



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109158366 B

(45) 授权公告日 2021.08.24

(21) 申请号 201810922871.7

(51) Int.Cl.

(22) 申请日 2014.01.26

B08B 3/08 (2006.01)

B08B 13/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 109158366 A

审查员 王月

(43) 申请公布日 2019.01.08

(62) 分案原申请数据

201410037559.1 2014.01.26

(73) 专利权人 艺康美国股份有限公司

地址 美国明尼苏达

(72) 发明人 高金森 郑艳 李洁

布兰登·列昂·赫特

安东尼·维尼·艾瑞克森

(74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

11105

代理人 刘蕾

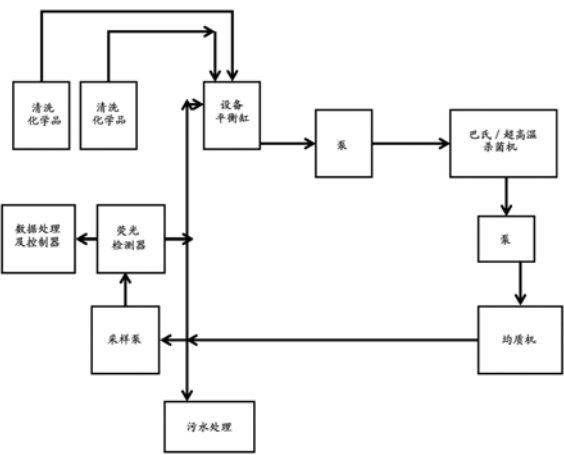
权利要求书2页 说明书12页 附图15页

(54) 发明名称

原位清洗工艺和原位清洗系统

(57) 摘要

本发明涉及一种用于含乳饮料生产设备的原位清洗工艺和用于含乳饮料的生产设备的原位清洗系统。利用本发明的原位清洗工艺和系统,不用添加任何外源物质,直接跟踪清洗过程中污物的量,从而能够及时对清洗过程进行控制。



1. 一种用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,该方法包括:
引入水作为冲洗液在所述设备中来清洗所述设备,然后排出该冲洗液;
用碱性清洗液清洗并在所述设备中循环该碱性清洗液;
在所述循环中,以连续或间歇的方式,测量碱性清洗液中的蛋白质类物质的荧光;
当两个相邻循环之间的平均荧光读数大于设定值的两倍时,进行额外的碱性清洗液清洗;并且
当所述荧光达到稳定后,排出碱性清洗液。
2. 根据权利要求1所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,还包括重复使用冲洗液进行冲洗。
3. 根据权利要求2所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,还包括:
测量冲洗液中的蛋白质类物质的荧光;
测定所述冲洗液的多个荧光读数的平均荧光,并测定该平均荧光与水的荧光的比值;
和
当所述比值小于等于1.2时,排出所述冲洗液。
4. 根据权利要求1所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,还包括引入酸性清洗液、在所述设备中循环所述酸性清洗液,然后排出所述酸性清洗液。
5. 根据权利要求4所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,还包括测量酸性清洗液中的蛋白质类物质的荧光;
测定所述酸性清洗液的多个荧光读数的平均荧光,并测定该平均荧光与水的荧光的比值;和
当所述比值大于等于2时,排出所述酸性清洗液。
6. 根据权利要求5所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,还包括当所述酸性清洗液的平均荧光读数与水的荧光的比值大于等于2时,进行额外的碱性清洗液清洗。
7. 根据权利要求4所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,其中以下列顺序添加冲洗液或清洗液:
水、碱性清洗液、水、酸性清洗液和水;或者
水、酸性清洗液、水、碱性清洗液和水。
8. 根据权利要求1所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,其中清洗在50-150℃的温度下进行。
9. 根据权利要求1、3或5任一项所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,其中在测量荧光的过程中,用250-500nm的波长激发所述冲洗液或清洗液。
10. 根据权利要求1、3或5任一项所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,其中在最长500nm的波长测量所述冲洗液或清洗液中的蛋白质类物质的荧光。
11. 根据权利要求1所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,还包括在循环过程中以连续或间歇的方式,测量清洗液的浊度。
12. 根据权利要求1或11所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,其中在间歇方式中,测量之间的间隔是1秒至6分钟。
13. 根据权利要求11所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,其中测量清洗液的浊度包括测量碱性清洗液的浊度。

14. 根据权利要求1所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,其中当下述情况发生时,荧光达到稳定:

当前循环的平均荧光读数与在前循环的平均荧光相比变化率小于5%且当前循环的最小荧光与最大荧光的比值大于90%。

15. 根据权利要求1所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,所述碱性清洗液包括碱源,所述碱源选自以下:氢氧化钠、氢氧化钾、三乙醇胺、二乙醇胺、单乙醇胺、碳酸钠、碳酸钾、偏硅酸钠、硅酸钠和硅酸钾。

16. 根据权利要求15所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,其中碱性清洗液的浓度为0.1-5 wt%,以及碱性清洗液的pH值在10-13.5的范围内。

17. 根据权利要求4所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,所述酸性清洗液包括酸,所述酸选自以下:硝酸、磷酸、氨基磺酸、羟基乙酸、乙酸、柠檬酸、硫酸、乳酸、戊二酸和葡萄糖酸。

18. 根据权利要求17所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法,其中酸性清洗液的浓度为0.1-5 wt%,以及酸性清洗液的pH值在0.5-3的范围内。

19. 一种用于如权利要求1所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法中的测量站,包括:

检测设备,包括荧光检测仪,用于在循环过程中测量清洗液中的蛋白质类物质的荧光读数;和

数据处理设备。

20. 根据权利要求19所述的测量站,所述检测设备还包括浊度计。

21. 一种用于如权利要求1所述的用于含乳饮料的生产设备的原位清洗方法中的系统,该系统接入生产设备后构成清洗回路,包括:

测量站,包括:

检测设备,包括荧光检测仪,用于测量清洗液中的蛋白质类物质的荧光并输出荧光读数;

数据处理设备;

切换设备,用于根据来自所述数据处理设备的结果切换清洗循环。

22. 根据权利要求21所述的系统,其中所述测量站是在线或者是离线的。

23. 根据权利要求21所述的系统,所述检测设备还包括浊度计。

原位清洗工艺和原位清洗系统

[0001] 本申请是申请日为2014年1月26日、申请号为201410037559.1、发明名称“原位清洗工艺和原位清洗系统”的专利申请的分案申请。

技术领域

[0002] 本发明涉及一种用于含乳饮料生产设备的原位清洗工艺和用于含乳饮料的生产设备的原位清洗系统。

背景技术

[0003] 牛奶因其富含营养成分而倍受人们的喜爱。牛奶的主要成分是水,其余为固体成分,包括蛋白质、乳糖、矿物质和脂肪。但也正因此,牛奶易腐败难储存。为了牛奶饮用新鲜安全,必须对牛奶灭菌并安全包装。

[0004] 市场上销售的液态奶包括巴氏杀菌奶和超高温瞬时灭菌(UHT,Ultra High-Temperature Treatment)奶两种。巴氏奶由于不适合长途运输,只能在一定地域范围内销售。而超高温瞬时灭菌则由于处理属于物理变化,对牛奶的营养价值没有影响,所以超高温瞬时灭菌处理是目前市场上销售的液体奶的一种重要的灭菌工艺。

[0005] 在超高温瞬时灭菌处理之后,需要对生产设备进行清洗。而对于含乳产品的生产设备,蛋白类污垢是最难去除的。目前针对超高温瞬时灭菌生产设备,优选使用原位清洗工艺(Cleaning-in-Place,CIP),对该设备进行原位(就地)清洗。本领域中,通常对含乳饮料的生产设备进行水洗、酸洗、碱洗冲洗等。也可根据需要编制特定的清洗程序进行全自动或半自动控制的清洗。虽然全自动或半自动控制系统,与手动清洗相比,提高了工作效率,但是对于需清洗的管路,由于无法直接观察到管路中污垢的去除状况,所以在现有清洗过程中,经常会导致清洗结束后,仍没有清洗干净,或者清洗干净后,仍在进行清洗的状况发生。

[0006] 工业上一般的实践是采用验证方法来建立清洗工艺:即按正常的生产计划进行生产后,然后按所计划的清洗工艺进行清洗。即,在清洗结束后,将管道拆开来,通过目测的方法及一些辅助手段来确认是否达到清洗要求。如果未达到要求,则通过延长清洗时间、提高化学品浓度或提高清洗温度来提高清洗效果;如果已达到清洗要求,则将清洗工艺固定为设备管理标准流程(SOP),后续清洗按此操作执行。

[0007] 但是,在日常生产中,因为污垢的量会因牛奶的奶源变化、季节转换等原因而不同,所以在实际生产中,有时会因为某些批次生产后的污垢量大于工艺验证时的量,按正常的SOP清洗工艺,不能将污垢完全去除;而有时污垢的量少于工艺验证时的量,SOP清洗工艺的清洗时间长于实际需要,从而在清洗上白白浪费了时间和能源。如果在清洗过程中,污垢水平异常的高,此时一般经过一个正常的步骤不能将污垢完全除去,如果不及时采取措施,可能会导致设备非计划停机,从而降低生产效率。

[0008] 为了监控清洗进行的程度(进程),目前本领域中使用温度、压力、电导率等探头,对清洗时使用的化学品浓度、温度和压力变化等进行监控。但是这些方法,都不是直接针对清洗设备中的污物进行的监控,所以不能直观地反映清洗进行的程度。因而,不能根据目前

的监控结果,及时控制清洗进程,由此可能导致在某些情况下延长了清洗时间,而在某些情况下导致清洗不足,不能有效提高清洗效率。

[0009] 为了克服现有技术的这些问题,希望提供一种原位清洗工艺和系统,不用添加任何外源物质,直接跟踪清洗过程中污物(污垢)的量,从而能够及时对清洗过程进行控制。通过该方法和系统,能够及时跟踪、了解、控制清洗进程,有效地提高了清洗效率。

[0010] 发明概述

[0011] 本文提供了一种用于含乳饮料的生产设备原位清洗工艺;以及用于含乳饮料的生产设备原位清洗系统。

[0012] 本文提供了一种用于含乳饮料的生产设备原位清洗工艺,包括下列步骤:

[0013] (a) 引入水作为第一清洗液在所述设备中清洗,然后排出;

[0014] (b) 引入碱性清洗液作为第二清洗液在所述设备中循环清洗,然后排出;

[0015] 其中,在所述清洗中,以连续或间歇的方式,测量碱性清洗液的荧光(密度)读数;并且当所述荧光读数满足选自下列的至少一项条件时,结束当前清洗步骤,排出清洗液:

[0016] (i) 在碱性溶液清洗步骤中,一个清洗循环与前一个清洗循环中荧光读数的平均值的变化率小于5%且该清洗循环中荧光读数的最小值与最大值的比值大于90%;或

[0017] (ii) 在碱性溶液清洗步骤中,连续两个清洗循环的荧光密度读数平均值为设定值的两倍或以上时。

[0018] 在本文所述的原位清洗工艺中,在完成碱性清洗液的清洗后,优选重复引入第一清洗液,即水,进行清洗。水作为清洗液,优选在设备中进行冲洗,不在设备中循环。结束水清洗步骤排出水,并不需要特别地排出水的步骤,只需关闭水供应体系即可。在水清洗步骤中,以连续或间歇的方式,测量该水清洗液的荧光读数,并且当所述荧光读数满足选自下列条件(iii)时,结束当前清洗步骤,排出清洗液:

[0019] (iii) 荧光读数持续下降,水清洗液的荧光读数的平均值与水的荧光读数的比值小于等于1.2。

[0020] 在本文的一个优选实施方案中,还包括引入酸性清洗液作为第三清洗液循环清洗,然后排出所述第三清洗液的步骤。在引入该酸性清洗液之后,可以按照下列顺序进行清洗:(a) 水清洗、碱性清洗液清洗、水清洗、酸性清洗液清洗、水清洗;或者(b) 水清洗、酸性清洗液清洗、水清洗、碱性清洗液清洗、水清洗。

[0021] 在一个优选实施方案中,在引入酸性清洗液之后,以连续或间歇的方式,测量酸性清洗液的荧光读数,并且当所述荧光读数满足选自下列条件(iv)时,结束当前清洗步骤,排出清洗液:

[0022] (iv) 酸性清洗液的荧光读数的平均值与水的荧光读数的比值大于等于2时。

[0023] 在本文的另一个优选实施方案中,当荧光读数满足条件(ii)或(iv)而结束当前清洗步骤后,需要进行额外的碱性清洗液清洗。

[0024] 本文还提供了一种用于含乳饮料的生产设备原位清洗系统,该清洗系统接入生产设备后,构成清洗回路,所述系统包括

[0025] 测量站,包括

[0026] 检测设备,包括荧光检测仪,用于测量和输出所述清洗液的荧光读数;

