

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 661 254**

51 Int. Cl.:

C11D 3/60 (2006.01)

C11D 7/50 (2006.01)

C11D 11/00 (2006.01)

C11D 3/20 (2006.01)

C11D 3/43 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.04.2012 PCT/US2012/033273**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.10.2012 WO12142252**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.04.2012 E 12770582 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.11.2017 EP 2697353**

54 Título: **Producto de limpieza por reflujo multiusos, respetuoso con el medio ambiente**

30 Prioridad:

13.04.2011 US 201113066362

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

28.03.2018

73 Titular/es:

**AMERICAN STERILIZER COMPANY (100.0%)
5960 Heisley Road
Mentor, OH 44060-1834, US**

72 Inventor/es:

**KELLER, SHAHIN y
KAISER, NANCY E.**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 661 254 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

Producto de limpieza por reflujo multiusos, respetuoso con el medio ambiente

5 Campo de la invención

Esta invención se refiere a un producto de limpieza basado en disolvente según se define en las reivindicaciones útil para limpiar equipos asociados con la fabricación de productos químicos, incluyendo productos farmacéuticos. Más específicamente, esta invención se refiere a un producto de limpieza basado en disolvente que es respetuoso con el medio ambiente, ya que es seguro de almacenar, manipular y usar, y que puede usarse en varios métodos de limpieza, tales como un disolvente de reflujo, y en limpieza en el sitio (CIP), limpieza fuera del sitio (COP) y limpieza manual. Más particularmente, esta invención proporciona un disolvente de reflujo eficaz, eficiente, sin las desventajas de los productos químicos de reflujo tradicionales.

15 Antecedentes de la invención

La fabricación de productos químicos (incluyendo principios activos farmacéuticos, API) implica generalmente varios equipos en serie, tales como un reactor, centrifugadora, recipientes, tanques, columnas de separación, cristalizadores y tubos y tuberías asociados. Tras la fabricación, deben limpiarse los equipos antes de usarlos en la producción de productos posteriores. La limpieza de la serie de equipos se realiza normalmente sometiendo a reflujo un disolvente a través de los equipos, y sus tuberías de conexión, en lugar de usar un sistema de limpieza en el sitio (CIP) que requiere procedimientos y equipos especializados adicionales.

Generalmente, los métodos de limpieza por reflujo convencionales usan disolventes comunes, tales como metanol o acetona, que se colocan en un tanque o recipiente de reacción y después se calientan. Estos disolventes forman normalmente parte del procedimiento de producción y, por tanto, están fácilmente disponibles y no se introduce un nuevo componente como posible contaminante. Los vapores creados mediante el disolvente calentado sustituyen el aire por encima del tanque y se desplazan a través de las tuberías hasta el siguiente equipo. En los espacios superiores hay condensadores presentes para enfriar el vapor para formar un líquido. Después se drena el disolvente líquido a un sumidero para eliminar la suciedad o el residuo de los equipos y las tuberías. Dado que no hay ninguna acción mecánica implicada en la limpieza por reflujo, puede tener que repetirse la limpieza varias veces antes de que los equipos estén listos para el siguiente lote de procesamiento.

Los métodos de limpieza y disolventes comunes de reflujo mencionados anteriormente no carecen de desventajas. El/los procedimiento(s) de limpieza con disolvente de reflujo convencional(es) requiere(n) que los equipos permanezcan en su sitio sin el uso de esferas de pulverización y equipos adicionales para agitación o recirculación, lo cual es típico de sistemas de CIP. Por tanto, no hay ninguna garantía de que la limpieza haya sido exhaustiva y completa. Se requieren más repeticiones para garantizar una completa eliminación de la suciedad. También hay costes de energía significativos asociados con la recirculación y recuperación de disolventes, así como costes de incineración y eliminación. También surgen problemas de seguridad debido a la inflamabilidad y volatilidad asociadas con los disolventes comunes.

Por tanto, existe una necesidad de una formulación de producto que pueda usarse en un procedimiento de limpieza por reflujo como sustituto de disolventes comunes perjudiciales, sin sus desventajas asociadas. Se ha encontrado que pueden combinarse combinaciones acuosas de determinados disolventes para obtener una formulación que tiene propiedades de disolvencia, limpieza y humectación que potencian la capacidad de limpiar eficazmente suciedad de equipos de fabricación de productos químicos, incluyendo productos farmacéuticos, en lugar de disolventes comunes perjudiciales. Una formulación de este tipo también funciona bien tanto en fase de vapor como líquida. Estas combinaciones de disolventes también pueden contener otros componentes, tales como tensioactivos, para potenciar la limpieza y reducir los niveles de disolvente. Por motivos de almacenamiento, estas combinaciones de disolventes o combinaciones de disolventes/tensioactivos pueden prepararse como concentrado no acuoso o como líquido(s) semiacuoso(s), todos los cuales pueden diluirse adicionalmente con agua antes de su uso.

La selección de disolvente para las formulaciones de la invención se basa en determinados criterios incluyendo, pero sin limitarse a, propiedades tales como alta presión de vapor, alta densidad de vapor, puntos de ebullición moderados, bajo calor específico y bajo calor de vaporización, así como requisitos salud y seguridad y medioambientales. También resultan deseables propiedades de disolventes tales como disolvencia y tensioactividad en una combinación formulada. La selección de disolventes basándose en estos criterios da como resultado una formulación que tiene propiedades superiores de disolvencia, limpieza y humectación, con respecto a disolventes de reflujo comunes tradicionales, lo que afecta de manera positiva al tiempo, la energía y la eficacia de un procedimiento de limpieza por reflujo.

En la técnica se conocen productos de limpieza basados en disolventes para equipos de fabricación. Por ejemplo, la patente estadounidense n.º 5.866.523 se refiere a métodos y a composiciones de combinación de disolventes para eliminar material resinoso de recipientes, cubas, tambores, tanques, tuberías y equipos relacionados, que deben limpiarse en el sitio (CIP). Los métodos de uso incluyen, entre otros, agitación, pulverización, vibración, remoción,

circulación por bombeo o contacto físico. Las formulaciones dadas a conocer se usan a desde 20-22°C hasta 70°C (sin ebullición). Las composiciones contienen metil isoamil cetona, que es bastante inflamable y no resulta viable para su uso en un sistema de reflujo.

