

U. Kaiser* und J. Göman

Untersuchungen zur Entlüftung von Hohlkörpern in Dampf-Sterilisationsprozessen

In zahlreichen Experimenten haben wir das Entlüftungsverhalten von verschiedenen Hohlkörper-Systemen in Dampf-Sterilisationsprozessen mit vorgeschaltetem fraktionierteem Vakuum als Entlüftungsschritt getestet. Der Schwierigkeitsgrad der Entlüftung erwies sich dabei als abhängig vom verwendeten Entlüftungsverfahren und von der Art und Dimensionierung des Hohlkörpers. Der Schwierigkeitsgrad der Entlüftung nimmt mit der Schlauchlänge und mit einer Vergrößerung des Schlauchquerschnitts zu. Dabei ist innerhalb der gemessenen Grenzen das Produkt aus Länge $\times$ Radius dem Penetrationswiderstand proportional, wenn gleichartiges Schlauchmaterial und der gleiche Entlüftungsprozeß verwendet werden. Aus über 1 000 Einzelmessungen konnte ein quantitatives mathematisches Modell abgeleitet werden.

Schlüsselwörter: Dampf-Sterilisation, Hohlkörper, Chemo-Indikator-Systeme, Dampfdringung

1 Einleitung

Die Euronorm EN 556 fordert von allen Sterilisationsprozessen, sofern die darin sterilisierten Güter als steril bezeichnet werden, den Nachweis einer Mindest-Sterilisationswahrscheinlichkeit von $SAL = 10^{-6}$ KBE pro Teil. Bei der Validierung von Dampf-Sterilisationsprozessen schreibt die EN 554 ohne die Messung des Bioburdens ein Overkill-Verfahren mit einem Mindest- F_0 -Wert von 15 min vor (zum Beispiel 121 °C, 15 min oder 134 °C, 3 min). Unter diesen Bedingungen wird die geforderte Sterilisationswahrscheinlichkeit jedoch nur dann erreicht, wenn Sattedampf-Bedingungen im Bereich aller zu sterilisierenden Oberflächen vorliegen. In Dampf-Sterilisationsprozessen können Sattedampf-Bedingungen jedoch nur dann vorliegen, wenn vor dem Sterilisationsprozeß die Luft in der Umgebung aller innen- und außenliegenden Oberflächen entfernt wurde. Messungen haben gezeigt, daß die Luftentfernung in langen Hohlkörpern schwieriger zu verwirklichen ist als die Luftentfernung in porösen Gütern. Befindet sich Restluft in einem Hohlkörper, bildet sich eine Luftblase,

U. Kaiser* and J. Göman

Investigation of Air Removal from Hollow Devices in Steam Sterilisation Processes

In numerous experiments we tested the air removal behaviour of various hollow devices in steam sterilisation processes, while employing a pulsed vacuum as a preceding air removal step. It has been demonstrated that the degree of difficulty encountered in air removal is a function of the air removal procedure employed and of the design and dimensions of the hollow device. The degree of difficulty encountered in air removal increases with the tube length and with an increase in the tube cross section. Within the range measured, the product from length $\times$ radius is proportional to the penetration resistance, if identical tube material and the same air removal process are used. It has been possible to deduce a quantitative mathematical model from more than 1000 single measurements.

Keywords: steam sterilisation, hollow devices, chemical indicator systems, steam penetration

1 Introduction

The European standard EN 556 stipulates that all sterilisation processes furnish proof of a minimum sterility assurance level ($SAL = 10^{-6}$ cfu per unit, if the items sterilised therein are to be labelled as sterile. For validation of steam sterilisation processes, EN 554 specifies, without measuring the bioburden, an overkill process with a minimum F_0 value of 15 min (e. g. 121 °C, 15 min or 134 °C, 3 min). However, under these conditions the required sterility assurance level can only be achieved if saturated steam conditions are prevailing on all surfaces to be sterilised. But in steam sterilisation processes saturated steam conditions can prevail only, if before the sterilisation process, the air has been removed from all inner and outer surfaces. Measurements have demonstrated that it is more difficult to remove air from long hollow devices than from porous items. If there is residual air in a hollow device an air pocket is formed, with the result that a hot-air rather than a steam sterilisation process is carried out inside it.

However, in a hot-air sterilisation process, temperatures of 160 °C, 2 h, or 180 °C, 30 min, are required, and these are never achieved in the steam sterilisation pro-

Dr. Ulrich Kaiser, Jörn Göman, gke-mbH, Feldstraße 14, D-61479 Glashütten

und es findet darin anstatt eines Dampf- ein Heißluft-Sterilisationsprozeß statt.

Im Heißluft-Sterilisationsprozeß werden jedoch Temperaturen von 160 °C, 2 Std. bzw. 180 °C, 30 min benötigt, die in den oben genannten Dampf-Sterilisationsverfahren nie erreicht werden (Tab. 1). Als Konsequenz muß davon ausgegangen werden, daß an Stellen mit nicht ausreichender Luftentfernung keine ausreichende Sterilisation entsprechend EN 556 stattfindet.

Ein besseres Verständnis zur Entlüftung von Hohlkörper-Systemen ist schon deshalb notwendig, weil mehr und mehr OP-Instrumente, wie z. B. Endoskope, Minimal Invasive Chirurgische (MIC) Instrumente, Bohrmaschinen, Handstücke in der Zahnmedizin und komplexe Hohlkörper-Systeme verwendet werden.

Bei der Untersuchung von Schlauchmodellen ist feststellbar, daß die am schwersten zu entlüftende Stelle bei einem beiderseitig offenen Schlauch etwa in der Mitte liegt. Bei näherer Betrachtung stellt sich heraus, daß diese Mitte nicht die geometrische Mitte des Schlauches ist, sondern die sogenannte „pneumatische Mitte“. Unterschiede kommen dann vor, wenn die Strömungsverhältnisse der beiden Schlauchhalbseiten beispielsweise durch Quetschungen oder bauartbedingte Querschnittsänderungen unterschiedlich beeinflußt werden. Deshalb ist es nicht leicht, die am schwierigsten zu sterilisierende Stelle ausfindig zu machen. Außerdem ist es problematisch, an dieser Stelle Prüfungen mit geeigneten Methoden, wie zum Beispiel dem Einlegen von Bio- oder Chemo-Indikatoren oder Thermo-Elementen, durchzuführen. Schlauchmodelle halber Länge, die einseitig geschlossen sind, haben sehr ähnliche Entlüftungseigenschaften wie beidseitig offene Schlauchmodelle doppelter Länge (Abb. 1).

Der neue Euronorm-Entwurf prEN 867 Teil 5:1998 zur Prüfung von Kleinststerilisatoren entsprechend prEN 13060 trägt diesem Umstand Rechnung und verwendet

cesses outlined in table 1. The conclusion to be drawn here is that adequate sterilisation as per EN 556 is not being performed at locations with insufficient air removal.

A better understanding of air removal from hollow devices is also needed by virtue of the fact that more and more OR instruments, such as e. g. endoscopes, minimally invasive surgery (MIS) instruments, drilling machines, hand pieces in dentistry and other complex hollow devices are used.

Investigations of tubular models have demonstrated that the central position represents the most difficult site from which to remove air in the case of a tube which is open at both ends. Closer scrutiny reveals that this central position is not the geometric centre of the tube, but is rather the so-called "pneumatic centre". Differences then present when the flow characteristics of both halves of the tube are being subjected to different influences, for instance due to squeezing or to design-mediated changes in cross section. It is therefore not easy to ascertain the site which lends itself least to sterilisation. Moreover, it is difficult to conduct tests with appropriate methods at this site, for example using biological or chemical indicators or thermocouples. Tubular models of half length, which are closed at one end, are endowed with air removal characteristics very similar to those of tubular models of double length which are open at both ends (fig. 1).

