



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

234 451

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 24 09 83

(21) (PV 6969-83)

(51) Int. Cl.³ A 61 L 2/00

(40) Zveřejněno 31 08 84

(45) Vydáno 01 03 87

(75)

Autor vynálezu

LOUČKA MILOSLAV ing. CSc.,

KUTAL TOMÁŠ ing., PRAHA

(54) Způsob určení hodnoty termodestrukčního účinku sterilačního nebo pasteračního zákroku chemickým indikátorem

Metoda spočívá v tom, že se společně se sterilovanou látkou podrobí tepelnému působení chemická látka, jejíž tepelná destrukce se řídí kinetikou I. řádu, po skončeném tepelném zákroku se z koncentračního rozdílu vložené chemické látky určí praktická hodnota sterilačního účinku.

Tento způsob měření lze využít pro určení integrálního teplotního účinku např. ve zdravotnictví, farmaceutickém průmyslu a to v těch případech, kdy je přímé měření teploty nesnadné nebo nemožné.

Vynález se týká způsobu určení hodnoty termodestrukčního efektu sterilizačního nebo pasteračního zákroku při termickém zpracování potravinářského materiálu v obalech.

Sterilizace potravin zahříváním zůstává základní konzervační metodou, která dosud nebyla předstižena žádnou jinou, lépe vyhovující metodou. Sterilizačního efektu jak pro potraviny z technologického hlediska kyselé/pH 4,0/, tak pro potraviny nekyselé /pH 4,0/ se dosahuje různými kombinacemi sterilizační teploty a doby trvání zákroku. Příslušná kombinace doby a teploty, při které má být veden sterilizační nebo pasterační zákrok je určována podle charakteru sterilované potraviny, podle jejího pH, podle mechanismu sdílení tepla v potravíně, podle druhu a velikosti obalu a podle možné původní a požadované výstupní mikrobiální kontaminace potraviny. Pasterační zákroky jsou obvykle vedeny do hodnot teploty 100 °C, sterilizační zákroky nad 100 °C /nejvýše do 135 °C/. Z literatury vyplývají základní metody pro kvantitativní hodnocení účinnosti termického zákroku. Prakticky všechny tyto metody jsou založena na předpokladu, že průběh inaktivace mikroorganismů lze popsat vztahy pro kinetiku reakcí 1. řádu, a že závislost rychlostní konstanty inaktivace na teplotě se řídí modifikovanou Arrheniovou funkcí. Pro většinu mikroorganismů, které ovlivňují sterilizační režimy, jsou v literatuře tabelovány parametry termoinaktivačních křivek, což jsou závislosti doby potřebné ke snížení koncentrace přežívajících mikroorganismů ve výrobku o jeden řád, tedy o 90 %, na teplotě. Těmito parametry jsou parametr z , jenž je číselně roven rozdílu teplot, který odpovídá proběhnutí jednoho logaritmického cyklu pro daný mikroorganismus a parametr D_r , což je počet minut potřebný k snížení koncentrace daného mikroorganismu o jeden řád při působení referenční teploty r , která je volena obvykle pro sterilizační zákroky

vedené nad 100°C $r = 121,1^{\circ}\text{C}$, a pro pasterační zákreky do 100°C $r = 67^{\circ}\text{C}$. Tyto parametry mohou sloužit ke konstrukci termoinaktivačních křivek, z nichž potom může být parametr D_r odečten pro libovolnou teplotu r . V obr. 2 je 1 termoinaktivační křivka pro mikroorganismus *Clostridium pasteurianum* pro pH 4,0 až 4,5, 2 je příslušný parametr z .

