

"SISTEMA DE ESTERILIZAÇÃO DE  
EMBALAGENS"

Refere-se o presente relatório a uma Patente de Invenção que trata de um sistema para esterilização de embalagem, que tem como função permitir a  
5 obtenção da assepsia, ou seja, esterilidade comercial de embalagens visando melhor qualidade de alimentos industrializados.

A presente patente será por-  
10 menorizadamente descrita com referência aos desenhos abaixo relacionados, nos quais:

a figura 1 ilustra uma vista esquemática do sistema de sanificação de garrafas por aspensão de agente  
sanificante;

15 a figura 2 ilustra esquematicamente um detalhe do bico aspersor para enxágüe e sanificação de uma garrafa;

as figuras 3 e 4 ilustra também de forma esquemática esquemas da esterilização de garrafas, fluxo de  
20 sanitizante e fluxo de água estéril de enxágüe;

a figura 5 ilustra um diagrama de teste para avaliação de desempenho de agentes químicos na sanificação  
de garrafas; e

a figura 6 ilustra uma diagrama referente ao método da so-  
25 lução de enxágüe

De conformidade com o quanto ilustram as figuras acima relacionadas, o sistema de esterilização de embalagens objeto desta Patente de Invenção

prevê que a esterilização propriamente dita seja alcançada através de uma aspersão com produtos químicos germicidas seguida de enxágüe com água estéril para remoção residual dos sanitizantes.

5 Sua aplicação principal é para uso em acondicionamento asséptico de alimentos. Para tal, foi desenvolvido um protótipo cujas características técnicas são as seguintes: projetou-se um equipamento em aço inox 304, consistindo-se de dois tanques paralelos e  
10 acoplados em um só conjunto, contendo em cada um deles, um bico aspersor para formar um spray do sanificante e da água de enxágüe.

Esses produtos são bombeados por determinado tempo, controlado por temporizador e válvula solenóide. Dessa maneira, substitui-se o processo de  
15 imersão em tanque, melhorando o desempenho do agente sanificante, em função da força mecânica promovida pelo bico aspersor e obtendo-se maior velocidade no processo.

As figuras 1, 2, 3 e 4 mostram o equipamento de sanificação ora tratado, o qual acompanha tanques para o sanitizante e sistema de esterilização e resfriamento da água de enxágüe.  
20

Mais especificamente no que diz respeito à figura 1 é possível observar que o equipamento de sanitização compreende um reservatório de sanitizante 1, um reservatório de água 2, um esterilizador de  
25 água 3, um trocador de calor 4, bombas centrífugas 5, dreno para descarte de água 6, bicos aspersores 7 (sendo um de

sanitizante e outro de água), e dispositivos de controle de tempo e temperatura 9.

Na mesma figura 1, é ilustrada como exemplo uma garrafa 8 que encontra-se em posicionamento relativo com o bico aspersor de sanitizante.

A figura 2 por sua vez ilustra de forma esquemática um detalhe do bico aspersor 7 para enxágüe e sanificação da garrafa 8.

A figura 3 ilustra um esquema que representa a operação de sanitização de uma garrafa, dita vista demonstra o reservatório de sanitizante 1, que é ligado a um meio de aquecimento 10 e deste para uma bomba centrífuga 5, sendo que na referida figura 3 é ilustrada ainda uma garrafa 8 devidamente posicionada com relação a um bico aspersor 7, dita garrafa 8 após esta etapa encontra-se em uma condição totalmente estéril.

A figura 4 ilustra um esquema de enxágüe pelo qual passa a garrafa 8 após ter sido submetida à sanitização (figura 3), sendo que na referida figura 4 são indicados o esterilizador de água 3, o trocador de calor, o reservatório de água 2, a bomba centrífuga 5, o bico aspersor 7 e a garrafa 8 que após passar por esta etapa encontra-se em uma condição de estéril e enxaguada.

