



Nº 356.668

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante : UNILEVER N.V.

Residencia : Museumpark 1, ROTTERDAM HOLANDA

Enunciado : "UN PROCEDIMIENTO PARA LA ESTERILIZACION
DE SUPERFICIES SOLIDAS"

Prioridad : de la solicitud de patente británica No.
35.123/67 del 31 de Julio de 1967.

VO.



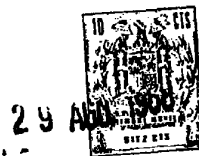
5 Este invento se relaciona con un método para esterilizar superficies sólidas, más particularmente superficies de envases de productos alimenticios, farmacéuticos y similares, tales como latas, envases de plástico, tarros de vidrio y cerámica, por medio de cloruro de hidrógeno gaseoso.

Por esterilización debe entenderse que se exterminan sensiblemente todas las esporas vivas de bacterias aeróbicas y anaeróbicas y células vegetativas de microorganismos.

10 De acuerdo con el invento se ha observado que las superficies sólidas pueden esterilizarse de manera muy simple y efectiva poniéndolas en contacto, a temperatura ambiente y durante cierto tiempo, con una atmósfera que contiene una cantidad de cloruro de hidrógeno gaseoso y, con preferencia, también una cantidad de vapor de agua, en tales condiciones que, después de efectuar la esterilización, la superficie se halla sensiblemente exenta de ácido clorhídrico. Quiere darse a entender con esto que, en caso de hallarse presente en la superficie algo de ácido clorhídrico, la cantidad correspondiente es tal que no producirá efecto perjudicial alguno sobre el material a partir del cual se ha preparado la superficie y, eventualmente, sobre la calidad del producto posteriormente colocado en el envase, de tal modo que no se precisa lavar luego las superficies.

25 El origen del cloruro de hidrógeno gaseoso presente en la atmósfera no es un factor esencial. Puede introducirse como tal, por ejemplo, a partir de un cilindro, o bien puede utilizarse un producto que espontáneamente o bajo la influencia de la humedad produzca cloruro de hidrógeno. Ejemplos de tales productos son cloruro de aluminio, pentacloruro de fósforo, oxiclорuro de fósforo y similares. No obstante, en una forma de realización muy simple y preferida del invento, se evapora una solución acuosa de cloruro de hidrógeno

30



para proporcionar una atmósfera de una composición apropiada.

5 So ha comprobado que la eficacia del procedimiento depende de los siguientes factores: a) temperatura; b) composición de la atmósfera con respecto a su contenido de cloruro de hidrógeno y vapor de agua y c) duración del contacto. Todos estos factores son interdependientes, y por lo tanto es imposible facilitar valores absolutos para los parámetros respectivos. No obstante, para fines prácticos, o sea para hacer el procedimiento apto para usos industriales, es conveniente restringir los valores de los parámetros indicados a ciertos límites preferidos según se indica a continuación, con lo cual se manifiesta explícitamente que estos límites no pueden combinarse ad libitum y que no deben ser interpretados como limitadores del invento en modo alguno.

15 Con respecto a la temperatura, puede decirse que a una mayor temperatura puede usarse una menor concentración de cloruro de hidrógeno gaseoso y/o un menor tiempo de contacto. Según se indica anteriormente, el procedimiento se lleva a cabo a temperatura ambiente, lo cual significa una temperatura de entre -5° y 40°C , de ordinario entre 0° y 30°C , en particular entre 15° y 25°C .

20 Cuando se usa ácido clorhídrico acuoso como fuente de cloruro de hidrógeno y de vapor de agua, la composición de la atmósfera es con preferencia tal que el cloruro de hidrógeno gaseoso ejercerá una presión parcial (p_{HCl}) de entre 0,05 y 50 mm., con preferencia entre 0,5 y 20 mm., mientras que la presión parcial del vapor de agua ($p_{\text{H}_2\text{O}}$) será entre 1 y 20 mm., con preferencia entre 5 y 15 mm. Estas condiciones pueden lograrse evaporando una cantidad adecuada de ácido clorhídrico acuoso de una concentración de 10 a 37% en peso, preferentemente de una concentración de 18 a 30% en peso.