5 La patente estadounidense n.º 5.698.045 se refiere a un método de vapor para limpiar equipos de procedimientos químicos, sin dismantelar, colocando un líquido que contiene N-metil-pirrolidona (NMP) en el equipo (reactor) y calentando la NMP hasta ebullición. Las principales suciedades que van a limpiarse son residuos poliméricos, tales como polímeros que contienen estireno, PVC, uretanos, resinas epoxídicas, compuestos poliacrílicos, nailones y acumulación de carbono y películas alquitranadas procedentes de la degradación de materiales orgánicos. La NMP
10 puede usarse sola (es decir, "pura"), o puede combinarse con otro disolvente, gamma-butirolactona, o con aceites o disolventes que tienen un punto de ebullición superior al de NMP. La composición no es acuosa.

Las patentes estadounidenses n.ºs 5.423.919 y 5.259.993 dan a conocer ambas composiciones de limpieza por inmersión, que contienen disolventes que incluyen como componente una 2-pirrolidona, un agente decapante conocido, en cantidades del 1-15% en peso y el 1-20% en peso, respectivamente. Aunque estas dos patentes tienen en común el componente de pirrolidona, la patente '919 también requiere un material particulado cerámico en el disolvente. La patente '993 se centra en una composición de un único disolvente, no en una combinación de disolventes, que puede usarse a temperaturas de 48,8°C - 60°C (120°F-140°F) y requiere la inmersión del sustrato para que tenga lugar la limpieza.

20 N-metil-2-pirrolidona (NMP) también es un componente de la composición de limpieza dada a conocer en la patente estadounidense n.º 5.232.515, que se refiere a una composición que puede "reducirse con agua". Además de NMP, se incluyen ésteres de éter de glicol y alcoholes C₁-C₈. Tensioactivos, inhibidores de la oxidación y aceleradores son componentes opcionales. No se menciona nada sobre el uso de esta composición en operaciones de limpieza por reflujo o ebullición.

Las patentes estadounidenses n.ºs 6.187.719; 5.679.175 y 5.716.457 se refieren a composiciones de "ebullición" no acuosas, pero no a la limpieza por reflujo. Las composiciones dadas a conocer comprenden tanto agentes de solvatación como agentes de aclarado. Ninguno se usa en una operación de tipo reflujo. Los agentes de solvatación seleccionados deben tener una presión de vapor a temperatura ambiente de no más de aproximadamente 40 mm de Hg y una fuerza de solvatación de no menos de 10. Los agentes de solvatación pueden incluir 2-pirrolidonas, éteres, alcoholes y mezclas de los mismos. Los agentes de aclarado deben tener una presión de vapor a temperatura ambiente de aproximadamente 80-760 mm de Hg y factores de agotamiento de la capa de ozono de no más de aproximadamente 0,05-0,15. Los agentes de aclarado y de solvatación no se mezclan entre sí, sino que más bien se usan por separado. De hecho, se requiere que no sean miscibles entre sí. Se menciona que estas composiciones de solvatación y de aclarado son útiles para limpiar placas de circuito impreso (PCB). Estas etapas de procedimiento implican sumergir la placa en una primera composición en ebullición, es decir, el agente de solvatación; transferir la placa a través de un espacio de vapor por encima del agente de solvatación en ebullición al interior de un recipiente de agente de aclarado líquido frío; transferir la placa a través de un espacio de vapor por encima del agente de aclarado; y secar.

Las formulaciones acuosas de la invención descritas en el presente documento son únicas con respecto a lo que se conocía anteriormente en la técnica y pueden usarse como sustituto de disolventes comunes en la limpieza por reflujo de equipos de fabricación de productos químicos, especialmente los usados en la fabricación de productos farmacéuticos. El procedimiento de limpieza existente del fabricante puede permanecer inalterado con respecto a la disposición de equipos. Aunque las formulaciones de la invención son multiusos ya que pueden usarse en diversos métodos de limpieza, tales como limpieza CIP, COP y manual, la auténtica ventaja es que no se necesitan equipos o procedimientos de limpieza especializados adicionales (tal como por ejemplo con los procedimientos de CIP), ya que las composiciones de la invención simplemente se someten a reflujo a través de la línea de equipos existente.

50 Las formulaciones de la invención funcionan de manera eficaz tanto en fase de vapor como en fase líquida y tanto en movimiento vertical como horizontal a través de la serie de equipos. Las formulaciones de la invención dan como resultado tiempos de limpieza más rápidos y menos repeticiones de los ciclos en un procedimiento de limpieza por reflujo que los encontrados con disolventes de reflujo comunes convencionales. También son más seguras de manipular y más respetuosas con el medio ambiente que los disolventes de reflujo comunes convencionales.

Los requisitos de energía también se reducen con respecto al reciclaje, recuperación, eliminación e incineración de disolventes. Dado que los componentes seleccionados son biodegradables y cumplen con reglamentos medioambientales mundiales, los costes de eliminación pueden eliminarse totalmente o, como mínimo, reducirse sustancialmente. Finalmente, las formulaciones de la invención son seguras de manipular y no son inflamables, eliminando por tanto los problemas de salud y seguridad asociados con disolventes comunes convencionales usados para la limpieza por reflujo.

Las aplicaciones útiles para las formulaciones de la invención incluyen limpieza por reflujo de equipos de fabricación de productos químicos y farmacéuticos y equipos de investigación, así como cualquier otra aplicación de limpieza en la que la formulación sea eficaz para la suciedad/residuo particular que va a eliminarse.

Por tanto, un objeto de la invención es formular un producto de limpieza, que pueda usarse como sustituto de disolventes comunes convencionalmente usados para limpiar por reflujo suciedades y residuos que quedan en un procedimiento de fabricación de productos químicos o farmacéuticos.

Un objeto adicional de la presente invención es proporcionar un producto de limpieza que sea multiusos, ya que también puede usarse en procedimientos de limpieza CIP, COP o manual, a diferencia de disolventes de reflujo comunes tradicionales que no pueden usarse de ese modo y requieren que la serie de equipos permanezca inalterada.

Todavía un objeto adicional de la presente invención es reducir los costes de energía asociados con procedimientos de limpieza por reflujo tradicionales y el número de repeticiones requeridas en el procedimiento.

Aún un objeto adicional de la presente invención es reducir los problemas de salud y seguridad asociados con disolventes comunes actualmente usados y proporcionar un producto biodegradable que cumpla normas de reglamentos medioambientales mundiales aplicables y requisitos de salud y seguridad.

Sumario de la invención

Las formulaciones de la invención son composiciones de limpieza por reflujo eficaces y eficientes, que limpian más rápidamente, es decir, requieren menos ciclos de limpieza, que disolventes de reflujo convencionales, tales como metanol y acetona. Las formulaciones de la invención también son respetuosas con el medio ambiente, más seguras de usar, manipular y almacenar, y cuesta menos eliminarlas o reciclarlas.

