

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 563 406**

51 Int. Cl.:

A01N 25/08	(2006.01) A01N 59/16	(2006.01)
A01N 25/10	(2006.01) A61L 2/18	(2006.01)
A01N 25/30	(2006.01) A62D 3/38	(2007.01)
A01N 33/12	(2006.01) A62D 101/02	(2007.01)
A01N 37/02	(2006.01) A01P 1/00	(2006.01)
A01N 37/36	(2006.01)	
A01N 37/40	(2006.01)	
A01N 59/00	(2006.01)	
A01N 59/04	(2006.01)	
A01N 59/14	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.08.2007 E 07872158 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.12.2015 EP 2059581**

54 Título: **Composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos**

30 Prioridad:

15.08.2006 US 504172
24.07.2007 US 880670

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

15.03.2016

73 Titular/es:

AMERICAN STERILIZER COMPANY (50.0%)
5960 Heisley Road
Mentor, OH 44060, US y
UNITED STATES OF AMERICA ARMY (50.0%)

72 Inventor/es:

KAISER, HERBERT J.;
THANAVARO, ANCHALEE;
DELL'ARINGA, BRANDON W.;
TIENES, BRIAN M.;
KLEIN, DANIEL J. y
WAGNER, GEORGE W.

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 563 406 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos

Referencia cruzada

5 Esta solicitud de patente es una continuación en parte de la Solicitud de Patente de EE. UU. Nº 11/504.172, presentada el 15 de agosto de 2006 para Composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos.

Campo de la invención

10 La presente invención se refiere a una composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos. Más particularmente, la presente invención se refiere a una composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos tal que, al añadir agua a la misma, se producen ácido peracético y diversos compuestos peroxigenados que descontaminan fácilmente, a través de oxidación, superficies, prendas de vestir o artículos contaminados con compuestos químicos y/o biológicos que a menudo se usan en el terrorismo o la guerra tales como 15 20 25 30 35 40 45 50

iperita, gas neurotóxico, ántrax, diversas endosporas, hongos, bacterias tales como micobacterias y bacterias vegetativas, protozoos y priones, virus, y toxinas tales como ricina y micotoxina T-2. Adicionalmente, la composición descontaminará fácilmente muchas de las enfermedades infecciosas conocidas y emergentes tales como gripe aviar, *C. difficile*, etc., y también reducirá la toxicidad de materiales industriales tóxicos y productos químicos industriales tóxicos (TIMS y TICS, respectivamente, por sus siglas en inglés). La composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos, envasada, lista para usar, puede existir como partículas, polvo, etc. que fluyen libremente, o como comprimidos, píldoras, etc.

Antecedentes de la invención

20 Los materiales usados en la descontaminación de superficies contaminadas con agentes bélicos químicos y biológicos (CWA y BWA, respectivamente, por sus siglas en inglés), los TICS y TIMS son predominantemente composiciones, tales como soluciones de hipoclorito (lejía) líquidas o granulares, o productos basados en peróxido de hidrógeno tales como Easy Decon™ desarrollado por Sandia National Laboratories. El uso, el transporte y el almacenamiento de estas soluciones descontaminantes muy conocidas presenta peligros y retos logísticos. La lejía es corrosiva para muchos materiales, demuestra una eficacia solo moderada y tiene escasa compatibilidad con materiales. Easy Decon es una solución basada en peróxido de hidrógeno de múltiples partes. Las altas concentraciones de peróxido de hidrógeno son corrosivas, requieren un envasado especial, están limitadas en las modalidades de transporte y son inestables sin sistemas de almacenamiento y transporte controlados.

30 El almacenamiento de grandes cantidades de líquidos altamente corrosivos y termosensibles es un problema de seguridad. La lejía se descompone rápidamente a altas temperaturas dando como resultado una pérdida de eficacia significativa. El peróxido de hidrógeno se descompone espontáneamente e irreversiblemente a temperaturas elevadas. Ambos materiales también se descompondrán rápidamente cuando se sometan a contaminantes ambientales tales como polvo o arena arrastrada por el viento.

35 El uso de un descontaminante de múltiples partes requiere combinar exactamente todos los componentes en las relaciones apropiadas cada vez que se usa el producto. Los cortos tiempos de empleo útil requieren una medida complicada cada vez que se usa el producto o un equipo especialmente diseñado para combinar el producto según se está dispensando.

Se apunta además que la lejía y el peróxido de hidrógeno líquido son incompatibles con un número de sustratos tales como pinturas, metales blandos, cauchos y plásticos.

40 Algunos de estos productos contienen una concentración de peróxido de hidrógeno sometida a restricciones de transporte aéreo. En la mayoría de los casos, los productos necesitan ser transportados por tierra o mar provocando retrasos en su llegada a los lugares requeridos. El transporte aéreo es posible para el peróxido de hidrógeno, pero las cantidades están rigurosamente limitadas y requieren un envasado especial.

45 La termodinámica de los componentes combinados de estos tipos de productos puede hacer que se produzcan reacciones de "fuga" en ciertas circunstancias y puede requerir un nuevo equipo de dispensación. Además, a medida que el peróxido de hidrógeno se degrada, se puede producir espuma que se puede derramar de los recipientes provocando riesgos de seguridad y químicos.

El documento US 2003/158459 A1 divulga una formulación para el uso en la neutralización de al menos un tóxico.

Compendio de la invención

50 El problema técnico objetivo de la presente invención es el suministro de una combinación descontaminante adecuada para disolverse en el campo y evitar el transporte de agua.

Estos y otros problemas que subyacen a la presente invención se resuelven mediante la materia de las reivindicaciones independientes adjuntas. Las realizaciones preferidas se pueden tomar de las reivindicaciones

dependientes.

Más específicamente, el problema que subyace a la presente invención se resuelve en un primer aspecto que también es la primera realización del primer aspecto, mediante una composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos en donde dicha composición es una combinación de polvos y/o partículas que fluyen libremente o en la forma de un artículo sólido integral, comprendiendo dicha composición:

5 un donante de acetilo en una cantidad de 5% a 50% en peso, en donde el donante de acetilo se selecciona de ácido acetilsalicílico, tetraacetiletilendiamina y combinaciones de los mismos, y en donde al menos un compuesto de revestimiento se aplica al donante de acetilo, y en donde dicho compuesto de revestimiento se selecciona de ácido cítrico, ácido succínico, ácido bórico, ácido salicílico y combinaciones de los mismos; y en donde la cantidad de dicho compuesto de revestimiento es de 1% a 40% en peso,

una fuente de peroxígeno, en donde la cantidad de dicha fuente de peroxígeno es de 10% a 70% en peso;

un catalizador, que es un catalizador de metal de transición, en donde la cantidad de dicho catalizador es de 0,1% a 6% en peso;

un tensioactivo, en donde la cantidad de dicho tensioactivo es cero o de 0,01% a 10% en peso;

15 un tampón, en donde la cantidad de dicho tampón es cero o de 0,1% a 50% en peso; y

en donde dichos porcentajes en peso se basan en el peso total de dicho donante de acetilo, dicho compuesto de revestimiento y dicha fuente de peroxígeno, dicho catalizador, dicho tensioactivo y dicho tampón, y en donde dichos porcentajes de dichos compuestos utilizados suman 100 por cien en peso y en donde dicho donante de acetilo, dicho compuesto de revestimiento, dicha fuente de peroxígeno, dicho catalizador, dicho tensioactivo y dicho tampón

20 forman la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos.

En una segunda realización del primer aspecto que también es una realización de la primera realización del primer aspecto, la composición comprende dicho tensioactivo en una cantidad de 0,01% a 10% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón.

25 En una tercera realización del primer aspecto que también es una realización de la primera y la segunda realización del primer aspecto, la composición comprende dicho tampón en una cantidad de 0,1% a 50% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón, y en donde dicho tampón es una sal de un carbonato, una sal de un bicarbonato, un borato, un ácido orgánico débil que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, o un fosfato, o combinaciones de los

30 mismos.

En una cuarta realización del primer aspecto que también es una realización de la primera, la segunda y la tercera realización del primer aspecto, la cantidad de dicho donante de acetilo es de 6% a 40% en peso, en donde la cantidad de dicho compuesto de revestimiento es de 1,25% a 35% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón.

35 En una quinta realización del primer aspecto que también es una realización de la primera, la segunda, la tercera y la cuarta realización del primer aspecto, dicha fuente de peroxígeno se selecciona de percarbonato sódico o potásico u otras sales de percarbonato, perborato sódico o potásico u otras sales de perborato, peróxido cálcico, peróxido magnésico, persulfato sódico o potásico u otras sales de persulfato, peróxido de urea, monopersulfato potásico, peroxidona, y combinaciones de los mismos, y en donde la cantidad de dicha fuente de peroxígeno es de 20% a 65% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón.