[0027] 数据处理设备,用于处理来自于检测设备的读数;

[0028] 切换设备,用于根据来自测量站的结果,结束清洗,排出清洗液。

[0029] 在该原位清洗工艺的清洗系统中,该测量站可以是在线或者是离线的。

附图说明

[0030] 图1:在线检测测量站布局示意图

[0031] 图2:CIP清洗进程的荧光和浊度检测结果

[0032] 图3a、图3b和图3c:实验室UHT设备的检测结果一

[0033] 图4:实验室UHT设备的检测结果二

[0034] 图5:生产结束后水洗荧光读数

[0035] 图6a和图6b:3.5%重量的碱性清洗液的荧光读数和1.0%重量的碱性清洗液的荧光读数

[0036] 图7:3.5%重量的碱性清洗液后水洗步骤的荧光读数

[0037] 图8a和图8b:3.5%重量的碱性清洗液清洗后酸性清洗液的荧光读数和1.0%重量的碱性清洗液清洗后酸性清洗液的荧光读数

[0038] 图9a和图9b:3.5%重量的碱性清洗液清洗后酸性清洗液的浊度和1.0%重量的碱性清洗液清洗后酸性清洗液的浊度

[0039] 图10:工业CIP溶液的荧光检测结果

具体实施方式

[0040] 申请人发现:能够通过观测清洗液的荧光读数的变化,能够在不添加外源物质的条件下,跟踪含乳饮料生产设备中的蛋白质类物质(污垢)的清洗进程,及时停止已完成清洗功能的步骤或者完全不能起到有效清洗作用的步骤,由此灵活控制该原位清洗工艺。基于此,发明人提出了一种用于含乳饮料的生产设备的原位清洗工艺,通过该方法,有效提高用于含乳饮料的生产设备的原位清洗工艺的清洗效率,节约能源,改善清洗效果。

[0041] 一般而言,当含乳饮料的生产设备使用一段时间后,则需要对其进行清洗,以去除设备中残存的污垢。此时,先停止设备,向设备中引入水,通过水将管道中残余的含乳饮料顶出。

[0042] 之后,如图1所示,先建立包括含乳饮料生产设备原位清洗循环回路。向该原位清洗回路中的设备中引入清洗液,在设备中循环该清洗液,然后排出该清洗液,此过程称为一个清洗液的清洗步骤。将清洗液引入设备中,直至将清洗液排出设备的时间为一个清洗步骤时间。在原位清洗工艺中,一个清洗过程通常包括多个清洗步骤。一个清洗循环是指清洗液在待清洗设备中循环一周。一个清洗循环的时间是对应于所述清洗液在待清洗设备中循环一周所用的时间。对于含乳饮料的生产设备,一旦建立其清洗循环回路,则一个清洗循环的时间、清洗液在设备中循环的流速等,能够通过设备参数,例如驱动清洗液的泵和清洗循环体积,直接确定。“清洗循环中荧光读数的平均值”指的是在一个清洗循环时间段内所读取的荧光读数的平均值。

[0043] 在一个实施方案中,在清洗回路中先引入水,用水冲洗设备,持续一段时间后,完全排出该清洗液;接下来,引入碱性清洗液使其在清洗回路中循环,持续一段时间后,排出该清洗液;在该清洗过程中,测量碱性清洗液的荧光读数,当所述荧光读数满足选自下列的

至少一项条件时,结束当前清洗步骤,排出清洗液:

[0044] (i) 在碱性清洗液清洗步骤中,一个清洗循环与前一个清洗循环中荧光读数的平均值的变化率小于5%且该清洗循环中荧光读数的最小值与最大值的比值大于90%;或

[0045] (ii) 在碱性清洗液清洗步骤中,连续两个清洗循环的荧光读数的平均值为设定值的两倍或以上。

[0046] 所述“设定值”指的是清洗验证工艺时,最后一个清洗循环中荧光读数的平均值。清洗验证工艺,如本领域已知的,指的是在开始使用本文的原位清洗工艺(方法)之前,工业上一般采用的用来建立清洗工艺的验证方法:即按正常的生产计划进行生产后,然后按所计划的清洗工艺进行清洗,在清洗结束后,将管道拆开来,通过目测的方法及一些辅助手段来确认是否达到清洗要求的。如果已达到清洗要求,则根据该清洗验证工艺,将清洗工艺固定为设备管理标准流程(SOP),后续清洗按此操作执行,此时清洗结束时最后一个清洗循环中的荧光读数的平均值即为所述“设定值”。

[0047] 根据本文,可以持续碱性清洗液的清洗步骤,直至该碱性清洗液的荧光读数满足上述条件(i)或(ii)。

[0048] 关于条件(i),在碱性清洗液清洗步骤中,一个清洗循环与前一个清洗循环中荧光读数的平均值的变化率小于5%,优选小于4%,且该清洗循环中荧光读数的最小值与最大值的比值大于90%,优选大于95%。不局限于理论,认为当满足条件(i)时,表明设备中蛋白质类物质已经通过与清洗液的物理和化学作用,基本被清洗下来,清洗步骤,特别是针对蛋白质类物质的清洗步骤已经结束。

[0049] 当满足条件(ii),即当碱性清洗液清洗循环中,连续两个清洗循环的荧光读数的平均值为设定值的两倍或以上时,不局限于理论,认为此时表明碱性清洗液的清洗能力不够,继续清洗不能有效地去除污垢。因此,需要即时停止当前的清洗循环,更换清洗方案,例如添加新的碱性清洗液、提高碱性清洗液的浓度、提高清洗温度等。

[0050] 在一个优选实施方案中,还包括在碱性清洗液循环一段时间后,排出该碱性清洗液,然后重复第一清洗液和/或第二清洗液的清洗,直至碱性清洗液的荧光读数满足上述条件(i)或(ii)。

[0051] 在上述清洗过程中,还包括测量水清洗液的荧光读数。申请人发现,能够通过测量水清洗液的荧光读数,优选测量碱性清洗液步骤之后的水清洗液的荧光读数是否满足下述条件(iii),而监测清洗过程是否完成:

[0052] (iii) 水清洗液的荧光读数持续下降,水清洗液的荧光读数的平均值与水的荧光读数的比值小于等于1.2,优选小于等于1.1,更优选小于等于1.05。不局限于理论,认为此时体系中虽然仍含有蛋白质类物质,但是已经基本接近清洗用水的荧光读数,基本满足生产要求。当高于此值时,需要继续引入清洗液,例如水清洗液或碱性清洗液,进行清洗。

[0053] 在本文的一个优选实施方案中,提供了一种用于含乳饮料的生产设备的原位清洗工艺,包括下列步骤:

[0054] (a) 引入水作为第一清洗液在所述设备中进行清洗,然后排出;

[0055] (b) 引入碱性清洗液作为第二清洗液在所述设备中循环清洗,然后排出;

[0056] (c) 任选重复进行步骤(a)和/或(b),

[0057] 其中,在所述清洗过程中,以连续或间歇的方式,测量清洗液的荧光读数;并且当

所述荧光读数满足选自下列的至少一项条件时,结束当前清洗循环,排出清洗液:

[0058] (i) 在碱性清洗液清洗步骤中,一个清洗循环与前一个清洗循环中荧光读数的平均值的变化率小于5%且该清洗循环中荧光读数的最小值与最大值的比值大于90%;

[0059] (ii) 在碱性清洗液清洗步骤中,连续两个清洗循环的荧光密度读数的平均值为设定值的两倍或以上;

[0060] (iii) 水清洗液的荧光读数持续下降,水清洗液的荧光读数的平均值与水的荧光读数的比值小于等于1.2。

[0061] 原位清洗工艺中,还包括引入酸性清洗液作为第三清洗液在设备中进行循环清洗、然后排出的步骤。为了提高清洗液的清洗效率,一般是在碱性清洗液和酸性清洗液的清洗之间,对设备进行水清洗步骤(也可称为水冲洗步骤)。因此,当引入第三清洗液后,所述三种清洗液优选按照下列顺序进行清洗:(a) 水清洗、碱性清洗液清洗、水清洗、酸性清洗液清洗、水清洗;或者(b) 水清洗、酸性清洗液清洗、水清洗、碱性清洗液清洗、水清洗。上述清洗步骤可以重复进行。

[0062] 申请人发现当酸性清洗液的荧光读数满足如下条件(iv)时,

[0063] (iv) 酸性清洗液荧光读数的平均值与水的荧光读数的比值大于等于2

[0064] 表明之前的清洗步骤,特别是碱性清洗液的清洗,不能有效达到预先要求的清洗结果,此时需要结束当前清洗循环,重新进行碱性清洗液清洗。必要时,拆管并检查清洗管路。

[0065] 在清洗过程中,根据需要,可以重复其中一种或多种清洗液的清洗步骤。优选一个清洗过程包括多个清洗步骤,任选地重复所述清洗步骤。优选,当只包括水和碱性清洗液时,可以水、碱性清洗液的顺序重复进行清洗。当包括水、碱性清洗液、酸性清洗液时,可以水、碱性清洗液、水、酸性清洗液、水;或者水、酸性清洗液、水、碱性清洗液、水的顺序重复进行。优选相邻两次引入的清洗液为不同的清洗液。更优选,在碱性清洗液和酸性清洗液的清洗步骤之间通过水清洗步骤间隔开。

[0066] 根据现有技术,本领域技术人员能够建立用于原位清洗工艺的清洗回路。当清洗回路建立后,取决于清洗液驱动设备和清洗循环体积,此时清洗液的流速、清洗循环一周的时间已基本确定。一般,清洗液的流速为1-6米/秒,优选1.5-5米/秒。

[0067] 在一个实施方案中,清洗过程中的清洗溶液的温度是50-150℃,优选80-140℃,更优选是80-130℃。

[0068] 通过本文所述的清洗,能够随时检测清洗液的荧光读数,能够随时监测污物的清洗进程,并且根据例如条件(i)-(iv),即时停止清洗步骤。因此,本文的方法中,清洗时间是通过监测荧光读数而确定的。一般而言,每个清洗步骤的持续时间例如为20分钟、30分钟、50分钟或1小时。该持续的时间取决于需要清洗的设备的污垢积累程度、设备的规模、清洗溶液的浓度等。如果设备污垢积累严重,则清洗步骤持续的时间长。

[0069] 用于含乳饮料的生产设备的原位清洗工艺中的酸性清洗液、碱性清洗液酸洗中所使用的酸和碱是原位清洗工艺中常用的酸或碱,对于本领域技术人员是清楚的。该酸包括,但不限于,硝酸、磷酸、氨基磺酸、羟基乙酸、乙酸、柠檬酸、硫酸、乳酸、戊二酸、葡萄糖酸等。使用时,将所述酸溶解于水中即得到所述酸性清洗液。酸性清洗液的浓度也是本领域技术人员能够根据需要确定的,通常为0.1-5wt%。酸性清洗液的pH值通常在0.5-3的范围内。

[0070] 用于碱性清洗液中所使用的碱包括,但不限于,氢氧化钠、氢氧化钾、三乙醇胺、二乙醇胺、单乙醇胺、碳酸钠、碳酸钾、偏硅酸钠、硅酸钠、硅酸钾等。本领域技术人员能够根据需要确定需要的碱。使用时,将所述碱溶解在水中,即得到所需的碱性清洗液。碱性清洗液的浓度是本领域技术人员根据原位清洗工艺能够确定的,通常为0.1-5wt%。通常,碱性清洗液的pH值优选在10-13.5的范围内。

[0071] 清洗液可以通过将所述酸或碱和水分别引入到待清洗的设备中,在待清洗设备中形成酸性清洗液或碱性清洗液。

[0072] 关于荧光读数和蛋白质类物质的关系,不局限于理论,认为荧光读数随着蛋白质类物质的浓度的增加而增加。荧光读数和蛋白质类物质的浓度线性相关。因此,根据荧光读数和蛋白质类物质的浓度之间的线性关系,基于检测得到的荧光读数值,可以确定设备中蛋白质类物质的清洗进程。

[0073] 测量荧光读数的方法以及荧光检测仪例如参考美国专利US 6,369,894B1 (2002年4月9日授权,Nalco Chemical Company) 和US 6,255,118B1 (2001年7月3日授权,Nalco Chemical Company),所述专利全文引入本文作为参考。

[0074] 对于荧光读数的测量,申请人发现,针对生产设备中的被清洗下来的含蛋白质类物质的清洗液,需要将该清洗液先在250-500nm,优选280-370nm,更优选320-365nm的波长进行激发;并且在320-500nm,优选340-480nm,更优选400-470nm的波长测量清洗液的荧光读数。申请人发现:通过调整检测条件,例如激发波长和检测波长,能够有效优化荧光读数和蛋白质类物质的相关性,提高检测准确度和灵敏度。

