axialsymmetrischen Strahls, dass in der Strahlmitte die Tropfendichte am höchsten ist und mit steigendem Abstand zur Strahlachse abnimmt. Die gleiche Abhängigkeit konnte auch für die Tropfengröße ermittelt werden. Infolge der genannten Abhängigkeiten bildet sich ein ausgeprägtes radiales Staudruckprofil, welches einer Gaußschen Glockenkurve ähnelt (Abbildung 2-4). Zwischen Tropfenbereich und umgebender Atmosphäre gibt es einen Nebelbereich. Die Tropfen an der Grenze zum Nebelbereich besitzen fast keine Geschwindigkeit. Im Endbereich ist der Flüssigkeitsstrahl komplett in kleine Tropfen aufgelöst. Reinigungstechnisch interessant ist der Hauptbereich [78]. Die Länge des Anfangsbereichs h_i , an den sich der Hauptbereich anschließt, wird von MULUGETA UND GEYER [85] in Abhängigkeit vom Düsendurchmesser d_0 wie folgt angegeben:

$$h_i = 73 \dots 135 \cdot d_0 \quad \text{Gleichung 1}$$

Die Inhomogenität des Strahls hinsichtlich seiner Mikro- und Makrostruktur führt nicht nur in axialer Richtung zu lokalen Unterschieden in den Strahleigenschaften. Es ist auch eine ausgeprägte Variation in den abtrags- bzw. reinigungsrelevanten Strahleigenschaften (u.a. spezifische Massenstromdichte und Impulsintensität, [84]) zwischen Strahlachse und Randbereich zu verzeichnen. MULUGETA führt deshalb in Bezug auf Reinigungsuntersuchungen eine radiale Unterteilung in drei Bereiche ein. Grundlage für die Definition von repräsentativen Teilflächen in der Strahlaufprallfläche sind die Variationsbreiten in seinen Messdaten zur i) Größen- und Geschwindigkeitsverteilung der Tropfen im Strahl (Bestimmung mit Phasen-Doppler-Partikel-Analysator), ii) Verteilung des Flüssigkeitsvolumens im Strahl, iii) Verteilung der maximalen Druckbelastung und iv) Abtragseffektivität. Als repräsentative Teilflächen werden für die untersuchten Flachstrahldüsen der Strahlkern, die Strahlmitte und der Strahlrand definiert (Abbildung 2-4). Für diese beschreibt der Strahlkern bei einem Düsenabstand von 100 mm die Strahlzone mit einem Winkel von der Strahlachse bis 22° . Dieser ist durch weitgehend axiale Geschwindigkeitskomponenten des Strahls gekennzeichnet und ist in Abhängigkeit von Volumenstrom und Betriebsdruck überwiegend kompakt. In der Strahlmitte überlagert sich der kompakte Strahlanteil mit radial und axial wirkenden Geschwindigkeitskomponenten des Strahls. Das kann in Abhängigkeit vom Volumenstrom und Betriebsdruck zu einer Reduzierung der auf die Verschmutzung wirkenden Belastung führen. Die Strahlmitte beschreibt den radialen Bereich zwischen 22° und 38° . Der Strahlrand erfasst den radialen Bereich $> 38^\circ$. Er ist durch eine geringe Strahldichte gekennzeichnet und durch eine Abnahme der axialen Geschwindigkeitskomponenten im zerstäubten Strahl.

2.3.5 Strahlaufprall und Materialbeanspruchung

Nach MULUGETA ET AL. [87] und SANDLER [98] berechnet sich die auf die Verschmutzung wirkende Strahlkraft F_s , welche aus dem Strahlimpuls I_s resultiert, näherungsweise nach Gleichung 2.

$$\frac{I_s}{t} = F_s \sim \dot{V} \cdot \rho \cdot v_s \cdot \sin\alpha \quad \text{Gleichung 2}$$

ρ – Flüssigkeitsdichte

v_s – mittlere Fließgeschwindigkeit Freistrah

\dot{V} - Volumenstrom Freistrah

α - Strahlaufprallwinkel

t - Zeit

Die Geschwindigkeit eines Flüssigkeitsstrahls berechnet sich in Abhängigkeit der Druckdifferenz Δp aus Betriebsdruck p_o und Umgebungsdruck näherungsweise entsprechend Gleichung 3 [81].

$$v_s = \sqrt{\frac{2 \cdot \Delta p}{\rho}} \quad \text{Gleichung 3}$$

Die Strahlkraft ist aber nicht das entscheidende Kriterium für den Reinigungseffekt [98]. Die entscheidende Größe ist in der Regel die Druckverteilung [65, 80, 81]. Folgende Druckbelastungen können unterschieden werden:

- Stoßdruck oder Wasserhammerdruck

Beim Tropfenaufprall kommt es kurzzeitig (< 1 ms) zu einer dynamischen Beanspruchung durch die Kompression der Tropfen [57, 80, 92, 95]. Nach MILCHERS [80] baut sich am Rand der Kontaktzone zwischen Tropfen und Verschmutzung ein Stoßdruck $p_{stoß}$ nach Gleichung 5 auf. Dieser fällt zur Mitte der Kontaktzone auf den Wasserhammerdruck p_{wh} nach Gleichung 4 ab. SPRINGER [115] und ADLER [1] zeigen in ihren Ausführungen, dass die Beanspruchung infolge des senkrechten Tropfenimpulses durch den Wasserhammerdruck beschrieben werden kann.

$$p_{wh} = \rho \cdot c_F \cdot v_t \quad \text{Gleichung 4}$$

$$p_{stoß} \approx (2 \dots 3) \cdot p_{wh} \quad \text{Gleichung 5}$$

c_F – Schallgeschwindigkeit in der Flüssigkeit

v_t – Tropfengeschwindigkeit

Entsprechend Gleichung 4 ist die Amplitude des Stoßdrucks der Tropfengeschwindigkeit proportional. Die Amplitude ist unabhängig von der Tropfengröße. Nach Angaben von BEUTIN [8] hat jedoch die Tropfengröße wesentlichen Einfluss auf die Dauer des Stoßdrucks. Hier zeigt sich ebenfalls ein proportionaler Zusammenhang. Die abtragende Wirkung wird durch die Stoßdruckamplitude und Dauer des Stoßdrucks bestimmt.

□ Staudruck

Der Staudruck ist die quasistatische Belastung, die nach dem Abfall des Stoßdrucks bzw. Wasserhammerdrucks an der Verschmutzung anliegt. Der Staudruck entsteht durch das Abströmen der Tropfenflüssigkeit sowie durch das Auftreffen eines zusammenhängenden Strahls und kann nach Gleichung 6 und Gleichung 7 berechnet werden [80]. Nach MILCHERS [80], ADLER [1] sowie SPRINGER [115] kann die nach dem Aufprall der Tropfen auf der Oberfläche lateral abströmende Tropfenflüssigkeit ebenfalls zum Materialabtrag beitragen (Abbildung 2-5). Untersuchungen von JENKINS UND BOOKER [45] zum Aufprall von Tropfen (\varnothing 2 mm) auf bewegten Oberflächen zeigen, dass die Geschwindigkeit der abströmenden Flüssigkeit, bei den in dieser Arbeit realisierten Tropfengeschwindigkeiten von max. 40 m/s, bis zum Sechsfachen der Tropfengeschwindigkeit betragen kann. Der damit mögliche Materialabtrag erfolgt durch Druck- und Zugbelastungen an Unebenheiten und Oberflächenfehlern sowie durch die Ausbildung von Schubspannungen. Der größte Staudruck entsteht bei einem senkrechten Auftreffen.

$$p_{stau} = \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot [v_t^2(\text{Strahl}) - v_t^2(\text{Wand})] \tag{Gleichung 6}$$

$$v_t(\text{Wand}) = v_t(\text{Strahl}) \cdot \sin \gamma \tag{Gleichung 7}$$

γ - Winkel zwischen Flächennormalen der Wand und Strahlachse v_t – Tropfengeschwindigkeit an der Wand bzw. im Strahl

Beim Tropfenaufprall ist zwischen Einzel- und Mehrfachtropfenaufprall zu unterscheiden. Bei letzterem müssen zusätzlich Wechselwirkungen zwischen den Tropfen berücksichtigt werden. Zudem zeigt die Wirkung des zusammenhängenden Strahls eine andere Charakteristik. Entsprechend unterscheiden sich die Druck-Zeit-Verläufe in Abhängigkeit der Strahlzusammensetzung (Abbildung 2-5).

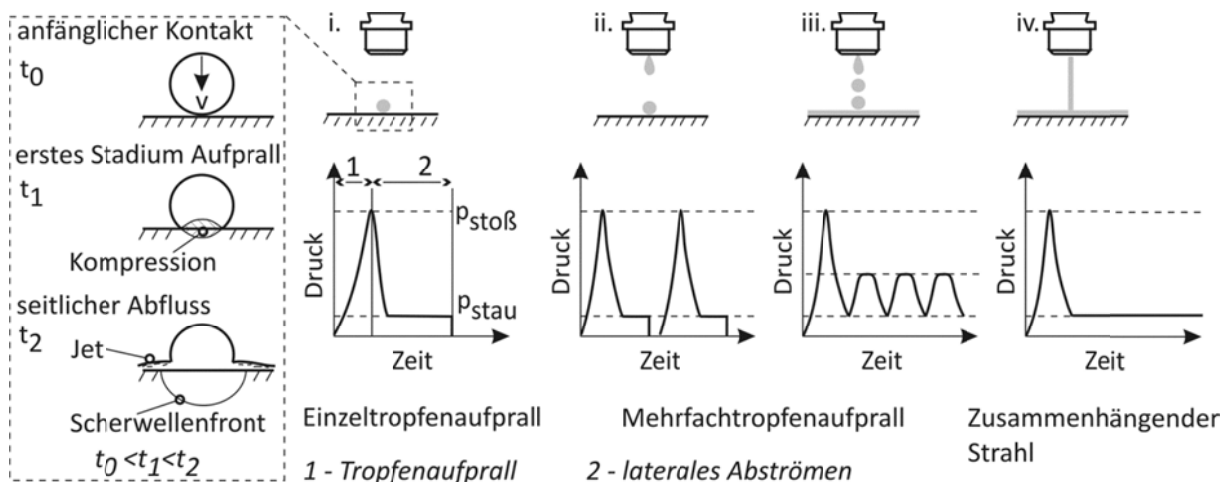


Abbildung 2-5: Schematischer Druck-Zeit-Verlauf bei verschiedenen Strahlzusammensetzungen, BEUTIN [8], KROSS [59] und MILCHERS [80] - modifiziert

Von entscheidender Bedeutung für den Druckverlauf ist das Vorhandensein eines oberflächlichen Flüssigkeitsfilms, da dieser schon bei geringer Dicke die Intensität des Aufpralls reduziert (Abbildung 2-5 iii und iv). Bei realen Reinigungsbedingungen trifft der nachfolgende Tropfen auf den Flüssigkeitsfilm des vorherigen Tropfens, da dessen Abströmvorgang noch nicht beendet ist. Damit zeigt sich bei kurz hintereinander aufprallenden Tropfen der Druckverlauf als quasistatischer Staudruck mit überlagerten Stoßdruckwellen und ergibt eine gegenüber dem Einzeltropfenaufprall gedämpfte Belastung. Beim zusammenhängenden Strahl fällt nach dem Aufprall der anfängliche Stoßdruck steil auf den Staudruck ab. SIVAKUMAR UND TROPEA [114] zeigen in ihrer Arbeit, dass die Wirkung eines Strahls nicht als Überlagerung von unbeeinträchtigten Einzeltropfenaufschlägen gesehen werden kann.

Aus den genannten Druckbeanspruchungen resultieren im Wesentlichen vier Schädigungsmechanismen, die zum Abtrag der Verschmutzung führen können [1, 8]:

1. direkte Deformation der Verschmutzung,
2. Ausbreitung von Stoßwellen (ausgehend von der Tropfenkompressionszone),
3. seitliches Abströmen der Reinigungsflüssigkeit und
4. Eindringen der Flüssigkeit in die Schmutzschicht [65, 85, 110].

Die ersten beiden Schädigungsmechanismen erzeugen Risse in der Schmutzschicht. Die Belastungsformen 3. und 4. vergrößern die Risse und die Verschmutzungsschicht löst sich ab.

Die wesentlichen Einflussparameter der Druckbeanspruchung können nach Abbildung 2-6 in drei Gruppen eingeteilt werden. Die Strahlparameter werden durch die Betriebsparameter variiert. Das Reinigungsgut beeinflusst die Adhäsionskraft der Verschmutzung und die Einwirkzeit wiederum deren Adhäsions- und Kohäsionskraft. Die Verschmutzung steht in Wechselwirkung mit den durch die Strahlparameter hervorgerufenen Belastungen.

Der Einfluss der Betriebsparameter wird nachfolgend kurz diskutiert.



Abbildung 2-6: Einflussparameter bei Reinigungsprozessen mit Düsen, nach [85]

Betriebsdruck

Durch Einsetzen von Gleichung 3 in Gleichung 2, Seite 15 wird der Zusammenhang von Betriebsdruck und Strahlkraft beschrieben. Demnach steigt die Strahlkraft mit steigendem Betriebsdruck bzw. Durchfluss. Durch Einsetzen von Gleichung 3 in Gleichung 8, Seite 19 kann der gleiche Zusammenhang von Betriebsdruck und Volumenstrom \dot{V} hergeleitet werden.

Die Druckerhöhung führt zur Bildung von feineren Tropfen sowie zur Verringerung der Anzahl von großen Tropfen und damit tendenziell zu geringeren Aufpralldrücken [85, 86]. Im Gegensatz dazu erhöht sich im gesamten Tropfengrößenspektrum die Geschwindigkeit. Bis zu einem maximalen Grenzdruck, bei dem der Flüssigkeitsstrahl zu stark verstäubt wird, erhöht sich damit die durchschnittliche Druckbelastung [83, 132]. Ebenso existiert ein verschmutzungsabhängiger minimaler Grenzdruck, der überschritten werden muss, um eine Reinigungswirkung zu erzielen [81, 85]. Wegen der Durchmesser verkleinernden Effekte führt der Druckanstieg zwar zu höheren Massenstromdichten, aber nicht zu einem progressiven Anstieg. MULUGETA [84] fand teils hohe lineare Korrelationen zwischen der Massenstromdichte und der Abtragswirkung von Flüssigkeitsstrahlen.

Steigender Betriebsdruck führt im Allgemeinen zu einer geringen Vergrößerung der Strahlbreite und zur Verringerung der Strahltiefe (Abbildung 2-7, siehe auch Abbildung 2-4, Seite 13). Die leicht abfallenden Werte von Strahlbreite und Strahlwinkel bei 8 bar in sind auf Zerstäubungseffekte im Randbereich des Strahls zurückzuführen. Die kleinen Tropfen werden vom eingesetzten Kraftsensor nicht mehr erfasst. Die in Abbildung 2-7 dargestellten Messergebnisse wurden an einem Versuchsstand der Fa. Lechler, Metzingen ermittelt. Eine Beschreibung des Versuchsstands ist in Kapitel 6.2, Seite 83 enthalten.

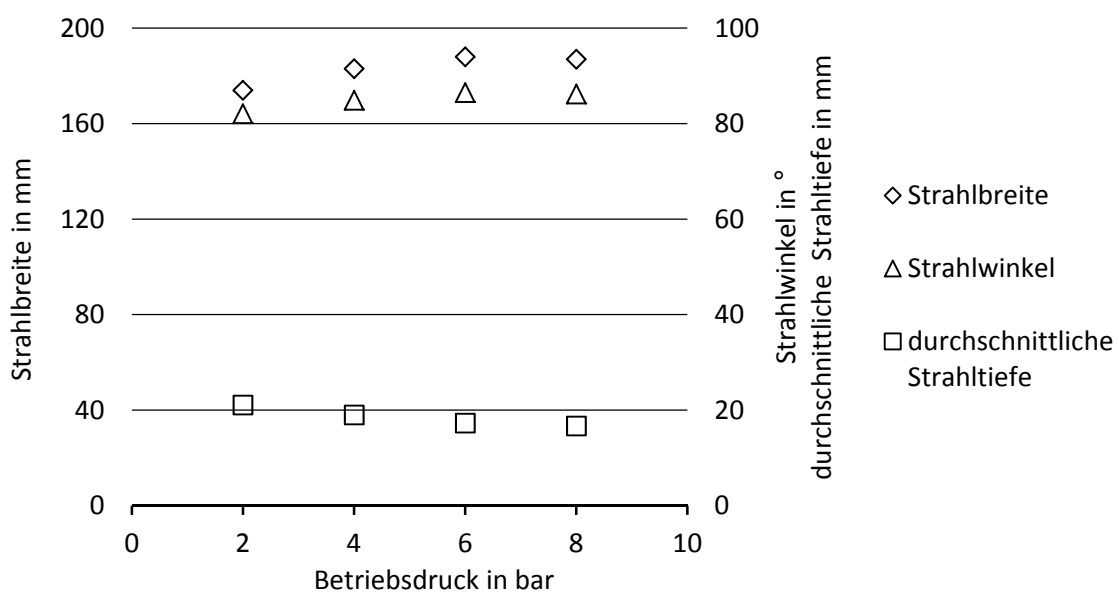


Abbildung 2-7: Strahlbreite, -tiefe und -winkel der Düse F3 in Abhängigkeit von p_0 , Düsenabstand $h = 100$ mm

Düsenabstand

Wie im vorherigen Abschnitt beschrieben, ändert sich mit zunehmender Lauflänge des Strahls die Strahlzusammensetzung aus zusammenhängendem Strahl und Tropfenstrahl. Entsprechend variiert auch die impulsartige Stoßdruck- oder kontinuierliche Staudruckbeanspruchung der Verschmutzung. Geringe Düsenabstände sind durch eine quasistatische Staudruckbeanspruchung gekennzeichnet. Zunehmende Düsenabstände vergrößern die Strahlaufprallfläche und die Verschmutzung wird hochdynamisch durch den Stoßdruck beansprucht. Die optimale Beanspruchung der Verschmutzung erfolgt meist im Hauptbereich des Strahls infolge der kombinierten statischen und dynamischen Belastung [84]. Der optimale Düsenabstand wird durch die Eigenschaften der abzutragenden Verschmutzungen (z.B. spröde, duktil oder viskos) und des Strahls beeinflusst.

Weiterhin wurde festgestellt, dass sich mit zunehmendem Abstand zur Düse das Tropfengrößenspektrum in Richtung der kleinen und mittleren Tropfendurchmesser verschiebt sowie sich die Anzahl an großen Tropfen und die Tropfengeschwindigkeit reduziert [85].

Düsendurchmesser

Die Tropfengröße wird durch den Düsendurchmesser beeinflusst. Da die Tropfenbildung beim Zerstäuben zufällig erfolgt, kann für die Tropfengröße nur ein mittlerer Durchmesser berechnet werden. Häufig wird zur Charakterisierung des Strahls der Sauter-Durchmesser angegeben. Dieser entspricht der Tropfengröße, bei der das Verhältnis zwischen Volumen und Oberfläche dem Mittel aller Tropfen entspricht. Nach SCHMIDT UND WALZEL [103] ist dieser Wert bei Rundstahldüsen linear vom Düsendurchmesser abhängig. Für Flachstrahldüsen wird der Sauter-Durchmesser in Abhängigkeit des Volumenstroms angegeben [84]. Der Volumenstrom \dot{V} ist nach MOMBER UND SCHULZ [82] quadratisch vom Düsendurchmesser d_0 abhängig (Gleichung 8).

$$\dot{V} = \frac{\pi}{4} \cdot \beta \cdot d_0^2 \cdot v_s \quad \text{Gleichung 8}$$

 β - düsenabhängiger Effektivitätswert

Der Argumentation von MOMBER [81] folgend, kann unter reinigungstechnischen Aspekten ein maximal notwendiger Düsendurchmesser bestimmt werden. Bei dessen Überschreitung trägt ein Teil der Reinigungsflüssigkeit nicht mehr zur Reinigung bei, sondern fließt relativ wirkungslos ab. Die Reinigungseffizienz wird entsprechend schlechter. LEU ET AL. [65] fanden in ihren Untersuchungen heraus, dass der optimale Reinigungsabstand auch vom Düsendurchmesser abhängig ist, da dieser die Strahlstruktur beeinflusst.

Strahlaufprallwinkel

Als Strahlaufprallwinkel α wird der Winkel zwischen Oberfläche und Strahlachse bezeichnet (Abbildung 2-4, Seite 13). Dieser hat Auswirkung auf die horizontalen und vertikalen Anteile der Druckbeanspruchung [99]. Die größte Reinigungseffizienz liegt bei typischen Verschmutzungen aus Lebensmittelverarbeitung nach SCOTT ET AL. [110] bei einem Winkel von 90° (siehe auch Abschnitte zu Stoßdruck und Staudruck). Wird der Reinigungsprozess als eine Kombination aus Trennen und Fördern gesehen, kann die Intensität der Anteile Trennen und Fördern über den Strahlaufprallwinkel variiert werden.

Vorschubgeschwindigkeit

Eine Vorschubgeschwindigkeit tritt nur bei bewegten Düsen auf. Als Vorschubgeschwindigkeit soll die Geschwindigkeit einer Düse / eines Strahls relativ zu der zu reinigenden Oberfläche verstanden werden. Mit der Vergrößerung der Vorschubgeschwindigkeit werden die Belastungsdauer und damit die Reinigungswirkung des Strahls reduziert [78].

2.3.6 Reinigungskinetik und Reinigungseffizienz

Unter dem Begriff Reinigungskinetik wird der zeitliche Ablauf von Reinigungsprozessen verstanden. Forschungsseitig wird der Entwicklung von mathematischen Modellen zur quantitativen Beschreibung des zeitlichen Reinigungsverlaufs besondere Aufmerksamkeit geschenkt. Bei praktischen Versuchen besteht immer die messtechnische Herausforderung, geringe Restverschmutzungen oder andere charakteristische Kennwerte bis kurz vor Reinigungsende noch mit ausreichender Genauigkeit bestimmen zu können. Kann hingegen der gesamte experimentell bestimmte Reinigungsverlauf durch verifizierte mathematische Modelle beschrieben werden, unterliegt der mathematische Verlauf durch die Berücksichtigung aller Teilbereiche einer Plausibilitätsprüfung. Damit kann das Verhalten kurz vor Reinigungsende verlässlicher vorhergesagt werden, als wenn nur dieser Zeitabschnitt betrachtet wird. Auf dieser Basis können Reinigungsverläufe analysiert und gezielt verbessert werden.

Als charakteristisches Kriterium zur Beschreibung des Reinigungsverlaufs wird in den meisten Fällen die zeitliche Änderung der Restschmutzmenge m_s gewählt. SCHLÜSSLER [101] bezeichnet die zeitliche Änderung als Reinigungsgeschwindigkeit. In den letzten Jahren wird in dem gleichen Zusammenhang der Begriff Reinigungsrate R oder diskrete Reinigungsrate verwendet (Gleichung 9), [12, 42]. Mit Bezug auf den Gesamtvorgang und die Ausgangsverschmutzung m_0 ist die Bezeichnung mittlere Reinigungsrate gebräuchlich (Gleichung 10). Die Reinigungsrate entspricht der ersten Ableitung der mathematischen Beschreibung eines Reinigungsprozesses nach einer Laufvariablen x .

$$R = \frac{dm_S}{dx} \quad \text{Gleichung 9}$$

$$\bar{R} = \frac{m_0}{x} \quad \text{Gleichung 10}$$

Zur Beschreibung des zeitlichen Verlaufs der Restverschmutzung führt LONCIN ET. AL [68] den Ansatz nach Gleichung 11 ein.

$$\frac{dm_S}{dx} = -k_R \cdot m_S \quad \text{Gleichung 11}$$

$$m_S = m_0 \cdot e^{-k_R \cdot x} \quad \text{Gleichung 12}$$

Worin k_R als Reinigungskonstante definiert wird, mit der alle Parameter erfasst werden sollen, welche die Reinigung beeinflussen. Durch Integration der Ausgangsverschmutzung m_0 kann der zeitliche Verlauf der Restschmutzmenge beschrieben werden (Gleichung 12).

Formal entspricht Gleichung 11 der Geschwindigkeitsgleichung für homogene Reaktionen erster Ordnung. Die Anwendung dieses Ansatzes zur quantitativen Modellierung von unterschiedlichsten Reinigungsprozessen ist aber nur eingeschränkt möglich, da nur Fälle beschrieben werden können, bei denen die Reinigungsrate nur von der Konzentration bzw. der Restschmutzmenge abhängig ist. Zusätzlich bleibt die Frage nach der physikalisch / chemischen Interpretation der Reinigungskonstante. Durch Erweiterung des Ansatzes mit Bezug auf heterogene Reaktionen und diffusionsgetriebene Reinigungsprozesse kann zwar die Reinigungskonstante eindeutig definiert werden, die breite Anwendung ist trotzdem nicht gegeben [100].

Von DÜRR UND GRAßHOFF [27] wird ein Modell vorgeschlagen, das mathematisch der zweiparametrischen Weibull-Verteilung entspricht und als Sonderfall auch in die vereinfachte Form nach Gleichung 11 überführt werden kann. Bekannt ist die Weibull-Verteilung vor allem aus der Lebensdauer- und Zuverlässigkeitsanalyse von technischen Geräten. Reinigungsprozesse, die durch dieses Modell beschrieben werden, sollten demnach ein stochastisches Verhalten zeigen und durch das Verhalten der am leichtesten zu entfernenden Verschmutzungsbestandteile gekennzeichnet sein.

Für die Beschreibung des Reinigungsverlaufs wird ebenfalls ein Exponentialansatz verwendet. Der zeitliche Verlauf der Restverschmutzung $r(x)$ berechnet sich nach Gleichung 13.

$$r(x) = e^{-\left[\frac{x}{t_c}\right]^{r_c}} \quad \text{Gleichung 13}$$

t_c – theoretische Anzahl der Reinigungszyklen zur Reduzierung der Restverschmutzung auf $\frac{1}{e} = 0,368$ der Anfangverschmutzung oder zur Entfernung von $1 - \frac{1}{e} = 0,632$ der Ausgangverschmutzung

r_c – Steigung der Reinigungscharakteristik im Weibull-Netz (Abbildung 2-9)

x - Reinigungszyklen

Mit Gleichung 14 wird der Reinigungsgrad $s(x)$ berechnet.

$$s(x) = 1 - r(x) = 1 - e^{-\left[\frac{x}{t_c}\right]^{r_c}} \quad \text{Gleichung 14}$$

Durch die zu bestimmenden Parameter r_c und t_c kann der Kurvenverlauf der Funktion an die experimentellen Daten angepasst und ein breites Spektrum an Reinigungsprozessen beschrieben werden. Das Vorgehen zur Bestimmung von r_c und t_c in dieser Arbeit wird in Kapitel 5.6.3, Seite 77 näher beschrieben.

Abbildung 2-8 zeigt vier idealisierte Reinigungsverläufe und auch das Spektrum an beschreibbaren Kurvenverläufen.

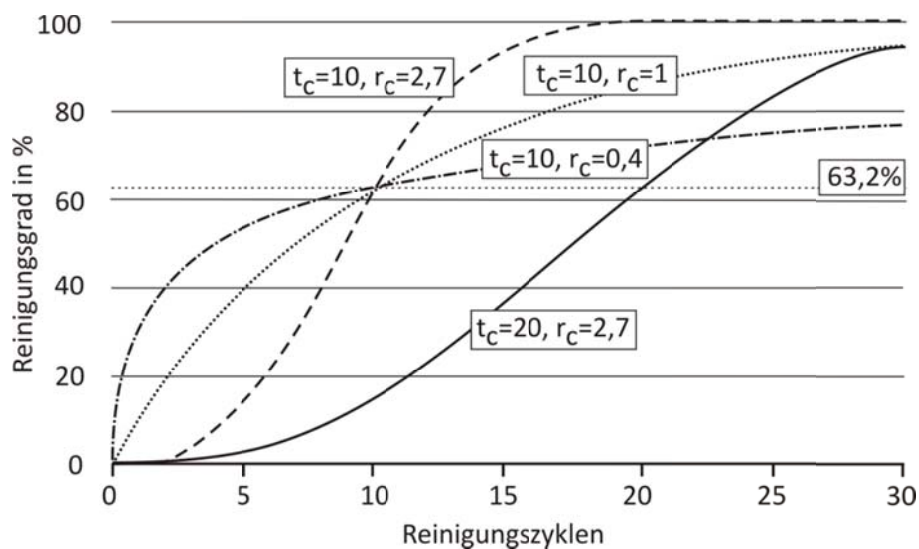


Abbildung 2-8: Vier idealisierte Reinigungsverläufe, lineares Diagramm, modifiziert [26]

Eine weitere Form der Darstellung, das so genannte Weibull-Netz, zeigt Abbildung 2-9. In einem Diagramm mit der Ordinate $lg(lg1/r)$ und der Abzisse $lg(x)$ ergeben die Reinigungsverläufe eine gerade Linie mit dem Anstieg r_c .

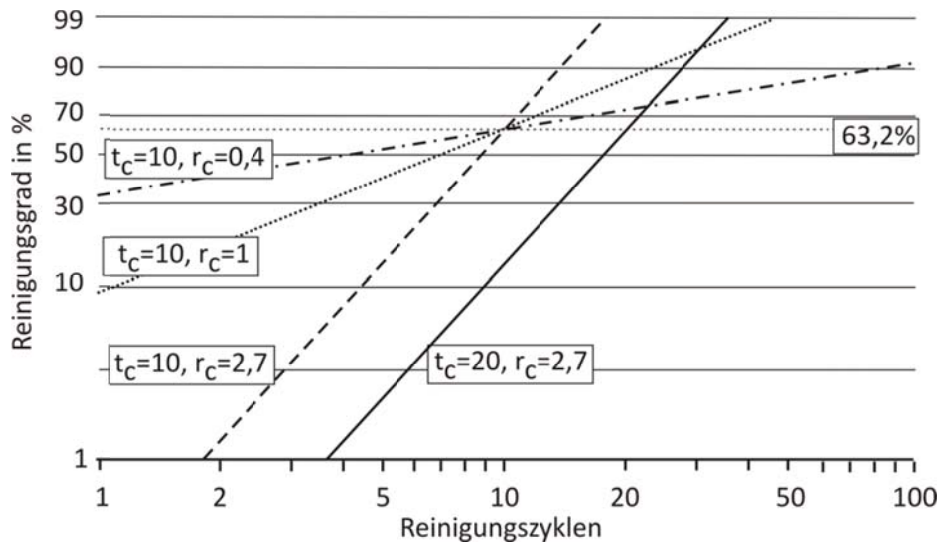


Abbildung 2-9: Vier idealisierte Reinigungsverläufe, Weibull-Netz, modifiziert [26]

Neben der mathematischen Interpretation von t_c und r_c wird von DÜRR [26] noch eine inhaltliche Interpretation vorgeschlagen. Der Parameter t_c kennzeichnet demnach die Reinigungsintensität, welche z.B. durch mechanische Reinigungseffekte variiert werden kann. Die inhaltliche Interpretation von r_c wird aus dem grundsätzlichen Verlauf der relativen Reinigungsrate P abgeleitet (Gleichung 16).

$$R(x) = r(x) \cdot \left(\frac{r_c}{t_c}\right) \cdot \left(\frac{x}{t_c}\right)^{r_c-1} \tag{Gleichung 15}$$

$$P(x) = \frac{R(x)}{r(x)} \tag{Gleichung 16}$$

Im Unterschied zur Reinigungsrate R (Gleichung 15) wird die relative Reinigungsrate in Relation zur Restverschmutzung angegeben. DÜRR [26] unterscheidet Reinigungsverläufe mit $r_c = 1$ (konstante relative Reinigungsrate), $r_c < 1$ (monoton abnehmende relative Reinigungsrate) und $r_c > 1$ (monoton steigende relative Reinigungsrate). Die zeitliche Abhängigkeit der relativen Reinigungsrate ist nach Meinung von DÜRR ein Ansatz zur Kategorisierung von Reinigungsprozessen. Neben dem Beitrag von SCHÖLER [107] ist eine tiefer gehende Diskussion dieses Ansatzes derzeit nicht bekannt.

Für die Beschreibung von Teilvorgängen während der Reinigung wird von einigen Autoren die Darstellung des zeitlichen Verlaufs der Reinigungsrate $\frac{dms}{dx}$ verwendet [12, 42]. Abbildung 2-10 zeigt diesen für eine quellbare Verschmutzung und die Einteilung des Prozesses in drei Phasen i) Quellen der Verschmutzung, ii) konstanter Abtrag und iii) exponentielle Abnahme. Zur Beschreibung der Reinigung ist nach diesem Ansatz eine komplexe Ermittlung von Verschmutzungs- und Systemkennzahlen nötig. Für das Detailverständnis der Teilvorgänge ist diese Methode gut geeignet. Die absolute Zuordnung von Wirkmechanismen, wie z.B. der Diffusion als reinigungsbestimmende Größe, ist aber bisher nur für das immmergierte System und auch da nur unter bestimmten Randbedingungen durchgeführt worden [42]. In dieser Arbeit erscheint die Nutzung dieses Ansatzes daher nicht als zielführend.

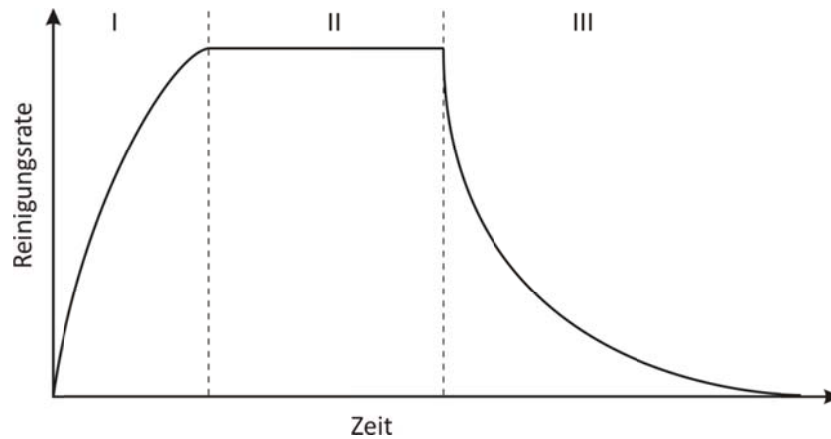


Abbildung 2-10: Zeitlicher Verlauf der Reinigungsrate einer quellbaren Verschmutzung, schematisch

Für die Bewertung der Effizienz von Reinigungsprozessen mit Flüssigkeitsstrahlen werden von MULUGETA [84] die Abtragseffizienz E_s nach Gleichung 17 und das *Flächenratio* vorgeschlagen.

$$E_s = \frac{\text{Abtragsvolumen}}{\Delta p \cdot \dot{V}} \quad \text{Gleichung 17}$$

Die Abtragseffizienz erlaubt die Bewertung des Reinigungsprozesses mit Bezug auf den hydraulischen Energieaufwand. Das *Flächenratio* gibt das Verhältnis von effektiver Abtrags- bzw. Reinigungsfläche zur unter gleichen Bedingungen durch den Strahl benetzten Fläche an. Damit lässt sich bewerten, ob die hydraulische Leistung zu einem effizienten Materialabtrag führt. Ein effizienter Flüssigkeitsstrahl ermöglicht die Reinigung mit einem Minimum an eingesetzter Zeit und Energie. Mit Bezug auf die Reinigungskinetik ist somit bei gleicher Reinigungsrate der effizientere Prozess durch ein höheres E_s und größeres *Flächenratio* gekennzeichnet. In Anwendung dieser Kennwerte stellte MULUGETA in seinen Betrachtungen zum Abtrag an Sand-Bindemittelpplatten fest, dass die Steigerung des Abtrags durch eine Vergrößerung des Volumenstroms (Düsendurchmesser) effizienter erreicht werden kann als durch eine Druckerhöhung. Außerdem zeigt sich auch eine deutliche Abhängigkeit vom Düsenabstand. MULUGETA diskutiert auf dieser Grundlage weiterhin den Einfluss der Prozessparameter Betriebsdruck, Volumenstrom und Düsenabstand auf die Abtragseffizienz im Strahlkern, in der Strahlmitte und im Strahlrand. Dabei zeigt sich, dass ein effizienter Abtrag vor allem im Kernbereich und in der Strahlmitte erfolgt. Die Höhe und Verteilung der Effizienzkenwerte variiert in Abhängigkeit der Prozessparameter. Damit ist es möglich, die Strahleigenschaften an die vorliegende Reinigungsaufgabe anzupassen. Die Erhöhung von Betriebsdruck und Volumenstrom können in radialer Strahlrichtung zu einer Vergrößerung der Bereiche mit effizientem Abtrag führen. Wobei durch die Bildung von gesättigten Strahlbereichen und die Interaktion von Strahlsegmenten wie auch durch Dämpfungs- und Reibungseffekte die gestiegene hydraulische Leistung nicht immer effektiv umgesetzt werden kann.

2.3.7 Diskussion

Bei der Reinigung in der Lebensmittelverarbeitung muss zwischen der Reinigung in immmergierten und nicht immmergierten Systemen unterschieden werden. Die Unterscheidung erfolgt auf Grund der unterschiedlichen mechanischen Reinigungseffekte und der Anwesenheit einer Gasphase. Nach dem recherchierten Stand des Wissens ist der mechanische Reinigungseffekt im direkten Aufprallbereich des Flüssigkeitsstrahls in Abhängigkeit des Strahlzerfalls und der Strahlstruktur auf unterschiedliche Belastungen zurückzuführen. Entsprechend der Strahlcharakteristik zeigt sich eine inhomogene Belastungsverteilung. Es wird deshalb im Aufprallbereich eine örtliche Verteilung der Reinigungsrate erwartet. Industrielle bzw. industriennahe Reinigungsprozesse sind wegen der komplexen Wechselwirkungen aus zu reinigender Oberfläche, Verschmutzung und Reinigungsflüssigkeit theoretisch schwer zu beschreiben. Soll die Gültigkeit von theoretischen Ansätzen überprüft werden, muss deshalb ein möglichst einfaches System gewählt werden, das trotzdem die wesentlichen Einflussparameter enthält. Dem Fokus der Arbeit folgend muss bei der Umsetzung des Versuchsstands sichergestellt sein, dass die Reinigung durch direkten Aufprall des Flüssigkeitsstrahls, getrennt von möglichen Reinigungseffekten durch abfließende Reinigungsflüssigkeit, analysiert werden kann.

3 Untersuchungsmethoden für Reinigungsprozesse

3.1 Arten und Ziele von Reinigungsuntersuchungen

Je nach Art und Komplexität der zu testenden Bauteile oder Anlagen unterscheiden sich die Untersuchungsmethoden für Reinigungsprozesse und die Detektion der Restverschmutzung. Nach dem Untersuchungsziel lassen sich zwei Arten von Untersuchungsmethoden festlegen.

Reinigungstest

Reinigungstests werden zum Nachweis der Effektivität einer (CIP-)Reinigung verwendet. Sie sind deshalb abhängig von der Verschmutzung und Reinigungsmethode im konkreten industriellen Anwendungsfall. Die stichprobenartige Bestimmung der Restverschmutzung auf ausgewählten Anlagenoberflächen erfolgt beispielsweise durch Abstriche, Abklatschproben, Anfärben oder der ATP-Bestimmung [132]. Untersuchungen zur Genauigkeit und zu Anwendungsbeschränkungen dieser Methoden finden sich in WILDBRETT [132] und WHITEHEAD ET AL. [131]. Im Hinblick auf die Motivation der Arbeit sind Reinigungstests an industriellen Anlagen wegen der zu erwartenden Schwankungen von Untersuchungsparametern nicht zielführend. Die aufwendige Durchführung der dafür eingesetzten Methoden zur Bestimmung der Restverschmutzung erscheint für diese Arbeit ebenfalls ungeeignet.

Reinigbarkeitstests

Diese Tests dienen der Beurteilung der grundsätzlichen Reinigbarkeit von Systemen und es werden z.B. die hygienegerechte Konstruktion von Bauteilen oder Anlagen oder die Abhängigkeit des Reinigungsergebnisses von Systemparametern bewertet. Reinigbarkeitstests werden unabhängig von möglichen Verschmutzungen und Reinigungsprozeduren im späteren Anwendungsfall mit einer geeigneten Testverschmutzung sowie festgelegten Reinigungsprozedur durchgeführt.

Als Untergruppe der Reinigbarkeitstests können Sprüschattentests angesehen werden. Diese werden zur Überprüfung der Auslegung von entsprechenden Reinigungssystemen verwendet. Im Gegensatz zu den vorher genannten Reinigbarkeitstests sind die verwendeten Testverschmutzungen (z.B. Riboflavin oder Kieselgur) leicht zu entfernen. Es kann deshalb nur überprüft werden, ob die Reinigungsflüssigkeit alle relevanten Oberflächen einer Anlage benetzt. Mit diesen Tests können nicht alle Einflussgrößen in ausreichendem Maße analysiert werden.

Reinigbarkeitsuntersuchungen werden in drei Teilschritten durchgeführt:

1. Definierte Oberflächenverschmutzung,
2. Reinigung des verschmutzten Testobjekts,
3. Überwachung des Reinigungsverlaufs oder Bestimmung der Restverschmutzung.

Aufgrund der Vielzahl von Einflussgrößen in Reinigungsprozessen müssen alle Parameter, mit Ausnahme der zu untersuchenden Zielgröße, möglichst konstant gehalten werden. Die größte Herausforderung für aussagekräftige Untersuchungen ist die reproduzierbare Versuchsdurchführung. Entscheidend sind dabei das Aufbringen der Verschmutzung und deren messtechnische Erfassung. Reproduzierbare Reinigungsbedingungen werden an dieser Stelle vorausgesetzt.

3.2 Anforderungen an die Untersuchungsmethode

Für die Untersuchungsmethode muss als wesentliche Anforderung formuliert werden, den Einfluss aller relevanten Parameter des Reinigungssystems auf die Reinigbarkeit analysieren zu können.

3.2.1 Oberflächenverschmutzung

Verschmutzungsaufbringung

Die Art der Verschmutzungsaufbringung muss eine einfache, schnelle und reproduzierbare Applikation sowie ausreichende Haftung ermöglichen. SCHLÜSSLER [100] weist explizit darauf hin, dass die reproduzierbare Probenpräparation und Homogenität der Schicht notwendige Voraussetzungen für aussagekräftige Tests sind. Bei flächigen Verschmutzungen sollte ein gleichmäßiger Auftrag unterschiedlicher Verschmutzungen gewährleistet sein.

Verschmutzungsart

Für Reinigbarkeitstests werden reale Verschmutzungen und Modellverschmutzungen verwendet. GRABHOFF [39] stellt die Forderung nach einer möglichst industrienahen Verschmutzung. Durch die Verwendung von realen Verschmutzungen, wie z.B. Senf, Buttermilch, Kakao, Ketchup oder Brotteig, besteht ein guter Praxisbezug [47, 67, 101]. Naturprodukte können sich durch die schwankenden Eigenschaften und die teils komplexe Zusammensetzung aber nachteilig auf die Reproduzierbarkeit der Tests auswirken. Modellverschmutzungen bestehen dagegen meist aus Proteinen, Kohlenhydraten, Fetten oder Kalziumsulfat. Sie bilden die realen Verhältnisse hinreichend genau nach und können wegen ihrer bekannten Zusammensetzung reproduzierbar hergestellt werden [4, 66, 88, 96]. Von dem häufig in wissenschaftlichen Studien eingesetzten Stoffsystem Molkenprotein werden festhaftende Ablagerungen durch gezielte Denaturierung erzeugt [43]. Der Einsatz wird aber nicht in Erwägung gezogen, da die Forderung nach einem gleichmäßigen Schichtauftrag nicht hinreichend erfüllt werden kann. Des Weiteren verwendete BOBE [10] Polystyrolkugeln (\varnothing 1,16 μ m) als nicht lebensmittelbezogene Modellverschmutzungen. Zur Verwendung von mikroorganismen-basierten Testverschmutzungen sei auf die Literatur verwiesen [7, 49, 77, 135]. Im Rahmen dieser Arbeit wird von der Verwendung dieser Verschmutzungen abgesehen.

Modellverschmutzungen stellen einen guten Kompromiss zwischen Praxisbezug und den wissenschaftlichen Anforderungen an die Versuchsbedingungen dar. Die Verschmutzungen sollten preiswert, ungiftig, längere Zeit lagerbar und problemlos zu entsorgen sein.

3.2.2 Überwachung des Reinigungsverlaufs

Zeitaufgelöste Bestimmung der Restverschmutzung

Die Möglichkeit zur zeitlichen Auflösung der Restverschmutzung und damit des Reinigungsverlaufs ist für aussagekräftige Ergebnisse entscheidend. Mit der Möglichkeit zur zeitlich aufgelösten Überwachung bis zum Ende des Reinigungsprozesses können alle Effekte in die Analyse einbezogen und der Reinigungsprozess genau beschrieben werden. Die zeitaufgelöste Überwachung ist im Allgemeinen gleichbedeutend mit einem höheren messtechnischen und analytischen Aufwand. Im Gegensatz dazu stehen Methoden, mit denen die Probe nur einmal zu einem bestimmten Zeitpunkt untersucht werden kann (z.B. Wiegen, Abstriche). Der größte Informationsgehalt ist bei der zeitaufgelösten Überwachung gegeben und sollte deshalb angestrebt werden.

Direkte und indirekte Methoden zur Bestimmung der Restverschmutzung

Bei direkten Methoden wird die Verschmutzung direkt auf dem zu reinigenden Objekt detektiert. Indirekte Methoden sind z.B. das Ablösen, Abwischen der Restverschmutzung mit nachfolgender Analyse oder die Spülwasseranalyse [74]. Wenn bei indirekten Methoden keine Restverschmutzung detektiert wird, kann es aber nicht als sicher gelten, dass das untersuchte System wirklich sauber ist.

Nach LECLERCQ-PERLAT UND LALANDE [64] sind direkte Methoden zur objektiven Bestimmung des Reinigungsverhaltens indirekten Methoden vorzuziehen.

Ortsaufgelöste Bestimmung der Restverschmutzung

Die Möglichkeit zur ortsaufgelösten Bestimmung der Restverschmutzung bietet nach SCHÖLER ET AL. [108] und MULUGETA [84] gute Voraussetzungen für aussagekräftige Untersuchungen, da die lokale Auflösung der Reinigungskennwerte Rückschlüsse auf den Reinigungsprozess und die Systemoptimierung ermöglichen. Insbesondere bieten diese Methoden auch prinzipiell die Möglichkeit zur Überwachung von dreidimensionalen Objekten. Integrale Methoden (z.B. Spülwasseruntersuchungen), die Bereiche überwachen, aber keinen Ortsbezug enthalten, und Methoden, die nur einen bestimmten Punkt (Auszählen, Wiegen) überwachen, bieten diese Möglichkeit nicht [44].

3.3 Reinigbarkeitstests für nicht immmergierte Systeme

3.3.1 Systematische Übersicht

Eine Übersicht der wesentlichen Arbeiten ist in Tabelle 3-1 zusammengefasst. Die Tabelle enthält zudem eine Beurteilung der für die Erfassung der Restverschmutzung verwendeten Methoden auf Grundlage der im vorherigen Abschnitt diskutierten Kriterien.

Tabelle 3-1: Übersicht von Reinigbarkeitstests für nicht immmergierte Systeme

Veröffentlichung	Bestimmung der Restverschmutzung			Messung
	zeitaufgelöst	ortsaufgelöst	direkt	
LINDERER UND WILDBRETT [66]				
LANG ET AL. [63]	nein	nein	nein	integral, photometrisch
RIETZ ET AL. [93]				
KRÜGER [60]	nein	nein	nein	photometrisch
KRÜGER [60]	nein	nein	ja	integral, verschiedene
SCOTT ET AL. [109-111]	nein	nein	ja	integral, wiegen
MERKBLATT RIBOFLAVINTEST [79]	nein	ja	ja	optisch, subjektiv
BUCHWALD [16]	nein	ja	ja	optisch, subjektiv
KOLD UND Løgstrup Skräe [55]	nein	ja	ja	optisch +UV, subjektiv
SCHLÜSSLER [101]	nein	ja	ja	optisch, subjektiv, Benetzungstest
SCHMIDT [104]	nein	ja	ja	optisch, subjektiv
SCHMIDT UND CREMLING [105]	nein	ja	ja	optisch, subjektiv
MULUGETA [84]	nein	ja	ja	Laserscanner

Indirekte und nicht ortsaufgelöste Methoden zur Bestimmung der Restverschmutzung

Von LINDERER UND WILDBRETT [66], LANG ET AL. [63] und RIETZ ET AL. [93] werden für eine standardisierte Prüfmethode zur Bewertung der Wirksamkeit von Geschirrspülmaschinen und Reinigungsmitteln Stärkeverschmutzungen verwendet, die im nativen oder verkleisterten Zustand auf Glasplatten aufgetragen werden. Hierzu wird eine Abzugsvorrichtung mit austauschbaren Rakeln über die Glasplatten gezogen. Die Schichtdicke der Stärkeverschmutzung wird durch den in das Rakel eingeschlifenen Arbeitsspalt eingestellt. Nach dem Reinigungsprozess in einer Haushaltsgeschirrspülmaschine werden die Stärkerückstände auf den Glasplatten in einem Ultraschallbad mit Natronlauge abgelöst. Anschließend wird der Stärkegehalt photometrisch in 0,05%iger Anthron-Schwefelsäurelösung bestimmt. Die Photometrie ist die Anwendung der Adsorptionsspektrometrie, bei der die Proben in Lösung vorliegen. Mit dieser Methode wird die Lichtschwächung gemessen, die entsteht, wenn Messlicht durch eine Probe strahlt [90].