30 En el caso de que la temperatura de la superficie que



5 ha de esterilizarse sea inferior que la del medio ambiente, debe cuidarse que la composición de la atmósfera sea tal que la temperatura de la superficie sobrepase el punto de rocío del vapor de agua presente en la atmósfera, ya que de otro modo se formará un condensado acuoso, contentivo de ácido clorhídrico, sobre la superficie.

Finalmente los valores de los parámetros citados anteriormente se determinan de tal manera que se logra una esterilización efectiva en 24 horas, con preferencia en 60 minutos.

10 Los valores indicados anteriormente son idóneos para superficies suaves. Sin embargo, ya que es importante que el cloruro de hidrógeno tenga libre acceso a todas las partes de la superficie, está claro que la esterilización de superficies plegadas, tales como las costuras de las latas, requerirá más tiempo de contacto y/o mayor concentración de cloruro de hidrógeno que la esterilización de superficies suaves.

15 Por otra parte debe entenderse que antes de exponerlas superficies al proceso de esterilización habrán de limpiarse y secarse por métodos convencionales con el fin de eliminar gruesas impurezas. Incluso entonces las superficies pueden aún ser contaminadas por compuestos que dificulten el proceso de esterilización. Tales compuestos son por ejemplo carbonato cálcico, ácidos grasos y sales respectivas, aceites, grasa y proteínas, tales como proteínas de la leche, dependiendo esto también de la cantidad y tipo de la impureza adherente; una esterilización efectiva necesitará un tratamiento más prolongado y/o una mayor concentración de ácido clorhídrico productor de cloruro de hidrógeno, cuyas condiciones pueden determinarse experimentalmente.

25 El procedimiento de acuerdo con el invento es particularmente útil para la esterilización de las superficies interiores

30



de los envases de productos alimenticios, tales como latas, envases de plástico, tarros de vidrio o cerámica, etc., en cuyo caso el procedimiento se aplica convenientemente como parte del proceso de envasado. Además puede emplearse el procedimiento para la esterilización de las superficies interiores de otros recipientes, susceptibles de ser utilizados por ejemplo para el envase de medios bacteriológicos y cultivos bacteriológicos, para la esterilización de láminas de plástico o papel, destinadas a envolver material susceptible a la contaminación microbiológica y para la esterilización de instrumentos quirúrgicos. Finalmente el procedimiento puede usarse para la esterilización de superficies de materiales finamente divididos, tales como cristales de sales de cocina, etc., susceptibles de ser usados como ingredientes de alimentos pre-esterilizados. En el último caso deben tomarse medidas para asegurar que la superficie total de las partículas sea expuesta a la atmósfera contentiva de cloruro de hidrógeno. También aquí las condiciones idóneas para lograr una esterilización efectiva pueden determinarse mediante simples experimentos.

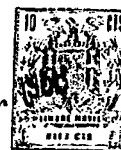
El procedimiento es ilustrado por los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1

Fueron preparadas suspensiones de esporas mezclando 10 g. hiflo, con un contenido de 10^5 esporas (especies Clostridium y Bacillus) por g. con 70 ml. de agua.

Se extendieron 2 ml de tal suspensión en forma uniforme sobre la superficie interior de botellas de vidrio de un volumen de 300 ml. Tras eliminar el exceso de la suspensión de esporas invirtiendo las botellas durante un corto tiempo, se socaron durante 21 horas a una temperatura de 60 a 70°C. A continuación se introdujo 0,25 ml. de ácido clorhídrico acuoso en cada botella, tras lo cual

24



se cerraron estas botellas herméticamente por medio de una cápsula de plástico. Las botellas así tratadas fueron mantenidas durante un periodo y a una temperatura predeterminados. Después de abrir las botellas se lavaron con 10 ml. de una solución acuosa estéril de una cantidad estequiométrica de hidróxido sódico. Se disolvió una cantidad suficiente de agar-agar en este licor de lavado y se incubó la solución durante 2 a 3 días a 30°C tras de lo cual se determinó el número de esporas supervivientes por métodos convencionales. Los resultados se facilitan en las Tablas I y 2.