Las composiciones de limpieza de la invención son particularmente útiles en la limpieza por reflujo de series de equipos de fabricación de productos químicos, y pueden usarse en operaciones de CIP y COP, así como en limpieza manual. Sin embargo, la auténtica ventaja se debe a su capacidad para usarse como disolventes de reflujo, en los que no se necesita ningún equipo adicional para la limpieza (tal como se requiere para sistemas de CIP o COP).

Las composiciones de la invención son útiles en la limpieza de equipos de fabricación de productos químicos. Tal como se usa en el presente documento, "fabricación de productos químicos" incluye no sólo productos químicos básicos, sino también productos farmacéuticos, productos personales, productos naturales y herbales, alimentos y aditivos alimenticios.

Las formulaciones de la invención pueden incorporar un líquido semiacuoso que comprende únicamente disolventes combinados; un líquido semiacuoso que comprende disolventes y tensioactivos combinados; o una combinación de disolventes y tensioactivos concentrada no acuosa. Todas las realizaciones pueden diluirse adicionalmente con agua antes de su uso. También pueden incluirse otros aditivos, tales como hidrótrofos, tampones, adyuvantes, inhibidores de la corrosión, agentes antirredeposición, agentes de aclarabilidad y similares, como componentes opcionales de las formulaciones de la invención.

Generalmente, las composiciones de limpieza por reflujo de la invención comprenden: (a) una combinación de al menos dos disolventes; (b) opcionalmente, tensioactivos; y (c) agua, en las que los disolventes se seleccionan basándose en los siguientes criterios: presión de vapor, densidad de vapor, punto de ebullición, calor específico y calor de vaporización. También pueden tenerse en cuenta otros criterios. Los componentes seleccionados también deben ser respetuosos con el medio ambiente.

Descripción detallada de la invención

Esta invención se refiere a una formulación de limpieza útil como sustituto de disolventes comunes convencionales usados en operaciones de limpieza por reflujo, tales como metanol y acetona, con características que hacen que el procedimiento de limpieza sea más rápido, más seguro, rentable y respetuoso con el medio ambiente. Las formulaciones de la invención pueden comprender: una formulación líquida semiacuosa que comprende únicamente disolventes combinados; una formulación líquida semiacuosa que comprende disolventes combinados y otros aditivos y tensioactivos para potenciar la limpieza y reducir los niveles de disolvente; o una combinación de disolventes y tensioactivos concentrada no acuosa. En todos los casos, las formulaciones de la invención pueden diluirse o diluirse adicionalmente con agua antes de su uso.

Generalmente, las formulaciones de la invención deben tener mejores propiedades de disolventes, limpieza y humectación en comparación con disolventes comunes. La selección de disolventes resulta clave para preparar una formulación eficaz que tenga las propiedades deseadas. Los criterios (propiedades) de selección de disolventes que se consideran importantes para las propiedades de limpieza y humectación resultantes de las formulaciones de la invención final incluyen propiedades, tales como alta presión de vapor, alta densidad de vapor, punto de ebullición moderado (100-150°C), bajo calor específico y calor de vaporización inferior. Pueden tenerse en cuenta otros criterios tales como baja viscosidad (en comparación con el agua) y baja tensión superficial (también menor que el agua). El punto de ebullición, la presión de vapor y la densidad de vapor son criterios importantes en la selección. A

pesar de estos criterios, las químicas globales de los disolventes (es decir, disolvencia y tensioactividad) y las cuestiones de seguridad y medioambientales tienen prioridad con respecto a una única propiedad o propiedades de disolventes. En cualquier caso, ninguna de las propiedades individuales de los disolventes permanece igual tras formularse una mezcla.

5 Mediante la selección de disolventes que tienen las propiedades especificadas, puede obtenerse una formulación de uso final que tiene las propiedades deseables. A modo de explicación general, la presión de vapor de la formulación de uso final es preferiblemente alta y densa. Una alta presión de vapor actúa para llenar espacios vacíos más rápidamente, reduciendo por tanto el tiempo de sustitución del aire. Un vapor denso reduce la pérdida de vapor hacia el entorno y mejora la limpieza. Un vapor denso también facilita la eliminación de material particulado.

10 Los componentes de formulación tienen preferiblemente puntos de ebullición moderados (100-150°C) y contribuyen a una formulación de uso final que tiene un punto de ebullición moderado. Un vapor más caliente mejora la eficacia de la limpieza. Sin embargo, deben evitarse altos puntos de ebullición (>150°C), ya que puntos de ebullición superiores aumentan los costes de energía y provocan problemas de compatibilidad con el sustrato.

15 Los disolventes con bajo calor específico alcanzan su punto de ebullición con menos gasto de energía, reduciendo por tanto el consumo de energía. Los disolventes con un calor de vaporización inferior también requieren menos energía para formar un vapor. Las combinaciones de disolventes que tienen estas propiedades dan como resultado una formulación de uso final que requiere menos energía para formar un vapor o para alcanzar su punto de ebullición, conservando por tanto los costes de energía.

20 Además, los disolventes con viscosidad inferior a la del agua se mueven más fácilmente alrededor de hendiduras y curvas en la serie de equipos, facilitando por tanto la eliminación de material particulado. Los disolventes con baja tensión superficial (mucho menor que el agua) limpian de manera similar a los tensioactivos. Por tanto, combinar disolventes con baja tensión superficial y viscosidad inferior facilita una limpieza eficiente en la formulación de uso final.

25 Los disolventes seleccionados deben cumplir requisitos de salud y seguridad para la manipulación, exposición y uso, tales como baja inflamabilidad, baja toxicidad, baja reactividad, compatibilidad con el sustrato y biodegradabilidad.

30 Finalmente, tal como se mencionó anteriormente, las químicas de los disolventes y su compatibilidad en una combinación y con agua también son importantes.

35 Resulta difícil encontrar un único disolvente que cumpla todos los criterios de selección recomendados. No se requiere que los disolventes cumplan todos los criterios; más bien, pueden usarse disolventes que tienen diversas propiedades de manera complementaria entre sí y con otros componentes, tales como tensioactivos. Puede usarse un disolvente para modificar o ajustar las propiedades de otro disolvente en la combinación. El objetivo en la selección de disolventes es obtener una formulación de reflujo de uso final que tenga mejores propiedades de disolvencia, limpieza y humectación que disolventes comunes tradicionales. Este objetivo se logra seleccionando disolventes con determinadas propiedades que, cuando se combinan, darán como resultado la formulación final logrando las propiedades deseadas de limpieza y humectación. Determinadas propiedades de selección de disolventes individuales no pueden medirse en la combinación final, ya que dependen de las condiciones de limpieza, temperatura y concentración (dilución).