Die beschriebene Variante des Verschmutzungsauftrags ist reproduzierbar und die technische Umsetzung erscheint einfach. Nachteilig bei dieser Methode ist jedoch, dass der Reinigungserfolg nur nach vollständig beendetem Vorgang beurteilt werden kann und auf indirekte Weise erfolgt. Eine Beurteilung des Reinigungsfortschritts oder die Überwachung des Reinigungsprozesses ist in der vorliegenden Form nicht möglich.

In KRÜGER [60] werden photometrische Untersuchungen zum quantitativen Nachweis der Restverschmutzung bei Validierungsprozessen zur maschinellen Reinigung und Desinfektion von Medizinprodukten empfohlen.

Direkte und nicht ortsaufgelöste Methoden zur Bestimmung der Restverschmutzung

Bei der Validierung von maschinellen Reinigungs- und Desinfektionsprozessen für Medizinprodukte werden auf europäischer Ebene verschiedene Testverschmutzungen verwendet, wie z.B. defibriertes Schafsblut, Eigelb oder Kartoffelbrei [60]. Die Bestimmung der Restverschmutzung sollte der Empfehlung nach vorwiegend durch quantitative Methoden, wie dem Auswiegen oder die Bestimmung von radioaktiv markiertem Blut (Radionuklid-Methode), erfolgen. In deutschen Ringtests diente heparinisiertes Blut + Protaminsulfat als Testverschmutzung und die Restverschmutzung wurde integral und indirekt bestimmt. Dabei wurden voneinander abweichende Ergebnisse erzielt. Die Ursachen liegen unter anderem in den schwankenden Eigenschaften der verwendeten Testverschmutzungen und dem ungleichmäßigen Verschmutzungsauftrag. Die Radionuklid-Methode ist für die angestrebten Untersuchungen zu aufwändig. Bei den weiteren Methoden ist die orts- und zeitaufgelöste Überwachung der Reinigung nicht möglich.

SCOTT ET AL. [109-111] untersuchen das Reinigungsverhalten von Spritzreinigungsprozessen anhand von Testblechen mit Casein-Verschmutzung. Das Casein wird in drei Schichten mit einem Roller manuell aufgetragen und getrocknet. Anschließend erfolgt eine definierte Reinigung. Zur Bewertung der Reinigung wird der Quotient aus Masse von entfernter Verschmutzung zur Masse der aufgetragenen Verschmutzung genutzt.

Direkte und ortsaufgelöste Methoden zur Bestimmung der Restverschmutzung

Der Verband Deutscher Maschinen und Anlagenbau (VDMA) beschreibt im Merkblatt Riboflavintest [79] einen Benetzungstest für nicht immmergierte Systeme, mit einer Riboflavinlösung als Modellverschmutzung. Diese wird auf die Maschinenoberfläche gesprüht und getrocknet. Nach der anschließenden Reinigung erfolgt anhand der leuchtenden Riboflavinrückstände die subjektive Überprüfung, ob die Reinigungsflüssigkeit alle zu reinigenden Oberflächen erreicht hat. Voruntersuchungen mit den empfohlenen Riboflavinrezepturen und Uranin als vergleichbaren Markierungsstoff zeigten, dass Aussagen zur Reinigungswirkung nur unzureichend getroffen werden können, da die Stoffe durch einen Wasserstrahl sehr leicht zu entfernen sind.

BUCHWALD [16] gebrauchte zur Untersuchung der Einflüsse bei Tankreinigungen eine fetthaltige Milchpulverpaste, die auf Testbleche aufgetragen wird. Diese werden mit einer Spritzeinrichtung gereinigt und der Reinigungseffekt optisch kontrolliert. Die Spritzvorrichtung ist gut beschrieben, es fehlen aber insgesamt genauere Beschreibungen zum Vorgehen.

Im Gegensatz dazu benutzen KOLD UND Løgstrup Skrä [55] als Verschmutzung eine Kombination aus Sauermilch mit Uranin als Kontrastmittel. Die Modellverschmutzung wird auf die Testoberflächen mittels Pinsel aufgetragen, getrocknet und anschließend gereinigt. Durch den Trocknungsprozess entsteht eine fest haftende Verschmutzung, welche die mild eingestellte Spritzreinigung nicht vollständig entfernt. Die fluoreszierende Restverschmutzung wird optisch unter Verwendung von ultravioletter (UV) Strahlung auf subjektive Weise bewertet. Als problematisch sehen KOLD UND Løgstrup Skrä die Verwendung von Sauermilch, da die Zusammensetzung des Naturprodukts nicht vollständig reproduzierbar ist und die Alterung des Produkts bis zum Einsatz als Verschmutzung nicht bekannt ist. Dadurch ergeben sich größere Schwankungen in den Ergebnissen der Reinigbarkeitstests. Zudem betrachten sie die subjektive Bewertung der Ergebnisse kritisch.

SCHLÜSSLER [101] setzt Buttermilch, Kakao, Kondens- und Trinkmilch als Testverschmutzung ein, welche in bestimmten Mengen mittels Pipette auf die Testbleche aufgebracht und mit einem Drahtbügel gleichmäßig verteilt werden. Die Eigenschaftsschwankungen der handelsüblichen Produkte machen die Überprüfung der Brauchbarkeit einer Serie von Testblechen durch Probemessungen notwendig. Die Reinigung erfolgt mittels einer Apparatur, welche die Proben durch Heben und Senken in die Rei-

nigungslösung eintaucht. Das vollständige Entfernen der Verschmutzung wird optisch und zusätzlich subjektiv durch Wasserbenetzung bestimmt. SCHLÜSSLER verweist auf die Unsicherheiten der Methode. Insgesamt ist das Vorgehen für diese Arbeit ungeeignet.

MULUGETA [84] verwendet in seiner Arbeit zur Niederdruckstrahlwäsche von Gemüse für die Charakterisierung der Aufprallwirkung von Wasserstrahlen Testkörper (30 x 10 x 20 cm bzw. 30 x 25 x 20 cm) aus einer festen Sand-Bindemittel-Mischung. Diese erfahren durch die Wasserstrahlbelastung einen definierten Materialabtrag. Zur Bewertung der Abtragseffektivität von Wasserstrahlen bei verschiedenen Betriebsparametern werden die Abtragstiefe und die Abtragsfläche mittels Laserscanner bestimmt. Die Methode zeigt eine gute örtliche, aber keine zeitliche Auflösung. Die örtliche Auflösung erfolgt auf objektive Weise und die Daten können nachfolgend weiterverarbeitet werden. Nachteilig ist, dass die Methode keine lebensmitteltypische Verschmutzung verwendet und auf die Art des beschriebenen Testkörpers beschränkt zu sein scheint. Mit dieser Methode kann der Einfluss der Verschmutzungseigenschaften und der Eigenschaften des Reinigungsguts auf die Reinigbarkeit nicht untersucht werden (Abbildung 2-6, Seite 17).

In Untersuchungen zum Einfluss von Verfahrensparametern der Hochdruckreinigung setzt SCHMIDT [104] Verschmutzungen aus Schweine- und Rinderfett, Fleischsaft, Fleischbrei und Blut ein. Die Verschmutzungen werden in definierten Mengen manuell auf die Testbleche aufgetragen. Als Kennwerte zur Charakterisierung der Einflüsse dienen die Reinigungsgeschwindigkeit nach SCHLÜSSLER [101] und der Wasserverbrauch bis zur subjektiv festgelegten Sauberkeit der Testbleche. In weiteren Untersuchungen werden von SCHMIDT UND CREMLING [105] die oben genannten Verschmutzungen in Kombination mit Mikroorganismen benutzt.

3.3.2 Diskussion

Aus den in der Literatur beschriebenen Methoden zur Untersuchung von Reinigungsprozessen in nicht immersierten Systemen konnte keine ermittelt werden, die den Anforderungen nach einer direkten, zeit- und orts aufgelösten Bestimmung der Restverschmutzung vollständig entspricht. Für aussagekräftige Reinigbarkeitsuntersuchungen erscheint aber die Kombination der drei Anforderungen in einem Reinigbarkeitstest notwendig. Aufgrund der inhomogenen Verteilung der Strahlkennwerte ist eine orts aufgelöste Analyse vorteilhaft. Durch sie kann auch eine größere Vielfalt von Testobjekten untersucht werden, jedoch bedarf sie direkter Methoden. Außerdem kann der maximale Informationsgehalt nur durch eine zeitaufgelöste Bestimmung gewonnen werden.

Für die Durchführung der Reinigungsuntersuchungen wurden dagegen hilfreiche Ausführungen gefunden. Der durch LINDERER UND WILDBRETT, LANG ET AL. und RIETZ ET AL. [63, 66, 93] verfolgte Ansatz

zum Verschmutzungsauftrag erscheint praktikabel. SCOTT [109-111] beschreibt in seinen Ausführungen ausführlich das Vorgehen zur Systemauslegung und Verschmutzungsauswahl.

Aufgrund der komplexen Wirkmechanismen bei der Reinigung sollte eine Modellverschmutzung ausgewählt werden, deren Reinigungsverhalten gut beschrieben ist, die im Technikumsmaßstab mit vertretbarem Aufwand simuliert werden kann und auch möglichst industrienah ist. Entsprechend dieser Anforderungen bieten Modellverschmutzungen auf Stärkebasis einen guten Ansatz. Reproduzierbares Arbeiten wäre möglich und ihr Reinigungsverhalten wird zudem in der Literatur umfangreich diskutiert, was ihre wirtschaftliche Bedeutung in der Lebensmittelindustrie zusätzlich unterstreicht. Diese Modellverschmutzung ist dem Typ 3 nach FRYER UND ASTERIADOU [32] zuzuordnen.

Bei den meisten recherchierten direkten und orts aufgelösten Methoden erfolgt eine optische Beurteilung der Restverschmutzung durch subjektive Inaugenscheinnahme der Proben. Das ist jedoch für diese Arbeit kein zielführender Ansatz und die Verwendung der objektiven Methode nach MULUGETA ist auf Grund der genannten Einschränkungen nicht angedacht. Die Automatisierung und objektive Analyse der Proben durch geeignete optische Methoden stellt dagegen eine Weiterentwicklung des grundlegenden Ansatzes dar, mit dem die Anforderungen aus Kapitel 3.2.2, Seite 27 erfüllt werden können.

3.4 Optische Methoden zur Bestimmung von Restverschmutzungen

3.4.1 Eingrenzung

Analysen zur grundlegenden Eignung von Labormessmethoden für die Detektion von Lebensmittelbestandteilen auf Oberflächen sowie Untersuchungen zu weiteren industriell eingesetzten Methoden wurden von WHITEHEAD ET AL. [131] und VERRAN ET AL. [123] durchgeführt. Aus der großen Anzahl von verfügbaren Methoden, wie z. B. Photometrie, Infrarotspektrometrie, Fluoreszenzmikroskopie, Ellipsometrie, konfokaler Laser Scanning Mikroskopie oder ATP-Biolumineszenz, wird insbesondere das Potential der Beleuchtung von Oberflächen mit UV-Strahlung für die Detektion von Lebensmittelbestandteilen hervorgehoben. Ein wesentlicher Vorteil dieses Ansatzes ist, dass nicht nur stichprobenartig, sondern kontinuierlich und direkt gemessen werden kann. Die Anwendung ist zudem vergleichsweise einfach, preiswert und reproduzierbar. Auf das Anwendungspotential wirkt sich weiterhin positiv aus, dass eine große Anzahl von organischen Kontaminationen und Lebensmittelbestandteilen im Vergleich zu anderen Methoden auch bei niedrigen Konzentrationen mit relativ geringem technischen Aufwand erfasst werden. Durch die Beleuchtung von präparierten Oberflächen mit UV-Strahlung konnten WHITEHEAD ET AL. [131] z.B. Fleisch, Käse, Fischprotein und Kasein mit einer Digitalkamera erfassen. In [19] wurden z.B. Fleischsaft, Albumin und Schleim mit hoher Emp-

findlichkeit nachgewiesen. Ähnlich wie bei der Fluoreszenzmikroskopie werden bei der Beleuchtung mit UV-Strahlung die Fluoreszenzeigenschaften von Stoffen für die Detektion ausgenutzt.

3.4.2 Fluoreszenz

Durch die Adsorption von elektromagnetischer Strahlung im ultravioletten oder sichtbaren Wellenlängenbereich werden Moleküle in einen energiereichen Zustand überführt [69]. Sie verbleiben in diesem angeregten Zustand im Allgemeinen nur kurze Zeit und kehren in den Grundzustand zurück. Die Anregungsenergie wird wieder abgegeben in Form von i) Lumineszenz und bzw. oder ii) strahlungslos an benachbarte Moleküle. Unter Lumineszenz wird das optische Strahlen von Materialien verstanden, die nicht durch Erwärmung angeregt wurden. Bei der Anregung durch Licht wird von Photolumineszenz gesprochen. Im Bereich der Photolumineszenz wird zwischen Fluoreszenz und Phosphoreszenz nach dem Verhalten des Leuchtens zur Anregung unterschieden. Für die Fluoreszenz ist charakteristisch, dass innerhalb von 1 ns nach Anregungsbeginn die absorbierte Energie wieder in Form von ungerichteter Strahlung abgegeben wird. Bei der Phosphoreszenz ist die Zeit zwischen Anregung und Emission > 1 ms und die Strahlung wird noch längere Zeit (Sekunden bis Stunden) nach dem Abbruch der Anregung abgegeben [106]. Neben diskreten Elektronenniveaus, zwischen denen durch Strahlungsabsorption und Fluoreszenzemission ein Übergang stattfinden kann, sind auch Übergänge zwischen diskreten Schwingungszuständen und Rotationsenergiezuständen möglich. Die dafür aufgewendete Energie steht für Fluoreszenzemission nicht zur Verfügung [90]. Aus diesem Grund ist die emittierte Strahlung energieärmer und langwelliger als die anregende (*Stocksche Regel*). Als *Stockes-Verschiebung* wird die Wellenlängendifferenz bei maximaler Signalhöhe zwischen Anregung und Fluoreszenzemission bezeichnet (Abbildung 3-1). Da bei elektronischen Übergängen die Vibrationsniveaus in umgekehrter Reihenfolge erreicht werden, zeigen die Absorptions- und Emissionsspektren einen angenäherten Spiegelcharakter. Fluorophore unterscheiden sich sowohl durch ihre Anregungs- als auch durch ihre Fluoreszenzemissionswellenlängen, was eine hohe Spezifität bei Fluoreszenzuntersuchungen ergibt.

Die Fluoreszenzintensität ist ein Maß für die Anzahl der emittierten Photonen pro Zeiteinheit. Sie wird u.a. durch die Konzentration des fluoreszierenden Stoffs, die Fluoreszenzquantenausbeute und die Anregungsintensität bestimmt. In verdünnter Lösung ist sie linear von der Konzentration des Fluorophors abhängig [69]. Die Fluoreszenz wird in relativen Fluoreszenzintensitäten angegeben, da ein absolutes Intensitätsmaß fehlt [106]. Das Ausmaß der emittierten Strahlung kann durch die Quantenausbeute Φ_F (Gleichung 18) beschrieben werden, die durch das Verhältnis der emittierten I_F zur Zahl der absorbierten Photonen I_A definiert ist [106].

$$\Phi_F = \frac{I_F}{I_A}$$

Gleichung 18

Bei konstanter Stoffmenge und geringer Konzentration besteht ein linearer Zusammenhang zwischen der eingebrachten Energiemenge und der ausgesendeten Strahlung [106]. Die Maximalkonzentration, welche die Linearität begrenzt, ist charakteristisch für jedes Fluorophor. Bei höheren Konzentrationen müssen Näherungen mit quadratischen oder kubischen Termen angenommen werden.

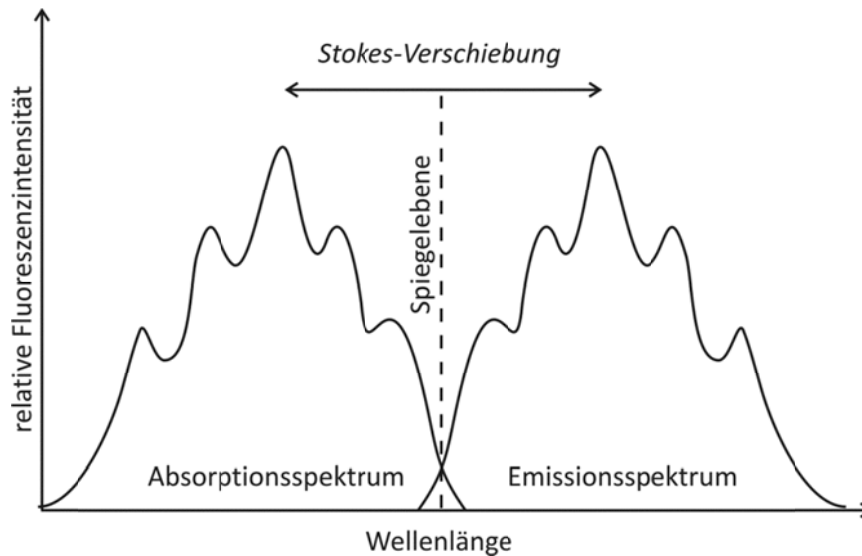


Abbildung 3-1: Idealisiertes Absorptions- und Emissionsspektrum

Fluoreszierende organische Stoffe und Fluoreszenzfarbstoffe

Die Eigenschaft des Fluoreszierens ist häufig bei kondensierten aromatischen Verbindungen festzustellen, die elektronisch leicht anzuregende π -Elektronen aufweisen [69]. Eine Vielzahl von Lebensmitteln, wie z.B. Möhren, Tomaten, Rinderleber, Hühnereier, Bier, Milch, Erdnüsse und Sojabohnen besitzen diese Eigenschaft. Die charakteristischen Anregungs- und Emissionsmaxima können beispielsweise in [2, 61, 112, 119] nachgelesen werden.

Zur optischen Detektion von nicht fluoreszierenden Stoffen können diese mit einem fluoreszierenden Farbstoff gemischt werden. Riboflavin wird zu diesem Zweck unter anderem in Sprühschattentests verwendet [79]. In der Wassermarkierung werden vorwiegend fluoreszierende, organische Farbstoffe aus den folgenden Gruppen eingesetzt [52]:

1. Xanthenfarbstoffe (grün bis rot fluoreszierend): Uranin, Eosin, Rhodamin
2. Andere Fluoreszenzfarbstoffe (blau bis grün): Pyranin, Natriumnaphthionat
3. Optische Aufheller (blau fluoreszierend).

Als besonders geeignet hat sich das wasserlösliche Uranin (C.I. 45350) erwiesen. Uranin bildet bei der Auskristallisation dunkelrote Kristalle, die nicht fluoreszieren. Auch höher konzentrierte Uraninlösun-

gen sind dunkelrot und fluoreszieren nicht (Abbildung 3-2). Erst bei ausreichender Verdünnung in Wasser findet eine Dissoziation in Natriumkationen und Uraninanionen statt. Nur das Uraninanion fluoresziert und ist von den bekannten Stoffen dasjenige mit der höchsten Quantenausbeute (Gleichung 18). Das Hauptabsorptionsmaximum liegt nach KÄSS [52] bei 491 nm und das Nebenmaximum bei 322 nm. Das Emissionsmaximum wird bei 512 nm angegeben. Insgesamt ist die Absorption in einem sehr großen Wellenlängenbereich vorhanden. Die Fluoreszenzintensität ist stark vom pH-Wert der Lösung abhängig. Das Maximum liegt im alkalischen Bereich (Abbildung 3-3).

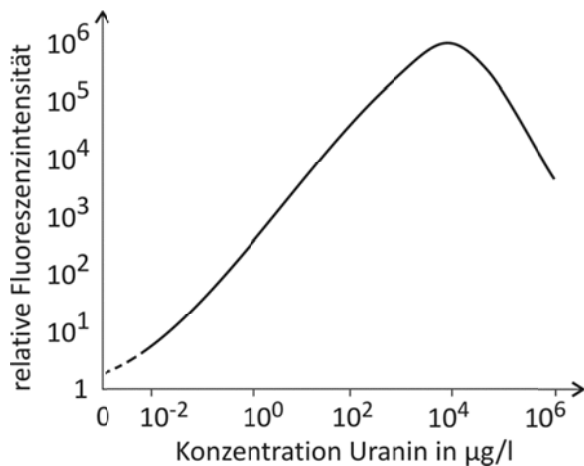


Abbildung 3-2: Konzentrationsabhängige Fluoreszenzintensität von Uranin, nach [52]

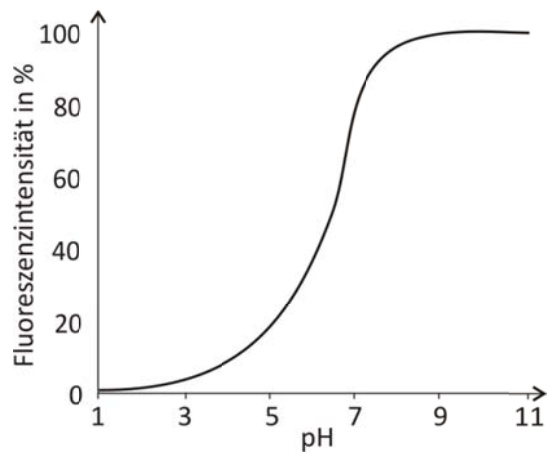


Abbildung 3-3: Fluoreszenzintensität von Uranin in Abhängigkeit des pH-Werts, nach [52]

3.4.3 Ansatz zur zeitaufgelösten Bestimmung der Restverschmutzung

Bei Reinigbarkeitsuntersuchungen in immmergierten Systemen werden zeitaufgelöste optische Methoden von SCHÖLER ET AL. [108], GRABHOFF [39], DÜRR UND GRABHOFF [27] sowie von ASTERIADOU ET AL. [3] eingesetzt. Allen Methoden gemein ist die Verwendung einer Testverschmutzung, welche einen guten Kontrast zur Festkörperoberfläche besitzt, einer (Digital)Kamera oder Videokamera sowie einer Methode zur Bildanalyse. Bei GRABHOFF [39] wird die zu reinigende Oberfläche in diskreten Zeitabständen fotografiert. Zur Verbesserung der optischen Auswertung wird ein starkes Blitzlicht verwendet, das von den gereinigten und metallisch blanken Bereichen der Testoberfläche reflektiert wird. Für die Bestimmung des Reinigungsverlaufs wird der Anteil der verschmutzten Fläche auf jedem Foto analysiert. Der Ansatz von GRABHOFF wird von SCHÖLER ET AL. [108] aufgegriffen und in wesentlichen Teilen an die abweichenden Randbedingungen der Aufgabenstellung angepasst. So werden auf Grund des Versuchsaufbaus und der Verwendung von Plexiglasbauteilen phosphoreszierende Zinksulfit-Kristalle (mittlere Korngröße: 20 µm) als Kontrastmittel in einer Stärkeverschmutzung verwendet. Mit einer softwaretechnischen Bildauswertung wird aus der Phosphoreszenzintensität, zeitlich und örtlich aufgelöst, die Restverschmutzung bestimmt.

3.5 Diskussion

Die Ansätze von GRABHOFF, SCHÖLER ET AL. und WHITEHEAD ET AL. [39, 108, 131] sind als Basis für eine Methodenanpassung an die Erfordernisse von Reinigbarkeitsuntersuchungen in nicht immmergierten Systemen geeignet. Weiterhin können aus den Ausführungen von LINDERER UND WILDBRETT, LANG ET AL. und RIETZ ET AL. [63, 66, 93] sowie SCOTT [109-111] Lösungsansätze für Teilproblemstellungen entnommen werden. Die Durchführung des Reinigbarkeitstests nach GRABHOFF [39] ist als Grundidee geeignet. Allerdings wird der Aufwand für die manuelle Versuchsauswertung als zu groß und zu fehlerbehaftet eingeschätzt. Des Weiteren ist fraglich, ob die Ergebnisse einer flächenmäßigen Auswertung der Restverschmutzung dem realen Reinigungsverlauf gerecht werden. Die genannten Unzulänglichkeiten werden von SCHÖLER ET AL. [108] durch den Einsatz der Digitalfotografie und einer automatisierten Bildverarbeitung umgangen. Die Methode stellt mit der Verwendung von Zinksulfit-Kristallen als Markierungsstoff einen auf das immmergierte System optimierten Ansatz dar. Für die Weiterentwicklung der Methode im Bereich der nicht immmergierten Systeme setzt die Verwendung der Kristalle aber Schranken hinsichtlich der Systemtauglichkeit und der Analysierbarkeit aller Einflussparameter. Im Ergebnis der Recherche erscheint es praktikabel, Modellverschmutzungen auf technischen Oberflächen anhand ihrer Fluoreszenzen optisch zu erfassen. Über den Zusammenhang von Fluoreszenzintensität und Konzentration bzw. Masse kann ein Ansatz abgeleitet werden, der den Übergang von einer rein flächenmäßigen Bildauswertung zu einer massenbezogenen Auswertung der Restverschmutzung ermöglicht. Ob die sorgfältig dokumentierte Modellverschmutzung nach LINDERER UND WILDBRETT [66] für die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit geeignet ist, muss in Voruntersuchungen festgestellt werden. Insbesondere ergibt sich ein Zielkonflikt bei den optischen Eigenschaften. Da Stärke nicht fluoresziert, kommt für die Umsetzung des Konzepts nur eine Mischung mit fluoreszierenden Markierungsstoffen, wie z.B. Riboflavin und Uranin, in Frage.

Da die Ausführungen von WHITEHEAD ET AL. [131] grundlegender Natur sind und keine Reinigungsuntersuchungen umfassen, bleibt zunächst offen, ob und wie die Bildinformationen zur Auswertung der Untersuchungen genutzt werden können. Für Untersuchungen auf Basis von Fluoreszenzanalysen ist zu evaluieren, ob ein Zusammenhang zwischen dem noch zu ermittelnden Kennwert eines Digitalfotos und der Restverschmutzung besteht. Es ist zu klären, ob die Fluoreszenzintensitäten von Modellverschmutzungen ausreichend sind, um zeitaufgelöste Analysen in Reinigbarkeitsuntersuchungen zu realisieren und welcher Aufwand für die Versuchstechnik besteht. Weiterhin sind die Detektionsgrenzen für die optische Erfassung unklar. Der Einfluss von Reinigungsmitteln auf die Fluoreszenzintensität steht ebenso noch zur Diskussion wie mögliche Querbeeinflussungen durch die zu reinigenden Testobjekte.

4 Zielsetzung der Arbeit und Vorgehen

Aus dem Stand der Technik zur Reinigung in der Lebensmittelverarbeitung kann die Vermutung abgeleitet werden, dass die Auslegung von Reinigungsprozessen vielfach auf Erfahrungswissen basiert. Die komplexen Wechselwirkungen zwischen zu reinigender Oberfläche mit heterogenen Verschmutzungen und Reinigungsflüssigkeit entziehen Reinigungsprozesse bis jetzt weitestgehend einer theoretischen Beschreibung. Die Sicherstellung eines im Sinne der Hygieneanforderungen hinreichenden Reinigungsergebnisses erfolgt meist durch die Überdimensionierung des Reinigungsprozesses. Das gilt für Reinigungsprozesse im immmergierten System wie auch im nicht immmergierten System. Insbesondere zur Reinigung in nicht immmergierten Systemen der Lebensmittelverarbeitung und deren Wirkmechanismen sind wenige wissenschaftliche Arbeiten bekannt und keine zufriedenstellenden Lösungen zur genauen Analyse dieser Systeme. Die Arbeiten sind überwiegend älteren Datums, weshalb jüngere technische und wissenschaftliche Entwicklungen im Zusammenhang mit durchgehender Datenverarbeitung sowie leistungsfähigen Analysesystemen nicht berücksichtigt sind. Die Bewertung der Ergebnisse in den recherchierten Untersuchungen geschieht meist subjektiv oder die zeitliche Auflösung des Reinigungsprozesses erfolgt nicht, weshalb vermutet werden kann, dass wesentliche Informationen zur Charakterisierung und Optimierung der Reinigungsprozesse fehlen. Eine größere Anzahl von Arbeiten bezieht sich auf die Entfernung von technischen oder landwirtschaftlichen Belägen. Die Übertragbarkeit dieser Ergebnisse muss kritisch betrachtet werden. Davon ausgehend wird die wissenschaftliche Durchdringung von Reinigungsprozessen und der Wechselwirkungen von Verschmutzung, Reinigungsmedium und Reinigungsgut in nicht immmergierten Systemen als unvollständig betrachtet. Der geringe Stand von gesichertem Wissen lässt bisher ungenutzte Möglichkeiten hinsichtlich bedarfsgerechter, effizienter sowie sicherer Reinigungsprozesse vermuten.

Daher wird die Hypothese aufgestellt, dass die Verbesserung der messtechnischen Erfassung des Reinigungsverlaufs einen Beitrag zur sicheren Auslegung von nicht immmergierten Reinigungsprozessen liefern kann. Hauptziel der vorliegenden Arbeit ist es, mit einer neuartigen Untersuchungsmethode Voraussetzungen zur Analyse von Reinigungsprozessen in nicht immmergierten Systemen zu erarbeiten. Im Mittelpunkt der Arbeit stehen Reinigungsprozesse, die durch den direkten Aufprall eines Flüssigkeitsstrahls auf einer ebenen Oberfläche gekennzeichnet sind.

Es wird weiterhin davon ausgegangen, dass die orts- und zeitaufgelöste sowie direkte Bestimmung des Reinigungsverhaltens den entscheidenden Schritt zur genauen Untersuchung von Reinigungsprozessen in nicht immmergierten Systemen darstellt. Anhand der optischen Analyse der Fluoreszenzmissionen von Modellverschmutzungen mittels Digitalfotografie wird die Möglichkeit zur orts- und zeitaufgelösten sowie direkten Bestimmung des Reinigungsverhaltens erwartet.

Die Charakterisierung des Reinigungsverhaltens und die Bewertung der Einflüsse von prozessrelevanten Größen auf den Reinigungsprozess sind nur durch aussagekräftige Kenngrößen möglich. Als Teilziel der Arbeit ergibt sich deshalb die Ableitung von Kenngrößen.

Für die Durchführung der Arbeit ist ein entsprechend ausgerüsteter Spritzreinigungsversuchsstand (SRVST) notwendig, der im Vorfeld der Arbeit nicht verfügbar ist. Als weiteres Teilziel leitet sich die Entwicklung eines SRVST zur wissenschaftlichen Versuchsdurchführung ab. Mit dem Versuchsstand muss es möglich sein, die wesentlichen Einflussgrößen des Reinigungsprozesses in ausreichender Breite zu variieren.

Eine wesentliche Voraussetzung für aussagekräftige Untersuchungen ist das reproduzierbare und homogene Auftragen einer Modellverschmutzung auf Oberflächen. Im Rahmen der Arbeit soll dies mit einer Rakelvorrichtung realisiert werden, bei der die Arbeitsspalthöhe die aufgetragene Verschmutzungsmenge variiert.

Die Validierung der Untersuchungsmethode hinsichtlich der Möglichkeit zur Analyse von funktionalen Zusammenhängen in Reinigungsprozessen sowie der orts- und zeitaufgelösten Erfassung erfolgt anhand von Reinigbarkeitsuntersuchungen und der physikalisch / chemischen Ergebnisinterpretation.

Den ingenieurtechnischen Schwerpunkt der Arbeit bilden die Konzeption der Untersuchungsmethode und die Durchführung der Versuche. Der wissenschaftliche Anspruch liegt bei der Auswertung der Erkenntnisse bzw. Ergebnisse, deren kritischer Interpretation sowie der Einordnung in den Stand der Technik.

5 Entwicklung der Untersuchungsmethode

5.1 Auswahl des Testsystems

5.1.1 Modellverschmutzung

Aufgrund der breiten Nutzung von Stärke in der Lebensmittelherstellung und der Bildung von hartnäckigen Verschmutzungen wird eine stärkebasierte Modellverschmutzung ausgewählt [117, 121]. Weiterhin werden von dieser Modellverschmutzung die in Kapitel 3.2, Seite 26 zusammengefassten Anforderungen erfüllt und aus SCHÖLER [107] ist zu entnehmen, dass sich die Tendenz der Stärke zum schichtweisen Abtrag (Kohäsionsversagen) positiv auf die optische Erfassung des Reinigungsverlaufs auswirkt. Mit der Vielzahl von nativen und modifizierten Stärken besteht die Möglichkeit, eine auf die Reinigungsintensität abgestimmte Stärkeart auszuwählen und so eine geeignete Reinigungszeit zur Auflösung der Reinigungseffekte zu erzielen.

Die Voraussetzungen für den definierten und homogenen Auftrag von verkleisterten Stärkeschichten werden durch LINDERER UND WILDBRETT [66] beschrieben. Es wird aber auch deutlich, dass die thermische Verkleisterung ein kritischer Vorgang ist, der nur durch eine genaue Temperatur- und Zeitführung beherrschbar ist. Nachteilig auf die Reproduzierbarkeit wirkt sich die Retrogradation der meisten Stärkearten aus, die aber durch eine geeignete Temperaturführung bis zum Stärkeauftrag oder durch die Auswahl einer Stärke ohne Retrogradationsneigung vermieden werden kann.

Bei der Auswahl eines geeigneten Fluoreszenzfarbstoffs für die Herstellung einer fluoreszierenden Stärkeverschmutzung stand die Forderung nach einer guten Mischbarkeit und hohen Fluoreszenzintensität im Vordergrund. Nach der Prüfung verschiedener Alternativen wie Uranin, Riboflavin, Rhodamin und Acridinorange wurde Uranin (AP C.I. 45350) ausgewählt. Ausgehend von Empfehlungen in KOLD UND Løgstrup Skräe [55] wurde in iterativen Untersuchungen die Uraninkonzentration zu 0,012 % bestimmt. Die untersuchten Konzentrationen lagen zwischen 0,003 und 0,018 %.

5.1.2 Reinigungsmedium

Stärkeverschmutzungen werden bevorzugt mit basischen Reinigungsmitteln entfernt (siehe Kapitel 2.2.3, Seite 7). Die Verwendung einer komplexen Reinigungsflüssigkeit mit mehreren Reinigungsmittelkomponenten ist nicht im Sinne der Aufgabenstellung. Entsprechend gängiger Literaturempfehlungen wird deshalb Natriumhydroxid (NaOH) mit einer Konzentration von 0,5 Masseprozent ausgewählt [132]. Die Temperatur der Reinigungsflüssigkeit wird auf 23 °C eingestellt, da höhere Temperaturen zur Verkürzung der Reinigungszeit führen würden und eventuell die Wirkung von anderen Effekten maskieren.

5.1.3 Probenmaterial

In der industriellen Lebensmittelverarbeitung wird für Oberflächen mit Produktkontakt überwiegend nicht rostender austenitischer Edelstahl genutzt. Im Rahmen dieser Arbeit wird der Werkstoff 1.4404 eingesetzt. Bei Verarbeitungsmaschinen handelt es sich um räumliche Gebilde, bei denen sich der Aufprallwinkel des Reinigungsstrahls ständig ändern kann oder wegen der geometrischen Komplexität der Maschine undefiniert ist. Für einheitliche Versuchsbedingungen ist die Nachstellung dieser Gegebenheiten nicht zielführend. Aus diesem Grund werden flache Proben verwendet, bei denen der eingestellte Aufprallwinkel gleichbleibend ist. Um die Reinigbarkeitsuntersuchungen genau auswerten zu können, ist die Kenntnis der Ausgangverschmutzung m_0 und damit eine möglichst geringe Masse der Edelstahlproben vorteilhaft. Es werden deshalb Blechzuschnitte von 1 mm Dicke und den Abmessungen 20 mm x 40 mm verwendet.

Vergleichbare Eigenschaften der Probenoberfläche sind von großer Bedeutung für die reproduzierbare Versuchsdurchführung. Diese müssen aber auch normalen industriellen Anforderungen entsprechen. Die Oberflächenrauigkeit ist die in der Lebensmittelindustrie am häufigsten gezielt beeinflusste Oberflächeneigenschaft von Edelstahl. Diese wird durch verschiedene Bearbeitungsverfahren, wie z.B. Schleifen oder Elektropolieren, eingestellt. Für diese Arbeit wurde die Rauigkeit der verwendeten Proben durch maschinelles Längsschleifen in einem industriell relevanten Bereich variiert [10]. Als Folge des Längsschleifens zeigen die Proben eine anisotrope Verteilung der Rauigkeit. Der DIN EN ISO 25178 (Entwurf) können entsprechende dreidimensionale Kennwerte zur Charakterisierung der Oberflächenbeschaffenheit entnommen werden. Der arithmetische Mittenrauwert S_a , die gemittelte Rautiefe S_z , die reduzierte Spitzhöhe S_{pk} , die reduzierte Rillentiefe S_{vk} und der Rauigkeits-Faktor r sind für die jeweiligen Proben in Tabelle 5-1 angegeben. Eine Beschreibung des Rauigkeits-Faktors ist in Kapitel 5.2.4, Seite 51 enthalten. Vergleichbare Eigenschaften der Proben wurden erreicht, indem Bleche der Größe A4 geschliffen und die einzelnen Proben nachfolgend durch Laserschneiden herausgetrennt wurden.

Die Oberflächenrauigkeit wurde mittels kontaktloser 3D-Konfokalmikroskopie ermittelt. Zum Einsatz kam das Messgerät μ Surf der Firma Nanofocus, Deutschland. Weiterhin wurde mit dem MicroGlider der Firma FRT, Deutschland ein optischer Sensor eingesetzt, der nach dem Prinzip der chromatischen Abstandsmessung arbeitet. Eine Beschreibung der Funktionsweise beider Messgeräte findet sich in CALVIMONTES [18].

Tabelle 5-1: Oberflächenbearbeitung von Edelstahl und Oberflächenkennwerte¹ S_a , S_z , S_{pk} , S_{vk} und r

Oberflächenbearbeitung von Edelstahl	S_a [μm]	S_z [μm]	S_{pk} [μm]	S_{vk} [μm]	r
Geschliffen mit Korn 80	1,85	26,79	1,35	4,08	1,133
Geschliffen mit Korn 150	1,0	15,09	0,95	1,76	1,07
Geschliffen mit Korn 240	0,61	7,18	0,6	0,83	1,03
Geschliffen mit Korn 360	0,49	7,20	0,45	0,90	1,025
Geschliffen mit Korn 600	0,35	5,49	0,36	0,66	1,011
Geschliffen mit Korn 600 + Polierpaste	0,09	2,26	0,16	0,13	1,001
Kaltgewalzt 2 B, elektroliert	0,27	3,9	0,29	0,52	1,005

Unabhängig von der tatsächlich vorliegenden Oberflächencharakteristik sollte eine Probenvorbehandlung durchgeführt werden, mit der organische und anorganische Verschmutzungen entfernt und bei wiederholter Probenverwendung Einflüsse durch das Reinigungsmittel ausgeschlossen werden [62].

5.1.4 Probenvorbehandlung

Der Einfluss der Probenvorbehandlung auf die Reproduzierbarkeit der Verschmutzungsaufbringung und der Reinigbarkeitsuntersuchungen wurde in umfangreichen Vortests an fabrikneuen Oberflächen, mit und ohne Vorreinigung, sowie an gealterten Oberflächen untersucht. Die Oberflächenalterung erfolgte in Anlehnung an industrielle Reinigungsprozesse durch i) wiederholte Reinigung mit 2,5 % NaOH und 1 % Salpetersäure bei 75 °C sowie durch ii) wiederholte Verschmutzung und Reinigung mit 2,5 % NaOH und 1 % Salpetersäure bei 75 °C. Eine Beschreibung der Versuchsdurchführung sowie weiterführende Ergebnisse können in MAUERMANN ET AL. [72] nachgelesen werden. Aus diesen Ergebnissen und den Arbeiten von BOULANGE-PETERMANN ET AL. [14], GRABHOFF [37], JULLIEN ET AL. [50], VERRAN UND WHITEHEAD [125] sowie LECLERCQ-PERLAT UND LALANDE [64] lassen sich nachfolgende Anforderungen an die Probenvorbehandlung ableiten. Diese werden aus Sicht einer möglichst guten Reproduzierbarkeit der Versuchsdurchführung sowie Praxisrelevanz der Untersuchungen formuliert.

Anwendungsorientierte Reinigbarkeitstests sollten an gealterten Oberflächen durchgeführt werden.

1. Zur Alterung sollten die Reinigungsbedingungen und das Produkt der jeweiligen Anwendung genutzt und mindestens fünf Alterungszyklen (Verschmutzen und Reinigen) durchgeführt werden.

¹ Messung: Alfredo Calvimontes, Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden.

Für grundlagenorientierte Untersuchungen, wie z. B. zur Wirkung von Oberflächeneigenschaften auf die Reinigbarkeit oder zur Sicherstellung von reproduzierbaren Adhäsionsbedingungen der Testverschmutzung, sollten

2. die Proben immer nur einmal verwendet und vorher nach einem definierten Regime gereinigt werden. Im Rahmen dieser Arbeit hat sich die Reinigung im Ultraschallbad mit Ethanol und das nachfolgende Abspülen mit destilliertem Wasser bewährt.
3. Wenn es die Probenbeständigkeit (z.B. bei Edelstahl) zulässt, können organische Ablagerungen durch eine so genannte *RCA-Reinigung* reproduzierbar entfernt werden [54]. Diese Reinigungsprozedur verwendet mit Wasserstoffperoxid und Ammoniumhydroxid ätzende, flüchtige und Brand fördernde Substanzen und sollte deshalb nur mit Schutzkleidung und von Fachpersonal durchgeführt werden.

Die reproduzierbarsten Ergebnisse bei wiederholter Probennutzung (Kapitel 6, Seite 83) wurden mit folgender Reinigung erreicht: i) Ethanolvorreinigung; ii) *RCA-Reinigung* bei 60 °C für 10 min (Verhältnis H₂O : H₂O₂ : NH₄OH von 20 : 4 : 1); iii) Abspülen mit destilliertem Wasser und iv) Lufttrocknung.

5.2 Methode zur definierten Verschmutzung ebener Flächen

5.2.1 Erzeugung einer stärkehaltigen Modellverschmutzung

Grundlagen

Stärke gehört zur Stoffgruppe der Kohlenhydrate (Polysaccharid). Die übermolekulare Struktur der Stärkemoleküle stellt sich als Stärkekorn (\varnothing : 2 – 175 μ m) dar. Dessen äußere Form sowie der innere Aufbau sind charakteristisch für jede Pflanzenart. Die wichtigsten Lieferanten natürlicher Stärke für Anwendungen in der Lebensmittelindustrie sind Mais, Weizen und Kartoffeln. Ihre jeweils enthaltene Stärke besitzt verschiedene Eigenschaften, die unter anderem durch das unterschiedliche Verhältnis der Hauptbestandteile Amylose und Amylopektin bestimmt werden. Die meisten Stärkearten weisen einen Amylosegehalt von 25 % und einen Amylopektingehalt von 75 % auf [117]. Es gibt aber auch Maisstärken, die einen Amyloseanteil von 50 - 80% aufweisen und Mais- bzw. Hirsesorten mit einem Amylopektinanteil von bis zu 100 % (Wachsstärken). Durch physikalische, chemische oder enzymatische Behandlungen können die Eigenschaften natürlicher Stärke in einem breiten Spektrum modifiziert werden (z.B. kationische und anionische Stärke).

In kaltem Wasser unterliegen Stärkekörner einer reversiblen Volumenzunahme (Quellung) um bis zu 28 %. Wird Stärke in wässriger Suspension erhitzt, verändern sich die Körner bis zum Erreichen der Verkleisterungstemperatur nicht wesentlich. Oberhalb der stärkeartspezifischen Verkleisterungstemperatur quellen die Körner irreversibel, verlieren ihre Kristallinität und die Viskosität nimmt ab-

rupt zu [117]. Die Volumenzunahme ist abhängig vom Stärketyp und liegt zwischen dem 20- und 1000 fachen (Tabelle 5-2). Durch diesen Quellvorgang wird ein mehr oder weniger zäher Kleister gebildet, der die Folge von entstehenden Bindungen zwischen benachbarten linearen Amyloseketten ist. Amylopektin hat hingegen eine verdickende Wirkung. Bei der weiteren Erhitzung fallen die Stärkekörner auseinander und die Viskosität verringert sich (Abbildung 5-3, Seite 46).

Neben der Temperatur wird das Quellverhalten von Stärke in Wasser grundsätzlich durch Stoffe, wie z.B. Laugen, verändert [117, 129]. Das ist für diese Arbeit von größter Relevanz, da in ihrer Gegenwart der Quellvorgang schon in kaltem Wasser beginnt.

Tabelle 5-2: Verkleisterungscharakteristik nativer Stärke, nach [117]

Stärke	Verkleisterungsbereich in °C	Quellvermögen (x-fach)
Kartoffel	56 - 66	>1000
Mais	75 - 80	24
Weizen	80 – 85	21
Reis	61 – 78	20
Wachsmais	63 – 72	64

Mit der Abkühlung des Kleisters beginnt eine Verkettung der Stärkemoleküle und Viskositätszunahme des Produkts (Abbildung 5-3). Je mehr Bindungen entstehen, desto steifer ist das Gel. Da die gebildeten Stärkekleister strukturviskos sind, ist die Viskosität von den wirkenden Scherkäften, der Dauer der Scherbelastung und insbesondere von der Schergeschwindigkeit abhängig [117].

Während des Abkühlungsprozesses kommt es zur Retrogradation der Amylose und zu einer starken Veränderung der Gelstruktur. Das ist auf einen weitgehend irreversiblen Übergang vom gelösten bzw. dispergierten in einen unlöslichen, entquollenen, mikrokristallinen Zustand zurückzuführen. Der Retrogradationsprozess wird durch hohe Amylosekonzentrationen und niedrige Temperaturen gefördert [117]. Für das reproduzierbare Herstellen einer Oberflächenverschmutzung sollte dieser Übergang vermieden und der Kleister bei Temperaturen zwischen 45°C und 60 °C aufgetragen werden. Amylopektin verhindert hingegen wegen seiner verzweigten Struktur die Retrogradation.

Auswahl der Stärkeart

Ausgangspunkt der Auswahl waren diesbezügliche Ausarbeitungen von SCHÖLER [107] und LINDERER UND WILDBRETT [66]. Untersuchungen zur Eignung als Testverschmutzung wurden im Rahmen dieser Arbeit mit Weizen-, Wachsmais- und Kartoffelstärke durchgeführt. Weizen- und Kartoffelstärke be-

nötigen zur Verkleisterung einen Erwärmungsschritt. Bei der verwendeten Wachsmaisstärke (C-Tex 12616, Fa. Cargill) war dies nicht notwendig, da diese vorverkleistert zur Verfügung stand und kaltlöslich war. Der thermische Aufschluss kann bei dieser Variante als Fehlerquelle ausgeschlossen werden. Des Weiteren ist der Amyloseanteil dieser Stärkeart vernachlässigbar gering und es kann von einer geringen Retrogradationsneigung ausgegangen werden. Als Kriterien zur Bewertung der Eignung wurden die Homogenität nach der Verkleisterung, das reproduzierbare Aufbringen auf Testoberflächen und das Reinigungsverhalten gewählt. Bei Weizenstärke konnte mit der thermischen Verkleisterung kein homogener Stärkekleister erzielt werden. Stärkeklumpen, welche sich nachteilig auf die Verschmutzungsaufbringung auswirken, wurden nachträglich mit dem Dispergiergerät Ultra Turrax zerkleinert. Der somit erzeugte homogene Stärkekleister zeigte aber eine stark reduzierte Viskosität, was sich wiederum als nachteilig bei der Herstellung der Oberflächenverschmutzung herausstellte. Im Ergebnis zeigten die Reinigbarkeitsuntersuchungen mit dieser Stärke eine unzureichende Reproduzierbarkeit. Wachsmais- und Kartoffelstärkekleister zeichneten sich dagegen durch ein vergleichbares Auftrags- und ein reproduzierbares Reinigungsverhalten aus. Die Verschmutzung aus Wachsmaisstärke ließ sich im Vergleich zur Kartoffelstärke um 27 % schneller entfernen. Schlussendlich wurde die Kartoffelstärke C*Gel 30002 (Fa. Cargill Deutschland GmbH, Krefeld) ausgewählt. Ausschlaggebend war die längere Reinigungszeit, da diese sich positiv auf die reproduzierbare Analyse der Untersuchungen auswirkt.

