

Mestrado Integrado em Engenharia Química

Optimização de Sistemas CIP

Tese de Mestrado

de

Teresa Joana Anjos Barbosa

Desenvolvida no âmbito da disciplina de Dissertação

realizado em

Unicer Bebidas S.A.



Orientador na FEUP: **Prof. Adélio Mendes**

Orientador na Unicer: **Eng. José Aleixo, Eng. Hugo Amorim**



Universidade do Porto
Faculdade de Engenharia
FEUP

Departamento de Engenharia Química

Setembro de 2010

Agradecimentos

Aproveito este espaço para agradecer a todos aqueles que me acompanharam ao longo deste projecto.

Em primeiro lugar, agradeço todo o apoio, incentivo e críticas construtivas, por parte dos meus orientadores Professor Adélio Mendes e Eng. José Aleixo.

Pela integração carinhosa e acompanhamento na empresa, agradeço a toda a equipa do Serviço de Enchimento da Unicer. Em especial, Eng. Nuno Ferreira, Fátima Rodrigues, Eng. José Dias, Eng. Hugo Amorim, Eng. Manuel Gaspar e Sr. Albino. Um muito obrigada, a todos os técnicos das linhas de enchimento e do laboratório, pelo apoio e disponibilidade demonstradas. Foi um prazer e um privilégio acompanhar o seu trabalho.

Pela companhia, camaradagem, trabalho e entrega, agradeço ao futuro Eng. Pedro Pereira, todo o seu apoio e amizade ao longo do projecto.

Um agradecimento especial ao Prof. Rui Boaventura e à Eng. Liliana Pereira, pela disponibilidade e ajuda na realização das análises de quantificação da CQO na FEUP. Também gostaria de agradecer ao Eng. Luís Carlos, à Eng. Margarida Catarino e à Marta Ferreira pelo apoio laboratorial na FEUP - LEPAE.

Em especial, às minhas queridas amigas, Brites e Dinora, agradeço todos os gestos e momentos de amizade, ao longo do projecto, e de todo o nosso percurso académico.

Pela pessoa, amigo, profissional, e pelo que representa para mim, agradeço ao meu príncipe, Gonçalo Silveira. Não poderia deixar de agradecer também a amizade e força de duas pessoas muito especiais, Marisa e Alfredo Silveira. Aos meus queridos pais e irmã, agradeço o vosso “ombro” amigo, as conversas tardias, a paciência... São os alicerces da minha vida e serei eternamente, a vossa Joana. Agradeço à Mariana Gasparinha, por me surpreender em todos os momentos, pelos sorrisos e risadas “roubados” e por fazer brilhar a criança que há em mim.

Sem poder esquecer, pelo apoio e incentivo durante estes meses de trabalho em comum, um agradecimento sentido às minhas colegas de trabalho: Marta, Mónica, Sandra, Marisa, Catarina e Ana.

Por fim, gostaria de agradecer ao Departamento de Engenharia Química da FEUP pela oportunidade de desenvolver a dissertação em ambiente empresarial e à Unicer de Leça do Balio pelas mesmas razões e pelo financiamento de um subsídio que ajudou nas despesas das deslocações.

Resumo

O presente projecto teve como objectivo global a optimização dos sistemas de higienização, das linhas de enchimento de garrafas de cerveja na Unicer - Leça do Balio. A higienização das linhas de enchimento é realizada pelo método CIP (*Cleaning in Place*), que considera a aplicação de um detergente ou solvente adequados em circuito fechado, assegurando uma temperatura adequada para higienizar o equipamento.

Após acompanhamento e monitorização dos ciclos de limpeza, e análises microbiológicas às águas de enxaguamento das linhas de enchimento Linha 3 e 5, foi realizado um diagnóstico dos problemas existentes e propostas soluções. Na Linha 3, foram realizadas alterações à instalação CIP de forma a simplificar o seu funcionamento, e a garantir um caudal constante durante o passo de enxaguamento. O doseamento do detergente alcalino foi optimizado. Pela monitorização dos ciclos de limpeza à Linha 5, foram propostas alterações no programa CIP.

Para ambos os sistemas CIP, foram também propostas a optimização do doseamento de aditivo e a instalação de caudalímetros na alimentação e no retorno. Verificou-se que sem uma monitorização constante e um controlo mais completo, não é possível reunir dados suficientes, de forma a melhorar o desempenho dos ciclos de limpeza. Concluiu-se que essas medidas teriam de ser adoptadas para garantir uma higienização eficiente.

Foi realizado um estudo preliminar sobre a regeneração de soluções alcalinas, utilizando uma instalação laboratorial de ultrafiltração. Concluiu-se que apesar dos resultados promissores, são necessários estudos adicionais para avaliar correctamente esta tecnologia. Considerou-se também o uso de sistemas de *pig* na poupança de soluções de limpeza, água e produtos, e para melhorar a eficiência de limpeza. Concluiu-se que esta abordagem tem de ser considerada globalmente, uma vez que envolve um investimento importante.

Palavras-Chave (Tema): Higienização, CIP, ultrafiltração, sistemas de *pig*

Abstract

This project aimed the global optimization of cleaning systems of beer bottles filling lines at Unicer – Leça do Balio. The sanitation of the filling lines follows a CIP (Cleaning in Place) methodology, which considers the application of a suitable detergent or solvent in closed circuit, ensuring a proper temperature to sanitize the equipment.

After tracking and monitoring cleaning cycles, and microbiological testing to the rinse water of the filling lines 3 and 5, it was performed a diagnosis of existing problems and they were proposed solutions. In Line 3, changes were performed to the CIP installation in order to simplify its operation and to ensure a constant flow during the rinsing step. The alkaline detergent feeding time was optimized. For monitoring cleaning cycles to Line 5, changes have been proposed to the CIP program.

For both CIP systems it was also proposed the optimization of the additive dosing and the introduction of a feed and returning flowmeters. It was found that without monitoring and a detailed inspection, it is not possible to gather sufficient data in order to improve the performance of cleaning cycles. It was concluded that these measures should be taken to ensure an efficient sanitation.

A preliminary study on the regeneration of alkaline solutions using an ultrafiltration plant was conducted. It was concluded that despite the promising results, it is necessary further studies for correctly assess this technology. It was also considered the use of pigging systems for saving cleaning solutions, water and product, and to improve the cleaning efficiency. It was concluded that this approach has to be considered globally since it involves an important investment.

Keywords (Theme): Sanitation, CIP, ultrafiltration, pigging systems

Índice

1	Introdução	1
1.1	Enquadramento e Apresentação do Projecto	1
1.1.1	Produção de Cerveja	1
1.1.2	Etapa de Enchimento	2
1.2	Processos de Higienização	5
1.2.1	Sistemas CIP	7
1.2.2	Procedimentos de Higienização	8
1.3	Organização da Tese	11
2	Estado da Arte	12
3	Descrição Técnica e Discussão dos Resultados	17
3.1	Diagnóstico do Problema	17
3.1.1	Linha 3	17
3.1.2	Linha 5	28
3.2	Propostas de Alteração	30
3.2.1	Linha 3	30
3.2.2	Linha 5	34
4	Inovações para além do estado da arte	35
4.1	Regeneração da Solução Alcalina por Ultrafiltração	35
4.1.1	Ultrafiltração	35
4.1.2	Descrição Experimental	36
4.1.3	Resultados e Discussão	38
4.2	<i>Pigging Systems</i>	41
5	Conclusões	46
6	Avaliação do trabalho realizado	47
6.1	Objectivos Realizados	47
6.2	Outros Trabalhos Realizados	47
6.3	Limitações e Trabalho Futuro	47

6.4	Apreciação final	48
7	Referências.....	49
	Anexo 1 Diagrama da instalação CIP – Linha 5	51
	Anexo 2 Métodos de Produção – Processo de Higienização	52
	Anexo 3 Diagrama Alterado da Instalação CIP – Linha 3	53
	Anexo 4 Testes laboratoriais.....	59
	Anexo 5 Contacto com empresa.....	64

Índice de Figuras

Figura 1.1 Esquema ilustrativo do processo de produção de cerveja global.....	1
Figura 1.2 Conceito de: (a) Sistema de Uso Único e (b) Sistema de Reuso ou Multiuso.....	7
Figura 1.3 Círculo de Sinner.....	8
Figura 2.1 Princípios de separação por membranas.....	14
Figura 3.1 Esquema do sistema de CIP – Linha 3.....	18
Figura 3.2 Esquema de ligação da linha de enchimento, desde a adega até ao sistema de CIP – Linha 3.....	19
Figura 3.3 Painel de grampos da enchedora B, com trombones em posição de enchimento de cerveja – Linha 3... 21	
Figura 3.4 Posição dos trombones no painel de grampos da Linha 3: a) Posição de CIP às condutas; b) Posição de CIP à enchedora.....	22
Figura 3.5 Visor do transmissor LMIT 08.....	23
Figura 3.6 Monitorização da temperatura e da concentração da solução CIP à tubagem A – Linha 3.....	24
Figura 3.7 Monitorização da temperatura e da concentração da solução CIP à tubagem B – Linha 3.....	25
Figura 3.8 Monitorização do caudal volúmico no passo de enxaguamento à tubagem B – Linha 3.....	25
Figura 3.9 Exemplos de não conformidades na instalação CIP – Linha 3.....	27
Figura 3.10 Sentido de fluxo através da válvula Mixproof.....	28
Figura 3.11 Monitorização da temperatura e da condutividade da solução CIP à tubagem A – Linha 5.....	29
Figura 3.12 Monitorização da temperatura e da condutividade da solução CIP à tubagem B – Linha 5.....	30
Figura 3.13 Disposição actualizada dos contentores de aditivo e de ácido – Linha 3.....	33
Figura 4.1 Representação esquemática de um processo de separação por membrana.....	35
Figura 4.2 Esquema da instalação piloto de Ultrafiltração.....	37
Figura 4.3 Fluxo de permeado de detergente e de aditivo em função da diferença de pressão, a 25 °C e a 4 L·min ⁻¹	38
Figura 4.4 Retenção de detergente em função da diferença de pressão, a 25 °C e a 4 L·min ⁻¹	39
Figura 4.5 Fluxo de permeado detergente e aditivo em função da diferença de pressão a 45 °C e a 5 bar.....	39
Figura 4.6 Retenção de detergente em função da diferença de pressão a 45 °C e a 5 bar.....	40

Figura 4.7 Exemplos de pig utilizados nas Indústrias.....	41
Figura 4.8 Sistema de pig unidireccional.....	42
Figura 4.9 Sistema de pig bidireccional, em fase de envio de produto.....	43
Figura 4.10 Sistema de pig bidireccional, em fase de retorno de detergente durante um CIP.....	44

Índice de Tabelas

Tabela 1.1 Equipamentos do processo do enchimento.....	4
Tabela 2.1 Comparação entre Sistemas de Uso Único e de Reuso.....	13
Tabela 2.2 Comparação entre Sistemas de CIP, Descentralizado e Centralizado.....	14
Tabela 2.3 Dados relativos a membranas utilizadas para regeneração de soluções CIP.....	16
Tabela 3.1 Registo de controlo de higienização das linhas de enchimento.....	17
Tabela 3.2 Valores de concentração e de temperatura adoptados para os passos de limpeza CIP – Linha 3.....	21
Tabela 3.3 Tempos registados para programa de CIP às condutas e às enchedoras – Linha 3.....	23
Tabela 3.4 Número de UFC de amostras dos tanques de água da instalação de CIP – Linha 3.....	26
Tabela 3.5 Valores de concentração de soda dos tanques CIP – Linha 3.....	26
Tabela 3.6 Número de UFC de amostras recolhidas de regiões críticas das enchedoras A e B – Linha 3.....	27
Tabela 3.7 Consumos e custos de água e de detergente por CIP – Linha 3.....	28
Tabela 3.8 Tempos registados para programa de CIP às condutas e às enchedoras – Linha 5.....	29
Tabela 3.9 Valores de concentração e de temperatura adoptados para os passos de limpeza CIP - Linha 3.....	31
Tabela 4.1 Características da membrana utilizada.....	36
Tabela 4.2 Condições operatórias e resultados dos testes realizados no sistema de UF.....	38
Tabela 4.3 Valores normalizados de CQO para as amostras da alimentação e dos ensaios 3 e 4.....	40
Tabela 4.4 Valores da redução da CQO para os ensaios 3 e 4.....	41

Nomenclatura

C_{QO}	Carência química de oxigénio	$\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$
J_P	Fluxo de permeado	$\text{g}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{cm}^{-2}$
L_P	Permeabilidade	$\text{g}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$
C_F	Concentração de alimentação	$\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$
C_P	Concentração de permeado	$\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$

Lista de Siglas

PVPP	Poli-venil-poli-pirrolidona
TR	Tara Retornável
TP	Tara Perdida
CIP	<i>Cleaning-in-Place</i>
HACCP	Análise de Perigos e Controlo de Pontos Críticos
CQO	Carência química de oxigénio
MF	Microfiltração
UF	Ultrafiltração
NF	Nanofiltração
SS	Sólidos Suspensos
UFC	Unidades formadoras de colónias
PLC	<i>Programmable Logic Controller</i>
MWCO	<i>Molecular Weight Cut-Off</i>

1 Introdução

1.1 Enquadramento e Apresentação do Projecto

Este projecto foi desenvolvido no Serviço de Enchimento da fábrica de cervejas da **Unicer** - Leça do Balio. O presente projecto visou a análise de não conformidades e riscos dos sistemas de *Cleaning in Place (CIP)*, assim como dos parâmetros que influenciam o desempenho dos programas de higienização CIP, nas linhas de enchimento da fábrica.

1.1.1 Produção de Cerveja

A cerveja é uma bebida obtida pela fermentação alcoólica do mosto cervejeiro (mistura de cereais e água) por acção de uma levedura, com adição de lúpulo ou seus derivados, podendo a composição dos cereais ter cereais maltados ou não, ou carboidratos de origem vegetal, em forma de *gritz* (cereal moído ao qual foi retirada a gordura).

A produção de cerveja compreende as seguintes etapas principais [1] – Figura 1.1:

- Fabrico do mosto;
- Fermentação/Maturação/Estabilização a frio;
- Filtração;
- Enchimento.

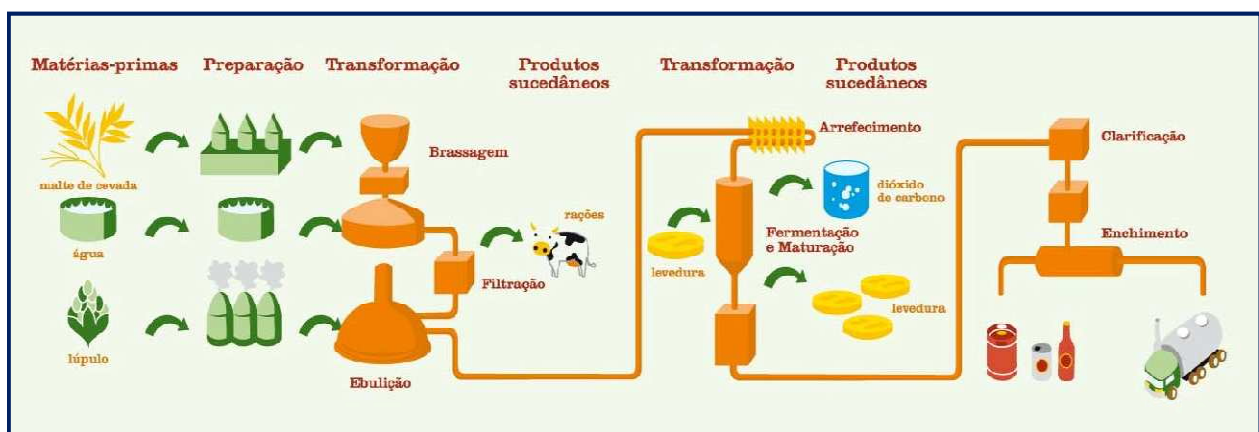


Figura 1.1 Esquema ilustrativo do processo de produção de cerveja global (adaptado de [1])

O processo de **Fabrico do mosto** engloba a recepção dos cereais em silos, passando pelas fases de moagem, pesagem de acordo com a receita a seguir, e brassagem, que permite a transformação do amido em açúcares fermentiscíveis. Após a sacarificação completa do mosto, segue-se uma fase de filtração num filtro prensa com introdução de água quente, que permite separar o mosto límpido da Drêche (fase sólida), passando esta última por lavagens com água quente de forma a remover o extracto retido na Drêche.

O mosto límpido e as águas de lavagem seguem para a fase de ebulição, passo de esterilização e concentração do mosto, e de adição de lúpulo. Segue-se uma decantação do mosto separando o precipitado, essencialmente proteico e com resíduos de lúpulo.

Terminado o fabrico do mosto, procede-se à etapa de **Fermentação**. O mosto proveniente da fase de ebulição, é arrefecido à temperatura inicial de fermentação e arejado para criar as condições adequadas desta etapa, de modo a que as células de levedura se desenvolvam e reproduzam. Garantidos estes passos, no momento de transferência do mosto frio para as cilindro-cónicas, a levedura é inoculada no mosto, onde se dá início a fermentação. A fermentação é uma operação, conduzida a temperaturas controladas, durante a qual os açúcares do mosto se transformam em álcool e dióxido de carbono, pela acção da levedura. O final desta etapa é determinado quando o valor de extracto fermentescível, é constante durante dois dias consecutivos altura em que, por acção da gravidade a levedura acaba por se depositar no fundo do tanque, sendo então recolhida.

A fase seguinte designa-se por **Maturação**, que consiste no armazenamento da cerveja fermentada a baixas temperaturas, com a finalidade de libertar os componentes voláteis indesejáveis. Trata-se da redução dos níveis de diacetilo, ácido sulfídrico e aldeído acético, que permite a clarificação e melhora o sabor e aroma da cerveja.

Após esta fase, torna-se necessária a estabilização da cerveja, a temperaturas entre -2 °C e 0 °C, de forma a estabilizar coloidalmente, e cuja duração varia de acordo com o tipo de cerveja. Estabilizada, a cerveja é filtrada novamente para eliminar a turvação ainda existente, sendo posteriormente armazenada em cubas. Finda esta etapa, a cerveja é reprocessada numa linha de filtração.

O processo de **Filtração** de cerveja é iniciado por uma centrifugação que permite a remoção da levedura presente na mesma. De forma a manter a temperatura de estabilização a frio, a cerveja passa por um permutador que promove a formação de compostos que causam turvação. A eliminação da turvação da cerveja realiza-se pela passagem desta por um filtro de kieselguhr (terra diatomácea), que retém a restante levedura e assegura o brilho e a estabilidade coloidal da bebida. Para estabilizar a cerveja durante o armazenamento, esta passa por um filtro de poli-venil-poli-pirrolidona (PVPP) evitando dessa forma a turvação a longo prazo, retirando os polifenóis por adsorção.

Finalmente, são adicionados aditivos como corantes, açúcar e agentes estabilizantes, para o acerto do produto a obter, seguindo-se um passo de diluição e de carbonatação com água desarejada e CO₂, respectivamente. A cerveja é então, armazenada em cilindro-cónicas até à fase de conclusão de produção de cerveja, etapa de enchimento.

1.1.2 Etapa de Enchimento

O **Enchimento** é a fase final do processo de produção de cerveja, sendo composto por diversas operações relacionadas com o enchimento dos vasilhames de TR e de TP. O processo e o equipamento utilizados no

enchimento de ambos os tipos de vasilhame, é essencialmente o mesmo. A diferença de equipamento necessário está relacionada com o tratamento realizado às garrafas vazias devolvidas e a lavagem antes do enchimento. Uma linha de engarrafamento de sucesso deve permitir [2]:

- Não aumentar o nível de oxigénio dissolvido na cerveja, $<0,2 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$;
- Assegurar que a cerveja distribuída para o cliente não contém microrganismos viáveis;
- Operar com o número mínimo de quebras de cerveja possível de forma a assegurar elevados níveis de eficiência.

No Centro de Produção da Unicer de Leça do Balio existem 3 linhas de enchimento de garrafas e 2 linhas de enchimento de barris. Estas podem ser classificadas de acordo com a sua capacidade nominal e/ou o tipo de linha de enchimento.

De forma a apresentar as diversas linhas de enchimento, estas são classificadas quanto ao tipo de linha de enchimento em:

❖ Linhas Dedicadas

Linhas: 3, 6, Barril Tara Retornável (TR) e Barril Tara Perdida (TP).

Estas linhas utilizam um tipo de vasilhame (p. ex. TR ou TP), mas com diâmetros diferentes (p. ex. 25 cl/ 33cl).

❖ Linhas Mistas

Linha: 5.

Esta linha utiliza uma mistura de diferentes tipos de vasilhame e embalagens secundárias (p. ex. grade, caixa, tabuleiro, etc.).

No caso das linhas de enchimento de garrafa, estas são constituídas por diversos equipamentos e processos, apresentados na Tabela 1.1 [1].

As garrafas começam a ser introduzidas na linha de enchimento após a **despaletização** e **desengradamento**, sendo reencaminhadas para a **lavadora de garrafas** TR. No caso de garrafas TR, a lavadora de garrafas permite a remoção dos rótulos, a lavagem e a desinfecção das mesmas, através de um processo contínuo de pré-lavagem com água quente, banhos cáusticos e enxaguamentos finais. De seguida, as garrafas passam por **inspectores de vazio**, que têm como função a rejeição de garrafas que não se encontram dentro dos parâmetros de limpeza estabelecidos. Após esta fase de selecção de garrafas segue-se a fase de enchimento na **enchedora**.

Este processo caracteriza-se por ser extremamente complexo, devido aos inúmeros passos a realizar até à sua conclusão. De uma forma sucinta, a enchedora de garrafas é uma máquina de revoluções cujas válvulas de enchimento variam de acordo com a capacidade da linha. Nas linhas 3 e 5, as enchedoras existentes têm 105 válvulas e na linhas 6, 96 válvulas.

Durante a rotação da enchedora, as garrafas passam por várias etapas de tratamento [1, 2]:

- Pressurização sobre os elementos de enchimento;
- Evacuação e Contra-pressurização (uma ou duas vezes);
- Enchimento;
- Ajuste do nível de enchimento;
- Despressurização;
- Redução dos elementos de enchimento, libertação de elementos de enchimento e transferência das garrafas para os transportadores.

Tabela 1.1 Equipamentos do processo do enchimento

Equipamentos do Processo
Desengradadora
Lavadora de Garrafas (TR) / Enxaguadora (TP)
Inspector de garrafas vazias
Enchedora/Capsuladora
Pasteurizador
Inspector de garrafas cheias
Rotuladora
Inspector de rótulos
Codificador de rótulos
Engradadora (TR) / Encartonadora (TP)
Paletizadora
Envolvedora
Etiquetadora

Após o enchimento, as garrafas têm de ser capsuladas logo que possível. Portanto, a **capsuladora** está instalada na mesma unidade de enchimento, de modo a operarem de forma síncrona [1].

Para impedir a entrada de oxigénio na garrafa, da enchedora para a capsuladora, a acção de um jacto de água fino e contínuo, promove a formação de espuma e o transbordo da mesma na garrafa. As garrafas são transferidas para os transportadores e encaminhadas para o pasteurizador em túnel.

A **pasteurização em túnel** é uma fase do enchimento que tem como função a estabilização microbiológica da cerveja engarrafada. Este processo abrange também o elevado risco de contaminação no processo de enchimento, onde o produto acabado é exposto a uma multiplicidade de riscos potenciais. Os riscos vão desde garrafas vazias contaminadas pelo ar antes do enchimento, a contaminação durante o enchimento causada por problemas microbiológicos na enchedora, a problemas que possam surgir na capsulagem, etc. [1].

A eficácia da pasteurização depende não só da extensão da temperatura aplicada como também no tempo durante o qual se aplica a mesma. As unidades de pasteurização são utilizadas, representando uma combinação entre o tempo e a temperatura. Para atingir um bom resultado microbiológico, a garrafa deve ser exposta a um determinado número de unidades de pasteurização.

No pasteurizador em túnel, as garrafas passam sobre os transportadores, através de uma estrutura de grade permitindo a passagem de uma quantidade elevada de água. Ao atravessar o túnel, a temperatura da garrafa e do seu conteúdo é gradualmente aumentada pelo jacto de água, até que a temperatura de pasteurização desejada seja alcançada e mantida por um determinado período de tempo. Durante o trajecto das garrafas a temperatura desce de forma gradual, arrefecendo as garrafas, até que à saída do túnel estejam à temperatura ambiente.

Finalizado o processo de pasteurização, as garrafas são transportadas até à **rotuladora de garrafas**, passando estas de forma contínua, por **inspectores de rótulos** (i.e. excluem as garrafas que apresentam rotulagem deficiente), por um **codificador de rótulos**, seguindo para a fase de **engradamento/encartonamento**, **paletização**, **envolvedora de paletes** e **etiquetagem** das mesmas, sendo posteriormente armazenadas até distribuição [1].