40

En una sexta realización del primer aspecto que también es una realización de la primera, la segunda, la tercera, la cuarta y la quinta realización del primer aspecto, dicha fuente de peroxígeno es un percarbonato, un perborato o una combinación de los mismos.

45 En una séptima realización del primer aspecto que también es una realización de la primera, la segunda, la tercera, la cuarta, la quinta y la sexta realización del primer aspecto, dicha fuente de peroxígeno es percarbonato sódico.

En una octava realización del primer aspecto que también es una realización de la primera, la segunda, la tercera, la cuarta, la quinta, la sexta y la séptima realización del primer aspecto, dicho catalizador es un compuesto de molibdato, y en donde la cantidad de dicho catalizador es de 0,3% a 4,0% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el

50 tampón.

En una novena realización del primer aspecto que también es una realización de la primera, la segunda, la tercera, la cuarta, la quinta, la sexta, la séptima y la octava realización del primer aspecto, dicho catalizador se selecciona de molibdato sódico, molibdato potásico y molibdato amónico, y en donde la cantidad de dicho catalizador es de 0,5% a

3,0% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón.

5 En una décima realización del primer aspecto que también es una realización de la primera, la segunda, la tercera, la cuarta, la quinta, la sexta, la séptima, la octava y la novena realización del primer aspecto, la cantidad de dicho donante de acetilo es de 8% a 35% en peso, y en donde la cantidad de dicho compuesto de revestimiento es de 5% a 30% en peso, y en donde la cantidad de dicha fuente de peroxígeno es de 30% a 65% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón.

10 El problema que subyace a la presente invención se resuelve en un segundo aspecto que también es la primera realización del segundo aspecto, mediante un procedimiento para elaborar una composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos según la primera, la segunda, la tercera, la cuarta, la quinta, la sexta, la séptima, la octava, la novena o la décima realización del primer aspecto, que comprende añadir los compuestos en las cantidades reivindicadas en cualquier orden y mezclar los mismos, en donde el donante de acetilo se reviste con dicho compuesto de revestimiento antes de combinarse con los restantes compuestos de la
15 composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos.

20 El problema que subyace a la presente invención se resuelve en un tercer aspecto que también es la primera realización del tercer aspecto, mediante el uso de una composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos según la primera, la segunda, la tercera, la cuarta, la quinta, la sexta, la séptima, la octava, la novena o la décima realización del primer aspecto, con agua para descontaminar u oxidar compuestos químicos y biológicos a fin de hacerlos inocuos o ineficaces, en donde los compuestos químicos y biológicos se seleccionan de
25 iberita, gas neurotóxico, ántrax, diversas endosporas, hongos, bacterias, protozoos, priones, virus y toxinas, enfermedades infecciosas, productos químicos industriales tóxicos y materiales industriales tóxicos, y combinaciones de los mismos.

30 En una segunda realización del tercer aspecto, que también es una realización de la primera realización del tercer aspecto, las bacterias se seleccionan de micobacterias y bacteria vegetativas, y en donde la toxina se selecciona de ricina y micotoxina T2, y en donde la enfermedad infecciosa se selecciona de gripe aviar y *C. difficile*.

35 En una tercera realización del tercer aspecto, que también es una realización de la primera y la segunda realización del tercer aspecto, la cantidad de agua es de 500 a 1.000 partes en peso por cada 100 partes en peso de la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos incluyendo cualesquiera aditivos o cargas.

40 La composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos de la presente invención es un sistema completo o unitario en sí mismo en la medida en que el sólido, tal como un polvo, una partícula, etc., sólo requiere la adición de agua al mismo para generar compuestos descontaminantes tales como ácido peracético y compuestos de peroxígeno que sean muy eficaces para destruir, matar o erradicar agentes químicos (bélicos) y/o biológicos (bélicos) tales como ántrax, agentes vesicantes, agentes neurotóxicos, diversos virus, diversas endosporas, hongos,
45 bacterias tales como micobacterias y bacterias vegetativas, protozoos, priones, toxinas bacterianas tales como ricina, micotoxinas T-2 y otras enfermedades infecciosas tales como gripe aviar, *C. difficile*, MRSA, etc., así como productos químicos industriales tóxicos y materiales industriales tóxicos.

50 Un aspecto importante de la presente invención es el uso de un donante de acetilo que está revestido con un revestimiento resistente a la hidrólisis o preferiblemente resistente a la hidrólisis alcalina tal como diversos ácidos orgánicos, ácidos minerales débiles tales como ácido bórico, diversos compuestos de celulosa, revestimientos farmacéuticos convencionales y similares. Deseablemente, el revestimiento también proporciona acidez para ayudar a ajustar y tamponar el pH de la composición combinada descontaminante, diluida, de uso final. También se utiliza una fuente de peroxígeno inorgánica sólida tal como un peroxocompuesto o un compuesto orgánico/inorgánico que puede generar un peroxocompuesto in situ. Una fuente de peroxígeno preferida es el percarbonato sódico. Aunque
45 tales fuentes de peroxígeno sólidas tienden a ser menos estables en el almacenamiento a largo plazo que el peróxido acuoso, sus cualidades de envasado, manejo y transporte menos restrictivas pueden más que compensar su reducido tiempo de empleo útil con almacenamiento (en comparación con peróxido acuoso). Se utiliza un catalizador para asegurar la estabilidad así como para catalizar las reacciones de oxidación del ácido peracético y el peroxígeno con el agente químico o biológico a fin de destruir, matar o erradicar el mismo. Los catalizadores incluyen sales de diversos metales de transición. Se puede utilizar un tensioactivo tal como un tensioactivo aniónico, no iónico, catiónico o anfótero. También se puede utilizar un tampón para mantener la alcalinidad del sistema tal como de un pH de 7 a aproximadamente 13. Deseablemente, el tampón también reaccionará con el revestimiento ácido y generará dióxido de carbono que ayudará en la disolución y la mezclado de la composición
50 descontaminante que contiene sólidos..

55 Descripción detallada de realizaciones preferidas de la presente invención

La composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos de la presente invención es una combinación de diferentes compuestos sólidos que existen como un sistema monolítico o como un solo envase que es completo en sí mismo. Así, la presente invención proporciona facilidad de transporte de la composición

descontaminante ya que no se transporta agua. La composición descontaminante también es relativamente segura ya que no están contenidos en la misma componentes activos y/o componentes corrosivos tales como ácido peracético y un compuesto de peróxígeno, se almacena fácilmente y tiene buena estabilidad en desuso cuando está envasada o cuando está mezclada con agua. Aunque los compuestos de peróxígeno sólidos tienden a exhibir menos estabilidad a largo plazo cuando están almacenados que los peróxidos acuosos, sus cualidades de envasado, manejo y transporte menos restrictivas pueden más que compensar su tiempo de utilización útil reducido (en comparación con el peróxido acuoso). Deseablemente, en el punto de aplicación, la composición descontaminante se mezcla con agua, con lo que se generan agentes oxidantes tales como ácido peracético y compuestos de peróxígeno, y se aplican a diversas superficies, prendas de vestir o artículos contaminados químicamente y/o biológicamente.

El donante de acetilo es una fuente de ácido peracético (PAA, por sus siglas en inglés) que se forma al añadir agua a la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos. Al añadir agua, se forma ácido peracético mediante la reacción del donante de acetilo con la fuente de peróxígeno en presencia de un medio alcalino a menudo proporcionado por el tampón. Tales donantes de acetilo se seleccionan de ácido acetilsalicílico (aspirina), tetraacetiletilendiamina (TAED), así como combinaciones de los mismos.

La cantidad total del uno o más donantes de acetilo es generalmente de aproximadamente 5% a aproximadamente 50% en peso, deseablemente de aproximadamente 6% a aproximadamente 40% en peso y preferiblemente de aproximadamente 8% a aproximadamente 35% en peso basado en el peso total de todos los compuestos que forman la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos. Por definición, la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos incluye el uno o más donantes de acetilo, el uno o más compuestos de revestimiento, la una o más fuentes de peróxígeno, el uno o más catalizadores opcionales cuando se utilizan, el uno o más tensioactivos opcionales cuando se utilizan y el uno o más tampones opcionales cuando se utilizan. Aunque además se pueden utilizar otros componentes en la composición tales como diversos aditivos, cargas, colorantes y similares, no se incluyen como las bases sobre las que se calculan las cantidades de los diversos compuestos de la composición combinada descontaminante monolítica con sólidos apuntada anteriormente.