Verkleisterungsprozedur

Kartoffelstärkekleister mit weniger als 6 % Stärke in der Ausgangssuspension haben sich in Voruntersuchungen als zu dünnflüssig und Kleister mit einem Anteil > 7,5 % als zu zähflüssig erwiesen. Zur Erzeugung eines Stärkekleisters werden deshalb in der Regel 17,5 g Kartoffelstärke in 250 ml destilliertem Wasser mit einer Ionenkonzentration von 10^{-3} mol/l KCl in einem 500 ml Becherglas angerührt. Diese Mischung ergibt eine 7 %ige Stärkesuspension. Um eine möglichst reproduzierbare und weitgehende Verkleisterung der Stärke zu erhalten, wird vor dem Verkleisterungsprozess die Stärkesuspension im Becherglas auf 50 °C erhitzt. Den Empfehlungen der Fa. Cargill folgend wird für die weitere Temperaturführung im Wasserbad eine Erwärmung auf 90 °C innerhalb von 30 min vorgegeben. Diese Temperatur wird für 30 min gehalten (Abbildung 5-1). Danach folgt für 30 min ein Abkühlen im Wasserbad. Während der Verkleisterung ist ein Rührwerk auf 400 U/min eingestellt und sichert eine gleichmäßige Durchmischung des Stärkekleisters. Zur Vermeidung von Retrogradationserscheinungen wird nach Ablauf der Verkleisterungsprozedur der Stärkekleister abgedeckt und bis zur Aufbringung bei 60 °C in einem Wärmeschrank gelagert. Vor der Lagerung werden diesem 0,012 % Uranin zugemischt.

Die Auflichtmikroskopaufnahme in Abbildung 5-2 a) zeigt eine native Stärkeprobe mit sichtbaren Stärkekörnern. Im Gegensatz dazu zeigt Abbildung 5-2 b) eine Probe nach der Verkleisterung mit deutlich homogener Struktur, frei von Einflüssen und ohne sichtbare Stärkekörner. Es wird deshalb davon ausgegangen, dass die angewendete Prozedur zu einer ausreichenden Verkleisterung führt.

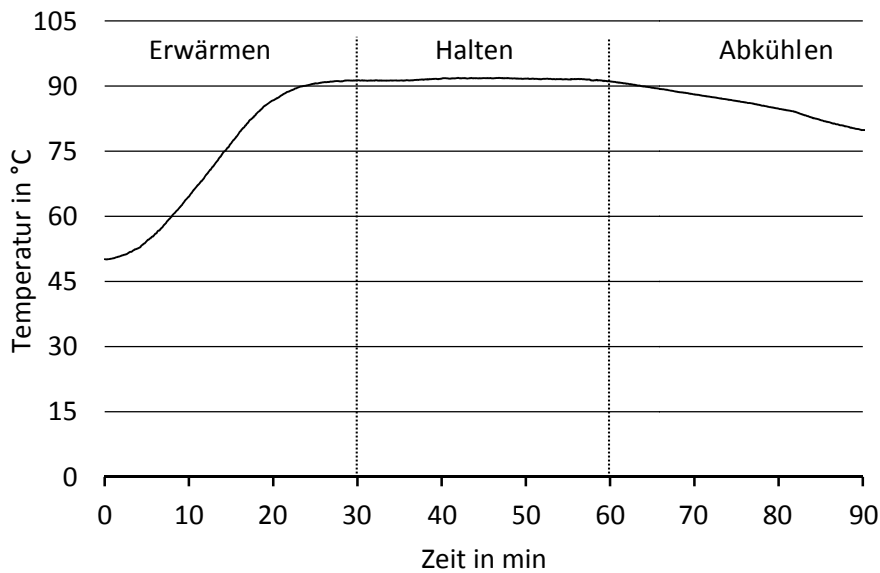


Abbildung 5-1: Temperatur der Stärkesuspension während der Verkleisterung

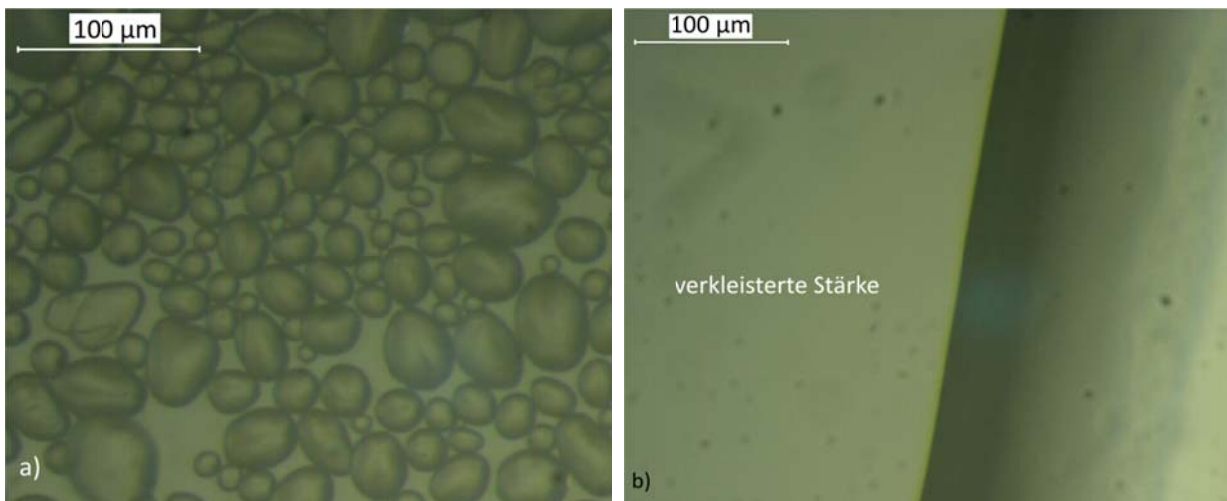


Abbildung 5-2: Mikroskopische Aufnahmen von unverkleisterter Kartoffelstärke (a) und Kartoffelstärke nach der Verkleisterungsprozedur im Wasserbad mit Rührer (b)

Neben der vollständigen Verkleisterung ist für das reproduzierbare Aufbringen der Modellverschmutzung die Viskosität des Stärkekleisters von Bedeutung. Diese ist unter anderem von der Stärkeart, der Aufheizgeschwindigkeit und der Rührerdrehzahl abhängig [121]. Durch eine schnelle Erwärmung kann meist eine höhere Viskosität erreicht werden. Starkes Rühren führt zu einer schnelleren Schwellung, einer niedrigeren Viskosität und zu einer beschleunigten Reduktion der Viskosität [121]. Nach SWINKELS [116] bleibt die Viskosität von Kartoffelstärke nach Erwärmung auf 95 °C für 30 min und an-

schließender Abkühlung auf 50 °C bei ständigem Rühren für eine Stunde konstant. Die genauen Einflüsse von Aufheizgeschwindigkeit und Rührerdrehzahl auf die Viskosität sind für die verwendete Stärke nicht bekannt. Zur bestmöglichen Prozessauslegung wurde deshalb der Viskositätsverlauf des Stärkekleisters während des Aufheiz- und Abkühlprozesses sowie während der Lagerungsphase untersucht. Es sollten die Parameter bestimmt werden, mit denen eine möglichst konstante Viskosität während der Lagerphase bis zum Aufbringen auf die Proben erreicht werden kann. Als Lagerzeit werden zwei bis drei Stunden angenommen. Die Viskositätsuntersuchungen wurden mit dem Rotationsrheometer PHYSICA Rheolab MC100 der Firma Anton Paar vorgenommen und die Untersuchungsparameter so gewählt, dass sie die Bedingungen bei der Verkleisterung gut nachstellen². Abbildung 5-3 zeigt den Drehmomentverlauf von 7 %iger Stärkesuspension während der Verkleisterungsprozedur. Drehmoment und Drehzahl korrelieren mit der Viskosität [34]. Während der Lagerung bei 59,5 °C und ständigem Rühren mit 50 U/min wurde innerhalb einer Stunde eine Erhöhung des Drehmoments am Rührer um 2 % und innerhalb von drei Stunden eine Erhöhung um 5 % gemessen. Abbildung 5-4 verdeutlicht den Drehmomentverlauf für einen Versuch zur Nachstellung des Verhaltens von Stärke während einer Lagerung bei 59,5 °C ohne Rühren. Dafür wurde die Stärke nach der Verkleisterung in Abständen von 30 min mit 50 U/min für eine Minute gerührt und das Drehmoment ermittelt. Bei fünf Messzyklen erhöhte sich innerhalb von zwei Stunden das Drehmoment um max. 2 %. Aufgrund der geringen Änderungen wird davon ausgegangen, dass nach einer Lagerung unter langsamen Rühren oder ohne Rühren günstige Voraussetzungen für ein gleichmäßiges Auftragverhalten vorliegen. Wegen der fehlenden gerätetechnischen Ausrüstung wurde das Rühren während der Lagerung nicht realisiert.

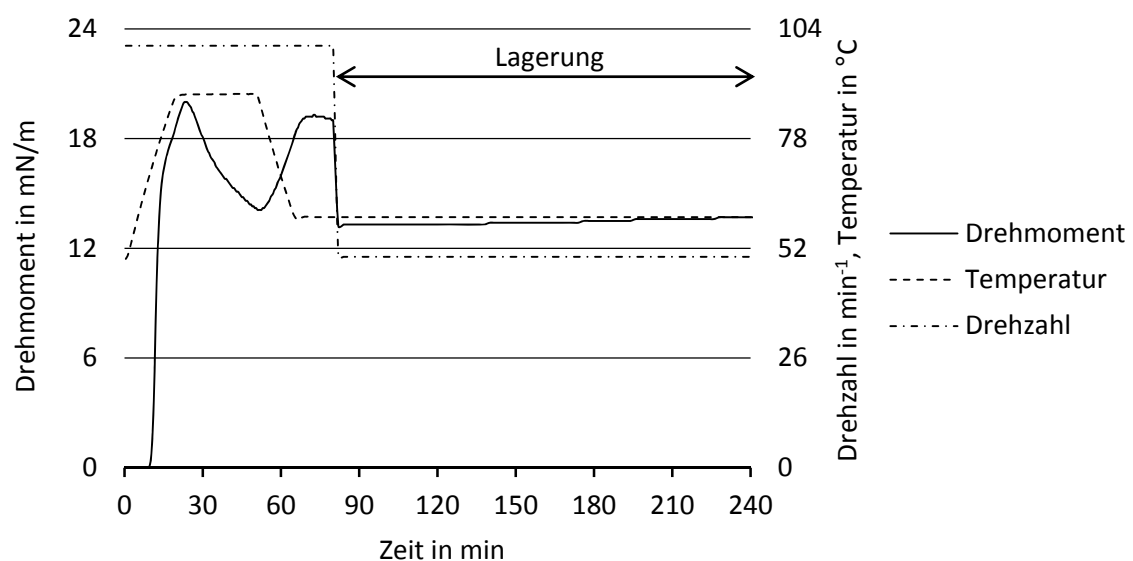


Abbildung 5-3: Drehmomentverlauf, Thermostattemperatur und Drehzahl während der Verkleisterung von Stärke, Lagerung bei $n = 50 \text{ U/min}$

² Messungen: Peggy Rossmann, Fraunhofer AVV und Susann Zahn, TU Dresden

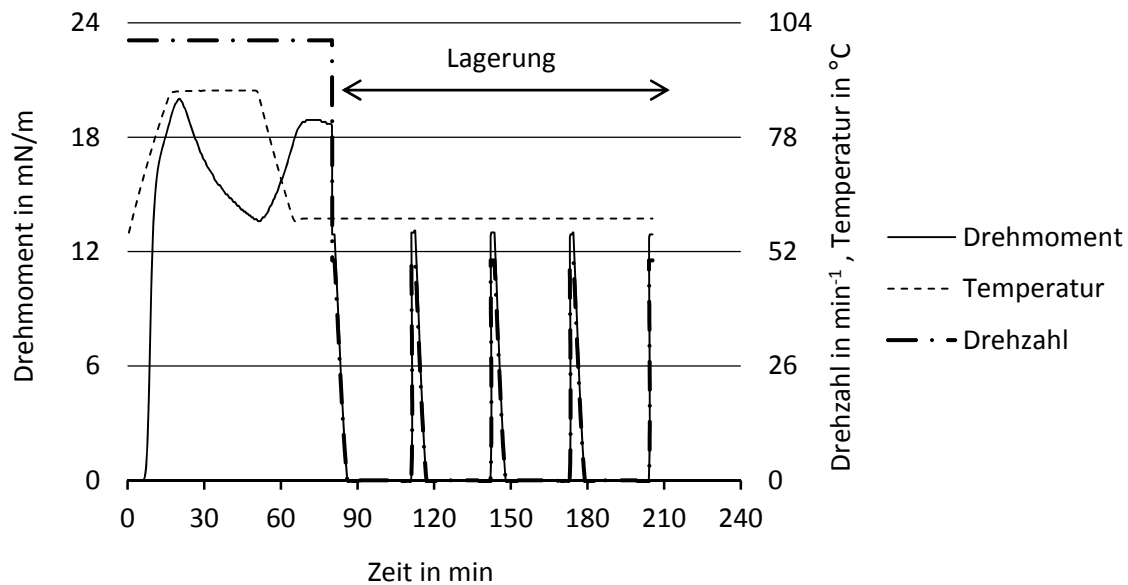


Abbildung 5-4: Drehmomentverlauf, Thermostattemperatur und Drehzahl während der Verkleisterung von Stärke, Lagerung bei $n = 50 \text{ U/min}$ - intermittierend

5.2.2 Versuchsaufbau und Verschmutzungsaufbringung

Ausgangspunkt der Entwicklung ist der von LANG ET AL. [63] beschriebene Versuchsaufbau. Bei diesem werden zu verschmutzende Glasplatten auf eine ebene Grundplatte gepresst. Darüber wird mittels Seilzug ein Schlitten gezogen, der die Verschmutzung aufträgt. Der Schlitten besteht aus einem Rakel mit eingefrästem Arbeitsspalt, einem Trichter und Gewichten für eine gleichmäßige Flächenpressung des Rakels auf den Glasplatten. Aus dem Trichter fließt die Verschmutzung auf die Glasplatten und das Rakel entfernt die überschüssige Verschmutzung.

Anfängliche Beschichtungsfehler, welche auf Ungenauigkeiten des Auflagetischs, des Rakels, der Proben und der Probenfixierung zurückzuführen waren, konnten durch eine komplette Überarbeitung der Beschichtungsprozedur und der Beschichtungseinheit (Abbildung 5-6 b) beseitigt werden. Eine gleichmäßige und reproduzierbare Aufbringung der Stärke wird erreicht, indem die Proben vor jeder Beschichtung so ausgerichtet werden, dass die zu beschichtenden Flächen in einer Ebene und parallel zur Bewegungsebene des Rakels liegen. Das ist auch notwendig, um unterschiedlich dicke Proben in einem Batch verarbeiten zu können. Bis zu 16 Proben und zwei Referenzproben werden dafür mit der zu beschichtenden Seite nach unten auf eine saubere Grundplatte (Präzisions-Hartgesteinsplatte, Fa. Planolith, 600 mm x 400 mm x 70 mm, max. Höhenabweichung: 2,75 μm) gelegt und mit einem Rahmen zusammengefügt (Abbildung 5-5). Anschließend werden pro Probenreihe zwei Rollen Ausgleichsmasse und zusätzlich noch zwei Rollen für den Rahmen entsprechend Abbildung 5-5 aufgelegt. Eine Halteplatte aus Stahl wird anschließend von Hand auf die Ausgleichsmasse gedrückt (Abbildung 5-6 a). Dadurch kleben Ausgleichsmasse und Proben fest an der Halteplatte. Fein geschliffene Dis-

tanzstücke auf der Halteplatte verhindern, dass die Ausgleichsmassen ungleichmäßig zusammengedrückt werden. Danach wird die Halteplatte umgedreht und die Proben sind für den Verschmutzungsvorgang ausgerichtet (Abbildung 5-6 b). Nach der Eignungsprüfung verschiedener Ausgleichsmassen wie Bienenwachs, Klebewachs, Silikon, Wachsplättchen wurde handelsübliche Knetmasse wegen den besten Verarbeitungs- und Klebeeigenschaften ausgewählt.

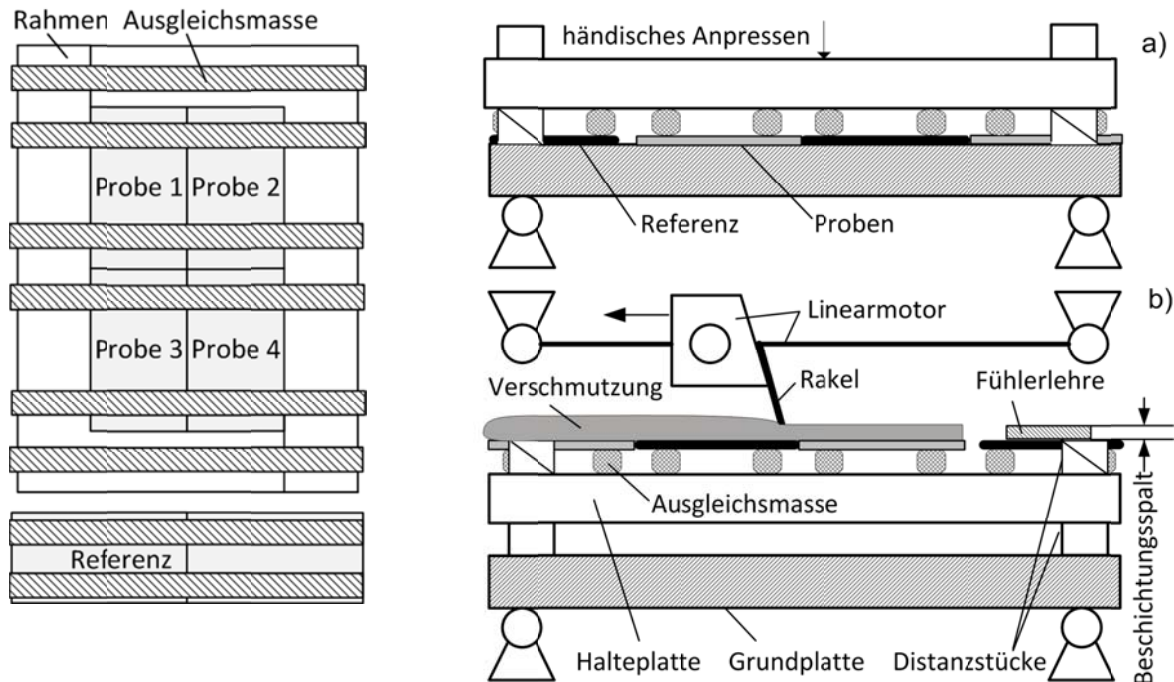


Abbildung 5-5: Beispielhafte Anordnung der Proben zum Beschichten

Abbildung 5-6: Versuchsaufbau zum Probenausrichten (a) und Applizieren der Verschmutzung (b), Darstellung ohne Rahmen

Die Gleichmäßigkeit der Probenhöhe nach der Ausrichtung wurde in drei Durchgängen mit jeweils vier Proben (Objektträger, Fa. Menzel-Gläser, Super Frost) untersucht. Jede Probe wurde an vier Punkten vermessen. Die Auswertung erfolgte über den Mittelwert der Probenhöhe gegenüber einem Punkt auf der Referenzprobe.

Die in dieser Arbeit angegebenen Fehlerbalken entsprechen den Konfidenzintervallen (KI) mit einem Vertrauensbereich von 95 %.

Direkt nach der Ausrichtung waren die Proben im Mittelwert $1,9 \mu\text{m}$ höher als der Referenzpunkt (KI = $0,33 \mu\text{m}$; Probenanzahl $n = 12$, Anzahl der Versuche $z = 3$). Die Messung der Höhendifferenzen zwischen den Proben erfolgte mit einer digitalen Messuhr (Fa. Mitutoyo ID-C112B). Der Messfehler der Messuhr beträgt $\pm 3 \mu\text{m}$. Damit liegen die Messergebnisse im Bereich der Ungenauigkeit der Messuhr und der Höhenabweichung der Grundplatte. Es wird deshalb davon ausgegangen, dass die Proben direkt nach dem Umdrehen der Halteplatte hinreichend genau ausgerichtet sind.

Im weiteren Verlauf relaxiert die verwendete Ausgleichsmasse. Der zeitliche Verlauf ist in Abbildung 5-7 dargestellt. Auf Grund dieses Verhaltens muss zwischen Ausrichten und Beschichten eine Wartezeit von 16 min eingehalten werden. Die Relaxation verstärkt sich bei größeren Strangdurchmessern der Ausgleichsmasse und höheren Raumtemperaturen. Zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit wurde eine Strangpresse konstruiert sowie eine Proben- und Raumtemperierung ($T = 23 \text{ }^{\circ}\text{C}$) eingeführt. Mit der Presse können die Strangdurchmesser gleichmäßiger als von Hand auf 4,5 mm eingestellt werden.

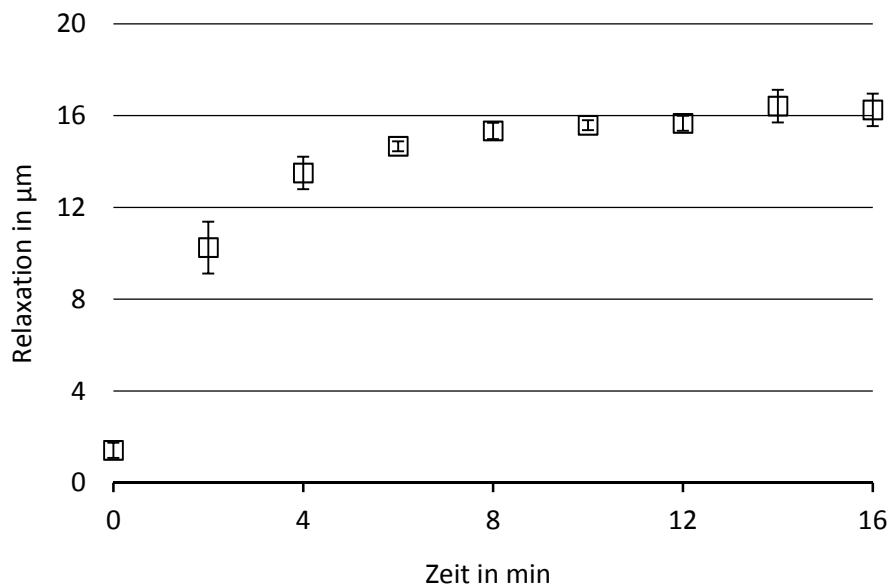


Abbildung 5-7: Zeitlicher Verlauf der Relaxation der Ausgleichsmasse

Nach der Probenausrichtung erfolgt die Verschmutzung der Testbleche. Mit der Beschichtungseinheit können nahezu beliebige Schichtdicken und Verschmutzungsgewichte aufgetragen werden. Für diese Arbeit werden zur Vorgabe der Beschichtungsdicke Fühlerlehren der Fa. Hasberg (10, 20, 50, 100, 150, 200 und 250 μm) verwendet. Diese werden auf die Referenzproben aufgelegt, das Rakel auf die Fühlerlehren ausgerichtet und so der Beschichtungsspalt eingestellt (Abbildung 5-6 b). Die Referenzproben werden nicht beschichtet. Als Rakel wird ein Rakelmesser aus dem Tampondruck (Werkstoff: nicht rostender Stahl) verwendet. Einfluss auf die Beschichtungsqualität hat weiterhin der Anstellwinkel des Rakels gegenüber den Testblechen. Im Rahmen der Untersuchungen hat sich ein Winkel von 45° als günstig erwiesen. Dieser wird mittels Einlegekeil eingestellt und das Rakel durch eine Klemmleiste befestigt.

Zur Beschichtung werden 2 ml der vorbereiteten Verschmutzung (Kapitel 5.2.1, Seite 42) manuell mit einer Eppendorf-Pipette auf die Proben aufgetragen. Es ist darauf zu achten, dass alle Proben bis zum Rahmen komplett bedeckt werden (Abbildung 5-8). Zur Entfernung der überschüssigen Verschmutzung wird das Rakel über die Proben bewegt. Die Rakelbewegung wird zur Verbesserung des Be-

schichtungsergebnisses mit einem Linearmotor realisiert, da trotz größter Sorgfalt die Bewegung von Hand nicht in der erforderlichen Gleichmäßigkeit ausgeführt werden kann (Abbildung 5-6 b). In Anlehnung an LANG ET AL. [63] wird eine Geschwindigkeit von 3 cm/s gewählt.

5.2.3 Verifizierung der Verschmutzungsaufbringung

Überprüfung der Reproduzierbarkeit der Verschmutzungsaufbringung

Nach dem Aufbringen der Verschmutzung werden die Proben vorsichtig entfernt und bei 23 °C und 50 % Luftfeuchtigkeit getrocknet. Nach mindestens 2 h Trocknungszeit ist die Massenkonstanz erreicht (Abbildung 5-9). Der Variationskoeffizient für das Beschichtungsgewicht von Glasproben (Objektträger, Fa. Menzel-Gläser, Super Frost) mit Stärke beträgt 4,7 % ($n = 12$; $z = 4$) und für die Beschichtung von Edelstahl 5,5 % ($S_o = 0,27 \mu\text{m}$; $n = 12$; $z = 4$). Es kann deshalb mit hinreichender Genauigkeit davon ausgegangen werden, dass das Auftragen der Verschmutzungen gleichmäßig erfolgt.

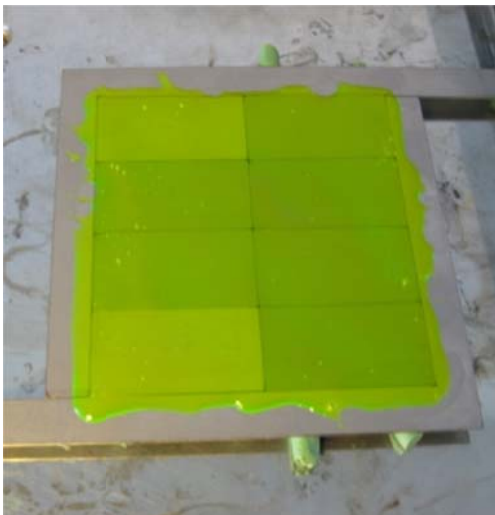


Abbildung 5-8: Edelstahlproben mit Stärkeschicht vor dem Rakeln, ohne Referenz

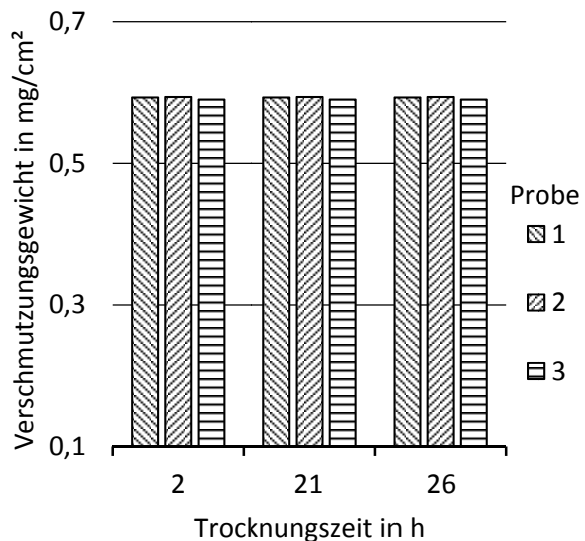


Abbildung 5-9: Zeitliche Entwicklung des Probengewichts während der Trocknung

Die Gewichtsbestimmung erfolgt auch für alle folgenden Untersuchungen durch Differenzwägung mit der elektronischen Analysewaage MS205DU der Fa. Mettler Toledo (Auflösung: 0,01 mg bis 82 g). Das Blindgewicht der Proben wird nach 2 h Lagerung bei 23 °C und 50 % Luftfeuchtigkeit sowie das Gewicht der verschmutzten Proben nach 24 h Lagerung unter gleichen Bedingungen bestimmt.

Überprüfung des Verhältnisses von Rakelspalt und aufgebrachtem Verschmutzungsgewicht

Die Versuchsergebnisse mit Kartoffelstärke auf Edelstahlproben zeigen einen linearen Zusammenhang von eingestelltem Rakelspalt und aufgebrachtem Verschmutzungsgewicht (VG) (Abbildung 5-10). Es können mit dieser Methode unterschiedlich dicke Schichten reproduzierbar aufgetragen werden. Ab einem Rakelspalt von 250 μm nimmt die Neigung zur Rissbildung bei den aufge-

tragenen Schichten deutlich zu. Der Untersuchungsbereich wird deshalb auf einen maximalen Rakelspalt von 200 μm begrenzt. Es wird vermutet, dass die Risse durch Spannungen während der Trocknung entstehen. Oberflächennahe Bereiche trocknen schneller und ziehen sich zusammen, während unten liegende Bereiche noch feucht sind.

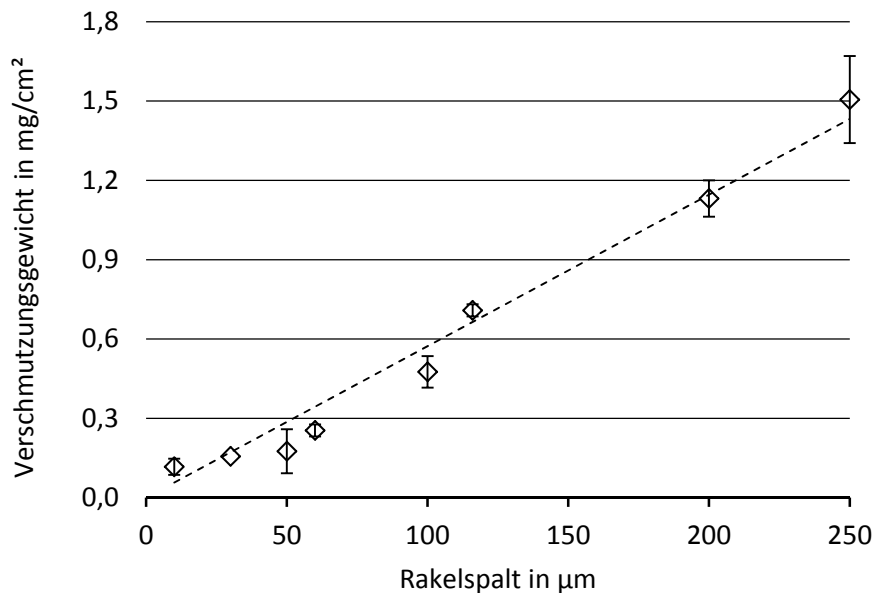


Abbildung 5-10: Verschmutzungsgewicht der aufgetragenen Stärke in Abhängigkeit vom Rakelspalt; ($n=5$, $z=2$)

5.2.4 Charakterisierung der Stärkeschicht

Nach der Aufbringung der verkleisterten Stärkeschichten führt die Trocknung zu einem Entzug des eingelagerten Wassers und damit zu einer starken Dickenabnahme. Für das Reinigungsverhalten ist die Charakteristik der getrockneten Stärkeschichten von Interesse. Diese wurden deshalb einer eingehenden Analyse der Oberflächentopografie unterzogen. Wie schon bei der Analyse der Edelstahlproben kam das Messgerät μSurf der Firma Nanofocus und der MicroGlider der Firma FRT zum Einsatz. Um die Auswirkung verschiedener Edeldrahtrauigkeiten auf die Ausbildung der Stärkeschicht abschätzen zu können, wurden die in Kapitel 5.1.3, Seite 40 beschriebenen Proben beschichtet.

Oberflächenrauigkeit und Dicke der Stärkeschichten auf verschiedenen Edelstahlproben³

Die Rauigkeitskennwerte der Stärkeschichten sind in Abhängigkeit der beschichteten Edelstahlproben in Tabelle 5-3 angegeben. Bei den untersuchten Schichtdicken (maximaler Rakelspalt 200 μm) bilden die getrockneten Stärkeschichten das Rauigkeitsprofil der Edeldrahtoberfläche nach und zeigen zu dieser eine gute morphologische Konformität. Abbildung 5-11 verdeutlicht dies durch die Vergleiche der arithmetischen Mittenrauwerte S_a von Edeldraht und der zugehörigen Stärkeschicht. Die

³ Messungen sowie die 3D - Darstellungen in Abbildung 5-13: A. Calvimontes, Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden.

Messwerte schwanken in geringem Maße um die 1:1 - Abhängigkeit. Die Messwertabweichung der rauesten Probe (Edelstahl: $S_a = 1,85 \mu\text{m}$) wird durch einen erhöhten Materialanteil von Stärke in den Rillen der Edelstahltopographie hervorgerufen. Bei diesen Proben fließt mehr Stärke in die Rillen und reduziert so die gemessene Rauigkeit der Stärkeschicht. Entsprechende Verläufe zeigen die reduzierte Spitzhöhe S_{pk} (Materialanteil der Profilspitzen) und reduzierte Rillentiefe S_{vk} (Materialanteil der Profiltrillen). Die Änderung des Rauigkeits-Faktors r der Stärke- bzw. Edelstahloberflächen zeigt ebenfalls einen übereinstimmenden Verlauf. Nach WENZEL [128] beschreibt r das Verhältnis der tatsächlichen (rauen) zur geometrischen (glatten) Probenoberfläche. Die steigenden r bei zunehmender Rauigkeit entsprechen einer Vergrößerung der tatsächlichen Probenoberfläche (Tabelle 5-1 und Tabelle 5-3).

Tabelle 5-3: Oberflächenkennwerte S_a , S_z , S_{pk} , S_{vk} und r der Stärkeschichten, Rakelspalt: $200 \mu\text{m}$

Oberflächenbearbeitung von	S_a	S_z	S_{pk}	S_{vk}	r
1.4404	[μm]	[μm]	[μm]	[μm]	
Geschliffen mit Korn 80	1,2	17,74	1,23	2,16	1,12
Geschliffen mit Korn 150	0,92	14,03	1,06	1,51	1,155
Geschliffen mit Korn 240	0,64	10,52	0,73	1,02	1,082
Geschliffen mit Korn 360	0,6	7,88	0,80	0,90	1,108
Geschliffen mit Korn 600	0,36	4,32	0,46	0,45	1,069
Geschliffen mit Korn 600 + Polierpaste	0,23	3,60	0,34	0,23	1,023

Es wurde außerdem festgestellt, dass mit zunehmender Rauigkeit der Proben die durchschnittliche Dicke der Stärkeschicht abnimmt (Abbildung 5-12). Diese wird über den Abstand der Mittellinien des Edelstahl- und Stärkeprofils berechnet (Abbildung 5-13). Da zwischen der Morphologie von Stärke und Edelstahlprobe eine gute Konformität besteht, wird davon ausgegangen, dass die feuchte Stärke während des Auftrags die tatsächliche Probenoberfläche gut benetzt. Unter der Voraussetzung einer gleichmäßigen Schichtbildung formiert sich deshalb bei gleicher Stärkemenge auf der größeren tatsächlichen Oberfläche von raueren Proben eine dünnere Schicht (Abbildung 5-13). Eine Berechnung der durchschnittlichen Schichtdicken in Abhängigkeit der Rauigkeits-Faktoren r mittels linearer Regression (Methode der kleinsten Quadrate) bestätigte diese Tendenz. Für die Schichtdickenmessung wurden die Edelstahlproben vor dem Stärkeauftrag halbseitig abgeklebt (Abbildung 5-13).

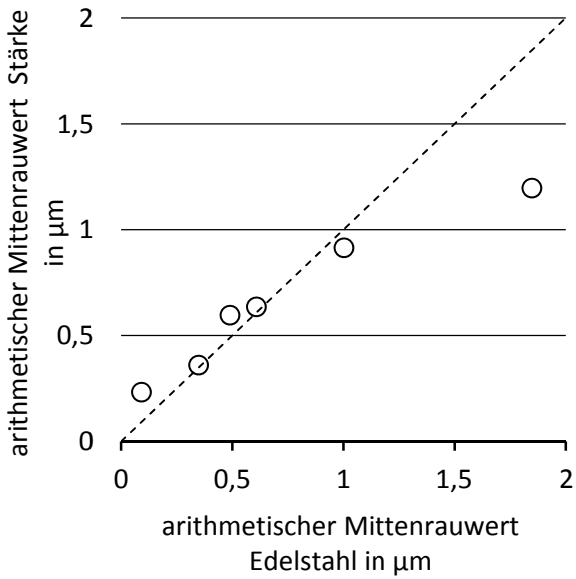


Abbildung 5-11: Oberflächenrauigkeit der Stärkeschicht in Abhängigkeit der Edelstahlrauigkeit

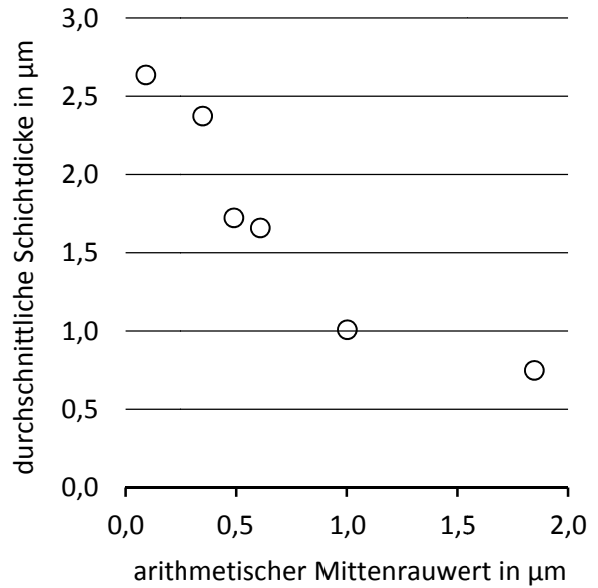


Abbildung 5-12: Durchschnittliche Schichtdicke in Abhängigkeit der Edelstahlrauigkeit, Rakelspalt: 200 µm

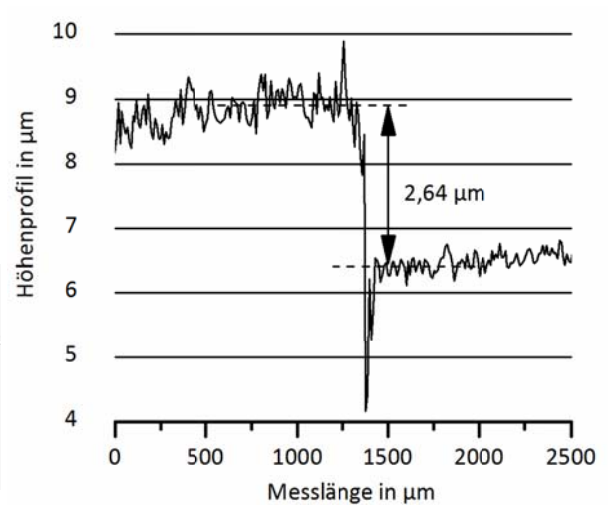
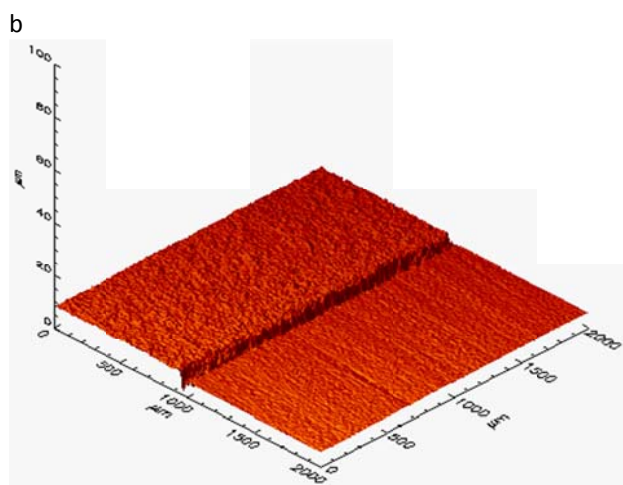
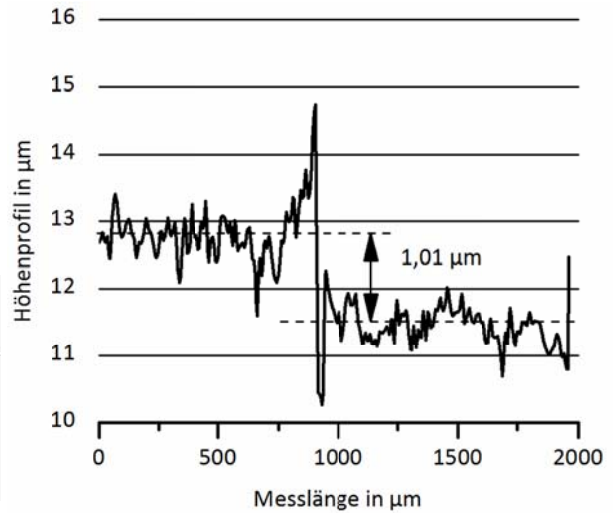
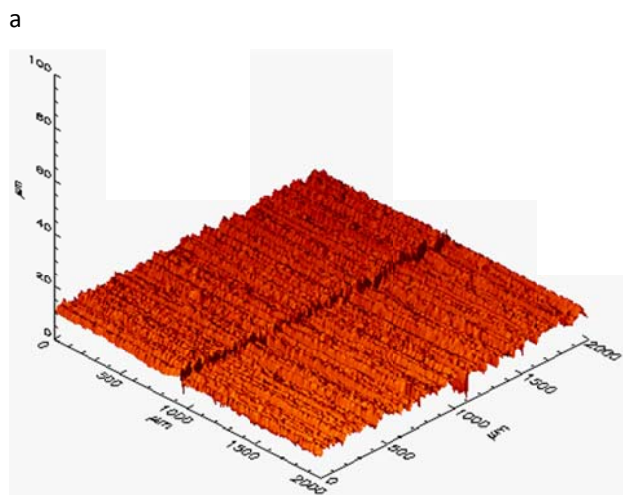


Abbildung 5-13: Beispielhafte 3D-Abbildung und zugehöriges Höhenprofil zweier Edelstahlproben mit halbseitiger Stärkebeschichtung, a) $S_o = 1 \mu\text{m}$ und b) $S_o = 0,1 \mu\text{m}$

Überprüfung zum Einfluss der Probenrauigkeit auf das aufgebrauchte Verschmutzungsgewicht

Der Einfluss der Probenrauigkeiten wurde durch den Vergleich des VG auf geschliffenen Edelstahlproben ($S_a = 0,09 \mu\text{m}$; $0,35 \mu\text{m}$; $0,6 \mu\text{m}$ und $1 \mu\text{m}$) untersucht. Im Ergebnis wurde ein Variationskoeffizient von 7,2 % ($n = 15$; $z = 3$) und damit ein geringer Einfluss der Probenrauigkeit ermittelt. Es soll an dieser Stelle angemerkt werden, dass sich die geschliffenen Proben durch die Oberflächenbearbeitung verziehen. Das kann sich bei der Art des Aufbringens der Verschmutzung nachteilig auf die Gleichmäßigkeit der Beschichtung auswirken und im Vergleich zu Kapitel 5.2.3 zu größeren Schwankungen führen.

Als Modellverschmutzung wird für alle nachfolgenden Untersuchungen eine verkleisterte, 7 %ige Kartoffelstärke-Uraninmischung mit 0,012 % Uranin verwendet.

5.3 Spritzreinigungsversuchsstand

5.3.1 Gesamtkonzept

Die komplexen Wechselwirkungen in nicht immmergierten Reinigungsprozessen sind nur unter vereinfachten Versuchsbedingungen und durch die Konzentration auf wesentliche Einflussparameter einer wissenschaftlichen Analyse zugänglich. Neben der industriellen Relevanz muss bei der Konzeption die Möglichkeit zur optischen Analyse beachtet werden. Der Spritzreinigungsversuchsstand (SRVST) ist konzipiert als eine Plattform für Reinigungsuntersuchungen innerhalb des direkten Aufprallbereichs eines Flüssigkeitsstrahls, der sich durch eine Düse ausbildet. Einen Ansatz bietet der von ROSE [95] beschriebene Versuchsstand mit beweglicher Düsenanordnung.

Für die Reinigung wird die senkrecht stehende Probe mittels Linearmotor durch den Strahl einer statischen Reinigungsdüse geführt und nach der Erfassung der Restverschmutzung wieder zurück in die Ausgangsposition bewegt (Abbildung 5-15). Die Auflösung des Reinigungsprozesses in einzelne Teilschritte stellt eine Vereinfachung in Bezug auf die Gesamtheit der Reinigungsprozesse in nicht immmergierten Systemen dar. Sie erscheint aber an dieser Stelle angebracht, da bei einer kontinuierlichen Reinigung mit gleichzeitiger Analyse der Restverschmutzung Störeinflüsse durch den Flüssigkeitsstrahl nicht ausgeschlossen werden können. Für die Überprüfung des methodischen Ansatzes ergeben sich durch die Vereinfachung definierte Bedingungen. Unter reinigungstechnischen Aspekten entspricht die Zeit zwischen den Reinigungszyklen, die sich durch die Bewegung des Linearmotors und der Analyse der Restverschmutzung ergibt, einer Einwirkzeit. Die industrielle Relevanz des Ansatzes ist trotzdem gegeben, da Zielstrahlreiniger und rotierende Sprühköpfe auch diskontinuierlichen Reinigungsprozessen entsprechen. Weiterhin orientiert sich der Ansatz an konzeptionellen Überlegungen zur automatischen Reinigungsverifikation in nicht immmergierten Systemen.

Damit die Wirkungen aller relevanten Einflussgrößen untersucht werden können, bedarf die konstruktive Auslegung zunächst der Auswahl der Betriebsparameter und der Abschätzung der Parameterbereiche. Grundlegende Anforderungen an das Versuchssystem stellen die in Abbildung 2-6, Seite 17 definierten Betriebsparameter dar.

Betriebsdruck

- 2 – 10 bar

Düsenkennwerte

Die Verwendung von Flachstrahldüsen ermöglichte MILCHERS [80] in seinen Untersuchungen zum Abtrag von Polymer mit reinen Wasserstrahlen, im Vergleich zu Rundstrahldüsen, eine deutlich bessere Kontrolle des Abtragsprozesses. MULUGETA [84] erzielte ebenfalls bessere Reinigungsergebnisse mit Flachstrahldüsen. Positiv wirken sich auf die Versuchstandsauslegung auch die geringeren Düsenabstände von Flachstrahldüsen aus, die wegen der Struktur des Strahls gewählt werden können. In Voruntersuchungen wurden deshalb auf den vorliegenden Reinigungsprozess abgestimmte Flachstrahldüsen ausgewählt (Tabelle 5-4).

Tabelle 5-4: Kennwerte (Düsendurchmesser d_0 , Strahlwinkel und Volumenstrom \dot{V} in Abhängigkeit vom Betriebsdruck p_0) der verwendeten Flachstrahldüsen, Fa. Lechler GmbH

Düse	Bezeichnung	$d_0; E^4$ in mm	Strahlwinkel in Grad	\dot{V} in l/min, in Abhängigkeit von p_0				
				2 bar	4 bar	6 bar	8 bar	10 bar
660.446	F1	1,35; 0,8	90	1,25	1,77	2,17	2,5	2,8
660.566	F2	2; 1,1	90	2,5	3,53	4,33	5	5,59
660.726	F3	3; 1,7	90	6,3	8,9	10,9	12,6	14,1

Düsenabstand

- 0 mm – 250 mm

Strahlaufprallwinkel

- $\approx 15^\circ - 90^\circ$; Der minimale Düsenabstand bei 15° beträgt 75 mm.

Einwirkzeit

- 10 s - ∞

Verfahrgeschwindigkeit

- 0 - 427,5 mm/s

⁴ äquivalenter Bohrungsdurchmesser und engster Querschnitt nach Datenblatt der Fa. Lechler GmbH

Der Bereich des Betriebsdrucks entspricht den Einsatzempfehlungen der verwendeten Düsen. Der maximale Düsenabstand orientiert sich an den in Verarbeitungsmaschinen üblichen maximalen Abständen von Reinigungsdüsen. Die Vorschubgeschwindigkeit des Linearmotors kann in einem weiteren Bereich variiert werden. In Voruntersuchungen wurde die Standardgeschwindigkeit auf 315 mm/s festgelegt. Die minimale Einwirkzeit ergibt sich aus den Einstellungen der Vorschubgeschwindigkeit und der Detektionszeit.

Materialien

Um das Spektrum an industriell relevanten Reinigungsflüssigkeiten abdecken zu können, müssen vor allem für die benetzten Oberflächen beständige Materialien ausgewählt werden. Zum Einsatz kommen Edelstahl (Gestell, Düsen, Rohre), PMMA (Einhausung), Teflon (Schläuche und Dichtung) und NBR (Dichtung).