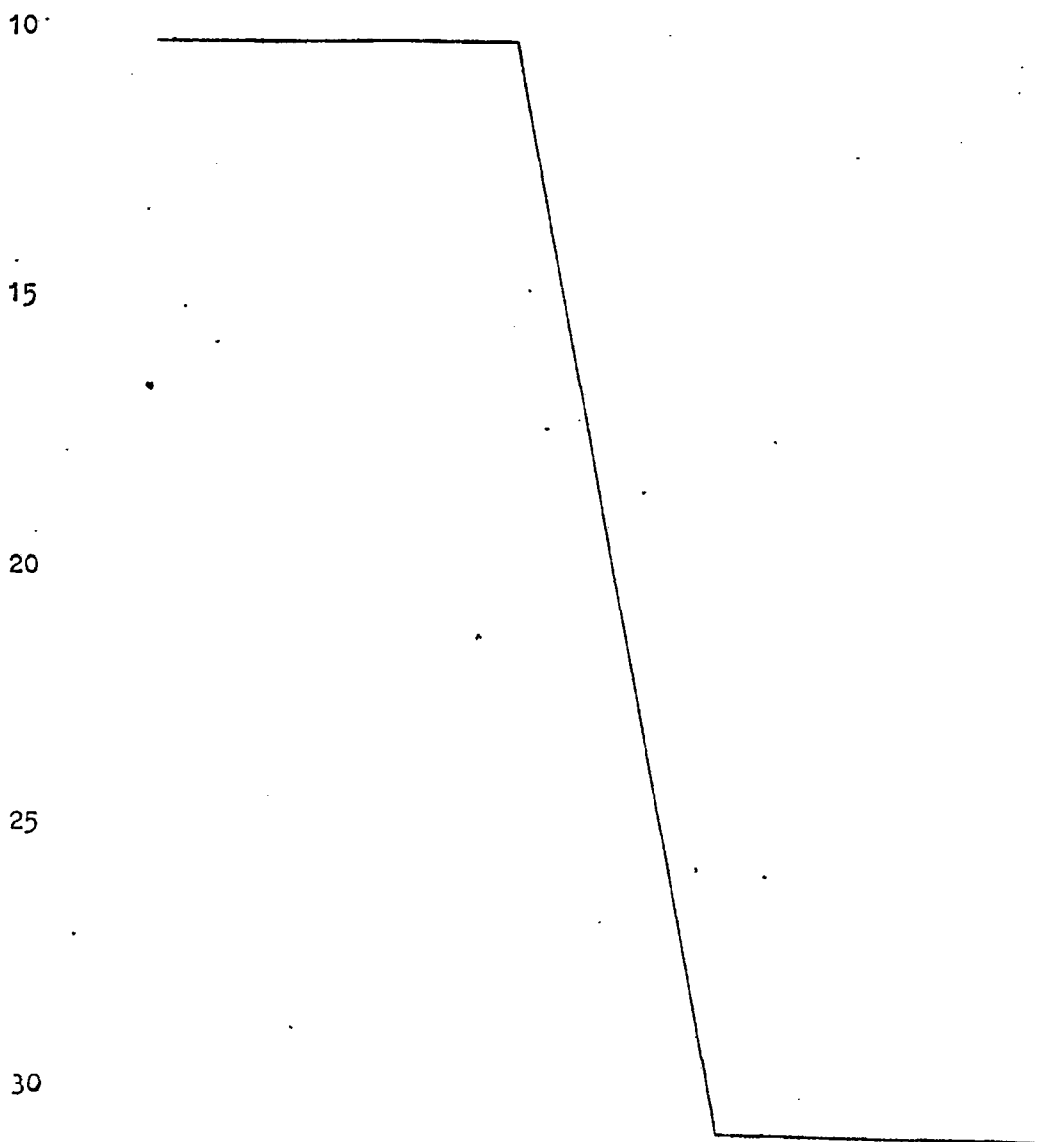




TABLA I

Temperatura °C	0		5		20				
Cono. HCl en %	18	24	31	37	18	24	31	37	
P _{HCl} en mm. Hg.	0,014	0,18	4,2	20,4	0,10	1,0	9,6	32	
P _{H₂O} en mm. Hg.	2,86	2,04	1,82	1,24	11,2	8,28	5,55	4,25	
5	Tiempo cont.mn.	Supervivencia (Bacillus sp.)							
	5	15x10 ³	10,5x10 ³	50	1,0x10 ²	14x10 ³	60	< 10	< 10
	10	23,5x10 ³	4,2x10 ³	30	< 10	1,1x10 ³	< 10	< 10	< 10
	20	13,5x10 ³	4,2x10 ³	< 10	< 10	50	< 10	< 10	< 10
	40	4x10 ³	< 100	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
10	60	1,3x10 ³	20	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	
Referencia	10,3x10 ³		23,6x10 ²		2,5x10 ⁴				

^ Media de 3 ciclos.

TABLA 2

Tiempo de contacto: 30 minutos.

Temp. °C	Cono. HCl en %	F _{HCl}	P _{H₂O}	supervivientes ^		
				Bac. sp.	Clostr.sp.	
15	0	26	0,41	1,78	60	40
		28	0,45	1,52	20	20
		30	2,12	1,30	< 10	< 10
		32	4,4	1,10	< 10	< 10
20	15	22	0,31	6,68	< 10	< 10
		24	0,66	6,01	< 10	< 10
		26	1,40	5,31	< 10	< 10
20	20	18	0,102	11,2	80	< 10
		20	0,228	10,2	< 10	< 10
25		22	0,475	9,25	< 10	< 10
		24	1,02	8,28	< 10	< 10
30		18	0,26	±20,6	< 10	< 10
		20	0,54	18,7	< 10	< 10
		22	1,08	17	< 10	< 10
Referencia	-	-	-	-	8,5x10 ³	8,2x10 ³

^ Media de 3 ciclos

29



Ejemplo 2

Se prepararon suspensiones contentivas de 10^5 /ml. de los siguientes microorganismos: Penicillium glaucum (P.g.), Monascus ruber (M.r.), Cladosporium suaveolens (C.s.), Mycobacterium phlei (Myc.p.) y Mycobacterium rubrum (Myc.r.).