Dosavadní metody určování sterilačního účinku založené na uvedených předpokladech bezpodmínečně vyžadují měření průběhu teplot uvnitř konzervy v nejhůře prohřívaném místě konzervy. Z těchto průběhů se pomocí různých modifikovaných metod /grafická, adiční, matematická/ určí praktická hodnota sterilačního účinku F vyjádřená počtem minut, po který působí zvolená referenční teplota r na mikroorganismus, který může dané potraviny nebo výrobku nejvíce škodit. Sterilační účinek F je dán vztahem

$$F = \int_0^{\tau} 10^{\frac{t-r}{z_M}} dt \quad /1/$$

kde t je teplota v čase τ a r je referenční teplota, z_M je parametr termoinaktivační křivky příslušného inaktivevaného mikroorganismu.

Srovnáním prakticky dosažené hodnoty sterilačního účinku F s dobou F_S teoreticky nutnou ke snížení koncentrace mikroorganismu z počáteční koncentrace C_0 na požadovanou koncentraci C_k při referenční teplotě r se určí účinnost termického zákroku. Doba F_S se určí ze vztahu

$$F_S = D_r \cdot \log (C_0/C_k), \quad /2/$$

kde D_r je parametr termoinaktivační křivky příslušného inaktivevaného mikroorganismu při zvolené referenční teplotě, C_0 je počáteční koncentrace mikroorganismu, C_k je požadovaná konečná koncentrace mikroorganismu.

Jestliže se hodnoty F a F_S sobě rovnají, pak byl sterilační zákrok právě dostatečný, jestliže je hodnota F menší než F_S , pak byl zákrok nedostatečný a je nutné sterilační režim upravit, jestli hodnota F větší než F_S pak byl zákrok zbytečně předimenzován a je možné ho opět upravit.

Podrobný postup při hodnocení účinnosti termického zákroku pro potraviny sterilované v obalech je uveden v literatuře.

Pro měření teplotního průběhu se používají různá čidla. V současné době je preferován takový postup, který vede k převodu teplotního údaje na elektrický signál. Průmyslové jednorúčelové počítače sterilizačního účinku využívají termočláňkových nebo polovodičových čidel.

Použitím mikropočítačové techniky lze vyhodnotit přímo sterilizační účinek, jednodušší přístroje pouze zaznamenávají průběh teploty. Je však zřejmé, že takového uspořádání lze s úspěchem použít pouze u diskontinuálně pracujících zařízení. S problémy se setkáváme už u rotačních vsádkových autoklávů, kde lze obtížně řešit rotační spojkou, u kontinuálně pracujících zařízení je měření teploty uvnitř konzervy procházející prostorem sterilátoru buď prakticky nemožné nebo velmi obtížné.

V USA byla navržena metoda, využívající bezdrátové vysílání signálu čidla měřícího teplotu uvnitř konzervy. Nevýhodou je vysoká cena zařízení, jeho malá odolnost vůči rušivým vlivům např. při provozu silných elektromotorů v blízkosti aparatury a nízká mechanická a tepelná odolnost. Dále je popsána metoda, která využívá měření teploty zahřívacího média, kdy je možno pomocí naměřených přechodových charakteristik určitého výrobku vyhodnotit sterilizační účinek. Lze také zjišťovat počet přežívajících mikroorganismů v suspenzi v čidle biologické indikátorové jednotky. Zde je nevýhodou nepřesnost a hlavně zdlouhavost mikrobiologického rozboru. V Dánsku a USA byla vyvinuta metoda, kterou lze pomocí specifické barevné značkovací látky nanesené na povrchu konzervy nebo na povrchu indikačního papírku určit ze změny původní barvy zda konzerva byla vystavena určitému termickému zákroku. Toto určení je však pouze vizuální a tedy orientační. V tomto uspořádání nelze objektivně vyčíslit hodnotu sterilizačního účinku uvnitř konzervy.

Uvedené nevýhody odstraňuje metoda podle vynálezu, jejíž podstata spočívá v tom, že se společně se sterilovanou potravinou

v konzervě podrobí tepelnému zákroku i chemická látka, jejíž tepelná destrukce se řídí kinetikou 1. řádu, přičemž se po skončení tepelného zákroku z koncentračního rozdílu vložené chemické látky určí prakticky dosažená hodnota sterilačního účinku F .