5.3.2 Aufbau und Steuerung

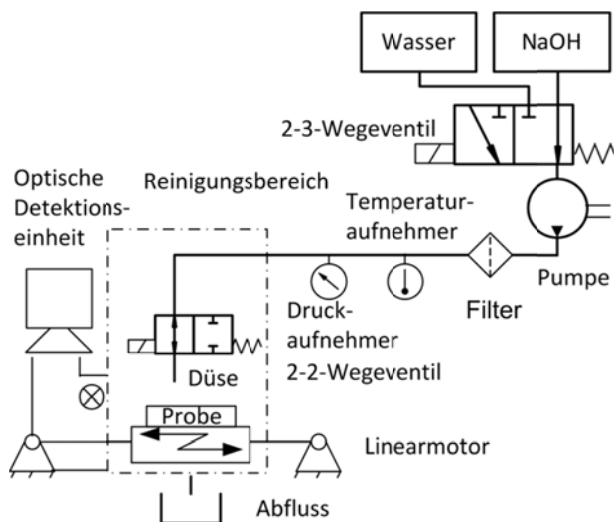


Abbildung 5-14: Prinzipskizze Spritzreinigungsversuchsstand mit optischer Detektionseinheit

Abbildung 5-15: SRVST mit Detailaufnahme von Probenhalterung (1), Düsenstock (2) und optischer Detektionseinheit (3)

Abbildung 5-14 zeigt eine Prinzipskizze des SRVST und Abbildung 5-15 ein Foto des Reinigungsbereichs. Der Aufbau besteht aus einem Tank mit Spülwasser und einem für die Reinigungsflüssigkeit. Die Tanks werden über ein 2-3-Wegeventil mit einer Kreiselpumpe (Fa. Grundfoss CR 2-130 A-F-A-B4BV) verbunden. Eine Regelung des Durchflusses ist nicht vorgesehen, da sich dieser in Abhängigkeit der verwendeten Düse und des jeweiligen Drucks einstellt. Der Betriebsdruck wird durch die

Pumpendrehzahl eingestellt und durch einen Druckaufnehmer (Fa. Endress+Hauser, Cerabar T PMP131) überwacht. Zur Steuerung der Pumpendrehzahl wurde die Pumpe mit einem Frequenzumrichter ausgerüstet. Nachfolgend befindet sich ein Temperatursensor und ein 2-2-Wegeventil (Fa. ESSKA VCW 41-500-5). Der eingebaute Filter (Fa. Donaldson UFTD-S-PP 5µm) soll ein Verstopfen der Düse durch Verunreinigungen der Reinigungsflüssigkeit vermeiden. Die Bewegung der Proben wird durch einen Linearantrieb mit Zahnriemenachse realisiert. Der Prozess ist als verlorene Reinigung ausgelegt und die Reinigungsflüssigkeit wird unterhalb des SRVST in einem Behälter aufgefangen. Die Steuerung der Ventile und der Pumpendrehzahl, die Regelung des Linearmotors sowie die Aufzeichnung der Messdaten der Druck- und Temperaturlaufnehmer erfolgen durch ein CompactDAQ[®] Chassis mit NI-CompactDAQ Modulen der Fa. National Instruments. Die Module werden über einen Laptop mit der Software Labview[®] zeitabhängig gesteuert.

Die Kamera der optischen Detektionseinheit wird durch zwei analoge Zeitrelais (Fa. Trumeter 7955) und einen Kontaktschalter gesteuert. Dieser schaltet die Steuerspannung für die Zeitrelais, welche die Funktionen „Fokussieren der Kamera“ und „Bildaufnahme“ über den Kamerafernauslöser ansteuern. Die Verwendung von ebenen Probengeometrien ermöglicht aber auch die Einstellung eines manuellen Fokus. In diesem Fall ist die Funktion „Fokussieren der Kamera“ ausgeschaltet. Die Belichtungszeit wird kameraseitig manuell eingestellt.

5.3.3 Versuchsablauf

Der Ablauf der Versuchsdurchführung ist in Abbildung 5-16 dargestellt. Den zeitlichen Ablauf der Reinigbarkeitsversuche zeigt das Arbeitsdiagramm in Abbildung 5-17. Eine bessere Probenhandhabung wird erreicht, indem die Proben außerhalb des SRVST in die Probenaufnahme eingespannt werden. Über einen Schnellverschluss wird die Probenaufnahme senkrecht zur Spritzebene am Linearmotor befestigt (Abbildung 5-15). Der Linearmotor bewegt die Probe in der Zuführebewegung mit konstanter Geschwindigkeit durch den Flüssigkeitsstrahl in die optische Detektionseinheit. Beim Einfahren der Probenhalterung in die Detektionseinheit schließt der Kontaktschalter zum Auslösen der Kamerafunktion. Nach der Erfassung der Restverschmutzung wird die Probe in der Rückföhrbewegung wieder in die Ausgangsposition bewegt. Dieser Vorgang wird bis zur optischen Sauberkeit der Probe wiederholt. Die Einschätzung „optisch sauber“ trifft der Bediener des SRVST, indem die Fotos der zu reinigenden Oberflächen an einem Monitor inline auf die Fluoreszenz der Verschmutzung kontrolliert werden. Zur Sicherstellung, dass möglichst keine Rückstände auf der Probe verbleiben, werden nach der Einschätzung „optisch sauber“ noch fünf weitere Reinigungszyklen gefahren.

Da nur eine Detektionseinheit zur Verfügung steht, wird die Probe nur in der Zuföhrung vom Flüssigkeitsstrahl gereinigt. In der Rückföhrung ist die Leitung für die Reinigungsflüssigkeit durch ein 2-2-

Wegeventil geschlossen. Durch diesen Versuchsablauf beträgt die minimal zu realisierende Zeit zwischen zwei aufeinander folgenden Reinigungszyklen (RZ) 10 s. Diese Zeit ist vor allem durch die verwendete Kamera bedingt. Standardmäßig fokussiert die Kamera mit einer Ansprechverzögerung von 3 s und belichtet nach 4 s. Die reproduzierbare Versuchsdurchführung ist nur gewährleistet, wenn über die Versuchsdauer ein gleichbleibender Betriebsdruck an der Düse gegeben ist. Bedingt durch die Pumpenbauart hat das Abschalten der Kreiselpumpe auf der Rückführung einen Druckabfall auf ein unzulässiges Niveau zu Folge. Die Pumpe ist deshalb über die gesamte Versuchsdauer in Betrieb.

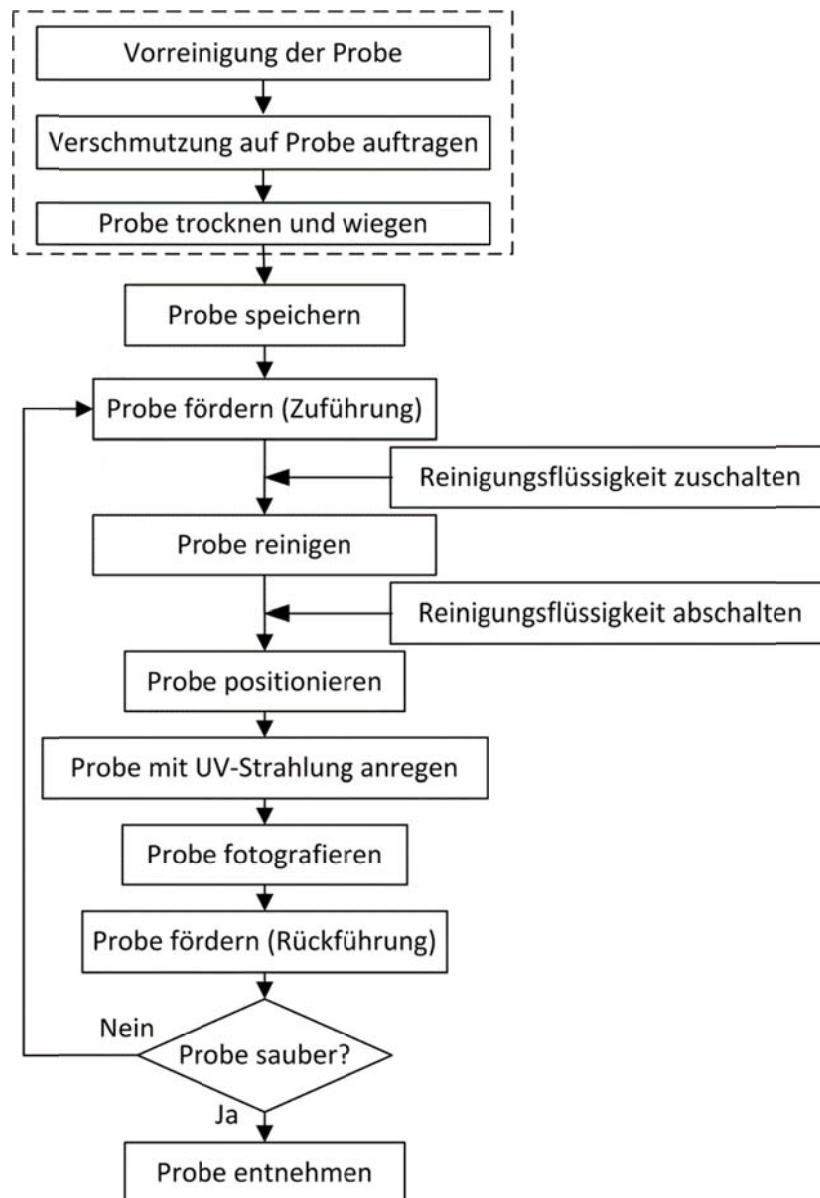


Abbildung 5-16: Ablaufschema Reinigbarkeitstests

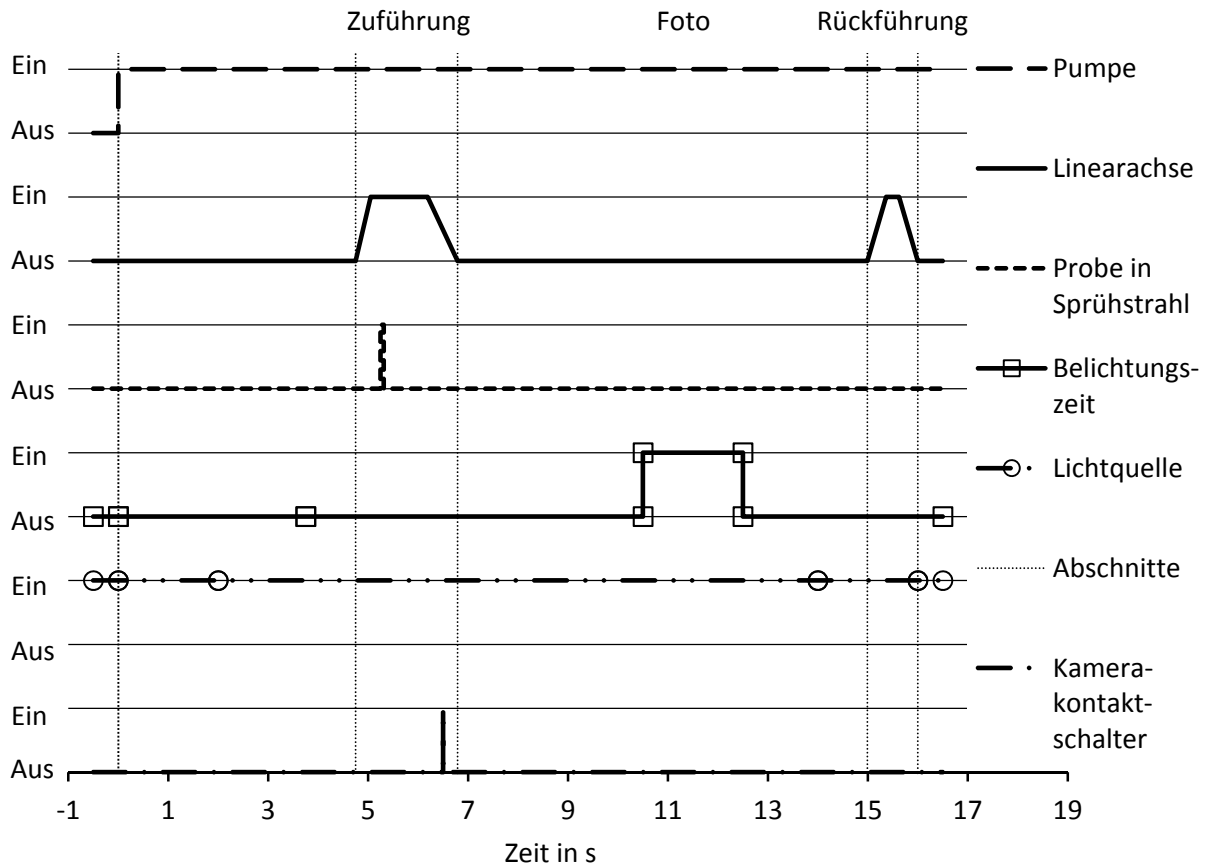


Abbildung 5-17: Arbeitsdiagramm Spritzreinigungsversuchsstand, Einwirkzeit: 16 s

5.4 Methode zur optischen Detektion von Verschmutzungen

5.4.1 Vorbetrachtungen

Zur Überwachung des zeitlichen Ablaufs der Reinigung wird eine optische Methode verwendet, mit der die direkte Erfassung der Restverschmutzung auf der Probenoberfläche mittels Digitalkamera möglich ist. Dafür wird der optische Kontrast zwischen Verschmutzung und Oberfläche durch die Fluoreszenz der Modellverschmutzungen verstärkt und zur Bestimmung der Restverschmutzung genutzt.

Für die Systemauslegung müssen zunächst die Fluoreszenzspektren der Verschmutzung ermittelt und günstige Anregungswellenlängen ausgewählt werden. Empfehlenswert sind solche, die zu einer hohen Fluoreszenzintensität führen und die optische Detektion begünstigen. Vorteilhaft sind Anregungswellenlängen im nicht sichtbaren Bereich $< 380\text{nm}$, da die CCD - Bildsensoren von handelsüblichen Digitalkameras mit Filtern für einen Spektralbereich von ca. $400\text{ nm} - 700\text{ nm}$ sensibilisiert sind. Bei der Verwendung dieser Kameras muss zur Erfassung der Oberflächenverschmutzung die Strahlung in einem Wellenlängenbereich $> 400\text{ nm}$ fluoreszieren.

Als grundlegende Voraussetzung für die Auswertung der optischen Detektionsergebnisse im Sinne der Aufgabenstellung muss ein Zusammenhang zwischen Fluoreszenzintensität und Verschmutzungsmenge nachgewiesen werden. Nur unter der Bedingung eines proportionalen Zusammenhangs kann der zeitliche Verlauf der Detektionsergebnisse als Reinigungsverlauf interpretiert werden.

5.4.2 Experimentelle Bestimmung von Fluoreszenzspektren

Die Untersuchungen wurden mit einem Hitachi F-4500 FL Fluoreszenzspektrometer (Hitachi High-Technologies Corporation) und Edelstahlproben durchgeführt. Diese waren mit der auf Seite 54 als Standard definierten Kartoffelstärke-Uraninmischung beschichtet. Die relativen Fluoreszenzintensitäten wurden im 3D-Modus ermittelt. Bei dieser Einstellung wird die Fluoreszenzintensität in Abhängigkeit der Anregungs- und der Emissionswellenlänge bestimmt. Die Auswertung der Fluoreszenzintensitäten erfolgte manuell aus dem 3D-Spektrum. Für die Untersuchungen wurden die Geräteparameter nach Tabelle 5-5 verwendet und die Fluoreszenzintensitäten in Reflexion gemessen. Bei diesen Messungen werden die Proben im Messgerät so eingespannt, dass der Anregungsstrahl auf die Probe trifft und der Detektor das diffus abgestrahlte Fluoreszenzlicht erfasst. Diese Messanordnung wurde gewählt, weil sie dem späteren Anwendungsfall entspricht.

Tabelle 5-5: Eingestellte Geräteparameter für die Fluoreszenzmessungen

Parameter	Einstellung
Messmodus	3D-Scan
Anregungswellenlänge	200 nm – 650 nm
Messschrittweite Anregung / Emission	5 nm
Wellenlänge Emission	400 nm – 700 nm
Scan-Geschwindigkeit	1200 nm/min
Spaltbreite Anregung / Emission	1 nm / 10 nm
Elektrische Verstärkung (photomultiplier tube)	700 V

Abbildung 5-18 zeigt die relative Fluoreszenzintensität der Kartoffelstärke-Uraninmischung mit 0,012 % Uranin in Abhängigkeit der Anregungs- und Emissionswellenlänge als Konturdiagramm⁵. Jede Kontur begrenzt einen Fluoreszenzintensitätsbereich. Durch die Mischung von Stärke und 0,012 % des Markierungsstoffs Uranin (AP C.I. 45350) wird eine stark fluoreszierende Verschmutzung erzeugt. Das Anregungsmaximum befindet sich bei einer Anregungswellenlänge von 490 nm und

⁵ Messung: A. Gottwald, TU Dresden

zwei Nebenmaxima bei 325 nm sowie 280 nm. Das Emissionsmaximum liegt im Bereich 515 - 520 nm. Diese Ergebnisse entsprechen den in der Literatur angegebenen Werten für Uranin [52]. Die intensive Diagonale gleicher Anregungs- und Emissionswellenlängen ist auf die RAYLEIGH-Streuung zurückzuführen und zeigt damit nur eine scheinbare Fluoreszenz. Des Weiteren erscheint Streulicht, das zur Anregung die doppelte Emissionswellenlänge aufweist. Das entsteht durch höhere Streuordnungen des optischen Gitters, welches im Monochromator des Messgeräts verwendet wird [69].

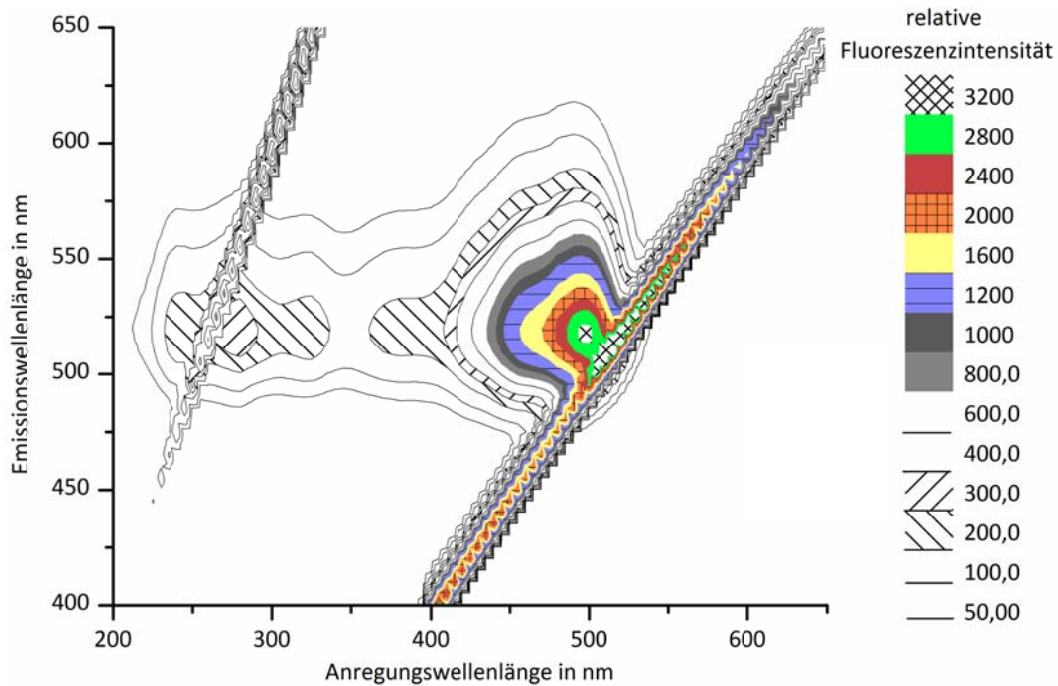


Abbildung 5-18: Relative Fluoreszenzintensität von Stärke-Uraninmischung (0,012 % Uranin) in Abhängigkeit der Anregungs - und Emissionswellenlänge. Jede Kontur begrenzt einen Fluoreszenzintensitätsbereich.

Uranin besitzt die Eigenschaft, dass die Anregung in einem großen Wellenlängenbereich zur Fluoreszenz führt. Für die Auslegung des optischen Monitoringsystems hat das positive Auswirkungen, da somit auch einfachere Leuchtmittel mit einer breiteren spektralen Verteilung zur Anregung verwendet werden können. Für die optische Detektion von Stärke-Uranin bieten die in Tabelle 5-6 aufgeführten Anregungswellenlängen günstige Voraussetzungen. Sie liegen im UV-Bereich und führen zu hohen Fluoreszenzintensitäten im sichtbaren Wellenlängenbereich.

Tabelle 5-6: Günstige Anregungswellenlängen für die optische Detektion der Stärke-Uraninverschmutzung

Stärke-Uraninverschmutzung (0,012 % Uranin)	
Anregungswellenlängen in nm	280 – 375
Emissionswellenlängen in nm	515 – 520

In Untersuchungen mit Probematerialien aus Edelstahl, Sol-Gel-, PTFE (Polytetrafluorethylen)-, FEP (Perfluorethylenpropylen-Copolymer)- und ta-C (Tetraedisch amorpher Kohlenstoff)- Beschichtungen sowie Emaille und Silikon wurden keine störenden Floreszenzen der Substrate festgestellt.

5.4.3 Abhängigkeit der Fluoreszenzintensität von der Verschmutzungsmenge

Zur Ermittlung der Abhängigkeit von Fluoreszenzintensität und Verschmutzungsmenge wurden Edelstahlproben mit unterschiedlichen Verschmutzungsmengen an einem Hitachi F 4500 Fluoreszenzspektrometer (Hitachi High-Technologies Corporation) vermessen. Die verschiedenen Verschmutzungsmengen wurden durch unterschiedliche Schichtdicken aus Stärke-Uranin realisiert. Für die Untersuchungen wurden die im vorherigen Kapitel beschriebenen Einstellungen des Fluoreszenzspektrometers verwendet.

Für die Modellverschmutzung ist in Abbildung 5-19 die relative Fluoreszenzintensität bei einer Emissionswellenlänge (EM) von 513 nm und einer Anregungswellenlänge (EX) von 365 nm in Abhängigkeit vom Verschmutzungsgewicht zu sehen. Mit den untersuchten Verschmutzungsgewichten von 0 – 1,5 mg/cm² ist der für die Reinigbarkeitsuntersuchungen relevante Bereich abgedeckt. Zwischen der relativen Fluoreszenz und dem Verschmutzungsgewicht ist ein linearer Zusammenhang zu verzeichnen. Im untersuchten Bereich kann damit von der Fluoreszenzintensität auf die Restverschmutzung geschlossen werden. Für den methodischen Ansatz dieser Arbeit hat das grundsätzliche Bedeutung. Wenn für Digitalfotos ein Kennwert bestimmt werden kann, der mit der Fluoreszenzintensität korreliert, ist es möglich, aus der Helligkeit eines Fotos die Restverschmutzung zu bestimmen und den Reinigungsverlauf mittels Digitalfotografie zu charakterisieren.

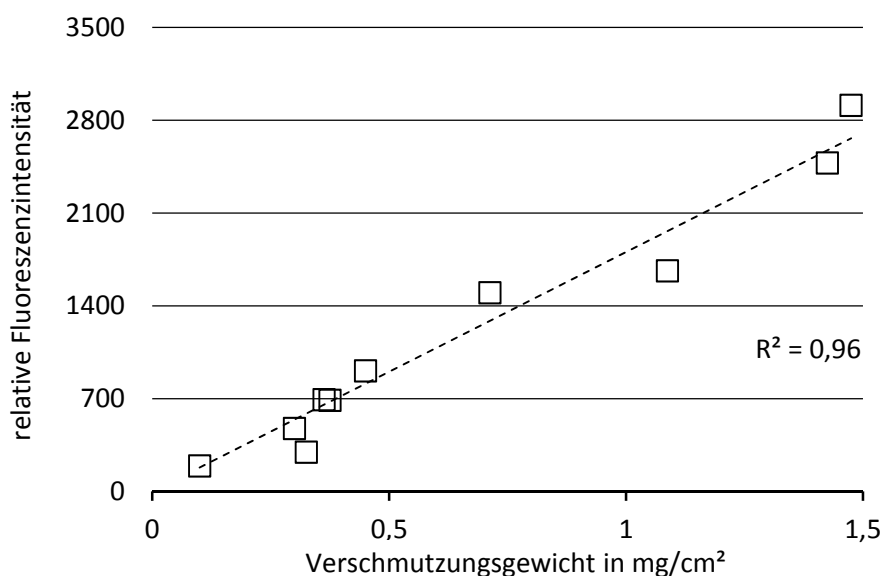


Abbildung 5-19: Relative Fluoreszenzintensität der Stärke-Uraninverschmutzung in Abhängigkeit des Verschmutzungsgewichts bei EX = 365 nm und EM = 513 nm

5.4.4 Versuchsaufbau optische Detektionsmethode

Bei fluoreszierenden Verschmutzungen wird der Helligkeitsunterschied oder Kontrast zwischen der Oberfläche und Verschmutzung durch i) die Emissionsintensität der Verschmutzung und ii) Störlicht beeinflusst.

Die Emissionsintensität kann durch die Wahl von Anregungswellenlängen im Bereich der Anregungsmaxima der Verschmutzung positiv beeinflusst werden. Des Weiteren wird die Emissionsintensität durch höhere Anregungsintensitäten gesteigert. Für die gleichmäßige Emission ist eine Lichtquelle notwendig, die eine ebensolche Beleuchtung der Probenfläche gewährleistet.

Störlicht, das sich negativ auf das Detektionsergebnis auswirkt, umfasst i) Umgebungslicht und ii) entsteht durch die gerichtete bzw. diffuse Reflexion von Anregungsstrahlung auf der Probenoberfläche. Umgebungslicht wird durch eine optische Abschirmung vermieden. Bei gerichteter Reflexion sind, dem Reflexionsgesetz entsprechend, der Einfallswinkel und Reflexionswinkel der Strahlung gleich groß. Durch geeignete geometrische Anordnung von Lichtquelle und Kamera kann der reflektierte Strahl an der Kamera vorbeigeleitet werden. In diesem Fall wird von der Kamera nur das Fluoreszenzlicht der Verschmutzung erfasst. Bei glatten Oberflächen wird die einfallende Strahlung überwiegend gerichtet reflektiert. Ist die Oberfläche im Vergleich zur Wellenlänge rau, wird die Anregungsstrahlung in alle Richtungen diffus reflektiert. Von einem Detektionssystem kann diese Strahlung als Störlicht erfasst werden. Abbildung 5-21 zeigt die diffuse Reflexion von UV VIS-Strahlung an einer Edelstahloberfläche mit einer Rauigkeit von $S_a = 1 \mu\text{m}$ als bläuliche Hintergrundstrahlung. Bei gleichen Einstellungen zeigt Abbildung 5-20 im Vergleich dazu eine Edelstahlprobe mit $S_a = 0,27 \mu\text{m}$ ohne diffuse Reflexion und entsprechend schwarzem Hintergrund. Störende Reflexionen im Wellenlängenbereich der Fluoreszenzstrahlung oder im sichtbaren Bereich können durch optische Sperrfilter, welche die Anregungsstrahlung in diesen Bereichen unterdrücken, reduziert werden.

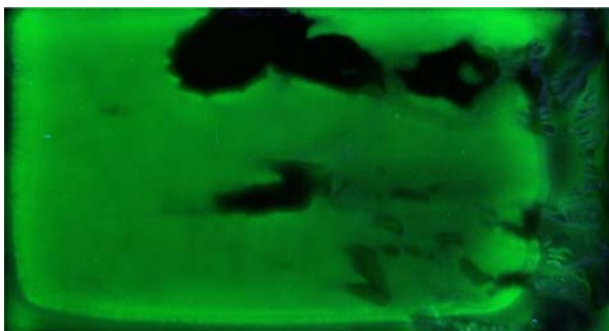


Abbildung 5-20: Edelstahl $S_a = 0,27 \mu\text{m}$ mit Stärke - Uraninverschmutzung; keine diffuse Reflexion

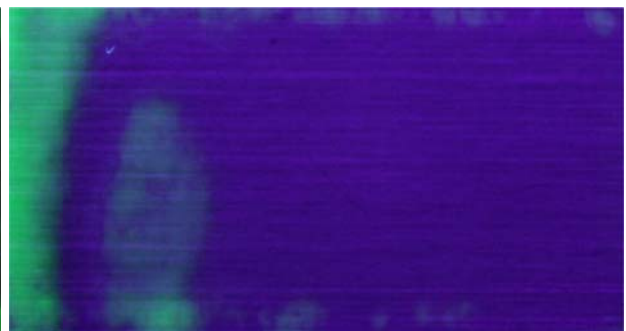


Abbildung 5-21: Edelstahl $S_a = 1 \mu\text{m}$ mit Stärke - Uraninverschmutzung; diffuse Reflexion

Kamera

Im Rahmen dieser Arbeit wird die digitale Konsumentenkamera Konica Minolta Dimage A2 mit folgenden Eigenschaften verwendet⁶.

- Kamerasensor: 2/3“ RGB CCD (8,8 mm x 6,6 mm), Verschlusszeit: 1/2000 s – 30 s
- maximale Auflösung: 3264 x 2448 Pixel, Farbtiefe: 24 Bit
- Brennweite (Kleinbild): 28 mm - 200 mm, Öffnungsverhältnis: 1 : 2,8 - 3,5

Bei dem im Versuchsstand realisierten Abstand der Kamera zur Probe von 300 mm können Aufnahmen der Proben (40 mm x 20 mm) mit einer Auflösung von 1794 x 858 Pixel erreicht werden. Damit ergeben sich die Abmessungen eines Bildpixels zu 23 µm x 24 µm.

Lichtquellen

Für die Anregung der Fluoreszenz von Uranin sind nach Tabelle 5-6, Seite 61 Lichtquellen notwendig, die im UV-Bereich von 200 nm – 380 nm mit ausreichend hoher Intensität strahlen.

Dafür kommen folgende Lichtquellen in Frage:

- Deuterium-Lampen,
- Quecksilber-Mitteldrucklampen,
- Quecksilber-Niederdrucklampen und
- UV-LED.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden UV-LEDs und Quecksilber-Niederdrucklampen für Testzwecke verwendet. Auf Grund der geringen Lebensdauer und der ungleichmäßigen Lichtverteilung der getesteten UV-LEDs wurden Quecksilber-Niederdrucklampen Phillips PL-S 9W 2P genutzt. Deuterium- und Quecksilbermitteldrucklampen wurden aus preislichen Gründen nicht in die Tests einbezogen.

Abbildung 5-22 zeigt die spektrale Intensitätsverteilung der verwendeten Niederdrucklampe, wie sie mit dem Hitachi F-4500 Fluoreszenzspektrometer ermittelt wurde. Das Maximum der spektralen Intensität liegt laut Herstellerangaben bei 365 nm. Wegen gerätetechnischer Einschränkungen des Spektrometers konnte dies aber nicht ermittelt werden. Nachteilig an der ausgewählten Lampe ist der Strahlungsanteil im sichtbaren Wellenlängenbereich. Auf Filterelemente zur Eingrenzung der Wellenlängen der Anregungsstrahlung und zur Trennung von Anregungs- und Fluoreszenzstrahlung kann aber verzichtet werden. Aufgrund der hohen Quantenausbeute von Uranin ist auch bei rauen Proben und geringen Verschmutzungen ein ausreichender Kontrast gegeben, sodass der sichtbare Anteil des Anregungslichts nicht herausgefiltert werden muss (Abbildung 5-21). Abbildung 5-22 zeigt

⁶ Quelle: Produktdatenblatt

ebenfalls die spektrale Verteilung der Fluoreszenzemission von Uranin bei einer Anregung mit 365 nm. Es ist deutlich zu erkennen, dass die verwendete Lampe keinen signifikanten Strahlungsanteil im Emissionsbereich von Uranin besitzt und damit das Messergebnis nicht wesentlich beeinflusst.

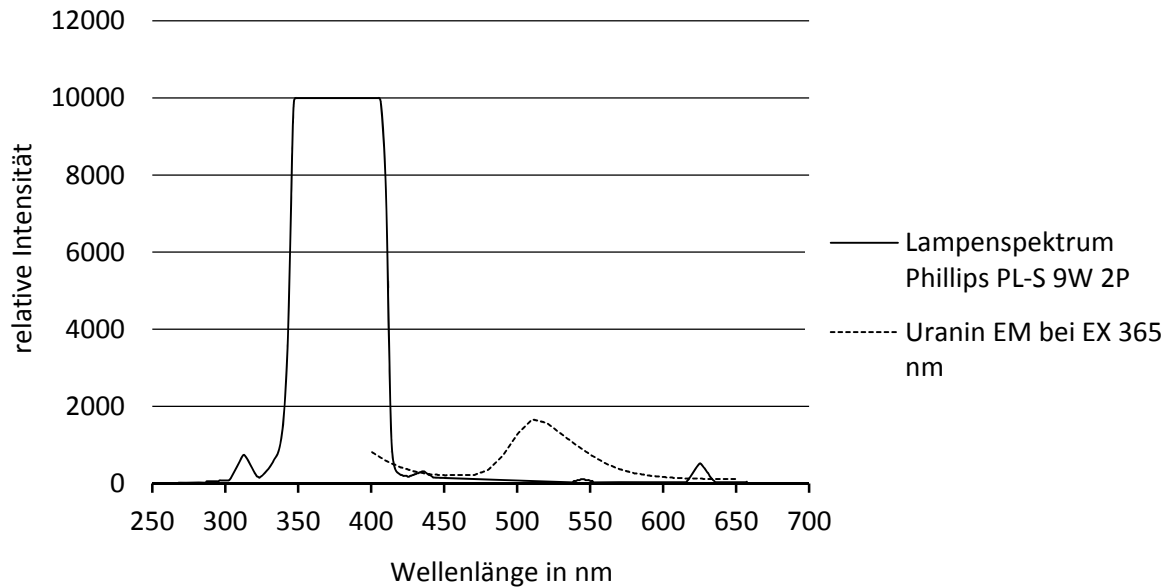


Abbildung 5-22: Spektrale Intensitätsverteilung der verwendeten Quecksilberniederdrucklampe und Emissionsspektrum von Uranin bei Anregung mit 365 nm

Konstruktive Ausführung und Funktionsbeschreibung

Abbildung 5-23 zeigt die konstruktive Ausführung der optischen Detektionseinheit als Blechbiegeteil. Der Versuchsaufbau besteht aus einem Edelstahlgehäuse, in das die Quecksilber-Niederdrucklampe integriert ist. Eine runde Öffnung im oberen Bereich schafft die optische Verbindung zur Kamera. Zur Abdunkelung sind Kamera und Gehäuse durch einen Faltenbalg miteinander verbunden. Über eine weitere Öffnung an der Seite wird die Probe durch den Linearmotor nach der Reinigung unter der Kamera platziert (Abbildung 5-24). Damit die Probe immer die gleiche Position unter der Kamera einnimmt, fährt der Probehalter in eine Zentrierung und gegen einen Anschlag. Der Strahlengang und das Detektionsprinzip sind in Abbildung 5-24 skizziert. Die UV-Beleuchtung ist zur Kamera und Probe so platziert, dass die an der Probe reflektierte Strahlung (gerichtete Reflexion) die Kamera nicht erreicht und nur die ungerichtete Fluoreszenzstrahlung erfasst wird. Zur Reduzierung von Reflexion an den Gehäusewänden wurden diese matt schwarz lackiert.

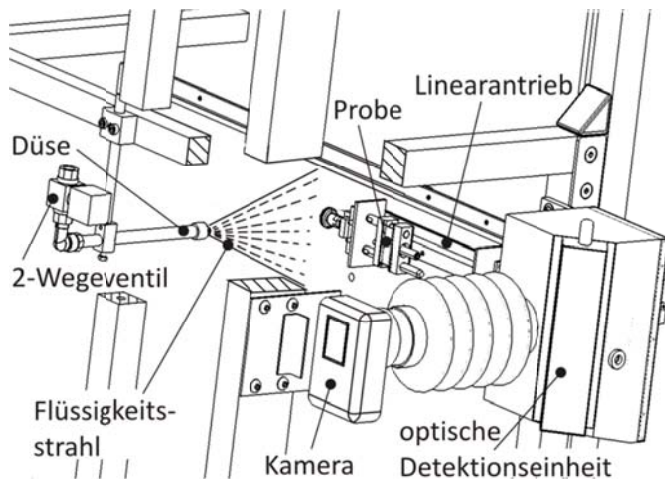


Abbildung 5-23: Modell der optischen Detektionseinheit am SRVST

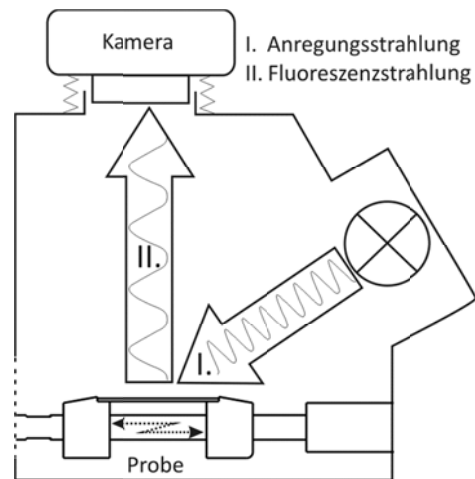


Abbildung 5-24: Prinzipskizze der optischen Detektionseinheit

Zur Aufrechterhaltung der Fluoreszenz bleibt die Lichtquelle während der gesamten Reinigung eingeschaltet. Das ist auch zur Vermeidung von Intensitätsschwankungen der Lichtquelle nach dem Einschalten nötig. In der Standardprozedur wird die Lichtquelle zur Vermeidung des Intensitätsdrifts eine Stunde vor Versuchsbeginn eingeschaltet. Mögliche Änderungen der Leuchtintensität infolge steigender Temperatur der Lichtquelle müssen wegen des zu hohen konstruktiven Aufwands einer Kühlvorrichtung in Kauf genommen werden. Zum Alterungsverhalten der Lichtquelle und einer damit verbundenen Änderung der Leuchtintensität können keine Angaben gemacht werden. Vom Lampenhersteller werden diesbezüglich keine Informationen zur Verfügung gestellt. Der Abstand zwischen Kamera und Probe beträgt 300 mm.

Kameraeinstellungen

Die Lichtempfindlichkeit einer Kamera bestimmt, welche Helligkeitsunterschiede detektiert werden können. Diese kann über die Blendeneinstellung, den ISO-Wert und die Belichtungszeit beeinflusst werden. Zur Bestimmung der optimalen Kameraeinstellungen wurden umfangreiche Voruntersuchungen durchgeführt. Die großen Helligkeitsunterschiede während des Reinigungsprozesses führen dazu, dass mit der verwendeten Kamera keine Einstellungen zur optimalen Erfassung des gesamten Reinigungsverlaufs gefunden werden können. Eine dynamische Kameraeinstellung ist bei dem verwendeten Gerät nicht möglich. Es hat sich gezeigt, dass Einstellungen zur sensitiven Auflösung des Reinigungsbeginns zu einer unzureichenden Detektion des Reinigungsendes und damit zu kürzeren Reinigungszeiten führen. Umgekehrt führt die genauere Auflösung des Reinigungsendes zur Überbelichtung der Aufnahmen während der ersten Reinigungszyklen.

Die Kameraeinstellungen in Tabelle 5-7 entsprechen insoweit einem Kompromiss, als dass Einstellungen gewählt wurden, mit denen das Reinigungsende sensitiv aufgelöst wird. Die genaue Bestimmung des Reinigungsendes erscheint als eine notwendige Voraussetzung für die Auswertung und Ableitung von Kennwerten (siehe Kapitel 5.6, Seite 75). Ein höherer ISO-Wert wurde nicht gewählt, da sich die Bildqualität durch Rauschen (Störungen) verschlechtert.

Tabelle 5-7: Kameraeinstellungen für Untersuchungen mit Stärke-Uraninverschmutzung

Verschmutzung	Blende	Belichtungszeit in s	ISO-Wert
Stärke-Uranin	F 8	2	100

Für andere Verschmutzungen und optische Komponenten ist zu prüfen, ob diese Einstellungen auch zu zufriedenstellenden Detektionsergebnissen führen.

5.5 Messdatenauswertung

5.5.1 Definition des Messwerts

Die Sauberkeit oder Verschmutzung der Proben ist die Messgröße bei Reinigbarkeitsuntersuchungen. Als Messwert, über den diese bestimmt wird, kommen bei dem optischen Verfahren Flächeninhalte oder die Helligkeit des Bilds in Frage. Die Bilder von fluoreszierenden Verschmutzungen auf technischen Oberflächen besitzen einen hohen Kontrastumfang. Gegenüber dem dunklen Untergrund sind die hellen Verschmutzungsbereiche deutlich abgegrenzt. Softwaretechnisch kann durch einen Farbwertvergleich die verschmutzte Fläche ermittelt werden [74]. Allerdings wird mit diesem Verfahren nur unterschieden, ob ein Oberflächenbildpunkt verschmutzt ist oder nicht. Damit können Prozesse charakterisiert werden, deren Reinigungsverhalten vorwiegend durch adhäsives Versagen gekennzeichnet ist und die Verschmutzung an der Grenzschicht zur technischen Oberfläche abgetrennt wird. Der graduelle oder schichtweise Abtrag einer Stärkeverschmutzung, der mit einer Schichtdickenabnahme einhergeht (kohäsives Versagen), kann damit nicht hinreichend genau untersucht werden.

Wenn die Schichtdickenreduzierung mit der Abnahme der Verschmutzungsmasse korreliert, so muss sich nach Kapitel 5.4.3 und Abbildung 5-19, Seite 62 auch eine Abnahme der Fluoreszenzintensität und damit der Bildhelligkeit ergeben. In der Bildverarbeitung definiert der Grauwert den Helligkeits- oder Intensitätswert eines Bildpunkts unabhängig von der Farbe. Nachfolgend wird gezeigt, dass der Grauwert (GW) von Digitalbildern zur Ermittlung der Oberflächenverschmutzung und zur Analyse des Reinigungsverlaufs im Rahmen von Reinigbarkeitsuntersuchungen geeignet ist.

5.5.2 Auswahl des Bilddatenformats und Datenverarbeitung

Von der verwendeten Digitalkamera können die Bilder wahlweise im Datenformat JPEG, TIFF oder RAW abgespeichert werden. JPEG benötigt in der Bildverarbeitung den geringsten Speicherplatzbedarf, ist aber auf Grund der angewendeten Bildkompressionsverfahren (z.B. Farbraumumrechnung, Tiefpassfilterung, Quantisierung) der Rohdaten verlustbehaftet. Bei gebräuchlichen JPEG-Formaten stehen für die Farbabstufung pro Farbkanal 8 Bit zur Verfügung. Damit ist die Helligkeit in Werten zwischen 0 - 255 darstellbar. Für das Datenformat TIFF werden verlustlose Verfahren zur Datenkompression der Rohdaten verwendet. Die Farbtiefe ist nicht auf 8 Bit beschränkt und es sind entsprechend mehr Helligkeitsabstufungen möglich. Als RAW werden die digitalen Rohdaten des Bildsensors abgespeichert. Sie müssen stets nachbearbeitet werden, enthalten aber alle erfassten Details. Bei RAW-Daten umfasst die Helligkeitsabstufung die kameraseitig mögliche Farbtiefe. Bei den üblicherweise eingesetzten Bayer-Sensoren liegt vor jedem Bildpunkt ein Filter für eine der Grundfarben Rot-Grün-Blau (RGB). Die Interpolation dieses Farbmosaiks stellt die hauptsächliche Nacharbeit dar. Grauwertvergleiche von Proben mit Testverschmutzungen, die im JPEG-, TIFF- und RAW-Format gespeichert wurden, zeigten keine signifikanten Unterschiede der GW. Aufgrund des geringen Nachbearbeitungsaufwands und Speicherbedarfs werden die Bilder im JPEG-Format verwendet.

Von der eingesetzten Kamera werden die JPEG-Bilder mit RGB-Farbwerten gespeichert. Im RGB-Farbraum kann der GW nach Gleichung 19 errechnet werden. Bei 8 Bit-Auflösung wird der GW auf Intensitätswerte zwischen 0 und 255 gebracht.

$$GW = 0,2989 \cdot Rot + 0,587 \cdot Grün + 0,144 \cdot Blau \quad \text{Gleichung 19}$$

Die Gewichtung der Farbwerte entspricht der Farbempfindlichkeit des menschlichen Auges.

Nach dem Zuschneiden der Fotos auf Probengröße wird entsprechend Gleichung 19 jedes Pixel der Farbfotos in einen GW mit Werten zwischen 0 (schwarz) und 255 (weiß) umgewandelt (MATLAB Funktion *rgb2gray*) und auf Werte zwischen 0 (schwarz) und 1 (weiß) skaliert. Anschließend wird nach Gleichung 20 der gemittelte GW für eine Fläche von $e \times f$ Pixel bestimmt. Das Zuschneiden der Einzelbilder aus den Reinigungsversuchen auf die Probenabmessung erfolgt mittels der Software Microsoft Office Picture Manager[®] und die Bildauswertung mittels Mathlab[®].

$$GW_{\text{Fläche,Mittelwert}} = \frac{1}{e \cdot f} \sum_{i=1}^e \sum_{j=1}^f GW(i, j) \quad \text{Gleichung 20}$$

5.5.3 Ermittlung des Reinigungsverlaufs

Entsprechend dem in Kapitel 5.3.3, Seite 57 beschriebenen Versuchsablauf wird nach jedem Reinigungszyklus die Probenoberfläche in der optischen Detektionseinheit fotografiert, bis die Probe optisch sauber ist. Tabelle 5-8, Beispiel 1 zeigt beispielhafte Bilder von Edelmetalloberflächen mit unterschiedlicher Stärke – Uraninverschmutzung und die zugehörigen GW. Die Bilder sind aufeinander folgende Aufnahmen aus einem Reinigbarkeitstest und zeigen deutlich die Abnahme der Bildhelligkeit infolge des Verschmutzungsabtrags. Aus allen Fotos eines Reinigungsversuchs ergibt sich eine charakteristische Kurve mit dem Verlauf des GW über der Anzahl der Reinigungszyklen (Abbildung 5-28, Seite 74).

Tabelle 5-8: Mittlere Grauwerte für Edelmetallproben mit unterschiedlichen Stärke – Uraninverschmutzungen, Beispiel 1: gemittelter GW über gesamte Probe, Beispiel 2: gemittelter GW in 5x11 Bereichen bestimmt

Beispiel 1																								
	GW	0,51	0,41	0,39	0,37	0,33	0,28	0,23	0,18															
Beispiel 2																								
		← GW= 0,64	← GW= 0,63	← GW= 0,62	← GW= 0,62	← GW= 0,58	← GW= 0,6	← GW= 0,55	← GW= 0,51	← GW= 0,46	← GW= 0,43	← GW= 0,46	← GW= 0,52	← GW= 0,47	← GW= 0,33	← GW= 0,05	← GW= 0,02	← GW= 0,2	← GW= 0,5	← GW= 0,38	← GW= 0,2	← GW= 0,01	← GW= 0,01	← GW= 0,02
GW	0,61				0,49				0,28				0,17											

Neben der vollflächigen GW-Analyse kann mit den vorliegenden Daten auch eine orts aufgelöste Auswertung durchgeführt werden, indem das Bild in mehrere Bereiche eingeteilt wird. Diese Variante kann insbesondere bei stark inhomogener GW-Verteilung sinnvoll sein. In Beispiel 2, Tabelle 5-8 wurden die Bilder aus einem weiteren Reinigbarkeitstest beispielhaft in 5 x 11 Bereiche aufgeteilt und die GW für jeden Bereich ermittelt. Wegen der Anschaulichkeit sind die GW nur für ausgewählte Bereiche eingetragen. Als Ergänzung ist unter den Bildern der mittlere GW über alle Bereiche angegeben.

Korreliert der GW - Verlauf mit dem Verlauf der Restverschmutzung auf der Probenoberfläche, kann die Grauwertkurve als Reinigungskurve definiert werden, aus der Kennwerte zur Charakterisierung der Reinigbarkeit bzw. zur Wirkung von Einflussfaktoren abgeleitet werden können. Nachfolgend

wird gezeigt, dass der dafür notwendige Zusammenhang zwischen Verschmutzungsmenge und GW gegeben ist.

Zusammenhang zwischen Verschmutzungsmenge und Grauwert

Untersuchungen zur Überprüfung dieses Zusammenhangs wurden mit der optischen Detektionseinheit und den in Tabelle 5-7 aufgeführten Einstellungen für die Stärke-Uraninverschmutzung durchgeführt. In acht Versuchsreihen wurden auf Edelstahlproben Verschmutzungsgewichte im Bereich $0,02 \text{ mg/cm}^2 \leq m_0 \leq 2,2 \text{ mg/cm}^2$ aufgetragen. Schichten ab $0,1 \text{ mg/cm}^2$ wurden aufgerakelt. Für geringere Verschmutzungsgewichte wurden ausgehend von der in Kapitel 5.2.4, Seite 51 beschriebenen Stärke-Uraninmischung acht Verdünnungsschritte durchgeführt und Tropfen mit einem Volumen von $10 \mu\text{l}$ auf die Proben aufpipettiert. Der mögliche Einfluss der Oberflächenrauigkeit des Edelstahls wurde in einer separaten Versuchsreihe durch die Verwendung von zwei Proben $S_a = 0,27 \mu\text{m}$ und $S_a = 1 \mu\text{m}$ beachtet. Um die feuchten Bedingungen bei Reinigungsversuchen nachzustellen, wurden die Proben vor der Untersuchung mit 0,5 % NaOH benetzt. Von den so behandelten Proben wurden mit der optischen Detektionseinheit Fotos aufgenommen und die mittleren Grauwerte bestimmt.

