



<p>(51) 国際特許分類6 A01N 59/00</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO00/22931</p> <p>(43) 国際公開日 2000年4月27日(27.04.00)</p>
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP98/04713</p> <p>(22) 国際出願日 1998年10月19日(19.10.98)</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について)        サラヤ株式会社(SARAYA CO., LTD.)(JP/JP)        〒546-0013 大阪府大阪市東住吉区湯里2丁目2番8号        Osaka, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および</p> <p>(75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ)        安原 亨(YASUHARA, Toru)(JP/JP)        吉田恵美子(YOSHIDA, Emiko)(JP/JP)        〒582-0028 大阪府柏原市玉手町24-12        サラヤ株式会社 バイオケミカル研究所内 Osaka, (JP)</p> <p>(74) 代理人        弁理士 山本秀策(YAMAMOTO, Shusaku)        〒540-6015 大阪府大阪市中央区城見一丁目2番27号        クリスタルタワー15階 Osaka, (JP)</p>		<p>(81) 指定国 CN, JP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類        国際調査報告書        補正書</p>
<p>(54)Title: BACTERICIDAL/DISINFECTANT PERACETIC ACID COMPOSITION</p> <p>(54)発明の名称 殺菌・消毒用過酢酸組成物</p> <p>(57) Abstract        A bactericidal preparation containing peracetic acid as the main ingredient and comprising peracetic acid, at least one phosphate, and at least one nonionic surfactant. The preparation is diluted to provide a practical fluid containing peracetic acid in a concentration capable of killing bacterial spores and acid-fast bacteria while keeping such a concentration for at least seven days.</p>		

(57)要約

過酢酸を主成分とする殺菌製剤であって、過酢酸、少なくとも1種のリン酸塩、および少なくとも1種の非イオン界面活性剤を含有し、ここで、該殺菌製剤は、希釈されて、細菌芽胞および抗酸菌を殺菌し得る濃度の過酢酸を含有する実用液を生成し、この実用液中の過酢酸濃度が少なくとも7日間維持される。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AL	アルバニア	EE	エストニア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AU	オーストラリア	FR	フランス	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LS	レソト	SK	スロヴァキア
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BE	ベルギー	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MA	モロッコ	TD	チャード
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MC	モナコ	TG	トーゴ
BJ	ベナン	GN	ギニア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BR	ブラジル	GW	ギニア・ビサオ	MG	マダガスカル	TZ	タンザニア
BY	ベラルーシ	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TM	トルクメニスタン
CA	カナダ	HR	クロアチア		共和国	TR	トルコ
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	ML	マリ	TT	トリニダード・トバゴ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CH	スイス	IE	アイルランド	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CI	コートジボアール	IL	イスラエル	MW	マラウイ	US	米国
CM	カメルーン	IN	インド	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CN	中国	IS	アイスランド	NE	ニジェール	VN	ヴェトナム
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NL	オランダ	YU	ユーゴスラヴィア
CU	キューバ	JPE	日本	NO	ノールウェー	ZA	南アフリカ共和国
CY	キプロス	KE	ケニア	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CZ	チェッコ	KG	キルギスタン	PL	ポーランド		
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	PT	ポルトガル		
DK	デンマーク	KR	韓国	RO	ルーマニア		

## 明 細 書

## 殺菌・消毒用過酢酸組成物

## 5 技術分野

本発明は汚染除去の分野に関する。より詳細には、医療用器具、内視鏡などの医療用機器、リネン、その他の物品などを対象とする殺菌・消毒剤に関する。

## 背景技術

10 医療用器具の殺菌・消毒は、現在、一般的に、グルタルアルデヒドを有効成分とする製剤を用いて行われている。しかし、近年、グルタルアルデヒド製剤の抗酸菌に対する殺菌作用の弱さが指摘されている。また、グルタルアルデヒド製剤によるアレルギー問題が特に欧米で多く見られ、グルタルアルデヒドを含まない製剤の開発および販売が急増している。

15 過酢酸は、高濃度では刺激性や臭いが強いが、殺菌剤として使用される実用液（一般に0.2～0.35%の過酢酸濃度）では、刺激性や臭いも比較的弱い。また、過酢酸の分解物は、無害な酢酸、水、過酸化水素（さらに酸素と水に分解される）であり、環境汚染の問題もない。従って、過酢酸を有効成分とする殺菌・消毒剤は、グルタルアルデヒド製剤にとって代わり得る殺菌・消毒剤である。

20 通常、殺菌・消毒剤として用いられる過酢酸は、過酢酸製剤の形態で提供され、使用時に希釈して用いられる。医療用機器の消毒に用いる場合、日本では前例がないため海外を例にとると、通常、過酢酸は、用時調製されて0.2～0.35w/v%の範囲の最終濃度で用いられている。

25 例えば、米国特許第5,077,008号および特公平7-84362は、専用の装置 STERIS SYSTEM 1®(ステリス コーポレーション社製)を用いて0.2w/v%の最終濃度に用時希釈され単回使用される抗菌組成物を開示する。英国で市販されているNu-Cidex

(Johnson & Johnson Medical Inc.)は、過酢酸濃厚液、安定化剤、および緩衝化剤からなり、使用時に、安定化剤および緩衝化剤で過酢酸濃厚液を希釈して、0.35w/v%の過酢酸最終濃度で用いられている。希釈して得られる実用液の使用期限は1～3日とされる。

5 種々の添加剤を含む過酢酸製剤が知られている。

特開平8-311495は、過酢酸水溶液と、ポリエーテル系などの非イオン界面活性剤とを含む過酢酸製剤を開示する。この過酢酸製剤は、消毒・漂白組成物として皿洗い機などで用いられる。非イオン界面活性剤は、「濯ぎ剤」として添加され、洗浄後に食器など表面上に残る「スポット」の発生を防ぐ。

10 国際公開番号W0 88/08667は、ソルビタンモノパルミテート、ポリオキシエチレン(2)セチルエーテルなどの界面活性剤を含む、安定で輸送可能な過酢酸含有殺生物剤を開示する。界面活性剤は、殺微生物剤の湿潤および可溶化作用を増強するために添加されている。

15 国際公開番号W0 91/15122は、過酢酸、および脂肪族アルコールと五酸化亜リン酸と水酸化ナトリウムとの反応産物またはパーフルオロアルキルスルホン酸カリウムを含む防食性殺菌剤を開示する。この殺菌剤は、少なくとも7日間、殺菌剤としての有効性を維持したとされる。脂肪族アルコールと五酸化亜リン酸と水酸化ナトリウムとの反応産物またはパーフルオロアルキルスルホン酸カリウムは、防食性を向上させるために添加されている。

20 米国特許第4,051,058号および第4,051,059号は、過酢酸と、スルホン酸塩および硫酸塩タイプの陽イオン界面活性剤とを含む抗菌剤を開示する。

日本国特許第2523085号は、過酢酸を主要成分とする殺微生物剤を開示する。この殺微生物剤は、外科用および歯科用器具の殺菌に用いられが、界面活性剤を含まないことを特徴としている。

25 米国特許第5,624,634号は、過酢酸を含む第1の水溶液を、腐蝕阻害剤および過酸化水素安定剤および/または過酢酸安定剤を含む第2の水溶液と混合するこ

とによる金属成分を含む医療装置の消毒組成物の製造方法を開示している。米国特許第5,624,634号の消毒組成物は、金属成分を含む医療装置の腐蝕を防ぐ目的で調製される。米国特許第5,624,634号は、非イオン界面活性剤の使用は教示していない。米国特許第5,624,634号は、過酢酸実用液中の過酢酸濃度を安定に保つという課題を認識していない。例えば、この消毒組成物が毎日取り換えられて用いられる消毒組成物であることを記載されている(カラム5、21~22行)。

米国特許第5,720,983号および特表平7-502988号もまた、金属成分を含む医療装置の消毒組成物を開示しているが、非イオン界面活性剤の使用は教示していない。

10 米国特許第5,489,706号は、0.1~5%の脂肪族アルコールエトキシレートを添加する工程を包含する過酢酸の安定化法を開示する。脂肪族アルコールエトキシレートは、過酢酸の製造中または製造後に添加されて過酢酸の安定性を増加する(カラム2、31~33行)。米国特許第5,489,706号は、リン酸塩を含む過酢酸組成物を教示していない。

15 米国特許第5,545,374号は、過酢酸、および一般式 $R-(OCH_2CH_2)_n-(OCH_2CH_2CH_3)_p-OH$ (ここで、Rは少なくとも6つの炭素原子のアルキル基を表し、そしてnおよびpはそれぞれ整数である)で表される非イオン界面活性剤を含み、pH6.0以上で用いられ得る殺微生物組成物を開示している。米国特許第5,545,374号もまたリン酸塩を含む過酢酸組成物を開示も教示もしていない。この殺生物組成物は、Candida albicans、Pseudomonas aeruginosa、およびStaphylococcus aureusに有効である。