[0075] 清洗液的荧光读数会随着清洗的进行,逐渐达到稳定,例如逐渐上升并趋于稳定或者是逐渐下降接近(清)水的荧光读数。在荧光读数达到稳定后,表明已不再有蛋白质类物质被清洗下来,可以停止针对该蛋白质类物质的清洗步骤。

[0076] 如前所述,生产设备中的污垢是一种复合的多层结构,包括无机污物和蛋白质类污物,以及一些微量的杂质。针对无机物类的污垢,优选引入酸性清洗液进行附加清洗。

[0077] 在清洗时,除了蛋白质类物质被清洗除去,还有无机污垢以及少量被无机物包裹的碳水化合物被去除,所以清洗过程中清洗溶液会变浑浊。针对这一现象,优选通过检测清洗过程中清洗液的浊度变化而进行监测。对于浊度的检测,可以使用浊度测试仪,例如哈希的DR/890多功能测试仪,每隔一段时间,例如一分钟,取清洗液进行一次浊度测试,然后将浊度对时间作图。但在对碱性清洗步骤的浊度测试时,申请人发现,浊度会随着清洗时间的延长而明显降低。申请人通过实验,例如烧杯测试,发现在一定时间后清洗液的浊度会随着清洗时间的延长而下降。因此,为了达到更好的浊度检测结果,优选控制检测浊度时清洗液的温度和时间恒定值。此外,申请人发现,针对非蛋白质类物质的清洗,优选监测酸性清洗液的浊度。测量酸性清洗液的浊度时,优选在相同的温度和相同的时间测量清洗液的浊度。对于浊度值的检测,可以由本领域技术人员来确定是否清洗已完成。优选,当浊度值的变化小于10%时,表示非蛋白质类的其它污物不再能够被清洗下来,清洗步骤结束。

[0078] 检测清洗液的荧光读数或浊度过程中,每次测量间的间隔时间可以根据所使用的测量设备的型号等确定。间隔时间例如为1秒至6分钟,为了得到更精确的图,优选测量间隔时间要短,例如间隔5秒至间隔30秒,更优选连续检测。

[0079] 对于本领域技术人员而言,也可以采用其它条件,例如比较相邻两次碱洗清洗循

环的荧光读数的积分面积的差值,用来判断含蛋白质类污物的清洗是否进行完毕。

[0080] 本文还提供了一种用于针对含乳饮料的生产设备的原位清洗工艺的测量站,包括

[0081] 检测设备,包括荧光检测仪,用于所述循环的清洗液的荧光读数;

[0082] 数据处理设备,用于处理来自于检测设备的读数。

[0083] 在一个优选的实施方案中,提供了一种对含乳饮料的生产设备的原位清洗系统,该清洗系统接入生产设备后,构成清洗回路,所述系统包括

[0084] 测量站,包括

[0085] 检测设备,包括荧光检测仪,用于测量和输出所述清洗液样品的荧光读数;

[0086] 数据处理设备,用于处理来自于检测设备的读数;

[0087] 切换设备,用于根据来自测量站的结果,结束清洗步骤,排出清洗液。

[0088] 优选,该清洗系统中还包括分别装有清洗化学品(即酸和碱)和水的储源和清洗液供应设备,用于从储源向待清洗设备供应清洗化学品和水并驱动清洗液循环。

[0089] 在本文的一个实施方案中,提供了一种用于含乳饮料的生产设备的原位清洗系统,该清洗系统接入生产设备后,构成清洗回路,所述系统包括

[0090] 清洗液驱动设备,用于驱动清洗液在生产设备中循环;

[0091] 检测设备,包括荧光检测仪,用于所述循环的清洗液的荧光读数;

[0092] 数据处理设备,用于处理来自于检测设备的读数;

[0093] 切换设备,用于根据来自数据处理设备的结果,切换清洗循环,

[0094] 其中当处理的数据当满足包括下列的一个条件时,切换原位清洗步骤:

[0095] (i) 在碱性清洗液清洗步骤中,一个清洗循环与前一个清洗循环中荧光读数的平均值的变化率小于5%且该清洗循环中荧光读数的最小值与最大值的比值大于90%;

[0096] (ii) 在碱性清洗液清洗步骤中,连续两个清洗循环的荧光密度读数平均值超过设定值的两倍或以上;

[0097] (iii) 水清洗液的荧光读数持续下降,水清洗液的荧光读数的平均值与水的荧光读数的比值小于等于1.2;

[0098] (iv) 酸性清洗液的荧光读数的平均值与水的荧光读数的比值大于等于2。

[0099] 清洗液驱动设备是驱动清洗液在包括含乳饮料的生产设备的原位清洗工艺的回路中循环的设备,通常是泵。

[0100] 检测设备,也叫测量设备,包括用于测量清洗液的荧光读数的荧光检测仪。一般使用例如如美国专利US 6,255,118B1和US 6,369,894B1中所描述的仪器和方法。优选,设置于测量站中的检测设备还包括浊度仪,测量进样的清洗液的浊度。

[0101] 数据处理设备是通过数据处理设备将测量得到的荧光读数或浊度值进行处理,得到可以用于进行比较的荧光读数或浊度值,例如得到清洗循环中的荧光读数或浊度值的平均值,可以将之随时进行比较;或者可以输出荧光读数或浊度对时间的图谱,以用于直观地进行比较。当测量结果满足例如包括下列的一种条件时,可以使用切换设备切换清洗步骤,例如停止或提醒或转换为新的清洗步骤:

[0102] (i) 在碱性清洗液清洗步骤中,一个清洗循环与前一个清洗循环中荧光读数的平均值的变化率小于5%,优选小于4%,更优选小于3%且该清洗循环中荧光读数的最小值与最大值的比值大于90%,优选大于95%,更优选大于98%;

[0103] (ii) 在碱性清洗液清洗步骤中,连续两个清洗循环的荧光密度读数平均值超过设定值的两倍或以上,优选1.5倍或以上;

[0104] (iii) 水清洗液的荧光读数持续下降,水清洗液的荧光读数的平均值与水的荧光读数的比值小于等于1.2;

[0105] (iv) 酸性清洗液的荧光读数的平均值与水的荧光读数的比值大于等于2。

[0106] 用于根据测量结果切换原位清洗步骤的设备,包括设置于设备中的切换原位清洗步骤的开关,例如停止原位清洗步骤、提醒开始新的原位清洗步骤等。本文中,“切换”表示结束当前清洗步骤,进入其它的清洗步骤,例如结束碱性清洗液清洗,重新进行新的碱性清洗液清洗、使用水进行冲洗,或者引入酸性清洗液进行清洗。

[0107] 在清洗系统中,根据需要还包括将清洗液设置在一定温度的换热设备、观察清洗液的观察窗等。

[0108] 在该系统中,测量站可以是在线或者是离线的。在离线测量站中,还包括一个或多个进样设备,通过将清洗液取出而对清洗液进行检测。

[0109] 参考如图1的清洗系统,其中测量站是在线的。图1中,含乳饮料的生产设备为针对牛奶的超高温瞬时灭菌设备。图1中的清洗化学品贮存缸、平衡缸以及供料泵构成了清洗液供应设备。检测设备包括:例如荧光检测仪、浊度检测器等。荧光读数可以使用桌上型荧光仪进行测试,测试前按本发明描述的激发波长和检测波长对仪器进行设置;也可按本文描述的方式,调整激发波长和检测波长,使用手持式荧光仪进行测试。溶液的浊度可以使用哈希DR/890仪器或同类型的浊度测量设备进行测试。根据测量结果切换原位清洗步骤的开关包括数据处理及控制器。当然,测量站中还可以包括其它所需的设备,这是本领域技术人员能够根据现有技术确定的。

[0110] 本文中的清洗工艺和清洗系统可以用于清洗含乳饮料的生产设备。本文中,含乳饮料包括牛奶以及常见的含有牛奶或以牛奶为主要原料的饮料。含乳饮料的生产设备例如为超高温瞬时灭菌处理设备(UHT)以及任何相关设备。

[0111] 申请人提供了如下的实施例,用于进一步说明本发明的技术方案。下述实施例不用于限制本发明,本发明的范围基于本申请的权利要求书,以本领域普通技术人员能够理解的范围为准。除非另外指明,本文中所涉及的数值、百分比等均以重量为基础。

[0112] 实施例

[0113] 发明人首先采用玻璃烧杯实验,观察了清洗溶液的浊度和荧光读数随清洗进程的变化,用以帮助理解在UHT设备的管道和贮存罐中发生的反应。

[0114] 实施例1

[0115] 在1升的烧杯中,加入1升0.3%的Conquest(艺康的复合碱性清洗剂)溶液,然后通过管道用泵将溶液抽入艺康的在线荧光检测器(仪器型号T1 3DT Fluorometer),检测后的溶液再经管道流回至烧杯中。仪器会同时检测并记录流经溶液的浊度和荧光读数随时间的变化。在约100秒时,将经过热处理的牛奶污垢样品加至烧杯中。污垢会随着时间的延长被清洗液和搅拌动作除去,并溶入清洗液中。在1600秒后,停止试验并进行数据分析。

[0116] 实验参数:清洗温度55℃,0.3%Conquest碱性清洗液,280nm激发波长,340nm荧光检测波长,浊度测试波长为280nm。

[0117] 在检测过程中发现在前300秒的清洗过程中,通过荧光读数和浊度的变化都可以

显示大部分污垢很快被洗脱下来。然而在约500秒后,剩余污垢的去除速率变慢,荧光读数能够监测到仍有污垢被持续洗脱至溶液中。荧光读数信号表明溶液中的溶解的污垢量在清洗后期增加(表明:清洗仍在进行中),而浊度信号却开始随清洗进行而下降,此时,不能有效使用浊度信号进行清洗过程的监测。实验结果如图2所示。

[0118] 根据图2发现,检测荧光读数的方案是一种监测被清洗下来的污垢量随时间变化的精准的方法。

[0119] 实施例2

[0120] 将1kg奶粉溶解在8升热水中,搅拌30分钟。将奶粉溶液倒在实验型UHT系统中,在135℃进行循环,持续2小时。之后,开始模拟CIP工艺,首先水冲洗5分钟,然后在110℃使用3.5%重量的艺康的复合碱性清洗剂AC-110在CIP循环回路模式下碱洗40分钟,水冲洗5分钟。在85℃,用艺康的酸性清洗剂3%重量的AC-55-5酸洗20分钟。最后水冲洗5分钟。收集碱性清洗步骤的清洗溶液,进行离线检测。

[0121] 清洗液的荧光读数由Horiba Jobin Yvon生产的桌上型仪器,仪器型号Fluoromax-4测量(激发波长327nm,检测波长406nm);浊度由哈希DR/890手持式色度仪器测量,使用程序为95号。

[0122] 测试结果如图3所示。在测试过程中,发现浊度读数结果将会显著地受到温度影响。当溶液冷却时,读数结果只是热溶液时的1/2。对同一溶液同时进行浊度和荧光测试,发现荧光读数在不同的温度下都更稳定。

[0123] 结论:荧光读数检测结果在选定的检测波长范围内,在不同温度条件下的测量值变化相对较小。但同一溶液的浊度在不同的温度条件下测试值变化非常大。在实际使用时,如果使用浊度检测,需要控制检测温度和时间恒定。荧光读数的检测更有利于快速、准确的监测。在清洗的初期,大量松动污垢极易被清洗下来,荧光读数和浊度值迅速上升。但因为清洗液在管道中循环,不能快速混合均匀,因此荧光读数和浊度读数都会出现峰值。然后,随着清洗液在清洗回路中循环次数的增加,溶液将逐渐趋于均匀。根据图3的结果,发现相邻清洗循环中荧光读数的平均值的变化低于5%且同一清洗循环中,荧光读数的最小值和最大值的比值大于90%时,清洗过程达到平衡,可以结束碱性清洗液的清洗步骤。

[0124] 实施例3

[0125] 1kg奶粉溶解在8升热水中,搅拌30分钟。将奶粉溶液倒在实验型UHT系统中,在135℃进行循环,持续3小时。之后,开始模拟原位清洗工艺,首先水冲洗5分钟;然后在110℃使用3.5%重量的艺康的复合碱性清洗剂AC-110在清洗液单次通过的开路模式下碱洗30分钟;水冲洗5分钟;在85℃,用3%重量的艺康的酸性清洗剂AC-55-5酸洗20分钟;最后水冲洗5分钟。收集碱性清洗步骤的清洗溶液,进行检测。

[0126] 清洗液的荧光读数由Horiba Jobin Yvon生产的桌上型仪器,仪器型号Fluoromax-4测量(激发波长327nm,检测波长406nm);浊度由哈希DR/890手持式色度仪器测量,使用程序为95号。