The new European draft standard prEN 867 Part 5: 1998 for testing small sterilisers as per prEN 13060 takes account of this situation and uses, in addition to a porous load, also hollow process challenge devices (PCDs), in order to monitor air removal problems and steam penetration. The standard draft specifies a tubular model with a diameter-length ratio of 1:750. Here it was assumed that the air removal action exhibited by a hollow device system with a similar diameter-length ratio is constant. Accordingly, a tube with 1 mm diameter and

Tabelle 1 Temperatur-Zeit Vorgaben im Overkill-Verfahren

Table 1 Temperature-time parameters for overkill

	Temperatur* Temperature	Einwirkzeit** Sterilis. time
Dampfsterilisation (EN 554) Steam sterilisation (EN 554)	121 °C	15 min
	134 °C	3 min
Heißluftsterilisation Dry heat sterilisation	160 °C	120 min
	180 °C	30 min

* Bei vollständiger Luftentfernung/At complete air removal

** Nach Erreichen der Temperatur auf Oberflächen und in Hohlräumen/After reaching the temperature on surfaces and in hollow spaces

Beidseitig offenes Schlauchsystem mit Indikator/
Tube system open at both ends with indicator strip



Einseitig geschlossenes Schlauchsystem halber Länge mit Indikator/
Tube system closed at one end with indicator strip

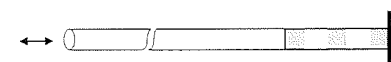


Abbildung 1 Luftentfernung in Hohlkörpern: Beide Varianten weisen ähnliche Entlüftungseigenschaften auf.

Figure 1 Air removal in hollow devices: Both versions show similar air removal characteristics

neben einem porösen Test ein Hohlkörper-Testsystem, um Entlüftungsproblematik und Dampf-Penetration zu überwachen. Der Normenentwurf gibt ein Schlauchmodell mit einem Durchmesser-Längenverhältnis von 1:750 vor. Dabei wurde von der Annahme ausgegangen, daß das Entlüftungsverhalten eines Hohlkörper-Systems mit gleichem Durchmesser-Längenverhältnis konstant ist. Somit wäre ein Schlauch mit 1 mm Durchmesser und 1 m Länge gleich schwer zu entlüften wie ein Schlauch von 2 mm Durchmesser und 2 m Länge etc.

In der Literatur konnten wir nur eine Veröffentlichung von Young zu diesem Thema finden, die sich mit der Sterilisation von kurzen, einseitig geschlossenen Körpern im Strömungs-Sterilisationsprozeß befaßt (1). Young testete einseitig geschlossene Rohre mit Längen bis 9,4 cm mit Bio-Indikatoren und fand heraus, daß mit größerem Durchmesser durch die verbesserte Konvektion eine bessere Entlüftung stattfindet. Dies gilt allerdings nur bei dem von ihm verwendeten Strömungs-Sterilisationsprozeß und steht nicht im Gegensatz zu unseren Messungen.

2 Problemstellung

Durch geeignete Versuche sollte geklärt werden, wie sich das Entlüftungsverhalten von Schlauchmodellen mit unterschiedlicher Länge und unterschiedlichem Durchmesser verändert. Um reproduzierbar arbeiten zu können, wurden einseitig geschlossene Hohlkörper-Helix-Modelle eingesetzt.

Zu klären war dabei, in welcher Form der Nachweis der Entlüftung im endständigen Bereich zu treffen ist. Dies kann durch 3 Verfahren geschehen:

- thermoelektrische Messung der Temperatur
- Bio-Indikatoren
- Chemo-Indikatoren, die in der Lage sind, zwischen Inertgasen und Dampf zu unterscheiden.

Thermoelektrische Messungen können kontinuierliche Vorgänge messen, haben aber mehrere Nachteile. So können sie nur indirekt zwischen Luft und Dampf unterscheiden, wenn die Luft Isolationscharakter hat und das im endständigen Lumen eingeführte Thermo-Element mit einer gewissen Nachlaufzeit aufheizt. Je kleiner das Innenvolumen des Prüfkörpers ist, desto schneller wird die Luft im Innern des Prüfkörpers aufgeheizt, so daß aufgrund einer sehr geringen Temperaturdifferenz zwischen Luft und Dampf nicht mehr unterschieden werden kann. Wird andererseits der Prüfkörper isoliert, kann die Wärme im wesentlichen nur durch das Schlauchmodell in das Innere des endständigen Lumens gelangen. Dann kondensiert bei vollständiger Entlüftung soviel Dampf in den Prüfkörper, daß sich dieser vollständig mit Kondensat füllt und die Sterilisations-Temperatur im Inneren des isolierten Prüfkörpers nicht erreicht wird. Weiterhin ist die Durch-

1 m length would be equally difficult to deaerate as a tube with a 2 mm diameter and 2 m length.

In the literature we have been able to find only one publication by Young on this subject, focusing on the sterilisation of short devices, closed at one end, in a current stream sterilisation process (1). Young tested tubes, closed at one end, and with lengths of up to 9.4 cm with biological indicators and found out that with an increased diameter enhances air removal due to improved convection. This, however, holds true only for the current stream sterilisation process employed by him and does not contradict our measurements.

2 Problem Definition

The imperative targeted here was to show by means of suitable tests how the air removal profile of tubular models changes with different length and different diameter. To provide for reproducible findings, helix models of hollow devices which are closed at one end were employed.

To be elucidated here was in which form proof of air removal could be provided in the dead-end region. This can be accomplished in 3 ways:

- thermoelectric measurement of temperature
- biological indicators
- chemical indicators that are able to differentiate between non-condensable gases and steam.

Thermoelectric measurements are able to give continuous information on processes, but suffer many drawbacks. For example, they can differentiate only indirectly between air and steam if the air is of an insulating nature and the thermocouple inserted into the dead-end lumen heats up only after a certain delay. The smaller the inner volume of the test device, the quicker the air will be heated inside the test device, hence on the basis of a slight temperature difference no distinction can be made any longer between air and steam.

But if, on the other hand, the test device is insulated, the heat can only penetrate into the inside of the dead-end lumen through the tubular model. In the presence of complete air removal, there is so much steam condensation in the test device that the latter becomes replete with condensate and the sterilisation temperature is not reached inside the insulated test device. Furthermore, it is not easy to introduce the thermocouple into small lumens without having contact with the walls of the test device, and this can result in incorrect measurements.

Although biological indicators as a combination of *B. subtilis* for hot-air and *B. stearothermophilus* for steam sterilisation simulate realistic test conditions, we did not use them due to the enormous investment (more than 1000 measurements were conducted) and

führung des Thermo-Elements ohne Kontakt zu den Wänden des Prüfkörpers in kleinen Lumen nicht einfach und kann zu Fehlmessungen führen.

Bio-Indikatoren als Kombination von *B. subtilis* für die Heißluft- und *B. stearothermophilus* für die Dampf-Atmosphäre stellen zwar realistische Testbedingungen dar, wurden jedoch aufgrund des hohen Aufwandes (es wurden mehr als 1000 Messungen durchgeführt) und der Zeitverschiebung zwischen Anwendung und Erhalt der Ergebnisse nicht eingesetzt.

Da neben dem Entlüftungsverhalten auch unterschiedliche Prüfkörper-Typen getestet werden sollten, haben wir uns für die Verwendung von Chemo-Indikatorsystemen entschieden, die in der Lage sind, zwischen Luft und Dampf zu differenzieren. Beispielsweise schlägt ein derartiger Indikator in Heißluft bei 140 °C und 30 min nicht nach schwarz um, während er unter Sattdampfbedingungen bei 121 °C, 15 min oder bei 134 °C, 3 min von gelb nach schwarz umschlägt.