#### 発明の開示

25 上記グルタルアルデヒドを有効成分とするグルタルアルデヒド製剤に緩衝化剤を添加して調製した2%実用液は、1~2週間のシェルフライフを有するのに対し、過酢酸を有効成分とする殺菌・消毒剤は、過酢酸製剤を希釈した実用液中の

過酢酸濃度を維持することが困難なため、従来の過酢酸製剤は用時調製して単回使用されるか、調製後保存されても1日～3日のシェルフライフしか有さない。従って、医療用器具の殺菌・消毒に際し、用時実用液を調製する作業が必要であって、さらには長期の使用については薬剤交換を頻繁に行う必要があることや消毒コストの増大が問題となっている。

本発明者らは、上記の従来の過酢酸製剤の問題点を克服するため鋭意研究を重ねた結果、希釈された実用液の過酢酸濃度が安定化され、殺菌・消毒効果が長期間にわたって維持し得る組成物を見出し本発明を完成するに至った。

本発明は、過酢酸を主成分とする殺菌製剤に関し、この殺菌製剤は、過酢酸、少なくとも1種のリン酸塩、および少なくとも1種の非イオン界面活性剤を含有し、ここで、この殺菌製剤は、希釈されて、細菌芽胞および抗酸菌を殺菌し得る濃度の過酢酸を含有する実用液を生成し、該実用液中の過酢酸濃度が少なくとも7日間維持される。

好ましくは、上記リン酸塩は、オルトリン酸ナトリウム塩、オルトリン酸カリウム塩、ピロリン酸ナトリウム塩、ピロリン酸カリウム塩、ポリリン酸ナトリウム塩、ポリリン酸カリウム塩、およびそれらの組み合わせからなる群から選択される。

好ましくは、上記非イオン界面活性剤は、ポリエチレン/ポリプロピレンブロックポリマー型界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル型界面活性剤、ポリオキシエチレンエーテル型界面活性剤、ポリオキシエチレンソルビタン型界面活性剤からなる群から選択される。

好ましくは、上記過酢酸の濃度は1～10w/w%の範囲にある。

好ましくは、上記リン酸塩の実用液中の濃度は0.01～2w/w%の範囲にある。

好ましくは、上記非イオン界面活性剤の実用液中の濃度は0.01～0.5w/w%の範囲にある。

本発明はまた、細菌芽胞および抗酸菌を殺菌し得る殺菌製剤を提供し、この殺

菌製剤は、過酢酸、過酸化水素、酢酸および水を含有する第1の試薬、および少なくとも1種のリン酸塩および少なくとも1種の非イオン界面活性剤を含有する第2の試薬を含み、ここで、該第1の試薬と該第2の試薬は、混合され、そして水で希釈されて使用される。

- 5 好ましくは、上記第1の試薬は、5～7w/w%の過酢酸、7～9w/w%の過酸化水素、30～36w/w%の酢酸、および水を含む平衡組成物である。

好ましくは、上記第1の試薬は安定剤を含有する。

好ましくは、上記安定剤は、オルトリン酸およびピロリン酸からなる群から選択される。

- 10 上記第1の試薬は、金属イオン封鎖剤、防食剤、または色素を含有し得る。

1つの実施態様では、上記第2の試薬は、金属イオン封鎖剤、防食剤、または色素を含有する。

上記第1の試薬は、少なくとも1種のリン酸塩、または少なくとも1種の非イオン界面活性剤を含有し得る。

- 15 上記第2の試薬は粉末または固形物であり得る。

上記殺菌製剤は、上記第1の試薬および上記第2の試薬が混合された形態であり得る。

#### 図面の簡単な説明

- 20 図1は、ピロリン酸ナトリウムを含む過酢酸溶液に、種々の非イオン界面活性剤を添加し室温保存した場合の過酢酸濃度の経時変化を示す図である。

図2は、リン酸二水素カリウムを含む過酢酸溶液に、種々の非イオン界面活性剤を添加し室温保存した場合の過酢酸濃度の経時変化を示す図である。

- 25 図3は、リン酸二水素カリウムを含む過酢酸溶液に、非イオン界面活性剤およびキレート剤を添加し室温保存した場合の過酢酸濃度の経時変化を示す図である。

図4は、リン酸二水素カリウムでpHを4に調製した過酢酸溶液に、非イオン界

面活性剤を濃度を変えて添加し室温保存した場合の過酢酸濃度の経時変化を過酢酸の残存率で示す図である。

図5は、リン酸二水素カリウムでpHを4に調製した過酢酸溶液に、非イオン界面活性剤を濃度を変えて添加し高温(50℃)保存した場合の過酢酸濃度の経時変化を過酢酸の残存率で示す図である。

図6は、ピロリン酸ナトリウムまたは酢酸ナトリウムでpHを4に調製した過酢酸溶液に、非イオン界面活性剤を濃度を変えて添加し室温保存した場合の過酢酸濃度の経時変化を過酢酸の残存率で示す図である。

#### 10 発明を実施するための最良の形態

本発明は、過酢酸を主成分とする殺菌製剤に関する。「過酢酸」は、分子量76.04の化合物であり、通常、過酸化水素、酢酸、および水の平衡混合物、または酢酸などの有機溶媒溶液として存在する。高濃度製品は、40%前後の濃度の過酢酸を含み、低濃度製品は1~15%濃度の過酢酸を含み、日本国内では過酢酸濃度が4%および6%の製品が市販されている。本発明の過酢酸を主成分とする殺菌製剤は、例えば、市販のダイヤパワー(三菱ガス化学社製)を用い、水、好ましくは蒸留水で過酢酸濃度が0.1~1w/w%の範囲になるように希釈して実用液が調製される。過酢酸は、強い臭気があるため、通常、希釈は換気装置を備えた施設内で行われる。希釈に際し、0.01~2w/w%の少なくとも1種のリン酸塩、および0.01~0.5w/w%の少なくとも1種の非イオン界面活性剤が添加され、攪拌・混合して過酢酸水溶液に溶解させる。

好ましくは、上記リン酸塩は、オルトリン酸ナトリウム塩、オルトリン酸カリウム塩、ピロリン酸ナトリウム塩、ピロリン酸カリウム塩、ポリリン酸ナトリウム塩、ポリリン酸カリウム塩、およびそれらの組み合わせからなる群から選択される。

好ましくは、上記非イオン界面活性剤は、ポリエチレン/ポリプロピレンブロ



ックポリマー型界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル型界面活性剤、ポリオキシエチレンエーテル型界面活性剤、ポリオキシエチレンソルビタン型界面活性剤からなる群から選択される。

5 上記過酢酸の濃度が0.1w/w%を下回ると短時間で十分な殺菌・消毒効果が得られない。上記過酢酸濃度が1w/w%を超えると臭気、および目および皮膚に対する刺激性が強くなり好ましくない。

10 上記リン酸塩の濃度が、0.01w/w%を下回ると、過酢酸水溶液のpHが3以下となりキレート剤の効力が低下し、また腐蝕性が大きくなるという不都合が生じる。上記リン酸塩の濃度が2w/w%を超えると過酢酸水溶液のpHが5以上となり過酢酸がより不安定になり殺菌力も低下する。

上記非イオン界面活性剤の濃度が0.01w/w%を下回ると過酢酸に対する十分な安定化効果が得られない。上記非イオン界面活性剤の濃度が0.5w/w%を超えると安定化効果はほとんど向上せず、泡が消えないなど実用上の不都合が生じる。

15 本発明の過酢酸を主成分とする殺菌製剤は、通常、ガス抜き栓を付けたポリエチレン製容器に充填されて提供される。

20 本発明はまた、細菌芽胞および抗酸菌を殺菌し得る殺菌製剤を提供し、この殺菌製剤は、過酢酸、過酸化水素、酢酸および水を含有する第1の試薬、および少なくとも1種のリン酸塩および少なくとも1種の非イオン界面活性剤を含有する第2の試薬を含み、ここで、該第1の試薬と該第2の試薬は、混合され、そして水で希釈されて使用される。

本発明の殺菌製剤は、好ましくは、医療用器具、内視鏡などの医療用機器など被消毒対象物を中性洗剤等で洗浄しすすいだ後に適用される。被消毒対象物は、短時間、例えば、5～10分間、殺菌製剤から調製された実用液に浸漬され、殺菌・消毒効果を発揮する。被消毒対象物は、水で十分にすすいだ後に使用される。

25 本明細書で用いられる用語「細菌芽胞」は、好気性桿菌 バチルス・ズブチリス (Bacillus subtilis)、クロストリディウム (Clostridium) 属に属する嫌気性桿菌