Chemická indikace sterilačního účinku F podle vynálezu využívá toho, že inaktivace mikroorganismů probíhá podle kinetiky 1. řádu, stejně jako reakce testovací chemické látky.

Pro vyhodnocení sterilačního účinku není potřeba měřit průběh teplot v konzervě, ale stačí pouze určit počáteční koncentraci chemické testovací látky před zákrokem a její koncentraci po proběhnutí termického zákroku. Z poměru těchto koncentrací testovací chemické látky umístěné v indikační nádobce vložené do konzervy se zpracovávanou potravinou se podle vztahu /3/ určí sterilační účinek, který označíme F_{CH} , který vyjadřuje počet minut potřebných ke změně koncentrace chemické testovací látky z koncentrace C_0 na C_k při působení referenční teploty r .

$$F_{CH} = D_{r,CH} \cdot \log (C_0/C_k) = \int_0^{t_k} 10^{\frac{t-r}{z_{CH}}} d\tau / 3/,$$

kde C_0 je počáteční koncentrace chemické látky, C_k je konečná koncentrace chemické látky po proběhnutí termického zákroku,

t_k je čas potřebný k dosažení koncentrace C_k při působení referenční teploty t ; t je aktuální teplota závislá na čase, z_{CH} a $D_{r,CH}$ jsou parametry termodestrukční křivky pro chemickou látku.

Je-li se liší parametr z_{CH} číselně od parametru z_M pro inaktivovaný mikroorganismus je nutné zjištěný účinek F_{CH} přepočítat na korigovanou hodnotu $F_{CH,kor.}$, která je vztažena na parametr z_M , podle vztahů

$$F_{CH} = \int_0^{t_k} 10^{\frac{t-r}{z_{CH}}} d\tau = 10^{\frac{t_f - r}{z_{CH}}} \cdot \Delta\tau \quad /4/$$

$$t_f = z_{CH} \cdot \log (F_{CH}/\Delta\tau) + r \quad /5/$$

$$F_{CH,kor.} = 10^{\frac{t_f - r}{z_M}} \cdot \Delta\tau, \quad /6/$$

kde t_f je konstantní fiktivní přepočtová teplota ve $^{\circ}\text{C}$, r je referenční teplota ve $^{\circ}\text{C}$, z_{CH} je parametr termodestrukční křivky chemické testovací látky ve $^{\circ}\text{C}$, z_M je parametr termoinaktivační křivky inaktivovaného mikroorganismu ve $^{\circ}\text{C}$, ΔT je doba po kterou působí sterilační teploty (v minutách). Hodnota ΔT se určí podle charakteru sterilačního zákroku; pro skokovou změnu teploty je číselná hodnota rovna délce pulzu, v ostatních případech je ΔT nutno určit podle známých dynamických vlastností sterilované potravin v konzervě.

Výhodou metody podle vynálezu je možnost umístění libovolného počtu kontrolních konzerv s uloženou testovací chemickou látkou do zařízení pro sterilaci, neuplatňují se zde rušivé vlivy /např. elektrické šumy v přívodním vedení/ jako je tomu u elektronických měřících přístrojů s omezeným počtem měřících kanálů, odpadá možnost mechanického poškození přívodního vedení, měřících čidel i měřícího zařízení. Výhodou je jednoduchá instalace testovacích ampulí či nádobek s chemickou látkou. Metoda je srovnatelně přesná s metodami dosud používanými, analýza teplotních křivek nebo zdlouhavý mikrobiologický rozbor je nahrazen jednoduššími a přesnějšími metodami chemické nebo instrumentální analýzy. Ze zjištěných koncentračních rozdílů chemické látky lze vyhodnotit sterilační účinek F i účinnost daného termického zákroku pro inaktivovaný mikroorganismus. Metodu lze použít v zařízeních pracujících přetržitým způsobem, tedy např. ve vsádkových atmosferických nádobách, vanách nebo v přetlakových autoklávech, ale především v zařízeních pracujících kontinuálně /hydrostatický sterilátor a podobně/, kde je přímé měření teploty v konzervách nemožné nebo je spojeno s velkými obtížemi. Je vhodná pro kontrolu účinnosti termických zákroků v potravinářském průmyslu /sterilace, pasterace potravin v obalech/ a pro obdobné procesy ve farmaceutickém průmyslu nebo ve zdravotnictví.