Zum Studium der Einflußgrößen mußte eine Vielzahl von Parametern variiert werden. Um einen Überblick über die Einflüsse jedes einzelnen Parameters zu erhalten, durfte jeweils nur ein Parameter geändert werden, was zu einer Vielzahl von Versuchen führte. Im einzelnen wurde die Einflußgrößen folgender Parameter studiert:

- Schlauchlänge
- Schlauchdurchmesser
- Schlauchmaterial
- Prüfkörper-Typ
- Art der Entlüftungsschritte mit:
 - Vakuum-Tiefe
 - Druckdifferenz im Einzelschritt
 - Anzahl der Entlüftungsschritte
 - Druckanstiegs- und -abfallgeschwindigkeit

Innerhalb dieser Versuchsreihe beschränkten wir uns ausschließlich auf Messungen, die einen Fehler durch mangelhafte Entlüftung erzeugen. Andere Fehlerursachen, wie Leckagen im Sterilisator oder nichtkondensierbare Gase (Inertgase) im Dampf, kommen im Dampf-Sterilisationsprozeß zwar ebenfalls vor, Aussagen hierüber können aber mit den erfolgten Messungen nicht gleichgesetzt werden. Detaillierte Untersuchungen zum Verhalten von Helix-Modellen mit nicht kondensierbaren Gasen im Dampf sind derzeit im Gange und sollen demnächst veröffentlicht werden. Sie stellen nicht minder große Gefahren für die Sterilisation von Hohlkörper-Systemen dar.

3 Versuchsdurchführung

Die Messungen erfolgten mit unterschiedlichen Schlauchlängen, Schlauchdurchmessern und Schlauchmaterialien in verschiedenen Dampf-Sterilisationsprozessen. Dabei wurden nur Dampf-Sterilisa-

the time lag between use and provision of the results. Since in addition to the air removal process different test devices were also to be tested, we opted for the use of chemical indicators that are capable of differentiating between air and steam. For example, such an indicator does not change to black in hot air at 140 °C and with an exposure time of 30 min, whereas under saturated steam conditions it changes from yellow to black at 121 °C, 15 min, or at 134 °C, 3 min.

To investigate the variables exerting an influence on the process, myriad parameters had to be varied. To elucidate the influence exerted by each individual parameter, only one parameter could be altered at any one time, something which led to a plethora of experiments. The effects of the following parameters were investigated:

- tube length
- tube diameter
- tube material
- test device type
- type of air removal step with:
 - vacuum depth
 - pressure difference in the individual step
 - number of air removal steps
 - positive and negative pressure gradient velocity.

Within this series of experiments, we restricted ourselves exclusively to measurements which result in a faulty outcome due to inadequate air removal. While other sources of failure, such as leakage in the steriliser or non-condensable gases (inert gases) in the steam, are manifest in the steam sterilisation process, they cannot be equated with the measurements conducted here. Detailed investigations of the behaviour of helix models with non-condensable gases in the steam are being currently conducted and their findings will soon be published. They pose no less a risk for the sterilisation of hollow device systems.

3 Performing the Experiments

The measurements were effected with different tube lengths, tube diameters and tube materials in different steam sterilisation processes, while using only steam sterilisation processes with interposed subatmospheric air removal cycles, since it is known that, as opposed to porous items, it is very difficult to remove the air from hollow devices with superatmospheric air removal cycles.

One end of the tubes was connected to a dead-end test device in which a chemical indicator had been inserted before the measurement (fig. 2) At sites at which the indicator does not change to black, there is no steam and hence the sterilisation outcome is not assured. The air removal parameters were varied by a different number of air removal cycles ranging from "poor" to "good", in order to be able to measure the borderline between un-

tionsprozesse mit vorgeschalteten sub-atmosphärischen Entlüftungszyklen verwendet, da bekannt ist, daß Hohlkörper im Gegensatz zu porösen Gütern mit super-atmosphärischen Entlüftungsschritten nur sehr schwer entlüftet werden können.

Das eine Ende der Schläuche wurde mit einem endständigen Prüfkörper verbunden, in den vor der Messung ein Chemo-Indikator plazierte wurde (Abb. 2). An den Stellen, an denen der Indikator nicht nach schwarz umschlägt, ist kein Dampf vorhanden und damit das Sterilisationsergebnis nicht gewährleistet. Die Entlüftungsparameter wurden durch eine unterschiedliche Anzahl von Entlüftungsschritten von „schlecht“ nach „gut“ verändert, um die Grenze zwischen mangelhafter Entlüftung und Dampfpenetration messen zu können. Die Tabellen 2–4 zeigen die Ergebnisse. Jedes Kästchen ist hier einem Versuch zugeordnet, wobei die kontinuierliche Veränderung der Entlüftungsparameter die Trendbetrachtung der Ergebnisse sichert.

Zunächst wurden Länge und Durchmesser von PTFE und Edelstahl-Metallschläuchen mit einer Wandstärke von 0,5 mm unter ansonsten gleichen Bedingungen getestet. Dabei wurden jeweils vergleichbare Entlüftungsbedingungen gewählt, die im Grenzbereich zwischen

satisfactory air removal and steam penetration. Tables 2–4 show the results. Each box represents an experiment; continuous variation of the air removal parameters provides for reliable monitoring of the trends being evidenced in the results.

To begin with, the length and diameter of PTFE and high-grade steel metal tubes with a wall thickness of 0.5 mm were measured under otherwise identical conditions. In each case comparable air removal conditions were selected, and were measured in the borderline region between "deaerated" or "non-deaerated", e. g. 1–3 air removal cycles from 100 to 1000 mbar with subsequent sterilisation at 134 °C for 3 min.

4 Discussion of the Results

4.1 Geometric Factors, Dimensions

We have been able to confirm that the difficulty in removing air from a dead-end hollow device increases with an increase in the tube length. Surprisingly, however, we noted – and this has been confirmed by several hundred measurements – that with an increasing diameter of an otherwise identical tubular model in the same sterilisation cycle, the air removal and hence the steam penetration become more difficult. For example the air is fully removed from a tube with a length of 4 m and 1 mm diameter, while it is not removed from a 2 m long tube with a 5 mm diameter in the same process (tables 2, 3, 4).

Following these experiments we surmised that with an increase in the tube diameter and hence in the cross section, the difficulty encountered in removing air from hollow devices with subatmospheric air removal steps increases. This has been proven at least with tubes with an inner diameter of between 1 and 5 mm. Certainly, this trend will not permanently increase with increasing tube cross section. Rather, with an increasing tube diameter we expect a limit value and a decrease in the difficulty of air removal in the case of essentially greater diameters. But just where this maximum value is situated has still to be ascertained.

Providing an explanation for this phenomenon was not easy at first. With pressure gradients between 0.5 and 2 bar/min one can assume that on aerating or deaerating media of low viscosity, such as air and steam, the flow velocity is always zero at the closed tube end and reaches its maximum at the open end, which is why turbulent flow must be expected in the anterior part of the hollow device. Hence laminar flow with axial mixing of the competing gases can be excluded in the region of the open end.

Formed at the open end is a stopcock current whose velocity is totally independent of the cross section of the inner diameter of the tube and is determined ex-

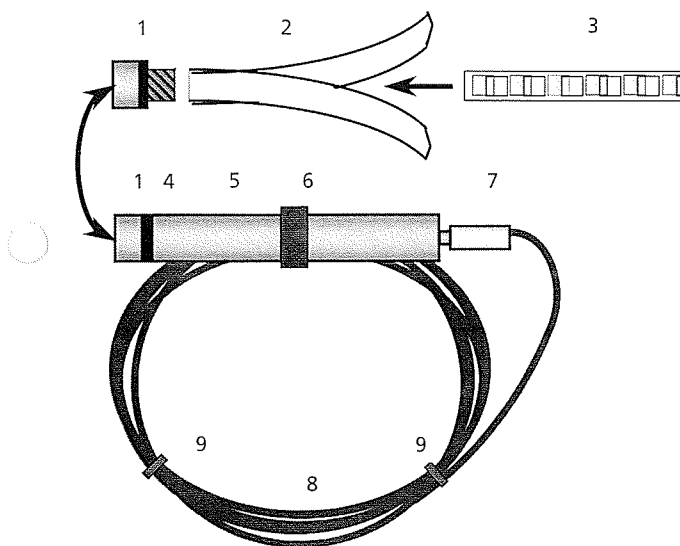


Abbildung 2 Aufbau eines Prüfkörpermodells mit Schlauch

Figure 2 Construction of a test device model with tube

- 1 Prüfkörperverschluß/Cover of test device
- 2 Indikatoraufnahme/Hold of the indicator strip
- 3 Chemo-Indikator/Chemical indicator
- 4 Dichtungsring/Sealing ring
- 5 Prüfkörper/Test device
- 6 Schlauchbinder, groß/Hose fitting, large
- 7 Dichtungsmanschette/Sealing gasket
- 8 Schlauch/Tube
- 9 Dichtungsmanschetten, klein/Hose fittings, small

„entlüftet“ und „nicht entlüftet“ gemessen wurden, z. B. 1–3 Entlüftungszyklen von 100 bis 1000 mbar mit anschließender Sterilisation bei 134 °C, 3 min.