[0127] 测试结果如图4所示。

[0128] 结论:在清洗溶液不循环的情况下,通过荧光检测,可以很清晰地看出污垢清洗去除量与时间的关系,大部分疏松的污垢容易在第一至第二个清洗循环除去,然后少量深层致密的污垢再被逐渐除去。随着时间的延长,在实验型UHT内产生的污垢,在30分钟的清洗

周期内,仍有污垢被清洗下来。在24-30分钟的荧光读数平均值与整个步骤最大读数的比值为29.6%,远大于5%;在清洗结束后,通过拆管检查,发现管壁仍有少量的污垢残留,表明荧光读数能有效反映出管道内的污垢残留情况。从而在实际生产中,可以不必拆管检查,而对管道的清洗状况进行监测,节省在清洗环节所花费的时间,即时控制清洗步骤。

[0129] 实施例4

[0130] 将1kg全脂奶粉溶解在8升热水中,搅拌30分钟。将奶粉溶液倒在小型UHT系统中,在135℃进行循环,持续2小时。之后,开始CIP工艺,首先水冲洗5分钟,然后在110℃使用不同浓度(3.5%重量和1%重量)的艺康的复合碱性清洗剂AC-110在CIP循环回路模式下碱洗40分钟,水冲洗5分钟。在85℃,用艺康的酸性清洗剂3%AC-55-5酸洗20分钟。最后水冲洗5分钟。清洗过程中,先将溶液流经艺康的在线荧光检测器(仪器型号Cooling 3DT Fluorometer),检测后的溶液再经管道流至UHT平衡缸中。

[0131] 实验参数:365nm激发波长,405nm和470nm荧光检测波长,浊度测试波长为280nm。

[0132] 经过对在线检测数据分析,在365nm激发波长下,优选检测波长为470nm。

[0133] 生产结束后冲水,清洗用水的荧光读数为4.30。根据图5,水清洗液在265秒时的荧光读数为4.81,在300秒时的荧光读数仍为4.81,即在35(即300-265)秒的时间内,水清洗液的荧光读数不再变化,表明此时已不再有污垢被水冲洗下来此水冲洗步骤已结束。

[0134] 清洗液的测量结果见下表。

[0135] 表1

3.5% AC-110 清洗结果						
循环次数	时间区段 (s)	平均值	相对前一循环变化率	最大值	最小值	最小值 *100/最大值
1	0 - 360	15.40		43.51	13.01	29.91
2	360 - 720	180.57	1072.88	241.24	86.43	35.83
3	720 - 1080	180.30	-0.15	193.35	152.39	78.82
4	1080 - 1440	187.17	3.81	206.45	174.04	84.30
5	1440 - 1800	194.51	3.92	197.50	187.80	95.09
6	1800 - 2160	200.03	2.84	202.28	197.89	97.83
7	2160 - 2520	203.24	1.60	204.16	202.13	99.01

[0137] 表2

1.0% AC-110 清洗结果						
循环次数	时间区段 (s)	平均值	相对前一循环变化率	最大值	最小值	最小值 *100/最大值
1	0 - 360	45.08		67.82	21.35	31.48
2	360 - 720	130.82	190.17	161.15	73.04	45.32
3	720 - 1080	139.52	6.65	163.20	122.24	74.90
4	1080 - 1440	140.45	0.66	153.15	130.17	84.99
5	1440 - 1800	144.93	3.19	153.54	130.69	85.12
6	1800 - 2160	150.76	4.02	157.81	135.46	85.84
7	2160 - 2520	150.64	-0.08	156.03	142.83	91.54
8	2520 - 2880	152.75	1.40	154.77	150.59	97.30

[0139] 该表1和表2的结果对应于图6。

[0140] 从两个不同的清洗化学品使用浓度来看,按设定的检测标准,所达到清洗平衡的时间不同。3.5%AC-110在第五个清洗循环,已经达到清洗终点;而1.0%AC-110要7个清洗循环,才达到清洗终点;这说明不同的化学品浓度清洗能力不同,在建议使用范围内的高浓度化学品溶液能更快的发挥清洗效果。但不管是哪种清洗液,都能够通过荧光读数检测法,确定清洗何时结束。

[0141] 对于牛奶循环两小时产生的污垢,经过多次实验并经拆检查,发现需要3.5%AC-110才能在第5清洗循环中将污垢完全除去。而在清洗终点时,1%AC-110清洗液的荧光读数要明显低于3.5%AC-110清洗液的荧光读数,表明1%AC-110清洗液去除的污垢要比3.5%AC-110清洗液去除的少,可能污垢未被完全除去。经拆管检查,1%AC-110清洗液在经过8个清洗循环后,UHT管路中仍有污垢残留,这与荧光检测的结果是一致的。由此表明,荧光读数的检测方法能够监测清洗状况,直观地反应清洗管路中清洗进程,由此能够省却拆管检查污垢等步骤,从而最终提高清洗效率。

[0142] 在另一组实验中,在牛奶循环两小时后,换上同样量的新配制牛奶液再循环两小时,然后再用3.5%AC-110清洗。结果在第3个和第4个清洗循环中,荧光读数平均值都大于400。按正常设定在第5个清洗循环后停止碱洗,然后经过水洗、酸洗、水洗步骤后,拆管检查发现内壁仍然有污垢残留。这些污垢经过第二个相同的CIP过程被清洗除去。此测试表明碱性清洗液荧光读数平均值可以反映设备中蛋白类的污垢量,用于对清洗进行即时监控。

[0143] 图7显示了对3.5%碱性清洗液清洗后的水洗步骤中荧光读数的变化。根据图7所示,对于碱洗后的水洗步骤,在11分钟时的荧光读数平均值与清洗用水的荧光读数相同,表明清洗下来的污垢已经被全部冲走。可以结束水洗步骤。

[0144] 图8显示:对于一个有效的碱洗步骤,能将绝大部分的蛋白质类污垢成分除去,而在酸洗步骤,则主要是去除没有荧光特性的无机物质类污垢。因此在一个有效的碱洗步骤后的酸性清洗溶液,其荧光读数应与清洗用水的荧光值接近。1%AC-110后的酸洗步骤,因前一步的碱洗后仍有较多蛋白类污垢残留,酸洗步骤溶液的荧光读数平均值为9.68,是清洗用水的荧光读数4.30的两倍。对于酸性清洗溶液荧光的检测,可以对碱洗步骤的清洗效果进行推断。如果酸洗步骤溶液的荧光读数平均值大于清洗用水的荧光读数,则应拆管对清洗效果进行检查或重新进行碱洗,以确保清洗效果符合重新生产的要求。

[0145] 图9显示了对酸性清洗液的浊度进行检测的结果。通过对酸洗清洗液的浊度检测,也可预测酸洗平衡所需要的时间。因在不同的测试中,酸性清洗剂的使用浓度相同,达到清洗平衡点的时间也相同。上述两个实验的酸洗都在第三个清洗循环后期达到平衡。

[0146] 实施例5

[0147] 收集工业CIP溶液,用来检测实验室测试结果。使用浊度计和荧光检测仪,从实验室UHT和工业体系得到相关的数据。

[0148] 收集工业UHT清洗液的样品-荧光读数测试:样品来自一个UHT牛奶生产工厂。样品在CIP清洗步骤结束时收集清洗液样品【TA-1和TA-2(不同CIP循环后碱清洗溶液);TA-3:酸洗后的清洗溶液】。仪器型号:Shimadzu UV-3101PC UV-VIS-NIR Spectrophotometer。检测结果见图10所示。

[0149] 但是,TA-3具有非常低的荧光响应(说明蛋白类污垢已在碱性清洗步骤基本去除),TA-3的COD分析是1352mg/L,浊度读数是68NTU,所以优选对酸性清洗步骤使用浊度方

法。

[0150] 为了对所有CIP进程进行监控,最好能够同时使用荧光检测仪和浊度计,对清洗液进行跟踪。

[0151] 对于离线检测,只要按照本方法优选的激发和检测波长,对荧光仪器进行设置,也可以进行浊度和荧光的检测。

[0152] 综合以上,申请人发现根据含乳饮料的生产过程中残留的蛋白质类物质在特定条件下的荧光响应性质,能够用来跟踪清洗过程。发明人意外地发现,对于检测清洗溶液的荧光读数而言,其主要是针对碱性清洗液进行跟踪更有效。同时,申请人发现,与浊度检测相比,荧光读数的变化对温度和时间不敏感,不必严格控制荧光读数测量过程中清洗液的温度变化,也不必严格控制荧光读数检测过程中的检测时间间隔。

[0153] 本文的方法不需要在清洗液中加入任何外源物质,由此不会带来任何食品安全性方面的问题。同时,通过监测荧光读数,相比于之前已有的监测方法,荧光读数的监测更直观地反映了清洗进程,能够随时根据监测结果停止清洗步骤,从而提高了清洗效率、节约能源。此外,发现使用本发明的方法和系统,能够随时监控清洗进程,不需要使用额外的操作,例如拆管等。本文所公开的方法和系统能够有效用于含乳饮料的生产设备的清洗中。