Segue-se abaixo os testes de eficiência e validação do sistema ora proposto, onde foram avaliados o desempenho de produtos comercialmente disponíveis para a sanificação de embalagens para alimentos, o Asepticper® (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 35%), Proxitane®1512 (mistura composta por

15% de ácido peracético e 23% de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), ambos fornecidos pela Peróxidos do Brasil, Vortexx<sup>®</sup> (6,9% de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e 4,7% de ácido peracético), fornecido pela Ecolab e etanol 70% na sanificação de garrafas de polietileno tereftalato (PET) 5 500ml à temperatura ambiente. Foram testadas garrafas inoculadas com células de Enterobacter aerogenes ATCC 13048, uma média quantificada de 7,5x10<sup>6</sup> UFC/garrafa, e garrafas com contaminação natural do ambiente de estocagem, usando o teste desafio e o método de enxágüe para contagem dos mi- 10 croorganismos. As soluções de Proxitane<sup>®</sup> testadas continham 0,1, 0,3, 0,5 e 1% de ácido peracético e as soluções de Vortexx 0,13 e 0,30% do produto na forma comercial.

A capacidade de detectar diferenças na eficiência do sanificante foi essencial para 15 selecionar o melhor agente químico. Para atingir este objetivo, dois desafios técnicos tiveram que ser solucionados. Primeiro, a superfície das garrafas foi inoculada uniformemente antes de se aplicar a técnica de desinfecção. Segundo, a inoculação ocorreu em um nível alto para que as dife- 20 renças entre os sanificantes fossem detectadas.

As garrafas foram sanificadas pelo uso do bico aspersor com os respectivos sanitizantes por tempo variado e em seguida enxaguadas com água estéril também por aspersão por 7 segundos.

25 A metodologia aplicada no monitoramento microbiológico das garrafas foi baseada no teste desafio para avaliar o desempenho de lavadoras de garrafas de água mineral, proposta por SILVA (1999) e na meto-

dologia da solução de enxágüe, proposta por SVEUM et al (1992). Os resultados foram expressos em número de reduções decimais (RD). A figura 5 mostra o fluxograma do procedimento adotado.

5 Na figura 5 é ilustrado um diagrama do teste desafio acima mencionado.

Inicialmente as garrafas e tampas plásticas foram desinfetadas em etanol 70%(v/v) durante 2 minutos. Este tempo foi previamente verificado assegurando a completa desinfecção das embalagens. As garrafas foram tampadas com algodão estéril e mantidas em ambiente limpo durante 24h, aproximadamente, para garantir a eliminação completa do resíduo de etanol;

15 Uma alçada de uma cultura pura de *Enterobacter aerogenes* ATCC 13048 foi inoculada em 30mL de caldo tripticase de soja (TSB) e incubado a 35°C/24h.

Os 30mL de cultura foram transferidos para 30mL de água peptonada 0,1% estéril. Sob constante agitação, foi retirada uma alíquota de 1mL, diluída e plaqueada. Contagens da ordem de  $10^8$ UFC/mL foram verificadas confirmando a alta viabilidade celular. Da mesma suspensão também foi retirada alíquotas de 0,5mL em micropipeta e adicionadas nas garrafas, previamente desinfetadas. Depois de tampadas, as garrafas foram vigorosamente agitadas de forma que a alíquota da suspensão de células pudesse se distribuir por toda a sua superfície interna. As garrafas foram tampadas com gase estéril e secas em estufa a 37°C durante 12h para que as células ficassem bem fixadas

à sua superfície.

Três das garrafas contamina-  
das foram separadas, para a quantificação do inóculo inicial.  
A cada uma das garrafas foi adicionado 20mL de água pepto-  
5\_ nada 0,1% estéril. As garrafas foram agitadas vigorosamente  
para lavar as paredes e remover as células da superfície  
interna. 1 mL da água de lavagem foi coletada, diluída,  
plaqueada em ágar padrão para contagem (PCA) e incubadas a  
35°C/48h. As placas foram submetidas à contagem e a média  
10 do valor obtido entre as três garrafas foi considerada como  
inóculo inicial.