Der gemessene GW ergibt sich durch die Helligkeit der Verschmutzung und die Albedo des Probenmaterials. Die Albedo wird durch diffuse Reflektion der Anregungsstrahlung verursacht und von der Oberflächenrauigkeit beeinflusst. Für die glatte Probe in Abbildung 5-20, Seite 63 wird beispielsweise eine niedrige Albedo mit einem $\text{GW} = 0,03$ und für die raue Probe in Abbildung 5-21 eine hohe Albedo mit einem $\text{GW} = 14, 34$ gemessen. Zur Vergleichbarkeit der Messergebnisse wurde von den gemessenen GW jeweils die Albedo der sauberen Probe subtrahiert.

Im Ergebnis konnte die in Abbildung 5-25 dargestellte Abhängigkeit festgestellt werden. Für den Bereich bis $m_0 = 1,2 \text{ mg/cm}^2$ kann ein linearer Zusammenhang ermittelt werden. Damit werden mit diesem Versuchsaufbau Ergebnisse erzielt, die qualitativ mit denen vom Fluoreszenzspektrometer (Abbildung 5-19, Seite 62) vergleichbar sind. Die GW von höheren Verschmutzungsgewichten weichen vom linearen Verlauf ab. Weitere Untersuchungen zeigten, dass für die gewählten Einstellungen ab einem Verschmutzungsgewicht von ca. $1,2 \text{ mg/cm}^2$ der Sättigungsbereich des Kamerasensors beginnt und der Verlauf deshalb abknickt. Der konvergierende Verlauf kann zusätzlich durch eine zunehmende Abschirmung der Fluoreszenzemissionen aus den unteren Schichten mit steigender Schichtdicke verursacht werden. Für die durchzuführenden Reinigbarkeitsuntersuchungen sollte deshalb ein Probengewicht von $1,2 \text{ mg/cm}^2$ nicht überschritten werden. Bei der vorliegenden Verschmutzung entspricht das der in Kapitel 5.2.3, Seite 50 getroffenen Einschränkung auf einen Rakelspalt von maximal $200 \mu\text{m}$.

Mit dem gefundenen Zusammenhang kann formal vom Grauwert auf das Verschmutzungsgewicht geschlossen werden und die Reinigungsergebnisse sind als zeitlicher Verlauf der Abnahme der Restverschmutzung interpretierbar. Auffällig sind allerdings die Streubreiten der Messwerte, was sich auch in dem vergleichsweise niedrigen Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,92$ widerspiegelt.

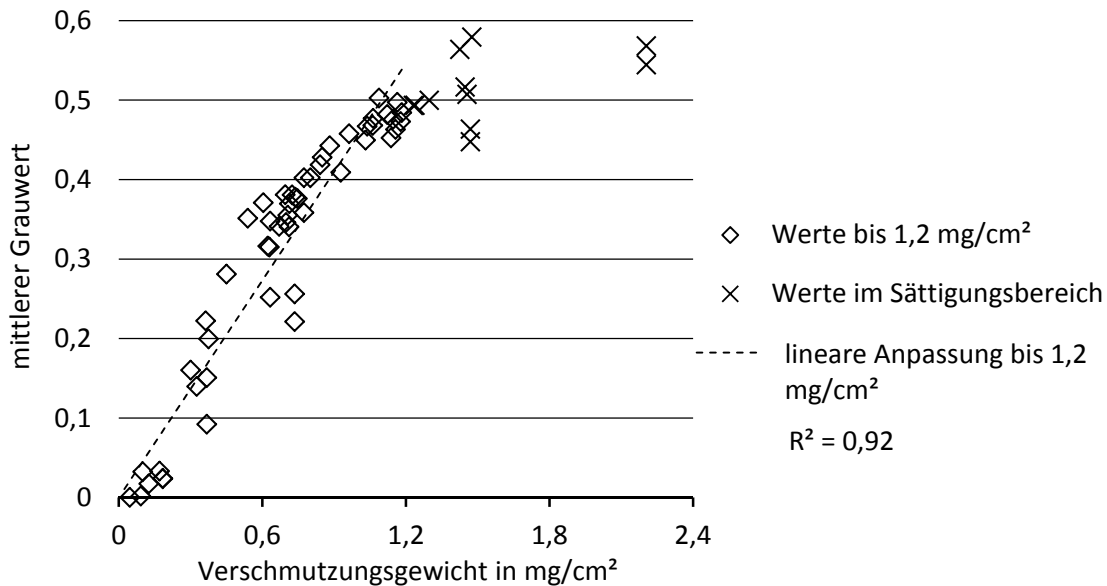


Abbildung 5-25: Mittlerer Grauwert von Stärke-Uranin in Abhängigkeit des VG

Diskussion möglicher Einflussfaktoren des Grauwerts

Als Ursache für die Abweichungen der GW kommen sowohl systematische als auch zufällige Fehler in Betracht. Fehler, die auf schwankende Eigenschaften der Verschmutzung zurückzuführen sind, können beim Anmischen der Stärkeverschmutzung entstehen. Insbesondere muss die geringe Uraninmenge von $0,03 \text{ g}$ bei der 250 ml Standardmischung als kritisch betrachtet werden. Feuchteschwankungen im Uraninpulver können zu Unterschieden in der Uraninkonzentration führen. Wegen der hohen Quantenausbeute von Uranin und der Konzentrationsabhängigkeit der Fluoreszenz ergeben sich daraus Schwankungen in der Fluoreszenzintensität und damit im Grauwert. Weiterhin bewirkt schon geringer Lichteinfluss in kurzer Zeit die Zerstörung von Uranin in Lösung und damit die Schwächung der Fluoreszenz [52].

Auf der technischen Seite hat die Anregungsintensität Einfluss auf den Grauwert, da die Fluoreszenzintensität von der Anregungsintensität abhängig ist (Kapitel 3.4.2, Seite 33). Bei der im SRVST verwendeten Quecksilber-Niederdrucklampe kann eine zeitliche oder temperaturbedingte Änderung der Anregungsintensität nicht ausgeschlossen werden. Die Voraussetzungen zur messtechnischen Erfassung der Anregungsintensität sind für den vorliegenden Versuchsaufbau derzeit noch nicht geschaffen, wodurch die Normierung der Anregungsintensität noch nicht durchgeführt werden kann. Als problematisch werden auch Schwankungen in den technischen Eigenschaften von Kameras ange-

sehen, die bei der verwendeten Konsumentenkamera aber nicht überwacht und kompensiert werden können. In begleitenden Untersuchungen wurde bei digitalen Industriekameras mit steigender Sensortemperatur eine starke Zunahme des Bildrauschens festgestellt⁷. Das wirkt sich wiederum auf den mittleren Grauwert des Bilds und somit auf die Bestimmung des Verschmutzungsgewichts aus. Ein derartiger Einfluss kann bei der verwendeten Kamera nicht ausgeschlossen werden.

Ein signifikanter Einfluss der Stärkequellung als Folge des Kontakts mit 0,5% NaOH auf den mittleren Grauwert kann dagegen ausgeschlossen werden. In Untersuchungen wurde der zeitliche Verlauf des mittleren Grauwerts bestimmt, nachdem waagrecht liegende und mit Stärke – Uranin verschmutzte Edelstahlproben im SRVST mit der Reinigungsflüssigkeit 0,5 % NaOH benetzt wurden. Abbildung 5-26 zeigt drei Verläufe von Proben, die ein-, zwei- oder dreimal bespritzt wurden. Nach dem Bespritzen und dem damit verbundenen Abtrag von Stärke – Uranin ist deutlich die Reduzierung des Grauwerts zu erkennen. Im weiteren Verlauf bleibt der Grauwert konstant. Der Mittelwert des Variationskoeffizienten für den GW-Verlauf beträgt für die untersuchten Proben 0,16 %.

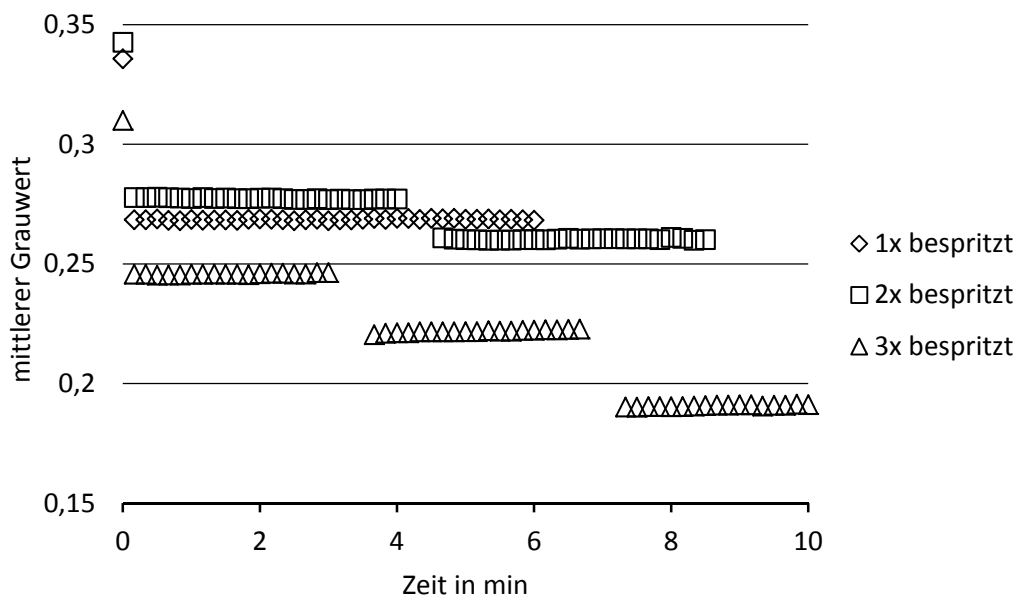


Abbildung 5-26: Einfluss der Quellung der Stärke – Uraninverschmutzung auf den zeitlichen Verlauf des mittleren Grauwerts nach ein-, zwei- oder dreimaligem Bespritzen mit 0,5 % NaOH

Wegen der bestehenden Messunsicherheiten wird derzeit die Umrechnung des mittleren Bildgrauwerts in ein äquivalentes Gewicht der Restverschmutzung nicht in Betracht gezogen. Die Reinigungskurve wird als Verlauf des mittleren GW in Abhängigkeit der Reinigungszyklen angegeben (Abbildung 5-28). Da aber ein linearer Zusammenhang zwischen GW und Verschmutzungsgewicht gefunden

⁷ Messungen: Manuel Helbig, TU Dresden

wurde, wird davon ausgegangen, dass der GW-Verlauf den Reinigungsverlauf ausreichend genau beschreibt und als Basis für die nachfolgende Ableitung von Kennwerten dienen kann.

5.5.4 Überprüfung der Grauwertanalyse mittels Nah-Infrarot -Spektroskopie

Um die Annahme, dass der Grauwertverlauf den Reinigungsverlauf repräsentiert, mit einer alternativen Methode zu überprüfen, wurden Untersuchungen zur Detektion von Stärke mittels Nah-Infrarot (NIR)-Spektroskopie durchgeführt. Bei der NIR-Spektroskopie wird die relative Adsorption der NIR-Strahlung in charakteristischen Wellenzahlbereichen bestimmt [76]. Über stoffspezifische Adsorptionsbanden kann auf die Art und Konzentration der zu untersuchenden Moleküle geschlossen werden [75]. In Voruntersuchungen wurde der für Stärke interessante Wellenzahlbereich auf 4000–7000 cm^{-1} begrenzt [74]. Für die Überwachung des Reinigungsverlaufs am SRVST wurde von der Fa. Bruker Optik GmbH ein NIR-Spektrometer Matrix F mit fasergekoppeltem Messkopf zur Verfügung gestellt. Der Messkopf wurde in den SRVST integriert und ersetzte in diesen Untersuchungen die Kamera und UV-Beleuchtung der optischen Detektionseinheit. Die Durchführung der Reinigbarkeitsuntersuchungen und die Art der Probenanalyse (Reflexionsmessung) wurde nicht verändert und erfolgte, wie in Kapitel 5.3.3, Seite 57 beschrieben.

Abbildung 5-27 zeigt alle aufgenommenen NIR-Spektren eines Reinigungsversuchs in Abhängigkeit der Reinigungszyklen als 3D-Grafik. Als problematisch für die Auswertung erwies sich die Adsorptionsbande von Wasser bei der Wellenzahl 5300 cm^{-1} . Da es während der Reinigung mit NaOH zum Quellen der Stärke und zur Einlagerung von Wasser in den Stärkeverband kommt (Kapitel 2.2.3 und 6.4.2), überdeckt die Wasseradsorptionsbande charakteristische Bereiche von Stärke. Unter der Annahme, dass nach der Quellung die auf der Probe befindliche und durch die Stärke gebundene Wassermenge mit der Stärkemenge korreliert [117], kann aber der Reinigungsverlauf über die relative Adsorption bei 5300 cm^{-1} verfolgt werden. Eine exakte Kalibrierung war unter den Bedingungen am SRVST nicht möglich, es wurde deshalb eine manuelle Auswertung der Spektren durchgeführt, indem die Summe der relativen Adsorptionen im Wellenzahlbereich 5507,5 - 5184,3 cm^{-1} gebildet wurde⁸.

In Abbildung 5-28 sind die entsprechenden Werte in Abhängigkeit der Reinigungszyklen dargestellt. Zum besseren Vergleich wurden die Messwerte auf 0 – 1 skaliert. Während der ersten vier Reinigungszyklen ist ein Anstieg der relativen Adsorption zu verzeichnen und im weiteren Verlauf ein Abfall. Der Anstieg ist auf das Quellen und die Flüssigkeitsaufnahme der anfangs trockenen Stärkeschicht zurückzuführen. In diesem Bereich können aus der Kurve keine Aussagen zum Stärkeabtrag abgeleitet werden. Die nachfolgende Abnahme der relativen Adsorption weist auf den Abtrag der Stärkeschicht hin. Der qualitative Vergleich des Verlaufs der relativen Adsorption mit Grauwertver-

⁸ Datenauswertung: Ursula Eschenhagen, TU Dresden

läufen aus Reinigungsuntersuchungen von Proben mit vergleichbarem Verschmutzungsgewicht zeigt in Abbildung 5-28 eine gute Übereinstimmung und bestätigt damit hinreichend genau die Annahme, dass der Grauwertverlauf den zeitlichen Verlauf des Stärkeabtrags repräsentiert.

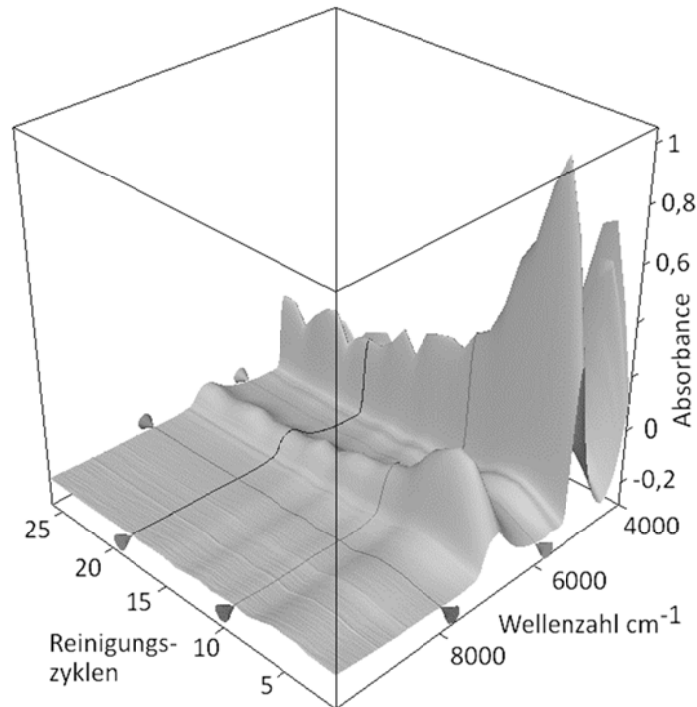


Abbildung 5-27: NIR-Spektren einer stärkeverschmutzten Edelstahlprobe in Abhängigkeit der Reinigungszyklen

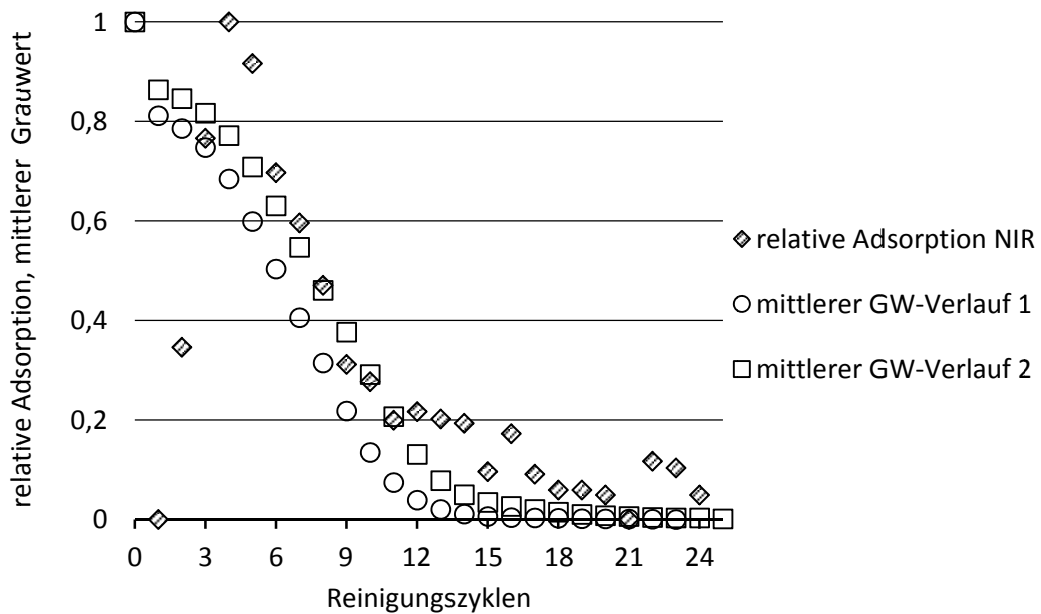


Abbildung 5-28: Mittlerer Grauwertverlauf und relative NIR-Adsorption (Wellenzahlbereich: 5507,5 - 5184,3 cm⁻¹) über der Anzahl der Reinigungszyklen, skaliert 0-1

5.6 Ableitung von Kennwerten

5.6.1 Auswahl des mathematischen Modells zur Beschreibung des Reinigungsprozesses

Zur Auswertung der Reinigungsuntersuchungen ist es notwendig, aus den Reinigungskurven charakteristische Kennwerte abzuleiten, mit denen das Reinigungsverhalten verschiedener Systeme objektiv verglichen werden kann. In Kapitel 2.3.6, Seite 20 wurden dazu verschiedene Kennwerte vorgeschlagen. Mit der vorliegenden Datenbasis ist die Bestimmung von Schwellwerten, wie zum Beispiel der Anzahl von Reinigungszyklen x_{95} , die notwendig sind, um 95 % der Anfangsvermutzung zu entfernen, und der Reinigungsrate nur durch Interpolation zwischen Datenpunkten möglich. Das ist zeitaufwändig und fehlerbehaftet. Ein mathematisches Modell zur Beschreibung des Kurvenverlaufs und Ableitung der Kennwerte ist hier vorzuziehen. Wie in Kapitel 2.3.6, Seite 20 dargelegt, erscheint das Weibull-Modell nach DÜRR [26] hierfür geeignet. Es ist im Zusammenhang mit Reinigungsuntersuchungen gut beschrieben und bietet die Möglichkeit zur reinigungstechnischen Interpretation von Kennwerten [132]. Insbesondere wurde auch die Anwendung des Modells zur Beschreibung von Spritzreinigungsprozessen durch DÜRR UND WILDBRETT [28] gezeigt.

Der Grenzwert der Weibullfunktion nach DÜRR liegt für große Werte von x bei $r(x) = 0$. Bei $x = 0$ beträgt der Wert der Weibullfunktion $r(x) = 1$. Die originalen Grauwerte der Reinigungskurven liegen, in Abhängigkeit der Verschmutzungsmenge und Oberflächenrauigkeit, für die Anfangsvermutzung bei maximal 0,85 und für die Endwerte (sauberes Substrat) bei minimal 0,03. Um die Weibullfunktion anwenden zu können, ist eine Skalierung der Reinigungskurven auf Eins bis Null notwendig. Bei unterschiedlich starken Kurvenanstiegen kann die Skalierung die Kennwerte beeinflussen. Nachfolgend wird deshalb an einem repräsentativen Spektrum an Reinigungskurven gezeigt, dass es zu keiner signifikanten Änderung der Kennwerte durch die Skalierung kommt. Zu Vergleichszwecken werden die originalen Grauwertverläufe mit der Sigmoidfunktion beschrieben [58]. Sie ist eine beschränkte, differenzierbare und reelle Funktion mit einem s-förmigen Graphen. Sie ist monoton fallend bzw. steigend und nähert sich mit steigender Laufvariable x einem Grenzwert. In Voruntersuchungen konnte der Verlauf experimentell ermittelter Reinigungskurven mit der Sigmoidfunktion nachvollzogen werden. Die Beschreibung der Funktionen erfolgt im anschließenden Kapitel.

5.6.2 Messdatenvorbereitung

Abbildung 5-29 zeigt zwei typische Grauwertkurven von Reinigungsuntersuchungen mit verkleisterter und getrockneter Stärke-Uraninverschmutzung. Charakteristisch ist der Abfall des Grauwerts durch den ersten Reinigungszyklus. Dieser Abfall ist wahrscheinlich auf lose an der Stärkeoberfläche anhaftendes Uranin zurückzuführen, das durch den ersten Reinigungszyklus abgespült wird. Diese Vermutung wird durch Untersuchungsergebnisse gestützt, nach denen an den Proben kein messbarer Ge-

wichtsverlust durch den ersten Reinigungszyklus festgestellt werden konnte. Zur Überprüfung der Vermutung wurde in einer zweiten Testreihe der Einfluss des ersten Reinigungszyklus auf die Grauwertabnahme und den weiteren Reinigungsverlauf untersucht. Dazu wurde der erste Zyklus der Spritzreinigung mit dem kurzen Eintauchen von Proben in 0,5 % NaOH verglichen. Das Eintauchen wurde so ausgeführt, dass keine signifikante Reinigung erfolgte. Nach dem Eintauchen wurden die Proben im SRVST gereinigt. Es konnten keine bedeutsamen Unterschiede im Reinigungsverlauf zwischen den „eingetauchten“ und normal gereinigten Proben festgestellt werden. Ebenso war die Grauwertabnahme in beiden Fällen vergleichbar. Dieses Verhalten wurde auch bei anderen Reinigungsuntersuchungen festgestellt. In 32 Versuchen, die mit den in Kapitel 6, Seite 83 beschriebenen Parametern durchgeführt wurden, fiel der GW im Mittel um 19,05 % mit einem Konfidenzintervall von 1,27 % ($n = 32, z = 8$) ab.

Das für die leichte Entfernung von Stärkeschichten notwendige Quellen der Verschmutzung ist ein zeitabhängiger Prozess (Kapitel 2.2.3, Seite 7). Bei den durchgeführten Reinigungsuntersuchungen beträgt die Zeit, in der die Standardprobe (20 mm x 40 mm) durch den Flüssigkeitsstrahl fährt, 0,063 s. Im Zeitrahmen des ersten Reinigungsschritts ist die trockene Stärkeoberfläche noch nicht aufgeweicht, sodass es nur zu einem oberflächlichen Abspülen kommen kann (siehe auch Kapitel 6.4.2, Seite 89).

Es wird deshalb im Weiteren davon ausgegangen, dass der Abfall eine charakteristische optische Eigenschaft der untersuchten Verschmutzung darstellt, aber nicht kennzeichnend für den Verlauf des Stärkeabtrags ist. Der erste Reinigungsschritt wird bei den nachfolgenden Kurvenanalysen nicht beachtet (Abbildung 5-30).

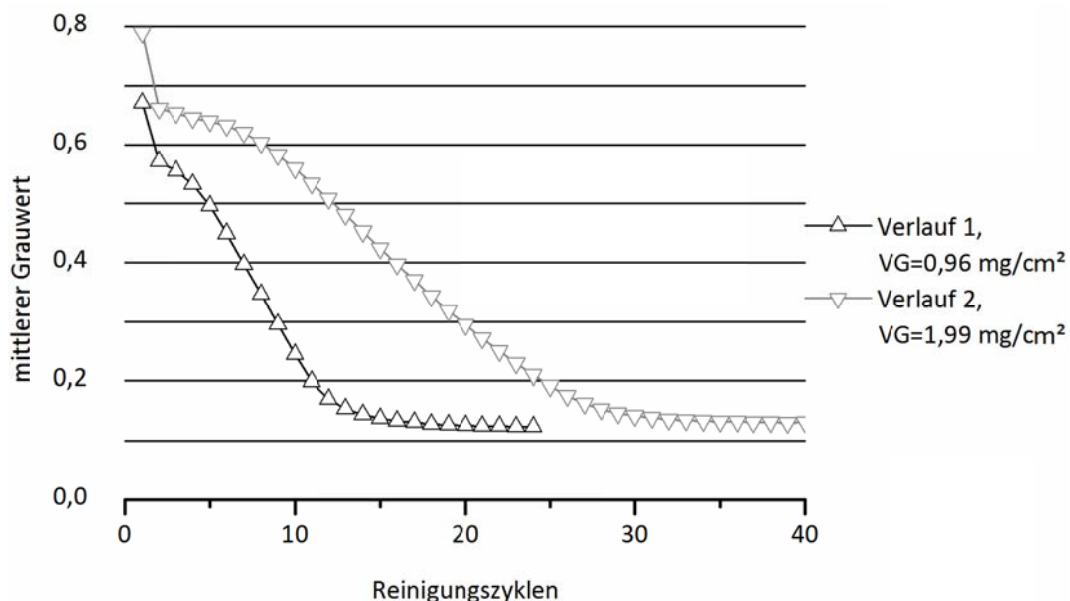


Abbildung 5-29: Originale GW-Verläufe mit erstem Reinigungszyklus von zwei Proben mit unterschiedlichem Verschmutzungsgewicht

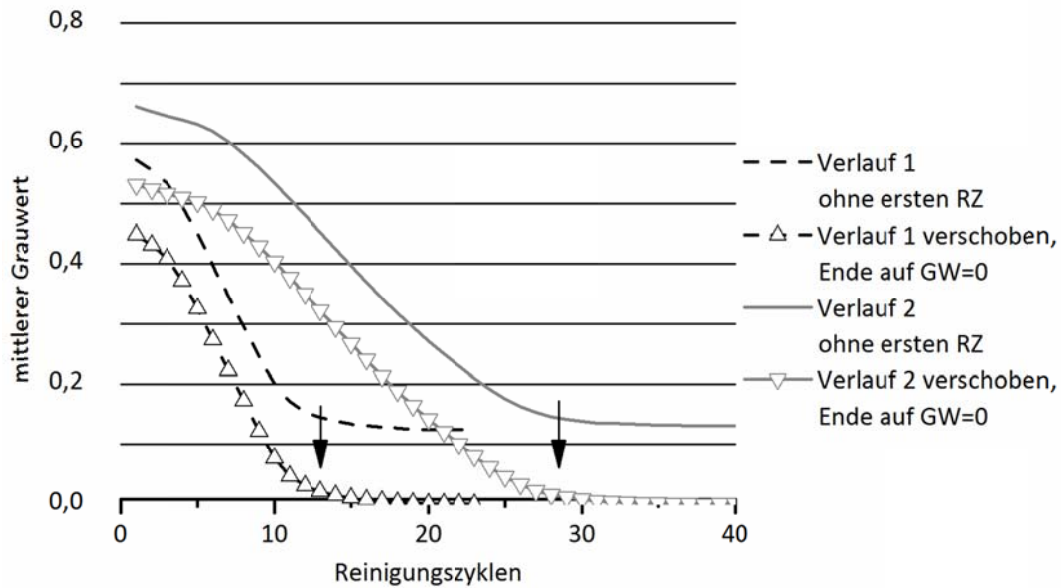


Abbildung 5-30: Originale und verschobene GW-Verläufe (Ende auf GW = 0) ohne ersten Reinigungszyklus

5.6.3 Vergleich von Weibull- und Sigmoidfunktion

In diesem Abschnitt erfolgt die Diskussion zum Einfluss der Messwertskalierung auf die nachfolgende Beurteilung der Reinigbarkeit. Dafür werden Weibull- und Sigmoidfunktion miteinander verglichen. Die grafische Darstellung erfolgt beispielhaft anhand des Reinigungsverlaufs 1 aus Abbildung 5-30.

Weibullfunktion

Die Restverschmutzung $r(x)$ in Abhängigkeit der Anzahl der Reinigungszyklen x berechnet sich nach Gleichung 13, Seite 22.

Die Skalierung der Reinigungskurven auf $GW= 1$ bis 0 erfolgt nach Gleichung 21. Abbildung 5-31 zeigt den Kurvenverlauf vor und nach der Skalierung.

$$GW_{skaliert(q)} = \frac{\frac{\text{mittlerer_GW} - \text{MIN}(\text{mittlerer_GW})}{\text{Foto_q}}}{\frac{\text{MAX}(\text{mittlerer_GW}) - \text{MIN}(\text{mittlerer_GW})}{\text{alle_Fotos}}} \quad \text{Gleichung 21}$$

Die Bestimmung der Parameter der Weibullfunktion r_c (Steigung der Reinigungscharakteristik im Weibull-Netz) und t_c (theoretische Anzahl der RZ zur Reduzierung der Restverschmutzung auf $\frac{1}{e} = 0,368$) erfolgt für jeden Reinigungsversuch über zwei Schritte. Die Darstellung der Messwerte im Weibullnetz mit der Ordinate $lg(lg1/r)$ und der Abszisse $lg(x)$ ergibt einen linearen Verlauf der Messwerte, die, wie von DÜRR UND GRABHOFF [27] dargelegt, durch Gleichung 22 bzw. Gleichung 23 beschrieben werden (siehe auch Abbildung 2-9, Seite 23).

$$\lg\left(\lg\frac{1}{r(x)}\right) = r_c \lg x - r_c \lg t_c + \lg(\lg e) \quad \text{Gleichung 22}$$

$$\lg\left(\lg\frac{1}{r(x)}\right) = r_c \lg x + \text{Konstante} \quad \text{Gleichung 23}$$

Mittels linearer Regression werden r_c und die *Konstante* der Geradenfunktion bestimmt. Aus der *Konstante* lässt sich wiederum der Parameter t_c ableiten. Zur Verbesserung der Korrelation zwischen experimentellen Daten und dem Verlauf der Weibullfunktion wird im zweiten Schritt eine nicht lineare Regressionsanalyse durchgeführt. Die mittels linearer Regression bestimmten Parameter r_c und t_c dienen als Startwerte für die Durchführung der nicht linearen Regression. Für das beschriebene Vorgehen wird die Software Mathlab[®] genutzt und für die nicht lineare Regression die Mathlab[®]-Funktion *nlinfit*. Zur Lösung des nicht linearen Ausgleichproblems mit Hilfe der Methode der kleinsten Quadrate verwendet *nlinfit* den Levenberg-Marquardt-Algorithmus. Der Verlauf der experimentell ermittelten Reinigungskurven kann von der Weibullfunktion mit einer Bestimmtheit $R^2 > 0,99$ beschrieben werden.

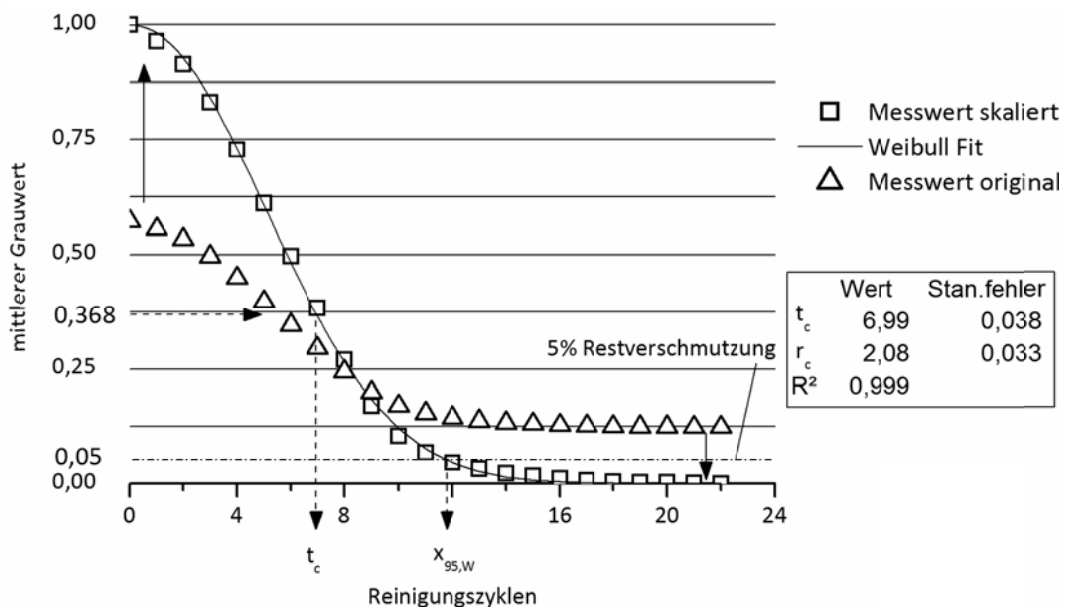


Abbildung 5-31: Originale und skalierte Messwerte mit Weibull-Fit, charakteristische Parameter

Sigmoidfunktion

Die Restverschmutzung wird über die Sigmoidfunktion nach Gleichung 24 berechnet. Im Rahmen der Arbeiten wurde die Funktion *SLogistic1* der Software OriginPro 8.1G[®] angewendet. Zur Anpassung der Kurve an die experimentellen Daten stehen die Parameter a , X_c und k zur Verfügung.

$$r_S(x) = \frac{a}{1 + e^{k(x-X_c)}} \quad \text{Gleichung 24}$$

$$\frac{d}{dx} r_S(x = X_c) = -\frac{a}{4} k \quad \text{Gleichung 25}$$

Der Parameter a ist der linke asymptotische Grenzwert der Funktion, der rechte Grenzwert geht gegen Null. Von den einzelnen GW einer Kurve muss deshalb der GW der sauberen Probe subtrahiert werden, um das Reinigungsende auf den Wert GW = 0 zu setzen (Abbildung 5-30). Über den Parameter a kann der Kurvenverlauf an unterschiedliche Anfangsgrauwerte angepasst werden. Die Anzahl der Reinigungszyklen bis zum Wert $a/2$ wird durch X_c beschrieben. Der Parameter k beschreibt zusammen mit a den Anstieg der Kurven an der Stelle $x = X_c$ (Gleichung 25). Mit der Sigmoidfunktion können Bestimmtheitsmaße zum experimentellen Kurvenverlauf von $R^2 > 0,99$ erreicht werden (Abbildung 5-32).

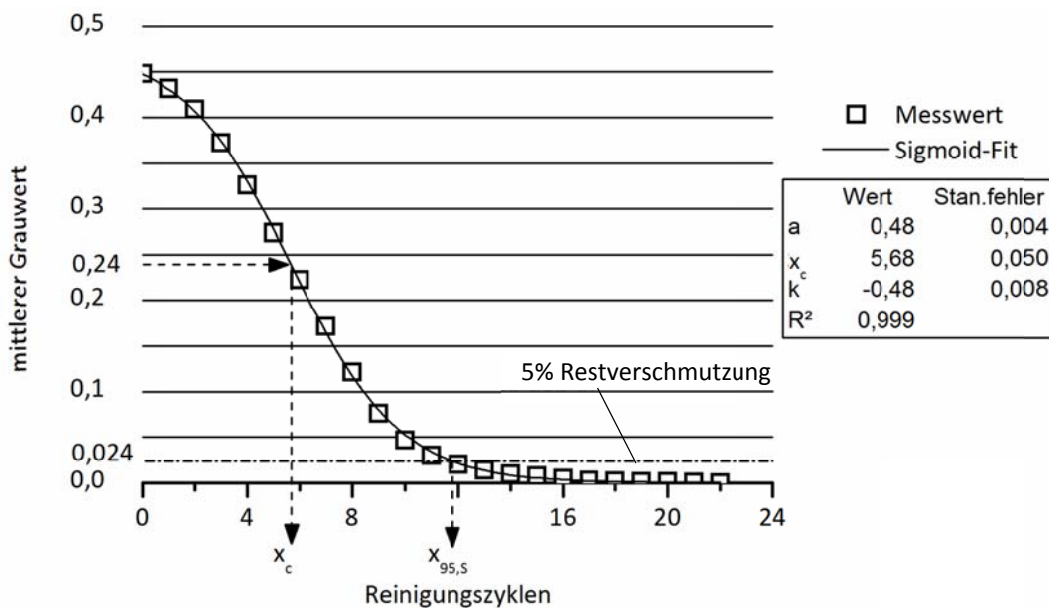


Abbildung 5-32: Sigmoid-Fit und charakteristische Parameter

Die Bewertung des Einflusses der für die Weibullfunktion notwendigen Skalierung von experimentellen Kurvenverläufen auf die spätere Beurteilung der Reinigbarkeit soll anhand der mit Weibull und Sigmoid errechneten Reinigungszyklen erfolgen. Im Speziellen sollen die von DÜRR [26] vorgeschlagenen Reinigungszyklen x_{95} verwendet werden (Zyklusanzahl, bis 95% der Anfangsverschmutzung entfernt sind. Abbildung 5-32). Für die Weibullfunktion wird x_{95} nach Gleichung 26 und für die Sigmoidfunktion nach Gleichung 27 berechnet.

$$x_{95,W} = t_c \cdot (\ln 20)^{\frac{1}{r_c}} \quad \text{Gleichung 26}$$

$$x_{95,S} = \frac{\left\{ |k| \cdot x_c + \ln \left[\frac{(-0,05 \cdot a + a)}{0,05 \cdot a} \right] \right\}}{k} \quad \text{Gleichung 27}$$

Der Vorteil der Zyklenanzahl x_{95} ist, dass sie bei beiden Funktionen alle Faktoren, welche den Kurvenverlauf beeinflussen, enthält. Außerdem besteht bei 5 % Restverschmutzung noch die Möglichkeit zu einer manuellen Kontrolle des Ergebnisses mithilfe der Fotoreihen.

Vorgehen

Von 30 Reinigungsversuchen wurden die experimentellen GW-Verläufe mit Weibull sowie Sigmoid analysiert und die Zyklenanzahl x_{95} ermittelt. Als Bewertungskriterium wird die Differenz zwischen der Zyklenanzahl $x_{95,W}$ aus dem skalierten Verlauf (Weibull) und der Zyklenanzahl $x_{95,S}$ aus dem unskalierten Verlauf (Sigmoid) gewählt. Ziel der Versuchsplanung war es, ein breites Spektrum an Reinigungskurven einzubeziehen. Durch die Variation der Rauigkeit der Edelstahlproben und der aufgetragenen Verschmutzungsmenge konnten größere Schwankungen des Anfangs- und Endgrauwerts (nach dem letzten Reinigungszyklus) erzielt werden (Abbildung 5-33).

Ergebnisse

Die Differenzen zwischen der Zyklenanzahl $x_{95,W}$ und $x_{95,S}$ der Reinigungsversuche sind in Form eines Histogramms in Abbildung 5-34 dargestellt. Dabei ist die Anzahl der Reinigungsversuche, welche in einem bestimmten Differenzbereich liegen, aufgetragen. Es ist zu erkennen, dass die Differenz bei 27 von 30 Reinigungsversuchen unter einem halben Reinigungszyklus liegt. Bei über der Hälfte der Versuche liegt die Differenz im Bereich bis 0,1. Die Auswirkung der Skalierung auf die Zyklenanzahl $x_{95,W}$ wird deshalb als vernachlässigbar angesehen.

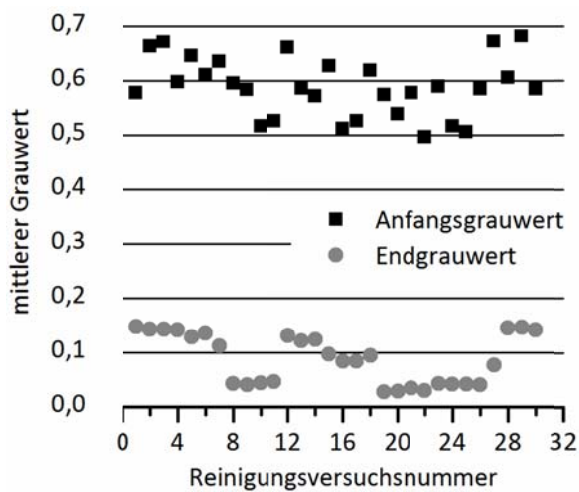


Abbildung 5-33: Anfangs- und Endgrauwerte der untersuchten Reinigungsversuche

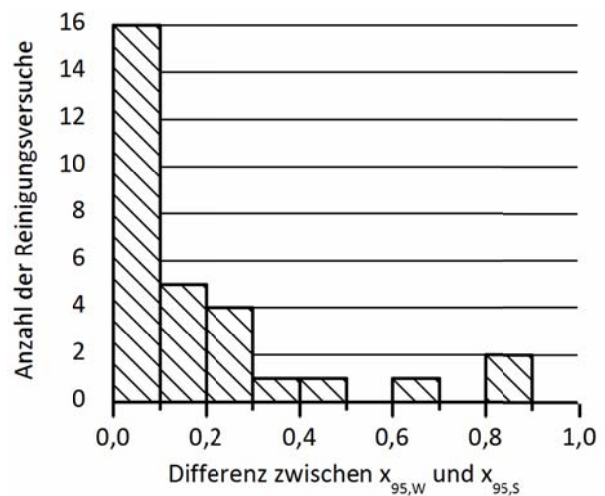


Abbildung 5-34: Histogramm der Differenzen zwischen $x_{95,W}$ und $x_{95,S}$

Für die Methodenentwicklung muss die Möglichkeit bestehen, die eigenen Ergebnisse mit den Ergebnissen anderer Autoren zu vergleichen. Der Bezug auf validierte Routinen begünstigt dies. Im Gegensatz zur Sigmoidfunktion ist die Weibullfunktion im Zusammenhang mit Reinigungsuntersuchungen gut beschrieben. Da auch kein signifikanter Einfluss der Skalierung festgestellt werden konnte, werden die Reinigungszyklen $x_{95,W}$ der Weibullfunktion für die weitere Versuchsauswertung gewählt.

5.6.4 Mittlere Reinigungsrate

Mit der Reinigungsrate nach SCHLÜSSLER [101] kann die zeitliche Änderung der Restverschmutzung unabhängig von der Verschmutzungsmenge beschrieben werden.

Als primärer Kennwert zur Auswertung der Reinigbarkeitsversuche wird die mittlere Reinigungsrate $\frac{m_0}{x}$ (Gleichung 10, Seite 21) genutzt. Da das Gewicht der Ausgangsverschmutzung m_0 und das Reinigungsende (x_{95}) mit ausreichender Sicherheit bestimmt werden können, ist zu erwarten, dass die Versuchsauswertung auf dieser Basis zu plausiblen Ergebnissen führt.

Die Reinigungsrate eines Systems ergibt sich aus der Gesamtwirkung der einzelnen Einflussfaktoren. Aus der quantitativ geringeren oder stärkeren Wirkung von Einflussfaktoren resultieren die Änderungen der Reinigungsrate. Bei einer univariaten Versuchsdurchführung besteht damit die Möglichkeit, den quantitativen Effekt eines Einflussfaktors aus der Änderung der Reinigungsrate abzuleiten. Sie stellt damit einen charakteristischen Kennwert zur Beschreibung des Reinigungsverhaltens eines Systems dar. Zur Berechnung der mittleren Reinigungsrate \bar{R} wird nachfolgend Gleichung 28 verwendet.

$$\bar{R} = \frac{0,95 \cdot m_0}{x_{95,W}} \quad \text{Gleichung 28}$$

5.7 Zusammenfassung zur Untersuchungsmethode

Mit der beschriebenen Methodik wurden im Sinne der Aufgabenstellung die Voraussetzungen zur direkten orts- und zeitaufgelösten Analyse von nicht immigrierten Reinigungsprozessen geschaffen. Die Bestimmung der Restverschmutzung kann inline erfolgen und es bestehen keine prinzipiellen Einschränkungen für die experimentelle Bewertung der in Abbildung 2-6, Seite 17 genannten Einflussparameter des Reinigungsprozesses. Die Absolutwerte der mittleren Reinigungsrate \bar{R} ergeben sich aus den Eigenschaften des Reinigungsprozesses (Oberfläche, Verschmutzung, Flüssigkeitsstrahl) und sind damit systemspezifisch. Der Schwerpunkt liegt deshalb in der Auswertung von vergleichenden Untersuchungen und der relativen Änderung der mittleren Reinigungsrate \bar{R} . Im nachfolgenden Kapitel wird die vorgeschlagene Methodik am Beispiel von Untersuchungen zur Charakterisierung des Reinigungssystems SRVST auf Plausibilität überprüft.

Als Ergänzung zu Abbildung 5-16, Seite 58 ist der Ablauf der Versuchsdurchführung und -auswertung in Abbildung 5-35 dargestellt.

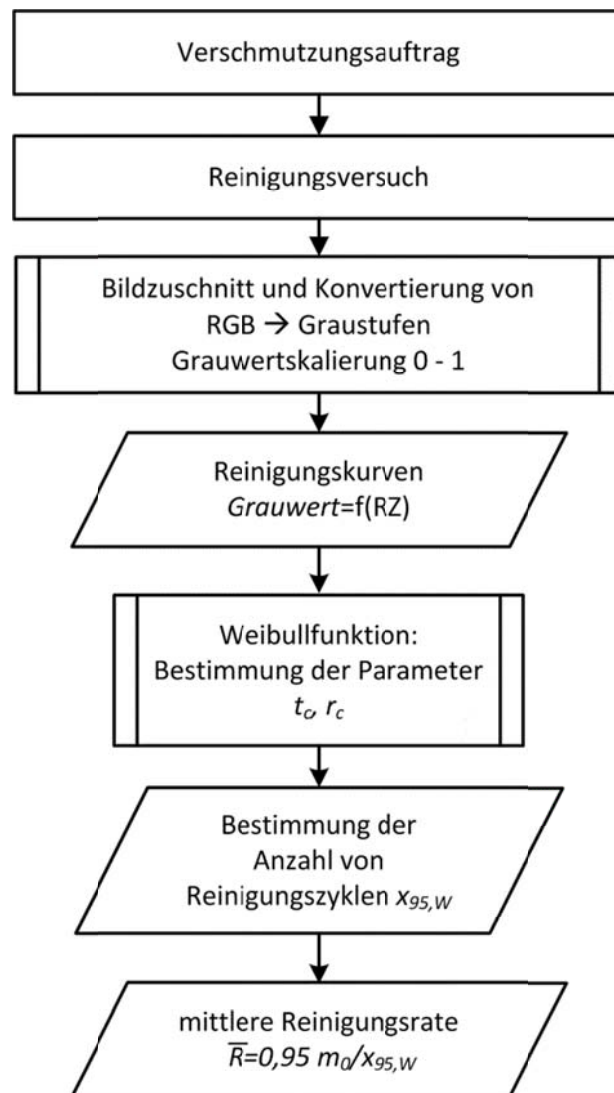


Abbildung 5-35: Schematischer Ablauf der Versuchsdurchführung und Auswertung

6 Experimentelle Untersuchungen zum Reinigungsverhalten

6.1 Zielsetzung und Vorgehen

Wenn die Voraussetzungen für reproduzierbares Arbeiten erfüllt sind und das Reinigungsverhalten mit der beschriebenen Methode analysiert werden kann, müssen die Ergebnisse einer physikalisch / chemischen Interpretation zugänglich sein. Schwerpunktmäßig soll dies im ersten Teil anhand der funktionellen Beziehungen zwischen der Reinigbarkeit und den Betriebsparametern Verschmutzungsgewicht VG , Düsendurchmesser d_0 , Einwirkzeit, Düsenabstand h , Betriebsdruck p_0 , Strahlaufprallwinkel überprüft werden. Die Analyse beschränkt sich dabei auf die Auswertung der auf die gesamte Probenfläche bezogenen mittleren Reinigungsrate \bar{R} . Ergänzend dazu sollen im zweiten Teil über eine geeignete lokale Auflösung der Grauwertanalyse die Möglichkeiten einer orts- und zeitaufgelösten Auswertung von Reinigbarkeitsuntersuchungen diskutiert werden. Abschließend wird die Anwendbarkeit der Untersuchungsmethode auf weitere Verschmutzungen am Beispiel von Untersuchungen zum Einfluss der Eigenschaften des Reinigungsguts diskutiert.