Botellas de vidrio de un volumen de 180 ml, fueron infectadas con iguales cantidades de la suspensión y secadas durante la noche. Después de introducir 1 gota de ácido clorhídrico al 30% en cada una de las botellas, fueron éstas cerradas y mantenidas durante diferentes períodos a una temperatura de 20°C.

El número de mohos y especies Mycobacterium supervivientes fue determinado por métodos corrientes. Los resultados se facilitan en la Tabla 3.

TABLA 3

Tiempo de contacto en hrs.	Referencia					Tras esterilización c/ HCl				
	P.g.	M.r.	C.s.	Myc.r.	Myc.p.	P.g.	Mr.	Cs.	Myc.r	Myc.p
0,1	120	20	110	10^3	10^4	40	10	70	9×10^3	10^2
1	40	40	100	$1,2 \times 10^3$	$1,1 \times 10^4$	0	0	0	19	0
2	80	26	150	$1,1 \times 10^3$	$1,0 \times 10^4$	0	0	0	0	0
3	140	33	220	$1,0 \times 10^3$	$1,1 \times 10^4$	0	0	0	0	0
4	50	23	250	10^3	$1,1 \times 10^4$	0	0	0	0	0
5	70	19	220	$1,2 \times 10^3$	$1,2 \times 10^4$	0	0	0	0	0

Ejemplo 3

Fueron colocados grupos de 10 latas barnizadas interiormente (58x144, 5 mm.) en una caja de plástico de 25 l., junto con una botella de vidrio de cuello ancho que contenía 25 ml. de ácido clorhídrico al 30%. Tras un tiempo de exposición específico a 20°C fueron llenadas las latas asépticamente con extracto de carne estéril y cerradas herméticamente por medio de una máquina de precintar preesterilizada. Después de un tiempo



de incubación de 5 días se abrieron y examinaron las latas para determinar la presencia de bacterias formadoras y no formadoras de esporas.