Para a realização do teste  
desafio, novas séries de três garrafas foram imersas nos  
diferentes sanificantes. As garrafas foram mantidas em con-  
15 tato com o agente sanificante por tempo variado e em segui-  
da enxaguadas em água estéril para remoção do residual quí-  
mico. Foi usada uma água de enxágüe para cada sanificante.

A quantificação das células  
sobreviventes seguiu o mesmo procedimento utilizado na  
20 quantificação do inóculo inicial. O número de RD obtido em  
cada garrafa foi calculado subtraindo o log do número de  
sobreviventes (N) do log do inóculo inicial ( $N_0$ ). A figura  
3 ilustra o procedimento descrito.

Um novo teste foi realizado  
25 com garrafas expostas à contaminação do ambiente de estoca-  
gem. Neste caso, as concentrações dos sanificantes foram  
selecionadas com base no desempenho verificado no teste de-  
safio. O procedimento adotado é representado pela figura 6.

Todos os testes foram feitos em triplicata e a sua média foi apresentada como resultado.

A Tabela 3 evidencia a eficácia superior do peróxido de hidrogênio comparado ao etanol, nas suas respectivas concentrações testadas. Nota-se que, mesmo para tempos de exposição bastante reduzidos o peróxido de hidrogênio atingiu um número de reduções decimais (RD) superior ao etanol, cujo tempo de contato com as garrafas foi significativamente superior.

10 Tabela 3 - Avaliação do desempenho do etanol e Asepticper® na sanificação de garrafas contaminadas com células de *Enterobacter aerogenes*.

| Sanificante Químico | Conc(%)                                 | Tempo de Exposição (segundos) | TEMP (°C) | N <sub>0</sub> *     | N*                    | RD (LogN <sub>0</sub> /N) |
|---------------------|---|-------------------------------|-----------|----------------------|-----------------------|---------------------------|
| Etanol              | 70 (v/v)                                | 40                            | 25        | 1,1x10 <sup>6</sup>  | 8,0 x10 <sup>0</sup>  | 5,1                       |
| Asepticper®         | 35% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (p/p) | 2                             | 23        | 3,6 x10 <sup>7</sup> | <2,0 x10 <sup>1</sup> | >6,3                      |

\* UFC/Garrafa

N<sub>0</sub> - Contagem Inicial

15 N - Número de Sobreviventes

A Tabela 4 mostra os resultados dos testes feitos com soluções de Proxitane® preparadas com diferentes concentrações de ácido peracético e dois tempos de exposição. Nota-se que para 3 segundos de contato as concentrações de 0,3, 0,5 e 1,0% de ácido peracético atingiram valores superiores a 4,9 RD no número de células. Uma eficiência inferior foi observada quando se utilizou a concentração de 0,1% de ácido peracético durante dez segundos.

As concentrações do produto Vortexx® na solução foram definidas com base nos limites superior e inferior propostos pelo fabricante em operações de sanificação. Os resultados da Tabela 3 indicam o desempenho do sanificante, não tendo sido notada praticamente nenhuma diferença entre as duas concentrações testadas para os mesmos tempos de exposição.

Tabela 4 - Avaliação do desempenho do Proxitane® na sanificação de garrafas contaminadas com células de Enterobacter aerogenes.

| Concentração de ácido peracético na solução (% v/v) | Tempo de exposição (segundos) | TEMP (°C) | N <sub>0</sub> *    | N*                    | RD (LogN <sub>0</sub> /N) |
|---|-------------------------------|-----------|---------------------|-----------------------|---------------------------|
| 1,0   | 3                             | 24        | 1,5x10 <sup>6</sup> | < 2,0x10 <sup>1</sup> | > 4,9                     |
| 0,5   | 3                             | 22        | 1,5x10 <sup>7</sup> | < 2,0x10 <sup>1</sup> | > 5,9                     |
| 0,3   | 3                             | 23        | 2,6x10 <sup>6</sup> | < 2,0x10 <sup>1</sup> | > 5,1                     |
| 0,1   | 10                            | 23        | 1,1x10 <sup>6</sup> | 1,1x10 <sup>2</sup>   | 4,0                       |