Použití metody vyplyne z následujícího příkladu

Příklad 1

Jako testovací chemická reakce byla zvolena inverze sacharozy v kyselém prostředí při $\text{pH} = 2,6$. Počáteční koncentrace sacharozy byla 26,02 gramů ve 100 ml roztoku ve vodě, tato koncen-

trace odpovídala 100 ° polarizace. Z obr. 2, kde křivka 1 je termoinaktivační křivka pro mikroorganismus *Clostridium pasteurianum*, který byl pro příklad zvolen jako inaktivovaný mikroorganismus, 2 je termostrukční křivka pro inverzi sacharozy, plyne, že 4 je experimentálně určený parametr $z_{CH} = 17$ °C, 5 je $D_{80} = 125$ minut a 3 je parametr $z_M = 12$ °C.

Testovací látka byla v indikační nádobce umístěné uvnitř konzervy podrobena spolu s konzervou termickému zákroku. Zároveň bylo provedeno měření teploty uvnitř konzervy s testovací nádobkou termočlánkovým čidlem, během tohoto termického zákroku. Průběh teplot uvnitř konzervy znázorňuje křivka 1 a průběh teplot lázně (skoková změna) znázorňuje křivka 2 na obr. 1. Po termickém zákroku byla zjištěna na automatickém polarimetru konečná koncentrace sacharozy v indikační nádobce $C_k = 27,5$ °. Potom lze podle vztahů /4, 5, 6/, je-li délka pulsu skokové změny teploty lázně $\Delta T = 38$ minut, což plyne z obrázku 1., určit hodnotu prakticky dosaženého sterilačního účinku $F_{CH, kor.}$.

$$F_{CH} = D_{80} \cdot \log (C_o / C_k)$$

$$F_{CH} = 125 \cdot \log (100 / 27,5) = 70,08 \text{ min}$$

$$t_f = z_{CH} \cdot \log (F_{CH} / \Delta T) + r$$

$$t_f = 17 \cdot \log (70,08 / 38) + 80 = 84,52 \text{ °C}$$

$$F_{CH, kor} = 10^{\frac{t_f - r}{z_M}} \cdot \Delta T$$

$$F_{CH, kor} = 10^{\frac{84,52 - 80}{12}} \cdot 38 = 90,46 \text{ min}$$

Grafickou integrací křivky 1 na obr. 2 podle vztahu /1/ byla zjištěna praktická hodnota sterilačního účinku $F = 88,71$ minut. Porovnáním této hodnoty s hodnotou $F_{CH, kor.} = 90,46$ vyčíslíme relativní chybu