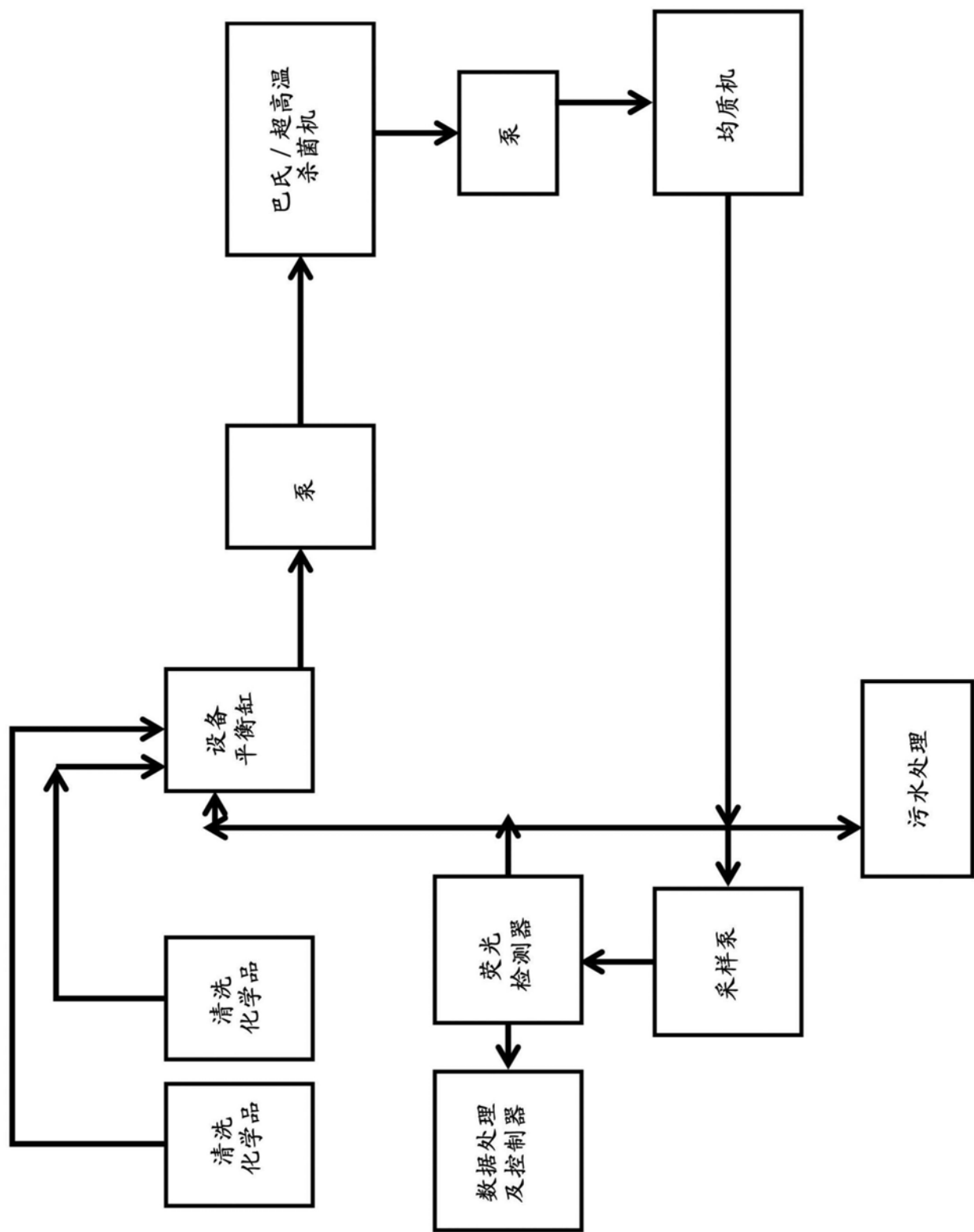


图1

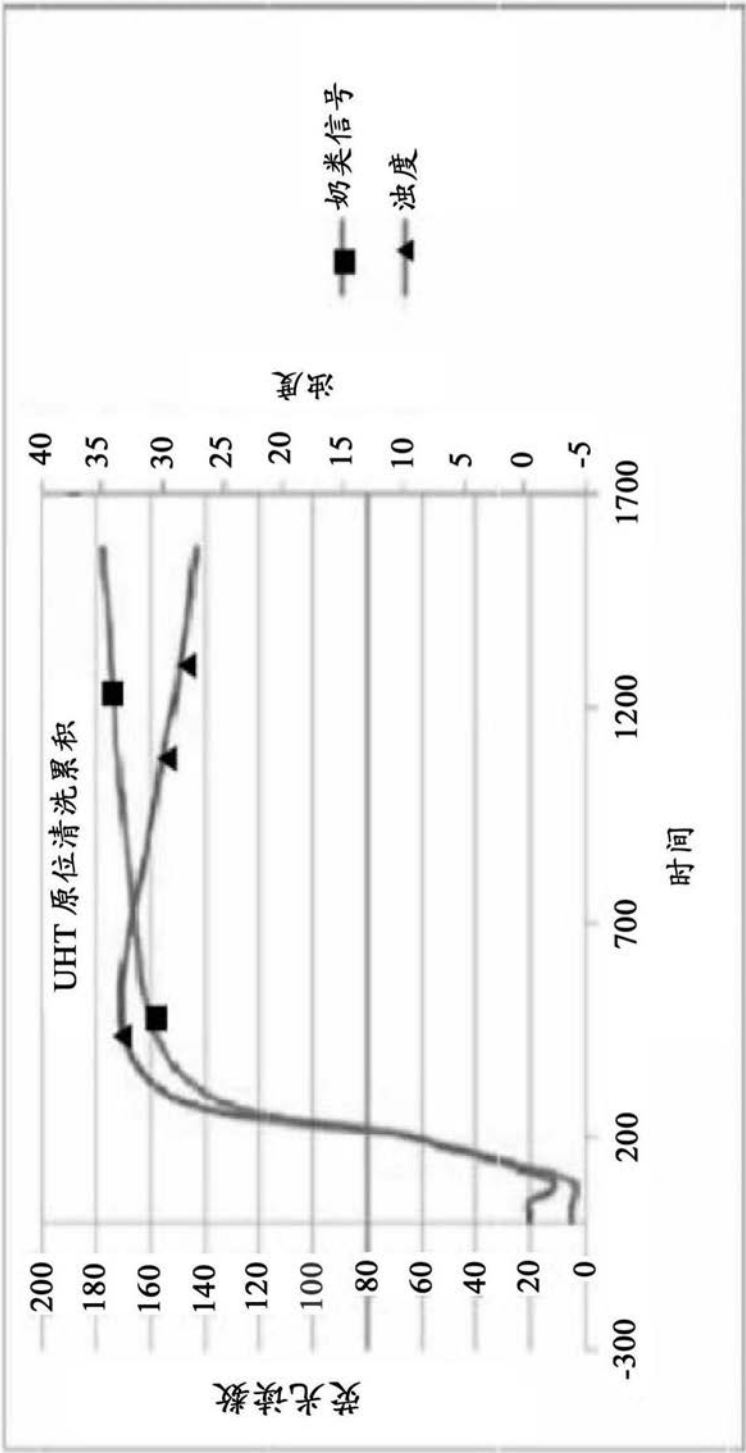


图2

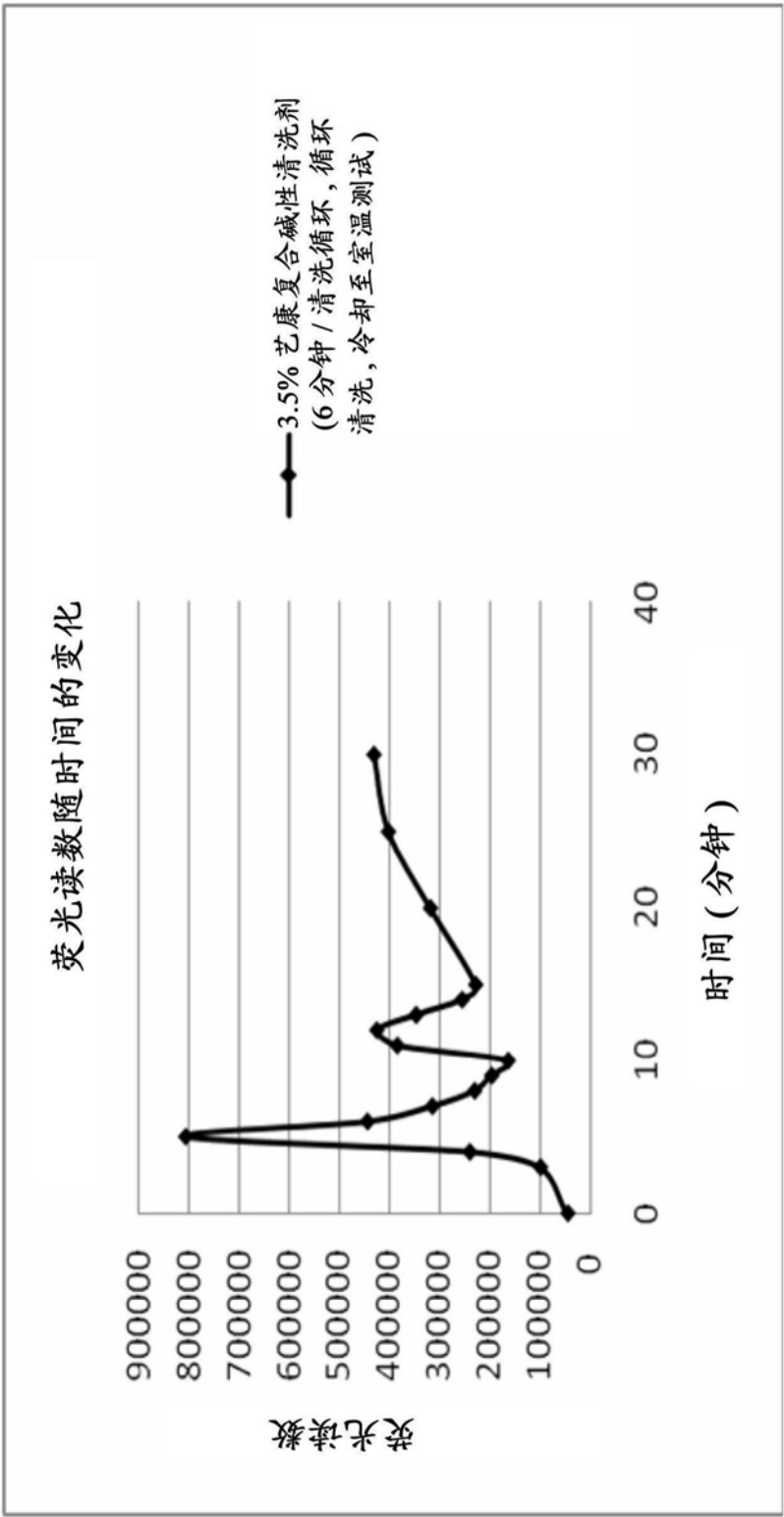


图3a

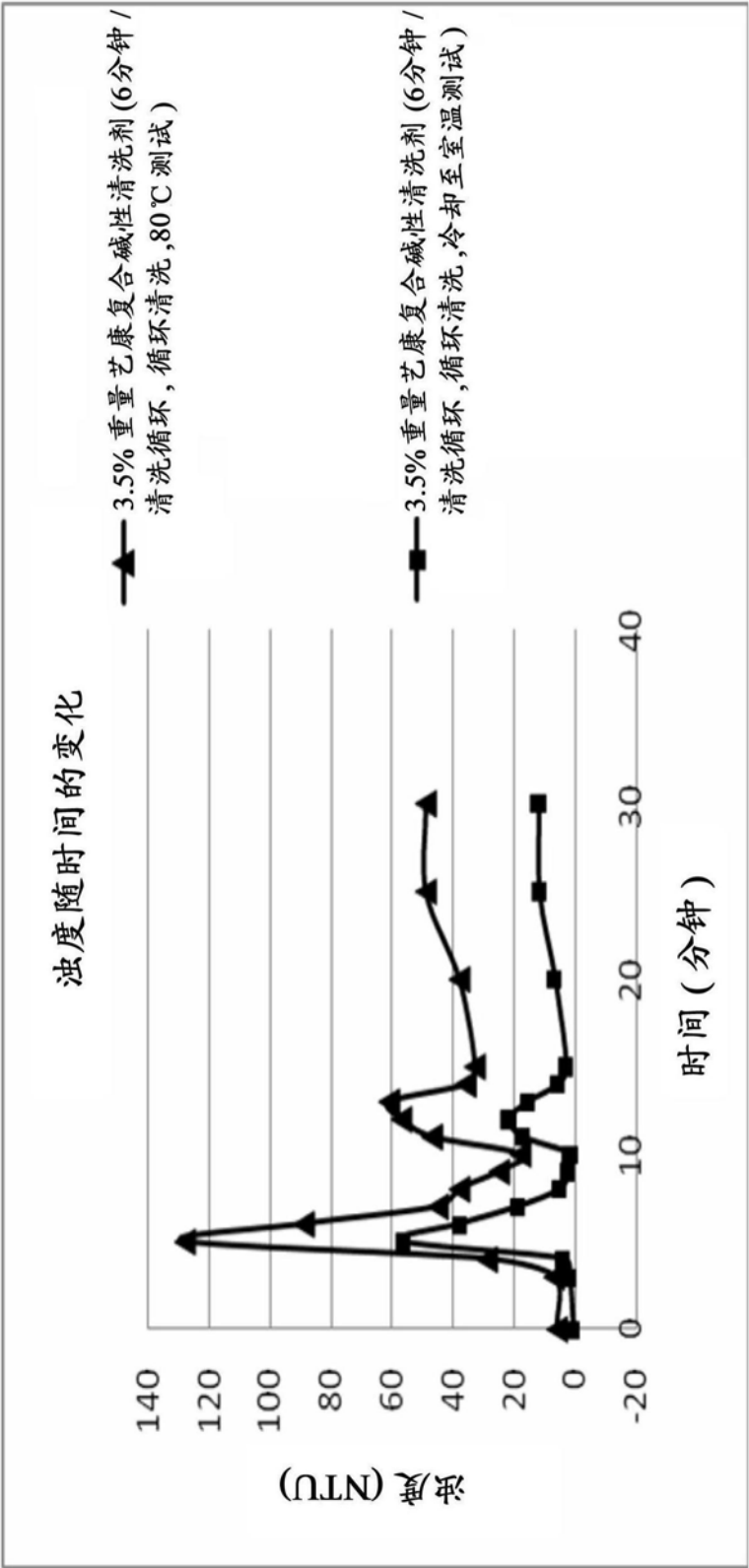