\* UFC/Garrafa

N<sub>0</sub> - Contagem Inicial

N - Número de Sobreviventes

Tabela 5 - Avaliação do desempenho do vortexx® na sanificação de garrafas contaminadas com células de Enterobacter aerogenes.

| Conc (% V/V)* | Tempo de Exposição (segundos) | TEMP (°C) | N <sub>0</sub> **   | N**                 | RD (LogN <sub>0</sub> /N) |
|---------------|-------------------------------|-----------|---------------------|---------------------|---------------------------|
| 0,13          | 10                            | 25        | 1,1x10 <sup>6</sup> | 5,0x10 <sup>3</sup> | 2,3                       |
| 0,30          | 10                            | 25        | 1,3x10 <sup>6</sup> | 4,8x10 <sup>3</sup> | 2,4                       |

\* Expresso como produto total, não como ingredientes ativos

\*\* UFC/Garrafa

N<sub>0</sub> - Contagem Inicial

N - Número de Sobreviventes

Garrafas expostas a contaminação naturalmente presente no ambiente de estocagem foram sanificadas com os agentes anteriormente testados. Todas garrafas foram postas em contato com os sanificantes durante 5 e 10 segundos à temperatura de 23°C e 25°C, respectivamente. As concentrações escolhidas basearam-se nos resultados dos testes anteriores; ou seja, foram selecionadas aquelas que tiveram um desempenho mais satisfatório. Os valores apresentados nas Tabelas 6 e 7 são uma média dos resultados obtidos a partir de três repetições.

Como mostra a Tabela 6, o desempenho dos sanificantes frente à contaminação natural presente nas garrafas foi bastante semelhante. Entre os microrganismos sobreviventes, notou-se uma predominância de fungos em todas as garrafas analisadas após o processo de sanificação, sugerindo sua maior resistência à ação química comparada às células bacterianas.

Tabela 6 - Desempenho de agentes químicos na sanificação de garrafas plásticas a 23°C e 5 segundos de exposição

| Sanificante             | Concentração                            | N <sub>0</sub> *    | N*  | RD<br>(LogN <sub>0</sub> /N) |
|-------------------------|---|---------------------|-----|------------------------------|
| Asepticper <sup>®</sup> | 35% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (p/p) | 2,1x10 <sup>2</sup> | 2,3 | 2,0                          |
| Etanol                  | 70% (v/v)                               | 2,1x10 <sup>2</sup> | 2,3 | 2,0                          |
| Proxitane <sup>®</sup>  | 0,3% (v/v) de ácido peracético          | 2,1x10 <sup>2</sup> | 3,0 | 1,8                          |
| Vortexx <sup>®</sup>    | 0,3% (v/v) do produto                   | 2,1x10 <sup>2</sup> | 3,0 | 1,8                          |

\* UFC/Garrafa

N<sub>0</sub> - Contagem Inicial

N - número de sobreviventes

A Tabela 7 mostra que para o

tempo de 10 segundos de exposição todos os sanificantes foram, de forma similar, eficientes. O número de microrganismos nas garrafas foi reduzido a valores próximos a zero pela ação sanificante; embora a contagem inicial de células tenha sido inferior quando comparado aos números da Tabela 6. Isso evidencia a falta de uniformidade da contaminação presente nas garrafas expostas ao ambiente; fato também observado por ROLAND (1996).