$$\delta = \frac{F_{CH, kor.} - F_{CH}}{F_{CH, kor.}} \cdot 100 = 1,93 \%$$

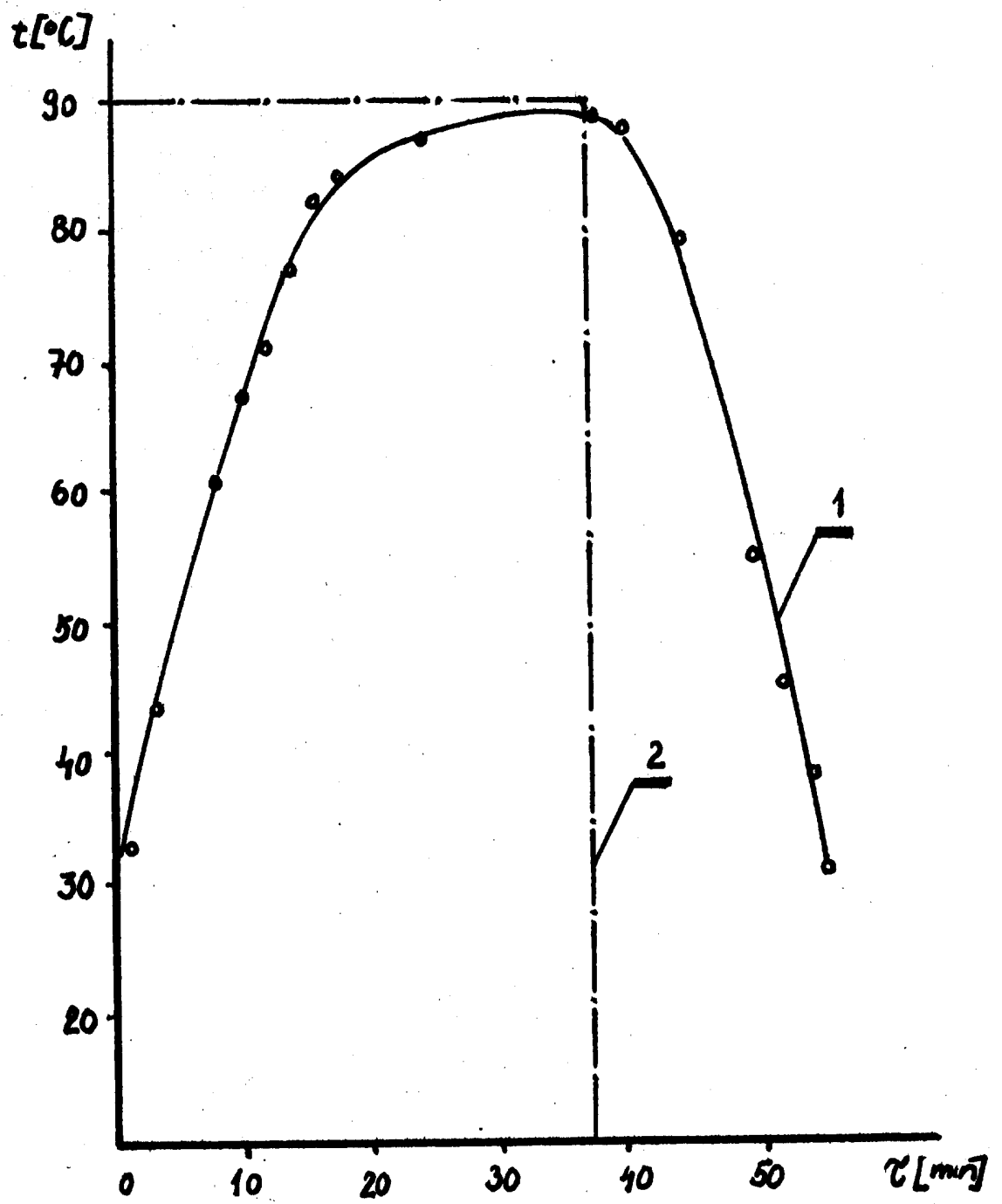
Z hodnoty této relativní chyby plyne, že metoda podle vynálezu je srovnatelně přesná ve srovnání s metodou využívající vyhodnocení měřených teplotních průběhů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