图3b

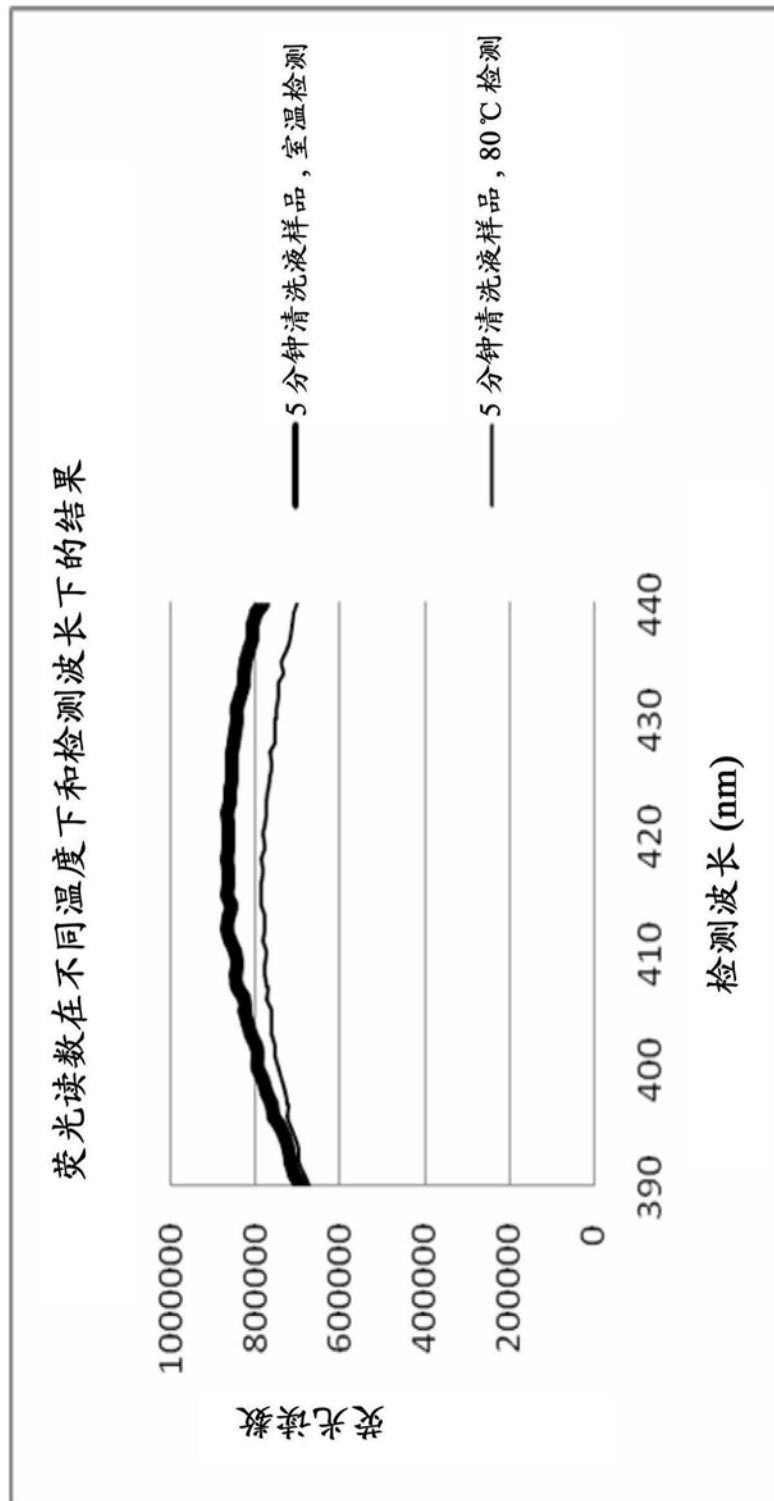


图3c

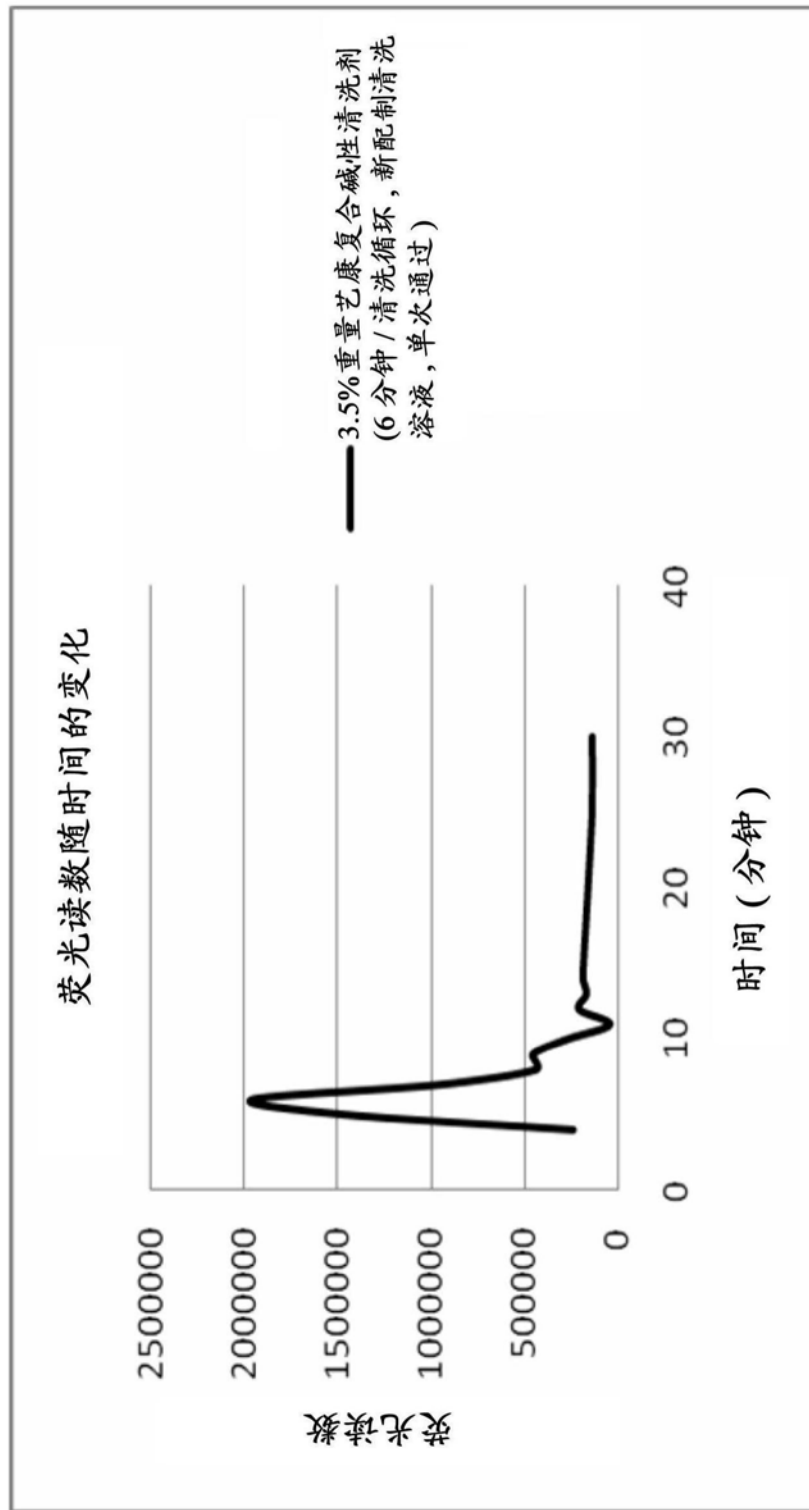


图4

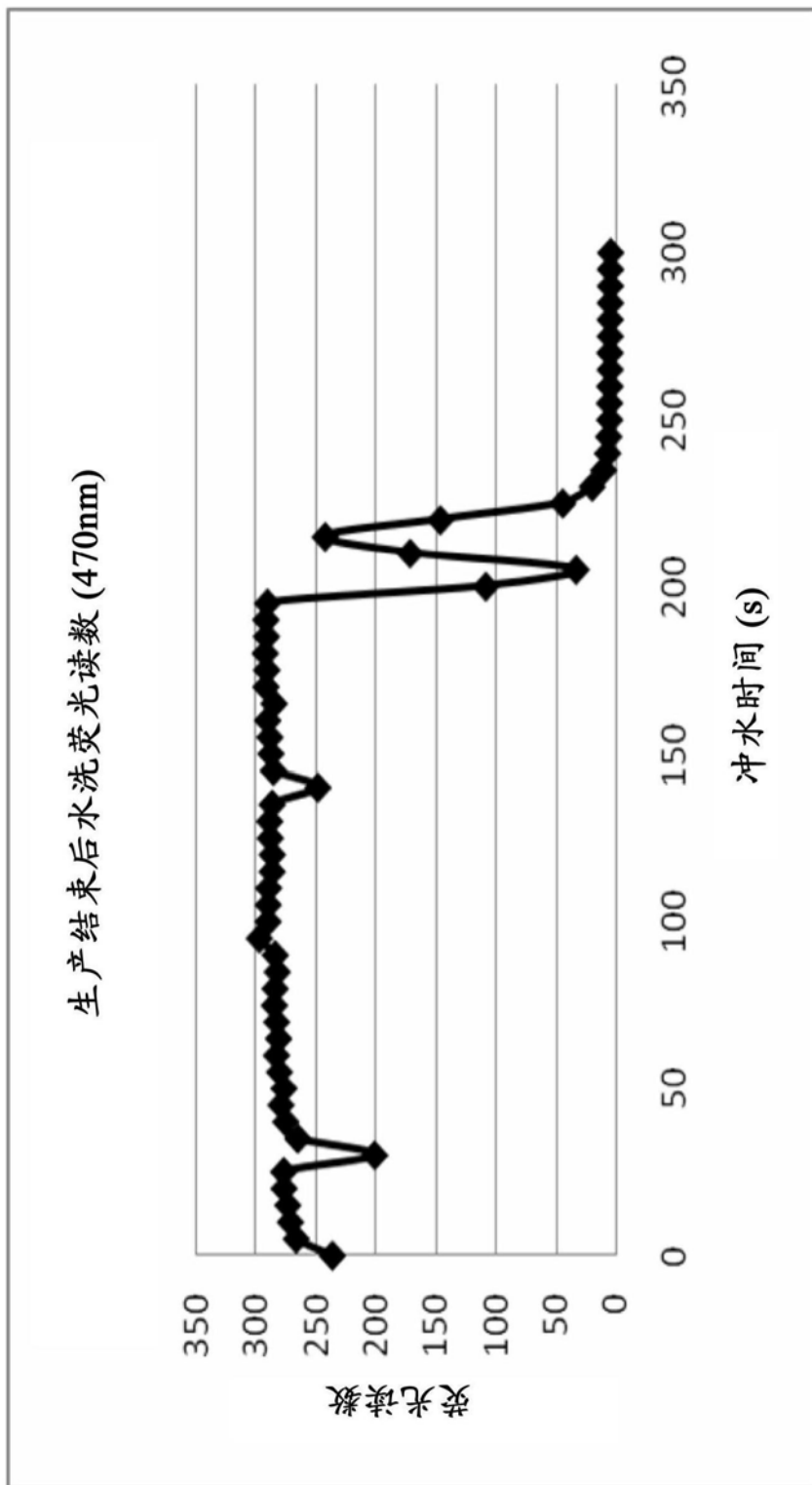


图5

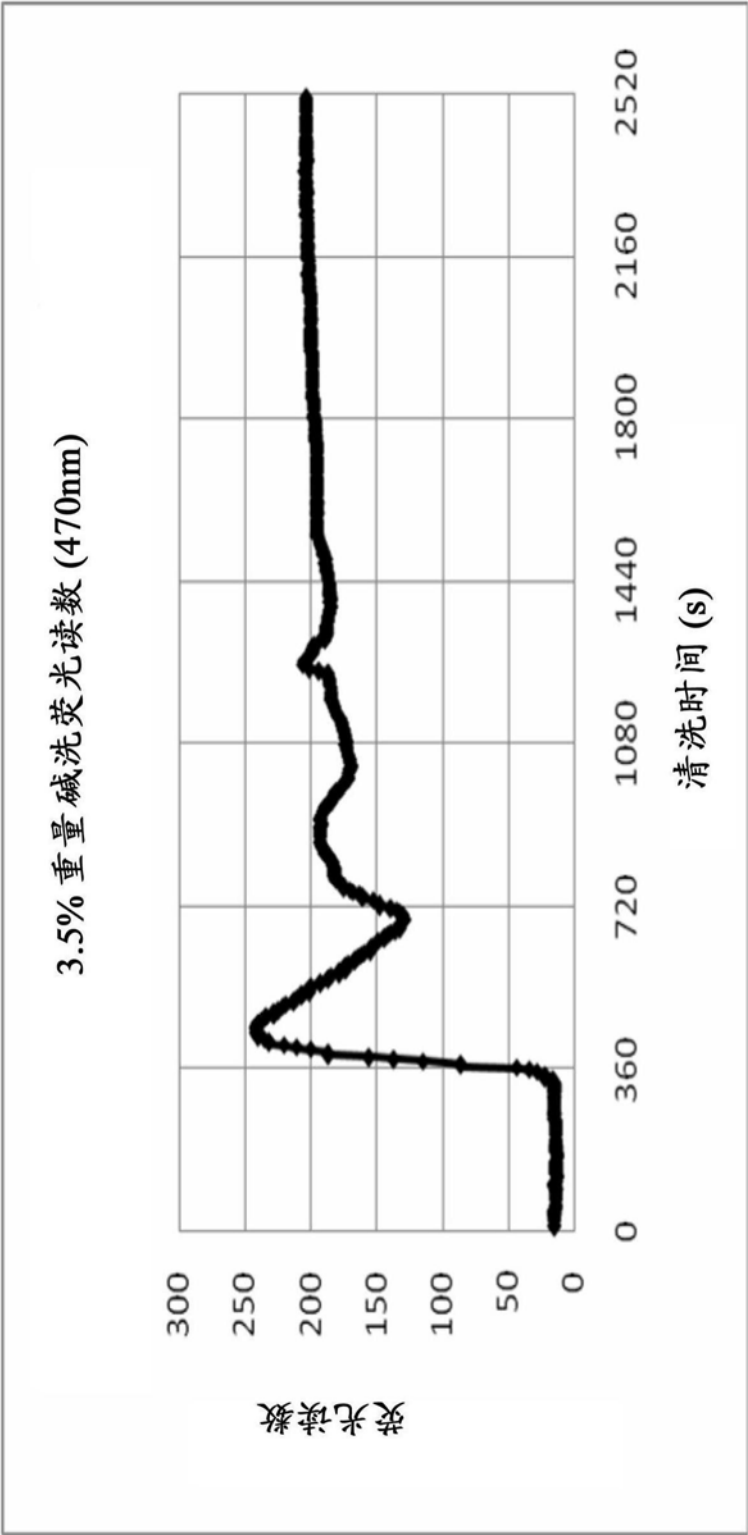