10 Tabela 7 - Desempenho de agentes químicos na sanificação de garrafas plásticas a 25°C e 10 segundos de exposição

| Sanificante             | Concentração                            | N <sub>0</sub> *    | N*  |
|-------------------------|---|---------------------|-----|
| Asepticper <sup>®</sup> | 35% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (p/p) | 1,9x10 <sup>1</sup> | 0   |
| Etanol                  | 70% (v/v)                               | 1,9x10 <sup>1</sup> | 0,3 |
| Proxitane <sup>®</sup>  | 0,3% (v/v) de ácido peracético          | 1,9x10 <sup>1</sup> | 0,7 |
| Vortexx <sup>®</sup>    | 0,3% (v/v) do produto                   | 1,9x10 <sup>1</sup> | 0,3 |

\* UFC/Garrafa

N<sub>0</sub> - Contagem Inicial

N - número de sobreviventes

15 As concentrações dos sanificantes químicos, enquadradas dentro dos limites propostos para aplicação na esterilização de materiais de embalagem, foram testadas e escolhidas visando o alcance de tempos de exposição reduzidos e elevada destruição da carga microbiana. A necessidade de tempos de exposição reduzidos se fundamenta na agilidade dos processos industriais de sanificação de embalagens atualmente disponíveis.

20 É importante interpretar os resultados obtidos no estudo do desempenho das soluções sanificantes, observando que este estudo, utilizou células

bacterianas vegetativas. Testes realizados com fungos ou outros microrganismos formadores de esporos certamente apresentariam resultados distintos. Entretanto, os testes realizados neste trabalho indicam a eficiência relativa entre os sanificantes químicos e suas respectivas concentrações empregadas; representando, portanto, um importante referencial para os processos de sanificação de garrafas plásticas.

O Asepticper<sup>®</sup> atingiu valores superiores a 6,3 reduções decimais (RD) no número de células durante 2 segundos de contato. Para as soluções de Proxitane<sup>®</sup> com 0,3, 0,5 e 1% de ácido peracético os resultados foram superiores a 4,9 RD durante 3 segundos. A solução de Proxitane<sup>®</sup> contendo 0,1% de ácido peracético atingiu 4 RD durante 10 segundos de contato. O etanol 70% apresentou 5,1 RD durante 40 segundos e as soluções de Vortexx<sup>®</sup>, 2,3 e 2,4 RD para as concentrações de 0,13 e 0,30%, respectivamente, em 10 segundos de contato. Conclui-se, portanto, que os produtos Asepticper<sup>®</sup> e Proxitane<sup>®</sup> com concentrações de ácido peracético iguais ou superiores a 0,3% se destacaram com maior eficiência de sanificação das garrafas em teste.

Observando a Tabela 8, os resultados dos testes sensoriais concluíram que houve diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre amostras acondicionadas em garrafas sanificadas sem enxágue final e em garrafas não sanificadas, para todos os sanificantes. Quando as garrafas foram enxaguadas após a sanificação não houve diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre as amostras acondicionadas em gar-

rafas sanificadas e não sanificadas, apenas quando foi utilizado o etanol 70%. Concluiu-se que os produtos Asepticper<sup>®</sup> e Proxitane<sup>®</sup> com concentrações de ácido peracético iguais ou superiores a 0,3% apresentaram excelente desempenho nas condições de teste. Sensorialmente, o suco de laranja foi sensível à ação residual dos sanificantes indicando a necessidade de um rigoroso enxágüe após a operação de sanificação das garrafas.

Tabela 8 - Seleções corretas das amostras acondicionadas em garrafas sanificadas com e sem enxágüe final obtidas no teste triangular

| Sanificante                                    | Suco de laranja |                 |
|--|-----------------|-----------------|
|  | Sem enxágüe     | Com enxágüe     |
| Etanol 70%                                     | 15              | 9 <sup>ns</sup> |
| Vortexx <sup>®</sup> 0,3%                      | 14              | 14              |
| Asepticper <sup>®</sup> (H2O2 35%)             | 16              | 14              |
| Proxitane <sup>®</sup> (ácido peracético 0,3%) | 18              | 14              |

número de julgamento: 27

ns: não significativo ( $p < 0,05$ )

## REIVINDICAÇÕES

1. "SISTEMA DE ESTERILIZAÇÃO DE EMBALAGENS", caracterizado pelo fato de prever o emprego de um equipamento de sanitização compreende um reservatório de sanitizante (1), um reservatório de água (2), um esterilizador de água (3), um trocador de calor (4), bombas centrífugas (5), dreno para descarte de água (6), bicos aspersores (7), sendo um de sanitizante e outro de água, e dispositivos de controle de tempo e temperatura (9).