Un aspecto importante de la presente invención es la utilización de al menos un compuesto de revestimiento aplicado al donante de acetilo, cuya principal función es proteger a los donantes de acetilo sólidos de la hidrólisis alcalina. Esto es, el revestimiento evita que la fuente de peróxígeno así como el tampón reaccionen con el donante de acetilo, formando así una composición descontaminante completa o unitaria en la que todos los compuestos están contenidos dentro del envase de la composición descontaminante combinada. El revestimiento también se puede utilizar para proporcionar acidez para ayudar a ajustar y tamponar el pH de la composición cuando se diluye con agua. Otra función más del revestimiento es que, al aplicar agua, el revestimiento reacciona con compuestos tamponadores tales como carbonatos y bicarbonatos para producir dióxido de carbono y proporcionar efervescencia que ayuda en la dispersión, la disolución y la mezcla de los diversos compuestos de la composición.

También se divulgan revestimientos que se pueden seleccionar de un gran grupo de compuestos incluyendo ácidos orgánicos tales como ácidos carboxílicos que tienen de 1 a 3 o 4 grupos ácido y de 1 a 20 átomos de carbono e incluyen ácido cítrico, ácido salicílico, ácido tartárico, ácidos dicarboxílicos C_2 a C_8 tales como ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido maleico.

También se divulgan revestimientos que son ácidos minerales débiles tales como ácido bórico. También se divulgan revestimientos que son otros compuestos que incluyen compuestos farmacéuticos convencionales que se utilizan para revestir diversos comprimidos, píldoras, tales como compuestos celulósicos como, por ejemplo, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, hidroxietilcelulosa, etilcelulosa, acetilcelulosa, bencilcelulosa, acetobutilato de celulosa, acetiltalato de celulosa.

Otros compuestos de revestimiento farmacéuticos adicionales incluyen alcoholes solubles de cadena larga tales como poli(alcohol vinílico), mezclas de ácidos grasos y/o sales de ácido graso, así como diversas resinas y polímeros tales como copolímero de poli(metacrilato de metilo), diversas resinas acrílicas, oligómeros de ácido láctico y/o ácido glicólico, polietilenglicoles, polivinilpirrolidonas, policaprolactonas, diversos poliortoésteres, diversos polianhídridos.

Otros compuestos de revestimiento farmacéuticos adecuados adicionales incluyen diversas gelatinas, diversas maltodextrinas, diversos azúcares y diversos látex. Todos estos materiales de revestimiento son conocidos en la técnica y en la bibliografía. El compuesto de revestimiento según la presente invención se selecciona de ácido cítrico, ácido succínico, ácido bórico y ácidos salicílicos y combinaciones de los mismos.

Aunque la cantidad del uno o más materiales de revestimiento puede ser baja, por ejemplo aproximadamente un dos por ciento o un porcentaje pequeño, deseablemente se utilizan cantidades mayores. Cantidades adecuadas varían de aproximadamente 1% a aproximadamente 40% en peso, deseablemente de aproximadamente 1,25% o 5% a aproximadamente 35% en peso y preferiblemente de aproximadamente 5% a aproximadamente 30% en peso basado en el peso total de los compuestos especificados anteriormente que forman dicha composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos.

Otro ingrediente de la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos es una fuente de peroxígeno. Tales compuestos son diversos peroxocompuestos inorgánicos o diversos compuestos orgánicos/inorgánicos que pueden generar peroxocompuestos in situ. Ejemplos de fuentes de peroxígeno adecuadas incluyen percarbonato sódico o potásico u otras sales de percarbonato, perborato sódico o potásico u otras sales de perborato, peróxido cálcico, peróxido magnésico, persulfato sódico o potásico u otras sales de persulfato, peróxido de urea, monopersulfato potásico (oxona), peroxidona. Generalmente, las fuentes de peroxígeno incluyen percarbonatos y perboratos, y deseablemente combinaciones de percarbonatos y perboratos. El percarbonato sódico es una fuente de peroxígeno preferida en la medida en que produce peróxido de hidrógeno, un compuesto de peroxígeno preferido.

La cantidad de la una o más fuentes de peroxígeno generalmente varía de aproximadamente 10% a aproximadamente 70% en peso, deseablemente de aproximadamente 20% a aproximadamente 65% en peso, y preferiblemente de aproximadamente 30% a aproximadamente 65% en peso, basado en la cantidad total de los compuestos especificados anteriormente que forman la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos.

Opcionalmente se utilizan catalizadores metálicos para ayudar al ácido peracético y el compuesto de peroxígeno en presencia de alcalinidad para oxidar y erradicar o destruir compuestos químicos o biológicos a menudo utilizados como agentes bélicos. Tales catalizadores incluyen catalizadores de metales que no son de transición, catalizadores no metálicos y catalizadores de metales de transición. Ejemplos de catalizadores de metales de transición incluyen sales de molibdeno, vanadio, titanio, hierro, cobre y otros metales de transición que históricamente se han usado para reacciones de oxidación y los mismos son muy conocidos en la bibliografía y en la técnica. Catalizadores preferidos son los diversos compuestos de molibdato tales como molibdato sódico, molibdato potásico y molibdato amónico.

La cantidad del uno o más catalizadores opcionales es de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 6,0% en peso, deseablemente de aproximadamente 0,3% a aproximadamente 4,0% en peso, y preferiblemente de aproximadamente 0,5% a aproximadamente 3,0% en peso basado en el peso total de los compuestos especificados anteriormente que forman la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos.

Para la eficacia en la descontaminación, se utilizan tensioactivos o agentes humectantes para el contacto óptimo con los agentes químicos o biológicos, que a menudo se pueden utilizar en la guerra, y para la retirada de los agentes químicos o biológicos y sus degradantes de superficies. Los tensioactivos también deben formar poca espuma. En general, los tensioactivos no iónicos son mejores agentes humectantes y emulsionantes que otros tipos tales como los aniónicos, catiónicos y anfóteros, y así se prefieren. Los tensioactivos contribuyen al humedecimiento de superficies y manchas al disminuir la tensión superficial. Este humedecimiento de la superficie/mancha permite a los compuestos activos tales como ácido peracético y el peroxígeno una ruta más fácil para la reacción con los sustratos de agente químico y agente biológico y también permite la penetración en grietas y hendiduras. Los tensioactivos también funcionan como detergentes puesto que recogen agentes químicos y biológicos de una superficie y permiten que el agente oxidante erradique los mismos y retire el agente al enjuagar. La dispersión adecuada del descontaminante en polvo en agua es una ventaja adicional del uso de tensioactivos en la composición descontaminante.

Se pueden usar en el sistema tensioactivos aniónicos, no iónicos, anfóteros/de ión dipolar y catiónicos, solos o en combinaciones apropiadas, y los mismos son numerosos y son conocidos en la bibliografía y en la técnica. Ejemplos de tensioactivos no iónicos incluyen, pero no se limitan a, diversos etoxilatos de alcohol o propoxilatos de alcohol, o combinaciones de los mismos, tales como $R-O-(EO)_m(PO)_n-R'$ donde m es 0 o de 1 a 10 y n es 0 o de 1 a aproximadamente 10, R es un alcohol primario o secundario que tiene un total de 1 a aproximadamente 20 átomos de carbono y R' es un alquilo que tiene de 1 a aproximadamente 5 átomos de carbono y preferiblemente es hidrógeno. Otros ejemplos incluyen éteres poliglicólicos de alcohol graso, nonilfenoxipoli(etileno)etanol y polioxipropileno etoxilado. Ejemplos específicos de materiales no iónicos incluyen Igepal CO-730 (nonilfenoxipoli(etileno)etanol), Pluronic 25R4 (copolímeros de bloques de óxido de etileno y óxido de propileno), Pluronic L10 (copolímeros de bloques de óxido de propileno y óxido de etileno), Tergitol 15-S-20 (etoxilato de alcohol secundario $C_{12}-C_{14}$), Tergitol 15-S-30 (etoxilato de alcohol secundario $C_{12}-C_{14}$), Tergitol XH (copolímero de óxido de etileno-óxido de propileno), Tergitol L-62 (copolímero de óxido de etileno-óxido de propileno) y Tomadol 25-12 (etoxilato de alcohol primario lineal $C_{12}-C_{15}$). Ejemplos de tensioactivos aniónicos incluyen, pero no se limitan a, lauroilsulfato sódico, poliácido sódico, lauroilsarcosinato sódico y xileno sulfonato sódico. Ejemplos de tensioactivos catiónicos incluyen, pero no se limitan a, cloruro de benzalconio, cloruro de bencetonio, cloruro de dodeciltrimetilamonio y cloruro de hexadecilpiridinio. Los tensioactivos indicados anteriormente u otros se pueden usar solos o en combinación entre sí.