40 En la tabla 1 se indican disolventes útiles en las presentes formulaciones de la invención, junto con algunas de sus propiedades. También se incluyen disolventes comunes, tales como metanol, NPA y acetona, para comparación, junto con agua.

45 Se combinan dos o más disolventes para lograr una gama más amplia de criterios en la formulación final. A modo de ejemplo, la velocidad de evaporación es una medida de lo rápido que el vapor abandona una superficie en comparación con el aire. Los vapores de un disolvente volátil (es decir, bajo punto de ebullición) se evaporan desde una superficie demasiado rápidamente y no permiten un tiempo de contacto suficiente para la limpieza. Sin embargo, esta propiedad puede optimizarse combinando disolventes con diversos puntos de ebullición para obtener una formulación que tiene velocidades de evaporación aceptables.

50 En una realización, pueden añadirse tensioactivos, quelantes y otros componentes para potenciar la limpieza y reducir la cantidad de disolvente necesaria. Estos componentes adicionales se seleccionan basándose en sus características de baja espumación y fácil aclarado (tensioactivos), así como biodegradabilidad y cumplimiento con reglamentos medioambientales y de seguridad.

55 Las formulaciones de la invención pueden usarse para limpieza tanto en fase de vapor (tal como de tipo por reflujo) como en fase líquida. La limpieza en fase de vapor se produce debido al movimiento vertical de vapores de limpieza, mientras que la limpieza en fase líquida se produce debido al movimiento horizontal de líquido de limpieza. En la fabricación de productos químicos, incluyendo productos farmacéuticos, pueden usarse ambos tipos de limpieza (es decir, vertical y horizontal) para limpiar diversos equipos.

En los procedimientos de limpieza, se coloca la composición de limpieza diluida en un tanque o recipiente de reacción. A medida que se calienta la composición de limpieza diluida, los componentes no volátiles permanecen en fase líquida y ayudan a limpiar el recipiente de reacción, donde se queda la mayor parte del residuo. Diversas combinaciones de componentes no volátiles (tensioactivos, quelantes y otros componentes) pueden realizar y potenciar la limpieza en fase líquida. Como resultado, se consumirá menos disolvente para limpiar el residuo en el recipiente de reacción, y el disolvente vaporizado, limpio, queda libre para desplazarse hacia fuera hacia tuberías, tubos, recipientes, tanques y equipos más allá del tanque de reacción. Entonces, los condensadores enfrían el vapor para formar un líquido, que entrará en contacto con otras superficies que van a limpiarse. El vapor condensado fluye de vuelta hacia el recipiente de reacción en el que puede descargarse de manera segura.

En la preparación de formulaciones de la invención que tienen propiedades superiores de disolventes, limpieza y humectación con respecto a las de disolventes comunes, se tuvieron en cuenta varios criterios de selección de disolventes, tal como se comentó anteriormente. La tabla 1 muestra características (propiedades) para los disolventes seleccionados para su uso en las formulaciones de la invención, así como propiedades comparativas para agua, metanol, NPA y acetona.

TABLA 1: CARACTERÍSTICAS DE DISOLVENTES

Nombre comercial	Punto de ebullición (C*)	Punto de inflamación (F*)	Velocidad de evaporación (Acet = 1)	Presión de vapor (mmHg) a 25°C	Tensión superficial (dinas / CM)	Nombre químico	Densidad relativa g/cc	Viscosidad (cps)	Calor de vaporización j/g al P.E.	Densidad de vapor Aire = 1	Calor específico j/g/°C a 25°C	Coste \$/lb
Dowanol DPM	190	167	0,035	0,28	28,8	Metil éter de dipropilenglicol	0,951	3,7	267	5,59	2,25	1,1
Proglyde DMM	175	149	0,13	0,82	26,3	Dimetil éter de dipropilenglicol	0,902	1,1	257	5,59	01,83	1,44
Purasolv EL	153	139	0,26	1,6	30,6	Lactato de etilo	1,033	2,8		4,07		1,94
M Pyrol	202*	204*	0,26	3,8	40,7	1-Metil-2-pirrolidona	1,027	1,65	369		0,3	2,63
Dowanol PnP	149	118	0,21	1,5	25,4	N-propil éter de propilenglicol	0,883	4,4	369	5,27	1,98	1,38
Dowanol PPh	242,7	240	0,01	0,01	38	Éter de fenol y propilenglicol	1,063	2,45	319	5,27	2,18	1,47
Dowanol EB	171	150	0,07	0,88	27,4	n-Butil éter de etilenglicol	0,897	3,15		4,1		1,1
Rhodasolve IRIS	218	208	0,06	6,5	33 mN/m	Éster dibásico de metilglutarato de dimetilo	1,05					
Dowanol DB	230	310	0,03	0,06	30	n-Butil éter de dietilenglicol (baja evaporación / hidrófilo)	0,951	4,9	276	2	2,26	1,25
Metanol	65	52	6,1	2,1	22,6	Alcohol metílico	0,79	0,59	263	1,11	2,51	0,75
NPA	97,2	73	1,3	2,8	23,75	Alcohol propílico normal	0,805	2,2	188	2,1	0,53	1,1
Agua	100		0,30	23,8	73	Oxidano	1,00	1,02	2,2 kJ/g	1,0	4,18	0
Acetona	55	-1,8	5,6	0,24	23	Dimetil cetona	0,792	3,6	0,501 kJ/g	2,0	2,18	1,2

Tal como se comenta, se usa una combinación de disolventes, que tiene criterios de selección deseados, para