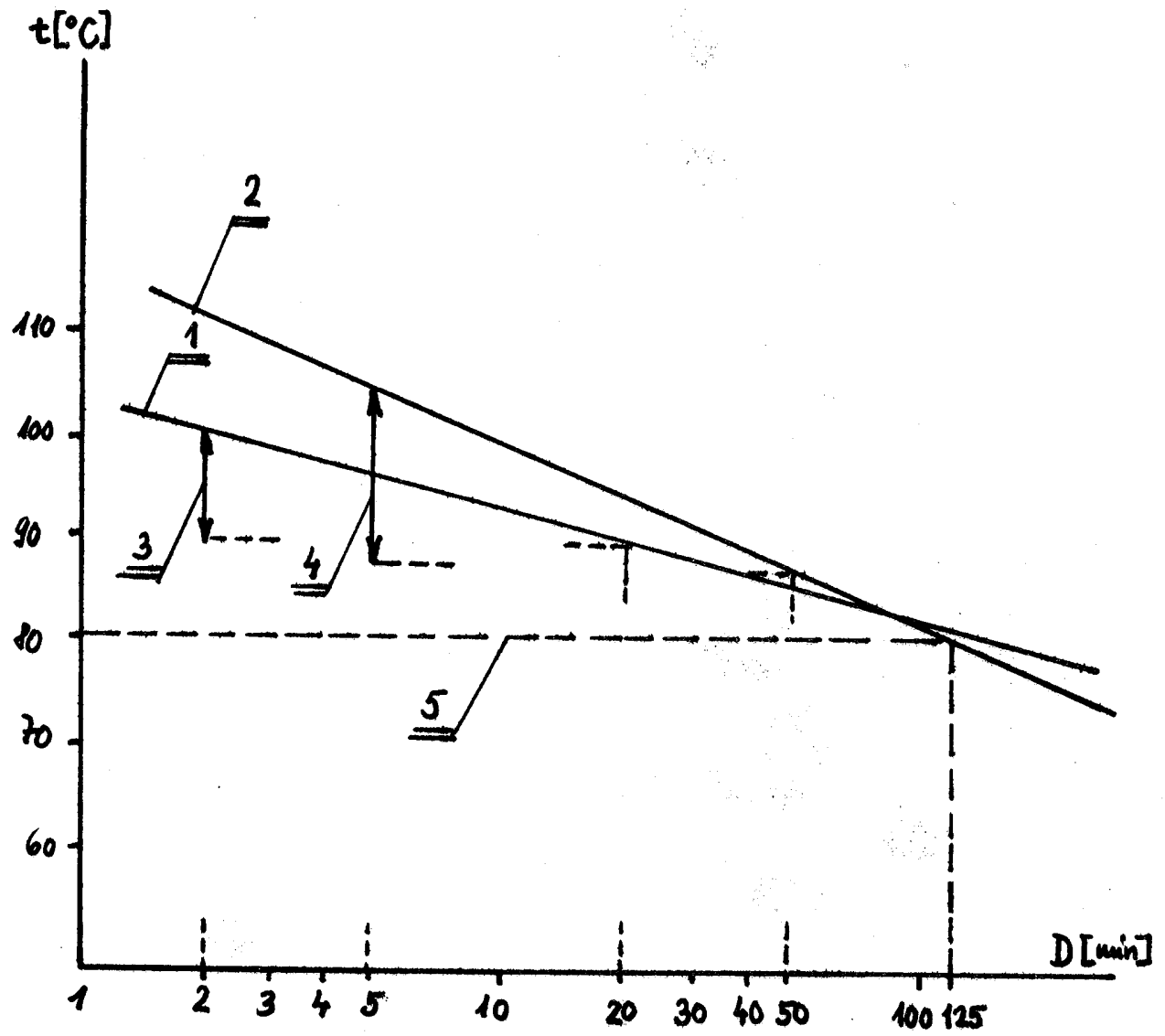
234 451

Způsob určení hodnoty termodestrukčního účinku sterilačního nebo pasteračního zákroku chemickým indikátorem, vyznačující se tím, že se společně se sterilovanou látkou podrobí tepelnému působení chemická látka, jejíž tepelná destrukce se řídí kinetikou I. řádu, po skončeném tepelném zákroku se z koncentračního rozdílu vložené chemické látky určí praktická hodnota sterilačního účinku.

2 výkresy



Obr. 1



Obr. 2