2. "SISTEMA DE ESTERILIZAÇÃO DE EMBALAGENS", segundo o reivindicado em 1, caracterizado pelo fato de que o equipamento utilizado no presente sistema permite tanto a sanitização de uma embalagem (8), como também e posteriormente o seu enxágüe.

3. "SISTEMA DE ESTERILIZAÇÃO DE EMBALAGENS", segundo o reivindicado em 1, caracterizado pelo fato de que o equipamento ora proposto compreende também um meio de aquecimento (10) conectado entre o reservatório de sanitizante (1) e a bomba centrífuga (5).

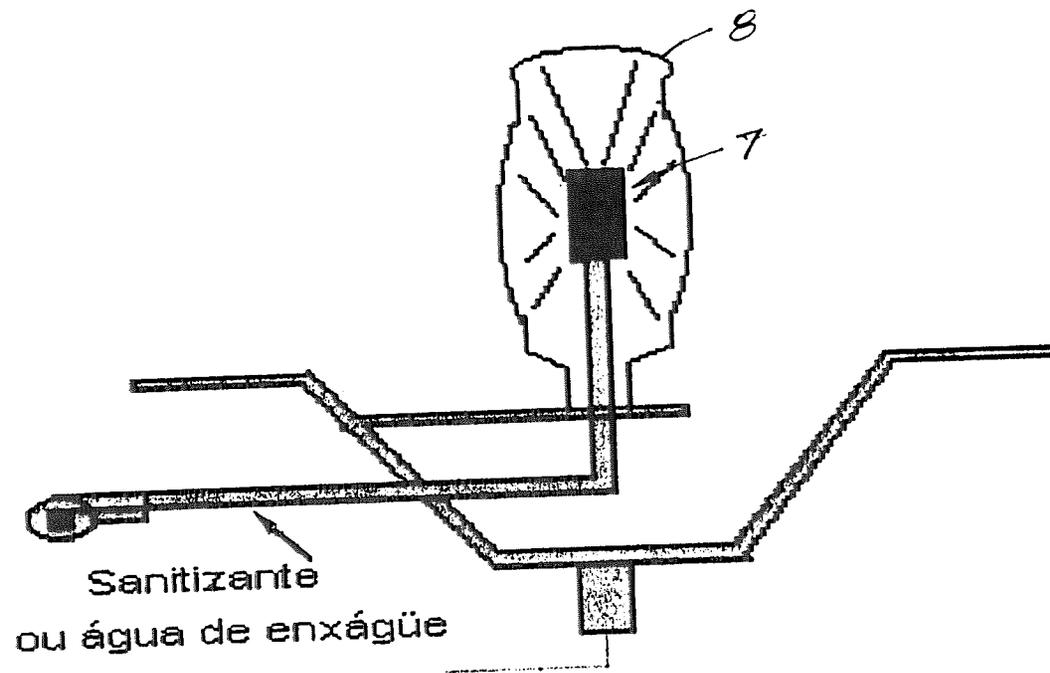


FIG. -2

FIG-3

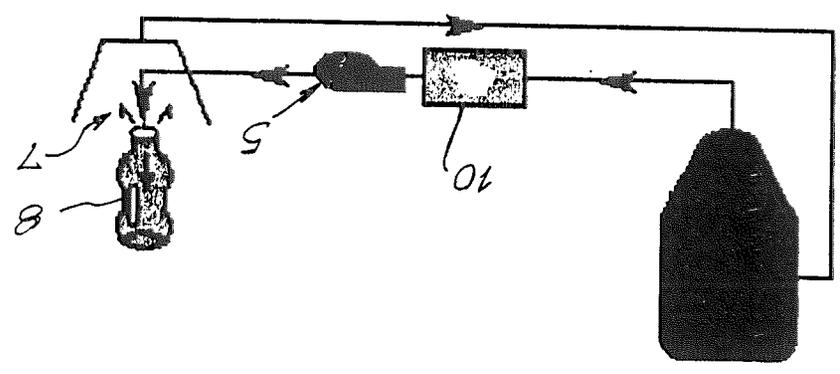
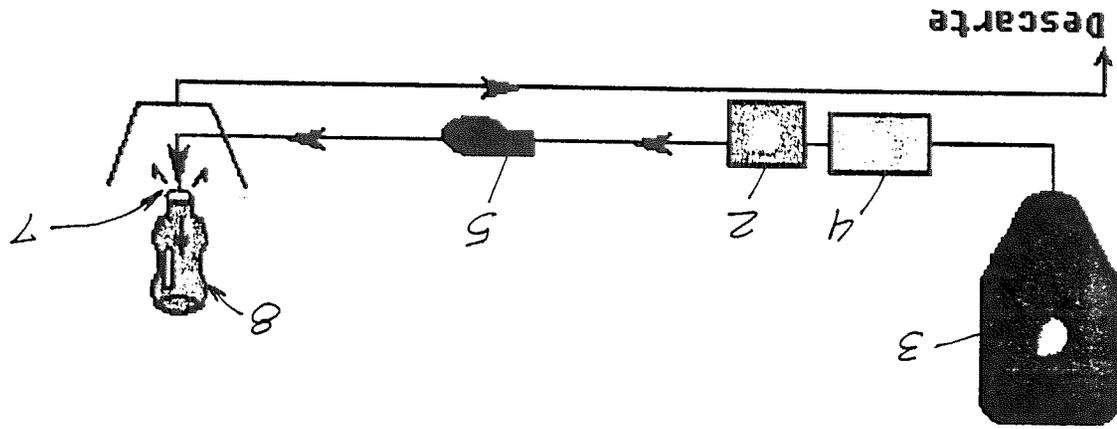