4 Diskussion der Ergebnisse

4.1 Geometrische Faktoren, Dimensionen

Wir konnten bestätigen, daß sich die Schwierigkeit, endständige Hohlkörper zu entlüften, mit der Zunahme der Schlauchlänge steigert. Zu unserer Überraschung stellten wir jedoch fest – und dies konnte durch mehrere hundert Messungen bestätigt werden –, daß bei wachsendem Durchmesser eines ansonsten vergleichbaren Schlauchmodells im gleichen Sterilisationszyklus die Entlüftung und damit die Dampfdurchdringung schwieriger wird. So wird zum Beispiel ein Schlauch von 4 m Länge und 1 mm Durchmesser vollkommen entlüftet während ein 2 m langer Schlauch mit 5 mm Durchmesser im gleichen Prozeß nicht entlüftet wird (Tabellen 2, 3, 4).

Nach diesen Versuchen müssen wir feststellen, daß mit Erhöhung des Schlauchdurchmessers und damit einhergehend des Querschnitts die Schwierigkeit, Hohlkörper mit sub-atmosphärischen Entlüftungs-Zyklen zu entlüften, zunimmt. Dies wurde zumindest mit Schläuchen von 1 bis 5 mm Innendurchmesser nachgewiesen. Mit Sicherheit wird dieser Trend bei wachsendem Schlauchquerschnitt nicht permanent zunehmen. Wir erwarten bei wachsendem Schlauchdurchmesser vielmehr einen Grenzwert und bei wesentlich größeren Durchmessern eine Abnahme der Entlüftungsschwierigkeit. Wo jedoch dieses Maximum genau liegt, wurde noch nicht ermittelt.

Die Erklärung für dieses Phänomen war zunächst nicht einfach. Bei Druckanstiegs- und -abfallgeschwindigkeiten von 0,5 und 2 bar/min kann man davon ausgehen, daß beim Be- und Entlüften in geringviskosen Medien, wie Luft und Dampf, die Strömungsgeschwindigkeit am geschlossenen Schlauchende immer Null und am offenen Ende am größten ist, weshalb mit turbulenter Strömung im vorderen Teil des Hohlkörper gerechnet werden muß. Damit kann eine Laminar-Strömung mit Quervermischung der konkurrierenden Gase in erster Näherung im Bereich des offenen Endes ausgeschlossen werden.

Am offenen Ende bildet sich eine Pfropfen-Strömung aus, deren Geschwindigkeit total unabhängig vom Querschnitt des Schlauch-Innendurchmessers ist und ausschließlich von der Länge des Schlauches sowie der Druckanstiegs- bzw. Druckabfallgeschwindigkeit bestimmt wird. Unter Anwendung des Idealen Gasgesetzes werden bei Verringerung des Drucks um z. B. 90% von 1000 mbar auf 100 mbar auch 90% der Luftmenge im Inneren des Hohlkörper-Systems entfernt. Bei Umkehr des Druck-Zyklus wird diese Menge im Inneren des

clusively by the length of the tube as well as by the pressure gradient. Applying the ideal gas law, by reducing the pressure by e. g. 90% from 1000 mbar to 100 mbar, 90% of the air quantity inside the hollow device system is also removed. If the pressure cycle is reversed, this quantity is replaced in the sterilisation chamber by a steam-air mixture, which is composed of approx. 90% steam and 10% air, as a stopcock current which pushes the existing residual air of 10% back into the dead-end side of the hollow device system (fig. 3). If no mixing is effected by the stopcock current in the first air removal process, after several air removal cycles the process only displaces any air existing at the dead end, without allowing the steam to penetrate to the dead end. Despite the fact that laminar flow prevails at the closed end, making provision for axial mixing, air and steam are not mixed at the rear end in the first air removal cycle, since the phase limit does not reach the laminar region.

The percentage of residual air in the tubular model during the first air removal cycle depends exclusively on the depth of the vacuum. Here 100 mbar corresponds to 10% residual air and 50 mbar to 5% residual air, etc. Hence the vacuum depth is of paramount importance for air removal.

The fact that – despite in most cases the presence of a stopcock or piston current – steam is detected at the end of several air removal steps at the closed end of the tubular model suggests that a further, superimposed, process is responsible for the steam penetration. When a steam-air mixture enters the inside of the hollow device after the air removal step, this heats up the tube walls both from the inside as well as from the outside and water condenses on the inner and outer walls (fig. 3, level 2). During the next vacuum cycle the residual air volume expands at the end of the tubular model and fills the entire test device once again (fig. 3, level 3). The condensate that has formed on the inner surfaces does not evaporate before air removal but rather in the course of air removal, so that the steam being formed evaporates into the residual air inside the tubular model. In this manner more air is removed from the tubular model and the existing residual air is enriched with steam.

During the next pressure cycle, this evaporated water quantity condenses once again in regions situated farther back, so that after repeated reversion of the process, steam can penetrate as far as the dead-end region of the closed test device. Subject to this hypothesis, the steam penetration in the dead-end region will be better, the greater the ratio between the inner surface of the tube and the inner volume. This ratio is essentially better with a small cross section and decreases by the factor $2r$ with increasing diameter. This is the only hypothesis that can be put forward for the existing phenomenon.

Tabelle 2 Entlüftungsverhalten eines PTFE-Schlauchs mit gke Messing-Prüfkörper. Druckwendepkt.: 100 auf 950 mB; Anz. d. Entlüftungsschritte: 1–10; Druckänderungsgeschwindigkeiten während d. Entlüftung: 1000 +/- 200 mB/min; Sterilisation bei 134 °C, 3:30 min.

Table 2 Air removal behaviour of a PTFE tube with gke brass test device. Minima and maxima of vac. cycles: 100 to 950 mB; number of vac. cycles: 1–10; rate of pressure rise: 1000 +/- 200 mB/min; sterilisation at 134 °C, 3:30 min.

Ø Schlauch (mm) Ø Tube (mm)	Schlauch-Länge (m) Tube length (m)	Farbumschlag d. Chemoindik. bei Anz. d. Entlüftungs-Vakuumschritte (950 auf 100 mB) Colour change of the chem. indicator at number of vacuum cycles (950 to 100 mB)					
		1	2	3	4	5	10
1	0,5	0	100	100	100	100	100
	1	0	100	100	100	100	100
	2	0	90	100	100	100	100
	3	0	90	100	100	100	100
	4,5	0	75	100	100	100	100
2	0,5	0	75	100	100	100	100
	1	0	75	100	100	100	100
	2	0	30	100	100	100	100
	3	0	10	80	100	100	100
	4,5	0	20	90	100	100	100
3	0,5	0	80	100	100	100	100
	1	0	30	100	100	100	100
	2	0	25	100	100	100	100
	3	0	0	25	100	100	100
	4,5	0	0	50	90	100	100
4	0,5	0	50	100	100	100	100
	1	0	0	100	100	100	100
	2	0	0	100	100	100	100
	3	0	0	90	100	100	100
	4,5	0	0	20	60	90	90
5	0,5	0	20	100	100	100	100
	1	0	0	100	100	100	100
	2	0	0	100	100	100	100
	3	0	0	10	90	100	100
	4,5	0	0	0	10	10	25

Tabelle 3 Entlüftungsverh. eines PTFE-Schlauchs mit gke Polypropylen-Prüfkörper. Druckwendepkt.: 100 auf 950 mB; Anz. der Entlüftungsschritte: 1–10; Druckänderungsgeschwindigkeiten während d. Entlüftung: 1000 +/- 200 mB/min; Sterilisation bei 134 °C, 3:30 min.