La cantidad de uno o más tensioactivos es generalmente de aproximadamente 0,01% a aproximadamente 10,0% en peso, deseablemente de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 6,0% en peso, y preferiblemente de aproximadamente 0,2% a aproximadamente 5,0% en peso basado en el peso total de los compuestos especificados anteriormente que forman la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos.

La composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos comprende uno o más tampones. Los

tampones se utilizan para tamponar el sistema y mantener así un pH alcalino de la solución cuando se mezcla con agua. Un pH deseable es de 7 a aproximadamente 13, prefiriéndose un pH de 7 a aproximadamente 10. Cuando el compuesto de revestimiento es un ácido, el tampón también reaccionará con el mismo para generar dióxido de carbono. Como se apunta anteriormente, el dióxido de carbono produce borboteo o efervescencia y así sirve para promover la mezclado física de los diversos compuestos para incrementar la reacción entre los mismos. Se prefieren diversas sales de carbonato y bicarbonato tales como las sales potásicas o sódicas de los mismos. Otro tampón preferido son los diversos boratos tales como bórax y bórax inflado. Otros tampones incluyen ácidos orgánicos débiles que tienen de 1 a aproximadamente 20 átomos de carbono, y diversos fosfatos. Los ácidos orgánicos débiles tienen generalmente un pK_a bajo de aproximadamente 4 a aproximadamente 10 o aproximadamente 15, incluyendo ejemplos ácido cítrico, ácido salicílico.

Así, los ácidos carboxílicos sirven como un compuesto tamponador y como un revestimiento para el donante de acetilo. Habitualmente, la utilización de un tampón es importante para mantener un pH alcalino de la combinación compuesta descontaminante una vez que se diluye con agua.

La cantidad del uno o más tampones es de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 50% en peso, deseablemente de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 35% en peso, y preferiblemente de aproximadamente 0,1% o aproximadamente 10% a aproximadamente 20% en peso basado en el peso total de los compuestos especificados anteriormente que forman la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos.

Los compuestos apuntados anteriormente que forman la composición monolítica que contiene sólidos de la invención pueden variar todos dentro de los intervalos de porcentaje en peso apuntados anteriormente. Sin embargo, se debe entender que la cantidad en porcentaje de los compuestos, esto es el donante de acetilo, el material de revestimiento y la fuente de peroxígeno, dicho catalizador, dicho tensioactivo y dicho tampón se selecciona de modo que las cantidades porcentuales totales de los mismos sean aproximadamente 100 o exactamente 100. Naturalmente, un incremento en una de los componentes se puede compensar al disminuir uno o más de los otros componentes. Alternativamente, el 100% en peso total de los diversos compuestos, a modo de ejemplo, se puede basar en el peso máximo del donante de acetilo y el material de revestimiento y el porcentaje en peso mínimo de la fuente de peroxígeno, así como cualesquiera cantidades entre los mismos. Cuando se utiliza cualquiera de los compuestos, es decir el tampón, el tensioactivo o el catalizador, la cantidad utilizada se compensa naturalmente al reducir la cantidad de cualquiera o la totalidad del donante de acetilo, el material de revestimiento y la fuente de peroxígeno de modo que la cantidad total de todos los compuestos utilizados sea aproximadamente 100%.

Opcionalmente, se utilizan codisolventes a fin de mejorar la solubilidad del agente químico o el agente biológico en la composición diluida con agua de modo que tales agentes se puedan oxidar más fácilmente. También se pueden utilizar disolventes para extraer los agentes químicos o biológicos de pinturas o revestimientos tales como revestimientos resistentes a agentes químicos (CARC, por sus siglas en inglés). Disolventes sólidos que se pueden añadir inicialmente a la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos incluyen sulfonas o carbonatos tales como dimetilsulfona y carbonato de etileno. Disolventes líquidos incluyen diversos glicoles que tienen un total de 2 a aproximadamente 8 átomos de carbono tales como propilenglicol y hexilenglicol o carbonato de propileno.

El uso de disolventes líquidos en la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos plantea sin embargo un reto para mantener el sistema monolítico generalmente seco. Una solución es el uso de bórax inflado para absorber los disolventes líquidos. Por ejemplo, de aproximadamente 20 gramos a aproximadamente 30 gramos de disolvente se pueden pulverizar sobre 100 gramos de bórax inflado mientras se remueve para dar un polvo que fluye libremente de aproximadamente 15% a aproximadamente 28% de disolvente. El bórax inflado se puede remover en un mezclador y el disolvente, tal como carbonato de propileno, se puede añadir utilizando un pulverizador de bomba estándar. Se pueden usar disolventes más viscosos tales como propilenglicol y hexilenglicol en concentraciones de carga inferiores para mantener un polvo que fluye libremente.

Un aspecto importante de la presente invención es que la composición descontaminante es una combinación monolítica que contiene sólidos. Esto es, la composición es generalmente una combinación de polvos y/o partículas que fluyen libremente, a menudo contenidos en un envase, o en la forma de un artículo sólido integral tal como una pluralidad de píldoras, pellas, gránulos grandes, cantos, pepitas, bloques pequeños. Según esto, con tal de que la composición pueda fluir libremente o mantener su tamaño de pella, píldora, pepita, etc., pequeñas cantidades de un disolvente tal como agua se pueden añadir generalmente hasta una cantidad de aproximadamente 20% en peso basado en el peso total de la composición descontaminante incluyendo cargas, aditivos, etc. Deseablemente, la cantidad de agua utilizada es aproximadamente 15% en peso o menos, más deseablemente 10% en peso o menos, preferiblemente aproximadamente 5% en peso o menos, y más preferiblemente cero. En resumen, disolventes tales como agua no se desean por el peso añadido que imponen al transporte del procedimiento de descontaminación y de forma más importante debido a que pueden hacer que diversos compuestos reaccionen prematuramente y formen prematuramente ácido peracético o compuestos de peroxígeno tales como peróxido de hidrógeno.

La composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos de la presente invención se puede

5 elaborar fácilmente al añadir los compuestos apuntados anteriormente en las cantidades apuntadas anteriormente conjuntamente en cualquier orden y mezclar los mismos. Con respecto al donante de acetilo, es importante que el mismo se revista con uno o más de los materiales de revestimiento apuntados anteriormente antes de combinarse con los compuestos restantes. Un ejemplo específico para revestir el donante de acetilo se indica posteriormente utilizando sólo un material de revestimiento y un donante de acetilo para demostrar la presente invención. Sin embargo, el procedimiento de revestimiento no está de ningún modo limitado al siguiente ejemplo en la medida en que están disponibles muchos otros tipos diferentes de procedimientos de revestimiento tales como secado por pulverización, lecho fluido con pulverización superior, etc.

10 Se revistió ácido acetilsalicílico (aspirina) con ácido cítrico del siguiente modo usando un aparato de revestimiento tipo Wurster. Aspirina de tamaños de partícula entre 0,84 y 0,30 mm (20 y 50 de malla estándar de EE. UU.) se aísla usando tamices. Se prepara una solución concentrada de ácido cítrico (aproximadamente 50% en peso en agua). La solución también puede contener tensioactivos como agentes humectantes para mejorar la uniformidad del revestimiento o polímeros para mejorar la integridad del revestimiento. El aparato se calienta hasta una temperatura de entrada de aproximadamente 77°C. El aire fluidizante se fija hasta un valor que produzca un patrón de polvo fluidizado coherente con el procedimiento de Wurster. El aparato de revestimiento se carga con la aspirina tamizada hasta que cubre aproximadamente ½ del tubo de reparto interno. El peso de aspirina necesario para este nivel de relleno se registra. El aire fluidizante y el calentador se conectan de nuevo y la presión de aire del nebulizador se gradúa para dar un buen patrón de pulverización. Se usan ráfagas de aire intermitentes para mantener limpias las bolsas del filtro. La solución de revestimiento se añade usando una bomba peristáltica a una velocidad justo suficientemente baja para mantener el polvo apropiadamente fluidizado. El peso de la solución añadida al procedimiento se verifica y se detiene cuando se ha añadido la cantidad apropiada. La temperatura de salida se mantiene a de 49°C a 52°C al ajustar la temperatura del aire de entrada. Después de que se añada toda la solución de revestimiento, se deja que el polvo se seque hasta que la temperatura de salida empieza a incrementarse. A continuación, las partículas de aspirina revestidas se retiran.