などが、増殖期の終わりに形成する耐久型細胞を意味する。本明細書で用いられる用語「抗酸菌」は、当業者に周知の抗酸性染色陽性の細菌をいい、マイコバクテリウム属に属する細菌を含む。

5 記第1の試薬は、5～7 w/w%の過酢酸、7～9 w/w%の過酸化水素、30～36 w/w%の酢酸、および水を含む平衡組成物であり、市販の低濃度過酢酸(例えば、製品名「ダイヤパワー」、三菱ガス化学社製)を使用することにより調製される。必要に応じて、この第1の試薬には安定剤が添加され得る。安定剤は、オルトリン酸およびピロリン酸からなる群から選択され、通常0.2～1 w/w%の濃度で添加され、攪拌・混合して第1の試薬に溶解させる。

10 必要に応じて、上記第1の試薬は、金属イオン封鎖剤、防食剤をさらに含有し得る。金属イオン封鎖剤は、それぞれ0.1～2 w/w%の濃度で添加され、攪拌・混合して第1の試薬に溶解させる。

必要に応じて、上記第2の試薬は、金属イオン封鎖剤、防食剤、または色素をさらに含有し得る。金属イオン封鎖剤、防食剤、または色素は、それぞれ0.001  
15 ～0.005 w/w%の濃度で添加され、攪拌・混合して第2の試薬に溶解させる。

必要に応じて、上記第1の試薬は、少なくとも1種のリン酸塩、または少なくとも1種の非イオン界面活性剤をさらに含有し得る。

上記殺菌製剤の第1の試薬は、通常、ガス抜き栓のポリエチレン製容器に充填され、そして第2の試薬は、通常、密閉されたポリエチレン製容器に充填されて  
20 提供される。あるいは、上記第1の試薬および上記第2の試薬が混合された形態で1つのガス抜き栓のポリエチレン製容器に充填されて提供され得る。

なお、本明細書で用いる「%」は特に記載がなければ「w/w%」を意味する。

また、本明細書に記載の過酢酸濃度および過酢酸の殺菌・消毒効果は以下に記載の方法により測定した。

過酢酸濃度の測定方法

被検液中の過酢酸濃度は、Sully, B.D.およびWilliams, P.L., Analyst 1962; 87:653-657に記載の方法に準じて測定した。

被検液約1gを精密に秤量し、予め5℃以下に冷やした0.1 mol/L酢酸溶液100 mlに添加する。得られた試料溶液に15 w/v%のヨウ化カリウム試液10 mlを添加すると同時に時間の計測を始める。遊離したヨウ素を、デンプン指示薬を用いて青色が消えるまで徐々に0.2 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液を用いて滴定する。この操作は、ヨウ化カリウム試液の添加後、約1～3分間かけて行う。次に、青色が戻ったときの滴定値( $X_1$  ml)、および時間( $t_1$  秒)を記録する。さらに続けて約2～4分後、同様の操作を行い、第2回目の滴定値( $X_2$  ml)、および時間( $t_2$  秒)を記録する。次いで3滴の3.7w/v%モリブデンアンモニウム試液を加え、約1分間で安定な終点まで滴定を続け、そのときの滴定値( $X_0$  ml)を記録する。時間ゼロにおける滴定値、過酢酸濃度(%), および過酸化水素濃度(%)を以下の式により計算する。

$$15 \quad \text{時間ゼロの滴定値: } X_0 = X_1 - t_1(X_2 - X_1) / (t_2 - t_1)$$

$$\text{過酢酸(\%)} = X_0 \times 0.2 \times f \times E / (10 \times W_1)$$

$$\text{過酸化水素(\%)} = 0.2 \times f \times (X_1 - X_0) \times 17.01 / (10 \times W_1)$$

ここで、

$$20 \quad X_0 : \text{時間ゼロの滴定値}$$

$$f : 0.2 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液のファクター}$$

$$W_1 : \text{検液採取量 (g)}$$

$$E : \text{過酢酸の当量 (38.03)}$$

$$P : \text{過酢酸(\%)}$$

殺菌・消毒効果の試験方法

25 過酢酸溶液の消毒効果は、Bacillus subtilis芽胞を用いて調べた。  
Bacillus subtilis ATCC 6633を液体ブイヨン培地で24時間培養後、Sterlinin,

J.M. および Mandelstem, J., Biochem. J. 1969 ; 113 : 29 に記載の方法に従って胞子を調製し、滅菌蒸留水に懸濁したものを 85℃ で 10 分間処理し栄養型を死滅させた後、5℃ で保存し、 $10^6 \sim 10^7$  CFU/ml となるように滅菌蒸留水に懸濁し芽胞供試菌液とした。なお芽胞数は 10 倍ずつ段階希釈した試験液をブイヨン寒天培地に混積培養して得たコロニー数から算出した。

殺菌・消毒試験では、10 倍ずつ段階希釈した試験液をブイヨン寒天培地に混積培養して得たコロニー数から算出した。

#### 実施例

10 以下、本発明を実施例を挙げて説明する。以下の実施例は本発明の例示であり、本発明は以下の実施例により制限されるものではない。

##### (実施例 1)

15 1% ピロリン酸ナトリウム、および表 1 に示した非イオン界面活性剤の一つを 0.05% 濃度で含む、0.33% 過酢酸水溶液 (pH4.0) を調製した。この過酢酸水溶液をガラス瓶に入れ、室温 (25℃) 下で 2 週間保存した。保存中、経時的にサンプリングし、上記の Sully, B.D. および Williams, P.L., Analyst 1962 ; 87:653-657 に記載の方法に従って、過酢酸濃度を測定した。

表1 添加した非イオン界面活性剤

	1. ニューデット PE85	(ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー、三洋化成)
5	2. イオネット T-60C	(ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸、三洋化成)
	3. エマルミン 70	(ポリオキシエチレンアルキルエーテル、三洋化成)
	4. ノニポール 100	(ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、三洋化成)
	5. ノイゲン ET-190	(ポリオキシエチレンテトラキルフェニルエーテル、第一工業製薬)
	6. プルロニック F-68	(ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー、アデカ)
10	7. ノニオン OT-221	(ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート、日本油脂)
	8. ノニオン S-230	(ポリオキシエチレンオレイルエーテル、日本油脂)
	9. ノニオン S-207	(ポリオキシエチレンステアリルエーテル、日本油脂)

各試料について過酢酸濃度を測定した結果を図1に示した。

15 図1に示されるように、1週間後、界面活性剤を添加しなかった過酢酸溶液(対照)では、過酢酸濃度は0.2%を下回ったが、界面活性剤を添加した過酢酸溶液(1~9)では、ノニオンS-207を添加した場合を除いて0.2%以上の過酢酸濃度が維持された。

20 2週間後、界面活性剤を添加しなかった過酢酸溶液(対照)では、過酢酸濃度は0.05%を下回ったが、界面活性剤を添加した過酢酸溶液(1~9)では、いずれも約0.1%濃度以上の過酢酸濃度が維持された。

#### (実施例2)

25 0.3%過酢酸溶液に、リン酸水素二カリウムを最終濃度0.296% (pH3.5)になるように添加した。得られた溶液を分け、表2の①~⑥に示すような界面活性剤、試薬またはそれらの組み合わせを含む試験液を調製した。これらの試験液を室温(2

5℃)で保存し、過酢酸濃度および細菌芽胞に対する効果を経日的に測定した。

表2 添加物

	① 無添加 (対照1)
5	② ニューデット PE85 0.05%
	③ ニューポール PE64 0.05%
	④ ノニポール 100 0.05%
	⑤ ニューデット PE85 0.05% + EDTA2Na 0.025%
	+ EDTA4Na 0.025%
10	⑥ EDTA2Na 0.025% + EDTA4Na 0.025% (対照2)

各試料について過酢酸濃度を測定した結果を図2および図3に示した。

図2および図3に示されるように、室温保存10日後、対照1および対照2の試験液では、過酢酸濃度は、約0.2%まで低下したが、界面活性剤、試薬またはそれらの組み合わせを含む試験液では、いずれも0.2%以上の過酢酸濃度を維持した。

金属イオンは過酢酸の安定性に悪影響を及ぼすので、実用において混入し得る金属イオンを除去するために金属イオン封鎖剤を添加することがあるが、金属イオン封鎖剤自体が過酢酸希釈液の安定性を低下させる。しかしながら、図3に示されるように⑥に比較して⑤は安定しており、非イオン界面活性剤を添加すると、金属イオン封鎖剤の存在下でも安定化効果が認められた。