ES 2 661 254 T3

- 5 optimizar las propiedades finales de las composiciones de la invención. Se seleccionan disolventes de tal manera que sus propiedades, de manera individual o como combinación, son próximas a las características deseadas para la dilución de uso final de la formulación de la invención. Basándose en los disolventes seleccionados, pueden predecirse fácilmente las propiedades de formulación final. Sin embargo, puede no ser posible medir todas las propiedades de la formulación final, ya que variarán y dependerán de las condiciones de limpieza, temperatura y concentración (dilución). Dado que la formulación final puede diluirse hasta el 5-10% con agua, las propiedades finales también dependerán de la cantidad de cualquier agua usada para dilución.
- 10 El punto de ebullición de un líquido es la temperatura a la que la presión de vapor del líquido es igual a la presión atmosférica. Los puntos de ebullición de disolventes seleccionados están en el intervalo de aproximadamente 100°C a aproximadamente 300°C, preferiblemente de aproximadamente 120°C a aproximadamente 250°C, y lo más preferiblemente de aproximadamente 150°C a aproximadamente 220°C.
- 15 Los puntos de ebullición de la formulación combinada final en su "dilución de uso" están en el intervalo de aproximadamente 90°C a aproximadamente 120°C, preferiblemente de aproximadamente 95°C a aproximadamente 110°C, y lo más preferiblemente desde aproximadamente 98°C hasta aproximadamente 102°C, lo cual puede lograrse combinando disolventes con diversos puntos de ebullición.
- 20 Los puntos de inflamación, °C (°F) de disolventes seleccionados deben estar en el intervalo de 60°C a 148,8°C (de 140°F a 300°F), preferiblemente de 65,5°C a 121,1°C (de 150°F a 250°F), y lo más preferiblemente de 82,2°C a 104,4°C (de 180°F a 220°F). De nuevo, pueden usarse de disolventes para garantizar que el punto de inflamación está dentro de un intervalo preferido para la dilución de uso final de la formulación.
- 25 Las velocidades de evaporación tienen una relación inversa al punto de ebullición, es decir, cuanto mayor es el punto de ebullición, menor es la velocidad de evaporación. Los disolventes con una alta velocidad de evaporación forman fácilmente un vapor. Se considera que una velocidad de evaporación de >3 (BuAc = 1) es rápida, de 0,8 a 3,0 es media, y se considera que <0,8 es lenta (agua = 0,3). Los disolventes seleccionados tienen una velocidad de evaporación en el intervalo de 0,04 a 1,0, preferiblemente de 0,1 a 0,8, y lo más preferiblemente de 0,2 a 0,5.
- 30 La presión de vapor (mmHg a 25°C) es la tendencia de un líquido a formar vapor. La presión de vapor aumenta de manera no lineal con la temperatura. La presión de vapor (mmHg a 25°C) de disolventes seleccionados debe estar en el intervalo de 0,5 a 4,0 mmHg (25°C), preferiblemente en el intervalo de 0,8 a 3,8 mmHg (25°C), y lo más preferiblemente en el intervalo de 0,9 a 3,5 mmHg (25°C).
- 35 El calor de vaporización (j/g al P.E.) es el calor absorbido por un gramo de líquido a su punto de ebullición para formar vapor. Los disolventes con un bajo calor de vaporización requieren menos energía para producir vapor. El calor de vaporización (j/g al P.E.) de disolventes seleccionados debe estar en el intervalo de 100 a 380 (j/g al P.E.), preferiblemente de 150 a 350 (j/g al P.E.), y lo más preferiblemente de 250 a 320 (j/g al P.E.).
- 40 La densidad de vapor es el peso molar del vapor en comparación con el aire (aire = 1). La densidad de vapor reduce la pérdida de vapor hacia el aire circundante y, por tanto, mejora la eficiencia de limpieza del vapor. La densidad de vapor de los disolventes seleccionados está en el intervalo de 3,0 a 9,0, preferiblemente de 4,0 a 8,0, y lo más preferiblemente de 5,0 a 6,0.
- 45 El calor específico es la energía requerida para aumentar un grado la temperatura de un líquido. El calor específico está relacionado con la química inherente y la estructura de enlaces de un disolvente. El calor específico (j/g/°C) a 25°C de disolventes seleccionados está en el intervalo de 0,1 a 2,5, preferiblemente en el intervalo de 0,15 a 1,8, y lo más preferiblemente en el intervalo de 0,16 a 1,5.
- 50 Resulta importante observar que algunos de los valores de criterios de selección de disolventes pueden cambiar con la temperatura y la presión. Estos cambios no siempre son lineales. Por tanto, los criterios en la tabla 1 deben considerarse como guía general para la selección de disolventes.
- 55 El coste es un factor en la selección, pero no es un criterio decisivo ya que las formulaciones de la invención logran una limpieza más rápidamente y requieren menos producto para funcionar de manera eficaz.
- 60 También pueden tenerse en cuenta otros criterios. La tensión superficial permite que la suciedad se disuelva en la combinación de disolventes. Estos valores deben ser mucho menores que para el agua para una optimización de la limpieza. La tensión superficial (dinas/cm) de disolventes seleccionados oscila entre aproximadamente 15 y aproximadamente 40 (dinas/cm). La densidad relativa (g/cc) de disolventes seleccionados está normalmente en el intervalo de aproximadamente 0,9 a aproximadamente 1,0 (g/cc). Se prefieren disolventes con baja viscosidad, ya que no resistirán al flujo y se moverán alrededor de curvas en los equipos más rápidamente para una limpieza eficiente. Los intervalos de viscosidad (cps) preferidos son de desde aproximadamente 1,0 hasta aproximadamente 3,5 (cps).
- 65 Todos los criterios anteriores son útiles en la selección de disolventes apropiados para la composición de reflujos.

Pueden usarse combinaciones de disolventes de diversas categorías (próticos polares o apróticos polares) y químicas, y de hecho se prefieren, con el fin de obtener una formulación equilibrada que tenga propiedades que serán eficaces y eficientes para la limpieza por reflujo. De los criterios anteriores, el punto de ebullición y la densidad de vapor son los más importantes en la selección de disolventes para formularse para dar una composición de reflujo de disolventes combinados. También son importantes las consideraciones medioambientales y factores de seguridad.

Tal como resulta evidente, puede realizarse un gran número de posibles combinaciones de criterios de selección, basándose en la tabla 1. Sin embargo, la clave para las formulaciones de la invención es que las formulaciones finales, en total, tengan mejores propiedades de disolvencia y humectación que disolventes comunes. Las propiedades de "uso final" clave son el punto de ebullición y la presión de vapor, que también son criterios de selección de disolventes importantes. Las propiedades de uso final dependen de los criterios de selección de disolventes y pueden predecirse mediante la dilución. Los disolventes seleccionados también deben tener un punto de ebullición moderado (100-150°C), aunque el punto de ebullición de cualquier disolvente individual puede modificarse mediante combinación.

Los resultados deseados para las composiciones de la invención son beneficios medioambientales, tales como cumplir con reglamentos de VOC y descarga al suelo y abordar cuestiones de seguridad tales como almacenamiento, manipulación y transporte. Son objetivos secundarios la eficiencia de limpieza y versatilidad, que se logran principalmente debido a las diferencias entre los disolventes comunes (metanol y acetona) y las formulaciones de la invención. Las formulaciones de la invención tienen propiedades que proporcionan una limpieza por reflujo potenciada mediante la combinación de una variedad de disolventes que tienen los criterios recomendados.