25 Al descubrir un tóxico o agente químico o biológico, o un agente bélico, la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos de la presente invención cuando está en la forma de un envase que contiene bien polvo que fluye libremente, etc., o bien píldoras sólidas, etc., se aporta al emplazamiento tóxico descubierto. Preferiblemente, en ese emplazamiento, la composición se diluye con agua hasta una cantidad deseada. Naturalmente, se pueden elaborar soluciones concentradas o soluciones diluidas. Así, la cantidad de agua añadida puede variar generalmente de aproximadamente 100 a aproximadamente 4.000 partes en peso, deseablemente de aproximadamente 200 a aproximadamente 2.000 partes en peso y preferiblemente de aproximadamente 500 a aproximadamente 1.000 partes en peso por cada 100 partes en peso de la combinación de composición descontaminante incluyendo cualesquiera aditivos o cargas. Se ha de entender que se pueden utilizar muchos otros intervalos y que los indicados en la presente memoria se refieren al uso de concentración esperado. Al añadir agua a la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos, el revestimiento del donante de acetilo, tal como ácido cítrico, ácido succínico o ácido bórico, se disuelve. El agua ayudará a disociar la fuente de peróxígeno, tal como un percarbonato, y generará peróxido de hidrógeno y una sal de carbonato. El peróxido de hidrógeno generado reaccionará con el donante de acetilo en presencia del compuesto alcalino, tal como el tampón, para formar ácido peracético. La sal de carbonato resultante actuará como un tampón. El revestimiento ácido reacciona adicionalmente con el tampón para producir borboteo o efervescencia que promueve la mezclado de los diversos componentes para que se mezclen entre sí y reaccionen. El resultado neto es una solución acuosa que contiene grandes cantidades de ácido peracético en la misma así como peróxido de hidrógeno. Dependiendo de la cantidad de donantes de acetilo utilizada y la cantidad de la fuente de peróxígeno, la concentración del ácido peracético puede variar generalmente de aproximadamente 0,5% a aproximadamente 10% o 15% en peso, deseablemente de aproximadamente 0,5% a aproximadamente 5% en peso, y preferiblemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 3% en peso basado en el peso total de la composición descontaminante, incluyendo aditivos, cargas y agua. La cantidad del compuesto de peróxígeno generado, tal como peróxido de hidrógeno, puede variar ampliamente, tal como de aproximadamente 0,5% a aproximadamente 10% o aproximadamente 15% en peso, deseablemente de aproximadamente 0,5% a aproximadamente 5% en peso, y preferiblemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 3% en peso de la composición descontaminante incluyendo aditivos, cargas y agua. La solución acuosa de composición descontaminante se aplica a continuación al agente químico o biológico con lo que el agente se oxida y se destruye, se erradica o se hace inocuo.

Diversos compuestos específicos no limitativos que se pueden utilizar con respecto a cada tipo de compuesto (p. ej. donante de acetilo, fuente de peróxígeno, etc.) se indican en la Tabla 1.

ES 2 563 406 T3

Tabla 1 Compuestos, ingredientes e intervalos de concentración

Ingrediente	CAS	Uso	% en peso basado en el peso total de la composición combinada descontaminante monolítica con sólidos de por sí excluyendo aditivos, cargas, etc.	
			% Bajo	% Alto
FUENTE DE PEROXÍGENO			10	70
Percarbonato Sódico	15630-89-4	Fuente de H ₂ O ₂	10	70
Perborato Sódico	7632-04-4	Fuente de H ₂ O ₂	10	70
Peróxido de Urea	124-43-6	Fuente de H ₂ O ₂	10	70
Oxona (Monopersulfato Potásico)	37222-66-5	Fuente de H ₂ O ₂	10	70
Peroxidona (polímero de H ₂ O ₂)		Fuente de H ₂ O ₂	10	70
TAMPÓN			cero o 0,1	50
Bicarbonato potásico	298-14-6	Tampón	cero o 0,1	50
Carbonato potásico	584-08-7	Tampón	cero o 0,1	50
Bórax	1303-96-4	Tampón/estabilizante de PAA	cero o 0,1	50
Bórax inflado		Tampón/estabilizante de PAA/vehículo disolvente	cero o 0,1	50
CODISOLVENTE				
Propilenglicol	57-55-6	Disolvente absorbido en bórax inflado		
Carbonato de propileno	108-32-7	Disolvente absorbido en bórax inflado		
Hexilenglicol	107-41-5	Disolvente absorbido en bórax inflado		
CATALIZADOR			cero o 0,1	6
Molibdato sódico	7631-95-0	catalizador	cero o 0,1	6
Molibdato potásico	13446-49-6	catalizador	cero o 0,1	6
Molibdato amónico	13106-76-8	catalizador	cero o 0,1	6
DONANTE DE ACETILO			5	50
Aspirina	50-78-2	Activado de Peróxido/Generador de PAA	5	50
TAED	10543-57-4	Activado de Peróxido/Generador de PAA	5	50
Acetilcolina Cl	60-31-1	Activado de Peróxido/Generador de PAA	5	50

ES 2 563 406 T3

Ingrediente	CAS	Uso	% en peso basado en el peso total de la composición combinada descontaminante monolítica con sólidos de por sí excluyendo aditivos, cargas, etc.	
Pentaacetilglucosa	604-68-2 604-69-3	Activado de Peróxido/Generador de PAA	5	50
REVESTIMIENTO			1	40
Ácido cítrico	77-92-9	regulador del pH/revestimiento de aspirina	1	40
Ácido bórico	11113-50-1	regulador del pH	1	40
TENSIOACTIVO			cero o 0,01	10
<u>Tensioactivo no iónico</u>			cero o 0,01	10
Igepal CO-730 (Nonilfenoxipoli(etilenoxi)etanol)	9016-45-9	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Pluronic 25R4 (Copolímeros de bloques de óxido de etileno y óxido de propileno)	9003-11-6	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Pluronic L10 (Copolímeros de bloques de óxido de propileno y óxido de etileno)	9003-11-6	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Tergitol 15-S-20 (Etoxilato de alcohol secundario C ₁₂ -C ₁₄)	84133-50-6	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Tergitol 15-S-30 (Etoxilato de alcohol primario lineal C ₁₂ -C ₁₄)	84133-50-6	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Tergitol XH (Copolímero de óxido de etileno-óxido de propileno)	106392-12-5	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Tomadol 25-12 (Etoxilato de alcohol primario lineal C ₁₂ -C ₁₅)	68131-39-5	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
TAM-25 (Aminas grasas etoxiladas)	61791-26-2	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
<u>Tensioactivo aniónico</u>		Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Lauroilsulfato sódico	17404-70-5	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Poliacrilato sódico		Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Lauroilsarcosinato sódico	137-16-6	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Xilenosulfonato sódico (sólido)	1300-72-7	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10

Ingrediente	CAS	Uso	% en peso basado en el peso total de la composición combinada descontaminante monolítica con sólidos de por sí excluyendo aditivos, cargas, etc.	
<u>Tensioactivo catiónico</u>		Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Cloruro de benzalconio	8001-54-5 6839-01-05 68424-85-1 85409-22-9 61789-71-7	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Cloruro de bencetonio	121-54-0	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Cloruro de dodeciltrimetilamonio	112-00-5	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10
Cloruro de hexadecilpiridinio	123-03-5	Agente solubilizante/humectante	cero o 0,01	10

La presente invención se puede utilizar para descontaminar o más específicamente oxidar diversos compuestos químicos y biológicos a fin de hacerlos inocuos, ineficaces. Ejemplos de compuestos químicos incluyen iperita, p. ej. HD, es decir sulfuro de bis(2-cloroetilo); gas neurotóxico, p. ej. VX, esto es éster S-[2-[bis-(1-metiletil)amino]etil]o-etilmetílico de ácido fosfonotioico, somán, esto es éster 1,2,2-trimetilpropílico de ácido metilfosfonofluorídico, agentes vesicantes. Otros compuestos químicos incluyen productos químicos industriales tóxicos/materiales industriales tóxicos (TICS/TIMS) tales como plaguicidas fosforados, así como plaguicidas organofosforados. Compuestos biológicos incluyen ántrax, diversos virus incluyendo virus de la fiebre aviar, virus de la poliomielitis, virus de la viruela, neumonía, HIV, *C. difficile*; endosporas, hongos, bacterias tales como micobacterias y bacterias vegetativas, protozoos, priones, y toxinas tales como ricina y micotoxina T-2.