各試料について細菌芽胞に対する殺菌・消毒効果を測定した結果を表3に示した。殺菌・消毒効果は、上記表2に記載の試料のうち、② ニューデット PE85 0.05%、④ ノニポール 100 0.05%、および⑤ ニューデット PE85 0.05% + EDTA2Na 0.025%を添加した試料について、Bacillus subtilis芽胞に対する抗菌力を調べた。

表3 過酢酸溶液の殺菌・消毒効果

試験液	②		④		⑤	
	5分	10分	5分	10分	5分	10分
調製直後	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01
3日目	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01
7日目	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01
10日目	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01	> 6.01

表中の数字は、芽胞を各試料液と5分間および10分間接触させたことにより減少した芽胞数を対数で表した値である。

表3に示されるように、各試料とも、保存10日後においても、Bacillus subtilis芽胞を $10^6$ 個/ml以上減少させる抗菌力を有していた。

## (実施例3)

以下に示す2つの薬剤を調製した。

## 第1剤：

過酢酸	6	%
過酸化水素	8	%
酢酸	32	%
リン酸系安定剤	0.2	%
水	残量	

## 第2剤：

リン酸二カリウム	6	%
ニューデット PE85 (三洋化成)	1	%
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム	0.5	%
エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム	0.5	%

水

残量

第1剤および第2剤を等量混合し、そして10倍容量の水を加えて希釈して試験液とした。この液は、約0.33%濃度の過酢酸を含む。

- 5 試験液を、近年、内視鏡の洗浄・消毒に汎用されている内視鏡自動洗浄装置の殺菌・消毒に用いその有効性を試験した。

上部消化管用軟性内視鏡、Olympus GIF TYPE XQ240：オリンパス光学工業社製、の生検鉗子を、内視鏡自動洗浄装置、Olympus EW-30：オリンパス光学工業社製、を用い洗浄・消毒した。洗浄・消毒は、水道水で1回5分間、次いで、水で1回  
10 すすぎ、その後20℃で10分間上記試験液で洗浄・消毒されるように内視鏡自動洗浄装置を設定して行った。上記試験液は内視鏡自動洗浄装置の消毒液貯蔵タンク内に保持し、1日に6本の内視鏡を洗浄・消毒した(6サイクル/日)。6本目の内視鏡について、内視鏡の生検鉗子チャンネル内部をBacillus subtilis芽胞で汚染して試験液の消毒・殺菌効果を試験した。Bacillus subtilis芽胞は、 $10^7$ ~  
15  $10^9$ CFU/mlの芽胞を含むBacillus subtilis芽胞供試菌液100 $\mu$ lを内視鏡の生検鉗子チャンネル内部に付与し乾燥することにより行った。

各試験日の6サイクル終了後ごとに、洗浄装置の消毒液貯蔵タンク内から試験液を採取し過酢酸濃度および芽胞数を測定し、これを試験開始から7日目まで毎日行った。芽胞数は、生検鉗子チャンネル内に5mlの殺菌回収液を含浸させた滅菌綿を生検鉗子で挟み、鉗子チャンネル内を拭き取って菌を回収する操作を5個  
20 の滅菌綿で繰り返し回収してひとつに集めたものを10倍段階希釈してトリプトソイ寒天培地に混釈培養し、37℃で24時間培養後、生存菌数を計数することにより行った。試験は2回行った。

試験結果を表4に示す。



表4 過酢酸溶液の殺菌・消毒効果

試験 No.1	初発濃度	1日目	2日目	3日目	4日目	5日目	6日目	7日目
過酢酸濃度(%)	0.35	0.31	0.26	0.23	0.20	0.17	0.15	0.13
過酸化水素濃度(%)	0.44	0.31	0.34	0.34	0.31	0.31	0.26	0.24
過酢酸残存率	100%	88.6%	74.3%	65.7%	57.1%	48.6%	42.9%	37.1%
累積サイクル数	0	6	12	18	24	30	36	42
供試菌液菌対数値		8.57	8.68	8.15	8.38	8.30	8.32	8.53
回収菌数		— <sup>a)</sup>	—	—	—	1.40	1.40	—
対数減少値		>7.87	>7.98	>7.45	>7.68	6.90	6.92	>7.83

試験 No.2	初発濃度	1日目	2日目	3日目	4日目	5日目	6日目	7日目
過酢酸濃度(%)	0.37	0.33	0.29	0.26	0.23	0.21	0.18	0.16
過酸化水素濃度(%)	0.44	0.43	0.40	0.38	0.33	0.30	0.27	0.27
過酢酸残存率	100%	89.2%	78.4%	70.3%	62.2%	56.8%	48.6%	43.2%
累積サイクル数	0	6	12	18	24	30	36	42
供試菌液菌対数値		7.83	8.18	8.46	8.26	8.46	8.45	8.52
回収菌数		—	—	—	1.40	1.40	—	2.00
対数減少値		>7.13	>7.48	>7.76	6.86	7.06	>7.75	6.52

<sup>a)</sup> 検出限界以下 ( $<5.0 \times 10^0$ )

過酢酸濃度は、試験7日目までに0.35%から0.13%まで経時的に減少した。この濃度減少には、装置の構造に起因してすすぎ水による希釈効果が一部寄与する。

芽胞は、第1回目の試験では4日目まで、そして第2回目の試験では3日目まで検出限界以下( $<5.0 \times 10^0$ )であった。第1回目の試験では5および6日目、そして第2回目の試験では、4、5、および7日に数10~100個/mlの芽胞が検出された。従って、すべての試験日において、芽胞が、 $1/10^6 \sim 1/10^7$ に減少し、有効な過酢酸濃度が維持されていたことを示した。

この芽胞細菌に対する殺菌・消毒効果は、試験液が実際の医療診断に用いられた内視鏡の洗浄・消毒に十分であることを示す。なぜなら、芽胞は殺菌・消毒剤に対し最も抵抗性の大きい微生物であり、医療診断や医療処置で実際に使用された内視鏡が本実施例のように大量の芽胞に汚染されていることは考えられないからである。

## (実施例 4)

0.3w/v%過酢酸水溶液に、2種類の非イオン界面活性剤(ノニポール100およびニューデットPE85)を0~0.5%となるように添加し、リン酸二水素カリウムでpH 4に調製した一連の試験液を調製した。これらの試験液を室温(25℃)および高温(50℃)に保存し、過酢酸濃度を経時的に測定した。

室温で保存した場合の過酢酸濃度変化を図4に、高温で保存した場合の過酢酸濃度変化を図5にそれぞれ示す。

各試験液を室温で保存した場合、1日目では、各試験液はいずれも約90%以上の過酢酸濃度が維持されていた。4日目では、界面活性剤無添加の対照試験液では、過酢酸濃度は初発濃度の約74%まで低下したが、界面活性剤を添加した各試験液はいずれも、初発濃度の約75%以上の過酢酸濃度を維持した。1週間後には、界面活性剤無添加の対照試験液では、過酢酸濃度は初発濃度の約61%まで低下したが、界面活性剤を添加した各試験液はいずれも、初発濃度の約62%以上の過酢酸濃度を維持した。

各試験液を高温で保存した場合、1日目では、各試験液はいずれも約74%以上の過酢酸濃度が維持されていた。4日目では、界面活性剤無添加の対照試験液では、過酢酸濃度は初発濃度の約31%まで低下したが、界面活性剤を添加した各試験液はいずれも、初発濃度の約34%以上の過酢酸濃度を維持した。1週間後には、界面活性剤無添加の対照試験液では、過酢酸濃度は初発濃度の約16%まで低下したが、界面活性剤を添加した各試験液はいずれも、初発濃度の約17%以上の過酢酸濃度を維持した。

このように、室温および高温のいずれにおいても非イオン界面活性剤の添加による過酢酸濃度を維持し安定化する効果が認められた。

## 25 (実施例 5)

0.3w/v%過酢酸水溶液に、2種類の非イオン界面活性剤(ニューデット PE8510

0およびニューポール PE64(ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー、三洋化成製))を0.05%となるように添加し、ピロリン酸ナトリウムまたは酢酸ナトリウムでpHを4に調整した試験液を調製した。これらの試験液を室温(25℃)に保存し、過酢酸濃度を経時的に測定した。

5 過酢酸濃度の経時変化を図6に示す。

酢酸ナトリウムでpHを4に調整した場合、7日後には非イオン界面活性剤存在下においても過酢酸濃度は約半分に低下した。ピロリン酸塩でpH4に調整した場合は、7日後には非イオン界面活性剤存在下で約80%、非イオン界面活性剤非存在下で約75%の過酢酸がそれぞれ残存していた。

10

#### (実施例6)

結核菌Mycobacterium tuberculosisおよび非定型抗酸菌に対する本発明の過酢酸製剤の殺菌効果を調べた。

試験には、以下に示す2つの薬剤を調製した。

15

第1剤：

過酢酸	6	%
過酸化水素	8	%
酢酸	32	%
水	残量	

20

第2剤：

リン酸水素二カリウム	6	%
ニューデット PE85(三洋化成)	1	%
水	残量	

第1剤と第2剤を等量混合し、そして滅菌蒸留水で希釈して、それぞれ、0.