1.2 Processos de Higienização

A higienização afecta todas as fases de produção de cerveja, incluindo as decisões de selecção de equipamentos, as especificações e o manuseamento de matérias-primas, a manutenção das instalações e do seu ambiente bem como, a selecção e a formação dos operadores, a todos os níveis. De uma maneira geral, a importância atribuída à higienização das instalações de uma fábrica de produção de cerveja reflecte-se na qualidade e segurança dos seus produtos.

A Unicer de Leça do Balio, como qualquer outra empresa do sector alimentar, deve identificar as fases das suas actividades que sejam críticas para a garantia da segurança dos alimentos e assegurar que estão devidamente identificados, implementados, em funcionamento e revistos os procedimentos capazes de assegurar a existência dessa segurança [3]. Para tal, tem implementado um plano HACCP (do inglês *Hazard Analysis Critical Control Points* – Análise de Perigos e Controlo de Pontos Críticos), de forma a reduzir perigos e riscos associados a todas as fases do processo de produção de cerveja, tomando medidas pertinentes de prevenção, um adequado controlo e competentes medidas correctivas [4].

O **HACCP** é um processo sistemático aplicado para garantir a inocuidade dos alimentos, que consiste em sete princípios [5]:

1. Efectuar uma análise de perigos e identificar as respectivas medidas;
2. Identificar os pontos críticos de controlo (PCC's);
3. Estabelecer limites críticos para as medidas preventivas associadas com cada PCC;
4. Estabelecer os requisitos de controlo (monitorização) dos PCC's. Estabelecer procedimentos para utilização dos resultados da monitorização para ajustar o processo e manter o controlo;
5. Estabelecer acções correctivas para o caso de desvio dos limites críticos;
6. Estabelecer um sistema para registo de todos os controlos;
7. Estabelecer procedimentos de verificação para averiguar se o sistema está a funcionar de forma adequada.

Durante a produção de cerveja, desde a etapa de fabrico à etapa de enchimento, verifica-se a acumulação dum conjunto de materiais indesejáveis, entre os quais restos de produto, corpos estranhos, substâncias químicas do processo e microrganismos. Esta situação pode resultar do processo de produção normal, como é o caso da adesão de restos de produto às superfícies das instalações, ou de anomalias no processo, como por exemplo, as resultantes de contaminação por deficiente manutenção dos equipamentos ou de contaminação ambiental. Na presença destes materiais indesejáveis, designados de “resíduos”, deve ser dada especial atenção à eliminação e controlo dos microrganismos, sobretudo dos microrganismos nocivos ao produto e ao consumidor. Nesse sentido, o papel da higienização passa por assegurar a eliminação das sujidades visíveis e não visíveis, e a destruição de microrganismos patogénicos e de deterioração até níveis que não coloquem em causa a saúde dos consumidores e a qualidade do produto. Deverá ser respeitada a integridade das superfícies de trabalho e deverá haver o cuidado de eliminar qualquer químico utilizado no processo de higienização.

De um modo geral, o mecanismo para a remoção de resíduos ocorre em **4 etapas** [6]:

- Contacto da solução-detergente com a sujidade, com total molhagem e penetração nos poros e frestas;
- Solubilização da sujidade existente através de reacções químicas e processos físicos, como:
 - Reacções entre a solução de limpeza e os componentes da água formadores de dureza ou com a sujidade em suspensão;
 - Transporte (convecção e difusão) de componentes do agente de limpeza da solução-detergente para a superfície;
 - Transporte de componentes do agente de limpeza para dentro da camada de sujidade;
 - Reacção de limpeza, subdividida em processos físicos e reacções químicas;
 - Transporte por difusão dos produtos de transformação resultantes da reacção de limpeza;
 - Transferência dos produtos de reacção da superfície-limite para a solução-detergente, através de difusão, convecção ou descamação da superfície;
- Dissolução da sujidade da superfície e transferência para a solução-detergente através da dispersão e/ou emulsão;
- Prevenção da deposição de sujidades através da estabilização na solução de limpeza.

O grau de limpeza resultante da higienização pode definir-se como:

- Limpeza Física: quando se garante a remoção de toda a sujidade visível da superfície;
- Limpeza Química: quando, para além da sujidade visível, se consegue eliminar também resíduos microscópicos que podem ser detectados pelo sabor ou cheiro/odor, não sendo visíveis ao olho humano;
- Limpeza Bacteriológica: eliminando as bactérias existentes por desinfecção.

O desenvolvimento de uma análise detalhada, clara e precisa do programa de procedimentos de limpeza e a sua aplicação rigorosa, às instalações e equipamentos deve ser a primeira condição para a gestão da higiene numa instalação de processamento de alimentos.

As estratégias de limpeza podem ser classificadas em quatro grupos: Limpeza manual, “Cleaning in Place” (CIP), Limpeza com jactos a alta pressão e Limpeza com espumas [7].

1.2.1 Sistemas CIP

A procura do aumento de produtividade e redução de custos com a higienização, possibilitou o desenvolvimento da higienização “Cleaning in Place” (CIP). A higienização CIP refere-se à circulação de soluções de limpeza ou de desinfecção através de máquinas ou outros equipamentos (p. ex. tanques, tubagens, linhas de pressão, etc.) em circuito fechado. Desta forma deixa de haver a necessidade de desmontagem do equipamento, cujas superfícies podem ser de difícil acesso. Os sistemas CIP baseiam-se no princípio de aplicação de um detergente ou solvente adequados garantindo uma temperatura adequada à higienização do equipamento.

Os **Sistemas Centralizados** são utilizados principalmente em pequenas instalações com linhas de comunicação relativamente curtas [8]. Água e soluções-detergente são bombeadas dos tanques de armazenamento numa instalação central para os vários circuitos CIP. Relativamente aos **Sistemas Descentralizados**, a instalação CIP é substituída por um número de unidades menores, localizadas perto dos vários grupos de equipamento de processo. O princípio de circulação de quantidades de soluções-detergente menores tem como vantagem a redução de consumos de água e de vapor. A reutilização ou a purga total da solução de limpeza final permite distinguir estes sistemas entre **Sistema de Reuso ou de Multiuso** e **Sistema de Uso Único** [8], respectivamente – Figura 1.2.

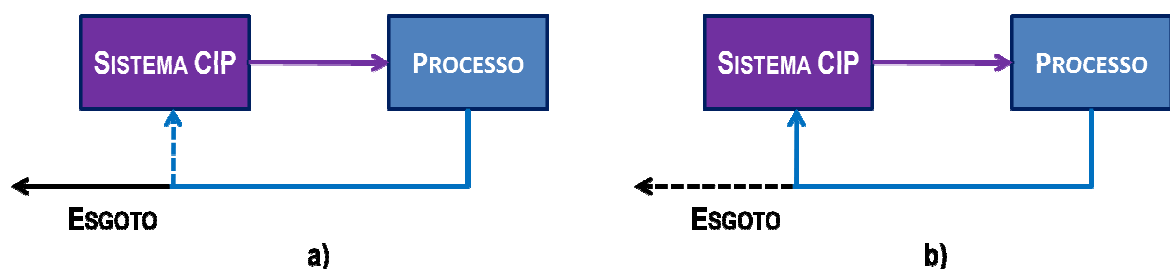


Figura 1.2 Conceito de: (a) Sistema de Uso Único e (b) Sistema de Reuso ou Multiuso (adaptado de [8])

Os **Programas CIP** a implementar são definidos de acordo com o tipo de circuito a ser limpo, podendo este conter superfícies aquecidas ou não. Podem ser distinguidos entre:

- Programas CIP para pasteurizadores e outros equipamentos com superfícies aquecidas;
- Programas CIP para sistemas de tubagens, tanques e outros equipamentos do processo sem superfícies aquecidas.

A principal diferença entre os CIP's a estes dois tipos de superfície é que na primeira, CIP a superfícies aquecidas, este deve ocorrer com um aditivo ácido para remover as proteínas e os sais incrustados. Este projecto incide, exclusivamente na análise de Programas CIP para equipamentos sem superfícies aquecidas: sistema de tubagens e enchedoras. O procedimento de higienização nestes sistemas é analisado na secção abaixo.

1.2.2 Procedimentos de Higienização

A eficiência do processo de higienização pode ser descrita de acordo com o modelo de *Sinner's* que descreve o processo ideal de limpeza como uma sinergia entre a **acção mecânica**, a **acção química / detergência**, a **temperatura** e o **tempo** para assegurar a remoção dos resíduos [9].

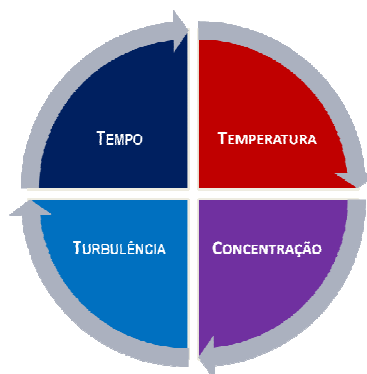


Figura 1.3 Círculo de Sinner

A acção química é alcançada pela acção das soluções-detergente utilizadas na higienização. Os agentes químicos actuam por meio de reacções químicas, coagulação de proteínas, oxidação e acção do pH. A alteração da concentração da solução química é a principal forma de aumentar ou diminuir os efeitos dos agentes químicos.

A acção da temperatura da solução-detergente relaciona-se com a cinética química. A temperatura acelera a velocidade das reacções químicas.

A acção mecânica pode ser obtida pela utilização de equipamentos auxiliares a limpeza, como por exemplo, a acção do escoamento e colisões entre o fluido e a sujidade. O escoamento de um fluido, através das tensões de corte, colabora para a remoção das incrustações e sujidades, e também para a homogeneidade da solução química.

Por fim, o tempo interfere no número de ligações rompidas com o processo de higienização, através de uma relação directamente proporcional.

Portanto, cada um dos factores desempenha um papel importante num ciclo de limpeza:

➤ **CONCENTRAÇÃO DE DETERGENTE [8, 10]**

A quantidade de detergente na solução deve ser ajustada à concentração correcta, antes do ciclo de limpeza se iniciar. Durante a limpeza a solução é diluída com a água de lavagem e resíduos do produto, sendo consequentemente necessário verificar a concentração de forma manual ou automática.

Em termos de dosagem, esta deve estar sempre de acordo com as instruções do detergente disponibilizadas pelo fornecedor, visto o aumento da concentração não melhorar necessariamente o efeito de limpeza (i.e. pode ter o efeito inverso devido à formação de espuma, etc.). Usar demasiado detergente torna um ciclo de limpeza simplesmente dispendioso.

➤ **TEMPERATURA [6, 8]**

A temperatura influencia a difusão, a transferência de massa e as características do fluido, e é adaptada ao agente de limpeza aplicado e ao tipo de sujidade, permitindo uma limpeza mais rápida e profunda.

➤ **EFEITO MECÂNICO [8, 10]**

Em limpezas mecanizadas de tubagens, de tanques e de outros equipamentos do processo, o efeito mecânico é fornecido pela velocidade de fluxo (tensão de corte). As bombas de alimentação de detergente, dimensionadas para capacidades mais elevadas do que as bombas do produto, devem fornecer velocidades de escoamento de 1,5 – 2,5 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ nas tubagens. A estas velocidades o caudal de líquido é turbulento conduzindo a um efeito de limpeza satisfatório nas superfícies do equipamento. Contudo, para outro tipo de equipamentos, as velocidades aplicadas dependem das características de funcionamento, específicas de cada um, e devem estar em consonância com as especificações dos fornecedores dos mesmos.

➤ **TEMPO DE CONTACTO [8]**

A duração da fase de limpeza com detergente deve ser cuidadosamente calculada, de forma a obter-se o efeito de limpeza óptimo. Ao mesmo tempo deve ter-se em consideração os custos de electricidade, aquecimento, água e trabalho.

O detergente deve circular o tempo suficiente de forma a abranger as seguintes fases:

- Difusão da limpeza química na camada de resíduos;
- Inchamento dos resíduos;
- Transferência de massa da camada de resíduos para o líquido;
- Suspensão e arraste dos resíduos.

É essencial actuar de forma específica, de acordo com a origem dos resíduos a remover. Para tal, existe uma grande variedade de detergentes utilizados nas indústrias, que determinam o tipo de limpeza química a aplicar. Estes podem ser classificados de acordo com as suas funções e aplicações [11]:

- **Detergentes Multi-purpose:** estes detergentes destinam-se principalmente para limpezas manuais, à pressão ou com espumas, de todos os tipos de superfícies externas e, em todas as áreas;
- **Detergentes alcalinos:** destinados à remoção de proteínas, gorduras e outros resíduos orgânicos fortemente aderidos às superfícies (p. ex. hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, etc.);

É prática comum, adicionar **aditivos químicos** à solução-detergente, como por exemplo, a soluções com hidróxido de sódio, para melhorar os atributos específicos da mesma. Idealmente, os atributos que um detergente deve ter, são:

- Poder Dispersante e de Suspensão, para suspender resíduos insolúveis e impedir a sua redeposição sobre superfícies limpas;
 - Poder Emulsificante, para manter as gorduras na solução de limpeza;
 - Poder Sequestrante, para combinar com os sais de cálcio e de magnésio de maneira a formar compostos solúveis em água e auxiliar a detergência;
 - Poder Molhante, para reduzir a tensão superficial e auxiliar na penetração dos resíduos;
 - Poder de Enxaguamento, de modo a obter uma capacidade de arraste completo, sem deixar quaisquer vestígios de resíduos ou de detergente nas superfícies.
- **Detergentes ácidos:** são utilizados para remover os resíduos minerais e outros, resistentes a detergentes neutros ou alcalinos (p. ex. ácido fosfórico, ácido nítrico, etc.).

Outro factor que influencia a higienização, é o **tipo de superfície** dos equipamentos que se pretendem higienizar, sendo de extrema importância as características da mesma. Os ciclos de limpeza podem incluir passos ácidos e/ou básicos, e a acção destes pode ser extremamente agressiva para as superfícies. Estas condicionantes exigem que as superfícies dos equipamentos sejam de aço inoxidável polido, **AISI 304** ou **AISI 316**. O polimento (acabamento) deve ser sanitário, que exige rugosidades menores que 0,8 µm na superfície dos equipamentos e menores que 1,6 µm nas soldaduras [6].

As operações de limpeza devem ser executadas estritamente de acordo com um procedimento desenvolvido, de forma a obter o grau de limpeza requerido.

Um **ciclo de limpeza** generalizado inclui as seguintes fases [7]:

- Pré-enxaguamento com água para remover a sujidade solta;
- Limpeza com detergente (alcalino ou ácido);
- Enxaguamento com água potável;
- Desinfecção por aquecimento ou com agentes químicos (opcional); Se este passo está incluído, o ciclo termina com um enxaguamento final.

Uma limpeza com detergente ácido e alcalino, higieniza o equipamento não só física e quimicamente, como até certo ponto, a nível microbiológico. O efeito de limpeza microbiológica pode ser melhorado por **desinfecção**,

eliminando os microrganismos presentes nos equipamentos. Os equipamentos podem ser desinfectados de duas formas:

- Desinfecção térmica (água a ferver, água quente, vapor de água);
- Desinfecção química (cloro, ácidos, peróxido de hidrogénio, etc.).

A eficácia dos desinfectantes depende essencialmente de seis factores: tempo de contacto, temperatura, concentração, pH, limpeza prévia e dureza da água [11]. Portanto, após a limpeza com detergente ou desinfectante, as superfícies devem ser lavadas com água, tempo suficiente para remoção total de vestígios. Após enxaguamento todas as partes do sistema devem ser eficientemente drenadas visto, qualquer vestígio químico remanescente no sistema, poder contaminar o produto. Destaca-se também, o uso preferencial de água suave no enxaguamento sendo que, águas duras (i.e. elevado teor de sais de cálcio e de magnésio) prejudicam a acção do detergente e consequentemente, o resultado de um ciclo de limpeza.

A verificação do efeito de um ciclo de limpeza, pode ser avaliada quanto à presença de resíduos (inspecção visual) e de químicos (p. ex. pH), a nível microbiológico (p. ex. contagem total de microrganismos e ausência de agentes nocivos à cerveja), e por monitorização do ciclo. Independentemente dos métodos utilizados, o objectivo é garantir uma higienização satisfatória [11].

A higienização é uma parte integral de todo o processo de produção de cerveja, sendo o seu custo um componente significativo do custo total de produção. Essa realidade, impulsiona o desenvolvimento dos processos de higienização no sentido da **optimização dos métodos**, não só por razões económicas como também quanto ao seu impacto ambiental. Portanto, tópicos como racionalização de água e de energia, reciclo e regeneração de soluções-detergente integram os objectivos da optimização. Para atingir resultados satisfatórios, é necessário conceber um método de limpeza eficiente, adequado às necessidades do processo global [12].

1.3 Organização da Tese

De forma a dar resposta a um conjunto de objectivos, estruturou-se o trabalho em seis partes fundamentais. O primeiro capítulo, **Introdução**, contempla os eixos condutores do estudo, desde a produção de cerveja até aos processos de higienização. No **Estado da Arte**, materializa-se a incursão efectuada, nos dados oriundos da investigação, acerca dos sistemas CIP. O capítulo de **Descrição Técnica e Apresentação dos Resultados**, contém a informação factual dos dados recolhidos, onde se procura interpretar os resultados à luz das evidências da investigação. As **Inovações para Além do Estado da Arte**, trata-se de um capítulo onde são apresentadas algumas alternativas, que concernem os processos de higienização nas unidades fabris de produção de cerveja.

Nas **Conclusões**, procura-se dar resposta aos objectivos de pesquisa e na **Avaliação do Trabalho Realizado**, são apresentadas as limitações do trabalho, propostas para futuros estudos e uma apreciação final do trabalho e estágio realizados.

2 Estado da Arte

A indústria dos lacticínios, foi pioneira na implementação de sistemas de CIP automatizados. As primeiras fábricas a adoptar estes sistemas de higienização começaram a operar em 1960, mas com um considerável número de equipamentos ainda a serem limpos manualmente [12]. Nessa década, o CIP foi reconhecido como a chave que abriria as portas para muitas outras mudanças na tecnologia de processamentos lácteos [12]. Durante esse período, os procedimentos de limpeza CIP foram aplicados extensivamente noutras indústrias, incluindo a **indústria cervejeira**. A adesão à implementação destes sistemas por parte das indústrias, conduziu à contínua investigação e desenvolvimento tecnológico de equipamentos de enchimento e de processo, susceptíveis a processos CIP, até aos dias de hoje.

Actualmente, em muitas indústrias alimentares, a sigla CIP não representa só um método de higienização mas uma decisão estratégica incorporada nas instalações das fábricas, e perto dos vários grupos de equipamento de processo das mesmas [12]. Podem-se distinguir 2 tipos de sistemas CIP, nomeadamente, **Sistemas Centralizados** constituídos por uma instalação CIP central e **Sistemas Descentralizados** constituídos por um número de unidades menores localizadas em pontos estratégicos na fábrica [8].

Os **Sistemas Descentralizados**, são uma alternativa atractiva para fábricas de dimensões consideráveis onde a distância entre a instalação de CIP e os circuitos CIP periféricos são extremamente longos. Estes, podem ainda ser subclassificados em **Sistemas de Multiuso**, **Sistemas de Reuso** e **Sistemas de Uso Único** [7, 13]. Esta classificação concerne a reutilização das soluções de limpeza utilizadas num ciclo de limpeza CIP, em subsequentes ciclos. Na Tabela 2.1, listam-se as principais vantagens e desvantagens destes dois últimos sistemas.

Num **Sistema de Uso Único**, as soluções são recirculadas através do sistema durante um único ciclo, sendo no final purgados para o esgoto. Uma extensa revisão deste tipo de sistema é feita por Palmowski (2005) [13]. Segundo Davis (1980) e Hamblin (1990), o conceito de uso único é baseado na hipótese da composição da solução-detergente poder ser optimizada para um certo circuito, podendo em alguns casos todavia, ser utilizada para pré-enxaguamento num programa de higienização subsequente. As desvantagens inerentes a este tipo de sistema, incitaram ao desenvolvimento tecnológico dos sistemas, conduzindo ao aparecimento de **Sistemas Multiuso**. Nestes sistemas as soluções CIP são recolhidas em tanques, podendo ser reutilizadas para pré-enxaguamentos em limpezas subsequentes. A presença residual de agentes de limpeza no pré-enxaguamento aumenta a eficiência do mesmo, reduzindo a quantidade de resíduos a remover no passo de limpeza por acção do detergente. As águas de enxaguamento recuperadas podem ser utilizadas para outros fins como, águas para lavagem de outras áreas externas ao sistema CIP. Estas características permitem obter poupanças consideráveis em termos de químicos, água e de energia [13].

Um **Sistema de Reuso**, permite a recuperação da solução de limpeza e a sua reutilização, em várias operações de limpeza subsequentes. Estes sistemas distinguem-se pelo tratamento da solução-detergente, prévio à sua reutilização. Este procedimento, permite a remoção de sólidos suspensos (SS) e a redução da carência química de oxigénio (CQO) principalmente na forma solúvel, prolongando assim a vida dos agentes químicos [7, 13]. Os tipos de tratamento frequentemente adoptados incluem:

- Separação gravítica (sedimentação e centrifugação);
- Métodos físico-químicos (coagulação/precipitação);
- Processos de separação por membranas;
- etc.

Na maioria das indústrias alimentar e de bebidas, os resíduos encontram-se principalmente sob a forma solúvel, implicando que tratamentos como separação gravítica ou coagulação não permitam a sua remoção eficientemente.

Tabela 2.1 Comparação entre Sistemas de Uso Único e de Reuso (Adaptado de [13])

CRITÉRIO	SISTEMA DE USO ÚNICO	SISTEMA DE REUSO
Espaço	Menor área	Maior área
Simplicidade	Equipamento e controlo simples	Equipamento e controlo complexos
Custos de Funcionamento	<ul style="list-style-type: none"> – Água: Maior; – Tratamento de resíduos: Maior; – Aquecimento: Maior; – Químicos: Maior. 	<ul style="list-style-type: none"> – Água: Menor; – Tratamento de resíduos: Menor; ⁽ⁱ⁾ – Aquecimento: Menor; – Químicos: Menor ⁽ⁱⁱ⁾.
Custos de Investimento	Menor	Maior
Tipo de Aplicações	<ul style="list-style-type: none"> – Áreas em que a contaminação cruzada é um elevado risco; – Instalações com vários processos e requerimentos CIP, a menos que, sejam utilizados vários tanques para recuperação de soluções com características diferentes; – Instalações com Sistemas CIP centralizados; – etc. 	<p>Recomendado para a maioria das aplicações, onde:</p> <ul style="list-style-type: none"> – O balanço de compostos químicos na solução de limpeza possa ser mantido; – A quantidade de resíduos eliminados durante cada ciclo de limpeza seja diminuta.

i: p. ex. calor recuperado de soluções-detergente, particularmente benéfico para passos CIP a quente

ii: se um sistema centralizado está instalado na unidade fabril, a concentração de produtos químicos deve atender aos requisitos das aplicações mais exigentes, e portanto, exceder os requisitos mínimos em algumas partes da unidade fabril. No entanto, de uma maneira geral, a quantidade de químicos será menor do que num sistema de uso único

Os **Sistemas Centralizados** são utilizados principalmente em pequenas instalações, com linhas de comunicação relativamente curtas [8]. Água e soluções-detergente são bombeadas dos tanques de armazenamento de uma instalação central para os vários circuitos CIP. Um sistema deste tipo é normalmente, altamente automatizado e está equipado com vários tanques para fornecer a capacidade necessária. Inerente a estes tipos de sistema, está o reuso das soluções-detergente [8].

Em termos comparativos, as vantagens e desvantagens dos sistemas de CIP descentralizados e centralizados, são:

Tabela 2.2 Comparação entre Sistemas de CIP, Descentralizado e Centralizado (Adaptado de [8, 14])

SISTEMA CIP	DESCENTRALIZADO	CENTRALIZADO
VANTAGENS	<ul style="list-style-type: none"> – Mais fácil de operar; – Optimização mais simples; – Modular: Adaptável às alterações das instalações (reconstrução ou ampliação); – Requisitos de espaço reduzido; – Custos operacionais mais reduzidos; – Segurança de falha mais elevada; – Eliminação de risco de contaminação cruzada. 	<ul style="list-style-type: none"> – Abastecimento de utilidades simplificado; – Armazenamento e manuseamento central dos produtos químicos potencialmente perigosos; – Recolha de efluentes, simplificado.
DESvantagens	<ul style="list-style-type: none"> – Abastecimento de utilidades^(a) mais complexo; – Manutenção mais dispendiosa; – Recolha de efluentes, mais complexo. 	<ul style="list-style-type: none"> – Custos operacionais mais elevados; – Optimização mais difícil; – Segurança de falha reduzida; – Risco de contaminação cruzada.

a: entenda-se por utilidades, recursos como água, vapor, ar comprimido e electricidade

Numa era em que a destruição de determinados recursos naturais constitui uma ameaça e em que o desenvolvimento sustentável é a palavra de ordem, a implantação de tecnologias mais limpas como processos de separação por membranas, representam soluções tecnológicas adequadas para a reciclagem e o tratamento das soluções CIP. Na Figura 2.1 apresentam-se ilustrados processos de separação por membrana, exemplos de filtração tangencial e cujos poros e características físicas definem a sua habilidade de separar espécies específicas da solução de limpeza.