Table 3 Air removal behaviour of a PTFE tube with gke polypropylene test device. Minima and maxima of vac. cycles: 100 to 950 mB; number of vac. cycles: 1–10; rate of pressure rise: 1000 +/- 200 mB/min; sterilisation at 134 °C, 3:30 min.

Ø Schlauch (mm) Ø Tube (mm)	Schlauch-Länge (m) Tube length (m)	Farbumschlag d. Chemoindik. bei Anz. d. Entlüftungs-Vakuumschritte (950 auf 100 mB) Colour change of the chem. indicator at number of vacuum cycles (950 to 100 mB)					
		1	2	3	4	5	10
1	0,5	0	90	100	100	100	100
	1	0	90	100	100	100	100
	2	0	50	100	100	100	100
	3	0	30	100	100	100	100
	4,5	0	20	90	100	100	100
2	0,5	0	75	100	100	100	100
	1	0	50	100	100	100	100
	2	0	25	90	100	100	100
	3	0	0	30	75	100	100
	4,5	0	0	10	50	100	100
3	0,5	0	50	100	100	100	100
	1	0	25	90	100	100	100
	2	0	10	30	50	100	100
	3	0	0	0	40	40	100
	4,5	0	0	0	0	25	100
4	0,5	0	40	100	100	100	100
	1	0	0	50	100	100	100
	2	0	0	20	60	100	100
	3	0	0	0	20	75	100
	4,5	0	0	0	0	0	20
5	0,5	0	20	100	100	100	100
	1	0	0	10	100	100	100
	2	0	0	0	10	25	100
	3	0	0	0	0	10	100
	4,5	0	0	0	0	0	10

Tabelle 4 Entlüftungsverhalten eines einseitig abgeklemmten PTFE-Schlauchs ohne Prüfkörper, mit Indikator. Druckwendepkt.: 100 auf 950 mB; Anz. der Entlüftungsschritte: 1–10; Druckänderungsgeschwindigkeiten während der Entlüftung: 1000 +/- 200 mB/min; Sterilisation bei 134 °C, 3:30 min.

Table 4 Air removal of a PTFE tube with one end being tightened, without test device, with indicator. Minima and maxima of vac. cycles: 100 to 950 mB; number of vac. cycles: 1–10; rate of pressure rise: 1000 +/- 200 mB/min; sterilisation at 134 °C, 3:30 min.

○ Schlauch (mm) ○ Tube (mm)	Schlauch-Länge (m) Tube length (m)	Farbumschlag d. Chemoindik. bei Anz. d. Entlüftungs-Vakuumschritte (950 auf 100 mB) Colour change of the chem. indicator at number of vacuum cycles (950 to 100 mB)					
		1	2	3	4	5	10
1	0,5	0	0	100	100	100	100
	1	0	0	100	100	100	100
	2	0	0	100	100	100	100
	3	0	0	100	100	100	100
	4,5	0	0	100	100	100	100
2	0,5	0	0	100	100	100	100
	1	0	0	100	100	100	100
	2	0	0	100	100	100	100
	3	0	0	0	0	0	100
	4,5	0	0	0	0	0	100
3	0,5	0	0	100	100	100	100
	1	0	0	100	100	100	100
	2	0	0	0	0	0	100
	3	0	0	0	0	0	100
	4,5	0	0	0	0	0	100
4	0,5	0	0	100	100	100	100
	1	0	0	100	100	100	100
	2	0	0	0	0	0	0
	3	0	0	0	0	0	0
	4,5	0	0	0	0	0	0
5	0,5	0	100	100	100	100	100
	1	0	0	100	100	100	100
	2	0	0	0	0	0	0
	3	0	0	0	0	0	0
	4,5	0	0	0	0	0	0

Sterilisationsraumes durch ein Dampf-Luft-Gemisch ersetzt, das aus ca. 90% Dampf und 10% Luft als Pfropfen-Strömung die noch vorhandene Restluft von 10% rückwärts in das endständig geschlossenen Hohlkörper-System zurückschiebt (Abb. 3). Wegen der Pfropfenströmung am offenen Ende des Schlauches findet dort keine wesentliche Durchmischung statt. Obwohl am geschlossenen Ende laminare Strömung mit der Möglichkeit der Durchmischung herrscht, findet im ersten Entlüftungszyklus keine Durchmischung von Luft und Dampf statt, da die Phasengrenze den laminaren Bereich nicht erreicht. Die Wiederholung mit mehreren Entlüftungsschritten würde die endständig vorhandene Luft im Hohlkörper nur expandieren und komprimieren, ohne daß es zu einer Dampfdurchmischung bis zum geschlossenen Ende kommt.

Der prozentuale Anteil der Restluft im Schlauchmodell hängt beim ersten Entlüftungszyklus einzig und allein von der Tiefe des Vakuums ab. Dabei entsprechen 100 mbar 10% Restluft und 50 mbar 5 % Restluft etc. Damit ist die Vakuumtiefe von ganz entscheidender Bedeutung für die Entlüftung.

Die Tatsache, daß, obwohl größtenteils mit Pfropfen- oder Kolben-Strömung gerechnet werden kann, am

4.2 Material Selection

Based on these insights it is also obvious that a change of the tube material from plastic to metal will result in differences in the air removal profile. Metal tubes lend themselves better to gradual air removal than do plastic tubes with similar dimensions. We assume that due to the greater thermal capacity of metals, more condensate is formed on the inner walls of metals, thus enhancing air removal.

4.3 Air Removal Cycles

The air removal cycles serve to determine both the dilution factor and the pressure increase and decrease velocity as well as the total air removal factor in the dead-end lumen. The deeper the vacuum generated, the better the air will be removed from dead-end hollow devices. If the vacuum is brought below 10 mbar or 1 kPa, the steam penetration can even be accomplished with only one air removal cycle in dead-end volumes. However, such processes are exceedingly critical, since doubling of the pressure in the deep vacuum from e. g. 10 mbar to 20 mbar doubles the residual air in the hollow device, thus jeopardising air removal. Therefore processes with the so-called "single high vac autoclave" must be calibrated with utmost precision and the fine

Ende mehrerer Entlüftungszyklen Dampf am geschlossenen Ende der Schlauchmodelle nachgewiesen wird, läßt darauf schließen, daß ein weiterer, überlagerter Prozeß für die Dampfdurchdringung verantwortlich ist. Wenn nach dem Entlüftungszyklus ein Dampf-Luft-Gemisch in das Innere des Hohlkörpers strömt, erhitzt dieses die Schlauchwände sowohl von innen als auch von außen und es kondensiert Wasser an den Außen- und Innenwänden (Abb. 3, Stufe 2). Beim nächsten Vakuumsschritt erweitert sich das Restluft-Volumen am Ende des Schlauchmodells und füllt den gesamten Prüfkörper wieder aus (Abb. 3, Stufe 3). Das an den Innenoberflächen niedergeschlagene Kondensat verdampft nicht vor dem Entlüften sondern während des Entlüftens, sodaß der gebildete Dampf in die Restluft im Inneren des Schlauchmodells hinein verdampft. Dadurch wird weitere Luft aus dem Schlauchmodell entfernt und die vorhandene Restluft mit Dampf angereichert. Beim nächsten Druckzyklus kondensiert diese verdampfte Wassermenge wiederum in weiter hinten gelegene Bereiche, so daß nach mehrmaligem Umkehren des Prozesses Dampf bis in den endständig geschlossenen Bereich des geschlossenen Prüfkörpers gelangen kann. Unter der Voraussetzung dieser Hypothese wird die Dampfdurchdringung im endständigen Bereich um so besser, je größer das Verhältnis zwischen der inneren Oberfläche des Schlauches und dem Innenvolumen ist. Dieses Verhältnis ist mit kleinem Querschnitt wesentlich besser und nimmt mit wachsendem Durchmesser um den Faktor $2r$ ab. Nur diese Hypothese erklärt das gefundene Phänomen.