25

3%、0.2%および0.1%濃度の過酢酸実用液を調製した。

対照として、市販のグルタルアルデヒド製剤ステリハイド(丸石製薬社製)を用

いた。用法に従い緩衝化剤を添加して調製した2%グルタルアルデヒド溶液を試験の対照とした。

殺菌・消毒効果の試験対象には、以下の結核菌 Mycobacterium tuberculosis および非定型抗酸菌を用いた：

- 5        Mycobacterium tuberculosis H37Rv、Mycobacterium avium ATCC 15769、Mycobacterium intracellulare ATCC 13950、Mycobacterium kansasii ATCC 25414、Mycobacterium tuberculosis 臨床分離株No.1、Mycobacterium tuberculosis 臨床分離株No.2。

10        上記の各供試菌株を、1%小川培地(栄研化学社製)(以下小川培地という)で培養し、発育した菌苔1白金耳を、直径5mmの滅菌ガラスビーズ5個および滅菌した10% Tween80液2滴を入れたスクリーキャップ付き試験管に入れ、オートマチックミキサーで15秒間振とうした。これに7H9 broth(Difco社製)4mlを加え、各供試菌株細胞の均質な浮遊液を得た。フォトメーター(Mini photo 518、TAITE  
15        C)を用い、660nmの波長でこの浮遊液の吸光度を測定した後、滅菌蒸留水で希釈して0.30に調整し、接種菌液とした。接種菌液中の生菌数は、接種菌液を、 $10^2$ 、 $10^3$ 、 $10^4$ 、 $10^5$ 、 $10^6$ 倍に希釈し、それぞれの希釈液の100 $\mu$ lを小川培地に接種した後37 $^{\circ}$ Cで培養し、発育してきたコロニーの数を計数することにより求めた。

20        接種菌液20 $\mu$ lを、上記の過酢酸実用液または対象グルタルアルデヒド溶液500 $\mu$ lに添加して混合し、室温で一定時間(30秒、1分、2.5分(3分)、5分および10分)保持することにより薬剤と菌を接触させ、その10 $\mu$ lを定量白金耳(Bioloop、ELKAY社製)を用いて、7H9 brothに接種し37 $^{\circ}$ Cで培養した。4週間後に菌の発育の有無を観察し、菌の発育が認められた試料を発育陽性(+)、発育の認められなかった試料を発育陰性(-)とした。

25        結果を表4に示した。表4に示されるように、抗酸菌の種類や菌株により感受性に差が認められたが、0.3%過酢酸では30秒以内にすべての供試菌株が殺菌さ

れた。これに対し、2%のグルタルアルデヒドでは、10分間接触させても完全に殺菌されない菌株が存在し、0.1%濃度の過酢酸より殺菌力が劣っていた。

このように、本発明の過酢酸製剤は、芽胞菌に対し、比較的low濃度においても、グルタルアルデヒドより殺菌・消毒効果が強く、そして殺菌速度もより速いことが確認された。

5

表4 過酢酸溶液の抗酸菌に対する殺菌・消毒効果

菌株	対照	過酢酸濃度 0.3%					
		15秒	30秒	1分	2.5分	5分	10分
<i>M.tuberculosis</i> H37Rv	+	--~+	-	-	-	-	-
<i>M.avium</i> ATCC15769	+	+	-	-	-	-	-
<i>M.intracellulare</i> ATCC13950	+	--~+	-	-	-	-	-
<i>M.kansasii</i> ATCC25414	+	-	-	-	-	-	-
<i>M.tuberculosis</i> 分離株No.1	+	+	-	-	-	-	-
<i>M.tuberculosis</i> 分離株No.2	NT	NT	NT	NT	NT	NT	NT
菌株	対照	過酢酸濃度 0.2%					
		15秒	30秒	1分	2.5分	5分	10分
<i>M.tuberculosis</i> H37Rv	+	+	--~+	-	-	-	-
<i>M.avium</i> ATCC15769	+	+	-	-	-	-	-
<i>M.intracellulare</i> ATCC13950	+	+	-	-	-	-	-
<i>M.kansasii</i> ATCC25414	+	-	-	-	-	-	-
<i>M.tuberculosis</i> 分離株No.1	+	+	+	-	-	-	-
<i>M.tuberculosis</i> 分離株No.2	+	+	+	-	-	-	-
菌株	対照	過酢酸濃度 0.1%					
		15秒	30秒	1分	2.5分	5分	10分
<i>M.tuberculosis</i> H37Rv	+	+	+	--~+	-	-	-
<i>M.avium</i> ATCC15769	+	+	+	--~+	-	-	-
<i>M.intracellulare</i> ATCC13950	+	+	+	-	-	-	-
<i>M.kansasii</i> ATCC25414	+	+	--~+	-	-	-	-
<i>M.tuberculosis</i> 分離株No.1	+	+	+	-	-	-	-
<i>M.tuberculosis</i> 分離株No.2	+	+	+	-	-	-	-
菌株	対照	2%グルタルアルデヒド					
		15秒	30秒	1分	2.5分	5分	10分
<i>M.tuberculosis</i> H37Rv	+	+	+	--~+	--~+	--~+	-
<i>M.avium</i> ATCC15769	+	+	+	+	--~+	--~+	--~+
<i>M.intracellulare</i> ATCC13950	+	+	+	+	-	-	-
<i>M.kansasii</i> ATCC25414	+	+	--~+	-	-	-	-
<i>M.tuberculosis</i> 分離株No.1	+	+	+	+	-	-	-
<i>M.tuberculosis</i> 分離株No.2	NT	NT	NT	NT	NT	NT	NT

### 産業上の利用可能性

医療用器具、内視鏡などの医療用機器、リネン、その他の物品の殺菌・消毒に用いられ得る過酢酸製剤が提供される。本発明の過酢酸製剤は、希釈された実用液において、通常の保存条件下で、少なくとも7日間、細菌芽胞を有効に殺菌・消毒する過酢酸濃度を安定に維持し得、従来一般的に利用されているグルタルアルデヒドを有効成分とする殺菌・消毒剤に置き換わり得る製剤を提供する。

## 請求の範囲

1. 過酢酸を主成分とする殺菌製剤であって、

過酢酸、

5 少なくとも1種のリン酸塩、および

少なくとも1種の非イオン界面活性剤を含有し、

ここで、該殺菌製剤が、希釈されて、細菌芽胞および抗酸菌を殺菌し得る濃度の過酢酸を含有する実用液を生成し、該実用液中の過酢酸濃度が少なくとも7日間維持される、殺菌製剤。

10

2. 前記リン酸塩が、オルトリン酸ナトリウム塩、オルトリン酸カリウム塩、ピロリン酸ナトリウム塩、ピロリン酸カリウム塩、ポリリン酸ナトリウム塩、ポリリン酸カリウム塩、およびそれらの組み合わせからなる群から選択される、請求項1に記載の殺菌製剤。

15

3. 前記非イオン界面活性剤が、ポリエチレン/ポリプロピレンブロックポリマー型界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル型界面活性剤、ポリオキシエチレンエーテル型界面活性剤、ポリオキシエチレンソルビタン型界面活性剤からなる群から選択される、請求項1に記載の殺菌製剤。

20

4. 前記過酢酸の濃度が1～10%W/Wの範囲にある、請求項1に記載の殺菌製剤。

5. 前記リン酸塩の実用液中の濃度が0.01～2%W/Wの範囲にある、請求項1  
25 に記載の殺菌製剤。



6. 前記非イオン界面活性剤の実用液中の濃度が0.01~0.5%W/Wの範囲にある、請求項1に記載の殺菌製剤。

7. 細菌芽胞および抗酸菌を殺菌し得る殺菌製剤であって、  
5 過酢酸、過酸化水素、酢酸および水を含有する第1の試薬、および  
少なくとも1種のリン酸塩および少なくとも1種の非イオン界面活性剤を含有  
する第2の試薬を含み、

ここで、該第1の試薬と該第2の試薬は、混合され、そして水で希釈されて使  
用される、殺菌製剤。

10

8. 前記第1の試薬が、5~7%W/Wの過酢酸、7~9%W/Wの過酸化水素、30  
~36%W/Wの酢酸、および水を含む平衡組成物である、請求項7に記載の殺菌製  
剤。