Falls nicht anders benannt, werden die Versuche mit der Reinigungsflüssigkeit 0,5 % NaOH und den in Tabelle 6-1 vermerkten Parametern durchgeführt.

Tabelle 6-1: Standardparameter der Reinigbarkeitsuntersuchungen

Proben: Edelstahl	Betriebs- druck p_0	Düsenab- stand h	Verfahrensgeschwindig- keit	Strahlaufprallwinkel	Einwirkzeit
$S_o = 0,27 \mu\text{m}$	4 bar	200 mm	315 mm/s	90°	16 s

6.2 Bestimmung von Strahlkennwerten

Zur Unterstützung der Ergebnisinterpretation wurden für die verwendeten Düsen die Abmessungen der Strahlaufprallfläche sowie die lokale Verteilung der Aufpralldrücke in Abhängigkeit vom Betriebsdruck und Düsenabstand an einem Versuchsstand der Fa. Lechler, Metzingen ermittelt. In diesem wird ein Kraftsensor in x- und y-Richtung in einem definierten Düsenabstand und mit konstanter Geschwindigkeit durch den Flüssigkeitsstrahl geführt. Er erfasst die Verteilung der Aufprallkräfte innerhalb der bespritzten Fläche (Abbildung 6-1), [53]. Der Strahlaufprallwinkel beträgt 90° und kann in diesem Versuchsstand nicht variiert werden. Die Analyse der zeitlichen Druckverläufe einzelner Tropfen aufprallereignisse konnte bei diesen Untersuchungen nicht realisiert werden. Da aber die Reinigungswirkung von der Druckbelastung der Tropfen abhängig ist, können die Messergebnisse Aufschluss über die maximal auftretenden Belastungen im Flüssigkeitsstrahl geben. Unter Berücksichtigung der Sensorfläche werden aus den einzelnen Messwerten die Strahlbreite, -tiefe und die lokale

Verteilung des Aufpralldrucks p_{auf} im Spritzbild ermittelt (Abbildung 6-3). Aus den Mittelwerten jedes Messabschnitts ergeben sich die Verläufe des mittleren Aufpralldrucks $p_{auf,m}$ (Abbildung 6-2). Daraus wird wiederum der durchschnittliche Aufpralldruck $\overline{p_{auf}}$ der bespritzten Fläche bestimmt. Die Messergebnisse in Abbildung 6-2, Abbildung 6-3, Abbildung 6-12 bis Abbildung 6-14, Abbildung 6-20 und Anlage 1 wurden mit diesem Versuchsstand ermittelt.

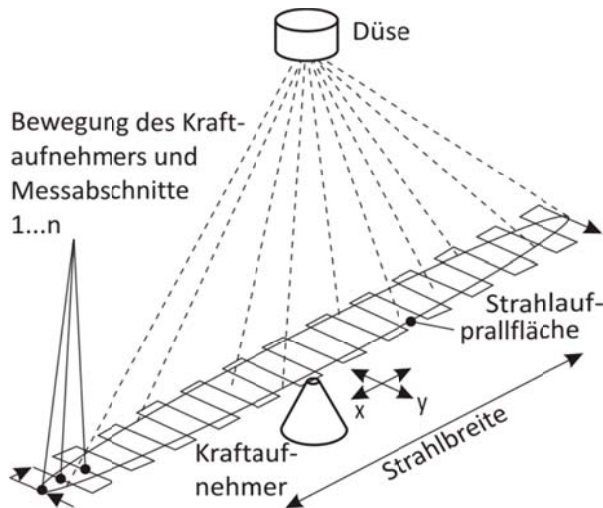


Abbildung 6-1: Messprinzip zur Bestimmung von Strahlkennwerten der Fa. Lechler GmbH

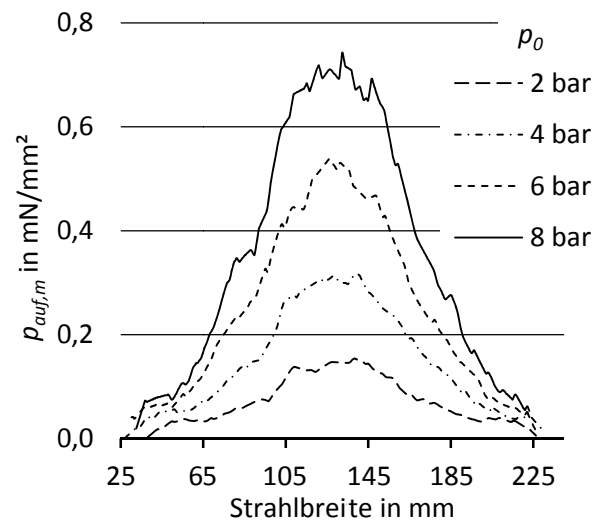


Abbildung 6-2: Mittlerer Aufpralldruck über der Strahlbreite in Abhängigkeit von p_0 ; $h = 100 \text{ mm}$; Düse: F1

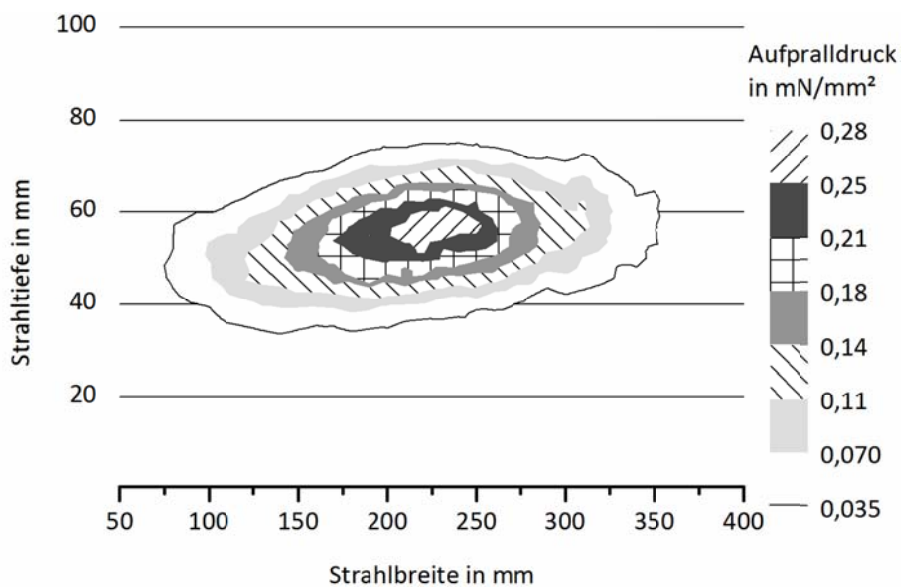


Abbildung 6-3: Verteilung des Aufpralldrucks p_{auf} , Betriebsdruck p_0 : 8 bar; Düsenabstand $h = 200 \text{ mm}$; Düse: F1

6.3 Reproduzierbarkeit der Versuchsdurchführung

Abbildung 6-4 zeigt die typischen Grauwertverläufe (Mittelwerte mit KI) von drei Versuchsreihen mit jeweils drei Proben. Diese wurden einzeln und innerhalb einer Versuchsreihe mit vergleichbarem Verschmutzungsgewicht beschichtet.

Die differierenden Zyklen zur Probenreinigung ergeben sich unter anderem durch die unterschiedlichen Oberflächenrauigkeiten ($S_a = 0,27 \mu\text{m}$, $S_a = 0,13 \mu\text{m}$ und $S_a = 0,09 \mu\text{m}$) der verwendeten Edelstahlproben. Die reinigungsverbessernden als auch -reduzierenden Einflüsse der Rauigkeit können aus der Wirkung der Rauigkeit auf den sich ausbildenden Stoßdruck während des Tropfenaufpralls, der Ausbildung einer rauigkeitsabhängigen Wasserfilmdicke auf der Oberfläche und aus der unterschiedlichen Belastung infolge der lateral abströmenden Tropfenflüssigkeit resultieren [15, 59, 99]. Insgesamt liegen die Abweichungen in einem akzeptablen Bereich und bestätigen grundsätzlich die Reproduzierbarkeit. Als wesentliches Kriterium für die Bewertung der reproduzierbaren Versuchsdurchführung muss jedoch der Variationskoeffizient der berechneten mittleren Reinigungsrate \bar{R} für mehrere Versuchsreihen unter identischen Bedingungen gelten. Zur Bestimmung des Variationskoeffizienten wurden über einen Zeitraum von vier Monaten 22 Reinigungsversuche in fünf Testreihen durchgeführt. Die Untersuchungen wurden mit den oben beschriebenen Parametern durchgeführt. Der Variationskoeffizient der mittleren Reinigungsrate beträgt für diese Versuche 4,6 % und liegt damit unter dem für Routineversuche geforderten Variationskoeffizienten von 5 % [5].

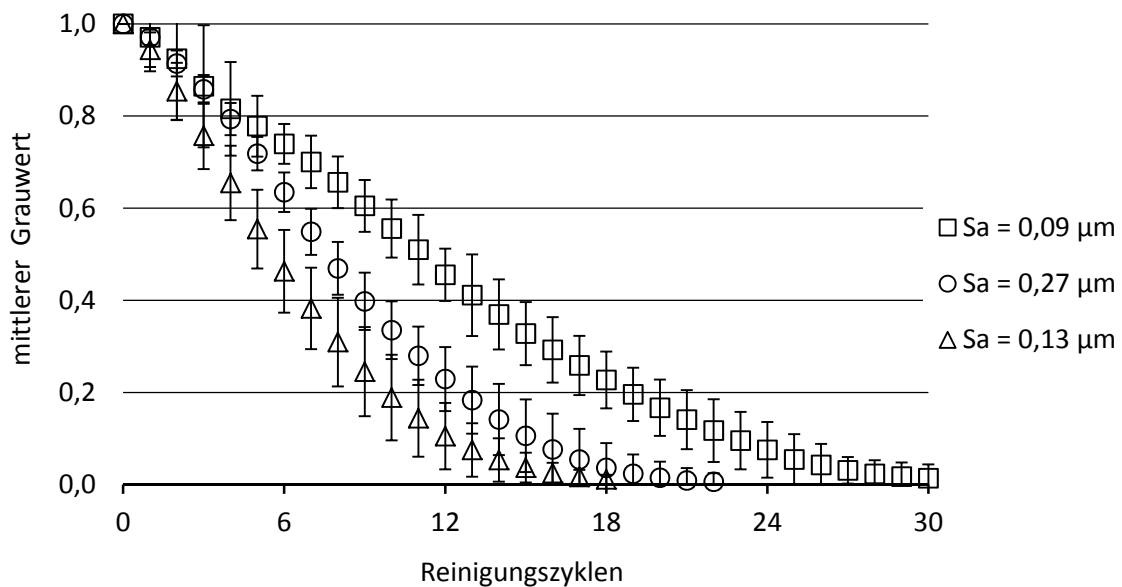


Abbildung 6-4: Mittlerer Grauwert von Versuchsreihen mit unterschiedlichen Rauigkeiten in Abhängigkeit der Reinigungszyklen; Düse: $F1$; $n = 3$, $z = 1$

Kontrolle des Reinigungsendes

Die Bestimmung des Reinigungsendes erfolgt, wie in Kapitel 5.3.3, Seite 57 beschrieben, durch den Bediener subjektiv anhand der Monitoranzeigen am SRVST. Zur stichprobenartigen Gegenkontrolle des Reinigungsendes wurde für Stärke der Farbtest mit Lugolscher Lösung genutzt [71]. Bei diesem Test wird nach dem Reinigungsende Jod-Kaliumjodid-Lösung auf das Probeblech gegeben. Wenn

Stärkereste auf der Probe verblieben sind, kommt es zu einer blauviolettten Verfärbung dieser Bereiche. Bei der manuellen Durchführung und Auswertung wurden keine Stärkerückstände festgestellt.

6.4 Funktionelle Zusammenhänge zwischen Betriebsparametern und Reinigbarkeit

6.4.1 Einfluss des Verschmutzungsgewichts und Düsendurchmessers

Die Auswirkung der Verschmutzungsmenge auf den Reinigungsverlauf ist in Abbildung 6-5 dargestellt. Mit zunehmendem Verschmutzungsgewicht erhöht sich die Anzahl der Reinigungszyklen x_{95} (Abbildung 5-32, Seite 79). Damit die Reinigungsrate nach Gleichung 28 Gültigkeit für das betrachtete System besitzt und die Auswertung der Versuche auf dieser Basis durchgeführt werden kann, muss ein linearer Zusammenhang zwischen dem Verschmutzungsgewicht und $x_{95,W}$ vorliegen.

Für die in Abbildung 6-5 dargestellten Versuche zeigt in Abbildung 6-6 der Graph „Düse F1“ diesen Zusammenhang. Dieser Datensatz enthält zwei zusätzliche Versuche, die wegen der Übersichtlichkeit nicht in Abbildung 6-5 dargestellt sind. Es ist klar ein linearer Zusammenhang zu erkennen. Der Anstieg der Ausgleichsgerade $\frac{\Delta \text{Verschmutzungsgewicht}}{\Delta x_{95,W}}$ entspricht der mittleren Reinigungsrate nach Gleichung 28.

Anhand der Variation der Düsendurchmesser soll in Abbildung 6-6 verdeutlicht werden, dass die Änderung eines Einflussparameters bei sonst gleichen Bedingungen zu einer entsprechenden Änderung der mittleren Reinigungsrate führt. Die Reinigungsversuche können somit nach Gleichung 28 ausgewertet werden.

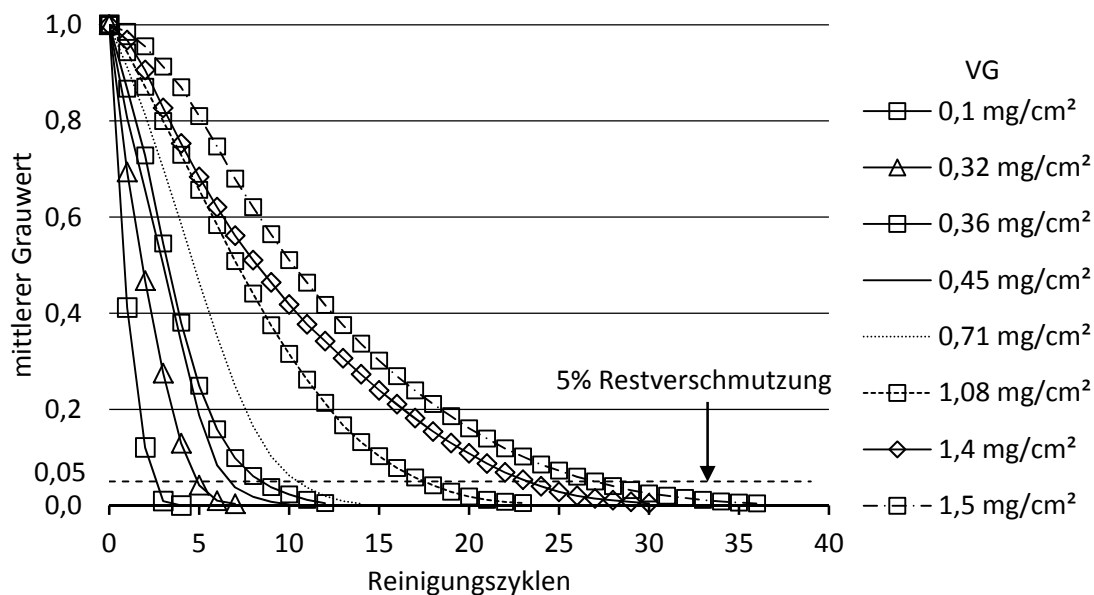


Abbildung 6-5: Reinigungsverlauf in Abhängigkeit des Verschmutzungsgewichts; Düse: F1

Der Einfluss des Verschmutzungsgewichts und damit im vorliegenden Fall auch der Schichtdicke auf die Reinigungsdauer ist auf die bei Stärke dominierenden Reinigungs- und Stofftransportmechanismen zurückzuführen. Bei der Reinigung ist die verwendete Stärke (getrockneter Zustand nach der Verkleisterung) durch vorwiegend kohäsives Versagen gekennzeichnet (Kapitel 2.2.1, Seite 4).

Von CHRISTIAN [22] wird der Reinigungsmechanismus einer stärkebasierten Testverschmutzung wie folgt beschrieben:

- Diffusion von Wasser / NaOH in die trockene Ablagerung
- Infolge der Reaktion mit Wasser / NaOH beginnt die Verschmutzung zu quellen (Vgl. Abbildung 6-7). Von der Oberseite der Verschmutzung beginnend werden die Kohäsionskräfte durch die Reaktion gelockert, sodass Teile der Verschmutzung durch die mechanische Reinigungswirkung entfernt werden können und sich Risse bilden.
- Des Weiteren kann Wasser / NaOH die Adhäsionskraft zwischen der Ablagerung und der Festkörperoberfläche verringern, sodass die Ablagerung entfernt werden kann.

In Ergänzung zu CHRISTIAN wird nach SCHLÜBLER [100] die Geschwindigkeit des Reinigungsvorgangs vor allem durch das Abdiffundieren bzw. den Abtrag der Umsetzungsprodukte von der Schmutzoberfläche bestimmt. Weiterhin ist den Ausführungen zu entnehmen, dass die geschwindigkeitsbestimmenden Vorgänge abhängig von der Dicke der Verschmutzungsschicht sind.

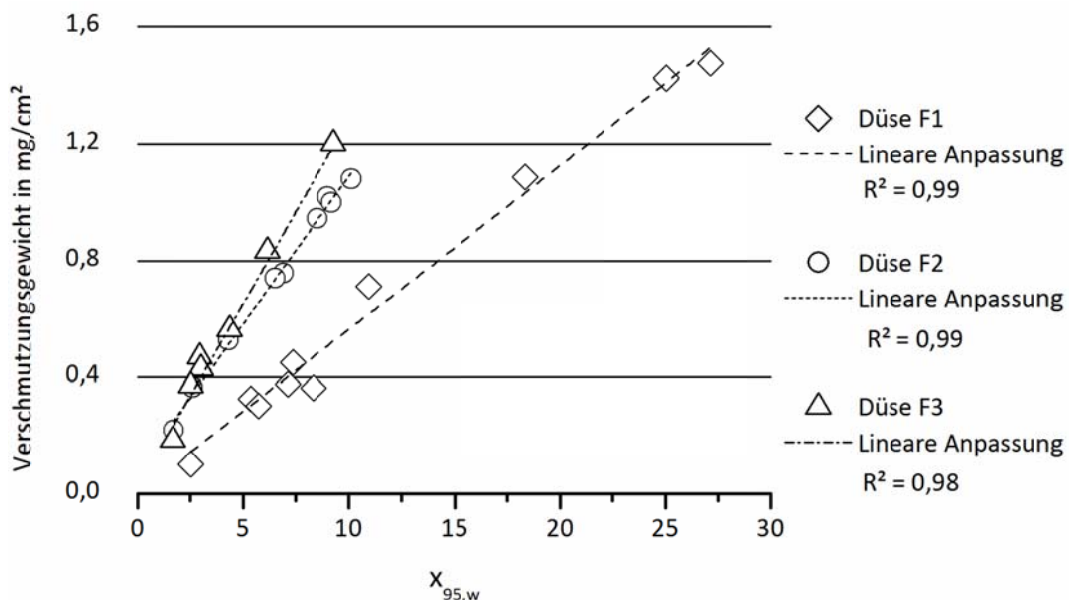


Abbildung 6-6: Verschmutzungsgewicht, welches in Abhängigkeit der Reinigungszyklen $x_{95,w}$ und des Düsen-durchmessers d_0 abgetragen wird. Düsen: F1, F2 und F3

Die Vergrößerung des Düsendurchmessers d_0 ($F1 < F2 < F3$, Tabelle 5-4, Seite 55) führt in dem untersuchten Bereich bei sonst gleichen Bedingungen zu einem verstärkten Abtrag der Stärkeverschmutzung. In Abbildung 6-6 wird das durch einen größeren Anstieg der Ausgleichsgeraden der Düsen $F3$ und $F2$ gegenüber $F1$ ausgedrückt. Die abtragsverstärkende Wirkung der größeren Düsendurchmesser kann mit dem gestiegenen Volumenstrom \dot{V} und der höheren Strahlkraft erklärt werden sowie mit der vom Düsendurchmesser abhängigen Strahlstruktur. Bei größeren Düsendurchmessern liegen beim Strahlaustritt aus den Düsen eine geringere Strahl­turbulenz und niedrigere radiale Strahlgeschwindigkeiten vor. Das resultiert in kleineren Strahlwinkeln (geringere Strahlausbreitung) und damit in einer höheren Volumenstromdichte [84]. Wegen der geringeren Turbulenz sind die Deformation und der Zerfall der gebildeten Tropfen nicht so ausgeprägt. Im Ergebnis entstehen größere Tropfen [103] und die Belastungsdauer des Stoßdrucks verlängert sich. Durch diese Phänomene werden bei größeren Düsendurchmessern in Abhängigkeit der Betriebsparameter eine höhere spezifische Belastungsintensität und ein stärkerer Verschmutzungsabtrag festgestellt.

Für den energetischen Vergleich der Reinigungswirkung von Strahlen wird der von MULUGETA [84] vorgeschlagene Effizienzkennwert E_s (Gleichung 17, Seite 24) aufgegriffen und für die verwendete Versuchsauswertung als Reinigungseffizienz $E_{s,\bar{R}}$ nach Gleichung 29 interpretiert.

$$E_{s,\bar{R}} = \frac{\bar{R}}{\Delta p \cdot \dot{V}} \quad \text{Gleichung 29}$$

Am Beispiel der Düse $F3$ und den gewählten Einstellungen zeigt sich, dass die im Vergleich zur Düse $F2$ gestiegene hydraulische Leistung (2,5 fach) nicht im gleichen Maße in einen verstärkten Abtrag (1,3 fach) umgesetzt wird. Der Vergleich von Düse $F2$ und Düse $F1$ zeigt dagegen einen fast adäquaten Anstieg bei Düse $F2$ (hydraulische Leistung ~ 2 fach und $\bar{R} \sim 1,8$ fach). Unter den gewählten Versuchsbedingungen lässt sich somit bei Düse $F1$ die höchste und bei Düse $F2$ eine geringfügig niedrigere Reinigungseffizienz feststellen. Die Reinigung der Proben mit der Düse $F3$ ist dagegen ineffizienter. Das kann an dem oben beschriebenen Reinigungsmechanismus und der notwendigen Quellzeit der Stärke liegen. Während der Quellung bildet sich innerhalb der Schicht ein Festigkeitsgradient mit den geringsten Festigkeiten in den oberen und den höchsten in den unteren Schichtbereichen aus [67, 107]. In Abhängigkeit des Gradientenverlaufs kann vermutet werden, dass die notwendige hydraulische Leistung des Strahls für einen stärkeren Abtrag überproportional zunimmt und die mittlere Reinigungsrate deshalb degressiv steigt. Zum anderen werden durch die Durchmesser­vergrößerung die Abstände zwischen den Tropfen und Strahlsegmenten kleiner. Das verstärkt strahlinterne Reibungs- und Dämpfungseffekte sowie Interaktionen beim Aufprall und kann die gestiegene Leistung teilweise kompensieren [84].

6.4.2 Einfluss der Einwirkzeit

Durch die Auflösung des Reinigungsprozesses in Teilschritte ergibt sich zwischen den einzelnen Reinigungszyklen eine Einwirkzeit, in der die Reinigungsflüssigkeit, welche sich auf der Probe befindet, mit der Verschmutzung reagiert (Kapitel 5.3.1, Seite 54). Nachfolgend soll deren Einfluss auf den Reinigungsverlauf bzw. den Reinigungsaufwand untersucht und diskutiert werden. Um in diesem Zusammenhang den Einfluss der Reinigungsflüssigkeit 0,5 % NaOH auf die Ergebnisse besser bewerten zu können, wird zuerst die Wirkung von NaOH auf verkleisterte Kartoffelstärke untersucht. Dafür wurde mittels Fluid Dynamic Gauging (FDG)⁹ das Quellverhalten der Kartoffelstärke analysiert.

Wie oben beschrieben, führen alkalische Reinigungsmittel bei Stärke zu starkem Quellen und damit zur Volumenzunahme der Ablagerung. Abbildung 6-7 zeigt die Höhe der gequollenen Stärkeschicht in Abhängigkeit der Einwirkzeit mit Wasser und 0,5 % NaOH. Die Untersuchungen in NaOH wurden mit Proben durchgeführt, die mit 5 und 9 mg Stärke beschichtet wurden. In destilliertem Wasser kamen Proben mit 8 mg Stärke zur Verwendung. Für die Untersuchungen wurden die Proben vollständig immigiert und an drei Stellen vermessen.

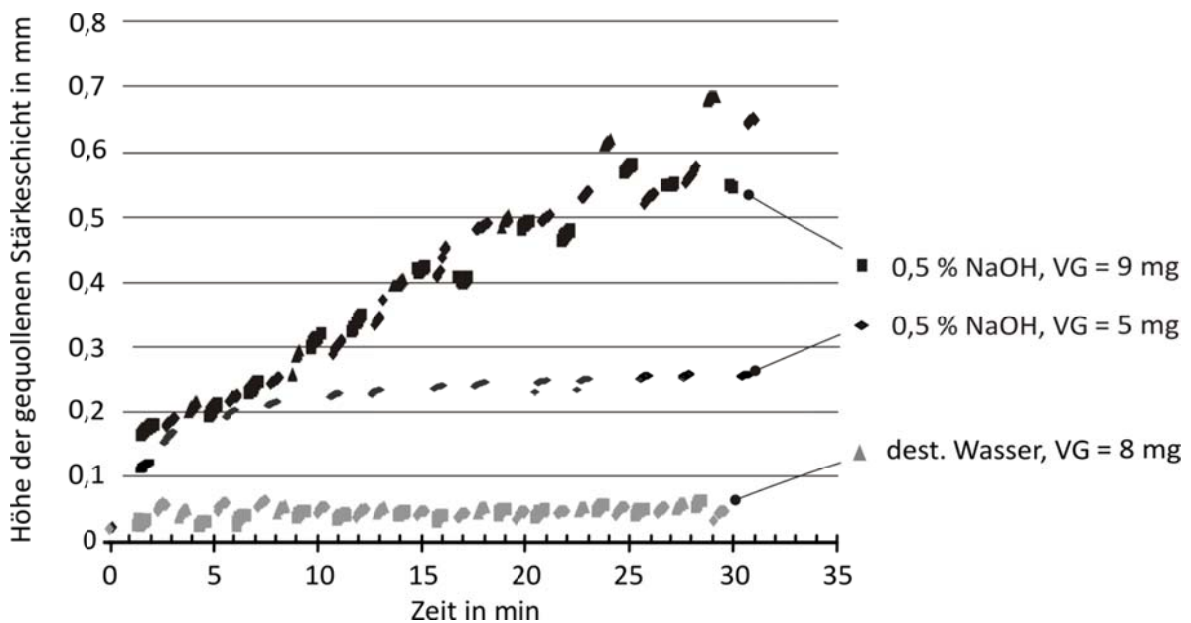


Abbildung 6-7: Höhe der gequollenen Stärkeschicht in Abhängigkeit der Kontaktzeit mit Wasser und NaOH

In destilliertem Wasser ($\text{pH} = 6,1$) war eine schnelle Quellung der Stärke, von 0,01 mm auf 0,05 mm zu verzeichnen. Über die Versuchszeit blieb dieser Wert konstant. Durch das Eintauchen in 0,5 % NaOH ($\text{pH} = 13,24$) quillt die Kartoffelstärke anfänglich sehr stark. Schon nach 1,5 min wurde für die Probe mit 9 mg Stärke eine signifikante Zunahme der Schichtdicke von 0,012 mm auf

⁹ Die Messungen in Abbildung 6-7 wurden von P. Gordon, Department of Chemical Engineering and Biotechnology, University of Cambridge, UK durchgeführt. Eine Funktionsbeschreibung von FDG ist in [36] enthalten.

ca. 0,16 mm gemessen. Die nachfolgende Quellung hatte ein niedrigeres Niveau, ist aber über die Messdauer nahezu konstant. Innerhalb von 30 min stieg die Schichtdicke auf 0,5 - 0,6 mm an. Eine weitere Zunahme konnte darüber hinaus nicht gemessen werden, da sich der Stärkeverband auflöste und abgelöste Teile die Messwerte verfälschten. Für die Probe mit 5 mg Stärke wurde eine maximale Schichtdicke von etwa 0,25 mm gemessen. Als Resultat der Quellung entsteht ein schwammartiger Stärkeverband, der mit zunehmender Zeit und unter der Voraussetzung, dass ausreichend Wasser zur Verfügung steht, immer weiter aufweicht und seine Festigkeit verliert [36]. Durch die Auflockerung der Stärkeschicht reduziert sich die notwendige minimale Energie zu deren Deformierung oder Abtrag. Es ist also mit Zunahme der Einwirkzeit eine verbesserte Reinigbarkeit zu erwarten. Die in Abbildung 6-8 dargelegten Ergebnisse bestätigen für die Proben $S_o = 0,49 \mu\text{m}$ den vermuteten Trend. Die Verläufe sind für die verschiedenen Einstellungen vergleichbar. Mit steigender Einwirkzeit und Belastungsintensität erhöht sich die Reinigungsrate.

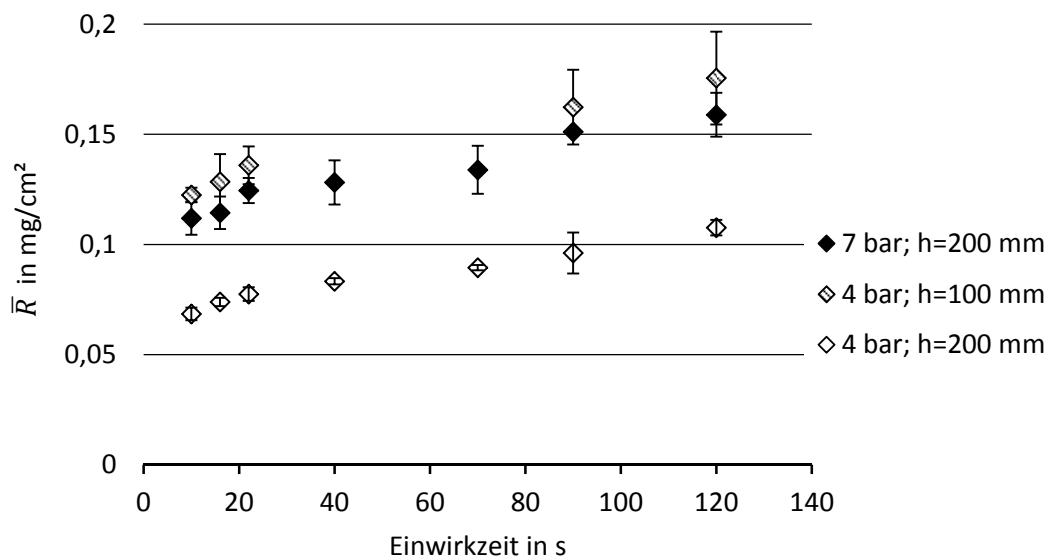


Abbildung 6-8: Mittlere Reinigungsrate in Abhängigkeit der Einwirkzeit und des Betriebsdrucks p_o bei Düsenabständen $h = 100$ und 200 mm; Düse: $F1$; $n = 5$, $z = 2$

Zur Bewertung der Effizienz des Reinigungsprozesses werden an dieser Stelle neben der Reinigungseffizienz $E_{s,\bar{R}}$ auch die Reinigungszeit und der Reinigungsmittelverbrauch verwendet. Aus den durchgeführten Versuchen wurden dafür Proben mit ähnlichem Verschmutzungsgewicht ausgewählt. Die Diskussion erfolgt für die in ähnlichen Reinigungsraten resultierenden Versuche mit den Einstellungen $p_o=7$ bar; $h=200$ mm und $p_o=4$ bar; $h=100$ mm. Die Ergebnisse in Tabelle 6-2 sind auf die höchsten Werte der Reinigungseffizienz $E_{s,\bar{R}}$, des Verbrauchs und der Reinigungszeit normiert. Die Reinigungszeiten werden als Summe der Einwirkzeiten angegeben, da die Zu- und Rückführzeiten für alle Versuche gleich sind.

Tabelle 6-2: Normierter Reinigungsmittelverbrauch, Reinigungszeit und Reinigungseffizienz $E_{s,\bar{R}}$ bei verschiedenen Einwirkzeiten, Betriebsdrücken p_0 und Düsenabständen h ; Düse: F1, (auf jeweils höchste Werte normiert)

		Einwirkzeit in s				
$p_0 - h$		10	16	22	90	120
$E_{s,\bar{R}}$ (normiert)	7 bar – 200 mm	0,64	0,65	0,71	0,86	0,91
	4 bar – 100 mm	0,70	0,73	0,77	0,92	1,00
Reinigungsmittel- verbrauch (nor.)	7 bar – 200 mm	1,00	0,89	0,79	0,77	0,59
	4 bar – 100 mm	0,75	0,73	0,69	0,53	0,50
Reinigungszeit (normiert)	7 bar – 200 mm	0,14	0,20	0,25	0,98	1,00
	4 bar – 100 mm	0,11	0,17	0,22	0,68	0,85

Bei Betrachtung der Werte in Abbildung 6-8 erscheint die Reinigung mit zunehmender Einwirkzeit sowie bei geringerem Düsenabstand effizienter. Werden der Reinigungsmittelverbrauch und die Reinigungseffizienz $E_{s,\bar{R}}$ in Tabelle 6-2 als Bewertungsgrundlage verwendet, ist diese Interpretation auch gerechtfertigt, da in den vorliegenden Versuchen ein proportionaler Zusammenhang zwischen dem Reinigungsmittelverbrauch und der Anzahl der Reinigungszyklen besteht. Der Reinigungsprozess mit 120 s Einwirkzeit hat einen um 50 % geringeren Reinigungsmittelverbrauch gegenüber dem Prozess mit 10 s Einwirkzeit. Es wird aber auch deutlich, dass der minimierte Reinigungsmittelverbrauch durch eine insgesamt längere Reinigungszeit erkaufte wird. Bei 10 s Einwirkzeit beträgt die Reinigungszeit im Vergleich zu 120 s Einwirkzeit nur 11 %.

6.4.3 Einfluss des Betriebsdrucks

Abbildung 6-9 zeigt für die Düsen F1 und F2 die Abhängigkeit der mittleren Reinigungsrate \bar{R} vom Betriebsdruck p_0 bei den Düsenabständen $h = 100$ und 200 mm und für die Düse F3 bei $h = 40$ und 100 mm. Tabelle 6-3 enthält beispielhaft für die Düse F1 beim Düsenabstand $h = 200$ mm die zugehörigen Einzelwerte. Die Untersuchungen wurden mit Proben $S_o = 0,61 \mu\text{m}$ durchgeführt.

Es ist deutlich zu erkennen, dass sich die Reinigungsrate im untersuchten Bereich direkt proportional zum Betriebsdruck verhält. Für geringere Düsenabstände steigen die düsenspezifischen Reinigungsraten an. Das entspricht den Ergebnissen von KRAUTTER UND VETTER [57], BUCHWALD [16] und LEU ET AL. [65]. Die zitierten Untersuchungen wurden mit Ruß, Hartschaum, fetthaltiger Milchpulverpaste und Ölfarbe durchgeführt, da aber qualitativ vergleichbare Verläufe über ein breites Spektrum von Verschmutzungen gefunden wurden, werden die eigenen Ergebnisse bestätigt.

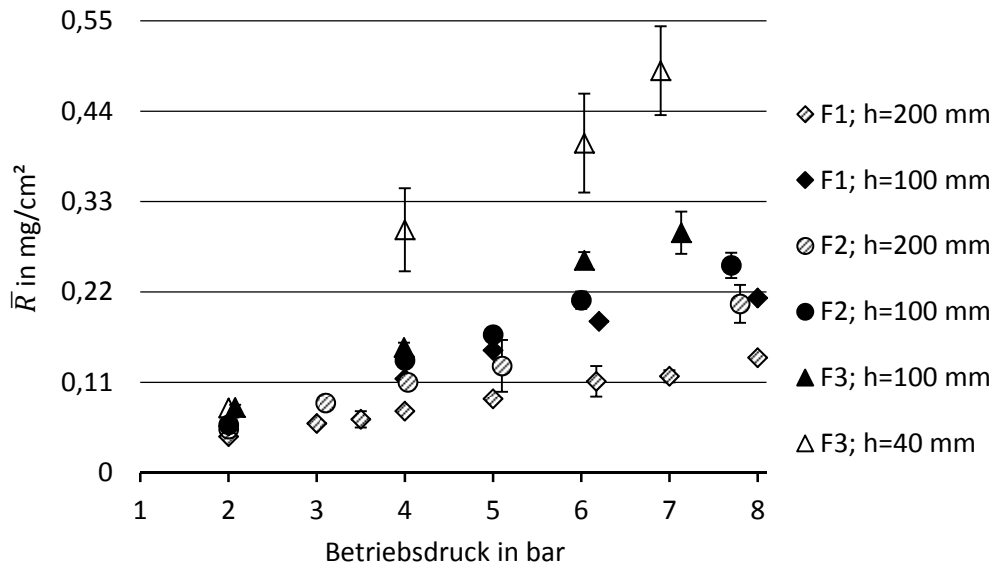


Abbildung 6-9: Mittlere Reinigungsrate in Abhängigkeit von p_0 bei Düsenabständen $h = 40, 100$ und 200 mm, Düsen: $F1, F2$ und $F3$; $n = 3, z = 2$

Tabelle 6-3: Mittlere Reinigungsrate und durchschnittlicher Aufpralldruck $p_{\overline{auf}}$ in Abhängigkeit vom Betriebsdruck p_0 ; Düse: $F1$; KI-Konfidenzintervall

p_0 in bar	2	3	3,5	4	5	6	6,2	8
\bar{R} in mg/cm²	0,044	0,06	0,065	0,075	0,09	-	0,11	0,14
KI	0,0002	0,003	0,01	0,001	0,002	-	0,018	0,002
$p_{\overline{auf}}$ in mN/mm²	0,02	-	-	0,04	-	0,08	-	0,14

Die Zunahme der Reinigungsrate kann mit einer gesteigerten Belastung infolge der Druckerhöhung in Verbindung gebracht werden. MULUGETA [84] beobachtet in seinen Untersuchungen zur Tropfen- größen- und Tropfengeschwindigkeitsverteilung im Flüssigkeitsstrahl bei steigendem Betriebsdruck eine Zunahme der spezifischen Volumenstrom- und Massenstromdichte und korreliert diese mit dem verbesserten Materialabtrag an Sand-Bindemittelgemisch-Platten. Wegen der Volumenstromzunahme kann es ebenfalls zum Übergang von einer Einzeltropfenbelastung (niedriger Druck, dünner Strahl) zu einer Stoß- und Staudruckbelastung (hoher Druck, kompakter Strahl) kommen. Ein wesentlicher Beitrag zur Erhöhung der Reinigungsrate ist der Belastungssteigerung durch den Stoß- bzw. Staudruck zuzuschreiben, da beide Drücke proportional zur Tropfengeschwindigkeit und somit zum Betriebsdruck steigen (Kapitel 2.3.5, Seite 15). Mit dem in Kapitel 6.2 beschriebenen Versuchsstand werden diese Drücke als Aufpralldruck p_{auf} erfasst. In Tabelle 6-3 sind die durchschnittlichen Aufpralldrücke $p_{\overline{auf}}$ als Funktion des Betriebsdrucks für die Düse $F1$ beim Düsenabstand $h = 200$ mm aufgeführt und zeigen eine proportionale Abhängigkeit für den untersuchten Bereich. Dementspre-

chend wird eine gute Korrelation zwischen experimentell ermittelten und aus den durchschnittlichen Aufpralldrücken errechneten Reinigungsraten \bar{R} gefunden. Die Berechnung der Reinigungsraten erfolgte mittels linearer Regression durch die Methode der kleinsten Quadrate. Zwischen den experimentell ermittelten und errechneten Werten besteht ein Bestimmtheitsmaß $R^2 = 0,94$.

Für die Diskussion der Reinigungseffizienz $E_{S,\bar{R}}$ erscheint insbesondere der Vergleich der Versuche bei den Einstellungen „F1; $h = 100 \text{ mm}$ “ und „F2; $h = 200 \text{ mm}$ “ interessant. Durch beide Einstellungen werden in Abhängigkeit vom Betriebsdruck vergleichbare Reinigungsraten erreicht. Bei der Düse F2 steht aber eine doppelt so hohe hydraulische Leistung wie bei Düse F1 zur Verfügung. Entsprechend ist die Reinigung in der Einstellung „F2; $h = 200 \text{ mm}$ “ deutlich ineffizienter (Abbildung 6-10). Für diese Untersuchungen kann das vor allem dadurch begründet werden, dass bei „F2; $h = 200 \text{ mm}$ “ infolge des höheren Düsenabstands und der Strahlaufweitung ein größeres Spritzbild vorliegt und somit ein größerer Teil der Reinigungsflüssigkeit nicht auf die Probe trifft. Die äquivalente hydraulische Leistung führt nicht zum Abtrag der Verschmutzung und reduziert die Reinigungseffizienz. Für die Düse F3 wird im untersuchten Wertebereich die geringste Reinigungseffizienz gemessen. Anhand der bei allen Verläufen fallenden Tendenz kann für diese Düsenabstände vermutet werden, dass die mit der Druckerhöhung progressiv steigende hydraulische Leistung wegen der zunehmenden strahlinternen Reibungs- und Dämpfungsverluste sowie der düsenspezifischen Strahldivergenz nicht in gleichem Maße in größere Reinigungsraten umgesetzt werden kann [84]. Die Reduzierung der Reinigungseffizienz erscheint bei kleineren Durchmessern ausgeprägter. Damit könnte auf den nachteiligen Einfluss der turbulenten Strahlausbildung im untersuchten Wertebereich geschlossen werden. Unterstützt wird die Annahme durch die nahezu gleichbleibende Reinigungseffizienz von „F3; $h = 40 \text{ mm}$ “. Wegen des größeren Düsendurchmessers bildet sich bei Düse F3 ein Strahl mit geringerer Turbulenz und Divergenz. Letztere wird auch noch durch den kleinen Düsenabstand begrenzt.

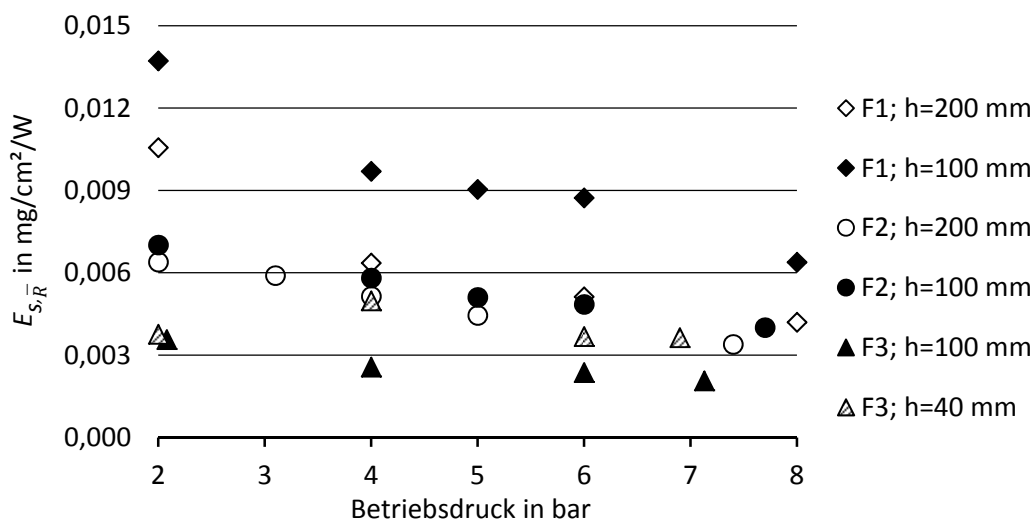


Abbildung 6-10: Reinigungseffizienz der Düsen F1, F2, F3 bei Düsenabständen $h = 40, 100$ und 200 mm in Abhängigkeit von p_0

Im Zusammenhang mit den Untersuchungen zum Einfluss des Betriebsdrucks und Düsendurchmessers stellt sich die Frage, ob die Erhöhung des Betriebsdrucks oder des Düsendurchmessers respektive des Volumenstroms unter reinigungstechnischen Aspekten zu einer effizienteren Umsetzung der gesteigerten hydraulischen Leistung führt.

Tabelle 6-4: Kombinationen der Düsen *F1*, *F2* und *F3* mit gleicher hydraulischer Leistung

Düsen	Kombination 1	Kombination 2	Kombination 3	Kombination 4
<i>F1</i>	5 bar	6,3 bar	8 bar	-
<i>F2</i>	3,1 bar	4 bar	5 bar	7,4 bar
<i>F3</i>	-	2,15 bar	-	4 bar

Die in Tabelle 6-4 aufgeführten Kombinationen der Düsen *F1*, *F2* und *F3* weisen bei den jeweiligen Einstellungen des Betriebsdrucks nahezu gleiche hydraulische Leistungen auf. Für den vorliegenden Reinigungsprozess wurden in den einzelnen Kombinationen und bei Düsenabständen von $h = 100$ und 200 mm durch die höheren Betriebsdrücke jeweils größere Reinigungsraten \bar{R} erreicht. Daraus kann geschlossen werden, dass für die vorliegende Reinigung die Druckerhöhung eine effizientere Umsetzung der hydraulischen Leistung ermöglicht. Die Ergebnisse stehen damit im Gegensatz zu den Schlussfolgerungen von MULUGETA [84]. Das ist vermutlich zum einen auf die abweichenden Eigenschaften der Sand-Bindemittel-Modellverschmutzung bei MULUGETA zurückzuführen. Zum anderen dürfte der Einfluss der Wasserfilmdämpfung auf die Belastung der Modellverschmutzung durch den tieferen Abtrag (bis 4 mm) bei MULUGETA wesentlich ausgeprägter sein.

6.4.4 Einfluss des Düsenabstands

Abbildung 6-11 zeigt die mittleren Reinigungsraten \bar{R} der Düsen *F1*, *F2* und *F3* als Funktion des Düsenabstands h . Beim kleinsten Düsenabstand von 15 mm beträgt die am Versuchsstand der Fa. Lechler gemessene Strahlbreite mindestens 42 mm, sodass die Proben in den Reinigbarkeitsuntersuchungen komplett vom Strahl erfasst werden. Da bei der Berechnung der Strahlkennwerte nur Messwerte berücksichtigt werden, die mindestens 14% des Maximalwerts betragen, ist die tatsächlich bespritzte Fläche noch größer.

Bei den untersuchten Düsen zeigt sich die maximale Reinigungsrate nicht beim kleinsten, sondern in einem größeren Abstand, bei dem der Strahl eine für die Reinigung günstige Mikro- und Makrostruktur erreicht hat. Unter Beachtung der KI wurde dieser Düsenabstand bei der Düse *F1* zu $h = 30$ mm, bei Düse *F2* und *F3* zu $h = 40$ mm bestimmt. Der größere Düsenabstand von *F2* und *F3* ist auf den größeren Volumenstrom der Düsen und die Unterschiede in der Strahlstruktur zurückzuführen. Der

optimale Düsenabstand ist eine Funktion der Betriebsparameter sowie der Verschmutzungseigenschaften und ist deshalb spezifisch für das jeweilige Reinigungssystem. Diese Ergebnisse decken sich mit denen von MENG ET AL. [78], MOMBER [81] und LEU ET AL.[65], bei denen unter reinigungstechnischen Aspekten auf optimale Düsenabstände verwiesen wird.