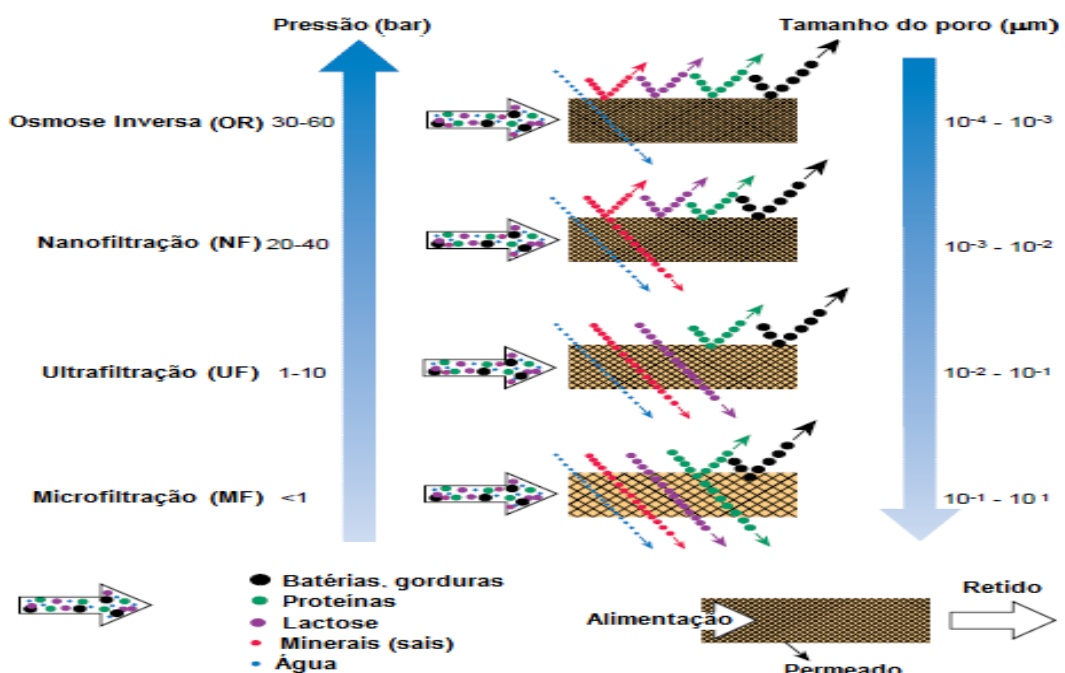


Figura 2.1 Princípios de separação por membranas (adaptado de [8])

Processos de separação por membranas, têm sido investigados com sucesso para a purificação e regeneração das soluções de limpeza, e particularmente para soluções cáusticas [15, 16]. Palmowski (2005) [13], realizou um estudo sobre o desempenho de membranas de MF, UF e NF, com o objectivo de comparar tecnologias de membranas na indústria dos lacticínios. Para isso, foram testadas soluções de ácido nítrico e de hidróxido de sódio, de diferentes áreas da fábrica. Os resultados mostram que a membrana de NF é a mais eficiente na remoção da CQO, para além de remover mais de 99 % dos SS, verificando-se só uma pequena colmatação da membrana. Esta membrana, é a única que permite a remoção da dureza das soluções, reduzindo a colmatação mineral na membrana (Novalic et al., 1998). A membrana de UF remove 99 % dos SS e clarifica a solução mas só remove uma pequena parte da CQO presente, verificando-se também a colmatação irreversível da membrana (Dresch et al., 1999). O desempenho da membrana de MF, revelou ser ineficiente para este tipo de aplicação. Neste tipo de processos, revela-se crucial a selecção do tipo de membrana a utilizar, considerando as características da solução de limpeza, como a composição e o tipo de resíduo presente na mesma.

A acção de limpeza de soluções alcalinas, regeneradas por processos de separação por membranas, tem sido alvo de estudo. De acordo com um estudo realizado por Merin et al. (2002) [17], utilizando membranas de UF colmatadas com componentes do leite, foi demonstrado que soluções CIP (reutilizadas) permeadas por MF e por NF, alcançam uma eficiência de limpeza superior à de soluções recentemente preparadas. A cinética da limpeza foi avaliada, mostrando que o efeito de limpeza mais rápido destas soluções deve-se tanto à baixa tensão superficial (γ) como à ausência de sólidos em suspensão. Com o objectivo de avaliar as respectivas contribuições da γ e dos SS para a funcionalidade da limpeza, e em particular para a cinética de limpeza, Alvarez et al. (2007) [18] realizou um estudo similar. Nos ensaios, foram utilizadas 4 soluções cáusticas diferentes: recém preparada (γ alta), reutilizada (γ baixa), com e sem preclarificação por NF e uma solução-detergente comercial recém preparada. Deste estudo concluiu que as soluções com uma γ baixa resultam numa cinética de limpeza muito mais rápida, e que a presença de SS é prejudicial para a mesma. Verificou, também, que para uma taxa de limpeza eficiente, valores de pH elevados e de baixa γ foram importantes.

Gésan-Guizoui et al. (2002) [15] realizou um estudo por simulação numérica de sistemas de limpeza CIP integrados com uma operação de regeneração (MF, UF, NF ou centrifugação). Demonstrou que é possível controlar a solução de limpeza de uma forma qualitativa e quantitativa, mantendo fixos os valores de SS, de γ e de CQO. Os processos de filtração demonstraram ser mais eficientes e menos dispendiosos em comparação com a centrifugação. Para soluções com valores de CQO mais elevados, a membrana de UF deve ser seleccionada.

No tempo presente, a escolha de membranas para este tipo de aplicações ainda apresenta limitações quanto à tolerância aos valores de pH extremos das soluções de limpeza (alcalinidade ou acidez elevada) e temperaturas elevadas. Na tabela 2.3, apresentam-se algumas membranas disponíveis para a regeneração de soluções-detergente alcalinas, evidenciando de forma elucidativa as suas características, desempenho e custos estimados [13].

Tabela 2.3 Dados relativos a membranas utilizadas para regeneração de soluções CIP (adaptado de [13])

MEMBRANA	MATERIAL	TEMPO DE VIDA	RECUPERAÇÃO DA SOLUÇÃO DE LIMPEZA (%)	TEMPO DE VIDA DA SOLUÇÃO DE LIMPEZA	CUSTO
CERÂMICA MF/UF	Membrana inorgânica de alumina	+ 5 anos	60	2 semanas	Custo mais elevado mas tempo de vida superior: 1613 €/m ²
TUBULAR NF	Tubos poliméricos	2 anos	95	2,5 – 4 meses	Médio custo: 461 €/m ²
ESPIRAL NF	Folhas Poliméricas	1 ano	95	2,5 – 4 meses	Baixo custo: 200 €/m ²

Owen et al. (1995) [19], realizou um estudo com o objectivo de determinar os factores mais significativos no custo total de sistemas de membranas, para o tratamento e purificação de água. Para tal, efectuou extensivos ensaios numa instalação-piloto, utilizando uma gama de membranas de MF e de UF. Dos resultados obtidos, concluiu que os factores que contribuem mais para o custo total são o custo da membrana, a frequência de substituição da membrana e a energia requerida para o processo. Demonstrou também, a importância de uma selecção adequada, tanto da membrana a utilizar como das melhores condições de funcionamento do sistema, exclusivas de cada aplicação.

Actualmente, o uso de membranas para estas aplicações ainda apresenta limitações, pelos elevados custos de investimento e operacionais associados. No entanto, pelas vantagens que apresentam, os processos de separação por membranas são considerados uma alternativa viável e atractiva, aos métodos convencionais de purificação e regeneração deste tipo de soluções.

3 Descrição Técnica e Discussão dos Resultados

A fábrica possui 3 unidades de CIP, para as várias linhas de enchimento, nomeadamente: Linha de enchimento 3; Linhas de enchimento 5 e 6; Linhas de enchimento de Barris TR e TP.

As linhas de enchimento têm como resíduos típicos: Incrustações; Matéria Orgânica e Flora Residual, sendo realizados ciclos de limpeza CIP quentes, aos circuitos e às enchedoras. A frequência das limpezas depende de factores como: plano de enchimento semanal, paragens para limpeza de outros equipamentos, etc. Na Tabela 3.1, é possível constatar a heterogeneidade da frequência de limpezas realizadas, nesse período de tempo.

Tabela 3.1 Registo de controlo de higienização das linhas de enchimento

Mês\ LINHA	Barril TP	Barril TR	3	5	6
Jan	8 SD	3 SD + 1 AC	4 SD	3 SD	3 SD
Fev	8 SD	3 SD + 2 AC	2 SD	3 SD	2 SD
Mar	8 SD	8 SD + 4 AC	2 SD	3 SD	6 SD
Abr	11 SD	5 SD + 2 AC	2 SD	4 SD	6 SD
Mai	10 SD	10 SD	3 SD	2 SD	3 SD

SD – Limpeza Alcalina; AC – Limpeza Ácida

Foram acompanhados diversos ciclos de limpeza das várias linhas de enchimento da Unicer, no decorrer do projecto. Devido à multiplicidade de parâmetros CIP a analisar numa linha e às limitações de desempenho dos ciclos de limpeza da linha 3, e linhas 5 e 6, foi decidido acompanhar mais aprofundadamente estas linhas.

3.1 Diagnóstico do Problema

3.1.1 Linha 3

As Figuras 3.1 e 3.2 representam, respectivamente, os esquemas do sistema de CIP instalado na cave da Linha 3 e da sua ligação à linha de enchimento entre a adega e as enchedoras.

Pelo acompanhamento do processo de enchimento, verificou-se que para finalizar o mesmo, procede-se à introdução de água desarejada na conduta de envio de cerveja. Deste modo, a cerveja presente na conduta é rejeitada, em perda total. Destaca-se o facto de este procedimento depender grandemente da experiência do operador visto, não estar automatizado. De acordo com as garrafas que se encontram na lavadora de garrafas e nos transportadores, o operador estima a cerveja necessária para o enchimento das mesmas e quando se deve iniciar a introdução de água desarejada.

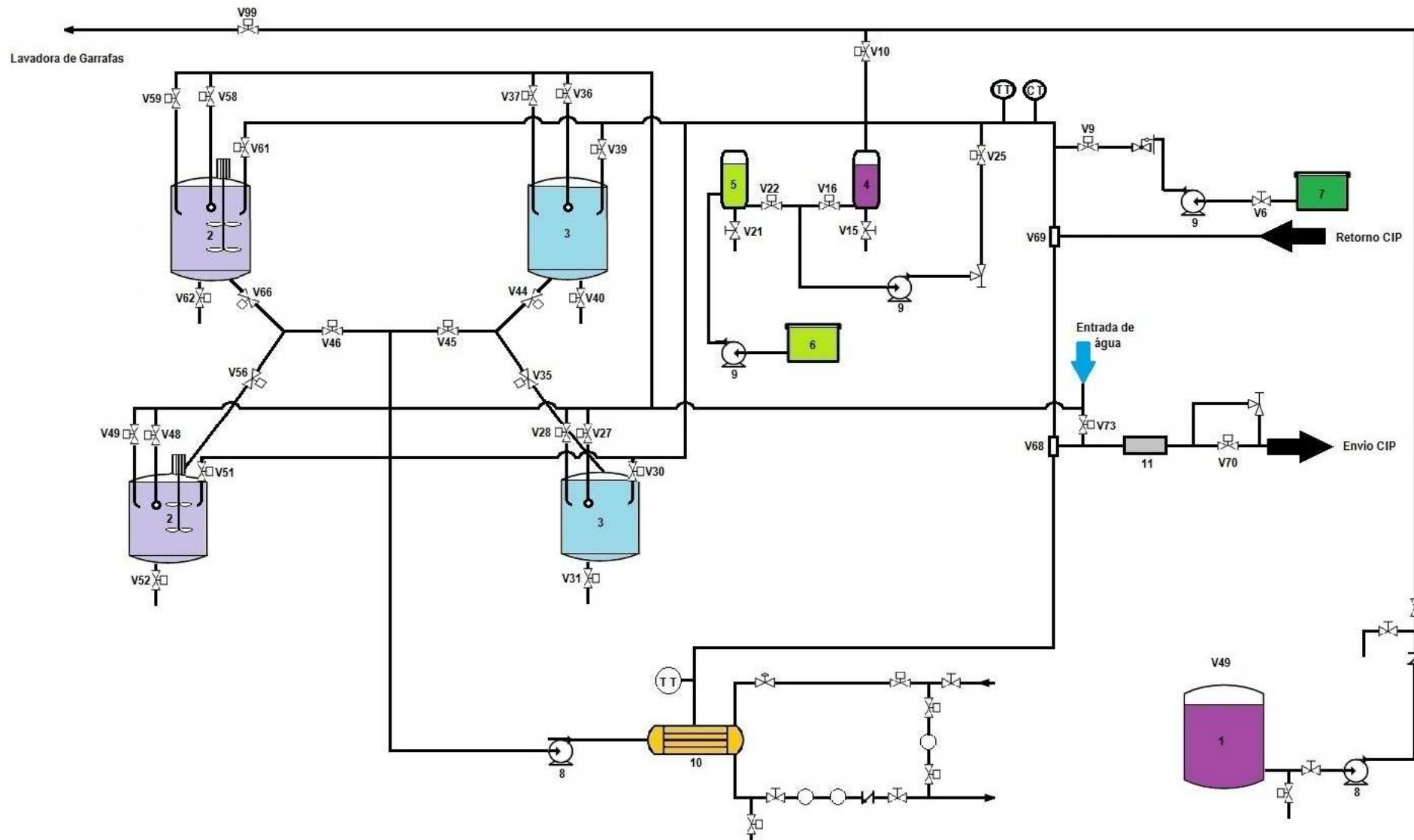


Figura 3.1 Esquema do sistema de CIP – Linha 3

(1 – Tanque de soda 50 %V/V; 2 – Tanques de detergente (7,5 m³ e 10 m³); 3 – Tanques de água (7,5 m³ e 10 m³); 4 – Tanque intermédio de soda 50 %V/V; 5 – Tanque intermédio de aditivo; 6 – Contentor de aditivo (1000 L); 7 – Contentor de ácido (1000 L); 8 – Bomba centrífuga; 9 – Bomba doseadora; 10 – Permutador de carcaça e tubos)

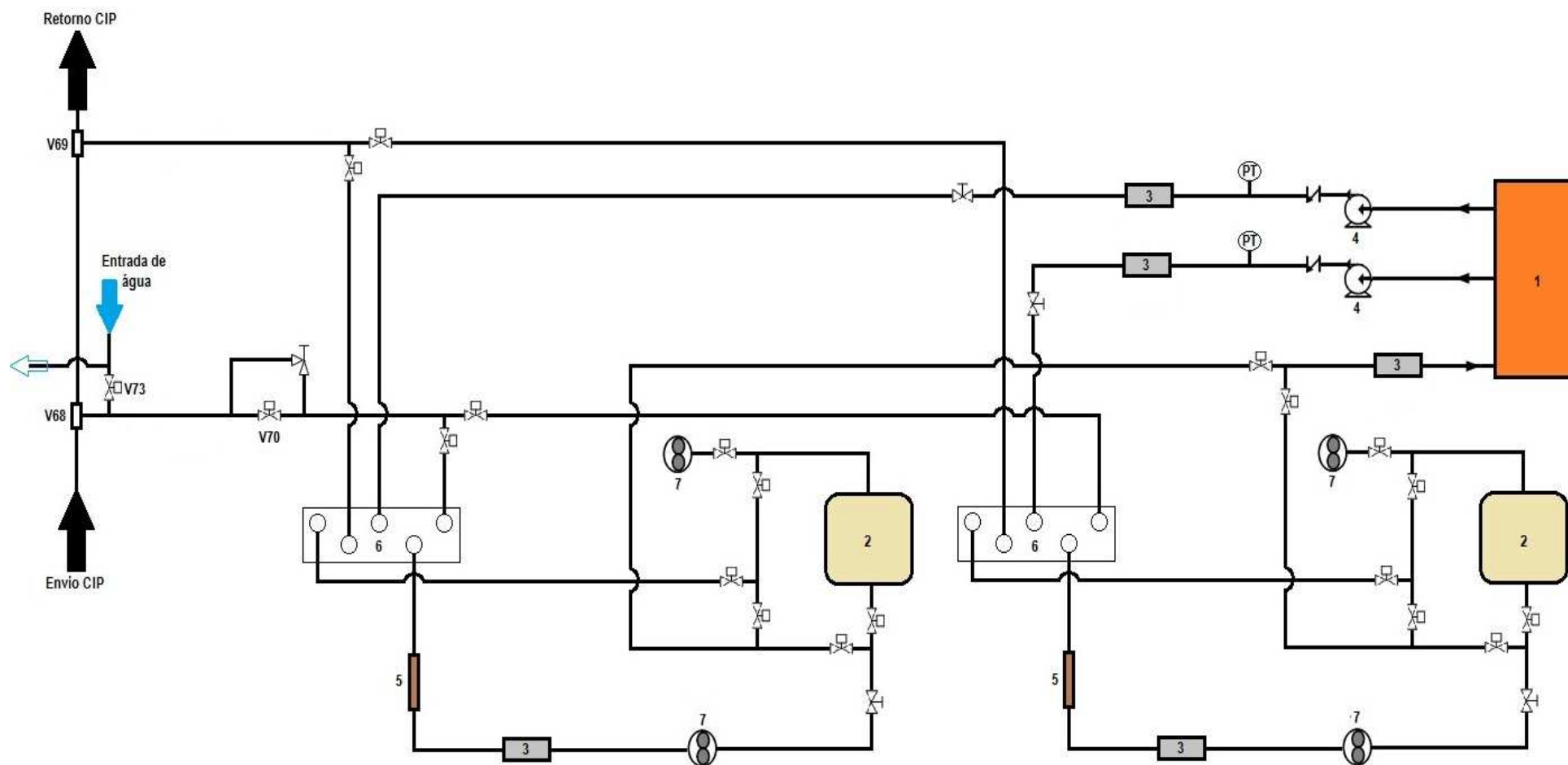


Figura 3.2 Esquema de ligação da linha de enchimento, desde a adega até ao sistema de CIP – Linha 3
 (1 – Adega; 2 – Enchedoras (1 e 2); 3 – Caudalímetro; 4 – Bomba centrífuga; 5 – Filtro GAF; 6 – Painel de grampos; 7 – Bomba de vácuo)

Realizado este procedimento, passa-se a descrever a metodologia de higienização das condutas e das enchedoras.

O programa automatizado de **preparação da solução-detergente**, é accionado pelo operador. Este, pode ser descrito pelos seguintes passos consecutivos:

- Reposição de nível dos tanques de soda;

A reposição de nível é realizada utilizando a água presente nos tanques de água, sendo essa água a recuperada do último CIP realizado.

- Aquecimento das soluções por recirculação em circuito fechado;

O aquecimento é realizado por um permutador, sendo controlado por um transmissor de temperatura/concentração (LMIT 08). O término deste passo dá-se quando a solução atinge o *set-point* da temperatura – Tabela 3.2. Pelo acompanhamento de preparações, verificou-se que o tempo de duração deste passo depende, principalmente, da temperatura inicial das soluções nos tanques. O permutador tem uma potência de 650 kW, sendo necessárias cerca de 2 h para aquecer 17,5 m³ de solução (assume-se uma capacidade calorífica da solução aproximadamente igual à da água).

- Reposição de concentração até atingir o *set-point* (Tabela 3.2), por recirculação em circuito fechado, controlada pelo transmissor de temperatura/concentração existente no sistema;

A soda e o aditivo são adicionados aos tanques de detergente através da acção de uma bomba doseadora, ligada aos tanques intermédios desses agentes químicos. Destaca-se o facto da adição de aditivo ser posterior à da soda, sendo o seu doseamento é realizado pela mesma bomba doseadora. Durante este passo, as soluções dos tanques de detergente são homogeneizadas pela acção de agitadores.

A instalação CIP possui dois tanques intermédios, sendo um para a soda cáustica e outro para o aditivo. Quando é necessário repor o nível no tanque intermédio da soda, esta é transferida de um tanque de soda concentrada através de uma mangueira, por acção de uma bomba centrífuga – Figura 3.1. A reposição de aditivo no tanque intermédio, é realizada por uma bomba doseadora ligada a um contentor de aditivo. Cada passo da preparação é executado em primeiro lugar, no tanque de 7,5 m³, e só depois no tanque de 10 m³.

Os *set-points* da temperatura e da concentração das soluções CIP, variam de acordo com o passo de limpeza a executar – Tabela 3.2. Estes valores foram estabelecidos pela Unicer em função dos valores aconselhados por empresas parceiras, fornecedoras dos agentes químicos e responsáveis pela instalação e manutenção de alguns equipamentos instalados nos sistemas de CIP da fábrica (p. ex. JohnsonDiversey e Ecolab).

Tabela 3.2 Valores de concentração e de temperatura adoptados para os passos de limpeza CIP – Linha 3

Limpeza de equipamentos (pressão baixa)	Passo CIP	C (% V/V)	T (°C)
Água	Enxaguamento	----	Ambiente
Aditivo à soda a 1,5 - 2,0% (Complex VB 13)	Alcalino	0,2	75
Soda 50 %V/V	Alcalino	1,5	75
P3-Horolith LF	Ácido	0,16	Ambiente
P3-Oxónia Activo	Desinfecção	2,0	Ambiente
Água	Esterilização	----	80

Findo o enchimento, os operadores devem executar os seguintes passos:

- Desligar o equipamento e purgar a cerveja que ficou na cuba (reservatório de cerveja na enchedora);
- Retirar o equipamento possível de desmontar (p. ex. “roda-dentada”);

A enchedora é um equipamento que apresenta superfícies não visíveis e cheias de contornos onde se acumulam resíduos. Por essa razão, torna-se indispensável a desmontagem de várias peças antes do primeiro enxaguamento.

- Realizar uma limpeza exterior da enchedora com jactos de água e remover o vidro depositado na enchedora (oriundo da quebra de garrafas durante o enchimento);
- Retirar as cápsulas acumuladas na tremonha (armazenadora de cápsulas), que sobram do enchimento.

Não se devem aproveitar as cápsulas depositadas na caleira e nos pistões de capsulagem porque ficam contaminados.

Posteriormente faz-se a aplicação de **Topax** (detergente *multi-purpose*), durante 10-15 min, na enchedora e em toda a área envolvente (incluindo transportadores de garrafas). No final, o Topax é removido por acção de jactos de água sob pressão. Os passos anteriormente descritos, podem ser considerados como um procedimento pré-CIP e devem ser sempre realizados antes de um CIP à enchedora.

Na linha 3 existe um painel de grampos para cada enchedora, que permite comutar entre fase de enchimento e CIP, à conduta de cerveja ou à enchedora – Figura 3.3. Assim, para se iniciar o CIP é necessário mudar a posição dos trombones do painel de grampos.



Figura 3.3 Painel de grampos da enchedora B, com trombones em posição de enchimento de cerveja – Linha 3

A figura 3.4, ilustra a posição dos trombones adoptada no painel de grampos, para a realização de CIP às condutas e às enchedoras.

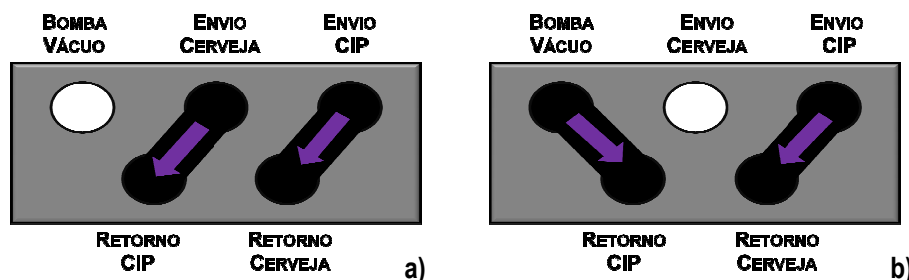


Figura 3.4 Posição dos trombones no painel de grampos da Linha 3: **a)** Posição de CIP às condutas; **b)** Posição de CIP à enchedora

Na linha 3, um ciclo de limpeza CIP é realizado em 4 equipamentos isoladamente:

- CIP às condutas A e B (2 passos em cada);
- CIP às enchedoras A e B (2 passos em cada);

Em primeiro lugar, realiza-se o **programa CIP** às condutas e posteriormente às enchedoras.