15

9. 前記第1の試薬が安定剤を含有する、請求項7に記載の殺菌製剤。

10. 前記安定剤が、オルトリン酸およびピロリン酸からなる群から選択される、  
請求項7に記載の殺菌製剤。

20

11. 前記第1の試薬が、金属イオン封鎖剤または防食剤を含有する、請求項7  
に記載の殺菌製剤。

12. 前記第2の試薬が、金属イオン封鎖剤、防食剤、または色素を含有する、  
請求項7に記載の殺菌製剤。

25

13. 前記第1の試薬が、少なくとも1種のリン酸塩、または少なくとも1種の

非イオン界面活性剤を含有する、請求項 7 に記載の殺菌製剤。

14. 前記第 1 の試薬が、少なくとも 1 種のリン酸塩、または少なくとも 1 種の非イオン界面活性剤を含有する、請求項 11 に記載の殺菌製剤。

5

15. 前記第 2 の試薬が粉末または固形物である、請求項 7 に記載の殺菌製剤。

16. 前記第 2 の試薬が粉末または固形物である、請求項 12 に記載の殺菌製剤。

10

17. 前記第 1 の試薬および前記第 2 の試薬が混合された形態の、請求項 7 に記載の殺菌製剤。

## 補正書の請求の範囲

[2000年2月18日(18.02.00)国際事務局受理:出願当初の請求の範囲3は補正された;他の請求の範囲は変更なし。(1頁)]

1. 過酢酸を主成分とする殺菌製剤であって、

過酢酸、

5 少なくとも1種のリン酸塩、および

少なくとも1種の非イオン界面活性剤を含有し、

ここで、該殺菌製剤が、希釈されて、細菌芽胞および抗酸菌を殺菌し得る濃度の過酢酸を含有する実用液を生成し、該実用液中の過酢酸濃度が少なくとも7日間維持される、殺菌製剤。

10

2. 前記リン酸塩が、オルトリン酸ナトリウム塩、オルトリン酸カリウム塩、ピロリン酸ナトリウム塩、ピロリン酸カリウム塩、ポリリン酸ナトリウム塩、ポリリン酸カリウム塩、およびそれらの組み合わせからなる群から選択される、請求項1に記載の殺菌製剤。

15

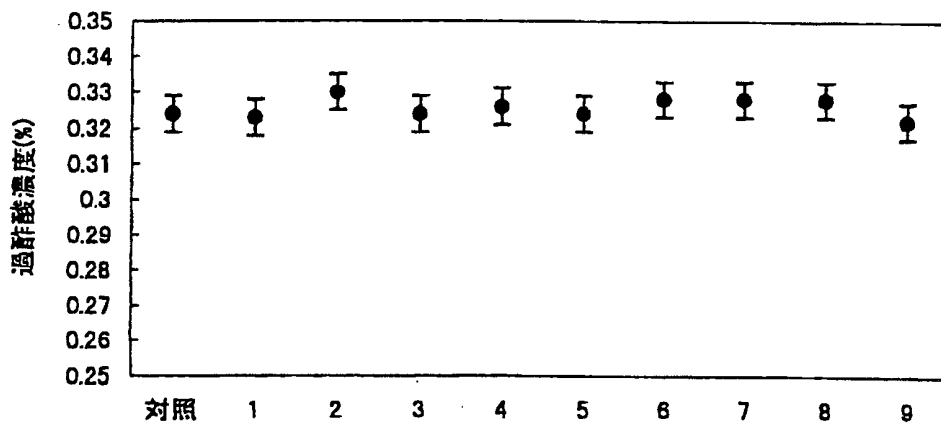
3. (補正後)前記非イオン界面活性剤が、ポリエチレン/ポリプロピレンブロックポリマー型界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル型界面活性剤、およびポリオキシエチレンエーテル型界面活性剤からなる群から選択される、請求項1に記載の殺菌製剤。

20

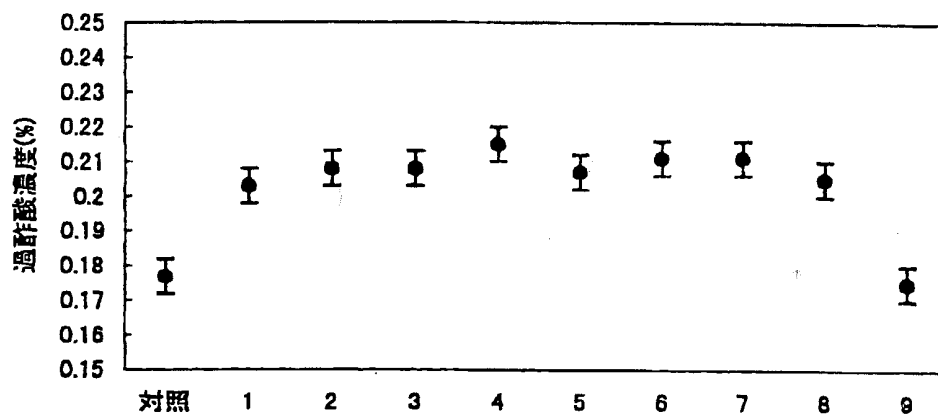
4. 前記過酢酸の濃度が1~10%W/Wの範囲にある、請求項1に記載の殺菌製剤。

5. 前記リン酸塩の実用液中の濃度が0.01~2%W/Wの範囲にある、請求項1  
25 に記載の殺菌製剤。

調製直後



1週間後



2週間後

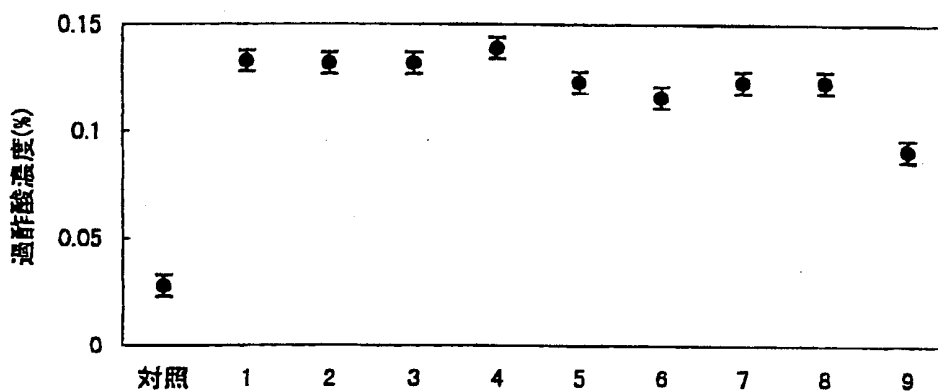


図1. 過酢酸濃度の安定性

対照：界面活性剤無添加，1：ニューデット PE85，2：イオネット T-60C，  
 3：エマルミン 70，4：ノニポール 100，5：ノイゲン ET-190，  
 6：ブルロニック F-68，7：ノニオン OT-221，8：ノニオン E-230，  
 9：ノニオン S-207