Ejemplos de compuestos biológicos incluyen esporas tales como endosporas, hongos, bacterias tales como micobacterias y bacterias vegetativas, protozoos y priones. Ejemplos de endosporas incluyen *Geobacillus stearothermophilus*, *Bacillus subtilis*, *Bacillus subtilis globigii*, *Clostridium sporogenes*, *Bacillus cereus* y *Bacillus circulans*. Ejemplos de hongos incluyen *Aspergillus niger*, *Candida albicans*, *Trichophyton mentagrophytes* y *Wangiella dermatitis*. Ejemplos de micobacterias que se pueden utilizar en la presente invención incluyen *Mycodacterium chelonae*, *Mycobacterium gordonae*, *Mycobacterium smegmatis* y *Mycobacterium terrae*. Ejemplos de bacterias vegetativas incluyen *Aeromonas hydrophila*, *Enterococcus faecalis*, *Streptococcus faecalis*, *Enterococcus faecium*, *Streptococcus pyrogenes*, *Escherichia coli*, *Klebsiella (pneumoniae)*, *Legionella pneumophila*, *Metilobacterium*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella choleraesuis*, *Helicobacter pylori*, *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis* y *Stenotrophomonas maltophilia*. Ejemplos de protozoos incluyen *Giardia lamblia* y *Cryptosporidium parvum*. Ejemplos de priones incluyen proteínas infecciosas.

Con respecto a probar realmente la iperita, puesto que la misma es muy tóxica, el tianisol es un sustituto aceptable de la misma. Puesto que el tianisol es menos soluble que la iperita, sirve como una buena analogía de prueba.

La eficacia de las composiciones descontaminantes de la presente invención con respecto a agentes químicos y agentes bélicos químicos se puede determinar bien mediante un procedimiento de prueba con reactivos o bien un procedimiento de prueba en panel. La prueba en reactor es una prueba en solución mientras que la prueba en panel evalúa la eficacia de las composiciones descontaminantes propuestas cuando el agente químico o biológico está presente sobre una superficie como sería lo más probable en el caso de un ataque químico o biológico.

Para todas las pruebas el simulador era una solución al 5% (p/p) de *n*-dodecano preparada en tianisol. El *n*-dodecano funcionaba como un patrón interno. Todas las composiciones descontaminantes se añadieron a agua desionizada. Sin embargo, las composiciones descontaminantes se pueden preparar en cualquier calidad de agua incluyendo, pero no limitada a, agua desionizada, destilada, blanda, dura, corriente, fluvial y marina. La mezcla resultante se removió durante 20 minutos antes del uso a temperatura ambiente.

La prueba en reactor comprende poner el simulador (100 µl, 0,85 mmol) en un vial de 15 cm³ (4 dracmas). La

solución de composición descontaminante (5 ml) se añadió al vial de 15 cm³ (4 dracmas) que contenía el simulador. La mezcla resultante se agitó en una batidora a una temperatura de aproximadamente 20°C. En el momento deseado, la mezcla de reacción se desactivó con 5 ml de sulfito sódico (Na₂SO₃) saturado y se extrajo con 5 ml de cloroformo (tetrahidrotiofeno al 0,1%) usando un mezclador de turbulencia (2 x 15 s). A continuación, la capa de cloroformo se transfirió a un vial de muestra y se analizó mediante GC-MS (cromatógrafo de gases-espectrómetro de masas).

La prueba en panel comprende usar discos de aluminio pintados con CARC de cinco centímetros (dos pulgadas) de diámetro usados según se recibían del Edgewood Chemical Biological Center. El panel se contaminó en 10 g/m² al añadir aproximadamente 20 mg de tianisol usando una pipeta de Eppendorf. Se extendieron gotículas con una tira delgada de Parafilm. A continuación, el panel se cubrió con una placa de Petri invertida y se dejó reposar a temperatura ambiente durante 60 minutos. La solución de composición descontaminante (1 ml) se pipeteó sobre la superficie del panel y se dejó reposar durante 15 minutos, cubierta. El exceso de descontaminante se decantó y el panel se enjuagó con 40 ml de agua desionizada en el frente y 20 ml de agua desionizada en la retaguardia. El panel se fijó en una posición vertical para secar. A continuación, el panel se extrajo con 20 ml de cloroformo (que contenía tetrahidrotiofeno al 0,1%) durante 1 hora. El cloroformo no diluido se analizó mediante GC-MS.

Con respecto a los agentes biológicos, puesto que la prueba del ántrax es extremadamente peligrosa y no se puede manejar en ningún laboratorio menor de Clase 3, se puede usar *Bacillus subtilis*, ATCC 19659, como un sustituto del ántrax. Se pueden usar dos procedimientos para cribar la eficacia de diversas composiciones descontaminantes: una prueba en suspensión del tiempo hasta la muerte y una prueba de actividad esporicida AOAC modificada (conocida aquí como la prueba de actividad esporicida cuantitativa (QSAT, por sus siglas en inglés)).

La prueba en suspensión del tiempo hasta la muerte comprende usar cultivos de esporas preparados previamente usados de Presque Isle Cultures de *Bacillus subtilis*, ATCC 19659, y *Bacillus stearothermophilus*, ATCC 7953. Se prepararon copas de prueba con 9,9 ml de la composición descontaminante de la presente invención que se iba a probar. Se prepararon soluciones de control que contenían sólo tampón de Butterfield para la evaluación el día de la prueba. Para cada artículo de prueba, se añadieron 0,1 ml de agente químico o biológico preparado mientras se ponía en marcha el cronómetro simultáneamente. Las muestras se mezclaron a fondo. A los tiempos de contacto apropiados, se pusieron 0,1 ml del artículo de prueba apropiado en 9,9 ml del descontaminante biológico apropiado y se mezclaron a fondo. Se realizaron diluciones en serie de diez veces hasta 10⁻⁶ y se dispusieron en forma de placa usando el método de recuento de placas aeróbico. Las placas se incubaron a aproximadamente 37°C. Las placas se incubaron 2 días a 37±2°C mediante *B. subtilis* y a 55±2°C para *B. stearothermophilus*. Después de la incubación, se contaron las unidades formadoras de colonias (CFU, por sus siglas en inglés) usando técnicas de recuento de placas estándar y se convirtieron en valores de log₁₀ para el análisis.

La QSAT (prueba de actividad esporicida cuantitativa) comprende usar soportes o sustratos de porcelana, seda y poliéster adquiridos de Presque Isle Cultures preparados con *B. subtilis*, ATCC 19659. Se preparó una cantidad apropiada de la composición descontaminante. Cada análisis requirió la preparación de suficiente composición descontaminante para la prueba inmediatamente antes de probar, distribuyendo a continuación en partes alícuotas apropiadas. A continuación, los soportes se pusieron en 10 ml de producto de prueba y se puso en marcha un cronómetro. A tiempos de contacto apropiados, el soporte se retiró y se puso en la composición biológica. Cuando se realizaba una prueba cuantitativa, los tubos se sometían a ultrasonidos durante 5 minutos y a turbulencia durante 30 segundos. Después de someter a ultrasonidos, se realizaron diluciones en serie de 10 veces hasta 10⁻⁶ y se dispusieron en placas usando un método de recuento de placas aeróbico. Las placas se incubaron durante 2-3 días a 37±2°C antes de contar las CFU usando métodos de recuento de placas estándar. Los soportes se sumergieron en caldo reciente y se incubaron durante 6 días antes de valorar un crecimiento positivo o negativo. Los recuentos de CFU se convirtieron en valores de log₁₀ para el análisis.

Con respecto a los AGENTES VIVOS reales, la prueba en panel se utiliza según el siguiente procedimiento general de aplicación del agente químico, descontaminación y medida del agente residual.

Aplicación del agente químico

Se dejó que las probetas de prueba se equilibraran hasta temperatura ambiente de laboratorio (20°C) durante un mínimo de 10 minutos antes de la aplicación del agente. Las probetas de prueba se pusieron horizontalmente en la campana extractora del agente químico. Los agentes químicos se aplicaron a las probetas de prueba para alcanzar una densidad de contaminación de 10 g/m². Las probetas se cubrieron con una tapa de una placa de Petri de vidrio.

Descontaminación

Una hora después de la aplicación del agente químico, las probetas de prueba se descontaminaron en una orientación horizontal al pipetear 1 ml de la composición descontaminante líquida. Las probetas se cubrieron con una placa de Petri. El tiempo de contacto del descontaminante sobre la probeta de prueba contaminada era 15 minutos. Se realizaron seis réplicas para cada tratamiento. Las probetas se enjuagaron con agua a temperatura ambiente para retirar la composición descontaminante antes de la medida del agente residual. Se dispensó agua (40 ml) desde un dispensador a aproximadamente 5 cm (2 pulgadas) de la superficie de la probeta, seguido por un

ES 2 563 406 T3

enjuague de 20 ml de agua de la parte posterior de la probeta. La probeta se enjuagó de arriba a abajo, y se enjuagaron todas las superficies de la probeta de prueba. Las probetas se pusieron en una orientación casi vertical sobre una superficie limpia y se dejaron secar al aire durante 3 minutos antes del inicio de la valoración del peligro por contacto.