O **programa CIP** começa com um **passo alcalino** (em tudo idêntico aos outros, à excepção do tipo de agente químico e à temperatura) à conduta de uma das enchedoras. Antes de realizar este passo, deve-se informar a adega de que se vai realizar um CIP à linha, de forma a permitirem a passagem das soluções CIP, por mudança de posição de válvulas.

O envio da solução-detergente é realizado pela acção de uma bomba centrífuga. O trajecto da solução é realizado desde o sistema CIP, pela linha de envio de CIP até ao painel de grampos. Uma vez no painel de grampos, é comutada para a tubagem de retorno de cerveja e enviada à adega. Volta pela tubagem de envio de cerveja até ao painel de grampos e regressa ao sistema de CIP, pela tubagem de retorno CIP – ver Figuras 3.1 e 3.4. Durante o passo alcalino, o fluido presente nas condutas de envio e retorno de cerveja, é empurrado pela solução-detergente e recuperado para os tanques de água do sistema CIP, por leitura de concentração $\%(V/V)$ através de um transmissor. Este fluido é uma mistura de água desarejada, presente na conduta de envio de cerveja (fim de enchimento), e de água de enxaguamento do último CIP realizado, presente na tubagem de retorno de cerveja. Actualmente, a tubagem de retorno de cerveja só é utilizada para a circulação das soluções CIP.

De seguida, procede-se ao **passo de enxaguamento**. O trajecto é idêntico ao descrito anteriormente, utilizando-se água da rede proveniente de uma “picagem” da linha de água para a lavadora de garrafas. Ao realizar este passo, a solução-detergente é empurrada pela água e recuperada para os tanques de soda por leitura de concentração $\%(V/V)$. Repete-se o programa CIP para a outra conduta, após reposição de temperatura e concentração da solução-detergente.

Realizado o CIP a ambas as condutas, procede-se da mesma forma para as enchedoras. Começa-se por mudar a posição dos trombones do painel de grampos – Figura 3.4 b). Como o passo CIP a uma enchedora é realizado em

perda (sem falsas garrafas), no fim do passo alcalino é necessária uma nova preparação da solução-detergente, para a enchedora subsequente.

Terminado o ciclo de limpeza, a fase inicial de enchimento passa pela introdução de dióxido de carbono na conduta, durante 999 s. Esse passo permite o empurro da água de enxaguamento presente na mesma, sendo recuperada para os tanques de água do sistema CIP. De seguida, introduz-se água desarejada na conduta até o nível de oxigénio estar dentro dos limites. O limite de oxigénio é de 300 ppb sendo monitorizado por um sensor óptico de oxigénio para cerveja e água desarejada (Orbisphere 1100).

Durante o projecto foram acompanhados CIP's realizados à linha 3, tendo-se registado os seguintes tempos aos diferentes equipamentos – Tabela 3.3:

Tabela 3.3 Tempos registados para o programa de CIP às condutas e às enchedoras – Linha 3

Passo CIP	t /min
Preparação das soluções CIP	120
Detergente – Conduta A	40
Enxaguamento – Conduta A	40
Detergente – Conduta B	40
Enxaguamento – Conduta B	40
Detergente – Enchedora A	30
Enxaguamento – Enchedora A	15
Preparação intermédia das soluções CIP	50
Detergente – Enchedora B	30
Enxaguamento – Enchedora B	15

Durante o acompanhamento de CIP's, verificou-se que em caso de anomalia (p. ex. defeito de válvula, caudal deficiente, etc.) o programa não é automaticamente interrompido. É necessária atenção total por parte do operador no decorrer do programa. O programa está estabelecido em termos de tempo, limitando a acção da limpeza perante a ocorrência de algum problema (p. ex. esquecimento por parte do operador de aviso prévio à adega para o arranque de CIP, caudal deficiente, etc.). Quando o programa é interrompido por alguma razão, verificou-se que é necessário recomeçar o passo CIP. O programa não reconhece a etapa em que cessou.

Em prol da optimização dos factores que determinam o efeito de limpeza da higienização à linha de enchimento, procedeu-se à sua monitorização. A monitorização foi realizada através da leitura da concentração (%) e da temperatura das soluções, analisadas pelo transmissor na linha de retorno CIP, na cave – Figura 3.5. Esses valores foram registados para os CIP's às tubagens A e B, para $\Delta t = 60 \text{ min}$. Actualmente não se efectua a monitorização automática de CIP, portanto os registos foram manuais.

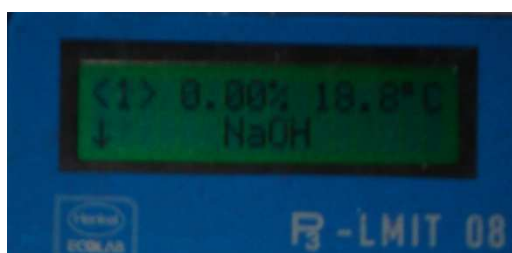


Figura 3.5 Visor do transmissor LMIT 08

Pela análise da Figura 3.6, verifica-se que ao fim de 37 min a solução-detergente chega ao sistema CIP. Analisando o passo alcalino no retorno ao sistema CIP, o aumento de temperatura registado é sinónimo de aproximação da interface entre a solução-detergente e a água, devido à transferência de calor que se verifica da solução alcalina para a água contida na conduta.

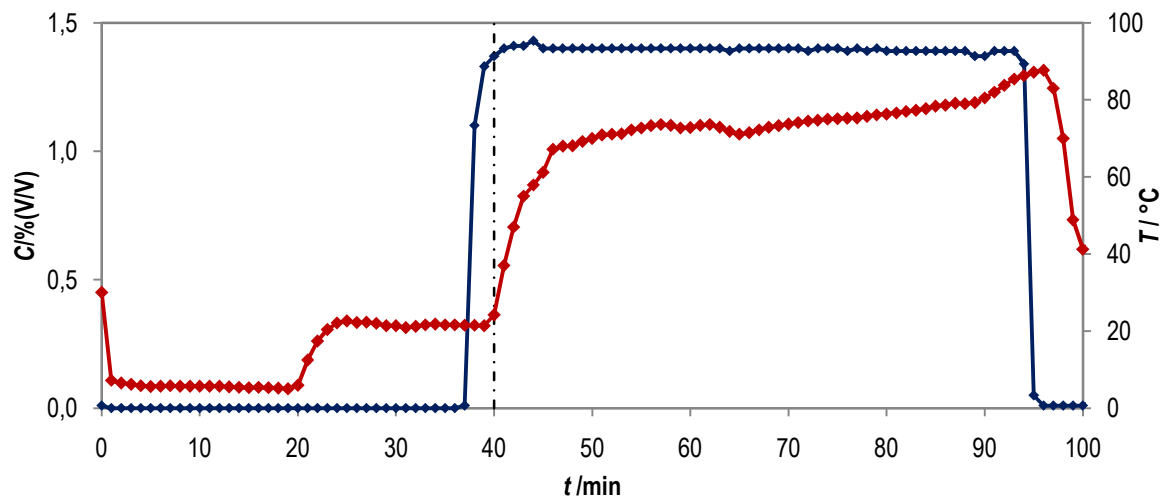


Figura 3.6 Monitorização da temperatura e da concentração da solução CIP à tubagem A – Linha 3
 (♦ - Temperatura; ◆ - Concentração da solução CIP; (- -) - Indicador de início de enxaguamento)

As tubagens de envio de cerveja e de retorno têm um diâmetro nominal de 100, sendo que para o CIP decorrer a uma velocidade de $1,5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ (valor mínimo de regime turbulento), o caudal da solução durante um CIP deveria ser na ordem dos $40 \text{ m}^3\cdot\text{h}^{-1}$. Durante o passo alcalino, o caudal médio registado foi de $21,9 \text{ m}^3\cdot\text{h}^{-1}$, o que revela ser insuficiente para uma higienização satisfatória. Pela monitorização deste passo verifica-se a formação de uma interface, entre a solução-detergente e a água, dos 37 min até ao fim do programa. Para um caudal médio de $21,9 \text{ m}^3\cdot\text{h}^{-1}$, estima-se que o volume de mistura resultante é de 1095 L.

O passo de enxaguamento ($\Delta t = 40 \text{ min}$), não foi suficiente para a rejeição total do detergente. Foi necessário realizar um novo enxaguamento ($\Delta t = 20 \text{ min}$), até se obter uma concentração (% V/V) próxima de zero, indicativa de ausência de detergente na tubagem. Verificou-se que, o enxaguamento à tubagem A, foi deficiente na sua acção.

De seguida realizou-se o CIP à tubagem B. Analisando o resultado da monitorização do mesmo - Figura 3.7, foi possível verificar um comportamento similar, ao CIP realizado à outra tubagem. Ao fim de 32 min de passo alcalino, a solução-detergente retorna ao sistema, devido a um caudal médio superior ao do CIP à tubagem A. Relativamente ao passo de enxaguamento, foi necessário realizar um segundo enxaguamento para garantir a rejeição total da soda presente na tubagem, não tendo sido monitorizado. Verifica-se que no final do passo de enxaguamento, a solução-detergente continua a retornar ao sistema, ao invés de água.

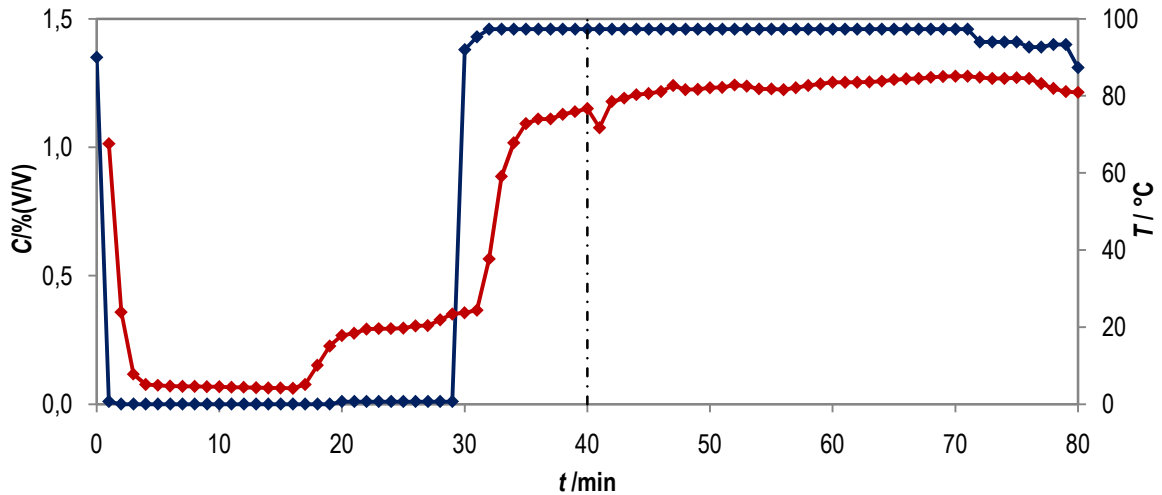


Figura 3.7 Monitorização da temperatura e da concentração da solução CIP à tubagem B – Linha 3
 (♦ - Temperatura; ◆ - Concentração da solução CIP; (- -) - Indicador de início de enxaguamento)

Paralelamente à monitorização anterior, registaram-se os valores de caudal de água à saída da adega, durante o passo de enxaguamento à tubagem B – Figura 3.8. No início da monitorização, verifica-se um pico correspondente à presença de solução-detergente da preparação prévia das soluções. Isto acontece porque não se purga com água, a solução presente na tubagem de recirculação do sistema CIP. Analisando a figura, verifica-se que o caudal varia entre os $19 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ e os $12 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$. A alimentação de água da rede à lavadora de garrafas e ao sistema CIP, é realizada pela mesma linha de água. Durante um enxaguamento à tubagem, quando a lavadora de garrafas necessita de água para o seu processo, resultam oscilações bruscas no caudal de água durante este passo.

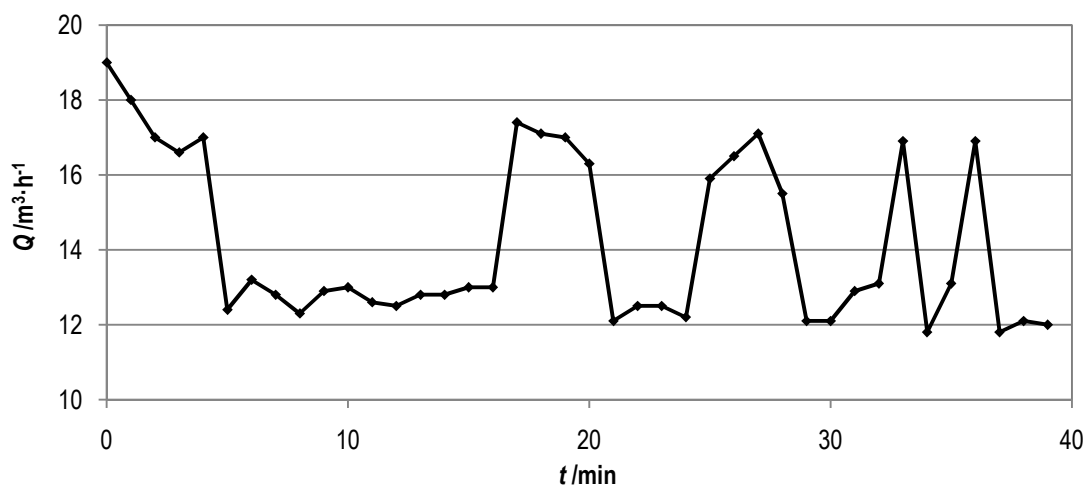


Figura 3.8 Monitorização do caudal volúmico no passo de enxaguamento à tubagem B – Linha 3

Esta dependência limita de forma acentuada o efeito de um enxaguamento, tornando-o ineficaz.

Em paralelo à monitorização dos CIP's e como complemento da análise da eficiência dos mesmos, foram retiradas amostras das soluções dos tanques do sistema CIP e de zonas consideradas críticas durante um CIP. Foram realizados testes microbiológicos às águas de enxaguamento, contidas nos tanques de água do sistema – Tabela

3.4. Estas águas ficam armazenadas nos mesmos, desde o último CIP realizado à linha até nova preparação das soluções. O controlo microbiológico, foi realizado através da incubação das amostras e quantificado em número de unidades formadoras de colónias (UFC).

Tabela 3.4 Número de UFC de amostras dos tanques de água da instalação de CIP – Linha 3

V AMOSTRA ml	UFC	
	Tanque Água (10 m ³)	Tanque Água (7,5 m ³)
0,1	≥ 300	≥ 300
1,0	≥ 300	≥ 300

Pelos valores obtidos, verifica-se que o tempo de intervalo entre utilizações permite um crescimento microbiológico considerável, tendo-se obtido um número de UFC incontável (≥ 300). Dessa forma, decidiu-se fazer a incubação de amostras dessas águas em condições de anaerobiose. Das amostras incubadas, resultou o crescimento de um número incontável de UFC. Estes resultados revelaram a presença de microrganismos nocivos à cerveja.

Foi avaliado o valor da concentração de soda das soluções presentes nos tanques de detergente do sistema CIP, após um ciclo de limpeza. Para tal, realizaram-se testes a amostras dos mesmos, revelando um decréscimo do valor total da soda – Tabela 3.5. Esse decréscimo pode derivar de uma diluição da solução, aquando da recuperação da solução-detergente para os tanques.

Tabela 3.5 Valores de concentração de soda dos tanques CIP – Linha 3

VOLUME	CONCENTRAÇÃO DE SODA, %V/V	
	Tanque Soda	Tanque Água
7,5 m ³	1,36	0,01 (Vestígios)
10 m ³	1,43	0

Foram realizados testes químicos e microbiológicos, às enchedoras e condutas após CIP. Esse controlo incidiu em zonas consideradas críticas. O controlo químico foi realizado com medidores de pH em “fita”, não tendo sido detectado vestígios de soda (Valor aceitável – pH <8) em nenhuma das zonas. O crescimento microbiológico da amostra do bico da enchedora A, pode resultar de contaminação na recolha da amostra – Tabela 3.6. Foram realizados controlos em todos os acompanhamentos de CIP, sendo este o único com crescimento microbiológico de amostras das enchedoras.

As amostras retiradas das bombas de vácuo, revelam acumulação de microrganismos nas mesmas. No entanto, não se trata de um factor de contaminação determinante pois neste equipamento, não há passagem de produto em fase de enchimento.

Tabela 3.6 Número de UFC de amostras recolhidas de regiões críticas das enchedoras A e B – Linha 3

EQUIPAMENTO	V _{AMOSTRA} (ml)	UFC		
		Bico da Enchedora	Trombones	Bomba de Vácuo
ENCHEDORA A	0,1	5	---	≥ 300
	1,0	127	---	≥ 300
ENCHEDORA B	0,1	---	3	≥ 300
	1,0	---	49	≥ 300

No sistema de CIP da linha 3, localizado na cave da mesma, foram detectadas não conformidades que podem afectar o processo de higienização. Podem destacar-se algumas falhas a nível de: isolamento, fugas em válvulas e tubagens, soldadura deficiente das tubagens – Figura 3.9.



Figura 3.9 Exemplos de não conformidades na instalação CIP – Linha 3

A instalação de CIP não contém contadores de volume, e o contador à entrada da enchedora apenas contabiliza o volume em fase de enchimento. Portanto, não existem registos dos volumes dos passos CIP, tanto em termos globais como a nível das enchedoras. Para ter uma noção aproximada das perdas ocorrentes durante um CIP às enchedoras, foram medidos os níveis dos tanques de detergente e de água, antes e depois de cada passo CIP à enchedora. De acordo com esses valores e as dimensões dos tanques, determinou-se o volume aproximado das perdas de água e de solução-detergente.

Por cada enchedora, perdem-se cerca de 3 m³ de água e 7 m³ de detergente. Em termos de perdas, durante um passo CIP às condutas, assumiu-se o volume correspondente à interface gerada entre a água e a solução detergente. Este valor corresponde a um volume de 1095 L. Quanto à reposição de soda nas soluções-detergente, assumiu-se que não ocorreu perda de actividade por parte das mesmas, implicando a reposição de soda, correspondente a 2 % em volume de água.

Para a Unicer de Leça de Balio, o custo da água é de 1,62 € / m³, o preço da soda cáustica (50 % V/V) é de 166,56 € / ton, e do aditivo é de 3094,33 € / m³. Tendo estes valores em conta, chegou-se a um valor aproximado de

consumos de água e de soda por CIP – Tabela 3.7. Não foram calculados os consumos de electricidade e de vapor. Foi determinado um custo total de 441,8 € / CIP, aproximado, quanto a consumos de água e de detergente.

Tabela 3.7 Consumos e custos de água e de detergente por CIP – Linha 3

	Volume (m ³)	Custo (€)
Água	49,2	79,7
Detergente Aditivado	0,70	362,1

3.1.2 Linha 5

Esta linha, de forma similar à linha 3, é constituída por 2 enchedoras. Relativamente à instalação do sistema de CIP, esta é composta por 2 tanques de 7 m³, com um volume útil de 5 m³ cada, sendo um para o detergente e outro para a água – **Anexo 1**. Este sistema é comum às linhas 5 e 6, encontrando-se esta última num piso superior ao sistema de CIP. Para tal, existe um painel de grampos que permite a permuta de realização de CIP entre as linhas. Esta linha permite executar, em simultâneo, um passo CIP à conduta e à enchedora. Ao invés de um painel de grampos, existe uma válvula *Mixproof*, que permite realizar esse passo em contínuo.

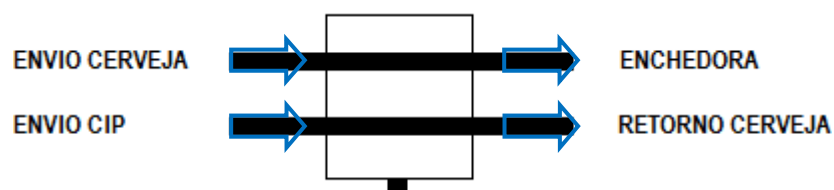


Figura 3.10 Sentido de fluxo através da válvula *Mixproof*

Durante o projecto foram acompanhados CIP's realizados à linha 5, tendo-se registado os tempos dos passos CIP, aos diferentes equipamentos – Tabela 3.8.

Em termos de acompanhamento do ciclo de limpeza, destaca-se a limitação do PLC (do inglês *Programmable Logic Controller*) do sistema de CIP da Linha 5, encontrar-se localizado na Linha 6. Isto traz grandes limitações em termos de acompanhamento por parte dos operadores. No tempo presente, verificou-se não ser possível realizar CIP ácido ao sistema, por necessidade de substituição da mangueira de ligação da bomba doseadora ao mesmo. A introdução de aditivo é realizada manualmente por parte do operador, visto não haver ligação directa ao sistema. Durante a preparação da solução no tanque de detergente, após o aquecimento e na etapa de reposição de concentração, detectou-se um decréscimo acentuado na temperatura ($T \approx 65 \text{ }^\circ\text{C}$). Isto deve-se ao facto do permutador não funcionar durante a introdução de soda no tanque. Ou seja, é necessário novo aquecimento até ao *set-point* estabelecido ($T = 80 \text{ }^\circ\text{C}$). A solução-detergente não é recirculada durante a reposição de concentração, resultando numa solução não-homogeneizada.

Tabela 3.8 Tempos registados para programa de CIP às condutas e às enchedoras – Linha 5

Passo CIP	t /min
Preparação da solução CIP	30
Detergente – Conduto/Enchedora A	30
Enxaguamento – Conduto/Enchedora A	15
Preparação intermédia das soluções CIP	25
Detergente – Conduto/Enchedora B	30
Enxaguamento – Conduto/Enchedora B	15

A monitorização do CIP às condutas A e B (incluindo as enchedoras), foi realizada por leitura da condutividade ($\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$) e da temperatura das soluções ($^{\circ}\text{C}$), analisadas pelo transmissor na linha de retorno CIP na instalação CIP, para $\Delta t = 1 \text{ min}$. A monitorização de CIP no PLC do sistema é automática, no entanto não foi possível retirar a informação registada. Dessa forma, o registo da monitorização foi manual.

Pela monitorização do passo alcalino à conduta A, verifica-se um pico de soda no retorno de CIP aos 10 min, que poderá advir de soda acumulada na linha de retorno ou da homogeneização deficiente da solução. A solução-detergente chega ao sistema de CIP após 27 min, podendo dever-se às oscilações de caudal, durante o CIP. O caudal não foi monitorizado.

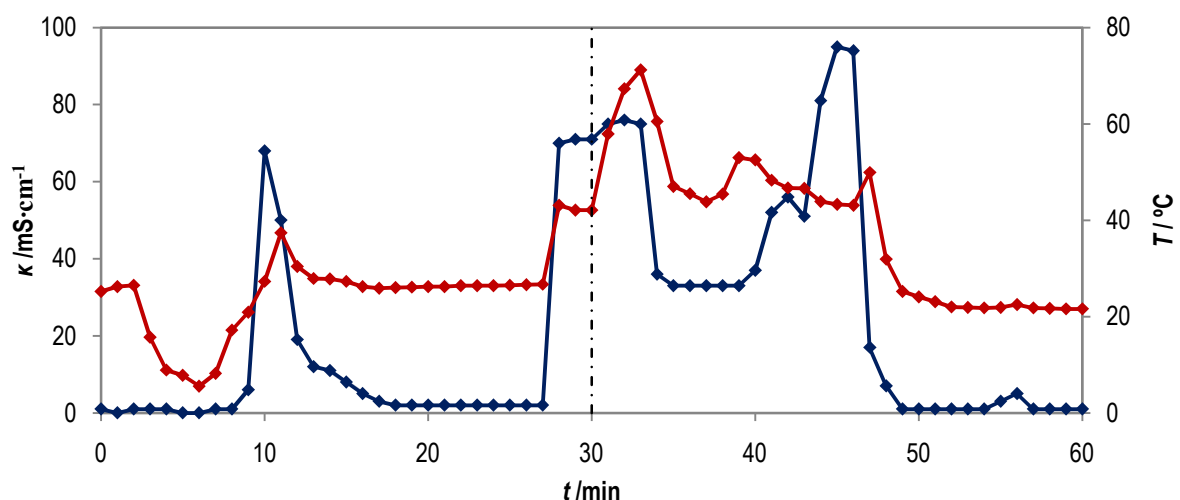


Figura 3.11 Monitorização da temperatura e da condutividade da solução CIP à tubagem A – Linha 5
 (♦ - Temperatura; ◆ - Condutividade da solução CIP; (- -) - Indicador de início de enxaguamento)

Foram detectadas diversas falhas de programação CIP. Aos 24 min e aos 30 min (fim do passo) do passo alcalino verificou-se a introdução de soda, seguindo-se a de água da rede no tanque de detergente. Deste facto, resultam consideráveis oscilações nos valores de condutividade e um decréscimo de temperatura da solução-detergente. O passo de enxaguamento subsequente, foi insuficiente para a remoção total do detergente presente. Dessa forma, foi realizado um segundo enxaguamento. O ciclo de limpeza revela-se ineficiente. Durante a monitorização, verificou-se que o tanque de água do sistema não está a ser utilizado, quer na preparação das soluções, quer na recuperação

de  gua de enxaguamento. Verificou-se tamb m que, a  gua dos passos de enxaguamento n o   recuperada durante um ciclo de limpeza CIP.