图6a

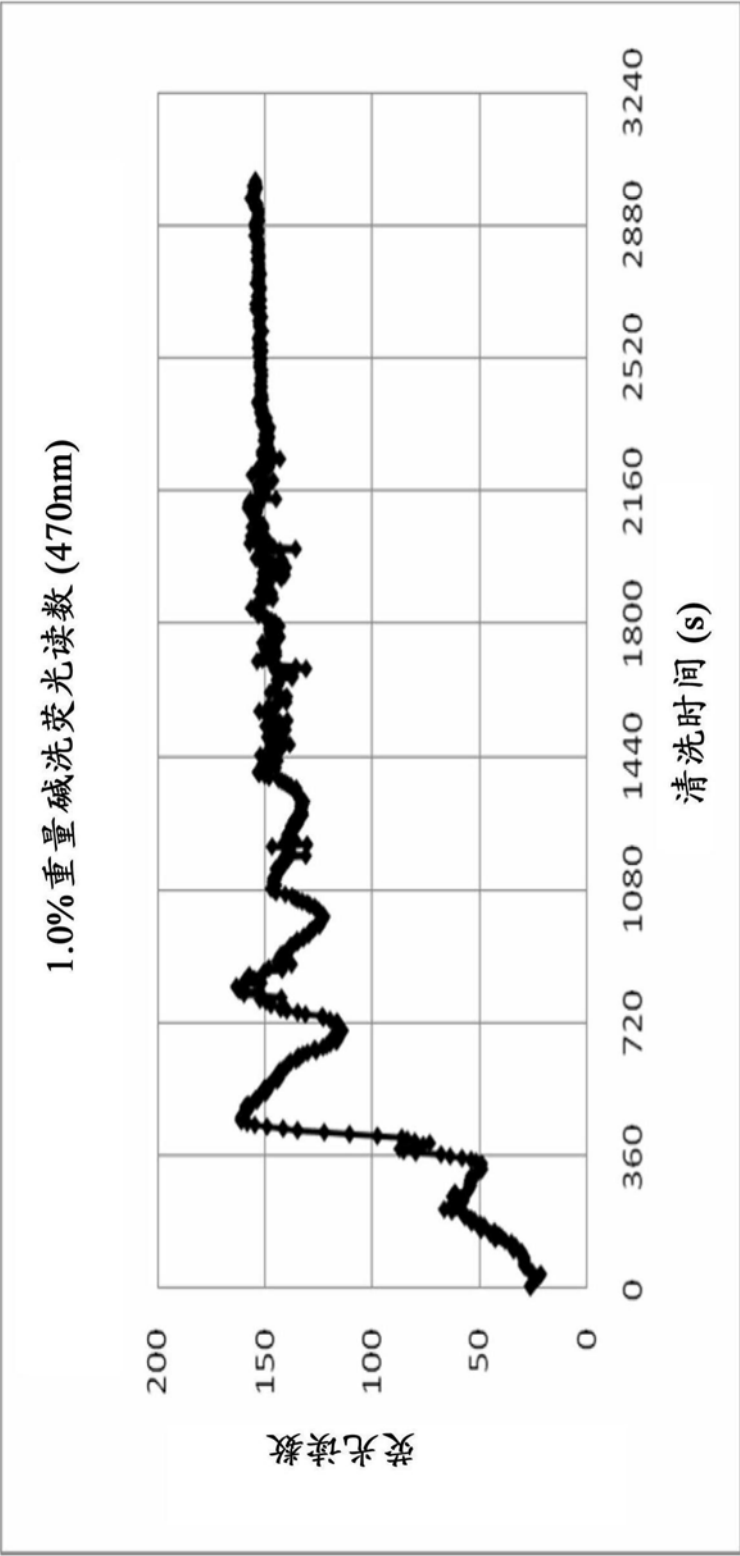


图6b

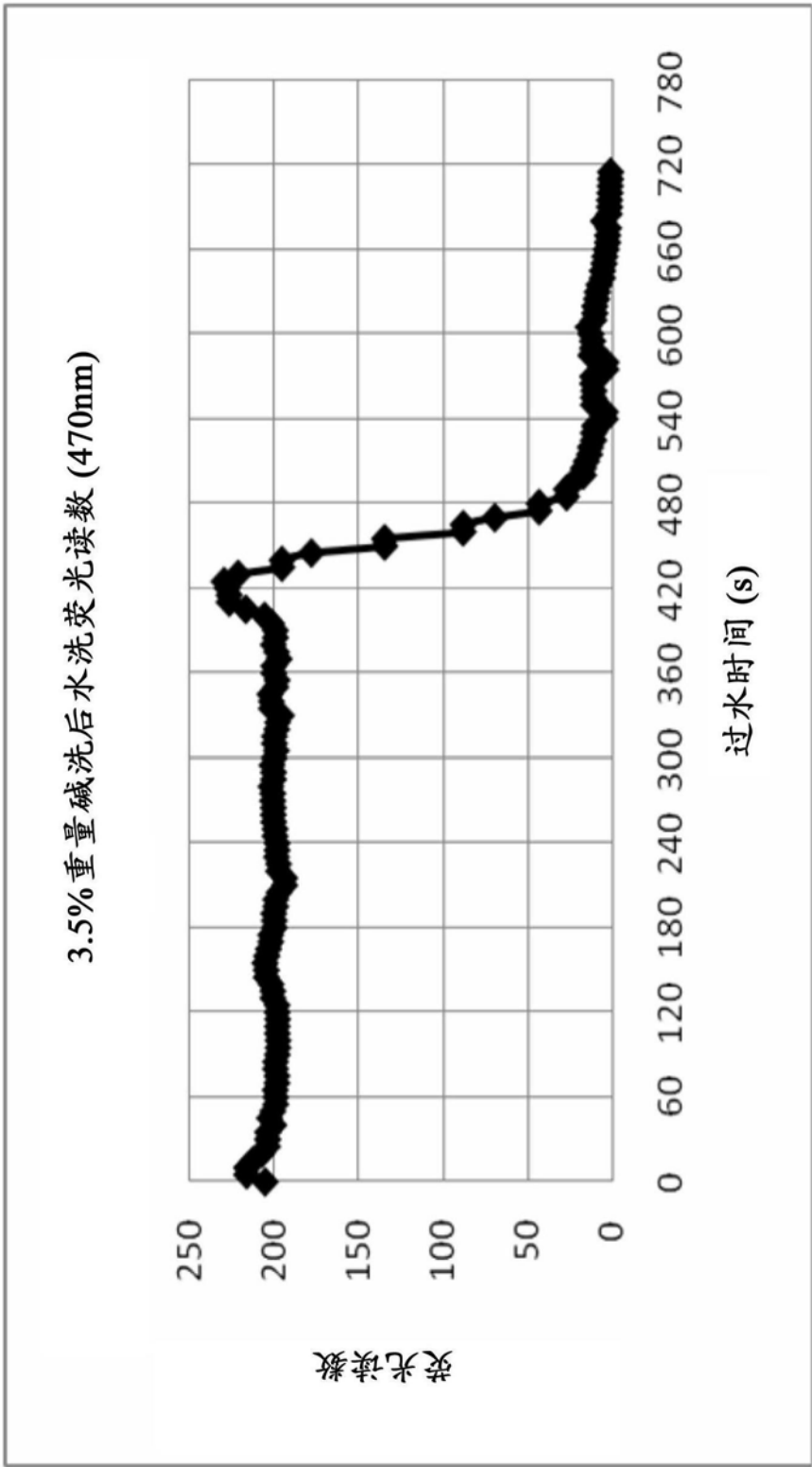


图7

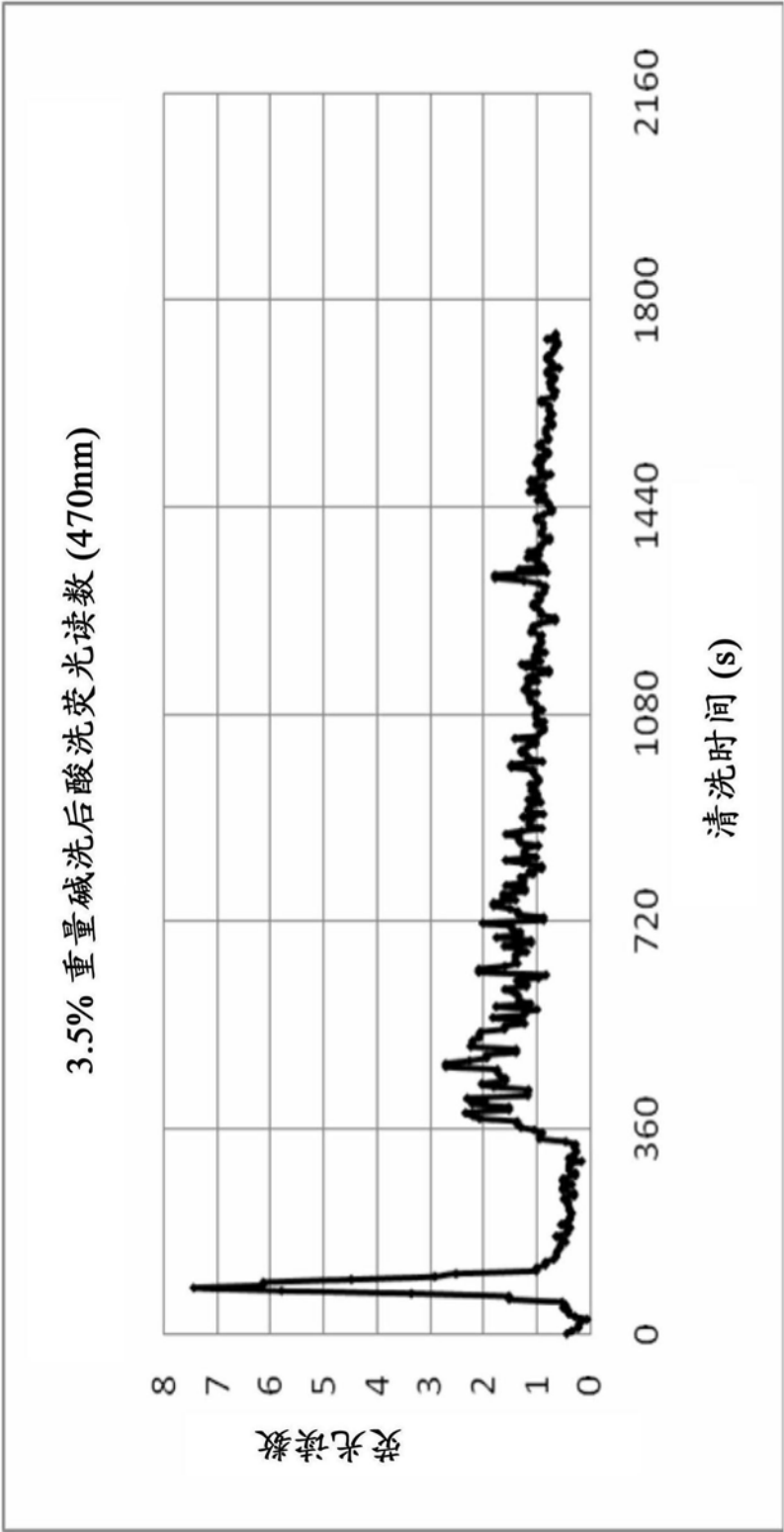


图8a