4.2 Materialauswahl

Nach diesen Erkenntnissen ist auch klar, daß ein Wechsel des Schlauchmaterials von Kunststoff zu Metall Unterschiede im Entlüftungsverhalten zeigt. Metallschläuche werden graduell besser entlüftet als Kunststoffschläuche mit gleichen Dimensionen. Wir gehen davon aus, daß sich aufgrund der höheren Wärmekapazität von Metallen an den Innenwänden mehr Kondensat niederschlägt, wodurch die Entlüftung verbessert wird.

4.3 Entlüftungs-Zyklen

Durch die Entlüftungs-Zyklen werden sowohl der Verdünnungsfaktor als auch die Druckanstiegs- und -abfallgeschwindigkeit sowie der Gesamt-Entlüftungsfaktor im endständigen Lumen bestimmt. Je tiefer das erzeugte Vakuum ist, desto besser lassen sich endständige Hohlkörper entlüften. Wird das Vakuum auf unter 10 mbar oder 1 kPa gebracht, kann sogar mit nur einem Entlüftungszyklus die Dampfdurchdringung in endständigen Volumen erreicht werden. Derartige Verfahren sind jedoch äußerst kritisch, da die Verdopplung des Drucks im tiefen Vakuum von z. B. 10 mbar auf 20 mbar die Restluft im Hohlkörper verdoppelt und so die Entlüftung in Frage stellt. Deshalb sind Verfahren mit einfachem Hochvakuum, dem sog. „Single-High-Vac-Autoklaven“, äußerst genau zu kalibrieren und das Fein-

1. Nach erstem Evakuieren/After first vacuum phase

2. Nach erster Dampfzugabe /After first steam injection

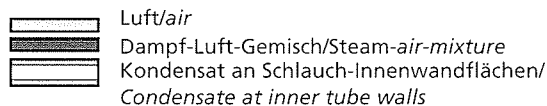
3. Während d. zweiten Evakuierens/During second vac. phase

4. Nach zweitem Evakuieren/After second vacuum phase

5. Nach zweiter Dampfzugabe/After second steam injection

Abbildung 3 Dampfdurchdringung eines halbseitig geschlossenen Schlauches

Figure 3 Steam penetration of a tube closed at one end



vacuum must be monitored with extreme caution. The dilution ratio is determined by the differential pressure set as well as by the number of cycles. The greater the number of air removal cycles and the greater the ratio between the upper and lower pressure limit, the more efficient will be the air removal. Exerting a major influence is, however, the lower vacuum achieved. Based on our measurements, we recommend sterilisation cycles which operate with a vacuum below 100 mbar, in order to be able to verify reliable air removal results. The total number of necessary cycles depends on the vacuum actually achieved and, naturally, also on the complexity of the hollow device. The pressure gradients were varied between approx. 0.5 and 10 bar/min, revealing variations in the region between 0.5 and 1.5 bar/min. Variations in the pressure gradients between 1.5 and 10 bar/min showed hardly any differences. Peters and Simon (3) have demonstrated that the dilution factor is a very good yardstick for determination of air removal from porous articles – but it cannot be extrapolated to hollow devices – thus substantiating our findings

4.4 Test Device Models

As test models we used commercially available metal and plastic test devices manufactured by gke. Both

Vakuum ist extrem genau zu überwachen. Sowohl der eingestellte Differenzdruck als auch die Anzahl der Entlüftungsschritte bestimmen das Verdünnungsverhältnis. Je größer die Anzahl der Entlüftungsschritte ist und je höher die Druckdifferenz ist, desto besser ist die Entlüftungswirkung. Sehr stark bestimmend ist jedoch das erzielte untere Vakuum. Aufgrund unserer Messungen empfehlen wir Sterilisationszyklen, die mit einem Vakuum unter 100 mbar arbeiten, um sichere Entlüftungsergebnisse zu verifizieren. Die Gesamtanzahl der notwendigen Zyklen hängt vom absolut erreichten Vakuum und selbstverständlich auch von der Komplexität der Hohlkörper ab. Die Druckanstiegs- und -abfallsgeschwindigkeit wurde von ca. 0,5 bis 10 bar/min variiert. Dabei ergaben sich Unterschiede im Bereich zwischen 0,5 und 1,5 bar/min. Veränderungen der Druckänderungsgeschwindigkeit zwischen 1,5 und 10 bar/min lassen kaum Änderungen erkennen. Peters und Simon (3) weisen nach, daß der Verdünnungsgrad ein sehr gutes Maß für die Entlüftung poröser Güter darstellt, jedoch nicht auf Hohlkörper anwendbar ist und bestätigen damit unser Ergebnis.

4.4. Prüfkörper-Modelle

Es wurden von uns auf dem Markt befindliche Metall- und Kunststoff-Prüfkörper der Firma gke als Testmodelle eingesetzt. Beide Modelle haben ein vergleichbares Innenvolumen von 450 bis 500 µl. Der Metall-Prüfkörper besitzt einen geschlitzten Teflon-Einsatz von 7 mm Durchmesser, um den Indikator aufzunehmen (Abb. 2). Der Kunststoff-Prüfkörper besteht aus Polypropylen, ist relativ dünnwandig und hat eine geringe Wärmekapazität. Beide Prüfkörper-Modelle haben grundsätzlich ähnliche Eigenschaften. Allerdings ergeben sich bei der Detektion von Inertgasen, die durch Leckagen des Sterilisators oder durch Eindringen von Inertgasen in Dampf entstehen, umgekehrte Verhältnisse. Der Kunststoff-Prüfkörper ist hier wesentlich weniger sensibel als ein vergleichbarer Metall-Prüfkörper, der über die etwa 10-fach höhere Wasserdampf-Kondensation im Inneren verfügt. Über quantitative Auswirkungen werden wir in einer Folge-Veröffentlichung berichten.

Prinzipiell müßten die Innen-Volumina der Prüfkörper den Schlauchquerschnitten angepaßt werden, um beidseitig offene Schläuche von doppelter Länge möglichst nahe zu simulieren. Aufgrund des Aufwandes wurden bei den Messungen mit Schläuchen zwischen 1 und 5 mm ausschließlich die oben erwähnten Kunststoff- und Metall-Prüfkörper verwendet. Um jedoch auszuschließen, daß die gemessenen Effekte (vor allem in Bezug auf den Querschnitt) mit dem Prüfkörper zusammenhängen, wurden die Messungen zudem ausschließlich mit endständig eingebrachten Indikatoren und abgequetschten Schläuchen ohne Prüfkörper wiederholt, so daß der Schlauchquerschnitt bis zum Ende annähernd konstant war. Auch diese Messungen brachten die gleichen Ergebnisse, so daß wir davon ausge-

models have a comparable inner volume of between 450 and 500 µl. The metal test device features a split Teflon insert with a 7 mm diameter for accommodating the indicator (fig.2). The plastic test device is made of polypropylene and has a relatively thin wall as well as a low thermal capacity. In principle, both test device models are endowed with similar properties. However, reversed trends were observed as regards the detection of inert gases presenting as a result of leakages in the steriliser or of penetration of inert gases into the steam. Here the metal test device is essentially more sensitive than a comparable plastic test device, which disposes of around a 10-fold greater quantity of steam condensation inside it. We shall report quantitative repercussions in a later publication, since the measurements currently underway are not yet complete.