Se logra un rendimiento de limpieza mejorado porque los disolventes recomendados pueden calentarse de manera segura (alto punto de inflamación) hasta una temperatura superior a los disolventes comunes. Puntos de ebullición superiores crean una mayor presión de vapor y menor velocidad de evaporación. Los requisitos de energía se reducen seleccionando disolventes con bajo calor específico, bajo calor de vaporización y alta densidad de vapor. Combinar disolventes con diversas químicas, tales como por clases químicas de compuestos o por tipos de polaridad, también puede potenciar el procedimiento de limpieza.

También pueden usarse tensioactivos e hidrótopos en las formulaciones de la invención para potenciar la limpieza y reducir la cantidad de disolvente requerida, reduciendo por tanto los costes. Los tensioactivos útiles incluyen tensioactivos aniónicos, no iónicos y anfóteros y los conoce bien un experto en la técnica. Específicamente, los tensioactivos útiles incluyen etoxilatos de alcohol, copolímeros de bloque de EO/PO, sulfonatos, ésteres de fosfato, alcanolatos, óxidos de amina, alquil-poliglucósidos, dipropionatos de octilo y mezclas de los mismos. Los criterios usados para seleccionar tensioactivos para su uso en las formulaciones de la invención incluyen compatibilidad con los disolventes, estabilidad, espumación de baja a moderada, buena aclarabilidad, capacidad de resistir las temperaturas de ebullición de la combinación, biodegradabilidad (EU648) y cumplimiento con los reglamentos de Reach. Puede haber tensioactivos presentes en la formulación de la invención en cantidades que oscilan entre aproximadamente el 0 y aproximadamente el 20% en peso, basándose en el peso total de la formulación final.

Las formulaciones de la invención también pueden incluir quelantes o secuestrantes, tales como ácido metil-glicina-diacético de sodio (MGDA), ácido aspártico, gluconato de sodio y disuccinato de etilendiamina (EDDS); tampones de ácidos y bases, tales como lactato de etilo, acetato de sodio, hidróxido de sodio o hidróxido de potasio; inhibidores de la corrosión, tales como ésteres de fosfato y borato; adyuvantes; y agentes de aclarabilidad y antirredeposición, tales como polímeros o copolímeros de ácido acrílico.

Las formulaciones de la invención se preparan como combinaciones de disolventes semiacuosas; combinaciones de disolventes y tensioactivos semiacuosas; o concentrados de combinación de disolventes no acuosos. En todos los casos, las formulaciones de la invención se diluyen adicionalmente con agua. El contenido en agua de la composición de limpieza por reflujo en uso final oscila entre aproximadamente el 0 y aproximadamente el 80%, aunque el contenido en agua puede oscilar hasta aproximadamente el 90%.

Las formulaciones de la invención pueden usarse en una amplia variedad de métodos y aplicaciones de limpieza. La tabla 2 ilustra los tipos de suciedades contempladas, que anteriormente se limpiaban con otros disolventes, pero no es de ningún modo exhaustiva de las aplicaciones o suciedades para las que son eficaces las formulaciones de la invención.

Tabla 2: Suciedades de API y químicas de limpieza

Suciedades de API	Químicas de limpieza usadas
PM26803-00 C50 Magenta	Xileno caliente
PM26801-00 Xerox Custom Red n.º 2	KOH metanólico
UK-182973 Oxima	Metanol

Venlafaxina	Metanol, acetona
NCMC-NCA	Producto cáustico al 3% o HCl al 2-3%
Tosilato	Agua, metanol y ácido sulfúrico al 0,5% en peso
Cloroformiato de para-nitro-fenol	Producto cáustico 35 o HCl al 2-3%
Aminoalcohol de tiofeno resuelto	Agua y metanol
D-Cicloxilglicina	Metanol, producto cáustico al 5%
Aguas madre de acetato de megestrol	Acetona + agua
Copolímero de D,L-lactida-glicolida	Vapor, disolvente orgánico
D,L-PLGA con grupo terminal ácido	Vapor, disolvente orgánico

Ejemplos

- 5 Ejemplo 1. Se prepararon las siguientes formulaciones, todas las cuales se encuentran dentro del alcance de la invención. Los nombres comerciales indicados para componentes específicos son únicamente a modo de ejemplo ya que muchos componentes están disponibles de múltiples fabricantes.

Tabla 3: Fórmula experimental A (6486-25A)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
N-propil éter de propilenglicol	Disolvente	Dowanol PnP	12,8
Metil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DPM	25,1
Etoxilato de alcohol	Producto no iónico	ECOSurf SA 9	7,2
Na ₃ MGDA	Quelante	Trilon M	5,7
Ácido láctico	Ácido	Ácido láctico	1,4
Agua blanda	Agua	Agua blanda	37,5
NaOH al 50%	Base	NaOH al 50%	0,4
Combinación de tensioactivos	Hidrótropro aniónico	Colatrop CA	9,9

10

Tabla 4: Fórmula experimental B (6486-38A)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	7,3
1-Metil-2-pirrolidona	Disolvente	M Pyrol	7,3
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Proglyde DMM	7,5
Na ₃ MGDA	Quelante	Trilon M	3,7
Metil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DPM	18,2
Copolímero de bloque	Producto no iónico	Tergitol L62	1,1
Alquil-poliglucósido	Hidrótropro no iónico	Berol 6206	3,5
Óxido de amina	Tensioactivo complejo	Mackamine C8	4,5
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	46,8

15

Tabla 5: Fórmula experimental C (6486-39C)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	12,58
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Proglyde DMM	13,71
Na ₃ MGDA	Quelante	Trilon M	4,46
Etoxilato de alcohol aromático	Producto no iónico	Ethylan HB4	4,97
Óxido de amina	Tensioactivo complejo	Mackamine C8	6,87
1-Metil-2-pirrolidona	Disolvente	M Pyrol	13,26
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	44,15

Tabla 6: Fórmula experimental D (6486-42E)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	6,86
1-Metil-2-pirrolidona	Disolvente	M Pyrol	6,86
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Proglyde DMM	7,16
Na ₃ MGDA	Quelante	Trilon M	3,51
Metil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DPM	17,26
Copolímero de bloque	Producto no iónico	Tergitol L62	1,04
Alquil-poliglucósido	Producto no iónico	Berol 6206	3,0