FIG. 4



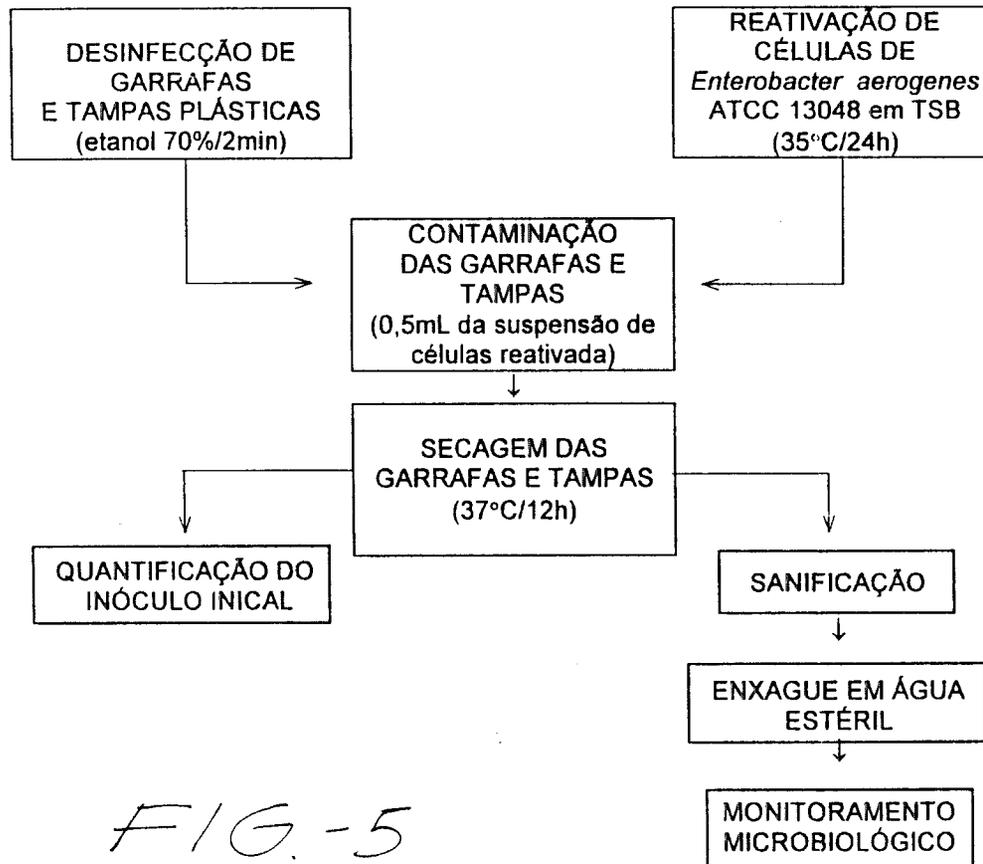


FIG-5

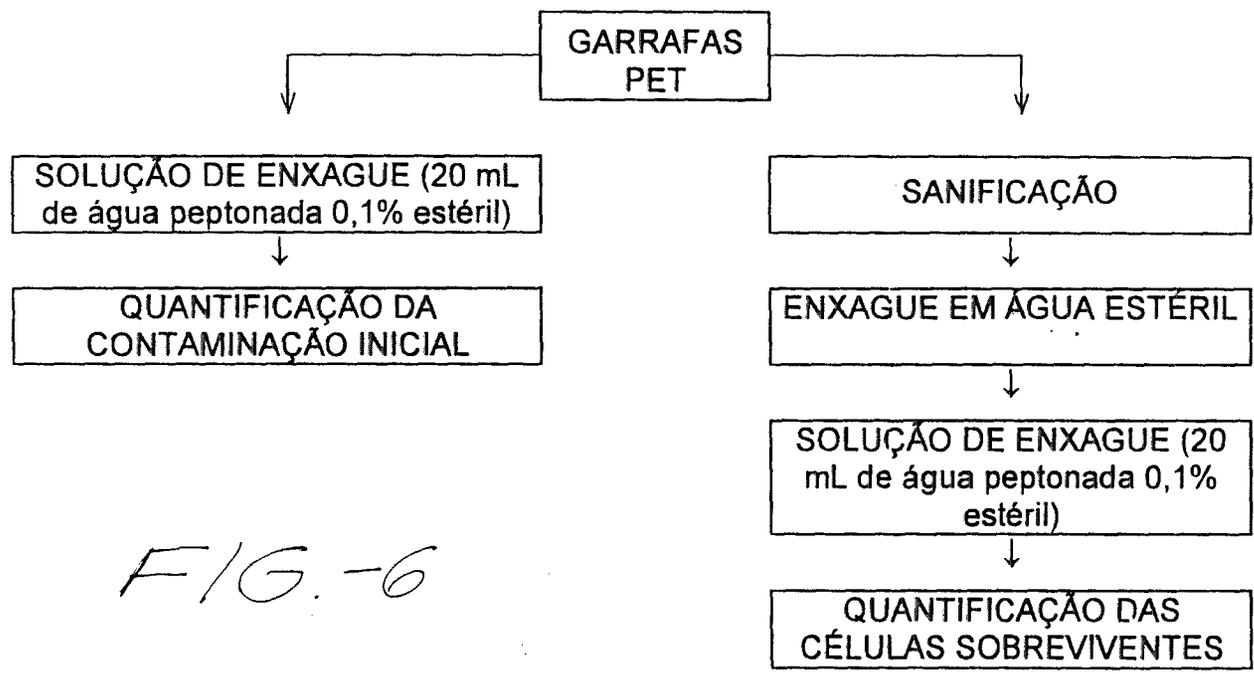


FIG.-6

## RESUMO

"SISTEMA DE ESTERILIZAÇÃO DE EMBALAGENS", caracterizado pelo fato de prever o emprego de um equipamento de sanitização compreende um reservatório de sanitizante (1), um reservatório de água (2), um esterilizador de água (3), um trocador de calor (4), bombas centrífugas (5), dreno para descarte de água (6), bicos aspersores (7), sendo um de sanitizante e outro de água, e dispositivos de controle de tempo e temperatura (9).