In principle, the inner volumes of the test devices must be adapted to the cross sections of the tube, in order to simulate as closely as possible tubes open at both ends and of double length. Due to the onerous nature of this task, only the plastic and metal test devices mentioned above were used for the measurements with tubes between 1 and 5 mm. However, to exclude a relationship between the measured effects (above all in respect of cross section) and the test device, the measurements were conducted, in addition, exclusively with indicators placed at the dead end and with bunched tubes without a test device, so that the tube cross section was practically constant up to the end. These measurements too furnished the same results, hence we can assume that the effects measured in respect of the tube diameter are not a function of the test devices employed.

5 Quantitative Appraisals Based on a Mathematical Model

The penetration resistance increases with the product from length $\times$ diameter (tab. 5). Based on this observation, we defined the hollow device penetration resistance (HPR), which increases with the increasing length and volume of the hollow device and decreases with the increasing area of inner walls. The property of the sterilisation process K_p , as well as that of the helix model K_H were used as proportionality constants (equation 1).

The penetration resistance HPR of hollow devices closed at one end and of half length is similar to that of hollow devices open at both ends (equation 2). If equation 1 is employed for a round tube, equations 3–5 are obtained.

Tubes with different length and different diameter have the same penetration resistance HPR, if the product from length and diameter is identical for the same material, same wall thickness and same process. The data given in table 6 serve as an example.

hen können, daß die gemessenen Effekte in Bezug auf den Rohrdurchmesser nicht in Zusammenhang mit den verwendeten Prüfkörpern stehen.

5 Quantitative Betrachtungen mit Hilfe eines mathematischen Modells

Der Penetrationswiderstand steigt mit dem Produkt aus Länge und Durchmesser (Tab. 5). Daraus resultierend, wurde der *Hohlkörper-Penetrations-Widerstand* (*Hollow-Penetration-Resistance HPR*) definiert, der mit zunehmender Länge und Volumen des Hohlkörpers zu- und mit zunehmender Fläche der Wände abnimmt. Als Proportionalitätskonstante geht sowohl die Eigenschaft des Sterilisationsprozesses K_p als auch die des Helix-Modells K_H ein (Gleichung 1).

Der Penetrationswiderstand HPR von einseitig geschlossenen Hohlkörpern halber Länge und beidseitig offenen Hohlkörpern ist gleich (Gleichung 2). Wird die Gleichung 1 auf Rundrohre angewendet, ergeben sich die Gleichungen 3–5.

Rohre mit verschiedener Länge und verschiedenem Durchmesser haben den gleichen Penetrationswiderstand HPR, wenn das Produkt aus Länge und Durchmesser bei gleichem Material, gleicher Wandstärke und gleichem Prozeß identisch ist. Als Beispiel dienen die Daten von Tabelle 6.

Die Messung der Anlage in Tabelle 6 stimmen recht gut mit diesem mathematischen Modell überein. Die Streuungen der Messungen erklären sich hauptsächlich dadurch, daß der endständige Prüfkörper nicht mit dem Material des Schlauches identisch ist. Diese Zusammenhänge gelten zumindest für die gemessenen Schlauchdimensionen von 0,5–5 m Länge und 1–5 mm

Measurement of the system in table 6 shows good concordance with this mathematical model. Scattering of the measurements are primarily due to the fact that the dead-end test device was not identical to the material of the tube. These correlations are valid at least for the tube dimensions measured of 0.5–5 m length and 1–5 mm inner diameter. We have conducted no measurements for dimensions beyond this range, hence we cannot maintain that this statement is of general applicability.

6 Experimental Details

6.1 Steriliser

A freely programmable test steriliser from Lautenschläger, Cologne (Germany) with a usable chamber volume of $60 \times 60 \times 60$ cm was used. Both walls and door were continually heated with steam. The operating temperature of the walls was adapted in principle to the operating temperature of the steriliser. Number of cycles, pressure gradients and sterilisation temperature are freely programmable. The steam generator was loaded with de-ionised water with a conductivity below $1 \mu\text{S}/\text{cm}^2$. The feedwater supply was calculated so generously as to obviate the need for re-injection during a sterilisation cycle. This precludes the risk of inert gas peaks presenting from the dissolved air of the feedwater. An inspection window heated to the sterilisation temperature, with a 15 cm diameter, and a light bulb inside the sterilisation chamber permit observation of the sterilisation process.

Before using the steriliser, the thermocouples were calibrated with thermocouple probes and pressure transducers better than 0.5%. Periodic checks revealed that calibration drifted by less than 0.5°C during the entire experimental period.

$$(1) \quad \text{HPR}^* = K_H \times K_p \times \frac{L \times V}{F_i}$$

$$(2) \quad K_{HC} = \frac{K_{H0}}{2}$$

$$(3) \quad \text{HPR}^* = K_H \times K_p \times L \times \frac{r^2 \pi \times L}{2r \pi \times L} = K_H \times K_p \times L \times \frac{r}{2}$$

$$(4) \quad \text{HPR}^* = K_H \times K_p \times L \times r$$

$$(5) \quad \text{HPR}^* \approx L \times r$$

HPR = Hohlkörper-Penetrations-Widerstand/*Hollow-Device-Penetration-Resistance*

K_H = Konstante für Hohlkörper-Charakteristika/*Constant for characteristics of hollow devices*

K_p = Konstante für Sterilisationsprozeß/*Constant for sterilisation process*

K_{HC} = Konstante für einseitig geschlossene Hohlkörper/*Constant for hollow devices closed at one end*

K_{H0} = Konstante für beidseitig offene Hohlkörper/*Constant for hollow devices open at both ends*

L = Länge des Hohlkörpers/*Length of hollow device*

V = Volumen des Hohlkörpers/*Volume of hollow device*

F_i = Innere Oberfläche des Hohlkörpers/*Inner surface of hollow device*

r = Innerer Radius eines runden Hohlkörpers/*Inner radius of a round hollow device*

* = Nur gültig innerhalb der gemessenen Parameter/*Valid within measured parameters only*

Gleichungen 1–5 und Legende

Equations 1–5 and key

Tabelle 5 Ordnung der Messungen nach steigendem HPR: PTFE-Schlauch mit gke Polypropylen-Prüfkörper. Druckwendepkt.: 100 auf 950 mB; Anz. der Entlüftungsschritte: 1–10; Druckänderungsgeschwindigkeiten während der Entlüftung: 1000 +/- 200 mB/min; Sterilisation bei 134 °C, 3:30 min.

Table 5 Order of measurements at increasing HPR: PTFE tube with gke polypropylene test device. Minima and maxima of vac. cycles: 100 to 950 mB; number of vac. cycles: 1–10; rate of pressure rise: 1000 +/- 200 mB/min; sterilisation at 134 °C, 3:30 min.

L × d (cm ²)	Ø Schl. (mm) Ø Tube (mm)	Schl.-Länge (m) Tube length (m)	Farbumschlag d. Chemoindik. bei Anz. d. Entlüftungs-Vakuumschritte (950 auf 100 mB) Colour change of the chem. indicator at number of vacuum cycles (950 to 100 mB)					
			1	2	3	4	5	10
5	1	0,5	0	90	100	100	100	100
10	1	1	0	90	100	100	100	100
10	2	0,5	0	75	100	100	100	100
15	3	0,5	0	50	100	100	100	100
20	1	2	0	50	100	100	100	100
20	2	1	0	50	100	100	100	100
20	4	0,5	0	40	100	100	100	100
25	5	0,5	0	20	100	100	100	100
30	1	3	0	30	100	100	100	100
30	3	1	0	25	90	100	100	100
40	2	2	0	25	90	100	100	100
40	4	1	0	10	50	100	100	100
45	1	4,5	0	20	90	100	100	100
50	5	1	0	0	10	100	100	100
60	2	3	0	0	30	75	100	100
60	3	2	0	0	30	50	100	100
80	4	2	0	0	20	60	100	100
90	2	4,5	0	0	10	50	100	100
90	3	3	0	0	0	40	40	100
100	5	2	0	0	0	10	25	100
120	4	3	0	0	0	20	75	100
135	3	4,5	0	0	0	0	25	100
150	5	3	0	0	0	0	10	100
180	4	4,5	0	0	0	0	0	20
225	5	4,5	0	0	0	0	0	10

Innendurchmesser. Zu darüber hinaus gehenden Dimensionen liegen uns keine Messungen vor, so daß wir diese Aussage nicht verallgemeinern können.