Se obtuvieron los siguientes resultados:

5

Tiempo de exposición 60 min.: 5 de 10 latas no estériles

Tiempo de exposición 120 min.: 1 de 10 latas no estéril

Tiempo de exposición 180 min.: todas las latas estériles.

10

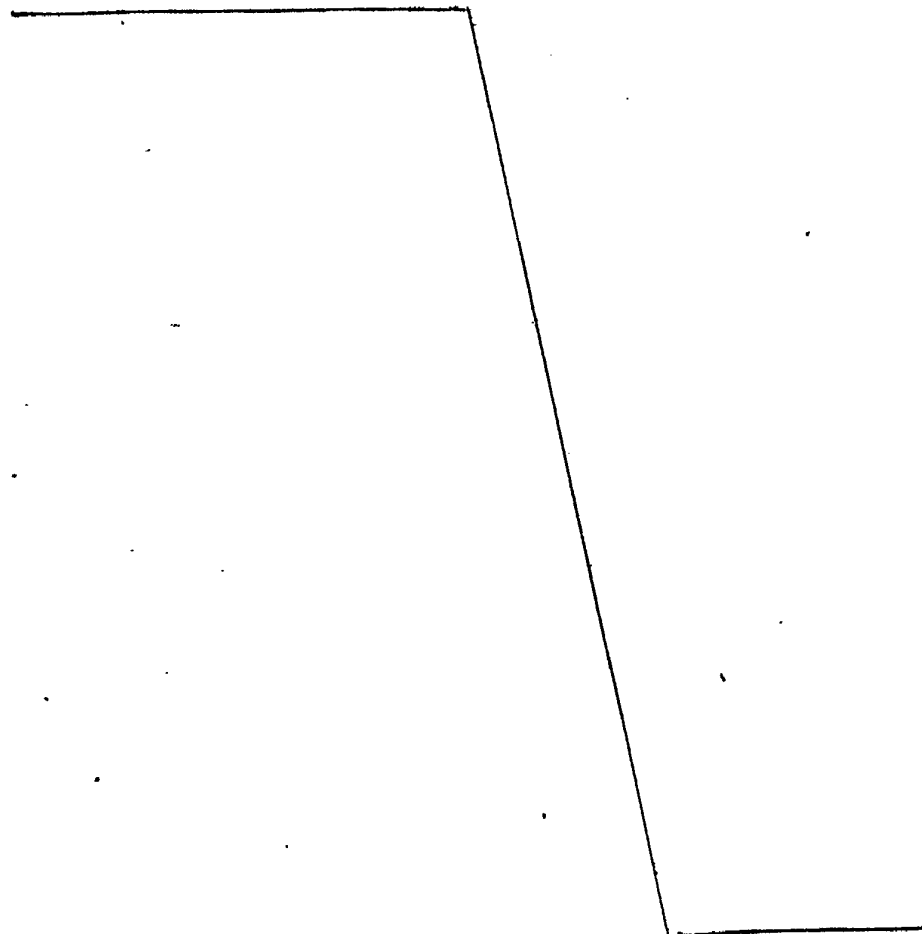
En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

15

20

25

30





REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para la esterilización de superficies sólidas, caracterizado por el hecho de que dichas superficies son expuestas a una temperatura de entre -5° y 40°C a una atmósfera que contiene cloruro hidrógeno gaseoso durante tal periodo que sensiblemente todas las esporas vivas de bacterias aeróbicas y anaeróbicas y células vegetativas de microorganismos resultarán muertas y bajo tales condiciones que tras haber logrado la esterilización la superficie esterilizada se hallará sensiblemente exenta de ácido clorhídrico.
- 10 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la temperatura a la cual se lleva a cabo está comprendida entre 0° y 30°C .
- 15 3. Un procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que la temperatura está comprendida entre 15° y 25°C .
- 20 4. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la atmósfera a la cual se expone la superficie también contiene cierta cantidad de vapor de agua.
- 25 5. Un procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por el hecho de que el cloruro hidrógeno gaseoso y el vapor de agua presentes en la atmósfera se producen mediante evaporación de ácido clorhídrico acuoso.
- 30 6. Un procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que la presión parcial del cloruro hidrógeno gaseoso presente en la atmósfera se halla comprendida entre 0,05 y 50 mm. Hg. y que la presión parcial del vapor de agua está comprendida entre 1 y 20 mm.
7. Un procedimiento según la reivindicación 6, caracte-