Pela monitoriza o do CIP   conduta B, verifica-se um comportamento similar ao da conduta A. A solu o-detergente chega ao sistema de CIP ap s 7 min. Relativamente aos valores de caudal durante o CIP, verificaram-se oscila es entre os $17 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ e os $30 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$.

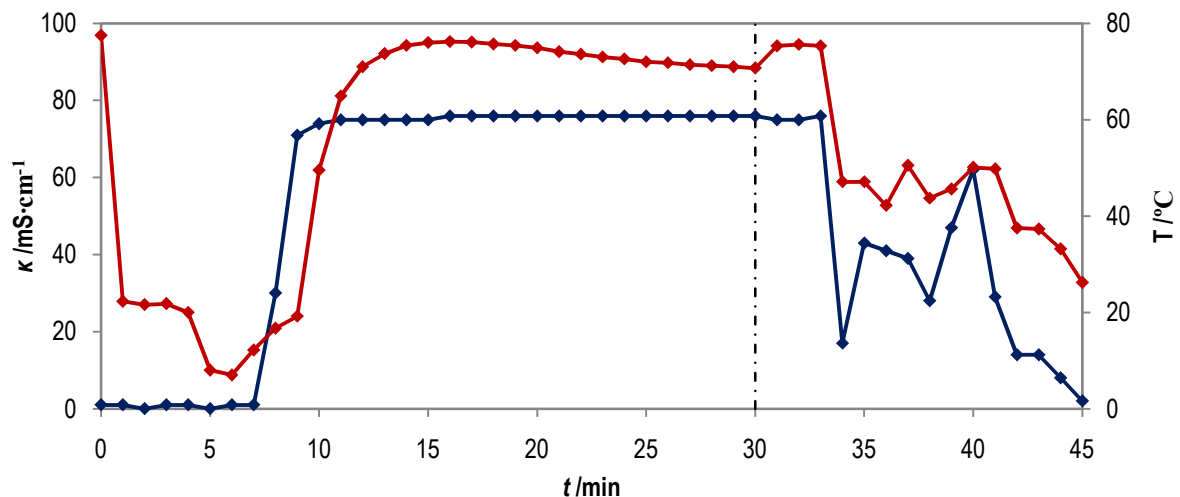


Figura 3.12 Monitoriza o da temperatura e da condutividade da solu o CIP   tubagem B – Linha 5
 (♦ - Temperatura; ◆ - Condutividade da solu o CIP; (---) - Indicador de in cio de enxaguamento)

Foram realizados testes qu micos e microbiol gicos,  s enchedoras e condutas ap s CIP. Do controlo qu mico realizado, n o foram detectados vest gios de soda em nenhuma das zonas. Quanto ao controlo microbiol gico, n o houve crescimento microbiol gico das amostras retiradas. Foram tamb m, incubadas amostras retiradas dos tanques do sistema CIP, resultando num n mero incont vel de UFC's (≥ 300).

De acordo com um levantamento da linha de enchimento, o percurso total das solu es CIP, incluindo o percurso at    adega e retorno CIP, representa um volume total aproximado de $3,3 \text{ m}^3$. Como o tanque de detergente tem um volume de 5 m^3 e as perdas na enchedora s o consider veis durante um passo CIP, o volume de solu o-detergente dispon vel para a execu o de um passo alcalino, revela-se insuficiente. A introdu o de soda e  gua da rede durante o passo alcalino, poder  dever-se ao volume insuficiente de solu o para a realiza o do mesmo.

3.2 Propostas de Altera o

3.2.1 Linha 3

Os passos pr -CIP, de limpeza exterior   enchedora devem ser sempre executados, antes de se realizar o CIP   mesma. Dessa forma, evita-se o perigo de contamina o de res duos de desinfectante nos componentes da enchedora, que podem representar um perigo de contamina o de produto. Um outro aspecto muito importante a considerar relativamente   higieniza o deste equipamento. Os bicos, como elementos fundamentais para o

enchimento, quando substituídos devem ser armazenados asépticamente, após esterilização. Para tal, propõe-se que o procedimento seja:

- Limpeza e Esterilização;
- Manuseamento asséptico dos bicos, por parte do operador (evitar o contágio do equipamento por descuido do operador;
- Armazenamento dos bicos em caixa própria, após desinfecção com solução de oxónia (2 %).

Este procedimento deverá ser aplicado a todas as linhas de enchimento de garrafas. De uma forma global, é essencial sensibilizar e educar os operadores, para os perigos de contaminação resultantes de acções dos mesmos.

Foi proposta e aceite, a alteração do *set-point* do passo alcalino para 2 % (V/V), ou seja, 85 mS·cm⁻¹ – Tabela 3.9. Estes valores foram estabelecidos pela Unicer em função dos valores aconselhados por empresas parceiras, fornecedoras dos agentes químicos e responsáveis pela instalação e manutenção de alguns equipamentos instalados nos sistemas de CIP da fábrica (p. ex. JohnsonDiversey e Ecolab).

Tabela 3.9 Valores de concentração e de temperatura adoptados para os passos de limpeza CIP - Linha 3

Limpeza de equipamentos (pressão baixa)	Passo CIP	C (% V/V)	T (°C)
Água	Enxaguamento	---	Ambiente
Aditivo à soda a 1,5 -2,0% (Complex VB 13)	Alcalino	0,2	80
Soda 50 %V/V	Alcalino	2,0	80
P3-Horolith LF	Ácido	0,16	Ambiente
P3-Oxónia Activo	Desinfecção	2,0	40
Água	Esterilização	---	80

O programa de preparação das soluções-detergente foi alvo das seguintes alterações, após aceitação da proposta – Anexo 3:

- Preparação para CIP alcalino/ácido
 - Reposição do nível dos tanques de detergente (TQ 3 / 4) com água no final de um ciclo de limpeza ;

O nível é repostado com a água recuperada dos enxaguamentos, nos tanques de água (TQ 1 / 2). Caso não seja atingido o nível máximo com essa água, repõe-se o nível com água da rede. Em caso de CIP alcalino, o programa inclui a adição de aditivo.

- Aquecimento da solução e adição de detergente até aos *set-points* estabelecidos;
- Solução preparada;
- Purga do detergente presente nas tubagens por introdução de água da rede (Abertura: V57, V65, V59, V49);
- Manter os agitadores em funcionamento até o programa de detergente CIP ser activado;

- Reposição de nível máximo no tanque de água da rede (TQ 5), realizada em simultâneo com os passos anteriores.
- Preparação para Esterilização
 - Reposição do nível dos tanques de detergente (TQ 1 / 2) com água da rede proveniente do TQ 5;
 - Aquecimento da água até ao *set-point* estabelecido;
 - Solução preparada;
 - Reposição de nível máximo no tanque de água da rede (TQ 5), após reposição do nível dos tanques de detergente (TQ 1 / 2) .
- Preparação para Desinfecção
 - Reposição do nível dos tanques de detergente (TQ 1 / 5) com água da rede proveniente do TQ 5;
 - Recirculação da solução até ao *set-point* estabelecido;
 - Solução preparada;
 - Reposição de nível máximo no tanque de água da rede (TQ 5), após reposição do nível dos tanques de detergente (TQ 1 / 2).

No que concerne às propostas de alterações físicas da instalação CIP podem enumerar-se a adopção das seguintes

– **Anexo 3:**

- Alteração da posição da válvula V11, assim como o tipo de válvula. A válvula substituta é do tipo *seat valve* de 3 vias (Figura A3.2), com accionamento pneumático para a abertura da mesma (1);
- Eliminação da picagem da água de rede e da válvula V73 (2);
- Instalação de um tanque-pulmão para introdução de água da rede – Figura A3.3. Esta substituição foi realizada com o intuito de, eliminar as oscilações de caudal durante os enxaguamentos e evitar interrupção do passo de enxaguamento por falha de água da rede. Permite também a eliminação da soda presente, após CIP alcalino, no troço de tubagem do sistema CIP, desde a válvula V11 até às válvulas, V57 e V65;
- Picagem da tubagem de soda para o sistema CIP (3), com duplicação da válvula de controlo de adição de soda V16 e adição de um contador volumétrico (PD 340), por substituição do tanque intermédio de soda.

Para além destas alterações, foi instalado um painel na cave (Anexo 3), perto da instalação CIP de forma a facilitar o controlo do processo de higienização. O tanque intermédio de aditivo também foi eliminado (Figura A3.1), tendo-se disposto em paralelo os contentores de ácido (P3-horolith V) e de aditivo (Complex VB13), e de aditivo (P3-stabilon SF) para a lavadora – Figura 3.13.

Finalizadas as alterações físicas da instalação CIP, as introduções de soda e de aditivo no sistema passaram a ser executadas simultaneamente. O visor do transmissor **LMIT 08**, foi alterado de forma a dispor os valores de soda em termos de condutividade ($\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$). O passo de reposição de concentração da solução alcalina manteve-se inalterado. Assim, a adição de soda era realizada por uma primeira introdução, durante 60 s, e caso a condutividade avaliada apresentasse um erro de valor $<20 \text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$, a soda passaria a ser introduzida durante 15 s. Entre cada

introdução de soda no sistema, realizava-se um intervalo de 60 s para homogeneização da solução, por acção do agitador do tanque.



Figura 3.13 Disposição actualizada dos contentores de aditivo e de ácido – Linha 3

A não alteração deste passo quanto à adição de soda resultou em erros de doseamento consideráveis. Anteriormente, a soda era introduzida usando uma bomba doseadora. Com a alteração, esta passou a ser adicionada através de uma tubagem de ligação, da linha de envio de soda (lavadora de garrafas) ao sistema de CIP. Com isto e por introdução de um contador volúmico, verificou-se que o caudal médio de soda passou a ser de $5,5 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$. Dessa forma, a introdução de soda durante 60 s representa um volume de 91,6 L, sendo que para a reposição de concentração inicial, são apenas necessários 69,4 L de soda. Isto revela um erro de 31,4 %, por excesso. Para solucionar este problema, monitorizou-se a preparação e testaram-se os tempos de introdução de soda, com a ajuda de um técnico de programação. De acordo com os resultados obtidos, o programa de preparação da solução-detergente é, no tempo presente, composto pelos seguintes passos:

- Reposição inicial de soda, durante 15 s;
- Reposição de soda durante 10 s, para leituras de condutividade subsequentes com um erro associado $<20 \text{ mS} \cdot \text{cm}^{-1}$;
- Intervalos para homogeneização da solução-detergente, com duração de 120 s.

A proposta a seguir apresentada, tem como objectivo melhorar o doseamento do aditivo na preparação da solução-detergente. Actualmente, o aditivo é adicionado ao mesmo tempo que a reposição de soda. A soda é adicionada através de uma tubagem de ligação ao sistema, cujo caudal é variável. Por essa razão, o doseamento de aditivo deveria ser controlado em termos de volume de soda introduzido, e não por tempo. Nesse sentido, propõe-se a instalação de um contador volumétrico com saída por impulsos, para uma dosagem correcta de aditivo. À medida que a soda passa no contador, são transmitidos impulsos à bomba doseadora, que introduzirá o aditivo. Através do dispositivo de regulação do contador, é possível fazer uma dosagem de aditivo proporcional à introdução de soda. Para a realização de uma desinfecção, utiliza-se um desinfectante a 2% (V/V) – P3 Oxónia Active. Idealmente, o desinfectante deveria ser introduzido no sistema através de uma bomba doseadora, ou em linha. Como nas linhas de enchimento de garrafas a desinfecção não se realiza com frequência, estas opções não são uma hipótese para a empresa, sendo executada de forma manual. Numa desinfecção, a concentração de oxónia em solução deve ser de

2 % (V/V), correspondendo a um volume de 350 L de desinfetante, para um volume de 17,5 m³. Visto a oxónia ser recebida em bidões (20 kg ≈ 18,35 L), um volume de 350 L corresponde à adição de ≈ 19 bidões de desinfetante. Para o passo intermédio de preparação de desinfecção à conduta seguinte, considerou-se a perda de 1095 L pela interface gerada entre o desinfetante e a água. Para esse volume, a quantidade de desinfetante a adicionar é de ≈ 1,2 bidões. Para o cálculo da quantidade de desinfetante necessária na preparação da solução, na desinfecção à enchedora subsequente, assumiu-se a mesma reposição de volume que ocorre durante o passo alcalino. Dessa forma, para uma perda de 7 m³ de solução, a quantidade de desinfetante a adicionar é ≈ 7,5 bidões de desinfetante.

3.2.2 Linha 5

Com os problemas detectados a nível de desempenho do programa CIP, propõe-se a eliminação dos passos de introdução de soda e água da rede no tanque de detergente do sistema. Para tal, é necessário um acompanhamento pormenorizado dos ciclos de limpeza. É essencial, confirmar as perdas de solução que ocorrem na enchedora durante um CIP. Seria adequado instalar um caudalímetro no retorno de CIP, de forma a controlar e contabilizar os consumos, dos passos dos ciclos de limpeza. Outro requisito essencial, para um melhor controlo, trata-se da instalação de um caudalímetro à saída da bomba de CIP. Garantindo que existe um tanque com volume suficiente para executar o passo alcalino, poder-se-á recuperar a água dos enxaguamentos para o tanque de água, conferindo ao último utilidade na reposição do nível do tanque detergente, evitando a purga total da água.

Relativamente ao programa de preparação da solução-detergente, sugere-se a execução simultânea dos passos de reposição de concentração e de temperatura, com recirculação da solução no sistema. Esta alteração permitirá reduzir o tempo total da preparação e eliminará os problemas diagnosticados nestes dois passos. Após o término da preparação da solução-detergente, propõe-se que o agitador do tanque esteja em funcionamento, até activação do passo alcalino, por parte do operador. Propõe-se a substituição da mangueira de ligação, da bomba doseadora de ácido para o sistema de CIP, de forma a realizar o CIP ácido na Linha 5. É muito importante, a instalação de uma bomba doseadora de aditivo com ligação ao sistema de CIP, de modo a controlar a sua adição e reduzir os riscos de acidente dos operadores, pela eliminação da introdução manual do aditivo.

Numa desinfecção, para a preparação de um tanque de 5000 L, são necessários 100 L de desinfetante. Este volume corresponde a ≈ 5,5 bidões de desinfetante, que deverão ser adicionados. No entanto, para o passo intermédio de preparação para desinfecção à conduta seguinte, é necessário saber o volume perdido durante a desinfecção a cada conduta/enchedora, de forma a informar os operadores que quantidades de oxónia devem adicionar. Daí, a importância dos contadores de volume. Neste momento, a desinfecção é preparada no tanque de água da instalação, que não tem agitador. Dessa forma, propõe-se a recirculação da solução desinfetante no sistema CIP após adição do desinfetante, de forma a homogeneizar a solução.

4 Inovações para além do estado da arte

4.1 Regeneração da Solução Alcalina por Ultrafiltração

Actualmente a realização de um processo CIP às enchedoras, por exemplo na Linha 3, corresponde a uma perda de, aproximadamente, 13 m³ de solução-detergente e de 8 m³ de água para enxaguamento, sendo o restante volume recirculado para os tanques do sistema CIP. O CIP às enchedoras, pode ser realizado com a adopção de um sistema de falsas garrafas aos bicos das mesmas, através de um programa específico. No entanto, nas linhas de enchimento de garrafa da fábrica não está a ser executado dessa forma. O volume recirculado é então armazenado nos tanques até à preparação das soluções do CIP seguinte, sendo esse tempo de paragem promotor do desenvolvimento de microrganismos, da CQO e resíduos sólidos, modificando a sua composição.

A recuperação e regeneração de soluções CIP têm impacto tanto a nível ecológico como de um ponto de vista económico, desde que garantam os padrões de higiene e segurança do processo. O intuito desta proposta centra-se na recuperação das soluções CIP, o que implica a utilização de falsas garrafas, e na regeneração das mesmas soluções recorrendo a um sistema de ultrafiltração, destinado à remoção da matéria orgânica presente, para obter-se uma melhoria significativa na qualidade das soluções [20].

Neste sentido, decidiu-se realizar uma série de ensaios preliminares numa unidade modular de ultrafiltração, de forma a analisar o seu desempenho e a viabilidade do uso tecnológico de membranas de UF, na regeneração deste tipo de soluções.

4.1.1 Ultrafiltração [21]

Uma membrana pode ser definida como uma barreira selectiva entre duas fases homogéneas, podendo restringir parcial ou totalmente, o transporte de um ou vários componentes presentes nas soluções. O transporte destas espécies pela membrana ocorre como resultado da acção de uma força directriz nos componentes na alimentação, podendo ser gradientes de pressão, concentração, potencial eléctrico ou de temperatura. Para além da força directriz, a própria membrana é um factor determinante na selectividade e no fluxo.

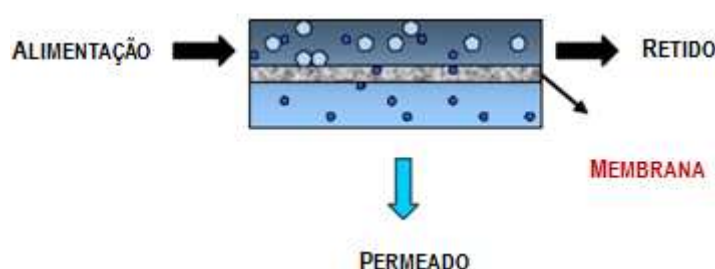


Figura 4.1 Representação esquemática de um processo de separação por membrana (adaptado de [21])

A Ultrafiltração (UF) é um processo de separação por membrana em que a solução flui paralelamente à membrana, cuja natureza se encontra entre a Microfiltração e a Nanofiltração. As membranas de UF são assimétricas porosas, normalmente poliméricas (p. ex. polisulfona, polipropileno, etc.) e naturalmente hidrofóbicas, apresentando tamanhos de poros na gama dos 1 nm - 0,05 µm, sendo tipicamente utilizadas na retenção de macromoléculas e colóides de soluções. Estas membranas podem ser consideradas membranas porosas, sendo a sua capacidade de rejeição determinada, principalmente, pelo tamanho e forma dos solutos. Isto deve-se ao tamanho dos poros na membrana, e também pelo facto do transporte do solvente ser directamente proporcional à pressão aplicada (1–10 bar), força directriz característica destes processos de membrana.

O fluxo de permeado representa o caudal (volúmico, mássico ou molar) de permeado por unidade de área da membrana, sendo determinado pela força directriz aplicada e pela resistência apresentada pela membrana (selectividade). O fluxo através de uma membrana de UF pode ser descrito pela lei de *Darcy*, sendo directamente proporcional à pressão aplicada [21]:

$$J_P = L_P \cdot \Delta P \quad (1)$$

em que J_P é o fluxo de permeado, L_P a permeabilidade da membrana e ΔP o gradiente de pressão.

A selectividade de uma membrana para uma dada espécie é expressa pelo coeficiente de retenção, R [20]:

$$R(\%) = \left(1 - \frac{C_P}{C_F}\right) \times 100 \quad (2)$$

em que C_F é a concentração na alimentação e C_P a concentração no permeado.

O declínio do desempenho de membranas de UF pode resultar de factores como polarização por concentração e colmatação da membrana, sendo que o último engloba processos de, adsorção, formação de camada de gel, bloqueio de poros, etc. A extensão destes fenómenos depende fortemente das interacções entre os solutos presentes na solução, entre a solução e a membrana, assim como das condições de alimentação.

4.1.2 Descrição Experimental *

A membrana de UF utilizada nos testes preliminares, foi seleccionada atendendo à sua compatibilidade química entre o material da membrana e as soluções de alimentação, apresentando as seguintes características:

Tabela 4.1 Características da membrana utilizada

Classe	Tipo	Gama de pH (25 °C)	Permabilidade (GFD/psi)	MWCO (kDa)
UF	Polisulfona	0,5 - 13	325/50	30

* Ensaio realizados na FEUP - LEPAE.

A nível laboratorial, foi utilizada uma unidade modular para execução dos ensaios com as soluções cáusticas, ilustrada na Figura 4.2. Este módulo tem como funções assegurar: um caudal de circulação do fluido a ser tratado para limitar o fenómeno de polarização de concentração; compacidade, maximizando a superfície por unidade de volume; isolamento entre os compartimentos de alimentação e de permeado. Previamente, testou-se a compatibilidade dos materiais da instalação com a solução alcalina a tratar, de forma a garantir, que o equipamento não seria danificado.

A unidade de filtração laboratorial, foi utilizada para conduzir os testes preliminares de ultrafiltração. Em termos de funcionamento da instalação, a solução cáustica armazenada no tanque de alimentação (1), de aproximadamente 3 L, foi bombeada pela acção de uma bomba centrífuga (2) para o módulo de membrana (3) com uma área de membrana efectiva de 155 cm². No início de cada teste, o módulo é pressurizado por uma bomba de óleo, de forma a evitar fugas durante a experiência.

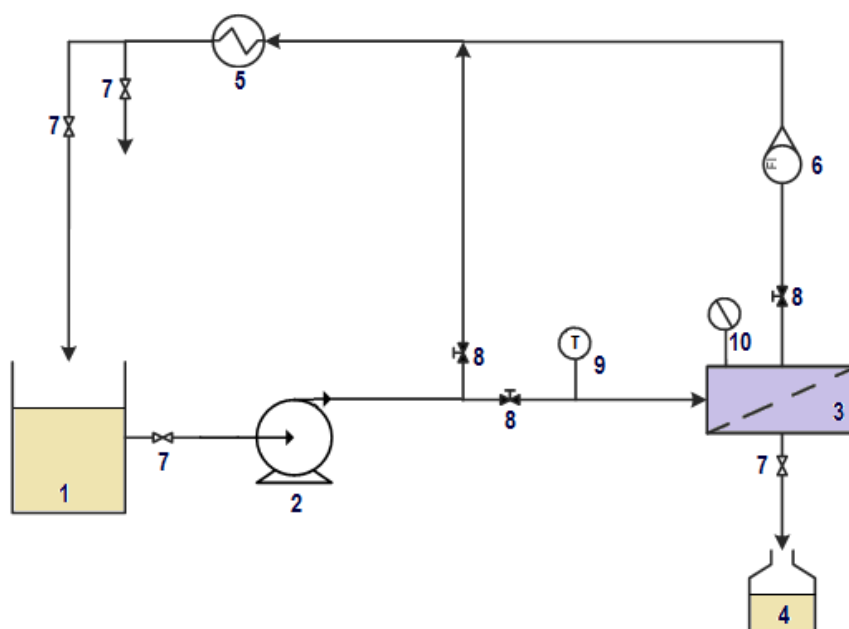


Figura 4.2 Esquema da instalação piloto de Ultrafiltração

(1 – Tanque de Alimentação; 2 – Bomba centrífuga; 3 – Módulo de membrana; 4 – Reservatório do Permeado; 5 – Permutador de Placas; 6 – Rotâmetro; 7 – Válvulas On/Off; 8 – Válvulas agulha; 9 – Sensor de Temperatura; 10 – Manómetro)

Uma fracção da corrente de alimentação é reciclada para o reservatório de alimentação, passando por um permutador de placas (5), que pela passagem de água permite manter a temperatura da solução constante. O retido também é reciclado para o tanque de alimentação passando pelo mesmo permutador, e o seu caudal medido por um rotâmetro (6). O permeado é recolhido num matraz (4) e o seu caudal medido utilizando uma proveta e um cronómetro. A pressão de alimentação, que é medida por um manómetro (10), e o caudal de retido são ajustados por válvulas agulha (8), sendo um sensor de temperatura (9) a medir a temperatura da alimentação.

4.1.3 Resultados e Discussão

Os testes foram realizados utilizando uma solução detergente de hidróxido de sódio aditivada, recirculada de volta ao tanque do sistema CIP da Linha 3, após um ciclo de limpeza alcalino. Selecionada a membrana a utilizar, realizaram-se os testes de modo a estudar o desempenho da membrana submetida a determinadas condições operatórias. Os ensaios foram conduzidos a 3 diferenças de pressão, a 2 temperaturas e a 3 caudais de alimentação diferentes. A Tabela 4.2, apresenta as condições operatórias dos testes e sumariza os resultados do desempenho da membrana em termos de fluxo de permeado total, de fluxo de permeado do detergente e do aditivo, bem como o desempenho em termos percentuais de rejeição dos mesmos.