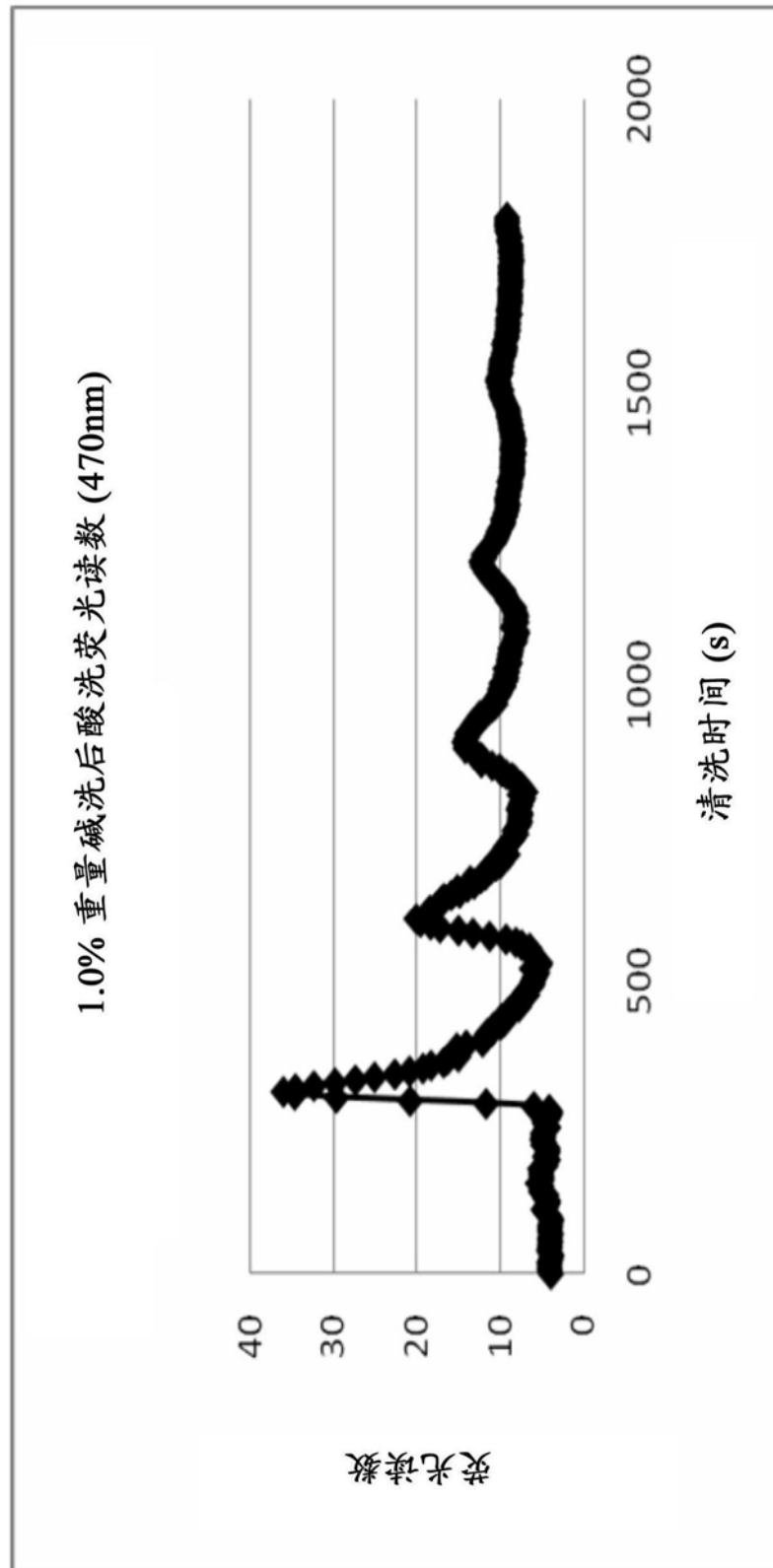


图8b

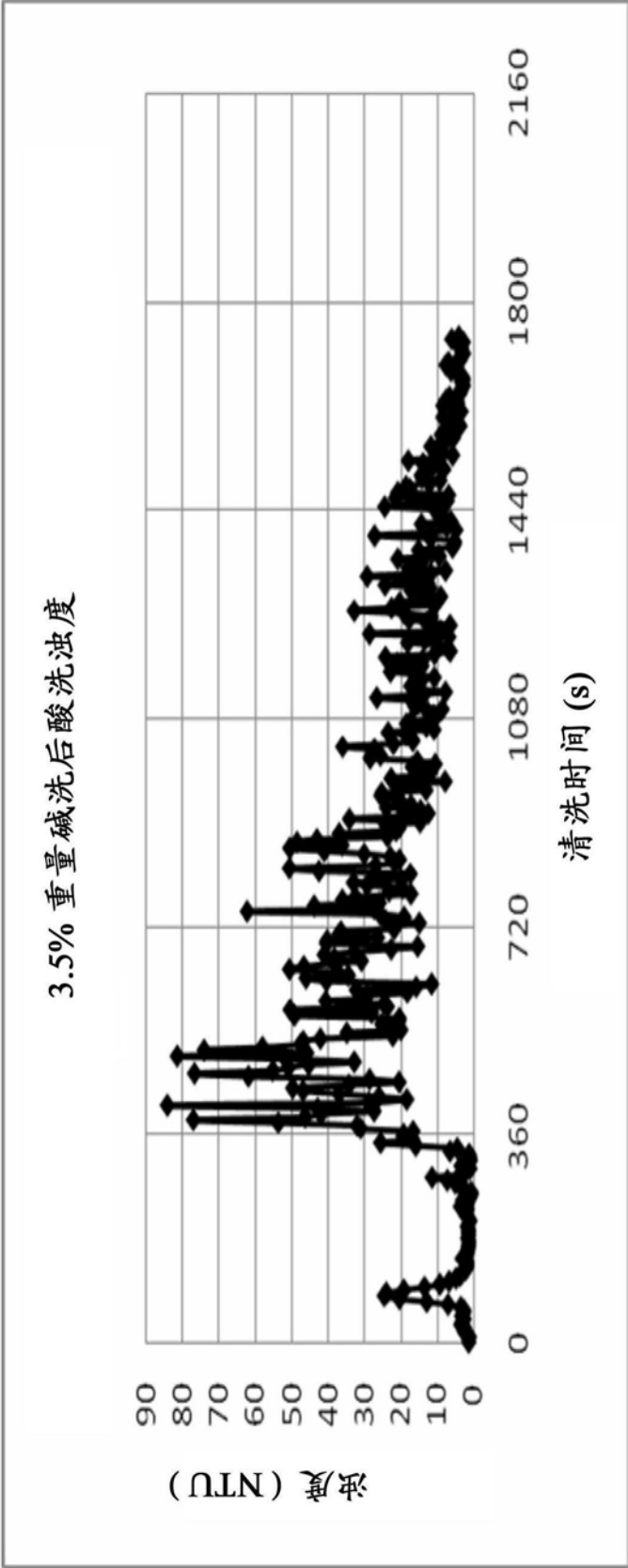


图9a

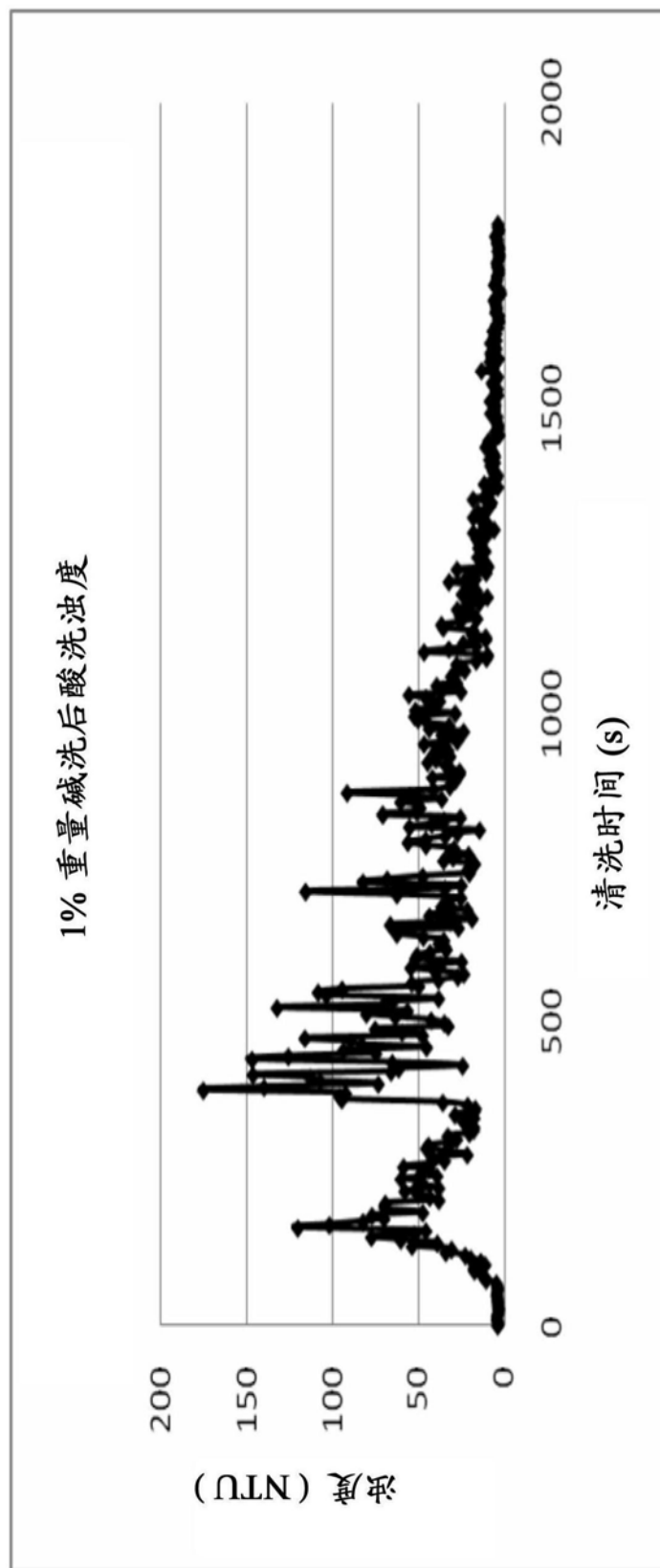


图9b

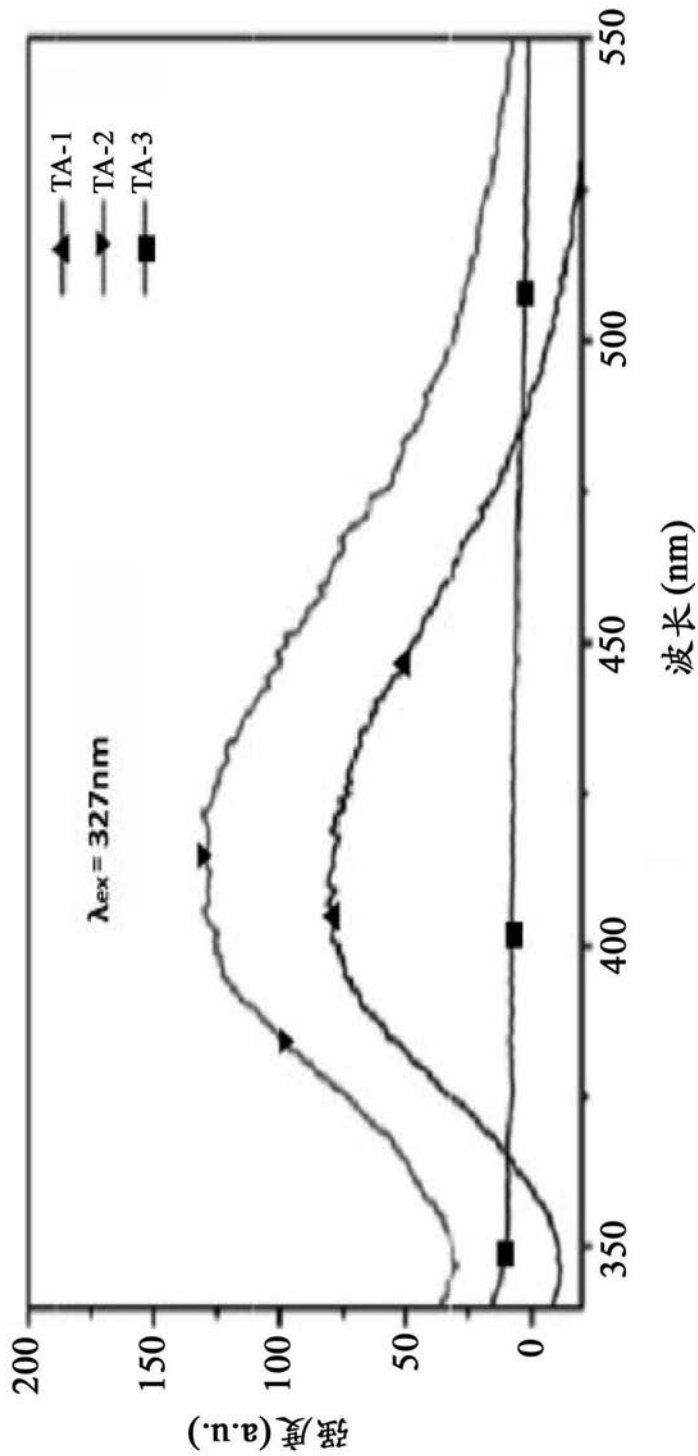


图10