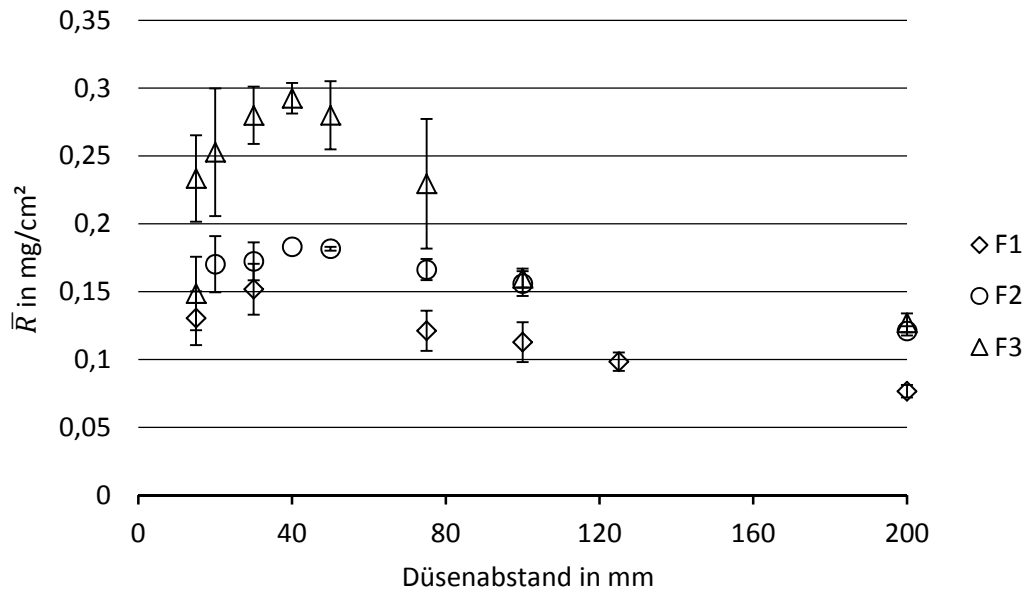


Abbildung 6-11: Mittlere Reinigungsrate als Funktion des Düsenabstands; Düsen: F1, F2, F3; n = 4, z = 3

Aufgrund des in Kapitel 2.3.4, Seite 12 dokumentierten Wissensstands liegt es nahe, zu vermuten, dass der Verlauf in Abbildung 6-11 durch dynamische Belastungseffekte, die Aufweitung des Strahls mit zunehmendem Abstand und die damit verbundene Vergrößerung der belasteten Fläche bedingt ist. Abbildung 6-12 zeigt beispielhaft die lokale Verteilung der mittleren Aufpralldrücke $p_{auf,m}$ der Düse F3 über der Strahlbreite in Abhängigkeit des Düsenabstands und beim Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar. Es ist zu erkennen, dass bei einem Düsenabstand von 15 mm der maximale Aufpralldruck gemessen wird. Wegen des geringen Düsenabstands ist der Strahl noch sehr kompakt und es liegt eine enge Verteilung des Aufpralldrucks mit steilem Abfall zu den Strahlrändern vor. Die effektive Materialbelastung ist entsprechend auf einen relativ kleinen Bereich begrenzt und führt insgesamt zu keiner effizienten Reinigung der Probe. Durch die mit zunehmendem Abstand steigende Strahldivergenz wird die Verteilung breiter und es sinken die Maximalwerte im Strahlkern. Bedingt durch die Strahlauflweitung steigen an den Proberändern die Aufpralldrücke. Für Düse F3 liegen diese Werte bei $h = 40$ mm etwas über denen, die für die anderen Düsenabstände gemessen wurden. Es kann angenommen werden, dass dies und eine günstige Belastung aus Stoß- und Staudruck zu der höchsten gemessenen Reinigungsrate führt. Unter Beachtung der Ergebnisse der mittleren Aufpralldrücke $p_{auf,m}$ in Anlage 1, Seite 120 kann für die Düse F1 ein vergleichbarer Zusammenhang bei $h = 30$ mm angenommen werden.

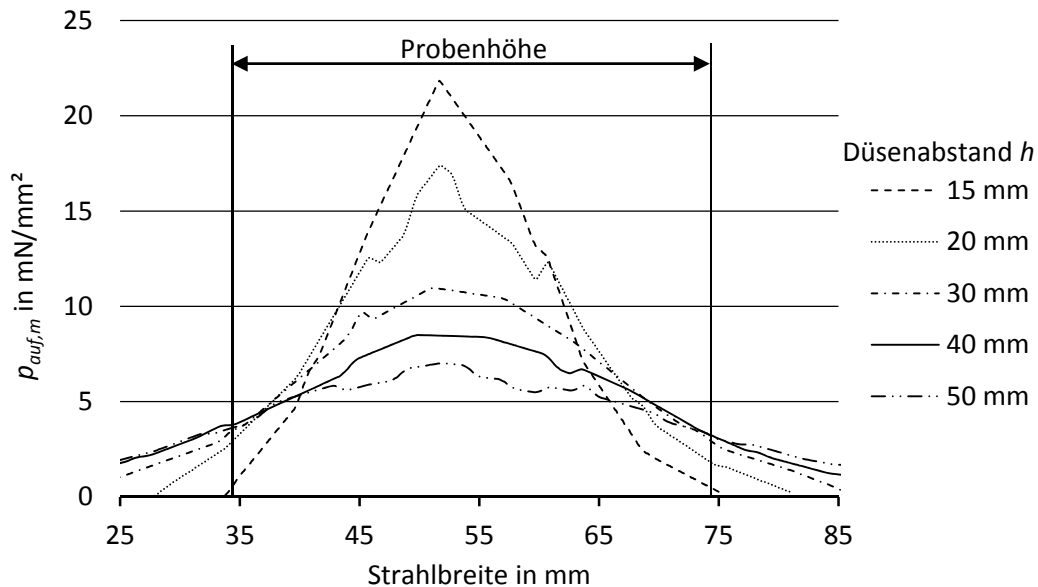


Abbildung 6-12: Mittlerer Aufpralldruck über der Strahlbreite in Abhängigkeit von h , Düse: $F3$

Abbildung 6-13 zeigt am Beispiel der Düse $F3$ und auch stellvertretend für die Düsen $F1$ und $F2$, wie deutlich sich die Strahlabmessungen mit zunehmendem Düsenabstand vergrößern. Bei einer Verdopplung des Abstands von 100 mm auf 200 mm vergrößert sich die bespritzte Fläche um den Faktor 3,2 und damit reduzieren sich die flächenbezogenen Strahlkennwerte Volumen- und Massenstromdichte entsprechend. MULUGETA [84] hat in seinen Untersuchungen bei der Verdopplung des Düsenabstands von 100 mm auf 200 mm eine Reduzierung der Volumenstromdichte von Flachstrahldüsen auf $\frac{1}{5}$ bis $\frac{1}{3}$ festgestellt. Das ist gleichbedeutend mit einer Verringerung der lokalen Belastung durch den Stoß- und Staudruck beim Tropfenaufprall und mit dem Verlust der Kohärenz sowie Abtragswirkung der Flüssigkeitsstrahlen. Weiterhin wirkt sich auf den Verschmutzungsabtrag negativ aus, dass sich mit zunehmendem Abstand kleinere Tropfen bilden und der Luftwiderstand die Tropfengeschwindigkeit bremst. Das führt zur Ausweitung des Nebelbereichs in Richtung der Strahlachse (Vgl. Abbildung 2-4, Seite 13) und zur Verkleinerung des abtragswirksamen Strahlbereichs. Durch die verstärkte Strahldivergenz werden die senkrechten Geschwindigkeitskomponenten im Strahl und die damit assoziierten Belastungen reduziert. Stattdessen treffen vermehrt Tropfen mit tangentialer Geschwindigkeitskomponente auf, bei denen die Belastung durch die lateral abströmende Tropfenflüssigkeit dominiert, und welche nur noch einen oberflächlichen Abtrag erreichen [84]. Die genannten Effekte führen insgesamt zur Verringerung des durchschnittlichen Aufpralldrucks, verdeutlicht in Abbildung 6-14, und zum Abfall der mittleren Reinigungsrate \bar{R} mit zunehmendem Düsenabstand.

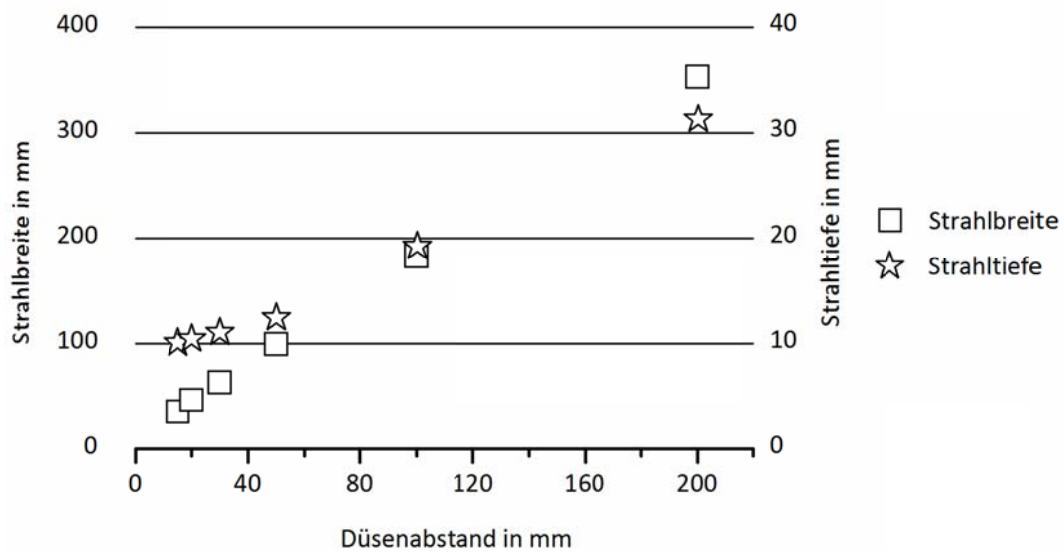


Abbildung 6-13: Strahlbreite und -tiefe in Abhängigkeit von h ; Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar; Düse: F3

Bei Betrachtung von Abbildung 6-15 wird deutlich, dass sich die Reinigung der verwendeten Proben mit den Düsen F3 und F2 im Vergleich zur Düse F1 ineffizienter gestaltet. Die größere hydraulische Leistung von F3 und F2 führt nicht zu einem adäquaten Anstieg der mittleren Reinigungsrate \bar{R} . Die Reinigungseffizienz $E_{S,\bar{R}}$ ist im Bereich des optimalen Düsenabstands am größten. Auffällig sind die größeren Unterschiede in der Reinigungseffizienz von F1 und F2 bei kleineren Abständen. Der stärkere Abfall der Werte von F1 gegenüber F2 führt mit zunehmenden Abständen zur Annäherung der Graphen. Ein wesentlicher Grund dürfte dafür in der stärkeren Strahldivergenz der Düse F1 liegen.

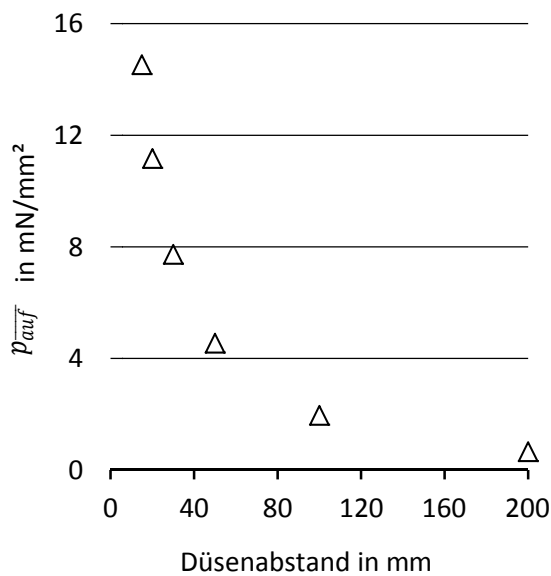


Abbildung 6-14: Durchschnittlicher Aufpralldruck als Funktion von h ; $p_0 = 4$ bar; Düse: F3

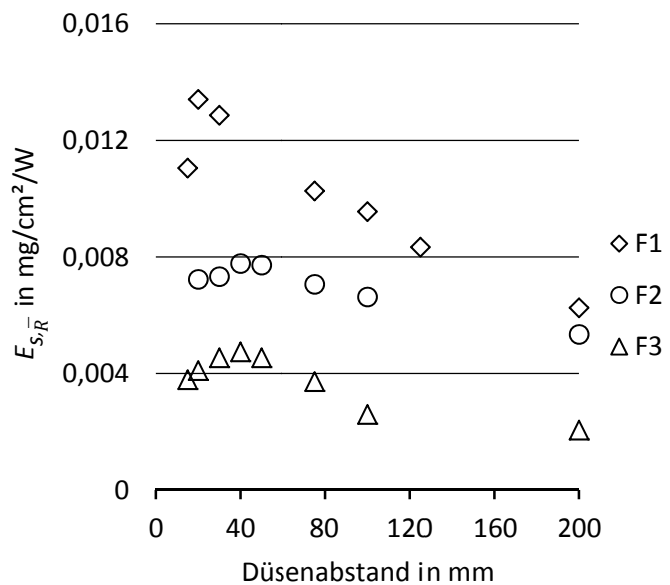


Abbildung 6-15: Reinigungseffizienz in Abhängigkeit von h ; Düsen: F1, F2, F3

6.4.5 Einfluss des Strahlaufprallwinkels

Für diese Versuche wurde die feststehende Düse in dem gewünschten Winkel zwischen Strahl und Probenoberfläche geneigt. Abbildung 6-16 zeigt den Einfluss des Strahlaufprallwinkels auf die Reinigungsrate \bar{R} für die Düsen *F1* und *F2* bei den Düsenabständen $h = 75$ und 200 mm. Die Winkel wurden zwischen 15° und 90° variiert. Wie schon in Kapitel 2.3.5, Seite 15 diskutiert, hat der Strahlaufprallwinkel Auswirkungen auf die Wirkmechanismen des Strahls, da über ihn die senkrechten und waagerechten Druckbelastungen variiert werden. Die Höhe des Staudrucks reduziert sich mit sinkendem Strahlaufprallwinkel und beim Stoßdruck wird davon ausgegangen, dass dieser nur bei senkrechtem Aufprall voll wirksam ist. Es war für die vorliegende kohäsiv versagende Verschmutzung somit zu erwarten, dass sich mit sinkendem Aufprallwinkel die Reinigungsraten verringern (Abbildung 6-16). Für effizientes Reinigen sollte deshalb der Winkel zwischen Oberfläche und Strahl möglichst senkrecht sein. Vergleichbare Ergebnisse finden ROSE [95] und SCOTT ET AL. [110].

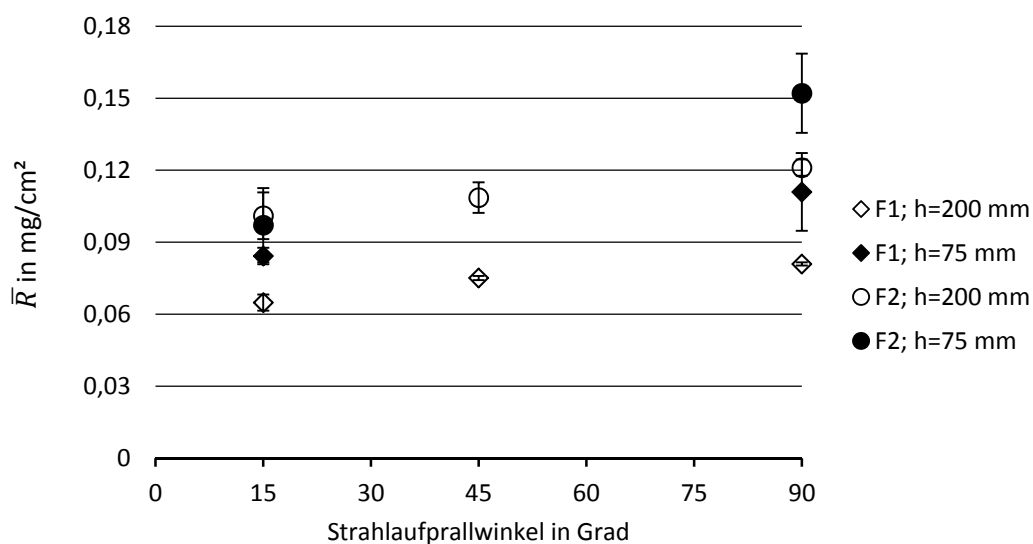


Abbildung 6-16: Mittlere Reinigungsrate in Abhängigkeit des Strahlaufprallwinkels bei Düsenabständen $h = 75$ und 200 mm; Düsen: *F1*, *F2*; $n = 4$, $z = 2$

6.5 Diskussion zu Möglichkeiten der orts- und zeitaufgelösten Analyse

Die über den Querschnitt inhomogene Verteilung der hydrodynamischen Parameter des zerfallenden Topfenstrahls beeinflusst den örtlichen und zeitlichen Verlauf der Reinigung in unterschiedlicher Art und Weise. Durch die Variation der Betriebsparameter kann somit die Ausprägung von unterschiedlichen Abtragscharakteristiken erreicht werden. Anhand dieser wird nachfolgend am Beispiel der Variation des Düsendurchmessers d_0 , des Betriebsdrucks p_0 , des Düsenabstands h und des Strahlaufprallwinkels die Möglichkeit der orts- und zeitaufgelösten Analyse diskutiert. Dafür wird jedes Foto eines Reinigbarkeitsversuchs beispielhaft in 5×11 Bereiche aufgeteilt und der Grauwert (GW) für jeden Bereich ermittelt (siehe auch Tabelle 5-8, Seite 69). Im Ergebnis der Auswertung zeigen Kon-

turdiagramme den GW-Verlauf des eingestellten Rasters über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ). Der GW-Bereich ist auf 0 - 1 skaliert. Wegen der in Kapitel 5.5.3, Seite 69 getroffenen Einschränkungen erfolgt die Diskussion anhand der den Reinigungsverlauf repräsentierenden GW-Verläufe von Proben mit ähnlichem Verschmutzungsgewicht. Aus den Versuchsreihen wurden für die Diskussion jeweils fünf Konturdiagramme ausgewählt. Im Rahmen der Einstellgenauigkeit wurde die Probenmitte auf die Düsenmitte ausgerichtet.

Düsendurchmesser

Die Auswirkungen der Vergrößerung des Düsendurchmessers d_0 auf den zeitlichen und örtlichen Reinigungsverlauf sind in Abbildung 6-17 bis Abbildung 6-19 zu sehen. Wie in Kapitel 6.4.1, Seite 86 beschrieben, führen größere Düsendurchmesser zum Anstieg des Volumenstroms und der Volumendichte in allen Strahlbereichen. Infolgedessen steigen die mittleren Aufpralldrücke $p_{auf,m}$ (Abbildung 6-20), es weitet sich der abtragswirksame Strahlbereich aus und die Reinigung beschleunigt sich. Bei den gewählten Einstellungen Düsenabstand $h = 15$ mm und Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar bildet sich ein überwiegend kohärenter Strahl mit einem ausgeprägten Aufpralldruckprofil (Abbildung 6-20). Im Bereich der Strahlachse sind die Aufpralldrücke am höchsten und fallen zu den Strahlrändern ab. Die kohärente Strahlzone ist durch axial und radial wirkenden Stoß- und Staudruck gekennzeichnet [84]. Mit steigendem Abstand von der Strahlachse nimmt der Anteil der radial wirkenden Belastungen zu und ebenso der Anteil der aus der abströmenden Tropfenflüssigkeit resultierenden Belastung. Entsprechend ist der Reinigungseffekt in der Mitte am stärksten ausgeprägt und reduziert sich mit zunehmendem Abstand von der Strahlachse.

Die Reinigung beginnt deshalb im mittleren Probenbereich und weitet sich mit zunehmender Reinigungszeit zu den Rändern aus. In den Abbildungen zu RZ 3 ist deutlich ein innerer Bereich intensiver Reinigung zu erkennen, der auf den GW-Bereich 0 - 0,24 begrenzt werden kann und dem Strahlkern entsprechen könnte. Der zunehmende Düsendurchmesser ($F1 < F2 < F3$) bewirkt, entsprechend der höheren Aufpralldrücke (Abbildung 6-20), eine Vergrößerung dieser Teilfläche nach RZ 3. Der zweite radial folgende Bereich (GW: 0,24 - 0,54) ist durch einen hohen GW-Gradienten gekennzeichnet und entspricht den steil abfallenden Werten der gemessenen Aufpralldrücke. Wird die Einteilung der Strahlbereiche nach [84] weiterverfolgt, dann korreliert dieser Abschnitt mit der Strahlmitte. Im sich anschließenden Probenbereich ist die Reinigung weniger intensiv, da hier die Aufpralldrücke gering sind. Die Charakterisierung des lokalen Reinigungsverhaltens kann im Rahmen dieser Arbeit nur phänomenologisch erfolgen. Für die eingehendere Interpretation sind ergänzende Untersuchungen (z.B. mittels Phasen-Doppler-Partikel-Analysator) der Strahleigenschaften nötig.

Im SRVST werden die Proben, wie in Abbildung 6-19, RZ 6 dargestellt, durch den stationären Strahl der Düse gefahren. Über der Probenbreite müsste somit ein gleichmäßiges Abtragsbild entstehen.

Dass der Abtrag von der Probenmitte beginnt und sich nach außen weitet, kann auf die Beeinflussung des Flüssigkeitsstrahls durch an der Probeneinspannung reflektierte Strahlen zurückgeführt werden. Des Weiteren kann nicht ausgeschlossen werden, dass es durch die im Vergleich zur Probe höhere Probenhalterung zu Abschattungseffekten an den Probenrändern kommt (Abbildung 5-24, Seite 66).

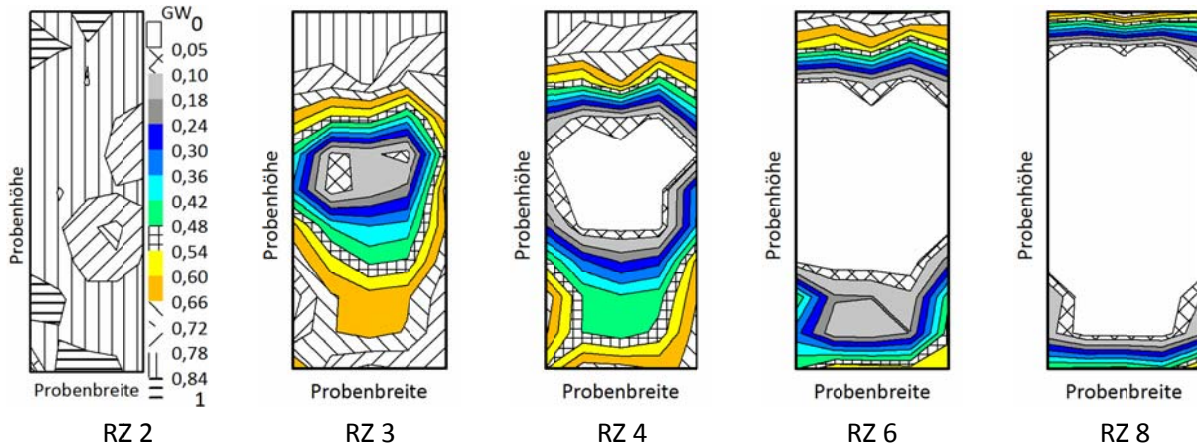


Abbildung 6-17: GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Düse: F1, $h = 15 \text{ mm}$; $p_0 = 4 \text{ bar}$

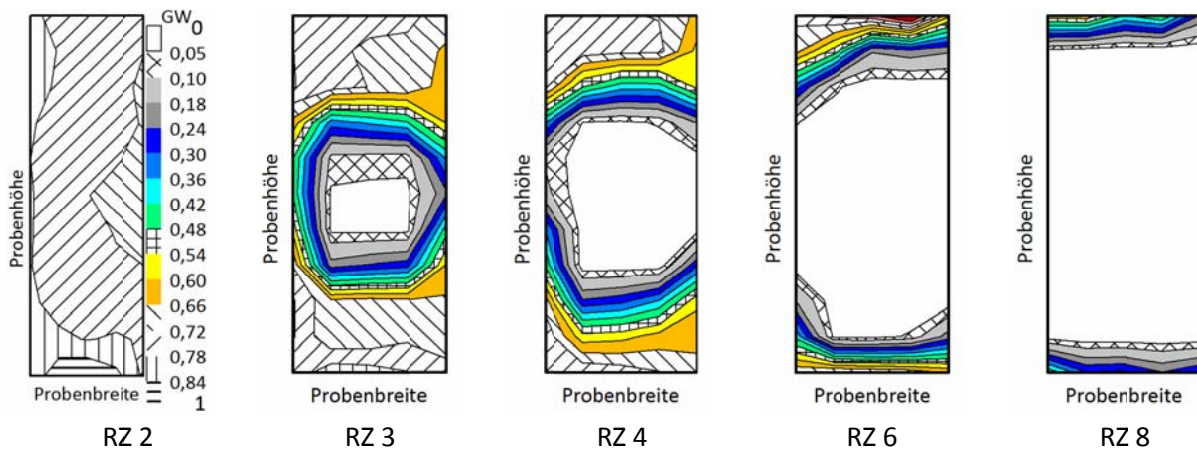


Abbildung 6-18: GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Düse: F2, $h = 15 \text{ mm}$; $p_0 = 4 \text{ bar}$

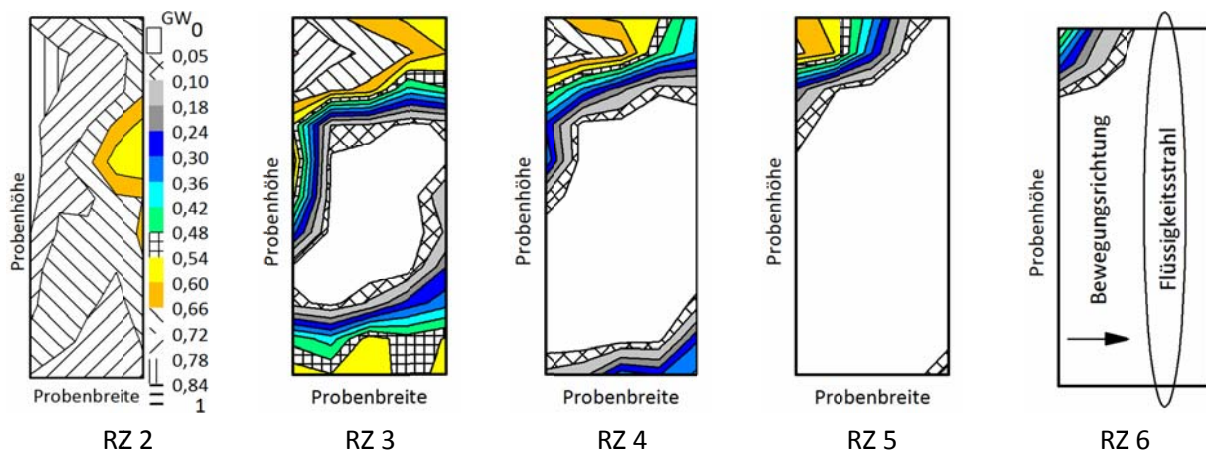


Abbildung 6-19: GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Düse: F3, $h = 15 \text{ mm}$; $p_0 = 4 \text{ bar}$

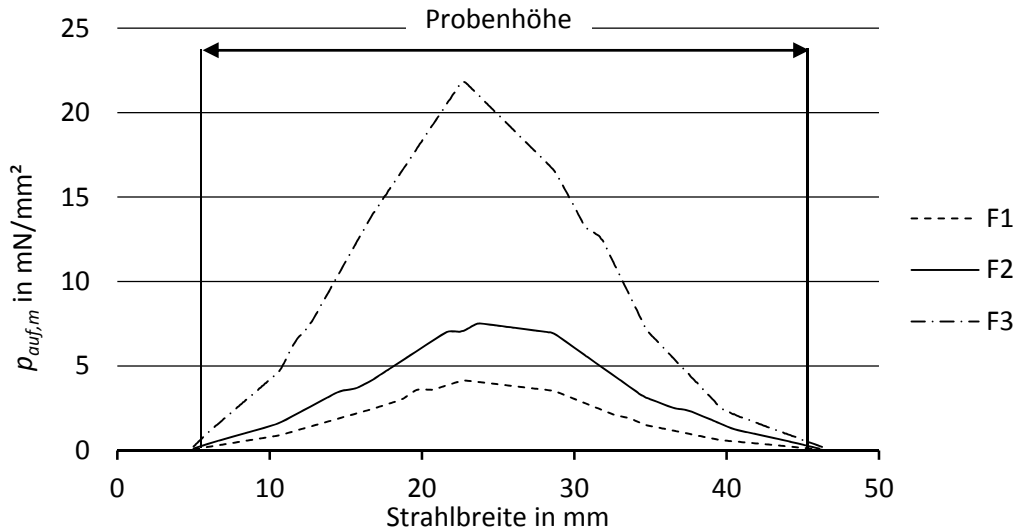


Abbildung 6-20: Mittlerer Aufpralldruck über der Strahlbreite der Düsen $F1$, $F2$ und $F3$, $h = 15$ mm; $p_0 = 4$ bar

Düsenabstand

Die Vergrößerung des Düsenabstands bewirkt eine radiale Aufweitung des Strahls. Für die beispielhaft ausgewählte Düse $F1$ ist das bei dem Düsenabstand $h = 200$ mm im Gegensatz zu $h = 15$ mm mit einer deutlich homogeneren Verteilung der hydrodynamischen Parameter des zerfallenden Tropfenstrahls über der Strahlbreite und einem oberflächlichen Abtrag verbunden (Anlage 1, Seite 120 und Tabelle 5-8, Seite 69). Aufgrund dessen ist anhand der GW-Verteilung für den Abstand $h = 200$ mm ein gleichmäßiger und langsamer Abtrag sichtbar (Anlage 2, Seite 120). Im Vergleich zum Abstand $h = 15$ mm ist ein ausgeprägter Strahlkernbereich wegen des zerfallenen Strahls nicht zu erkennen und die GW-Gradienten vernachlässigbar. Anhand der lokalen GW-Verteilung lässt sich somit der erwartete deutliche Unterschied zur Abtragscharakteristik bei $h = 15$ mm feststellen.

Betriebsdruck

In Anlage 3 bis Anlage 5 ist für die Düse $F1$ beim Abstand $h = 100$ mm die Auswirkung der Druckerhöhung von 4 auf 6 und 8 bar dargestellt. Durch die Druckerhöhung erfolgt eine Vergrößerung des Bereichs mit intensiver Belastung. Das führt zu einem breiteren und schnelleren Abtrag. In den Abbildungen ist das durch eine stärkere und großflächigere Reduktion der GW im Bereich der Probenmitte und Verbreiterung zu den Probenrändern zu erkennen. Weiterhin sind infolge der Drucksteigerung über der Probenfläche größere GW-Gradienten festzustellen. Das ist durch den steileren Verlauf der Aufpralldrücke mit steigendem Druck zu erklären (Abbildung 6-2, Seite 84). Zwischen diesen Verläufen sowie der zeitlich und örtlichen Reinigungscharakteristik ist eine Korrelation erkennbar.

Strahlaufprallwinkel

Durch die Reduzierung des Winkels zwischen Strahlachse und Probenoberfläche von 90° auf 15° verlangsamt sich der Abtrag und dessen Charakteristik ändert sich. Die Reduzierung der Druckbelastung

durch den schrägen Aufprall des Strahls führt auch zu einer Änderung der Aufpralldruckverteilung. Im Vergleich zu Anlage 6 äußert sich das in Anlage 7, Anhang Seite 122 in einer gleichmäßigeren und breiter verteilten Reduzierung der GW-Werte.

6.6 Anwendung der Untersuchungsmethode auf weitere Verschmutzungen

6.6.1 Einfluss der Oberflächenenergie auf den Abtrag von Molkenproteinverschmutzungen

Als Modellverschmutzung wurde für diese Untersuchungen eine 5 % ige Molkenproteinlösung verwendet. Diese wurde aus dem Molkenproteinpulver Milei 80 der Firma Milei GmbH und 10^{-3} M KCl_2 -Lösung hergestellt. Die Erzeugung der Verschmutzungsschicht erfolgte durch die thermische Denaturierung der Molkenproteine in einem Versuchsaufbau, der nach dem Wärmetauscherprinzip arbeitet. Die an den Wänden eines, mit Molkenproteinlösung gefüllten, Verschmutzungsmoduls angebrachten Materialproben werden durch ein Wasserbad erhitzt. Da die Wandtemperatur über der Denaturierungstemperatur der Molkenproteinlösung liegt, denaturieren die Proteine und scheiden sich auf den Proben ab [51, 132]. Die Proben wurden bei 85 °C für 10 min in der Molkenproteinlösung inkubiert. Nach der Verschmutzung wurden die Proben bei 23 °C und 50 % Luftfeuchtigkeit getrocknet. Eine Beschreibung des Versuchsaufbaus ist in [73] enthalten. Die optische Detektion der Molkenproteinverschmutzung erfolgt im SRVST durch die Anregung der intrinsischen Fluorophore mittels UV-Lampe.

Für die Tests wurden Sol-Gel-Beschichtungen mit Oberflächenenergien von 16, 29 und 38 mJ/m² (Wasserkontaktwinkel: 112°, 92° und 76°) verwendet. Die Fa. FEW Chemicals, Wolfen stellte die Beschichtungen so her, dass die Oberflächenrauigkeit und die elektrostatischen Eigenschaften nahezu gleich blieben und somit nur der Effekt der Oberflächenenergie untersucht wurde.

Der theoretische Einfluss der Oberflächenenergie kann über die Änderung der van der Waals Kraft abgeschätzt werden. Aus der Abhängigkeit der Hamaker Konstante von der Oberflächenenergie ergeben sich bei steigender Oberflächenenergie größere van der Waals Haftkräfte (Kapitel 2.2.2, Seite 6 und [10]). Da die Haftkräfte durch die Reinigung überwunden werden müssen, sollte in diesem Fall der Reinigungsaufwand steigen und damit die Reinigungsrate sinken. Diese Abhängigkeit wurde in Untersuchungen gefunden (Abbildung 6-21). Für sinkende Oberflächenenergien wird ein Anstieg der mittleren Reinigungsrate festgestellt. Der deutliche Einfluss der Oberflächenenergie auf den Abtrag der vorliegenden Molkenproteinschicht könnte auf den vorherrschenden Reinigungsmechanismus zurückzuführen sein. Nach Beobachtungen während der Versuche scheint der Abtrag vorwiegend durch Adhäsionsversagen gekennzeichnet zu sein. Zudem ermöglicht die Erfassung eines relativ großen Verschmutzungsbereichs die Differenzierung zwischen Kohäsions- und Adhäsionsversagen. Bei letzterem zeigen sich lokale Ablösungen an der Kontaktfläche zur Probe, die aber gemittelt über die

große Detektionsfläche erfasst und differenziert ausgewertet werden können.

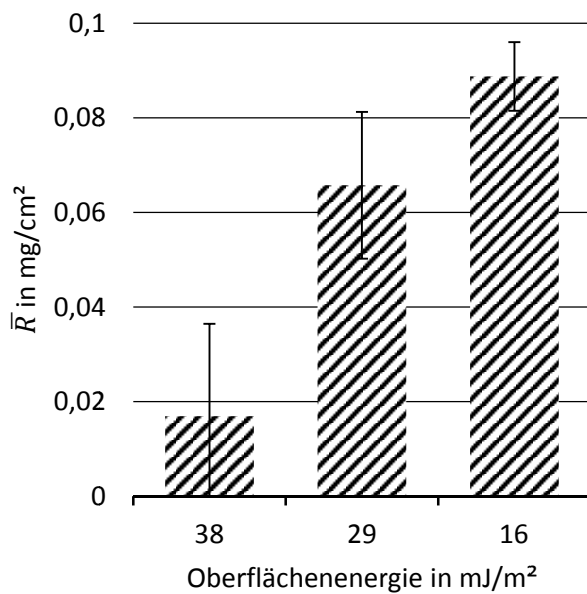


Abbildung 6-21: Mittlere Reinigungsrate in Abhängigkeit der Oberflächenenergie, Molkenproteinverschmutzung; Düse: F1; n = 3, z = 1

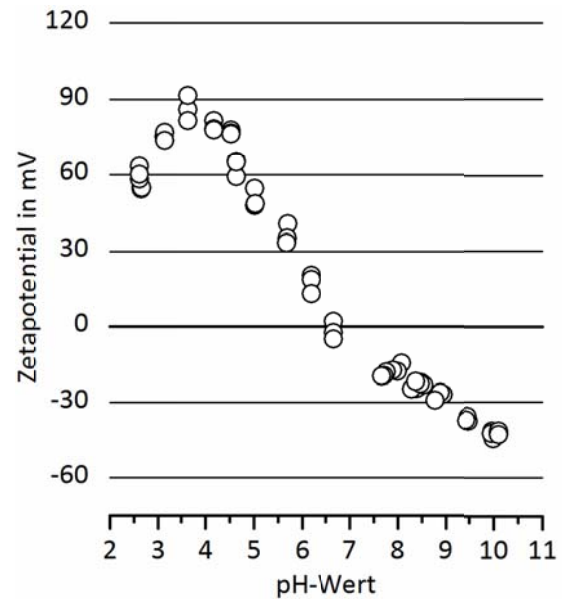


Abbildung 6-22: Zetapotential der Mikropartikel $\phi = 4,71 \mu\text{m}$ in Abhängigkeit des pH-Werts¹⁰

6.6.2 Einfluss der Oberflächenladung auf die Entfernung von Mikropartikeln

Durch die Verwendung von silanmodifizierten Oberflächen¹¹, die sich deutlich in ihrer Oberflächenladung respektive ihrem Zetapotential unterscheiden, konnte der Einfluss der elektrostatischen Oberflächeneigenschaften auf den Reinigungsprozess nachgewiesen werden. Mit der unterschiedlichen Oberflächenfunktionalisierung wurde ein positives sowie negatives Zetapotential eingestellt (Isoelektrischer Punkt: pH = 4,1 und pH = 7,9). Die Oberflächenenergien wiesen hingegen nahezu gleiche Werte auf und die Probenrauhigkeit war vernachlässigbar.

Die Untersuchungen wurden mit fluoreszierenden Melaminharz-Partikeln MF-AMC-0170 (Fa. micro-Particles GmbH) als alternative Verschmutzung durchgeführt. Als Anregungswellenlänge wird für die Mikropartikel vom Hersteller 360 nm empfohlen. Das Emissionsmaximum liegt bei 429 nm. Die Partikel mit dem $\phi = 4,71 \mu\text{m}$ zeigen den in Abbildung 6-22 dargestellten Zetapotential – pH Wert – Verlauf. Damit weisen diese beim pH - Wert der Reinigungsflüssigkeit Wasser ($\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}} = 7,1$) eine negative Ladung auf. Als Verschmutzung wurden je 10 Tropfen einer Mischung aus 1,5 μl wässriger Partikeldispersion und 100 μl destilliertem Wasser gleichmäßig auf der Oberfläche verteilt. Das Tropfenvo-

¹⁰ Strömungspotentialmessungen mit Elektrokinetischem Analysator (EKA) der Fa. Anton Paar GmbH: Anja Caspari, Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden

¹¹ Die Oberflächenproben wurden von Dr. Cornelia Bellmann vom Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden zur Verfügung gestellt.

lumen betrug 10 µl. Anschließend wurden die Proben bei 23°C und 50 % Luftfeuchtigkeit getrocknet. Die Reinigung wurde bei folgenden Parametern durchgeführt: Düsenabstand $h = 100$ mm, Betriebsdruck $p_0 = 3$ bar und die Vorschubgeschwindigkeit von 315 mm/s. Die Auswertung der Reinigungsversuche über die Reinigungsrate \bar{R} war bei diesen Untersuchungen nicht möglich, da das Anfangsgewicht der Verschmutzung oder die Menge der Partikel mit den zur Verfügung stehenden Mitteln nicht bestimmt werden konnte. Unter der Annahme, dass wiederholbar annähernd die gleiche Anzahl von Partikeln aufgetragen werden kann, wurde für die Auswertung die notwendige Anzahl an Reinigungszyklen zur Partikelentfernung gewählt.

Entsprechend der DLVO-Theorie können zur Reduzierung oder Verhinderung der Adhäsion von Stoffen, repulsive elektrostatische Wechselwirkungen den immer attraktiv wirkenden van der Waals Wechselwirkungen entgegengestellt werden. Diese Wechselwirkungen sind in jedem Fall mit gleichsinnigen Oberflächenladungen und mit der Ausbildung einer elektrochemischen Doppelschicht verbunden. Abbildung 6-23 zeigt den Reinigungsverlauf der Partikel mit negativem Zetapotential auf Oberflächen mit positivem bzw. negativem Zetapotential. Der Verlauf ist dadurch gekennzeichnet, dass im ersten Reinigungszyklus lose aufliegende Partikel entfernt werden. Das führt zu einer starken Abnahme der Restverschmutzung. Die folgenden Reinigungszyklen weisen eine langsame Abnahme der fest haftenden Restverschmutzung auf. Im Ergebnis wurde festgestellt, dass die negativen Partikel auf Oberflächen mit positivem Zetapotential deutlich mehr Reinigungszyklen zur Entfernung der Partikel benötigen als die gleichsinnige Kombination. Den theoretischen Ausführungen in Kapitel 2.2.2, Seite 6 entsprechend wurde festgestellt, dass durch elektrostatische Wechselwirkungen die Reinigbarkeit von Oberflächen sowohl positiv als auch negativ beeinflusst werden kann.

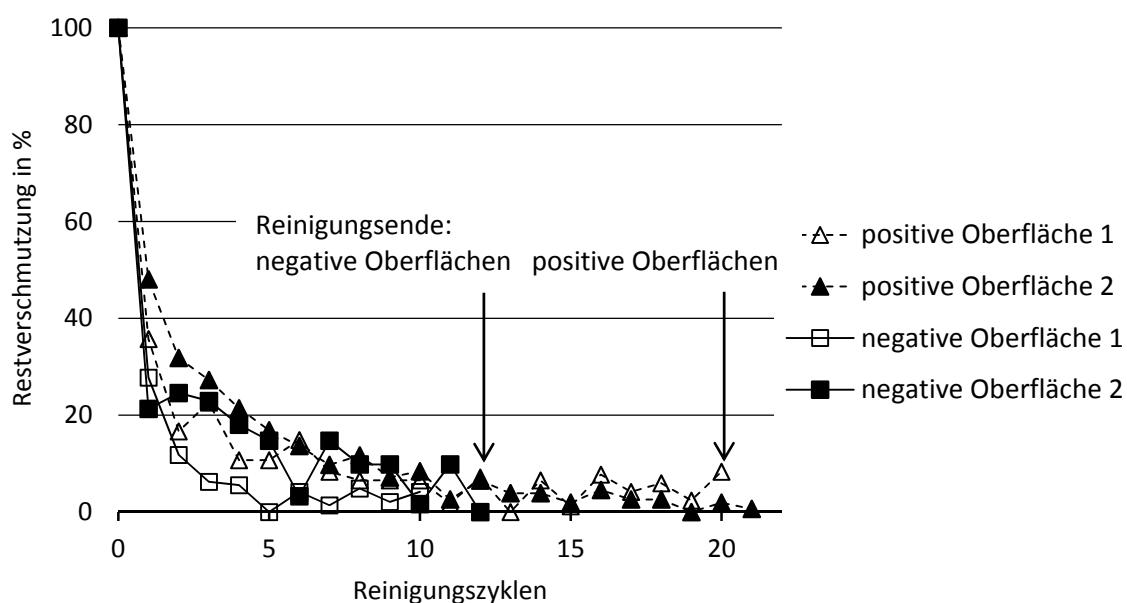


Abbildung 6-23: Reinigungskurven von Partikeln mit negativem Zetapotential in Abhängigkeit des Zetapotentials der zu reinigenden Oberflächen; Düsenabstand $h = 100$ mm; Betriebsdruck $p_0 = 3$ bar; Düse: F1

6.7 Schlussfolgerungen

Mit der vorgeschlagenen Versuchsdurchführung und –auswertung können die sich aus den Wechselwirkungen im Reinigungssystem ergebenden Einflüsse auf die Reinigbarkeit erfasst und über die mittlere Reinigungsrate \bar{R} bewertet werden. Die Änderungen der mittleren Reinigungsrate in Abhängigkeit der Betriebsparameter sind durch die Makro- und Mikrostruktur des Flüssigkeitsstrahls und die sich daraus ergebenden Druckbelastungen in Kombination mit den Eigenschaften der Verschmutzung und des Reinigungsguts zu erklären. Insgesamt führten die Untersuchungen zu plausiblen Ergebnissen und bestätigen die Validität der Untersuchungsmethode.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die orts- und zeitaufgelöste Analyse eine entscheidende Voraussetzung zur Erfassung des Reinigungsverhaltens im direkten Aufprallbereich von Flüssigkeitsstrahlen ist und mit der vorgeschlagenen Methode durchgeführt werden kann. Zudem ist sie für die reinigungstechnische Bewertung sowie den Vergleich von Flüssigkeitsstrahlen geeignet. Durch Verknüpfung mit ergänzenden Untersuchungen bietet sie eine Grundlage für die weiterführende Charakterisierung des Reinigungsverhaltens von nicht immmergierten Systemen. Die zeitaufgelöste Auswertung stellt dabei eine wesentliche Neuerung gegenüber bestehenden Methoden dar. Die Möglichkeit, den Einfluss der Verschmutzungseigenschaften und der Eigenschaften des Reinigungsguts zu untersuchen, stellt im Zusammenhang mit orts- und zeitaufgelöster Analyse eine weitere Neuerung gegenüber dem dokumentierten Wissensstand dar.

Die durch den derzeitigen Versuchsaufbau bedingte Auflösung des Reinigungsprozesses in einzelne Zyklen schränkt die Anwendbarkeit der Untersuchungsmethode ein. Der hochfrequenten Auflösung der Reinigungskinetik und der präzisen Analyse des Reinigungsverhaltens sind dadurch Grenzen gesetzt, die aber durch eine kontinuierliche Analyse überwunden werden können. Diese kann mit einem modifizierten Versuchsaufbau und verbesserter Kameratechnik umgesetzt werden. Kritisch müssen auch die konstruktiven sowie technischen Lösungen zur Unterdrückung der nachteiligen Einflüsse durch diffuse Reflexion und Umgebungslicht betrachtet werden. Diese können unter Umständen die Applikation in weiteren Bereichen einschränken.

Anhand der beispielhaft dargestellten Untersuchungsergebnisse konnte außerdem gezeigt werden, dass die Anwendbarkeit der Untersuchungsmethode nicht nur auf die Modellverschmutzung Stärke – Uranin beschränkt ist, sondern auch bei alternativen Verschmutzungen mit fluoreszierenden Eigenschaften zu plausiblen Ergebnissen führt. Als Sonderfall müssen derzeit Untersuchungen mit geringen Verschmutzungsgewichten gelten, da hier die vorgeschlagene Versuchsauswertung über die mittlere Reinigungsrate an ihre Grenzen stößt. Wie am Beispiel der partikulären Verschmutzungen gezeigt wurde, ist aber mit dem Bezug auf die Anzahl der Reinigungszyklen und unter Beachtung der genannten Voraussetzungen die Auswertung der Versuche möglich.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, einen Beitrag zur sicheren Auslegung von nicht immmergierten Reinigungsprozessen in der Lebensmittelverarbeitung zu liefern. Für wissenschaftliche Untersuchungen dieser Prozesse und deren industrieller Optimierung bedarf es Untersuchungsmethoden zur zeitaufgelösten Erfassung der Reinigung. Weiterhin ist es wünschenswert, das Reinigungsverhalten auch orts aufgelöst auswerten zu können, da in Verarbeitungsmaschinen insbesondere komplexe Geometrien reinigungskritisch und die reinigungsrelevanten Eigenschaften von Flüssigkeitsstrahlen inhomogen verteilt sind. Die bestehenden Methoden können diese keinesfalls triviale messtechnische Aufgabenstellung bisher nur unzureichend lösen. Sowohl für wissenschaftliche Untersuchungen als auch für die industrielle Praxis entsteht daraus das Problem, dass die komplexen Wechselwirkungen bei Reinigungsprozessen häufig nicht widerspruchsfrei zu interpretieren sind. Es wurde deshalb eine Untersuchungsmethode auf Basis der optischen Erfassung von Fluoreszenzemissionen erarbeitet, die eine direkte, orts- und zeitaufgelöste Analyse des Reinigungsverlaufs von Oberflächen im direkten Aufprallbereich eines Flüssigkeitsstrahls ermöglicht. Für die experimentellen Untersuchungen kam als Modellverschmutzung eine Mischung aus verkleisterter Kartoffelstärke und dem Fluoreszenzfarbstoff Uranin zur Anwendung.

Als wesentlicher Bestandteil der vorgestellten Methode wurde ein Spritzeinigungsversuchsstand entwickelt, in dem der Reinigungsprozess in diskrete Reinigungszyklen aufgelöst wird. Nach jedem Reinigungszyklus erfolgt die Detektion der Verschmutzung durch die gezielte Anregung der intrinsischen oder extrinsischen Fluorophore der Modellverschmutzung bei Wellenlängen von 320 nm – 415 nm. Die daraus folgende Emission von sichtbarem Fluoreszenzlicht wird von einer Digitalkamera fotografisch erfasst. Aus allen Bildern eines Reinigungsvorgangs ergibt sich eine charakteristische Kurve, die als zeitlicher Verlauf der Verschmutzungsabnahme interpretiert werden kann. Der mittlere Grauwert wurde als charakteristisches Merkmal der Digitalfotos identifiziert, welches mit der Verschmutzungsmenge von Stärke-Uranin im Bereich bis 1,2 mg/cm² ausreichend linear korreliert und somit den Reinigungsverlauf beschreibt.