Tabela 4.2 Condições operatórias e resultados dos testes realizados no sistema de UF

Ensaio	T (°C)	P _f (bar)	Q _f (L·min ⁻¹)	J _P × 10 ³ (g·cm ⁻² ·s ⁻¹)	J _{P,D} × 10 ⁵ (g·cm ⁻² ·s ⁻¹)	J _{P,A} × 10 ⁶ (g·cm ⁻² ·s ⁻¹)	R _D (%)	R _A (%)
1	25	3	4	1,44	7,2	5,2	8,1	0
2	25	4	4	1,85	7,4	6,4	9,4	20
3	25	5	4	2,08	8,3	7,2	10,2	20
4	45	5	4	2,95	14,8	10,5	7,3	0
5	45	5	5	2,42	12,1	8,5	8,1	0
6	45	5	6	2,23	11,2	7,9	8,3	0

T – Temperatura; P_f – Pressão da alimentação; Q_f – Caudal volúmico da alimentação; J_P – fluxo do permeado; R – coeficiente de retenção; D – detergente cáustico; A – aditivo

Os ensaios 1, 2 e 3 permitem analisar a influência da diferença de pressão. Pela análise da Figura 4.3, é possível constatar que o aumento da diferença de pressão, aumenta o fluxo de permeado das espécies em estudo, demonstrando este último um comportamento praticamente linear. Verifica-se que o detergente exibe um fluxo de permeado mais elevado em comparação com o do aditivo, que está em consonância com a concentração de ambos na solução de alimentação. Para condições de 3 a 5 bar, o aumento de fluxo de permeado de detergente e de aditivo foi de, 15 % e 38 %, respectivamente.

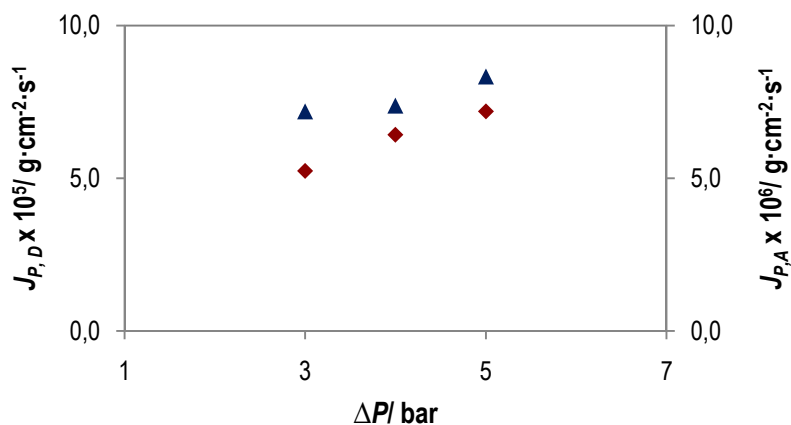


Figura 4.3 Fluxos de permeado de detergente e de aditivo em função da diferença de pressão, a 25 °C e a 4 L·min⁻¹ (♦ detergente, ▲ aditivo)

Em termos de rejeição, verifica-se que a rejeição do detergente aumenta cerca de 26 %, com o aumento da diferença de pressão, de 3 a 5 bar – Figura 4.4. No ensaio 1, a membrana não rejeita o aditivo e nos ensaios seguintes apresentou uma rejeição de 20 %. Estes resultados revelam uma baixa precisão no método de análise do aditivo. Dessa forma, a rejeição do aditivo nos testes realizados não podem ser avaliados quantitativamente.

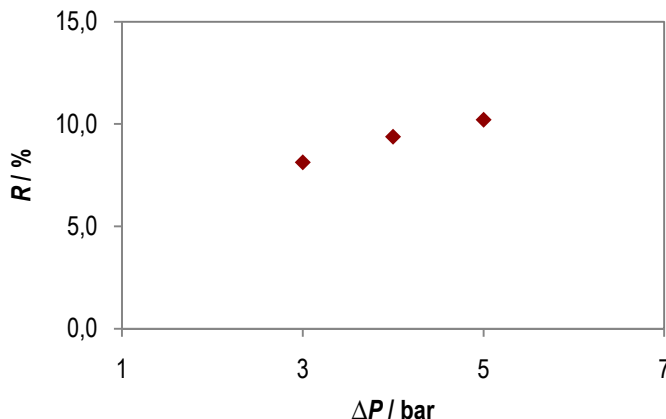


Figura 4.4 Retenção de detergente em função da diferença de pressão, a 25 °C e a 4 L·min⁻¹

Na Tabela 4.2, apresentam-se os resultados que permitem avaliar a influência da temperatura, testada nos ensaios 3 e 4, mantendo constantes os outros parâmetros. Constata-se que, a variação da temperatura de 25 °C a 45 °C, conduz a um acréscimo de 46 % do fluxo de permeado de detergente. No caso do aditivo, o comportamento é semelhante, ocorrendo um aumento de cerca de 16 % no seu valor de fluxo de permeado. Estes resultados, deverão estar relacionados com a diminuição da viscosidade resultante do aumento da temperatura, permitindo desta forma uma maior permeação. A diminuição da rejeição do detergente era esperada, visto o fluxo de permeado da espécie aumentar. De acordo com os resultados obtidos, valores de temperatura e de pressão mais elevados, permitiram obter fluxos de permeado superiores portanto, os testes seguintes foram conduzidos a 45 °C e a 5 bar.

Pela análise da Figura 4.5, pode-se verificar que o aumento de caudal de alimentação provoca um decréscimo de 24 % e de 25 %, nos fluxos de permeado de detergente e de aditivo, respectivamente. Estes resultados não eram esperados, sendo previsto haver um decréscimo nos fluxos de permeado para esta variação de caudal.

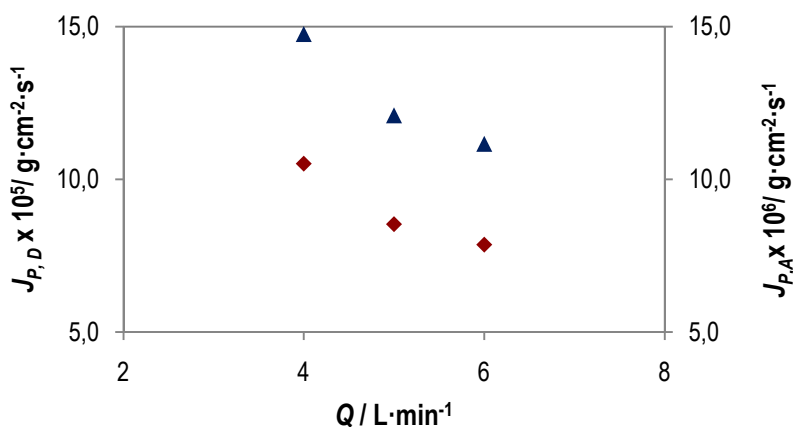


Figura 4.5 Fluxos de permeado detergente e aditivo em função da diferença de pressão a 45 °C e a 5 bar (♦ detergente, ▲ aditivo)

Relativamente aos valores de rejeição, constatou-se um aumento da rejeição do detergente com o aumento do caudal de alimentação, apesar do decréscimo do fluxo de permeado (Figura 4.6).

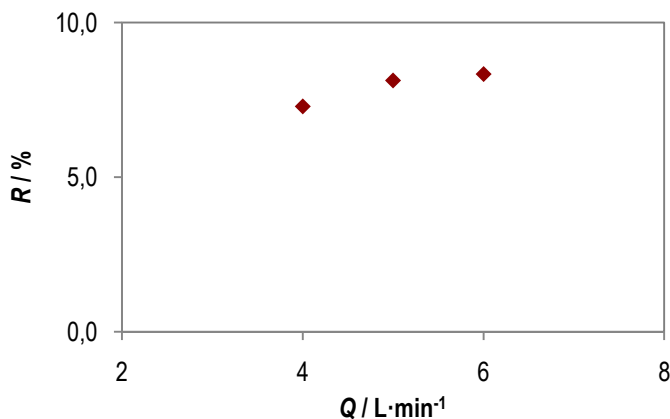


Figura 4.6 Retenção de detergente em função da diferença de pressão a 45 °C e a 5 bar

Estes resultados podem advir da formação de uma camada de gel por acumulação de moléculas, retidas na superfície da membrana. Nesse sentido, a polarização por concentração pode ter um impacto considerável no desempenho da membrana.

De forma a evitar este efeito negativo, podem-se utilizar [22, 23]:

- Pressões baixas de modo a evitar a compactação do gel na membrana;
- Velocidades de fluxo elevadas para o arraste dos depósitos da superfície da membrana;
- Pré-filtros para remoção de partículas maiores, que bloqueiam os poros e acumulam-se em zonas estagnantes do módulo;
- etc.

A fim de se estimar a capacidade de purificação da solução, utilizando este sistema de membranas de UF, foram realizadas análises de forma a quantificar a CQO presente no permeado e retido de 2 ensaios, realizados a temperaturas diferentes (**Ensaio 3 e 4**), à pressão de 5 bar e a um caudal de alimentação de 4 L·min⁻¹. Estas análises foram realizadas de acordo com o método descrito em apêndice – **Anexo 4**.

A análise de CQO, tem sido usada a fim de se estimar o teor de oxigénio equivalente de uma dada solução através do uso de um agente químico que oxida a matéria orgânica na amostra. O valor estimado para a CQO de uma determinada amostra, fornece uma boa ideia da quantidade de matéria orgânica existente, sendo tanto maior o seu poder poluente, quanto maior a CQO presente – Tabela 4.3.

Tabela 4.3 Valores normalizados de CQO para as amostras da alimentação e dos ensaios 3 e 4

	Alimentação	^a Permeado3	^b Retido3	^b Permeado4	^b Retido4
<i>CQO</i>	1	0,84	1,10	0,81	1,14

^a – Factor de diluição (1:10); ^b – Factor de diluição (1:5) ; **3,4** – Ensaio laboratoriais

Pela análise da tabela 4.4, verifica-se que a redução de CQO, obtida com a Eq. (3), foi de 19,2 % e de 15,9 %, para os ensaios conduzidos a 45 °C e a 25 °C, respectivamente.

$$Red_{CQO}(\%) = \left(1 - \frac{C_{P,O_2}}{C_{F,O_2}}\right) \times 100 \tag{3}$$

em que C_{P,O_2} é a concentração de oxigénio ($mg \cdot L^{-1}$) presente no permeado e C_{F,O_2} é a concentração de oxigénio ($mg \cdot L^{-1}$) presente na alimentação.

Tabela 4.4 Valores da redução da CQO para os ensaios 3 e 4

Ensaio	3	4
$Red_{CQO}(\%)$	15,9	19,2

O Ensaio 4, realizado a 5 bar, a uma temperatura de 45 °C e a um caudal de alimentação de $4 L \cdot min^{-1}$, apresenta os melhores resultados dos ensaios realizados. Permitiu obter um fluxo de permeado de $14,8 \times 10^{-5} g \cdot cm^{-2} \cdot s^{-1}$, uma retenção de detergente de 7,3 %, e uma redução da CQO de 19,2 %.

De uma forma global, de acordo com os resultados obtidos, verifica-se a necessidade de realizar uma análise mais pormenorizada do desempenho da membrana utilizando este tipo de soluções cáusticas. No entanto, um estudo mais complexo não é objectivo desta tese.

4.2 Pigging Systems

O termo **Pigging** refere-se à operação de forçar um “tampão” flexível, chamado de *pig*, através de uma tubagem de transferência de produto. A forma do pig maximiza a superfície de contacto e permite a sua circulação através de curvas de 90° (Figura 4.7). O *pig* é forçado através da tubagem usando ar comprimido, CO₂, azoto, água ou mesmo o próximo produto. O resíduo líquido contido na tubagem, que normalmente seria drenado para tratamento de efluentes ou para zonas de recolha, é empurrado pela acção do *pig* e forçado a entrar no depósito destinado.



Figura 4.7 Exemplos de pig utilizados nas Indústrias (adaptado de [24])

Um exemplo, é o *pig* comercializado pela empresa *Tuchenhagen* na Alemanha [25]. O *pig* em si, é feito a partir de um material inerte flexível, resistente ao desgaste e compatível com o produto e os produtos químicos de limpeza. As margens à esquerda e à direita do *pig*, estão equipadas com “raspadores” que entram em contacto com o diâmetro interior da tubagem da conduta, proporcionando uma eficiência máxima de raspagem. De forma a detectar a localização do *pig* ao longo da tubagem, este tem moldado um íman permanente no seu núcleo. Em ambas as extremidades do processo, a estação do sistema está prevista para o lançamento e recuperação do *pig*. O posto de lançamento tem uma entrada de ar e uma válvula de escape, situados atrás da posição estacionária normal. Além disso, o *pig* tem uma localização especial de limpeza, onde é mantido por quatro pinos. Depois de retirar o produto das tubagens, o fluido de limpeza do *pig* é introduzido e os pinos garantem uma distribuição turbulenta em torno do mesmo, eliminando possíveis zonas mortas. O sistema pode estar disponível com um ou dois *pigs*, para uso uni ou bidireccional, respectivamente. A Figura 4.8, ilustra o conceito unidireccional, em mais detalhe [26].

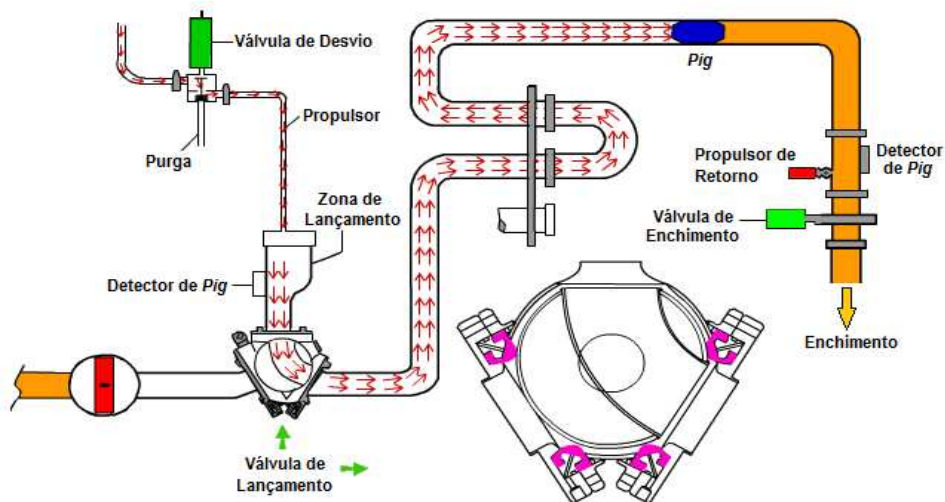


Figura 4.8 Sistema de pig unidireccional (adaptado de [26])

Os sistemas de *pig*, pela sua versatilidade e vantagens inerentes, têm aplicações numa gama alargada de indústrias, como a **cervejeira**, alimentar, químicos, tintas, etc. [25, 26]. Para evitar a entrada de ar nas condutas, as empresas cervejeiras que adoptam estes sistemas, implementam sistemas de 2 *pigs*, ou seja, bidireccionais. Uma característica importante destes sistemas, é o facto de ser apenas necessária uma linha de transferência de produto. Através da Figura 4.9, é possível ter uma ideia de como se processa a fase de enchimento de cerveja através destes sistemas, sendo similar em caso de execução de um ciclo de limpeza.

A **drenagem de cerveja** após o processo de enchimento, pode ser alcançada através do empurro com água ao longo da instalação. Actualmente, na Unicer de Leça do Balio não se realiza a recuperação de produto. Fim do processo de enchimento, realiza-se o empurro da cerveja presente nas condutas por introdução de água desarejada, sendo todo o produto purgado para o esgoto. A água desarejada permanece na conduta de envio de cerveja, até se dar início ao processo de limpeza CIP. Este procedimento é executado em todas as linhas de enchimento de garrafa da fábrica, tendo como objectivo a drenagem completa do produto das condutas de envio de

cerveja. Como alternativa tecnol gica, purgar o produto usando um *pig* automatizado atrav s de uma instalaç o adequada, elimina a necessidade do procedimento em si.

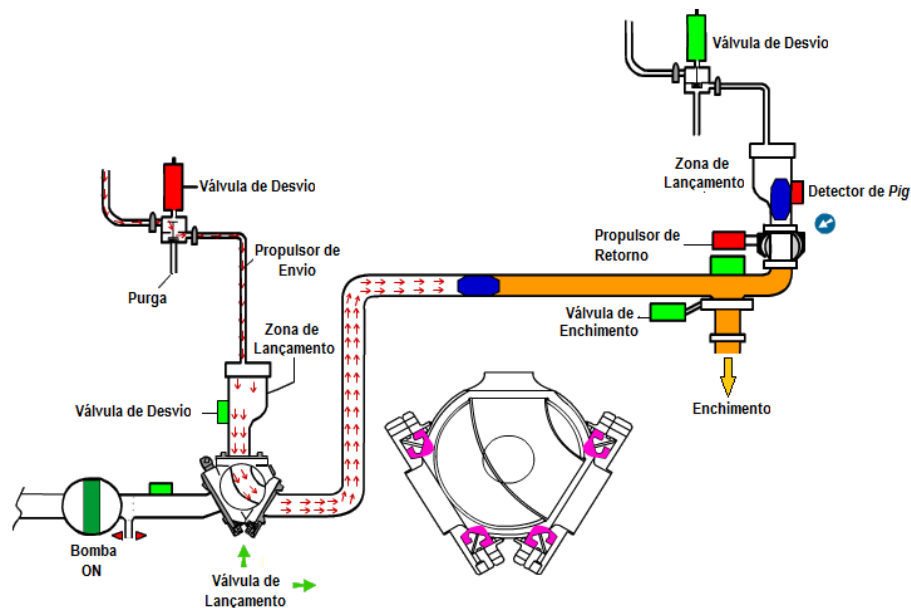


Figura 4.9 Sistema de pig bidirecional, em fase de envio de produto (adaptado de [26])

Para a Unicer de Leça do Balio, estes sistemas representam vantagens n o s o a n vel de drenagem de produto, como tamb m em termos de **separaç o de produto**, ou seja, perante uma **mudanç a de produto**. Existem linhas de enchimento que semanalmente, fazem v rias mudanç as de produto (p. ex. Linha 6). Em termos de mudanç a de produto, o procedimento a adoptar na mudanç a, pode-se distinguir entre:

- Mudanç a de cerveja sem introduç o de  gua desarejada (p. ex. Super Bock 5,2 → Super Bock 5,4) ;
- Mudanç a de cerveja com introduç o de  gua desarejada (p. ex. Super Bock sem  lcool → Super Bock 5,2);
- Mudanç a de cerveja com execuç o de CIP com deterg ncia alcalina (p. ex. Super Bock Tango → Super Bock 5,2);
- Mudanç a de cerveja com esterilizaç o, espec fico das linhas de Barril (p. ex. Super Bock Stout → Super Bock Green).

No caso de **mudanç a de produto**, os sistemas de *pig* podem ser claramente vantajosos, permitindo uma separaç o f sica entre as diferentes cervejas, eliminando dessa forma a necessidade de introduç o de  gua desarejada ou da realizaç o de passos de higienizaç o. Estas vantagens representam mais-valias em termos de tempo de produç o, de consumo de  gua, de qu micos e de energia, possibilitando uma reduç o consider vel nos custos globais de produç o. O processo de enchimento, tamb m   beneficiado em termos de matriz de mudanç a de produto, n o sendo necess rio ter em consideraç o o tipo de cerveja a encher, na distribuiç o do enchimento semanal das linhas.

Em termos de **higieniza o** das linhas de enchimento, tamb m este procedimento pode ser simplificado com a implementa o de sistemas de *pig*. A ac o do *pig* durante a sua circula o, promove por si s  um efeito de limpeza, removendo cerca de 99,5 % do produto nas condutas [26]. De forma similar a uma mudan a de produto, durante a execu o de um CIP, o *pig* funciona como um separador f sico entre o produto e o detergente. Este facto permite reduzir o tempo de paragem entre o fim de enchimento e o in cio da higieniza o, por elimina o do passo de introdu o de  gua desarejada. Durante a higieniza o, na transi o de passo alcalino para passo de enxaguamento, proporciona a elimina o da zona de interface que se desenvolve entre o detergente e a  gua. A Figura 4.10 ilustra o processo de retorno de uma solu o CIP.

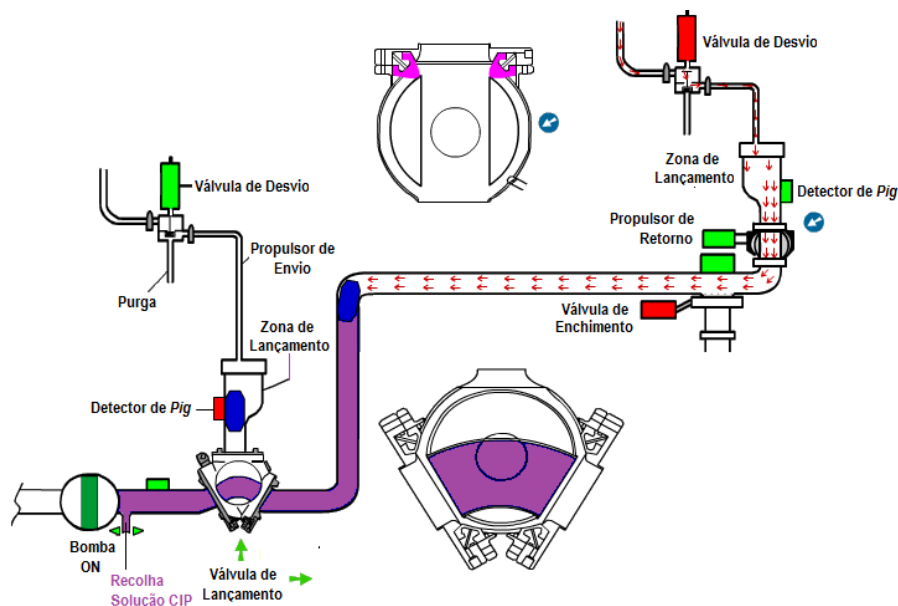


Figura 4.10 Sistema de *pig* bidireccional, em fase de retorno de detergente durante um CIP (adaptado de [26])

A implementa o deste tipo de sistemas, viabiliza desta forma, a optimiza o dos tempos e volumes necess rios para a execu o dos passos CIP.

Foi contactada uma empresa especializada no desenvolvimento, produ o e instala o de sistemas *pig* – Anexo 5. De acordo com a informa o fornecida, a implementa o de um sistema *pig*, incluindo o sistema automatizado com a utiliza o dos PLC's, Controlos e I/O existentes na linha, teria um custo m dio estimado de 21 486 . Estes custos representam apenas valores em bruto, cujo pre o varia de acordo com os objectivos a alcan ar. Elementos como v lvulas adicionais, visores, etc., seriam extras, bem como o tamanho da linha e o objectivo do projecto, no investimento total.

Fez-se uma estimativa de poupan as por implementa o de um sistema de *pig* na Linha 3. Para tal, estimaram-se:

- Volumes perdidos por introdu o de  gua desarejada, no fim e in cio de enchimento ($\approx 30 \text{ m}^3$);
- Volumes purgados, das interfaces formadas entre o detergente e a  gua, durante um passo alcalino  s condutas, num ciclo de limpeza ($\approx 2,2 \text{ m}^3$);
- Um ciclo de limpeza CIP, semanal.

Estas estimativas permitiram prever uma poupança anual de 4 900€. Considerando um tempo de vida útil de 10 anos e excluindo outros custos associados, seria possível amortizar o investimento num prazo de aproximadamente 5 anos.

De acordo com a mesma empresa, os procedimentos de mudança de produto executados actualmente na Unicer podem ser eliminados, visto tratarem-se de produtos diferentes mas da mesma família. A implementação deste tipo de sistemas, permite reduzir a frequência de realização dos processos de higienização CIP. Contudo deve ser determinada de acordo com o cliente, a regulamentação governamental, e o produto e a sua família.

A modo de potenciar todas as vantagens destes sistemas, o diâmetro da tubagem de circulação do *pig* não deve variar, representando em termos práticos um inconveniente. Na Unicer de Leça do Balio existem linhas de enchimento com variações de diâmetro de tubagem de circulação de cerveja (p. ex. Linha de Barril TR) .