- 5 Las medidas del agente residual se pueden determinar bien mediante transferencia por contacto o bien mediante extracción de la probeta

Transferencia por contacto

- La transferencia por contacto se determinó en dos intervalos de quince minutos, de 0 - 15 minutos y 45 - 60 minutos después de la descontaminación. La probeta se puso sobre una superficie horizontal limpia controlada a $30^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- 10 Una pieza de látex de 5,1 cm (2 pulgadas) de diámetro se puso sobre la probeta de prueba como un muestreador. Una pieza de papel de aluminio de 5,1 cm (2 pulgadas) de diámetro se puso sobre el látex, y una pesa aislada de 5,1 cm (2 pulgadas) de diámetro (1 kg) se puso sobre el papel de aluminio. Después de 15 minutos de contacto, la pesa se retiró. El látex y el papel de aluminio se pusieron en un vial que contenía 20 ml de cloroformo durante una hora. Se añadió tetrahidrotiofeno en 0,1 por ciento en volumen a todo el cloroformo usado para la extracción para
- 15 desactivar cualquier oxidante residual. Después de la primera medida de transferencia por contacto, las probetas se mantuvieron a 30°C y se cubrieron con una tapa de placa de Petri. Se efectuó una segunda medida de la transferencia por contacto a los 45 - 60 minutos después de la descontaminación usando el mismo procedimiento. Después de un período de extracción de 60 minutos para el látex y el papel de aluminio, una parte alícuota no diluida de cloroformo se transfirió a un vial de GC para el análisis. Se analizó el agente químico en la muestra
- 20 usando un cromatógrafo de gases equipado con un detector de ionización a la llama.

Extracto de la probeta

- La probeta usada para las pruebas de contacto se puso inmediatamente en un plato de extracción de vidrio y se extrajo en 20 ml de cloroformo. Después de una extracción de 60 minutos, una parte alícuota no diluida de cloroformo se transfirió a un vial de GC para el análisis. Se analizó el agente químico en la muestra usando un
- 25 cromatógrafo de gases equipado con un detector de ionización a la llama.

Ejemplos

Los siguientes Ejemplos se refieren a diversas composiciones combinadas descontaminantes monolíticas que contienen sólidos de la presente invención en agua y sirven para ilustrar pero no limitar la presente invención. En la medida en que los porcentajes en peso se han redondeado, no pueden sumar exactamente 100%.

- 30 La Fórmula 1 se preparó usando ácido bórico y ácido cítrico para revestir aspirina de un modo indicado en la presente memoria anteriormente y a continuación los compuestos en las cantidades apuntadas se combinaron en seco y posteriormente se añadieron a 100 ml de agua. A continuación, se probó el somán en la composición descontaminante con sólidos monolítica de fórmula 3 y los resultados se comprobaron mediante ^{31}P -NMR (resonancia magnética nuclear de fósforo 31).

35

Fórmula 1

Ingrediente	g/100ml	% en peso
Percarbonato sódico	3,850	41 %
Bicarbonato potásico	1,925	21 %
Tergitol XH	0,300	3 %
Molibdato sódico	0,060	1 %
Ácido bórico	0,225	2 %
Ácido cítrico	0,225	2 %
Aspirina	2,700	29 %

Tabla 1. Resultados de la prueba en reactor usando tioanisol como el simulador. (Fórmula 1)

Tiempo (min)	Experimento 1 (% de Descontaminación)	Experimento 2 (% de Descontaminación)	Experimento 3 (% de Descontaminación)	Promedio
5	80,26	74,97	76,57	77,27
15	91,82	89,99	89,35	90,39
30	99,81	99,78	99,70	99,76

Como es evidente a partir de la Tabla 1, la utilización de la Fórmula 1 de composición descontaminante dio como resultado al menos 99% en peso de erradicación de tioanisol que es un simulador de la iperita.

5 Tabla 2. Resultados de la prueba contra somán (GD)

Tiempo (min.)	Fórmula 1
1	76%
2	81%
3	89%
4	89%
5	91,8%
8	97,3%
15	98,1%

Como es evidente a partir de la Tabla 2, la Fórmula 1 mostraba una alta cantidad de oxidación, esto es una erradicación de al menos 98% en peso del agente químico en solo 15 minutos.

10 La composición descontaminante de Fórmula 1 también se probó con respecto a esporas de *Bacillus subtilis* y Decon Green™ con propósitos comparativos. Decon Green™ es un descontaminante disponible comercialmente que tiene generalmente la siguiente formulación: 10% en volumen de carbonato de propileno (99%), 20% en volumen propilenglicol (99,5+%), 10% en volumen de Triton X-100, 30% en volumen de H₂O₂ al 35%, 30% en volumen de solución en agua destilada que contenía sales (4% en volumen de propilenglicol añadido como anticongelante), bicarbonato potásico 0,45 M (hidrogenocarbonato potásico, 99,7%), monohidrato de citrato potásico 0,25 M (99 + %) y molibdato potásico 0,01 M (98%). Los log de los tiempos de reducción se indican en la Tabla 3.

15 Tabla 3. Resultados de la prueba contra *Bacillus Subtilis*

Muestra	Tiempo (min.)	Log de la Reducción	Muestra	Tiempo (min.)	Log de la Reducción
Fórmula 1	0,5	0,25	Decon Green™	5	1,51
	1	1,83		10	2,42
	2	4,82		15	4,91

20 Como es fácilmente evidente a partir de la Tabla 3, la composición descontaminante de la presente invención alcanzaba un log de reducción con al menos 4,82 en solo 2 minutos, mientras que el Control, en Decon Green™, alcanzaba un log de reducción similar en 15 minutos. Así, los datos indican una vez más el hecho de que la presente invención destruye rápidamente agentes químicos y biológicos y así supera fácilmente el comportamiento de la tecnología actual.

25 Ejemplos adicionales de diferentes fórmulas de composiciones descontaminantes según la presente invención se indican en la Tabla 4 en la que las Formulaciones 2-5 se probaron durante 15 minutos, con respecto a la descomposición de tioanisol.

ES 2 563 406 T3

Tabla 4. Fórmulas de los Ejemplos. Resultados de la prueba contra tioanisol

	Fórmula 2		Fórmula 3		Fórmula 4		Fórmula 5	
	g/100 ml	% en p.	g/100 ml	% en p.	g/100 ml	% en p.	g/100 ml	% en p.
Percarbonato sódico	4,650	33%	4,650	40%	4,650	33%	3,850	41%
Bicarbonato potásico	5,000	35%	---	---	5,000	36%	1,925	21%
Bórax inflado (81%) Propilenglicol (19%)	---	---	3,000	26%	---	---	---	---
Tergitol XH	0,300	2,1%	---	---	0,300	2,1%	0,300	3,2%
Lauroilsarcosinato sódico	0,015	0,1%	0,015	0,1%	0,015	0,1%	----	---
Cloruro de dodeciltrimetilamonio	----	---	----	---	----	---	----	---
Molibdato sódico	0,240	1,7%	0,240	2,0%	0,240	1,7%	0,060	0,6%
Ácido bórico	0,170	1,2%	0,170	1,4%	----	---	0,225	2,4%
Ácido cítrico	0,170	1,2%	0,170	1,4%	0,251	1,8%	0,225	2,4%
Aspirina	3,450	25%	3,450	29%	3,450	25%	2,700	29%
% de conversión de tioanisol en 15 min.	99,7		94,4		99,0		90,3	

Como es evidente a partir de las Formulaciones 2-5, se utilizaron diferentes compuestos que formaban la composición descontaminante.

La Fórmula 7 indica una composición descontaminante de la presente invención en la que, en lugar de un catalizador de molibdato, se utilizó un catalizador de volframio.

5

Fórmula 7

Ingrediente	g/100ml	% en p.
Percarbonato sódico	4,650	33%
Bicarbonato potásico	5,000	35%
Tergitol XH	0,300	2%
Lauroilsarcosinato sódico	0,015	0,1%
Óxido de sodio y volframio	0,360	2,5%
Ácido bórico	0,170	1,2%
Ácido cítrico	0,170	1,2%
Aspirina	3,450	24%

Como es evidente a partir de la Tabla 5, la reacción con respecto al tianisol avanza ligeramente más rápidamente.

Tabla 5. Comparación de molibdato y volframio contra tianisol.

	Tiempo de reacción		
	5 min.	15 min.	30 min.
Molibdato	72% de conversión	82% de conversión	99% de conversión
Volframio	81% de conversión	98% de conversión	99% de conversión

10 Como se apunta previamente, se prefiere que el donante de acetilo se revista con un material de revestimiento como el descrito en la presente memoria. La Tabla 7 indica los resultados de revestir aspirina a 40°C con ácido cítrico frente al Control en el que no se utilizaba ácido cítrico. Como es evidente, una cantidad bastante significativa de aspirina se perdía después de ocho semanas de almacenamiento mientras que sólo ½ de 1% de aspirina se perdía durante el mismo tiempo cuando estaba revestida con ácido cítrico.