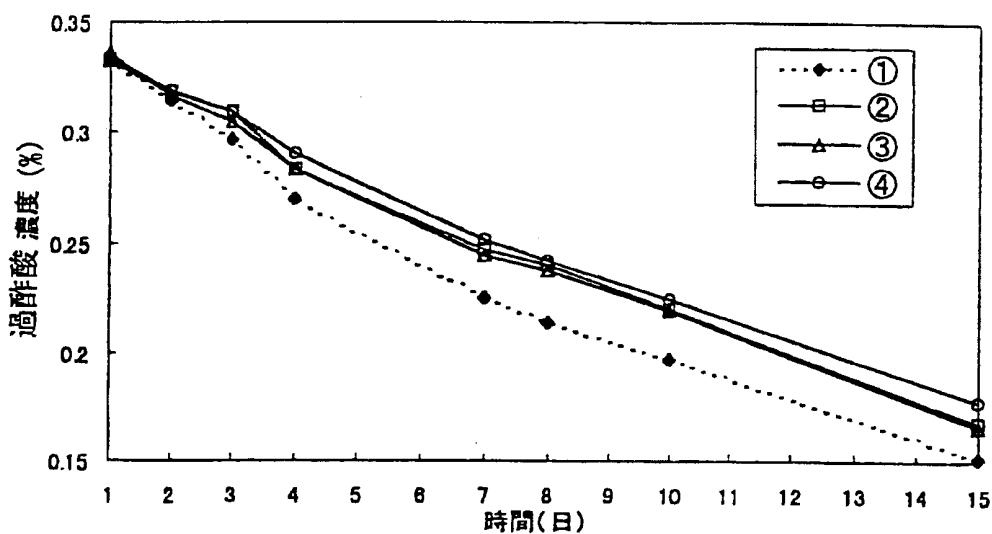


図 2. 過酢酸濃度の安定性

① 対照, ② ニューデット PE85, ③ ニューポール PE64, ④ ノニポール 100

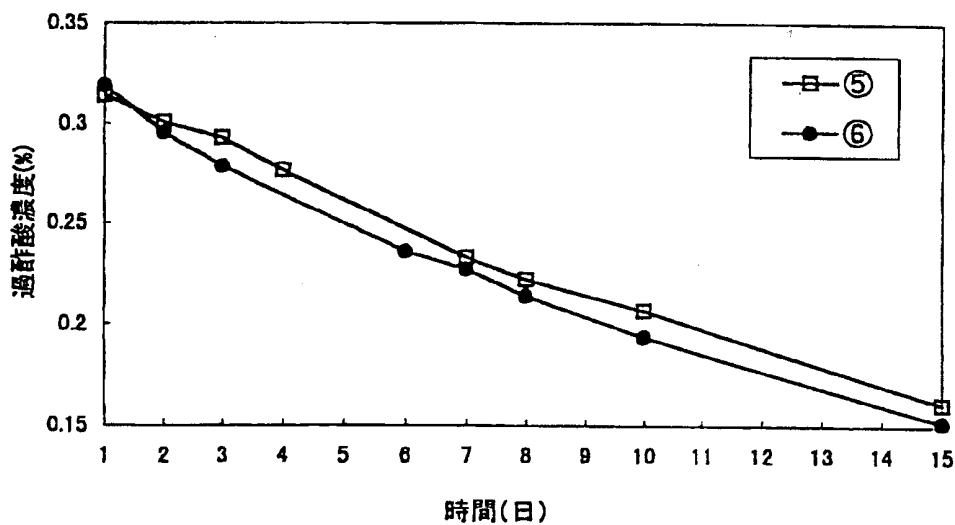
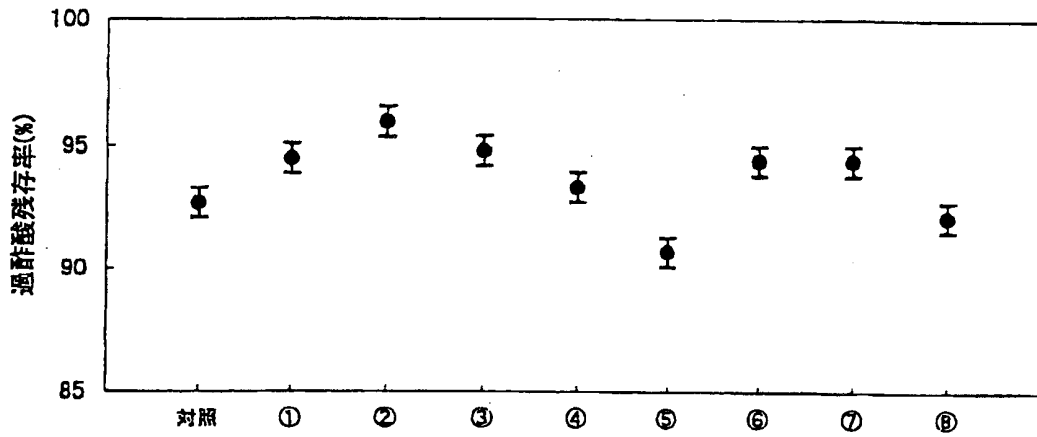


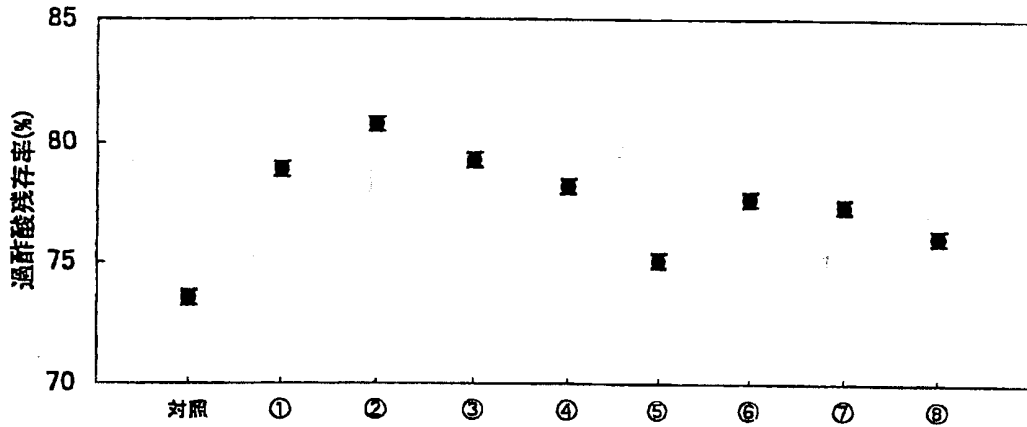
図 3. 過酢酸濃度の安定性 (EDTA 添加)

⑤ ニューデット PE85 + EDTA (2Na, 4Na), ⑥ EDTA (2Na, 4Na) (対照 2)

1日後



4日後



1週間後

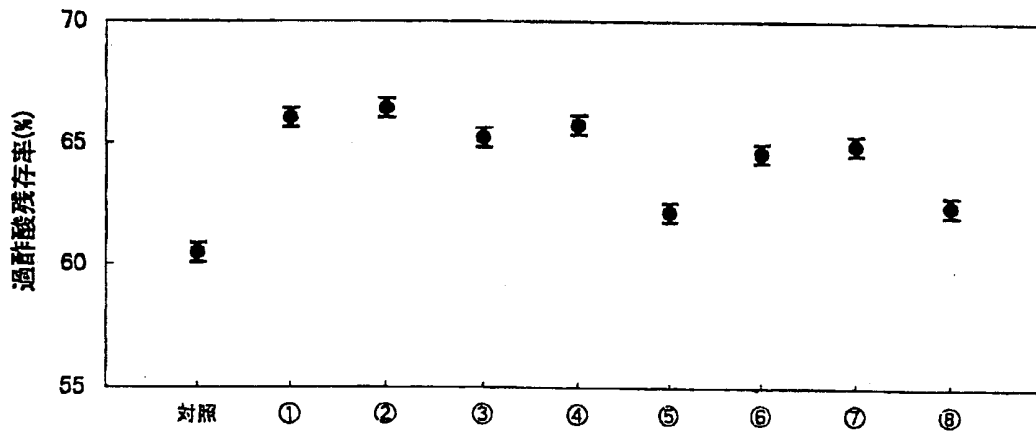
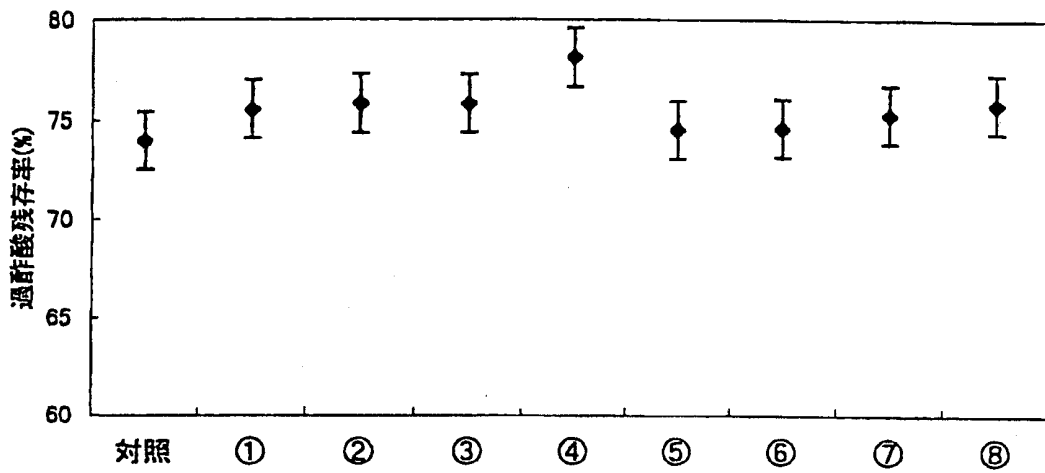