Óxido de amina	Tensioactivo complejo	Mackamine C8	4,27
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	44,39
Ácido láctico	Tampón, ácido	Ácido láctico	1,66
NaOH al 50%	Tampón, base	NaOH al 50%	3,89

Tabla 7: Fórmula experimental E (6486-82A)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	48,1
Metil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DPM	10,0
Na3 MGDA	Quelante	Trilon M	6,1
Ácido láctico	Tampón, ácido	Ácido láctico	2,1
NaOH al 50%	Tampón, base	NaOH al 50%	3,4
Éster de fosfato	Producto aniónico	Deterge 7315	4,8
Sulfonato sódico de cumeno	Producto aniónico	SCS	4,5
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Proglyde DMM	6,0
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	7,5
Copolímero de bloque	Producto no iónico	Tergitol L62	2,1
n-Butil éter de dietilenglicol	Disolvente	Dowanol DB	5,2

5

Tabla 8: Fórmula experimental F (6359-12)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	53,89
Hidróxido de sodio (50%)	Fuente de alcalinidad	Hidróxido de sodio (50%)	1,75
Gluconato de sodio (líquido)	Tampón, adyuvante, quelante	Glucon SGA 60	4,5
Disuccinato de etilendiamina (EDDS) (líquido)	Quelante	Natriquest E30	3,01
Copolímero acrílico	Antirre deposición, aclarabilidad	Polyquart Amph 149	1,98
Éster de borato	Inhibidor de la corrosión	DeCore BE 85	0,94
Metil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DPM	10,11
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	9,17
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Proglyde DMM	9,54
Dipropionato de octilo	Tensioactivo anfótero	Mackam ODP	2,44
Copolímero de bloque	Tensioactivo no iónico	Tergitol L 62	2,65

Tabla 9: Fórmula experimental G (6359-44A)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Metil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DPM	47,95
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	28,55
1-Metil-2-pirrolidona	Disolvente	M Pyrol	23,50

10

Tabla 10: Fórmula experimental H (6539-43)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
N-propil éter de propilenglicol	Disolvente	Dowanol PnP	9,3
Metil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DPM	13,9
Fenil éter de propilenglicol	Disolvente	Dowanol PPh	13,9
1-Metil-2-pirrolidona	Disolvente	M Pyrol	13,8
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	13,8
Disuccinato de etilendiamina (EDDS) (líquido)	Quelante	Natriquest E30	4,7
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	18,9
Óxido de amina	Tensioactivo complejo	Mackamine C8	11,7

Tabla 11: Fórmula experimental I (6486-78)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
------------	--------------	------------------	-------

15

Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	6,86
1-Metil-2-pirrolidona	Disolvente	M Pyrol	6,96
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Proglyde DMM	7,16
Na ₃ MGDA	Quelante	Trilon M	3,51
Metil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DPM	17,26
Copolímero de bloque	Producto no iónico	Tergitol L62	1,04
Alquil-poliglucósido	Producto no iónico	Berol 6206	3,0
Óxido de amina	Tensioactivo complejo	Mackamine C8	4,27
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	44,39
Ácido láctico	Tampón, ácido	Ácido láctico	1,66
NaOH al 50%	Tampón, base	NaOH al 50%	3,89

Tabla 12: Fórmula experimental J (6486-82A)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	48,1
Metil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DPM	10,0
Na ₃ MGDA	Quelante	Triton M	6,1
Lactato de etilo	Tampón, ácido	Ácido láctico	2,1
NaOH al 50%	Tampón, base	NaOH al 50%	3,4
Éster de fosfato	Producto aniónico	Deterge 7315	4,8
Sulfonato sódico de cumeno	Producto aniónico	SCS	4,5
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Proglyde DMM	6,0
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	7,5
Copolímero de bloque	Producto no iónico	Tergitol L62	2,1
n-Butil éter de dietilenglicol	Disolvente	Dowanol DB	5,2

5

Tabla 13: Fórmula experimental K (6539-44B)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DMM	27,7
Fenil éter de propilenglicol	Disolvente	Dowanol PPh	12,68
Alcanoato de potasio	Hidrotropo aniónico	Colatrop OD	4,0
n-Butil éter de dietilenglicol	Disolvente	Dowanol DB	18,6
Disuccinato de etilendiamina (EDDS) (líquido)	Quelante	Natriquest E30	0,53
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	38,51

Tabla 14: Fórmula experimental L (6539-68A)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DMM	48,0
1-Metil-2-pirrolidona	Disolvente	M Pyrol	18,0
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	23,0
Copolímero de bloque	Producto no iónico	Pluronic 25 R2	1,0

10

Tabla 15: Fórmula experimental M (6539-68D)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DMM	4,0
1-Metil-2-pirrolidona	Disolvente	Purasolv EL	2,4
Lactato de etilo	Disolvente	M Pyrol	2,0
Copolímero de bloque	Producto no iónico	Pluronic 25 R2	0,05
KOH al 45%	Alcalinidad	KOH al 45%	0,72
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	90,8

15

Tabla 16: Fórmula experimental N (6539-67A)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanot DMM	47,95
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	28,53
1-Metil-2-pirrolidona	Disolvente	M-Pyrol	23,52

Tabla 17: Fórmula experimental O (6539-68)

Componente	Tipo/función	Nombre comercial	% p/p
Dimetil éter de dipropilenglicol	Disolvente	Dowanol DMM	4,05
Lactato de etilo	Disolvente	Purasolv EL	2,41
1-Metil-2-pirrolidona	Disolvente	M Pyrol	1,99
EO/O/Copolímero	Emulsionante / copolímero de bloque	Meroxapal 252 (Pluronic 25 R2)	0,05
Hidróxido de potasio (45%)	Agente de alcalinidad	Hidróxido de potasio	0,72
Agua blanda	Disolvente	Agua blanda	90,78

Ejemplo 2 – Evaluaciones de limpieza

5

Configuración – Se configuró un aparato de reflujo bajo una campana con suficientes conexiones de agua y alimentación eléctrica para simular el uso de un producto de limpieza de reflujo en un entorno de fabricación. Se calentaron matraces de ebullición, que contenían cada uno diversas formulaciones de la invención, usando un manto de calentamiento. Se colocó un dispositivo Soxhlet por encima y se fijó al matraz. Se colocaron probetas de acero inoxidable de 5,08 cm x 10,16 cm (2" x 4"), con suciedades farmacéuticas secadas, según se identifican en la tabla 16, en el/los dispositivo(s) Soxhlet o se suspendieron mediante un alambre de metal en el interior del/de los dispositivo(s) Soxhlet. Un tubo de condensador acoplado a agua corriente fría condensó los vapores generados a partir de las formulaciones de limpieza, y el vapor condensado se recogió en el dispositivo Soxhlet en el que se había(n) colocado la(s) probeta(s) ensuciada(s).