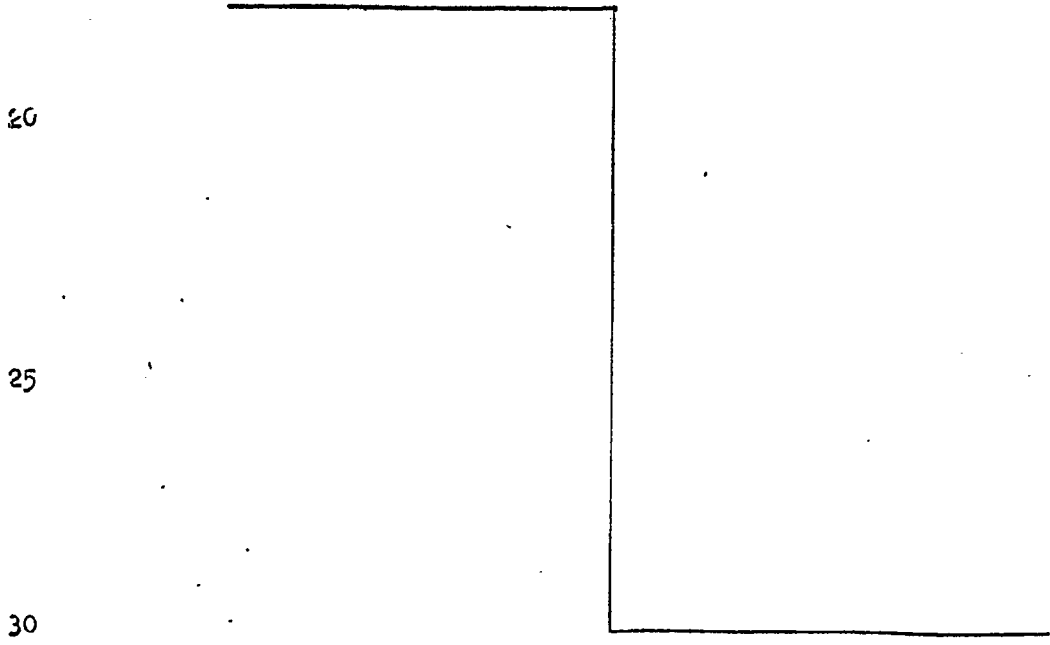
rizado por el hecho de que la presión parcial del cloruro hidrógeno gaseoso se halla comprendida entre 0,5 y 20 mm. Hg. y que la presión parcial del vapor de agua está comprendida entre 5 y 15 mm. Hg.

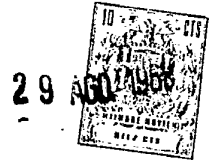
5 8. Un procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que el ácido clorhídrico acuoso usado posee una concentración de entre 10 y 37% en peso.

9. Un procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por el hecho de que el ácido clorhídrico acuoso usado posee una concentración de entre 18 y 30% en peso.

10 10. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la superficie susceptible de ser esterilizada es la superficie interior de un recipiente que ha de usarse para el envasado de productos alimenticios.

15 11. Un procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por el hecho de que el mismo es llevado a cabo como parte del proceso de envasado de productos alimenticios.





12. Se reivindica por último como objeto sobre el que
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIE
TO PARA LA ESTERILIZACION DE SUPERFICIES SOLIDAS"

5 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente
Memoria que consta de doce páginas mecanografiadas.

Madrid, 30 de Julio 1968

BERNARDO UNGRIA

P.D.

10

15

20

25

30