15

Tabla 7. Estabilidad de aspirina a 40°C que estaba revestida con ácido cítrico.

% de Aspirina (Inicial)	% de Ácido cítrico	% de Aspirina Perdido (8 semanas)
100	0	8,4
86	14	0,5

Como es fácilmente evidente, cuando no se aplicaba una composición de revestimiento al donante de acetilo, una cantidad significativa del donante de acetilo, es decir aspirina, se perdía en el período inicial de ocho semanas después de la formulación de la composición descontaminante.

20 La presente invención se refiere así a una composición combinada eficaz descontaminante monolítica que contiene sólidos que se puede transportar fácilmente a bajo coste ya que es ligera en la medida en que no contiene agua. La composición es estable y más segura que las soluciones de ácido peracético y las soluciones de peróxido de hidrógeno en la medida en que no contiene ácido peracético de por sí ni contiene compuesto de peróxido de hidrógeno de por sí. En cambio, contiene precursores generalmente inoocuos de los mismos. Otra clara ventaja de la presente invención es que no necesita formularse o activarse hasta el emplazamiento de aplicación real y a continuación se elabora fácilmente simplemente al añadir agua a la composición.

25

Otra ventaja indudable de la presente invención es que la composición descontaminante secada de la presente invención reacciona muy fácilmente al oxidar u oxidar sustancialmente el agente químico o biológico o el agente bélico con tal de que se utilicen suficientes cantidades o dosificaciones. Por ejemplo, un 95% o 97% o un 99% de descontaminación, erradicación, etc. eficaz, con respecto al agente químico bélico tal como somán (GD) o un agente biológico tal como *Bacillus subtilis* se alcanzaba en 3 minutos o menos, deseablemente en 2 minutos o menos, y preferiblemente incluso en 1 minuto o menos, utilizando cantidades o dosificaciones suficientes de las formulaciones de la presente invención. En general, las composiciones de la presente invención también alcanzan fácilmente aproximadamente un 90% o 95% de muerte, erradicación, etc., deseablemente al menos aproximadamente un 98% de erradicación, y preferiblemente al menos aproximadamente un 99% de descontaminación o erradicación de agentes químicos o biológicos a los 30 min. o deseablemente 15 minutos de la aplicación.

La principal preocupación en el diseño de un descontaminante oxidativo es la evitación de subproductos no deseables. La sulfona y el sulfóxido son los principales subproductos de la descontaminación oxidativa de HD. El sulfóxido se prefiere sobre la sulfona ya que no es vesicante. Se sabe que la sulfona es tan potente como vesicante como el propio HD. La generación de sulfona se puede controlar en la reacción de descontaminación usando un número de métodos. La presente invención equilibra el pH, los niveles de PAA generados in situ y los tiempos de exposición para crear una solución que, cuando se aplica directamente, minimiza la formación de sulfona.

Aunque según los estatutos de las patentes, se han indicado el mejor modo y la realización preferida, el alcance de la invención no se limita a los mismos, sino en cambio por el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Una composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos
 en donde dicha composición es una combinación de polvos y/o partículas que fluyen libremente o en la forma de un artículo sólido integral, comprendiendo dicha composición:
- 5 un donante de acetilo en una cantidad de 5% a 50% en peso, en donde el donante de acetilo se selecciona de ácido acetilsalicílico, tetraacetiletilendiamina y combinaciones de los mismos, y en donde al menos un compuesto de revestimiento se aplica al donante de acetilo, y en donde dicho compuesto de revestimiento se selecciona de ácido cítrico, ácido succínico, ácido bórico, ácido salicílico y combinaciones de los mismos; y en donde la cantidad de dicho compuesto de revestimiento es de 1% a 40% en peso,
- 10 una fuente de peroxígeno, en donde la cantidad de dicha fuente de peroxígeno es de 10% a 70% en peso;
 un catalizador, que es un catalizador de metal de transición, en donde la cantidad de dicho catalizador es de 0,1% a 6% en peso;
 un tensioactivo, en donde la cantidad de dicho tensioactivo es cero o de 0,01% a 10% en peso;
 un tampón, en donde la cantidad de dicho tampón es cero o de 0,1% a 50% en peso; y
- 15 en donde dichos porcentajes en peso se basan en el peso total de dicho donante de acetilo, dicho compuesto de revestimiento y dicha fuente de peroxígeno, dicho catalizador, dicho tensioactivo y dicho tampón, y en donde dichos porcentajes de dichos compuestos utilizados suman 100 por cien en peso y en donde dicho donante de acetilo, dicho compuesto de revestimiento, dicha fuente de peroxígeno, dicho catalizador, dicho tensioactivo y dicho tampón forman la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos.
- 20 2. La composición descontaminante según la reivindicación 1, en donde la composición comprende dicho tensioactivo en una cantidad de 0,01% a 10% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón.
3. La composición descontaminante según la reivindicación 1 o 2, en donde la composición comprende dicho tampón en una cantidad de 0,1% a 50% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de
 25 revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón, y en donde dicho tampón es una sal de un carbonato, una sal de un bicarbonato, un borato, un ácido orgánico débil que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, o un fosfato, o combinaciones de los mismos.
4. La composición descontaminante según una o más de las reivindicaciones precedentes, en la que la cantidad de dicho donante de acetilo es de 6% a 40% en peso, en la que la cantidad de dicho compuesto de revestimiento es de
 30 1,25% a 35% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón.
5. La composición descontaminante según una o más de las reivindicaciones precedentes, en la que dicha fuente de peroxígeno se selecciona de percarbonato sódico o potásico u otras sales de percarbonato, perborato sódico o potásico u otras sales de perborato, peróxido cálcico, peróxido magnésico, persulfato sódico o potásico u otras sales
 35 de persulfato, peróxido de urea, monopersulfato potásico, peroxidona y combinaciones de los mismos, y en la que la cantidad de dicha fuente de peroxígeno es de 20% a 65% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón.
6. La composición descontaminante según una o más de las reivindicaciones precedentes, en la que dicha fuente de peroxígeno es un percarbonato, un perborato o una combinación de los mismos.
- 40 7. La composición descontaminante según una o más de las reivindicaciones precedentes, en la que dicha fuente de peroxígeno es percarbonato sódico.
8. La composición descontaminante según una o más de las reivindicaciones precedentes, en la que dicho catalizador es un compuesto de molibdato, y en la que la cantidad de dicho catalizador es de 0,3% a 4,0% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el
 45 catalizador, el tensioactivo y el tampón.
9. La composición descontaminante según una o más de las reivindicaciones precedentes, en la que dicho catalizador se selecciona de molibdato sódico, molibdato potásico y molibdato amónico, y en la que la cantidad de dicho catalizador es de 0,5% a 3,0% en peso basado en el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón.
- 50 10. La composición descontaminante según una o más de las reivindicaciones precedentes, en la que la cantidad de dicho donante de acetilo es de 8% a 35% en peso, y en la que la cantidad de dicho compuesto de revestimiento es de 5% a 30% en peso, y en la que la cantidad de dicha fuente de peroxígeno es de 30% a 65% en peso basado en

el peso total del donante de acetilo, el compuesto de revestimiento, la fuente de peroxígeno, el catalizador, el tensioactivo y el tampón.

5 11. Un procedimiento para elaborar una composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos según una o más de las reivindicaciones precedentes, que comprende añadir los compuestos en las cantidades reivindicadas juntos en cualquier orden y mezclar los mismos, en el que el donante de acetilo se reviste con dicho compuesto de revestimiento antes de combinarse con los compuestos restantes de la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos.

10 12. Uso de una composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos según una o más de las reivindicaciones precedentes con agua para descontaminar u oxidar compuestos químicos y biológicos a fin de hacerlos inocuos o ineficaces, en el que los compuestos químicos y biológicos se seleccionan de iperita, gas neurotóxico, ántrax, diversas endosporas, hongos, bacterias, protozoos, priones, virus y toxinas, enfermedades infecciosas, productos químicos industriales tóxicos y materiales industriales tóxicos, y combinaciones de los mismos.

15 13. Uso según la reivindicación 12, en el que las bacterias se seleccionan de micobacterias y bacterias vegetativas, y en el que la toxina se selecciona de ricina y micotoxina T2, y en el que la enfermedad infecciosa se selecciona de gripe aviar y *C. difficile*.

14. Uso según la reivindicación 12 o 13, en el que la cantidad de agua es de 500 a 1.000 partes en peso por cada 100 partes en peso de la composición combinada descontaminante monolítica que contiene sólidos incluyendo cualesquiera aditivos o cargas.