Im ersten Schritt zur Bestätigung der Plausibilität der vorgeschlagenen Untersuchungsmethode konnte gezeigt werden, dass die Grauwert-Verläufe der untersuchten Reinigungsprozesse durch die Weibullfunktion nach DÜRR UND GRAßHOFF [27] mathematisch beschrieben werden können und dass damit x_{95} , die Zyklenanzahl zum Abtrag von 95 % der Ausgangsverschmutzung, zu bestimmen ist. Weiterhin wurde nachgewiesen, dass ein linearer Zusammenhang zwischen dem Verschmutzungsgewicht und den Reinigungszyklen x_{95} besteht. Anhand dieser Untersuchungen konnten die Ergebnisse von SCHLÜßLER [101] zum Zusammenhang von Reinigungsdauer und abgetragener Verschmut-

zungsmenge bestätigt werden. Die Methode ist somit geeignet, die Reinigbarkeit über die mittlere Reinigungsrate \bar{R} zu charakterisieren.

Im Folgenden wurden schwerpunktmäßig die kausalen Zusammenhänge zwischen Betriebsparametern i) Düsendurchmesser, ii) Einwirkzeit, iii) Betriebsdruck, iv) Düsenabstand, v) Strahlaufprallwinkel und der Reinigbarkeit genutzt, um die Validität des methodischen Ansatzes weiter zu überprüfen. Im Ergebnis der Untersuchungen ist festzustellen, dass sich in Abhängigkeit der gewählten Betriebsparameter Inhomogenitäten in den durch den Strahl hervorgerufenen Druckbelastungen einstellen können und sich damit Unterschiede im Reinigungsverhalten ergeben. Es zeigte sich weiterhin, dass die direkte orts- und zeitaufgelöste Analyse eine entscheidende Voraussetzung zur Erfassung und Bewertung des Reinigungsverhaltens ist. Die mittlere Reinigungsrate \bar{R} ist geeignet, um die Reinigbarkeit von Systemen zu vergleichen.

Die Versuchsdurchführung und –auswertung haben im Zusammenhang mit bereits veröffentlichten Erkenntnissen gezeigt, dass in Abhängigkeit des Reinigungsguts und der Verschmutzung eine effiziente Reinigung durch Anpassung der Betriebsparameter und den sich daraus ergebenden Druckbelastungen erreicht wird. Das lässt sich insbesondere in der Ausprägung eines reinigungstechnisch günstigen Düsenabstands feststellen. Die Erhöhung der hydraulischen Leistung durch Anpassung des Betriebsdrucks und des Volumenstroms verbessert die Reinigbarkeit. Die experimentellen Untersuchungen deuten aber auch an, dass dies bei den untersuchten Einstellungen nicht zu einer adäquaten Steigerung der mittleren Reinigungsrate \bar{R} führt. Unter energetischen Aspekten erscheint für den in dieser Arbeit untersuchten Reinigungsprozess die Steigerung der mittleren Reinigungsrate \bar{R} durch die Erhöhung des Betriebsdrucks effizienter als die Vergrößerung des Volumenstroms.

Aus den Untersuchungsergebnissen kann geschlossen werden, dass das Reinigungsverhalten der untersuchten Stärke bei der Reinigung mit NaOH vorwiegend durch kohäsives Versagen gekennzeichnet ist und wesentlich durch die Diffusion des Reinigungsmediums in die Schicht beeinflusst wird.

Weiterführende Untersuchungen haben gezeigt, dass die Untersuchungsmethode auch bei fluoreszierenden Verschmutzungen angewendet werden kann, deren Abtrag nicht durch vorwiegend kohäsives Versagen gekennzeichnet ist.

Für die Weiterentwicklung der Untersuchungsmethode können mehrere Ziele genannt werden. Von hohem praktischen Nutzen wäre eine Detektionsmethode zur Überwachung von Reinigungsprozessen in nicht immmergierte Bereichen von Verarbeitungsmaschinen. Dafür ist die technische Auslegung der Systeme an die Fluoreszenzeigenschaften verschiedener Lebensmittelbestandteile anzupassen und der Fremdlichteinfluss auf die Detektionsgrenzen zu bestimmen. Eine Ausweitung des Einsatzgebiets auf Stoffe, welche im UV-Wellenlängenbereich emittieren, könnte durch die Verwendung von

UV-sensitiven Kameras erfolgen. Kameras, die dafür geeignet erscheinen, sind kommerziell verfügbar. Für die Systemauslegung bedarf es aber erst umfangreicher Untersuchungen zur Anregung, der Wellenlängenfilterung und den Detektionsgrenzen.

Mit Blick auf die Entwicklung eines Reinigbarkeitstests für nicht immergierte Bereiche von Verarbeitungsmaschinen sind verschiedene Anpassungen empfehlenswert. Eine wesentliche Voraussetzung für aussagekräftige Ergebnisse ist derzeit die homogene Aufbringung der Modellverschmutzung. Durch die Abhängigkeit der Reinigungszeit vom Verschmutzungsgewicht wirkt sich eine schwankende Schmutzmengenverteilung nachteilig auf die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse aus. Eine Verbesserung könnte durch die Erfassung der Schmutzmengenverteilung über die schon beispielhaft gezeigte lokale Auflösung der Grauwerte erfolgen. In diesem Fall würde die Gewichtsverteilung und damit die Reinigungsrate lokal bestimmt und in der Auswertung beachtet werden. Voraussetzungen dafür sind die präzise Kenntnis des Zusammenhangs zwischen Grauwert und Verschmutzungsmenge sowie die Erfassung der Anregungsintensität. In beiden Fällen kann eine kurze bis mittelfristige Umsetzung erwartet werden. Im Grenzbereich der Grauwertlinearität ist auch die Anpassung des dynamischen Kamerabereichs über die Belichtungszeit denkbar. Auf dieser Basis sind auch eine präzisere Betrachtung der teilflächenbezogenen Reinigungswirkung und damit die Auswahl von Betriebsparametern für eine effiziente Reinigung möglich.

Für weitere wissenschaftliche Untersuchungen ist hingegen die Entwicklung einer reproduzierbar herstellbaren Modellverschmutzung von großem Interesse, deren Abtrag vorwiegend durch adhäsives Versagen gekennzeichnet ist. Damit würde die Möglichkeit bestehen, Wirkmechanismen für ein noch breiteres Anwendungsfeld genauer untersuchen zu können. Gleiches gilt für Modellverschmutzungen zur Nachbildung von partikulären Ablagerungen.

Literaturverzeichnis

- [1] Adler, W.F.: *The Mechanics of Liquid Impact*. Treatise on materials science and technology, Nr. 16, S. 127-183, 1979.
- [2] Andrés-Lacueva, C.; Mattivi, F.; Tonon, D.: *Determination of riboflavin, flavin mononucleotide and flavin-adenine dinucleotide in wine and other beverages by high-performance liquid chromatography with fluorescence detection*. Journal of Chromatography A, Nr. 823, S. 355-363, 1998.
- [3] Asteriadou, K.; Othman, A.M.; Goode, K.; Fryer, P.J.: *Improving the cleaning of industrial heat induced food and beverages deposits: A scientific approach to practice*. Müller-Steinhagen, H.; Malayeri, M.R.; Watkinson, A.P. (Hrsg.): Proceeding - International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning. Schladming, Österreich, 2009.
- [4] Augustin, W.; Fuchs, T.; Föste, H.; Schöler, M.; Majschak, J.P.; Scholl, S.: *Pulsed flow for enhanced cleaning in food processing*. Food and Bioproducts Processing, Nr. 88, S. 384-391, 2010.
- [5] Bartels, H.A.: *Chemische Analyse: Basiswissen*. Springer : Berlin, 1977.
- [6] Bellmann, C.; Klinger, C.; Opfermann, A.; Böhme, F.; Adler, H.-J.P.: *Evaluation of surface modification by electrokinetic measurements*. Progress in Organic Coatings, Nr. 44, S. 93-98, 2002.
- [7] Bénézech, T.; Lelièvre, C.; Membré, J.M.; Viet, A.F.; Faille, C.: *A new test method for in-place cleanability of food processing equipment*. Journal of Food Engineering, Nr. 54, S. 7-15, 2002.
- [8] Beutin, E.F.: *Flüssigkeitsschlag, Grundlagen der Beanspruchung und ihre technische Nutzenwendung*. Dissertation, Technische Universität Hannover, 1975.
- [9] Bird, M., R. ; Bartlett, M.: *CIP Optimization for the food industry: Relationship between detergent concentration, temperature and cleaning time*. Transactions of the Institution of Chemical Engineers / C, Nr. 73, S. 63-70, 1995.
- [10] Bobe, U.: *Die Reinigbarkeit technischer Oberflächen im immmergierten System*. Dissertation, Technische Universität München, 2008.
- [11] Bobe, U.; Wildbrett, G.: *Anforderungen an Werkstoffe und Werkstoffoberflächen bezüglich Reinigbarkeit und Beständigkeit*. Chemie Ingenieur Technik, Nr. 78, S. 1615-1622, 2006.
- [12] Bode, K.; Hooper, R.J.; Paterson, W.R.; Wilson, D.I.; Augustin, W.; Scholl, S.: *Reinigung von Molkeproteinablagerungen mit pulsierender Strömung*. Chemie Ingenieur Technik, Nr. 78, S. 613-620, 2006.
- [13] Boulangé-Petermann, L.: *Processes of bioadhesion on stainless steel surfaces and cleanability: A review with special reference to the food industry*. Biofouling, Nr. 10, S. 275-300, 1996.
- [14] Boulange-Petermann, L.; Jullien, C.; Dubois, P.E.; Benezech, T.; Faille, C.: *Influence of surface chemistry on the hygienic status of industrial stainless steel*. Biofouling: The Journal of Bioadhesion and Biofilm Research, Nr. 20, S. 25-33, 2004.
- [15] Brunton, J.H.; Rochester, M.C.: *Erosion of solid surfaces by the impact of liquid drops*. In: Preece, C.M. (Hrsg.): Treatise on materials science and technology. Academic Press : New York, S. 185-248, 1979.
- [16] Buchwald, B.: *Reinigung fester Oberflächen - Theoretische Überlegungen zur mechanischen Komponente*. Ernährungswirtschaft/Lebensmitteltechnik, Nr. 9, S. 628-643, 1973.

- [17] Buzby, J.C.; Roberts, T.; Lin, J.C.-T.; MacDonald, J.M.: *Bacterial Foodborne Disease: Medical Costs and Productivity Losses: Agricultural Economic Report*. Food and Consumer Economics Division, Economic Research Service, U.S. Department of Agriculture (Hrsg.), Washington, 1996.
- [18] Calvimontes, A.: *Topographic characterization of polymer materials at different length scales and the mechanistic understanding of wetting phenomena*. Dissertation, Technische Universität Dresden, 2009.
- [19] Cappius, H.J.; Schmitt, F.J.; Börner, J.; Südmeyer, H.; Olliges, K.; Reinicke, K.; Kahlen, I.: *Optische Methoden zur Reinigungs- und Kontaminationskontrolle*. BMBF Verbundprojekt 01RI0645 A-F, 2010.
- [20] Carpentier, B.; Cerf, O.: *Biofilms and their consequences, with particular reference to hygiene in the food industry*. Journal of Applied Microbiology, Nr. 75, S. 499-511, 1993.
- [21] Cerny, G.; Betz, M.; Schneider, M.: *Ablösung von Stärkefilmen auf Glasoberflächen durch Reinigerkomponenten*. SÖFW-Chemische Spezialitäten, Nr. 127, S. 108-114, 2001.
- [22] Christian, G.K.: *Cleaning of carbohydrate and dairy protein deposits*. PhD Thesis, University of Birmingham, 2004.
- [23] *Codex Alimentarius*. Weltgesundheitsorganisation Vereinte Nationen, 1963.
- [24] Derjaguin, B.V.; Churaev, N.N.; Muller, V.M.: *Surfaces Forces*. 1st ed., Consultants Bureau : New York, 1987.
- [25] *DIN EN 1672-2:2009-07, Nahrungsmittelmaschinen - Allgemeine Gestaltungsleitsätze - Teil 2: Hygieneanforderungen*. 2009.
- [26] Dürr, H.: *Milk heat exchanger cleaning - modelling of deposit removal II*. Trans IChemE, Nr. 80, S. 253-259, 2002.
- [27] Dürr, H.; Graßhoff, A.: *Milk heat exchanger cleaning - modelling of deposit removal*. Trans IChemE, Nr. 77, S. 114-118, 1999.
- [28] Dürr, H.; Wildbrett, G.: *Gewerbliches Geschirrspülen-Modell des Reinigungsprozesses*. SÖFW-Journal, Nr. 126, S. 54-57, 2000.
- [29] Endres, H.-E.; Hammerl, E.; Drost, S.; Menner, M.; Pfeiffer, T.: *Reinigungssensor für die CIP Reinigung*. Deutsche Molkerei-Zeitung, Nr. 123, S. 34-38, 2002.
- [30] Epstein, N.: *Thinking about Heat Transfer Fouling: A 5 × 5 Matrix*. Heat Transfer Engineering, Nr. 4, S. 43-56, 1981.
- [31] Flemming, H.-C.: *Biofouling in water systems – cases, causes and countermeasures*. Applied Microbiology and Biotechnology, Nr. 59, S. 629-640, 2002.
- [32] Fryer, P.J.; Asteriadou, K.: *A prototype cleaning map: A classification of industrial cleaning processes*. Trends in Food Science & Technology, Nr. 20, S. 255-262, 2009.
- [33] Fryer, P.J.; Christian, G.K.; Liu, W.: *How hygiene happens: physics and chemistry of cleaning*. International Journal of Dairy Technology, Nr. 59, S. 76-84, 2006.
- [34] Gehm, L.: *Rheologie: praxisorientierte Grundlagen und Glossar*. Vincentz : Hannover, 1998.
- [35] Gillham, C.R.; Fryer, P.J.; Hasting, A.P.M.; Wilson, D.I.: *Enhanced cleaning of whey protein soils using pulsed flows*. Journal of Food Engineering, Nr. 46, S. 199-209, 2000.
- [36] Gordon, P.W.; Brooker, A.D.M.; Chew, J.Y.M.; Wilson, D.I.; York, D.W.: *A scanning fluid dynamic gauging technique for probing surface layers*. Measurement Science and Technology, Nr. 21, S. 1-10, 2010.

- [37] Graßhoff, A.: *Hygienic design-the basis for computer controlled automation*. Transactions of the Institution of Chemical Engineers / C, Nr. 70c, S. 69-77, 1992.
- [38] Graßhoff, A.: *Methoden der Reinigung in milchwirtschaftlichen Anlagen - verfahrenstechnische Untersuchungen zur Entwicklung neuer Reinigungskemikalien*. SÖFW-Journal, Nr. 124, S. 1037-1043, 1998.
- [39] Graßhoff, A.: *Modellversuche zur Ablösung fest verkrusteter Milchbeläge von Erhitzerplatten im Zirkulationsreinigungsverfahren*. Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte, Nr. 35, S. 493-519, 1983.
- [40] Graßhoff, A.: *Zum Wirkfaktor "Chemie" bei der Reinigung von Plattenpasteuriserapparaten*. dmz Deutsche Molkereizeitung, Nr. 116, S. 588-598, 1995.
- [41] Hauser, G.: *Hygienegerechte Apparate und Anlagen für die Lebensmittel-, Pharma- und Kosmetikindustrie*. Wiley-VCH Verlag : Weinheim, 2004.
- [42] Hofmann, J.: *Stoffübertragung bei der Reinigung als Qualifizierungsmethode der Reinigbarkeit*. Dissertation, Technische Universität München, 2007.
- [43] Hooper, R.J.; Paterson, W.R.; Wilson, D.I.: *Comparison of Whey Protein Model Fouling for Studying Cleaning of Milk Fouling Deposits*. Food and Bioproducts Processing, Nr. 84, S. 329-337, 2006.
- [44] Ilberg, V.: *Überprüfung einer CIP-Anlage*. LVT Lebensmittelindustrie, Nr. 2007, S. 44-46, 2007.
- [45] Jenkins, D.C.; Booker, J.D.: *The impingement of water drops on a surface moving at high speed*. Richardson, E.G. (Hrsg.): Proceeding - Aerodynamic capture of particles. Leatherhead, UK, S. 97-103, 1960.
- [46] Jensen, B.B.B.: *Hygienic design of closed processing equipment by use of computational fluid dynamics*. PhD Thesis, Danish Technical University, 2003.
- [47] Jensen, B.B.B.; Stenby, M.; Nielsen, D.F.: *Improving the cleaning effect by changing average velocity*. Trends in Food Science and Technoloy, Nr. 18, S. 58-63, 2007.
- [48] Jeyachandran, Y.L.; Narayandass, S.K.; Mangalaraj, D.; Bao, C.Y.; Li, W.; Liao, Y.M.; Zhang, C.L.; Xiao, L.Y.; Chen, W.C.: *A study on bacterial attachment on titanium and hydroxyapatite based films*. Surface and Coatings Technology, Nr. 201, S. 3462-3474, 2006.
- [49] Jullien, C.; Bénézech, T.; Carpentier, B.; Lebret, V.; Faille, C.: *Identification of surface characteristics relevant to the hygienic status of stainless steel for the food industry*. Journal of Food Engineering, Nr. 56, S. 77-87, 2002.
- [50] Jullien, C.; Benezech, T.; Gentil, C.L.; Boulange-Petermann, L.; Dubois, P.E.; Tissier, J.P.; Traisnel, M.; Faille, C.: *Physico-chemical and hygienic property modifications of stainless steel surfaces induced by conditioning with food and detergent*. Biofouling: The Journal of Bioadhesion and Biofilm Research, Nr. 24, S. 163-172, 2008.
- [51] Karlsson, C.A.C.; Wahlgren, M.C.; Trägårdh, A.C.: *β -Lactoglobulin fouling and its removal upon rinsing and by SDS as influenced by surface characteristics, temperature and adsorption time*. Journal of Food Engineering, Nr. 30, S. 43-60, 1996.
- [52] Käss, W.: *Geohydrologische Markierungstechnik*. Gebrüder Borntraeger : Berlin, 2004.
- [53] Keck, D.: *Knowledge Centre - Einflussfaktoren auf die Zerstäubung*. Lechler GmbH : Metzingen, 2005.
- [54] Kern, W.; Poutinen, D.A.: *Cleaning solution based on hydrogen peroxide for use in silicon semiconductor technology*. RCA Review, Nr. S. 187-206, 1970.

- [55] Kold, J.; Skræ, L.: *A method for assessing the cleanability of open processing equipment*. In: Wirtanen, G., Salo, Satu (Hrsg.): DairyNET - hygiene control in Nordic dairies. VTT Publications : Espoo, S. 213-216, 2004.
- [56] Kraatz, W.: *Ausbreitungs- und Mischvorgänge in Strömungen*. Dissertation, Technische Universität Dresden, 1975.
- [57] Krautter, J.; Vetter, K.: *Verbesserung der Reinigungstechnologie bei Einsatz von Hochdruckreinigern mit dem Ziel der Wassereinsparung und Wasserwiederverwendung*. BMFT Forschungsbericht 02WT 8728/5, 1990.
- [58] Kroschel, K.: *Statistische Informationstechnik: Signal- und Mustererkennung, Parameter- und Signalschätzung*. 4. Auflage, Springer : Berlin, Heidelberg, 2004.
- [59] Kross, F.: *Randschichtverfestigung durch Hochdruck-Wasserstrahlen*. VDI Verlag : Düsseldorf, 1996.
- [60] Krüger, S.: *Prüfung der Reinigungseffizienz in Reinigungs- und Desinfektionsgeräten*. Forum, Nr. 3, S. 20-23, 2005.
- [61] Lakowicz, J.R.: *Principles of fluorescence spectroscopy*. 3. Ausgabe, Springer Science + Business Media : New York, 2006.
- [62] Landoulsi, J.; Genet, M.J.; Richard, C.; El Kirat, K.; Pulvin, S.; Rouxhet, P.G.: *Evolution of the passive film and organic constituents at the surface of stainless steel immersed in fresh water*. Journal of Colloid and Interface Science, Nr. 318, S. 278-289, 2008.
- [63] Lang, V.; Linderer, M.; Wildbrett, G.; Stifter, I.: *Methode zur definierten Verschmutzung ebener Flächen mit Stärke*. SÖFW. Seifen, Öle, Fette, Wachse, Nr. 117, S. 104-105, 1991.
- [64] Leclercq-Perlat, M.N.; Lalande, M.: *Cleanability in relation to surface chemical composition and surface finishing of some materials commonly used in food industries*. Journal of Food Engineering, Nr. 23, S. 501-517, 1994.
- [65] Leu, M.C.; Meng, P.; Geskin, E.S.; Tismeneskiy, L.: *Mathematical modeling and experimental verification of stationary waterjet cleaning process*. Journal of Manufacturing Science and Engineering, Nr. 120, S. 571-579, 1998.
- [66] Linderer, M.; Wildbrett, G.: *Untersuchungen zum maschinellen Geschirrspülen - Erarbeitung eines Prüfverfahrens*. SÖFW. Seifen, Öle, Fette, Wachse, Nr. 119, S. 822-828, 1993.
- [67] Liu, W.; Fryer, P.J.; Zhang, Z.; Zhao, Q.; Liu, Y.: *Identification of cohesive and adhesive effects in the cleaning of food fouling deposits*. Innovative Food Science & Emerging Technologies, Nr. 7, S. 263-269, 2006.
- [68] Loncin, M.; Hahn, G.; Schornick, G.: *Probleme der Reinigung lebensmittelverarbeitender Anlagen*. Ernährungswirtschaft / Lebensmitteltechnik, Nr. 4, S. 180-192, 1975.
- [69] Marose, S.: *Bioprozeßanalytik mit zweidimensionaler Fluoreszenzspektroskopie*. Dissertation, Universität Hannover, 1999.
- [70] *Maschinenrichtlinie 2006/42/EG, Lebensmittel-, Bedarfsgegenstände- und Futtermittelgesetzbuch - Fassung vom 24. Juli 2009*.
- [71] Mattisek, R.; Steiner, G.: *Lebensmittelanalytik - Grundzüge, Methoden, Anwendungen*. 3. Auflage, Springer Verlag : Heidelberg, 2006.
- [72] Mauermann, M.; Calvimontes, A.; Bellmann, C.; Simon, F.; Schöler, M.; Majschak, J.P.: *Modifications in hygienic properties of stainless steel surfaces due to repeated soiling and cleaning*. Müller-Steinhagen, H.; Malayeri, R.; Watkinson, P. (Hrsg.): Proceeding - Heat exchanger fouling and cleaning. Fodele Beach, Kreta, Griechenland, 2011.

- [73] Mauermann, M.; Eschenhagen, U.; Bley, T.; Majschak, J.P.: *Surface modifications – application potential for the reduction of cleaning costs in the food processing industry*. Trends in Food Science & Technology, Nr. 20, S. 9-15, 2009.
- [74] Mauermann, M.; Eschenhagen, U.; Weyrauch, T.; Köhler, H.; Bley, T.; Majschak, J.P.: *Monitoring the progress of cleaning using optical detection methods*. Proceeding - Conference on fouling & cleaning in food processing. Cambridge, UK, S. 80-87, 2010.
- [75] McClure, W.F.: *Near-infrared spectroscopy. The giant is running strong*. Analytical Chemistry, Nr. 66, S. 43A - 53A, 1994.
- [76] McMahon, G.: *Analytical Instrumentation: A Guide to Laboratory, Portable and Miniaturized Instruments*. Wiley VCH Verlag: Weinheim, 2007.
- [77] Medilanski, E.; Kaufmann, K.; Wick, L.Y.; Wanner, O.; Harms, H.: *Influence of the surface topography of stainless steel on bacterial adhesion*. Biofouling, Nr. 18, S. 193-203, 2002.
- [78] Meng, P.; Geskin, E., S.; Leu, M., C.; Li, F.: *An analytical and experimental study of cleaning with moving waterjets*. Journal of Manufacturing Science and Engineering, Nr. 120, S. 580-589, 1998.
- [79] *Merkblatt Riboflavintest*. VDMA-Fachverband Verfahrenstechnische Maschinen und Apparate, 2007.
- [80] Milchers, W.: *Abtrag von Polymeren mit reinen Wasserstrahlen*. VDI Verlag : Düsseldorf, 2001.
- [81] Momber, A.: *Handbuch Druckwasserstrahl-Technik*. Beton-Verlag : Düsseldorf, 1993.
- [82] Momber, A.; Schulz, R.R.: *Handbuch der Oberflächenbehandlung Beton*. Birkhäuser Verlag : Basel, 2006.
- [83] Müller, G.; Weber, H.: *Mikrobiologie der Lebensmittel*. Behr's Verlag : Hamburg, 1996.
- [84] Mulugeta, E.: *Niederdruckstrahlwäsche von Gemüse*. Dissertation, Universität Rostock, 2010.
- [85] Mulugeta, E.; Geyer, M.: *Characterising the washing processes of vegetables and potatoes*. Biosystems Engineering, Nr. 91, S. 441–453, 2005.
- [86] Mulugeta, E.; Geyer, M.; Oberbarnscheidt, B.; Liphthal, M.: *Entwicklung von Waschdüsen für eine effizientere Gemüsewäsche*. Landtechnik - Agricultural Engineering, Nr. 57, S. 220-222, 2002.
- [87] Mulugeta, E.; Truppel, I.; Geyer, M.: *Erzeugung und Auswertung von 2D-Druckverteilungsbildern*. Computerbildanalyse in der Landwirtschaft. Bornimer Agrartechnische Berichte, Nr. 31, S. 31-40, 2002.
- [88] Nassauer, J.: *Adsorption und Haftung an Oberflächen und Membranen - Grundlagen Anwendungen und Probleme*. Lebensmittelverfahrenstechnik Bioverfahrenstechnik : Weihenstephan, 1985.
- [89] Patel, S.; Jordan, W.K.: *Studies on flowdynamics of falling films of water and its effect on cleaning of stainless steel*. Journal of food science, Nr. 35, S. 374-377, 1970.
- [90] Perkampus, H.-H.: *Lexikon Spektroskopie*. VCH Verlagsgesellschaft : Weinheim, 1993.
- [91] Plett, E.A.: *Zur Kinetik des Entferns von Reinigungs- und Desinfektionsmitteln aus lebensmittelverarbeitenden Anlagen*. VDI Verlag : Düsseldorf, 1985.
- [92] Range, K.; Feuillebois, F.: *Influence of surface roughness on liquid drop impact*. Journal of Colloid and Interface Science, Nr. 203, S. 16-30, 1998.

- [93] Rietz, M.; Rubow, K.; Teusch, M.: *Bewertung der Reinigungsleistung beim Geschirrspülen*. SÖFW. Seifen, Öle, Fette, Wachse Nr. 119, S. 340-348, 1993.
- [94] Robert-Koch-Institut: *Lebensmittel-assoziierte Ausbrüche durch meldepflichtige Erreger in Deutschland 2005*. Epidemiologisches Bulletin, Nr. 41, S. 356-357, 2006.
- [95] Rose, G.: *Untersuchungen zur Reinigung bei der Feldverpackung von Frischgemüse*. Dissertation, Universität Hohenheim, 1997.
- [96] Rosmaninho, R.; Santos, O.; Nylander, T.; Paulsson, M.; Beuf, M.; Benezech, T.; Yiantsios, S.; Andritsos, N.; Karabelas, A.; Rizzo, G.; Müller-Steinhagen, H.; Melo, L.F.: *Modified stainless steel surfaces targeted to reduce fouling - Evaluation of fouling by milk components*. Journal of Food Engineering, Nr. 80, S. 1176-1187, 2007.
- [97] Saikhwan, P.; Geddert, T.; Augustin, W.; Scholl, S.; Paterson, W.R.; Wilson, D.I.: *Effect of surface treatment on cleaning of a model food soil*. Surface and Coatings Technology, Nr. 201, S. 943-951, 2006.
- [98] Sandler, K.: *Untersuchungen zur Oberflächenhaftung und Abreinigung von Verunreinigungen in Anlagen der Tierproduktion*. Dissertation, Technische Universität, 1976.
- [99] Schikorr, W.: *Beitrag zum Werkstoffabtrag durch Flüssigkeitsstrahlen hoher Relativgeschwindigkeit*. Dissertation, Universität Hannover, 1986.
- [100] Schlüssler, H.-J.: *Zur Kinetik von Reinigungsvorgängen an festen Oberflächen*. Brauwissenschaft, Nr. 29, S. 263-268, 1976.
- [101] Schlüssler, H.-J.: *Zur Reinigung fester Oberflächen in der Lebensmittelindustrie*. Milchwissenschaft, Nr. 25, S. 133-145, 1970.
- [102] Schmidt, P.; Walzel, P.: *Zerstäuben von Flüssigkeiten*. Chemie Ingenieur Technik, Nr. 52, S. 304-311, 1980.
- [103] Schmidt, P.; Walzel, P.: *Zerstäuben von Flüssigkeiten*. Physik in unserer Zeit, Nr. 15, S. 113-120, 1984.
- [104] Schmidt, U.: *Verfahrenstechnik der Reinigung und Desinfektion. I. Mitteilung. Die Wirkung der Hochdruckreinigung auf Fett- und Eiweißverschmutzungen*. Fleischwirtschaft, Nr. 59, S. 1355-1358, 1979.
- [105] Schmidt, U.; Cremmling, K.: *Verfahrenstechnik der Reinigung und Desinfektion. IV. Mitteilung. Die Beeinflussung des Oberflächenkeimgehaltes durch Reinigung und andere Maßnahmen*. Fleischwirtschaft, Nr. 61, S. 1202-1207, 1981.
- [106] Schmidt, W.: *Optische Spektroskopie*. VCH-Vertriebsgesellschaft : Weinheim, 1994.
- [107] Schöler, M.: *Analyse von Reinigungsvorgängen an komplexen Geometrien im immmergierten System*. Dissertation, Technische Universität Dresden, 2011.
- [108] Schöler, M.; Fuchs, T.; Helbig, M.; Augustin, W.; Scholl, S.; Majschak, J.P.: *Monitoring of the local cleaning efficiency of pulsed flow cleaning procedure*. Müller-Steinhagen, H.; Malayeri, R.M.; Watkinson, P.A. (Hrsg.): *Proceeding - International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning*. Schladming, Österreich, S. 455-463, 2009.
- [109] Scott, J.M.; Barnes, B.N.; Dunsmore, D.G.: *Apparatus and techniques for measuring the physical cleaning performance of spray nozzles*. Transactions of the ASAE, Nr. 24, S. 524 - 525, 1981.
- [110] Scott, J.M.; Dunsmore, D.G.; Keegan, M.D.: *Spray nozzle performance in cleaning food equipment*. Transactions of the ASAE, Nr. 24, S. 526 - 532, 1981.

- [111] Scott, J.M.; Mahoney, D.B.: *Physical components of spray cleaning in a refrigerated milk vat*. Australian Journal of dairy technology, Nr. S. 37 - 38, 1982.
- [112] Semeraro, A.; Altieri, I.; Patriarca, M.; Menditto, A.: *Evaluation of uncertainty of measurement from method validation data: An application to the simultaneous determination of retinol and [alpha]-tocopherol in human serum by HPLC*. Journal of Chromatography B, Nr. 877, S. 1209-1215, 2009.
- [113] Sinner, H.: *Über das Waschen mit Haushaltwaschmaschinen*. 2. Auflage, Haus+Heim VERLAG, 1960.
- [114] Sivakumar, D.; Tropea, C.: *Splashing impact of a spray onto a liquid film*. Physics of fluids, Nr. 14, S. 85-88, 2002.
- [115] Springer, G.S.: *Erosion by liquid impact*. Scripta Publishing Co. : Washington, 1976.
- [116] Swinkels, J.J.M.: *Composition and properties of commercial native starches*. Starch - Stärke, Nr. 37, S. 1-5, 1985.
- [117] Tegge, G.: *Stärke und Stärkederivate*. Behr's Verlag : Hamburg, 2004.
- [118] Timperley, D.: *The effect of reynolds number and mean velocity of flow on the cleaning*. Hallström, B. (Hrsg.): Proceeding - International workshop: Fundamentals and application of surface phenomena associated with fouling and cleaning in food processing. Lund University, S. 402-408, 1981.
- [119] Torres-Sequeiros, R.; García-Falcón, M.; Simal-Gándara, J.: *Analysis of fluorescent vitamins riboflavin and pyridoxine in beverages with added vitamins*. Chromatographia, Nr. 53, S. 236-239, 2001.
- [120] v. Ohnesorge, W.: *Die Bildung von Tropfen an Düsen und die Auflösung flüssiger Strahlen*. Zeitschrift für angewandte Mathematik und Mechanik, Nr. 16, S. 355-358, 1936.
- [121] van der Molen, I.R.M.A.: *Natürliche Stärken und Modifikationen. Effektive Prozeßtechnik zur Stärkeverarbeitung*. Dei - Die Ernährungsindustrie, Nr. 1/2, S. 32-33, 1998.
- [122] *Verordnung (EG) Nr. 178/2002 des Europäischen Parlaments und Rates*. 2002.
- [123] Verran, J.; Boyd, R.D.; Hall, K.; West, R.: *The detection of microorganisms and organic material on stainless steel food contact surfaces*. Biofouling, Nr. 18, S. 167-176, 2002.
- [124] Verran, J.; Boyd, R.D.; Hall, K.E.; West, R.: *The detection of microorganisms and organic material on stainless steel food contact surfaces*. Biofouling: The Journal of Bioadhesion and Biofilm Research, Nr. 18, S. 167-176, 2002.
- [125] Verran, J.; Whitehead, K., A.: *Assessment of organic materials and microbial components on hygienic surfaces*. Trans IChemE, Part C, Nr. 84, S. 260-264, 2006.
- [126] Vervey, E.J.W.; Overbeek, J.T.G.: *Theory of Stability of Lyophobic Colloids*. 1st ed., Elsevier : New York, 1948.
- [127] Weile, F.: *Anforderungen an moderne Verpackungsanlagen aus Sicht des Anwenders*. VVD Tagung, Technische Universität Dresden, 2003.
- [128] Wenzel, R.N.: *Resistance of solid surfaces to wetting by water*. Industrial & Engineering Chemistry, Nr. 28, S. 988-994, 1936.
- [129] Whistler, R.L.; Paschall, E.F.: *Starch: Chemistry and Technology - Fundamental Aspects*. Academic Press : New York, 1965.
- [130] Whitehead, K.A.; Benson, P.; Smith, L.A.; Verran, J.: *The use of physicochemical methods to detect organic food soils on stainless steel surfaces*. Biofouling, Nr. 25, S. 749-756, 2009.

- [131] Whitehead, K.A.; Smith, L.A.; Verran, J.: *The detection of food soils and cells on stainless steel using industrial methods: UV illumination and ATP bioluminescence*. International Journal of Food Microbiology, Nr. 127, S. 121-128, 2008.
- [132] Wildbrett, G.: *Reinigung und Desinfektion in der Lebensmittelindustrie*. Behr's Verlag : Hamburg, 2006.
- [133] Wilson, D.I.: *Challenges in cleaning: recent developments and future prospects*. Heat Transfer Engineering, Nr. 26, S. 51-59, 2005.
- [134] Yanaida, K.; Ohashi, A.: *Flow characteristics of water jets in air*. Proceeding - 4th Int. Symposium on Jet Cutting Technology. Canterbury, England, S. Paper A3, 1978.
- [135] Zhao, Q.; Wang, S.; Müller-Steinhagen, H.: *Tailored surface free energy of membrane diffusers to minimize microbial adhesion*. Applied Surface Science, Nr. 230, S. 371-378, 2004.

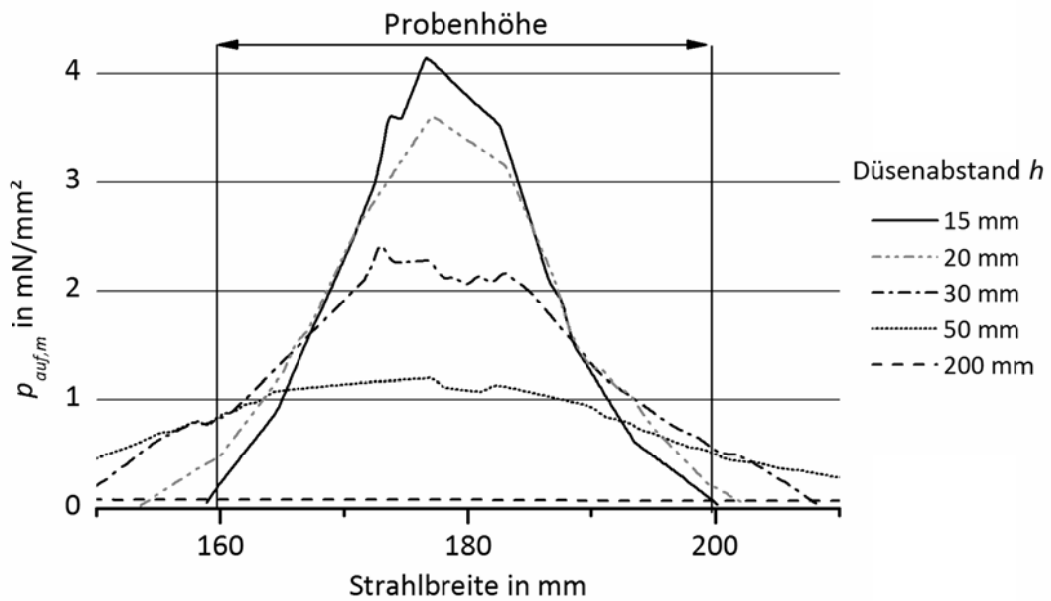
Anlagenverzeichnis

Anlage 1:	Mittlerer Aufpralldruck über der Strahlbreite in Abhängigkeit des Düsenabstands h , Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar, Düse: F1	120
Anlage 2:	GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Düsenabstand $h = 200$ mm; Düse: F1; Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar	120
Anlage 3:	GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar; Düse: F1; Düsenabstand $h = 100$ mm	121
Anlage 4:	GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Betriebsdruck $p_0 = 6$ bar; Düse: F1; Düsenabstand $h = 100$ mm	121
Anlage 5:	GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Betriebsdruck $p_0 = 8$ bar; Düse: F1; Düsenabstand $h = 100$ mm	121
Anlage 6:	GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Strahlanstellwinkel: 90° ; Düse: F2; Düsenabstand $h = 75$ mm; Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar	122
Anlage 7:	GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ), Strahlanstellwinkel: 15° ; Düse: F2; Düsenabstand $h = 75$ mm; Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar	122

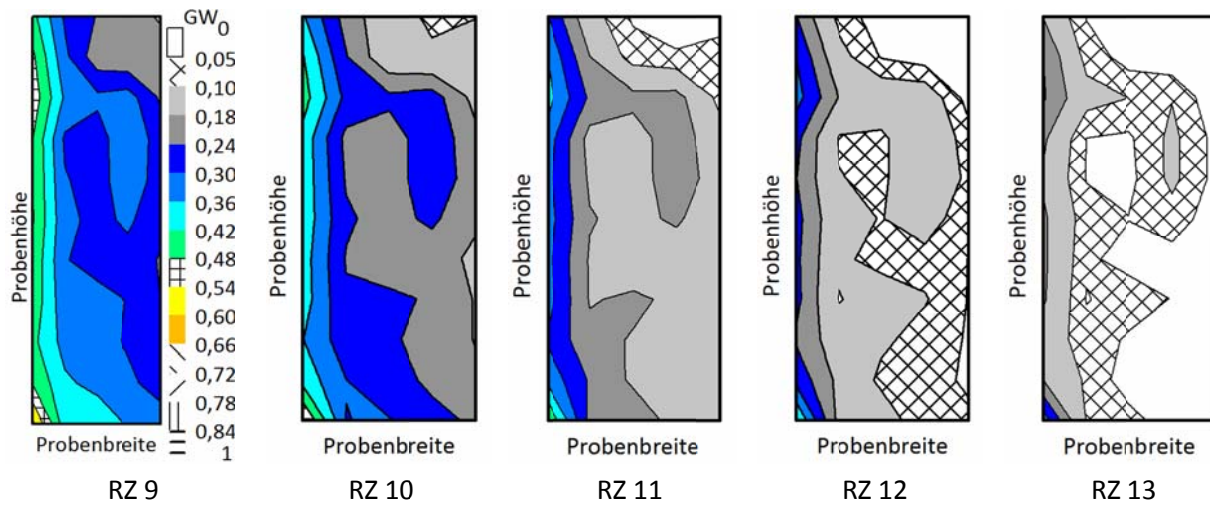


Anlagen

Anlage 1: Mittlerer Aufpralldruck über der Strahlbreite in Abhängigkeit des Düsenabstands h ,
 Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar, Düse: F1

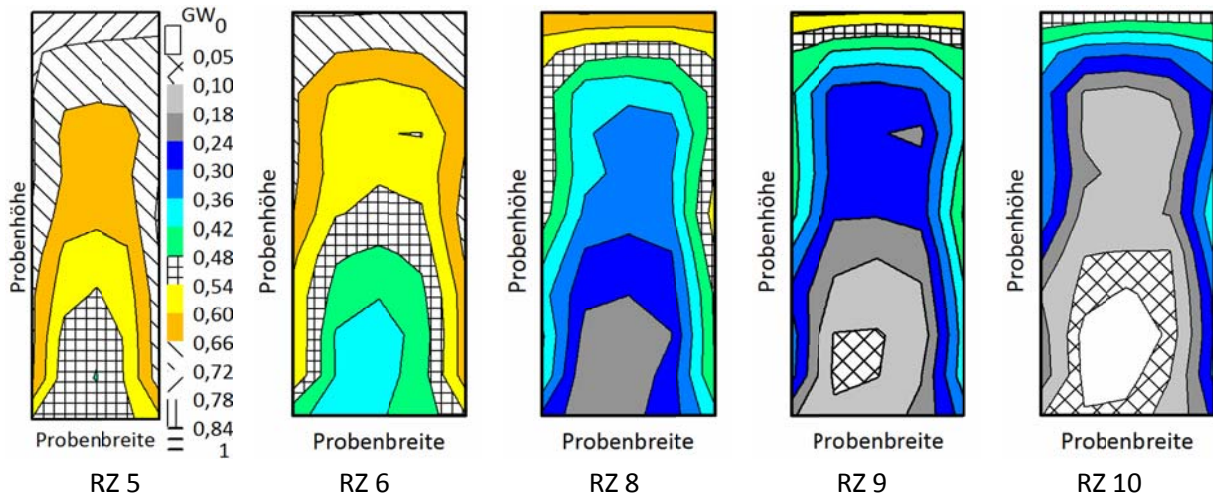


Anlage 2: GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ),
 Düsenabstand $h = 200$ mm; Düse: F1; Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar



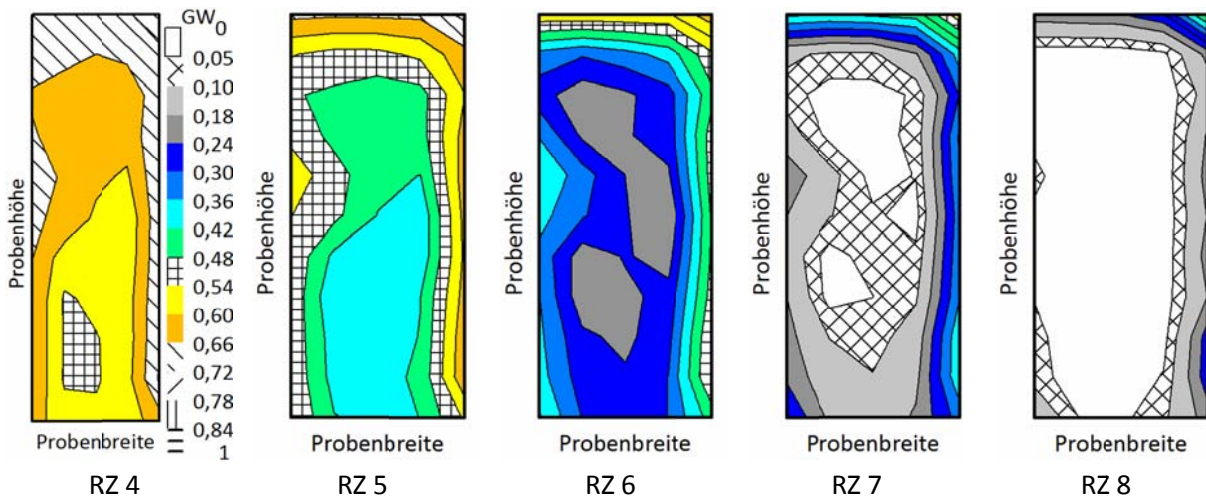
Anlage 3: GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ),

Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar; Düse: F1; Düsenabstand $h = 100$ mm



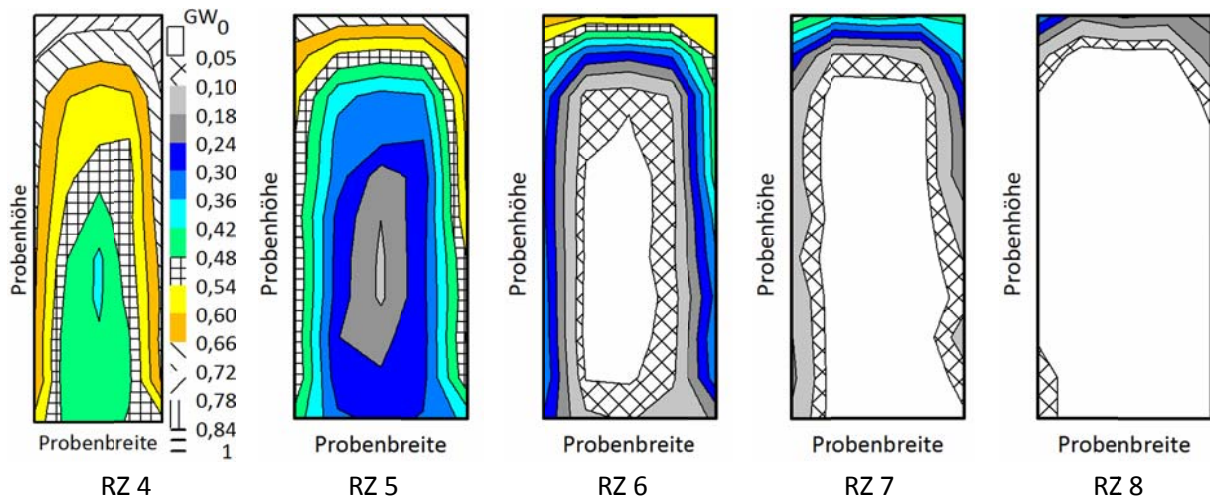
Anlage 4: GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ),

Betriebsdruck $p_0 = 6$ bar; Düse: F1; Düsenabstand $h = 100$ mm



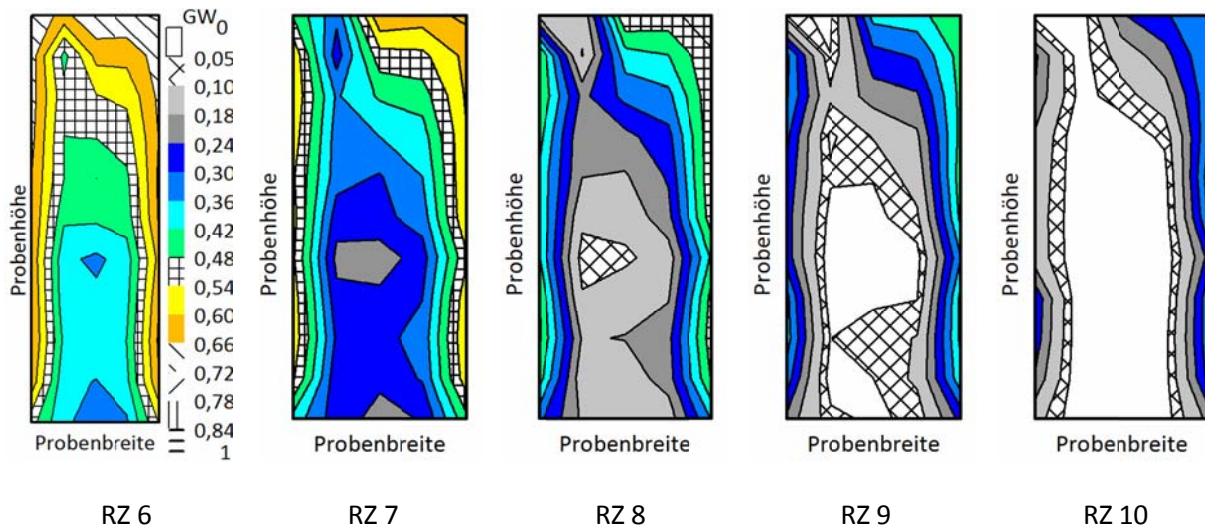
Anlage 5: GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ),

Betriebsdruck $p_0 = 8$ bar; Düse: F1; Düsenabstand $h = 100$ mm



Anlage 6: GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ),

Strahlanstellwinkel: 90°; Düse: F2; Düsenabstand $h = 75$ mm; Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar



Anlage 7: GW-Verteilung über der Probenfläche in Abhängigkeit der Reinigungszyklen (RZ),

Strahlanstellwinkel: 15°; Düse: F2; Düsenabstand $h = 75$ mm; Betriebsdruck $p_0 = 4$ bar