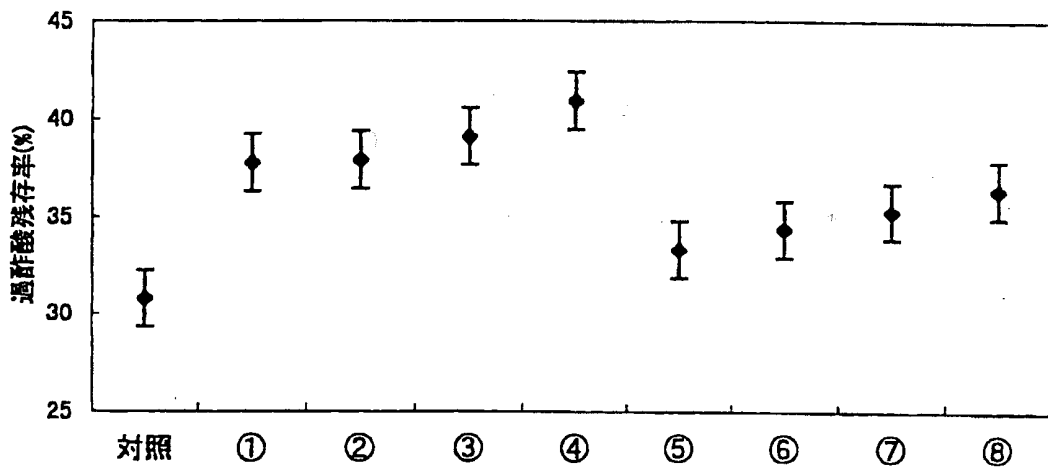
図4. 過酢酸濃度の安定度 (室温保存)

ノニポール 100 ① 0.01% ② 0.05% ③ 0.1% ④ 0.5%  
 ニーデット PE85 ⑤ 0.01% ⑥ 0.05% ⑦ 0.1% ⑧ 0.5%

1日後



3日後



4日後

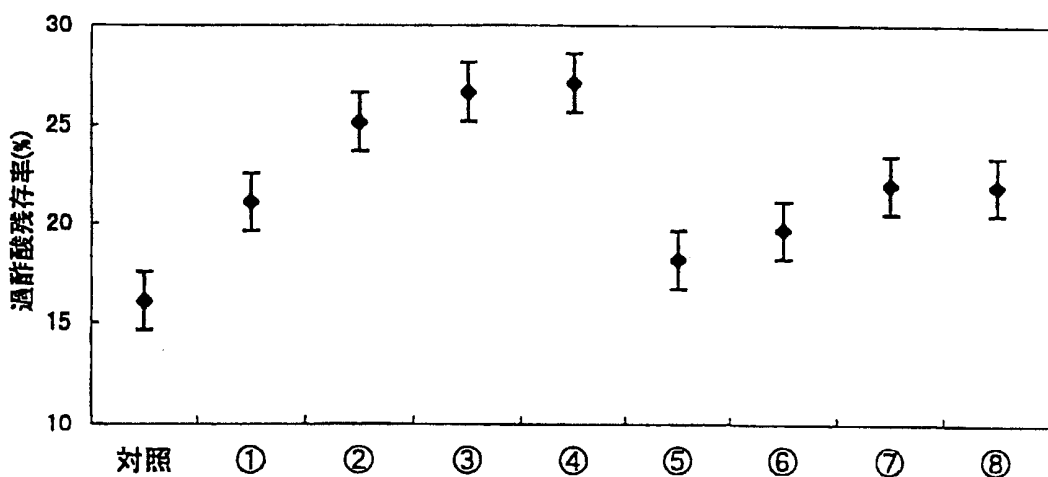


図5. 過酢酸濃度の安定度 (50°Cで保存)

ノニポール100 ① 0.01% ② 0.05% ③ 0.1% ④ 0.5%

ニーデットPE85 ⑤ 0.01% ⑥ 0.05% ⑦ 0.1% ⑧ 0.5%

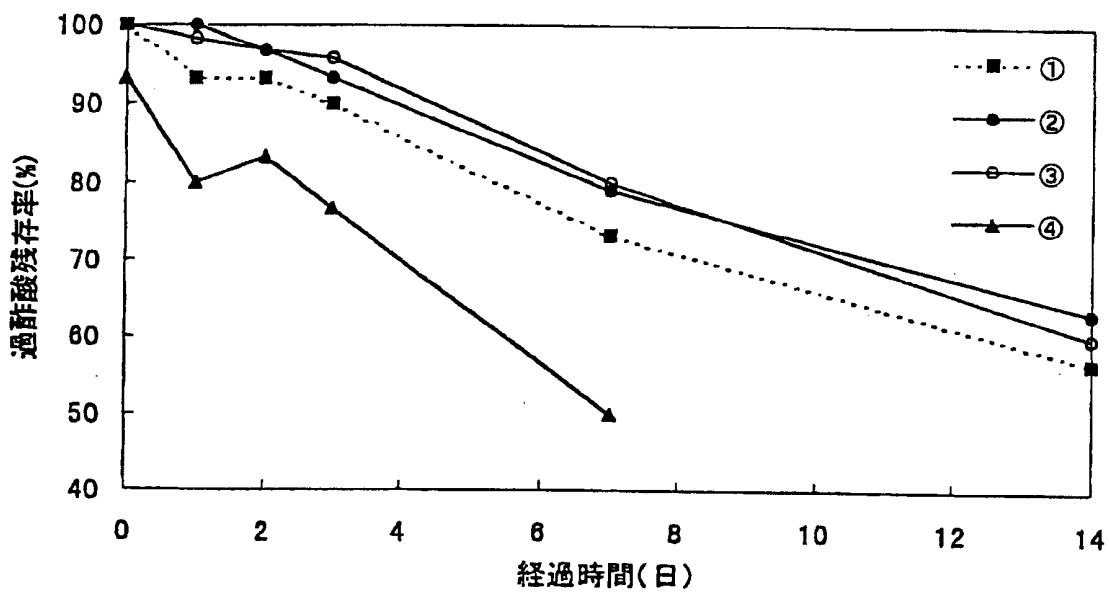


図6. 過酢酸濃度の安定度

- ① 対照 : 0.3% w/v 過酢酸 + ピロリン酸ナトリウム (pH4.0)
- ② 0.3% w/v 過酢酸 + ピロリン酸ナトリウム + ニューポール PE64 (pH4.0)
- ③ 0.3% w/v 過酢酸 + ピロリン酸ナトリウム + ニューデット PE85 (pH4.0)
- ④ 0.3% w/v 過酢酸 + 酢酸ナトリウム + ニューポール PE64 (pH4.0)



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP98/04713

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>6</sup> A01N59/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>6</sup> A01N59/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
CA (STN), REGISTRY (STN), WPI (DIALOG), BIOSIS (DIALOG)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US, 5656302, A (Minntech Corporation), 12 August, 1997 (12. 08. 97), ABSTRACT, column 2, lines 46 to 65 EXAMPLE I, Claims (Family: none)	1-17
Y A	JP, 7-502988, A (Solvay Interlox Ltd.), 30 March, 1995 (30. 03. 95), Claims & WO, 93/07909, A1 & EP, 609266, A1	9, 11-12 1-8, 10, 13-17
A	JP, 8-311495, A (Ecolab Inc.), 26 November, 1996 (26. 11. 96), Reference as a whole & GB, 2301111, A	1-17
A	JP, 6-501913, A (Minntech Corp.), 3 March, 1994 (03. 03. 94), Reference as a whole & WO, 91/15122, A1 & EP, 523036, A1	1-17

Further documents are listed in the continuation of Box C.  See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
10 February, 1999 (10. 02. 99)

Date of mailing of the international search report  
23 February, 1999 (23. 02. 99)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl<sup>6</sup> A 0 1 N 5 9 / 0 0

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl<sup>6</sup> A 0 1 N 5 9 / 0 0

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CA (STN), REGISTRY (STN), WPI (DIALOG), BIOSIS (DIALOG)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	US, 5 6 5 6 3 0 2, A (Minntech Corporation), 1 2. 8 月. 1 9 9 7 (1 2. 0 8. 9 7), ABSTRACT, 第 2 欄 4 6 - 6 5 行, EXAMPLE I, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-17
Y A	J P, 7 - 5 0 2 9 8 8, A (ソルベイ インテロックス リミテッド), 3 0. 3 月. 1 9 9 5 (3 0. 0 3. 9 5), 特許請求の範囲 & WO, 9 3 / 0 7 9 0 9, A 1 & E P, 6 0 9 2 6 6, A 1	9, 11-12 1-8, 10, 13-17
A	J P, 8 - 3 1 1 4 9 5, A (エコラブ・インコーポレイテッド), 2 6. 1 1 月. 1 9 9 6 (2 6. 1 1. 9 6), 文献全体 & G B, 2 3 0 1 1 1 1, A	1-17

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

\* 引用文献のカテゴリー

- 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
- 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
- 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日  
1 0 . 0 2 . 9 9

国際調査報告の発送日  
2 3.02.99

国際調査機関の名称及びあて先  
日本国特許庁 (ISA/J P)  
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5  
東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官 (権限のある職員)  
鈴木 恵理子  
電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 4 4



C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 6-501913, A (ミンテック コーポレーション), 3. 3月. 1994 (03. 03. 94), 文献全体&WO, 91 /15122, A1&EP, 523036, A1	1-17