Para a resolução de casos semelhantes, têm-se realizado estudos com o intuito de desenvolver sistemas de *pig* sem essa limitação. Um dos estudos, realizado na Universidade de Bristol, centrou-se num trabalho experimental e teórico, patenteado, com o objectivo de investigar a capacidade de remoção de incrustações em processos de higienização CIP [27]. Foi utilizado um *pig* constituído por uma mistura de gelo picado, água, e um soluto que permite a diminuição do ponto de solidificação da mistura, denominando-se *ice pig*. A fracção de vazios foi cuidadosamente controlada para que a mistura de gelo e água, se movesse como um pistão sólido em áreas de fluxo livre, mas sendo capaz de actuar como um fluido em áreas constrictas. Os resultados experimentais indicaram que o *ice pig* pode fácil e eficientemente, remover as incrustações, usando um volume de gelo geralmente menor que 1/10 do volume de água utilizado. Os materiais testados foram incrustações de açúcares e gorduras (indústria alimentar), creme dentífrico (indústria de produtos de higiene pessoal) e areia fina.

Trata-se de uma nova e inovadora técnica de *pig*, introduzindo uma série de vantagens significativas sobre os *pigs* tradicionais. Especificamente, este é capaz de fluir em geometrias muito complexas, incluindo curvas acentuadas, T's e até mesmo em permutadores de placas. O *pig* nunca fica preso e potencia benefícios ambientais consideráveis por ser constituído por água.

Este estudo, alarga a gama de aplicação de sistemas de *pig*, para recuperação de produto nas linhas de enchimento, com limitações em termos de geometria para os sistemas de *pig* tradicionais.

5 Conclusões

O presente trabalho foi desenvolvido com o objectivo de otimizar os sistemas CIP das linhas de enchimento da Unicer de Leça do Balio.

Após o diagnóstico realizado à Linha 3, procedeu-se à alteração do programa de preparação das soluções-detergente. Esta alteração foi implementada porque se concluiu que existia o perigo de contaminação microbiológica seguindo o procedimento anterior. Efectuou-se a alteração física da instalação CIP, nomeadamente foram eliminados os tanques intermédios de soda e de aditivo e foi instalado um tanque-pulmão de água da rede; este tanque permite garantir um caudal constante durante o passo de enxaguamento. Modificaram-se ainda os tempos do passo de introdução de soda, de forma a corrigir o doseamento da mesma.

Algumas das propostas feitas não foram implementadas, nomeadamente a optimização do doseamento de aditivo, a instalação de um caudalímetro à saída da bomba de CIP e a instalação de contadores volumétricos no sistema CIP (na alimentação e no retorno). Estas propostas são, no entanto, na opinião do autor essenciais para um melhor funcionamento e controlo do processo de higienização da Linha 3.

Relativamente à Linha 5, efectuaram-se as mesmas propostas enunciadas no parágrafo anterior, e ainda a alteração do programa CIP, destacando-se a eliminação da introdução de soda e de água durante o passo alcalino. No entanto, concluiu-se que sem uma monitorização constante e um controlo mais pormenorizado, não é possível reunir dados suficientes, de forma a melhorar o desempenho dos ciclos de limpeza.

Durante o projecto foram realizados alguns trabalhos estudos paralelos de forma a prospectivar tecnológicas alternativas para a melhoria da eficiência e eficácia dos CIPs. Foi avaliada a possibilidade de recuperação das soluções CIP através dum processo de ultrafiltração. Os resultados obtidos permitiram concluir que a membrana usada resiste bem às soluções alcalinas usadas nos CIPs e que é possível remover destas soluções uma parte significativa de impurezas. No entanto, apenas um estudo mais aprofundado permitirá dizer se o uso da ultrafiltração resulta efectivamente numa poupança para a empresa. Por outro lado, foi considerada a implementação dos sistemas *pig*. Estes recorrem ao uso de um projectil, o *pig*, para proceder à limpeza eficaz das tubagens e à poupança significativa de soluções de limpeza. A aplicação deste tipo de sistema, representa mais-valias em termos de recuperação de produto, mudança de produto e na própria higienização das linhas de enchimento. Estimou-se a implementação de um sistema de *pig* na Linha 3, concluindo-se que o investimento inicial seria amortizado a médio prazo, aproximadamente 5 anos. No entanto, deve ser efectuado um estudo mais pormenorizado, para testar a viabilidade da eliminação dos procedimentos actualmente adoptados na Unicer, de modo a garantir sempre a qualidade do produto final.

6 Avaliação do trabalho realizado

6.1 Objectivos Realizados

Os objectivos deste trabalho cingiram-se à optimização das instalações CIP das linhas 3 e 5. Estes consistiram na detecção de riscos e não conformidades das mesmas e na análise dos parâmetros de higienização e dos programas CIP. Importa referir que todos os objectivos enunciados foram atingidos com sucesso. No entanto, alguns dos objectivos idealizados na fase inicial do projecto não puderam ser realizados, nomeadamente, a redução de consumos e de tempos dos passos do programa CIP e obtenção de um caudal suficiente para uma higienização satisfatória.

6.2 Outros Trabalhos Realizados

Foram realizados testes preliminares na FEUP (LEPAE), numa instalação laboratorial, no sentido de avaliar o desempenho de processos de separação por UF, na regeneração de soluções CIP. Posteriormente, na Unicer, foram realizadas análises laboratoriais de quantificação do detergente e do aditivo, presentes nas amostras de permeado e de retido dos testes. As análises de quantificação da CQO foram realizadas no Laboratório de Ambiente do DEQ – FEUP.

Levou-se a cabo, também, um primeiro contacto com uma empresa especializada na implementação de sistemas de PIG, como forma de estimar um custo aproximado da aplicação desta tecnologia.

6.3 Limitações e Trabalho Futuro

Ao longo da realização deste trabalho surgiram algumas dificuldades, nomeadamente no acompanhamento dos ciclos de limpeza das linhas. A monitorização dos CIP não é registada, o que condicionou a avaliação do desempenho dos mesmos. A falta de controlo de consumos e dos parâmetros de higienização, foi uma grande condicionante. De uma maneira geral, não é possível otimizar um processo que não se controla, sendo portanto difícil a concretização dos objectivos iniciais deste projecto, no período de tempo correspondente.

A possibilidade de optimização dos sistemas de CIP passa pela intervenção dos operadores das linhas, pelo contacto directo e diário que têm com os ciclos de limpeza. Nesse sentido, sugere-se como trabalho futuro, uma aposta na formação dos operadores das linhas de enchimento, quanto aos processos de higienização

implementados na empresa. De forma a reforçar essa formação, sugere-se também a redacção de um Manual de Procedimento CIP para cada linha de enchimento.

Durante o projecto, por análise dos manuais técnicos da Unicer de Leça de Balio, foram detectadas imprecisões no Manual técnico, MTLB01402 – Anexo 2. Propõe-se a correcção dos tempos dos passos CIP, para as linhas de enchimento em questão. As características das soluções devem ser discriminadas no índice do manual uma vez que este não se refere aos processos de higienização das linhas de enchimento. Sugere-se também a reformulação da ficha de controlo de higienização das linhas de enchimento de forma a incluir um espaço para registo de observações decorrentes do acompanhamento de cada CIP.

Seria interessante, continuar a realizar testes ao sistema de ultrafiltração, de forma a otimizar as condições operatórias e ensaios para determinar o nível de colmatação da membrana. Para um estudo mais aprofundado deveriam ser realizados, ensaios com tipos de membranas diferentes e uma análise económica, de forma a avaliar a melhor solução.

6.4 Apreciação final

Este projecto revelou ser um desafio e uma experiência enriquecedora tanto a nível profissional como pessoal. O contacto com o mundo industrial foi muito gratificante, pois permitiu ampliar a visão de trabalho e aplicação da engenharia química na indústria.

O projecto foi desenvolvido num sentido bastante diferente do inicialmente previsto. Isto deveu-se ao facto do projecto proposto ser bastante ambicioso e condicionado pelo tempo. Por outro lado, um acompanhamento mais próximo deste trabalho poderia ter conduzido à implementação de mais propostas.

Embora não se tenham obtido resultados satisfatórios em todas as vertentes do projecto, este trabalho fornece um ponto de partida para estudos futuros relacionados com a optimização dos sistemas de CIP. A falta de controlo dos processos de higienização, limitou em certa medida o desenvolvimento do projecto. É evidente, a necessidade de controlo, para viabilizar a optimização dos mesmos. Contudo, ultrapassadas as dificuldades, o projecto teve uma apreciação positiva.

Por outro lado, um acompanhamento mais próximo deste trabalho permitiria desenvolver e implementar outras melhorias nos sistemas de CIP.

7 Referências

- [1] Formação Interna, Unicer Cervejas, 2005.
- [2] Briggs, D. E., et al., *Brewing Science and Practice*, Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, 2004.
- [3] http://www.controlsafe.pt/index.php?option=com_content&task=view&id=24&Itemid=40, acessado a Maio de 2010.
- [4] Manual HACCP – Implementação do sistema HACCP (Ref. MHUC02), Unicer Cervejas, 2008.
- [5] Código de Boas Práticas de Higiene e Guia de Aplicação do HACCP para as Indústrias de Refrigerantes, Sumos de Frutos e Néctares, ANIRSF, 2007.
(disponível em http://www.gppaa.min-agricultura.pt/RegAlimentar/Higiene_HACCP_RSF_ANIRSF.pdf)
- [6] <http://www.cervesia.com.br>, acessado a Abril de 2010.
- [7] Berk, Z., *Food Process Engineering Technology*, Department of Biotechnology and Food Engineering, TECHNION, 2009.
- [8] Bylund, G., *Dairy Processing Handbook*, Tetra Pak Processing Systems AB, 1995.
- [9] Forni, R., *Projecto Mecânico de um Sistema de Higienização CIP (Cleaning-In-Place)*, Departamento de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2007.
(disponível em http://www.poli.usp.br/d/pme2599/2007/Artigos/Art_TCC_005_2007.pdf)
- [10] Lelièvre, C., et al., CLEANING-IN-PLACE – Modelling of Cleaning Kinetics of Pipes Soiled by Bacillus Spores Assuming a Process Combining Removal and Deposition, *Trans IChemE*, **80**, Part C, 2002.
(disponível em www.ingentaselect.com=titles=09603085.htm)
- [11] Manual de Higienização na Indústria Alimentar, AESBUC, 2003.
(disponível em [http://www.dgv.min-agricultura.pt/higiene_publica/Cod_Boas_Praticas/Plataforma CBP_20081215/C - Manual_higienizacao_Industria_Alimentar_aesbuc.pdf](http://www.dgv.min-agricultura.pt/higiene_publica/Cod_Boas_Praticas/Plataforma_CBP_20081215/C-Manual_higienizacao_Industria_Alimentar_aesbuc.pdf))
- [12] <http://seiberling4cip.com/evol&dev.htm>, acessado a Abril de 2010
- [13] Palmowski, Dr. L., et al., *Clean in Place – A Review of Current Technology and its Use in the Food and Beverage Industry*, Report for general circulation, Deaken University, 2005.
- [14] Davy, V., *Optimization of Cleaning-In-Place (CIP) processes in bottled water industry*, Nestlé Waters MT AquaFit4Use Mid-Term Conference, Oviedo, June 2010.
(disponível em [http://www.aquafit4use.eu/userdata/file/Mid-term_Conference/Session 4 Good Examples Industrial Cases/Optimization of Cleaning-In-Place processes in bottled water in.pdf](http://www.aquafit4use.eu/userdata/file/Mid-term_Conference/Session_4_Good_Examples_Industrial_Cases/Optimization_of_Cleaning-In-Place_processes_in_bottled_water_in.pdf))
- [15] Gésan-Guizion, G., et al., Nanofiltration for the recovery of caustic cleaning-in-place solutions: robustness towards large variations of composition, *Desalination*, **149**, 127-129, 2002. (disponível em <http://www.sciencedirect.com>)

- [16] Gésan-Guizion, G., et al., Cleaning-in-place coupled with membrane regeneration for re-using caustic soda solutions, INRA, Dairy Research Laboratory, 2002.
(disponível em http://www.publications-environnement.fr/public/article_GGG.pdf)
- [17] Merin, U., et al., Cleaning-in-place in the dairy industry: criteria for reuse of caustic (NaOH) solutions, INRA, EDP Sciences, 2002. (disponível em <http://lait.dairy-journal.org/>)
- [18] Alvarez, N., et al., The role of surface tension of re-used caustic soda on the cleaning efficiency in dairy plants, International Dairy Journal, **17**, 403–411, 2007 (disponível em <http://www.sciencedirect.com>)
- [19] Owen, G., Economic assessment of membrane processes for water and waste treatment, Journal of Membrane Science, **102**, 77-91, 1995. (disponível em <http://www.sciencedirect.com>)
- [20] Novalic, S., et al., Nanofiltration of Caustic and Acidic Cleaning Solutions with High COD – Part 1. Recycling of Sodium Hydroxide, Journal of Food Engineering, **38**, 125-132, 1998. (disponível em <http://www.sciencedirect.com>)
- [21] Mulder, M., Basic Principles of Membrane Technology, 2nd Edition, Kluwer Academic Publishers, 2000.
- [22] Porter, M. C., Handbook of Industrial Membrane Technology, Noyes Publications, 1990.
- [23] Norman, N. L., et al., Advanced Membrane Technology and Applications, John Wiley & Sons, Inc., 2008.
- [24] <http://www.google.pt/images?q=pipeline+cleaning+pigs&oe=utf-8&rls=org.mozilla:pt-PT:official&client=firefox-a&um=1&ie=UTF-8&source=og&sa=N&hl=pt-PT&tab=wi&biw=1341&bih=530>, acedido a Junho de 2010.
- [25] Tamine, A. Y., Robinson, R. K., Yoghurt Science and Technology, 2nd Edition, Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, 1999.
- [26] <http://www.hps-pigging.com>, acedido a Junho de 2010.
- [27] Quarini, J., et al., Ice-pigging to reduce and remove fouling and to achieve clean-in-place, Applied Thermal Engineering, **22**, 747–753, 2002. (disponível em <http://www.sciencedirect.com>)
- [28] Clesceri, L. S., et al., Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 5220 B, 20th Edition, American Public Health Association, New York, 1998.

Anexo 1 Diagrama da instalação CIP – Linha 5

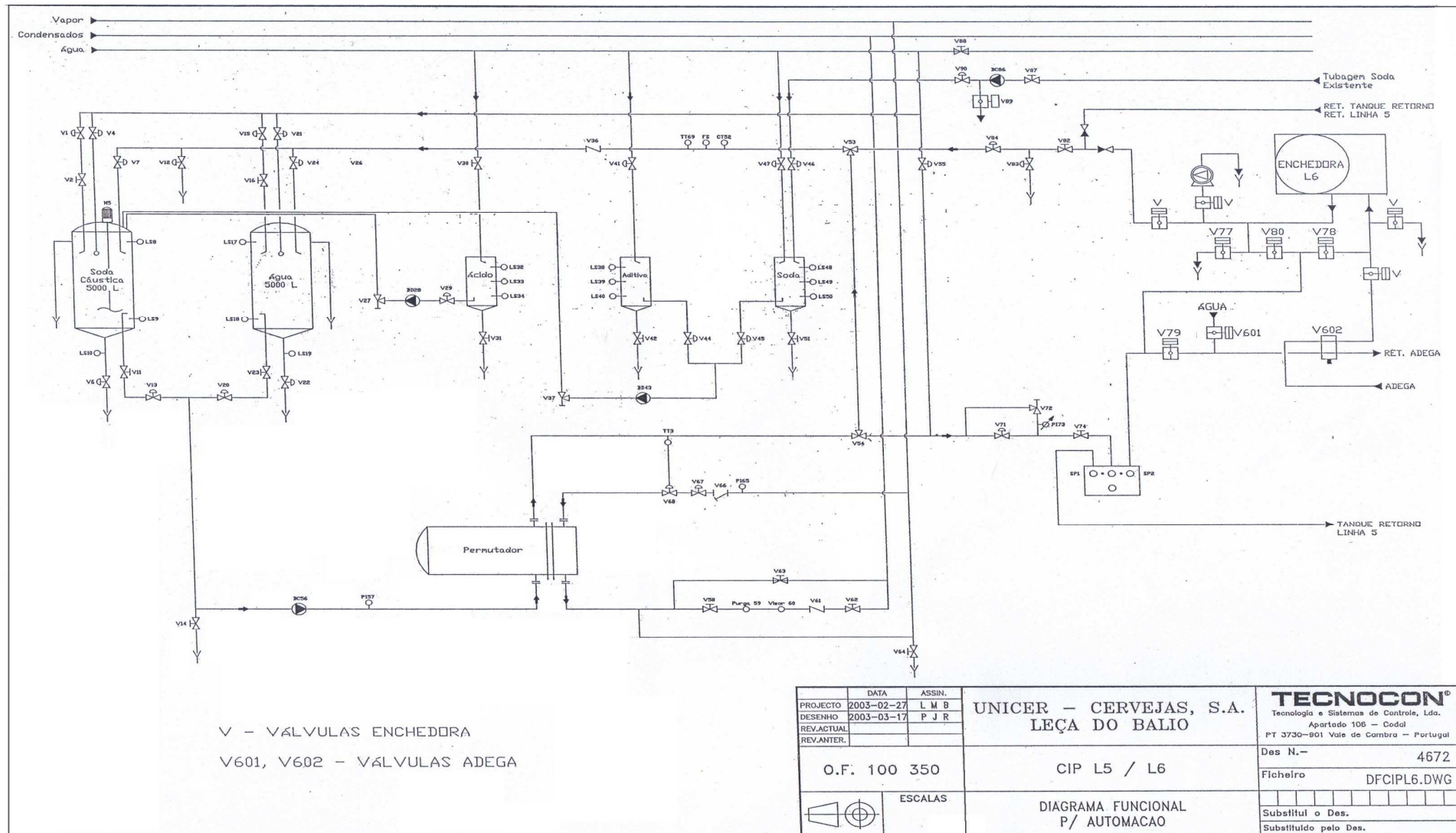


Figura A1.1 Diagrama da instalação CIP – Linha 5/Linha 6

Anexo 2 Métodos de Produção – Processo de Higienização

LINHAS DE ENCHIMENTO

Local	Válido desde	Frequência Mínima	Validade	Seqüência do CIP												
				Alcalino		Enxagua- mento	Ácido		Enxagua- mento	Desinfetante		Enxagua- mento	Esterilização		Enxagua- mento	
				Solução	Tempo (min)	Tempo (min)	Solução	Tempo (min)	Tempo (min)	Solução	Tempo (min)	Tempo (min)	Solução	Tempo (min)	Tempo (min)	
Linha 3	Mai 08	Fim de ench.		9	20	5										
	Mai 08	Início de ench.	8h								2 ¹⁹	20	5	1	20	5
	Mai 08	Quadrimestral					8	20	5							
Linha 5 e Linha 6	Mai 08	Fim de ench.		9	20	5										
	Mai 08	Início de ench.	8h											1 ¹⁹	20	5
	Mai 08	Quadrimestral					8	20	5							

1 Excepto Filtro Meura 2001

2 E quando se muda de linha ou de mosto Super Bock Stout para outros tipos de mosto.

3 Quando se faz CIP ao arrefecedor de mosto.

4 Excepto no tanque de soda.

5 Excepto no tanque de ácido e de água.

6 Excepto no tanque de ácido.

7 Se ultrapassar a validade, faz-se um CIP só com desinfetante, antes de utilizar a cilindro-cónica.

8 Quando não há tempo suficiente, apenas se faz CIP – Ácido/ Desinfetante.

9 Apenas se faz ao filtro de PVPP

10 Excepto filtro de kieselghur

11 Apenas se faz ao filtro de kieselghur e de PVPP

12 Apenas se faz aos filtros trapp

13 Apenas se faz ao filtro de Kieselghur

14 E após mudança de diferentes tipos de cerveja – cor/aroma.

15 E após Filtração de SB Tango

16 Se ultrapassar a validade, faz-se um CIP só com desinfetante, antes de encher o Bier-Drive (excepto ao Flash).

17 Só ao Flash do Bier-Drive

18 Em duplicado

19 Se ultrapassar a validade

Tabela A2.1 Programa de higienização de acordo com os métodos de produção – Unicer de Leça do Balio (adaptado do manual técnico –MTLB01402)