6 Experimentelle Details

6.1 Sterilisator

Es wurde ein freiprogrammierbarer Versuchssterilisator der Fa. Lautenschläger, Köln (Deutschland), mit einem Nutzraum von 60×60×60 cm eingesetzt. Sowohl Wände als auch die Tür werden permanent mit Dampf beheizt. Die Arbeitstemperatur der Wände wird grundsätzlich der Arbeitstemperatur des Sterilisators angepaßt. Zyklenzahl, Druckanstiegs- und -abfalls-geschwindigkeit sowie Sterilisationstemperatur sind frei programmierbar. Der Dampferzeuger wird mit vollentsalztem Wasser mit einer Leitfähigkeit von unter 1 µS/cm² beschickt. Der Speisewasser-Vorrat ist so groß bemessen, daß während eines Sterilisationszyklus keine Nachspeisung erfolgt. Damit wird die Gefahr von Inertgas-Peaks aus der gelösten Luft des Speisewassers, verhindert. Ein auf Sterilisationstemperatur beheiztes Glasfenster von 15 cm Durchmesser und eine Lampe im Sterilisationsraum ermöglichen die Beobachtung der Sterilisationsvorgänge. Vor Gebrauch des Sterilisators wurden die Thermo-Elemente mit geeich-

6.2 Test Devices

Commercially available devices from gke which were made of brass and polypropylene were used as test devices. With a length of 4 cm, the inner volume was between 400–500 µl minus 100 µl for the inserted indicator. PTFE, brass or high-grade steel tubes with various lengths and diameters were used as tubes. The tubes were wrapped on a ring with a 10–12 cm diameter and secured with cable binders. The test device systems were conditioned before use in a steriliser heated to 134 °C at a vacuum of 50 mbar and for 30 min. Subsequently, the test devices were cooled to room temperature and fitted with the indicators.

6.3 Chemical Indicators

Used to detect the presence of air or steam were chemical indicators on a lead-sulphur basis which are able to produce pronounced colour contrasts between a steam and hot-air atmosphere. Under steam conditions at 134 °C, the indicator changes from yellow to black within 1.5 to 2.5 min, whereas under hot-air conditions no change to black is effected at 140 °C and 30 min.

Each indicator had 4 colour fields. The change in colour was evaluated between 0 and 100%, with 0% denoting no and 100% complete steam penetration.

tem Thermo-Elementen und Drucksensoren besser 0,5% kalibriert. Periodische Nachprüfungen ergaben, daß während der gesamten Versuchslaufzeit die Kalibrierung um weniger als 0,5 °C driftete.

6.2 Prüfkörper

Als Prüfkörper wurden kommerziell erhältliche Produkte der Firma gke aus Messing und Polypropylen eingesetzt. Das Innenvolumen betrug bei einer Länge von 4 cm 400–500 µl abzüglich 100 µl für den eingelegten Indikator. Als Schläuche wurden Teflon-, Messing- oder Edelstahlschläuche mit verschiedenen Längen und Durchmessern eingesetzt. Die Schläuche wurden auf einem Ring von 10–12 cm Durchmesser aufgewickelt und mit Kabelbindern zusammengehalten. Die Konditionierung der Prüfkörper-Systeme erfolgte vor der Verwendung in einem auf 134 °C aufgeheizten Sterilisator bei einem Vakuum von 50 mbar und 30 min. Anschließend wurden die Prüfkörper auf Raumtemperatur abgekühlt und mit den Indikatoren bestückt

6.3 Chemo-Indikatoren

Um das Vorhandensein von Luft oder Dampf festzustellen, wurden Chemo-Indikatoren auf Blei-Schwefel-Basis eingesetzt, die hohe Farbkontraste zwischen einer Dampf- und einer Heißluftumgebung erzeugen. Unter Dampfbedingungen bei 134 °C färbt sich der Indikator innerhalb von 1,5 bis 2,5 min von gelb nach schwarz, während unter Heißluftbedingungen bei 140 °C und 30 min kein Umschlag nach schwarz erfolgt.

Jeder Indikator hatte 4 Farbfelder. Der Umschlag wurde zwischen 0 und 100% bewertet. Wobei 0% keine und 100% die vollständige Dampfpenetration symbolisiert.

6.4 Versuchsanordnung im Sterilisator

Es wurden jeweils 10–30 Prüfkörper im Versuchsterilisator auf einem Korb 10 cm über dem Boden im Abstand von 10 cm von jeder Wand untergebracht. Zwischen dem Einlegen von einem oder mehreren Prüfkörpern konnten bei sonst gleichen Randbedingungen keine Unterschiede festgestellt werden. Das Verhältnis zwischen Ladungsvolumen und freiem Volumen des Sterilisationsraumes hat sich durch das Einbringen von einem oder mehreren Prüfkörpern nur unwesentlich geändert.

6.5 Versuchsauswertung

Die große Zahl von Ergebnissen machte eine gut dokumentierte Versuchsauswertung notwendig. Alle Prüfkörper-Systeme und Indikatoren waren mit gleichen Nummern markiert. Die Ergebnisse wurden nach der Versuchsdurchführung für entsprechende Dokumentationsblätter aufgeklebt und auf Tabellen übertragen. Bei jedem Versuch wurden mindestens 2 Prüfkörper mit gleichen Abmessungen eingesetzt. ■

Tabelle 6 Beispiele für gleiche Hohlkörper-Penetrations-Widerstände (HPR) bei offenem und einseitig geschlossenem Schlauchmodell mit unterschiedlichen Längen und Durchmessern

Table 6 Examples of identical Hollow-Device-Penetration-Resistances (HPR) for tube models open at both ends and models closed at one end with different lengths and diameters.

Einseitig geschlossen <i>One end closed</i>		Beidseitig offen <i>Both ends open</i>	
$HPR_c = K_H \times K_p \times L_c \times \frac{1}{2} r$ $= K_H \times K_p \times 10 \text{ cm}^2$		$HPR_o = \frac{1}{2} K_H \times K_p \times L_o \times \frac{1}{2} r$ $= K_H \times K_p \times 10 \text{ cm}^2$	
Durchmesser <i>Diameter</i> (mm)	Länge <i>Length</i> (m)	Durchmesser <i>Diameter</i> (mm)	Länge <i>Length</i> (m)
1	4	1	8
2	2	2	4
3	1,33	3	2,67
4	1	4	2
5	0,8	5	1,6

6.4 Experimental Design in the Steriliser

In each case, 10–30 test devices were placed in the test steriliser on a tray situated 10 cm above the bottom and at a distance of 10 cm from each wall. It was not possible to discern any differences between the placement of one or several test devices with otherwise identical outline conditions. The ratio between the loading volume and the free volume of the sterilisation chamber showed little change following the placement of one or several test devices.

6.5 Experiment Evaluation

The large number of findings called for a well-documented evaluation of the experiments. All test device systems and indicators were marked with identical numbers. Having conducted the experiments, the results were stuck onto corresponding documentation sheets and transferred to tables. For each experiment, at least 2 test devices with the same dimensions were used. ■

References/Literatur

- Young JH: Sterilization of Various Diameter Dead-Ended Tubes. Biotechnology and Bioengineering 1993; 42: 125–132.
- Kaiser U: Die Abhängigkeit der Sterilisationsqualität vom Dampf-Sterilisationsprozeß und der Art des Sterilgutes. Hyg Med 1996; 21 (Suppl. 1): 17
- Peters J, Schwebke I, Simon PG, Bönisch M: Zum Einsatz von Hohlkörper-Prüfmodellen bei VDV-Verfahren zur Dampf-Desinfektion bzw. -sterilisation. Hyg Med 1997; 22 (9): 444–462.