Anexo 3 Diagrama Alterado da Instalação CIP – Linha 3

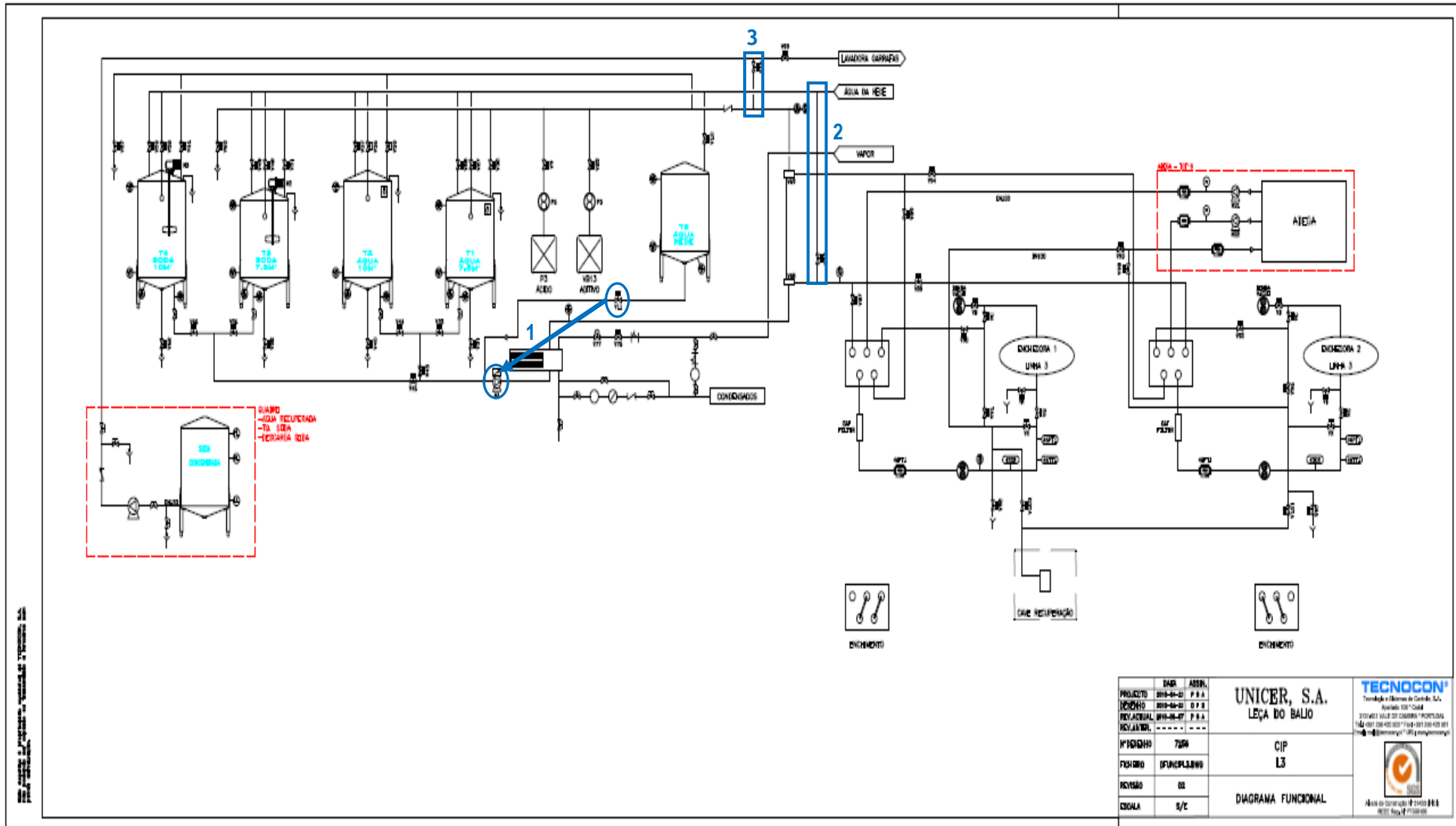


Figura A3.1 Diagrama alterado da instalação CIP – Linha 3



Figura A3.1 Tanques intermédios de detergente e de aditivo – Instalação CIP

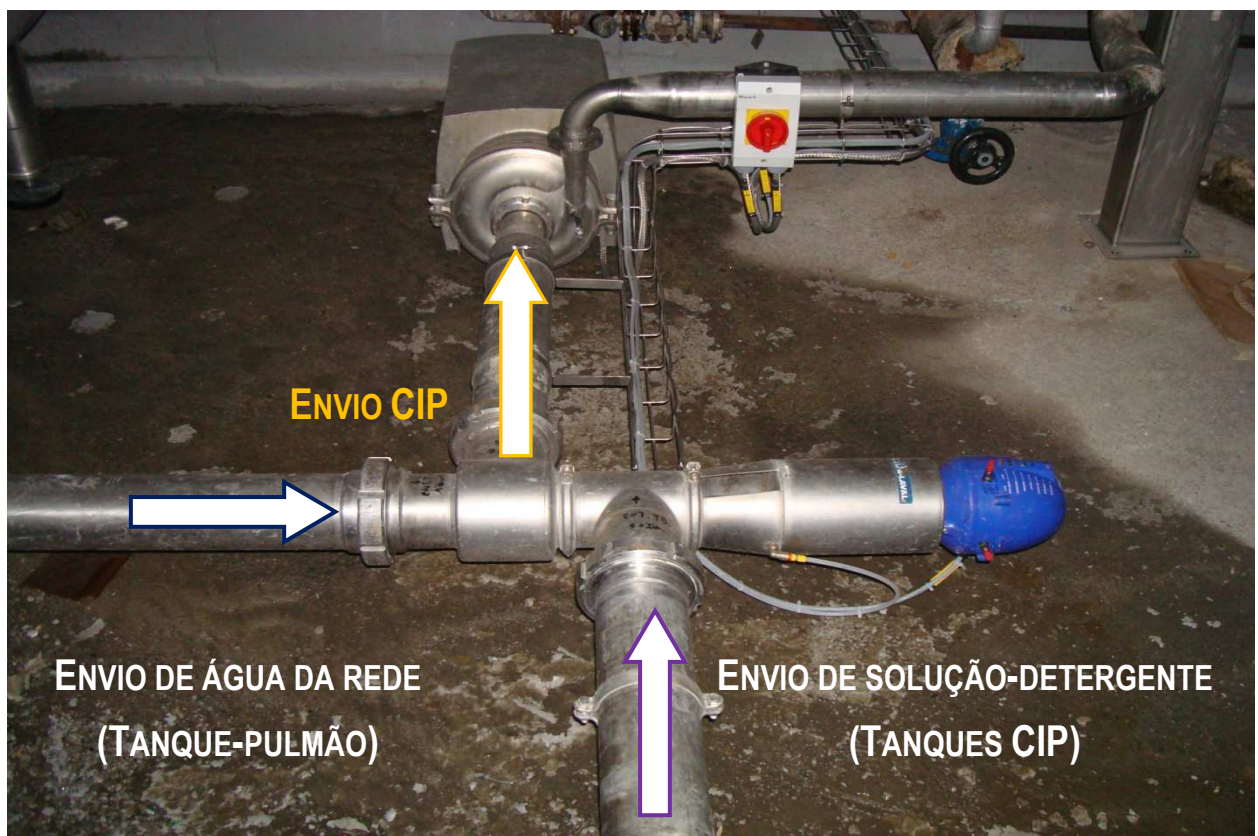


Figura A3.2 Seat valve de 3 vias – Instalação CIP



Figura A3.3 Tanque-pulmão – Instalação CIP

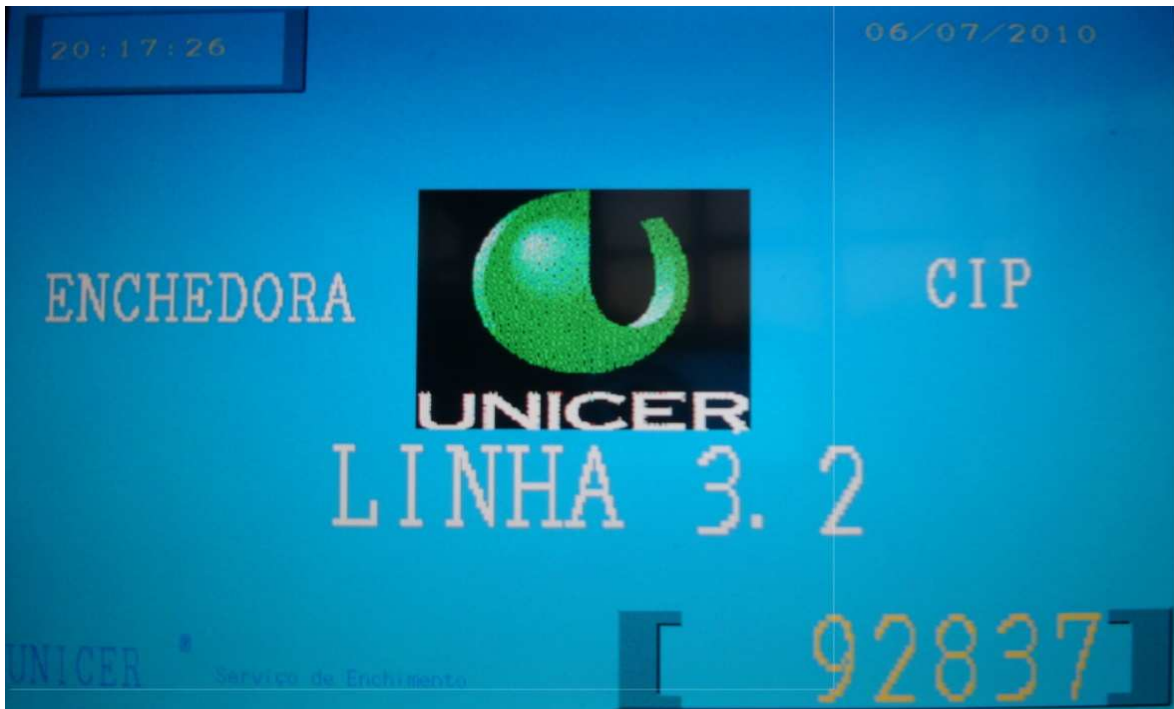


Figura A3.4 Painel instalado na cave – Linha 3

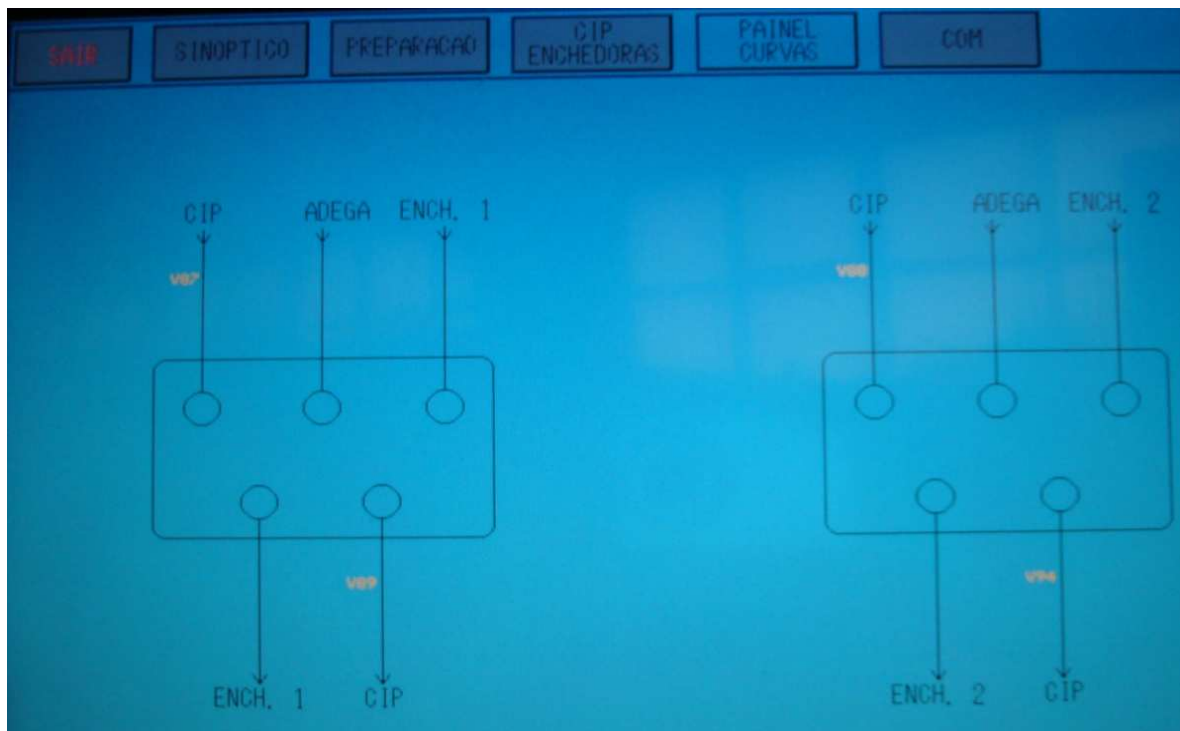


Figura A3.5 Painel de grampos – Linha 3



Figura A3.6 Programas CIP – Linha 3



Figura A3.7 Preparação das soluções-detergente – Linha 3

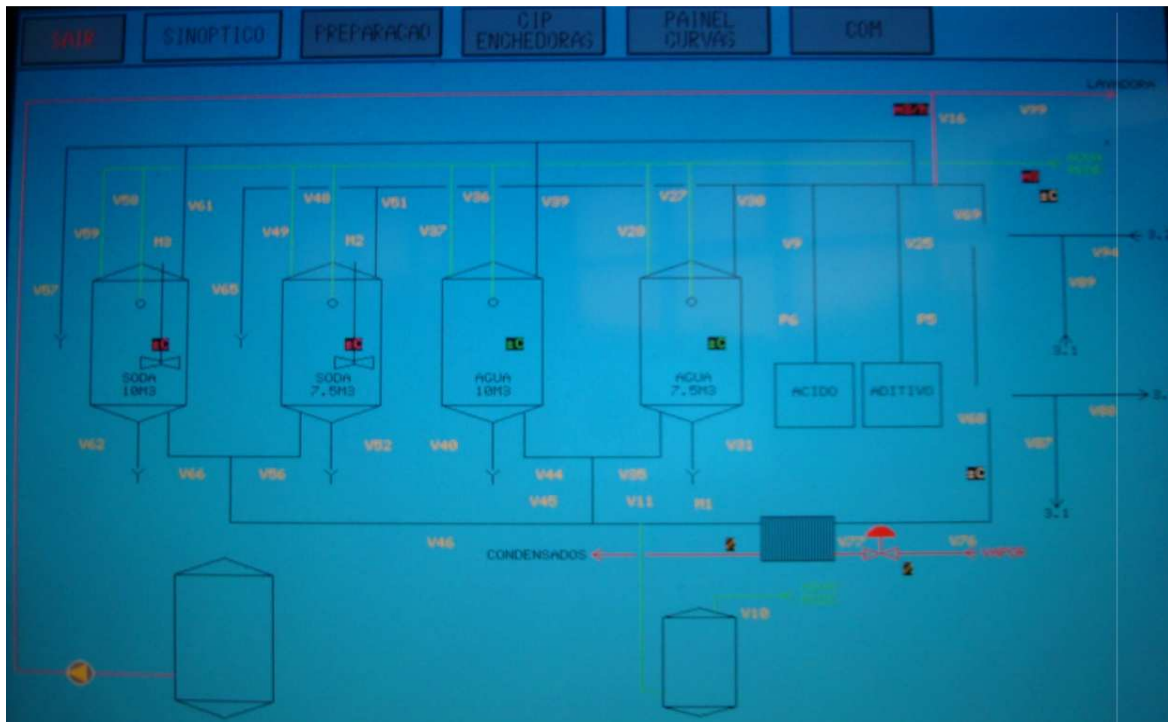


Figura A3.8 Sinóptico da instalação CIP – Linha 3

Anexo 4 Testes laboratoriais

1. Análise da concentração de Soda Total e de Soda Livre

I. CONCENTRAÇÃO DE SODA TOTAL

Pipetou-se 20 mL da amostra para um matraz. Adicionou-se cerca de 10 mL de solução de cloreto de bário e colocaram-se 2-3 gotas do indicador fenolftaleína. De seguida, titulou-se a amostra com HCl $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ até viragem de cor. Anotou-se o volume gasto.

II. CONCENTRAÇÃO DE SODA LIVRE

Realizou-se uma diluição de 1:20 da amostra, num balão volumétrico de 25 mL. Transferiu-se a solução diluída para um matraz de 100 mL e adicionou-se cerca de 10 ml de solução de cloreto de bário e 1-2 gotas de indicador fenolftaleína. De seguida, titulou-se a amostra com HCl $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ até viragem de cor. Anotou-se o volume gasto.

Colocaram-se 2/3 gotas do indicador laranja de metilo. Titulou-se novamente a amostra com HCl $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ até nova viragem de cor. Anotou-se o volume gasto.

2. Contabilização total de microrganismos

Pipetou-se 1,0 mL (e 0,1 mL) como inóculo e distribui-se nas placas previamente esterilizadas. Em seguida, adicionou-se o meio fundido, vertendo-o sobre a placa de Petri contendo a suspensão da amostra. O material foi homogeneizado girando-se a placa através de movimentos circulares no sentido horário e anti-horário. Esses movimentos foram efectuados cerca de 10 vezes. Após a solidificação do meio, as placas tampadas foram invertidas e incubadas em estufas a temperatura e atmosfera apropriadas (27 °C). No final da incubação, com uma duração de 72 horas, as colónias foram contadas e o resultado médio de cada inóculo foi registado.

3. Método de ensaio de quantificação de Aditivo (COMPLEX VB13)

DETERMINAÇÃO DAS CONCENTRAÇÕES DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO E DE ADITIVO PRESENTES NAS AMOSTRAS:

i. REAGENTES

- Titulante: Ácido clorídrico (1 N);
- Indicador: Fenolftaleína;
- Solução tampão de acetato (pH = 4,6);
- Indicador: PAN 0,1 % em etanol;
- Titulante: Solução de sulfato de cobre (0,1 N).

ii. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL (Disponibilizado pelo fornecedor – *JohnsonDiversey*)

Transferiu-se uma toma de 50 mL de amostra para um copo de vidro, adicionaram-se 2-3 gotas de fenolftaleína e titulou-se com o titulante HCL 1 N, até ponto de viragem de cor rosa/roxo para incolor. Anotou-se o volume de titulante gasto (V_1). De seguida, pipetaram-se 20 mL de solução tampão de acetato para o frasco e adicionou-se cerca de 1 mL de indicador PAN 0,1 % em etanol, mudando a cor da solução para amarelo. Com o auxílio de uma bureta, titulou-se a amostra com a solução de sulfato de cobre, tomando-se como ponto final da titulação, a viragem de cor para roxa-avermelhada. Anotou-se o volume de titulante gasto (V_2).

As amostras foram sujeitas a um factor de diluição (1:10).

i. Cálculo da concentração de hidróxido de sódio (% m/m) nas amostras:

$$C_{NaOH}(\% \text{ m/m}) = V_1(\text{mL}) \times 0,08 \times \text{factor de diluição} \quad (4)$$

em que V_1 é o volume de titulante HCl (mL) 1 N gasto na titulação.

ii. Cálculo da concentração de aditivo Complex VB 13, em(% m/m) e (% V/V):

$$C_{aditivo}(\% \text{ m/m}) = V_2 \times 0,23 \times \text{factor de diluição} \quad (5)$$

$$C_{aditivo}(\% \text{ V/V}) = V_2 \times 0,17 \times \text{factor de diluição} \quad (6)$$

em que V_2 é o volume de titulante sulfato de cobre (mL) 0,1 N gasto na titulação.

iii. Resultados do método de ensaio aplicado às amostras

Tabela A4.1 Valores de pH, condutividade, volumes gastos de titulantes e concentrações de hidróxido de sódio e de aditivo nas amostras

AMOSTRA	pH	Condutividade (mS·cm ⁻¹)	V ₁ (mL)	C _D % (m/m)	V ₂ (mL)	C _A % (m/m)	C _A % (V/V)
Alimentação	13,780	113,3	4,80	3,84	0,96	0,5	1,15
P ₁	13,898	110,8	4,55	3,64	0,91	0,5	1,15
R ₁	13,878	110,6	4,15	3,32	0,83	0,7	1,61
P ₂	13,858	115,3	4,35	3,48	0,87	0,4	0,92
R ₂	13,797	113,2	4,29	3,43	0,86	0,4	0,92
P ₃	13,800	113,5	4,31	3,45	0,86	0,4	0,92
R ₃	13,782	113	4,28	3,42	0,86	0,5	1,15
P ₄	13,738	111,3	4,45	3,56	0,89	0,5	1,15
R ₄	13,737	112,7	4,19	3,35	0,84	0,6	1,38
P ₅	13,717	113,3	4,41	3,53	0,88	0,5	1,15
R ₅	13,712	113,3	4,23	3,38	0,85	0,6	1,38
P ₆	13,717	115,2	4,40	3,52	0,88	0,5	1,15
R ₆	13,709	113,9	4,26	3,41	0,85	0,6	1,38

P_i – permeado do ensaio i, em que $i = 1, 6$; R_i – retido do ensaio i, em que $i = 1, 6$; D – detergente cáustico; A – aditivo

Estes valores de concentração foram obtidos para um tempo de permeação de 3600 s nos ensaios utilizando o sistema de membranas de UF.

4. Análise da Carência Química de Oxigénio

I. MÉTODO DE REFLUXO ABERTO [28]

Princípio: a maioria dos tipos de matéria orgânica é oxidada por uma mistura em ebulição dos ácidos crómico e sulfúrico. A amostra é refluída em solução de ácido forte com um excesso de dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) conhecido. Após a digestão, o $K_2Cr_2O_7$ por reduzir é titulado com sulfato de ferro amoniacal (FAS) para determinar a quantidade de $K_2Cr_2O_7$ consumida e a matéria oxidável é calculada em termos de equivalentes de oxigénio. Manter relações de pesos, reagentes, volumes, e as forças constantes quando o volume da amostra é diferente de 50 mL. O tempo de refluxo padrão de 2 h pode ser reduzido se tiver sido demonstrado que com um menor período de tempo, obtêm-se os mesmos resultados. Algumas amostras com valores de CQO muito baixas ou com um elevado teor de sólidos heterogéneo podem precisar de ser analisadas em replicado, de forma a obter dados mais confiáveis. Os resultados são ainda mais reforçados pela reacção de uma quantidade máxima de dicromato de potássio, desde que reste algum dicromato residual.

iii. REAGENTES

- Solução padrão de dicromato de potássio (0,25 N);
- Catalisador: Ácido sulfúrico com sulfato de prata ($5,5 \text{ g}_{Ag_2SO_4} \cdot \text{kg}^{-1}_{H_2SO_4}$);
- Indicador: Ferroína;
- Ácido sulfúrico concentrado (95 % V/V);
- Titulante: Sulfato de ferro amoniacal padrão (FAS) 0,25 N;

Padroniza-se a solução titulante com solução padrão de $K_2Cr_2O_7$ da seguinte forma:

Diluem-se 25,00 mL de $K_2Cr_2O_7$ padrão a 100 mL. Adicionam-se 30 mL de ácido sulfúrico concentrado e deixa-se arrefecer. Titula-se com o titulante FAS, adicionando 2-3 gotas de ferroína, até viragem de cor azul-esverdeado para castanho-avermelhado. Anota-se o volume de titulante gasto.

iv. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Num frasco de vidro adicionaram-se 0,4 g de sulfato de mercúrio, 20 mL da amostra, e muito lentamente 5,0 mL do reagente ácido sulfúrico com a mistura para dissolver o sulfato de mercúrio. De seguida, adicionaram-se 20,00 mL da solução de dicromato de potássio e homogeneizou-se. Adicionaram-se mais 25,00 mL da solução de ácido sulfúrico, agitando continuamente. Adaptou-se um condensador ao frasco e procedeu-se então à digestão das amostras, submetendo-as a um banho a 148 °C durante um refluxo de 2 h. Após este tempo, lavaram-se as paredes do frasco com água destilada abundante e deixou-se arrefecer até à temperatura ambiente.

De seguida, transferiu-se a amostra para um matraz e titulou-se o excesso de dicromato de potássio com o titulante, adicionando 2 – 3 gotas de ferroína. Assumiu-se como ponto final da titulação, a mudança de cor inicialmente azul-esverdeado para castanho-avermelhado, que persistiu por 60 s ou mais. Anotou-se o volume de titulante gasto.

Titulou-se um branco, contendo os reagentes e um volume de água destilada igual ao da amostra. Anotou-se o volume de titulante gasto. Realizaram-se determinações em duplicado.

v. Resultados das titulações às amostras e brancos

Tabela A4.2 Volume de titulante FAS gasto por amostra e branco e o seu valor médio

	Branco		Alimentação		a Permeado3		b Retido3		b Permeado4		b Retido4	
$V_{FAS,gasto}$ (mL)	9,85	9,85	6,1	6,05	6,70	6,75	5,70	5,70	8,30	8,35	5,60	5,50
$\bar{V}_{FAS,gasto}$ (mL)	9,85		6,02		6,75		5,70		8,32		5,55	

a – Factor de diluição (1:10); b – Factor de diluição (1:5)

vi. Cálculo da molaridade da solução FAS:

Na titulação do branco em duplicado, gastaram-se 10,00 mL e 10,05 mL de titulante, correspondendo a volume médio de 10,02 mL.

$$M_{FAS}/N = \frac{V_{K_2Cr_2O_7}/mL}{V_{FAS,utilizado\ na\ padronização}/mL} \times 0,25 \Leftrightarrow \tag{7}$$

$$M_{FAS} = \frac{10,00}{10,02} \times 0,25 = \mathbf{0,2495\ N}$$

i. Cálculo da CQO:

$$CQO(mg.L^{-1}) = \frac{(A-B) \times M_{FAS} \times 8000}{V_{amostra}} \tag{8}$$

em que **A** é o volume de FAS (mL) utilizado para o branco, **B** o volume de FAS (mL) utilizado para a amostra, M_{FAS} a molaridade da solução de FAS (N) e **8000** o peso miliequivalente de oxigénio $\times 1000\ mg.L^{-1}$.

Anexo 5 Contacto com empresa

TROCAS DE E-MAIL COM EMPRESA INTERNACIONAL ESPECIALIZADA NO DESENVOLVIMENTO, PRODUÇÃO E INSTALAÇÃO DE SISTEMAS PIG

De: Empresa contactada

Enviado: 06/06/2010

Para: Teresa Barbosa [teresa.barbosa@unicer.pt]

Assunto: Product Recovery (Pigging Project)

Good morning Teresa,

We are currently working with a well known Brewer in the US. Without knowing more about how you are set up we can at least give you an idea of cost:

- Stand Alone Automated System- Includes Controls, PLC, Software, Equipment, Installation- **\$ 35,000-\$50,000**
- Automated System- with existing PLC, Controls and I/O-**\$25,000-\$30,000**
- Just the Equipment- Launch/Receiver, Pigs (Manual) -**\$10,000-\$17,000**

Please remember these are just rough numbers, the above will vary in price depending on what you wish to achieve. Things like additional valves, air sets, sight glasses would be extra; line size & scope of the project all play into price.

We will assist you on meeting your objectives without breaking the bank. I have provided some information on our Inline Pigging technology (30 years of Pigging know-how). Also please find A and B; we partner with these Folks on " turnkey" projects where the customer asks us to do all the Pipe fab work, controls, PLC, engineering and electropolishing.

All have over 30 years experience in their respective industries, family owned/operated and USA based.

Thank you for your inquiry Teresa and hope to hear from you soon.

De: Empresa contactada

Enviado: 07/07/2010

Para: Teresa Barbosa [teresa.barbosa@unicer.pt]

Assunto: Answer to questions

Teresa:

Thank you for your patience, I do apologize for not answering you sooner. Here are the answers to your questions:

“One of our bottling lines has a significant length (730 m/Return pipeline 740m), which increases the utilities consumes of the brewery. I would like to know more details about the advantages of the pig system.”

Regardless of the length of a pipeline pigging can and will help you save product, thus saving money. The longer the line the more the savings. It is very basic, when you have product in a line the only way to get the product out is to blow with air, nitrogen or gas, which is inefficient leaving much product in the line, rinse with water or cleaning solution rendering the product useless thus wasted, or put in an object to push the product out of the line, thus pigging. Product is all removed as usable product, water or CIP solution can be run and then removed by pigging. Because the line is 99+% clean of product the water/CIP can be reused saving in dumping of waste water expenses.

“For instance, what determines the frequency of the CIP procedure using this type of system?”

It depends on the customer, the product, government regulations and family of product. If you CIP on a daily bases because you have to clean out product before running a different product you will find you do not have to wash lines between product runs because product has been removed from the line. This is especially true if running products that are different but from the same family. We are working with brewery's that only CIP once a week. In some industries such as dairy they are required to CIP daily, but still find pigging saves product and waste costs.

“Is it possible to do that procedure to the beer pipeline and the bottling filler simultaneously? What kind of system do you have to do so? The CIP system should be in the cellar?”

It really depends on your set up, if you are asking if you can move the beer from the line to the filler the answer is yes.

I have attached a profile of a pigging system. This is for a brewery we are working with to put in a system. This is generic so keep in mind it can be changed to meet your needs. In some cases customers use a two pig system to keep any air from the product, so this also is available.

If you have any questions or comments please feel free to contact me.

Thank you and Regards