10

15

Suciedades – Debido al gran número de posibles suciedades, sólo se examinaron algunas de las formulaciones de la invención para determinar el rendimiento de limpieza. El control, metanol, no se usó para todas las suciedades como comparación. La suposición era que el metanol funciona de manera satisfactoria y puede eliminar por completo la mayor parte de las suciedades, sin embargo, no sin sus desventajas asociadas.

20

En el procedimiento de limpieza, se usó una dilución al 5% p/p de cada una de las formulaciones de la invención. La actividad de esta dilución no se optimizó para una limpieza al 100 por ciento o libre de ruptura de la película de agua (WBF). El tiempo de limpieza por reflujo fue de 20-30 minutos. Se aclararon las probetas con agua del grifo ambiental durante 60 segundos. En la tabla 16 se exponen los resultados de la limpieza, como porcentaje de suciedad eliminada.

25

TABLA 18: Porcentaje de suciedad eliminada

Nombre de suciedad	6486-25A (A)	Metanol de control	6486-78 (I)	6486-82A (E)	6539-12 (F)	6539-44B (K)	6539-67A (N)	6539-68C (O)	6539-44A (G)
Hierba de San Juan	94	34	95,6	93,8	99,5			76,8	
Acetofenona		14			87	36			
Benserdiázida		96,8			100,0	96,2	97,0		99,0
Venlafaxina	81,0	98				97,0			
Hexadecano		87,5					94,5	99,0	
di-p-Tosilato de trietilenglicol		100				96,0	100,0		
Monobenzoato de resorcinol		99,2					100,0		
EM 1421		98,1				98,8	98,5		
Termomeprocal		98,0				97,7	99,8		
Gel para quemaduras de primeros auxilios			87,0	96,5	98,4				
Pomada antimicrobiana			97,8	87,3					
Aspirina			98,9	100					

30

Las evaluaciones anteriores indicaron que un producto de limpieza de disolvente, formulado según la invención, tras calentarse hasta un punto de ebullición, creaba vapores de los componentes volátiles (disolvente y agua). Dado que el componente principal en las composiciones de limpieza diluida era agua, el punto de ebullición de la dilución de limpieza estaba próximo al punto de ebullición del agua (100°C). Los resultados mostraron que las formulaciones de la invención, en la mayoría de los casos, funcionaban igual o mejor que el disolvente común, metanol.

35

5 En la práctica, se esperaría que los componentes no volátiles (tensioactivos, quelantes, tampones) de la formulación, contribuyeran a la limpieza en fase líquida de un recipiente de reacción en el que está ubicado la mayor parte del residuo. No se esperaría que los componentes no volátiles pasen a los otros equipos. Los componentes no volátiles pueden descargarse de manera segura antes de la etapa de aclarado; y, dependiendo del diseño de la planta, si los vapores condensados se dirigen de vuelta hacia el recipiente de reacción, todo el contenido puede descargarse en un sumidero de desechos.

10 Según los estatutos de las patentes, se han expuesto el mejor modo y la realización preferida; el alcance de la invención no se limita a los mismos, sino más bien por el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Composición de limpieza por reflujo para su uso en la limpieza de equipos de fabricación de productos químicos, que consiste en:
- 5
- a. una combinación de al menos dos disolventes seleccionados del grupo que consiste en metil éter de dipropilenglicol, dimetil éter de dipropilenglicol, lactato de etilo, 1-metil-2-pirrolidona, n-propil éter de propilenglicol, fenil éter de propilenglicol, n-butil éter de etilenglicol, éster dibásico de metilglutarato de dimetilo y n-butil éter de dietilenglicol;
 - 10 b. opcionalmente, tensioactivos;
 - c. agua;
 - d. opcionalmente, quelantes o secuestrantes;
 - e. opcionalmente, tampones de ácidos y bases;
 - 15 f. opcionalmente, inhibidores de la corrosión;
 - g. opcionalmente, adyuvantes; y
 - h. opcionalmente, agentes de aclarabilidad y antirredeposición,
- en la que los disolventes se seleccionan basándose en los siguientes criterios: presión de vapor, densidad de vapor, punto de ebullición, calor específico y calor de vaporización.
- 20
2. Composición de limpieza por reflujo según la reivindicación 1, en la que los tensioactivos comprenden un etoxilato de alcohol, un copolímero de bloque de EO/PO, un sulfonato, un éster de fosfato, un alcanato, un óxido de amina, un alquil-poliglucósido, un dipropionato o mezclas de los mismos.
- 25
3. Composición de limpieza por reflujo según la reivindicación 1, en la que la presión de vapor (a 25°C) de los disolventes seleccionados oscila entre 13,33 y 933,26 Pa (de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 7,0 mmHg); la densidad de vapor (aire = 1) de los disolventes seleccionados oscila entre 2,0 y aproximadamente 6,0; el punto de ebullición de los disolventes seleccionados oscila entre aproximadamente 100 grados Celsius y aproximadamente 150 grados C; el calor específico (j/g/grados C) de los disolventes seleccionados oscila entre aproximadamente 0,3 y aproximadamente 2,3; y el calor de vaporización (j/g al P.E.) de los disolventes seleccionados oscila entre aproximadamente 250,0 y aproximadamente 270,0.
- 30
4. Composición de limpieza por reflujo acuosa útil para limpiar equipos de fabricación de productos químicos sucios, que consiste en:
- 35
- a. una combinación de al menos dos disolventes seleccionados del grupo que consiste en metil éter de dipropilenglicol, dimetil éter de dipropilenglicol, lactato de etilo, 1-metil-2-pirrolidona, n-propil éter de propilenglicol, fenil éter de propilenglicol, n-butil éter de etilenglicol, éster dibásico de metilglutarato de dimetilo y n-butil éter de dietilenglicol;
 - 40 b. opcionalmente, un tensioactivo;
 - c. opcionalmente, un tampón;
 - d. opcionalmente, un quelante;
 - e. opcionalmente, un inhibidor de la corrosión, y
 - 45 f. agua.
5. Composición de limpieza por reflujo según la reivindicación 4, en la que el disolvente de éter comprende además metil éter de dipropilenglicol, dimetil éter de dipropilenglicol, n-propil éter de propilenglicol, fenil éter de propilenglicol, n-butil éter de etilenglicol o n-butil éter de dietilenglicol.
- 50
6. Composición de limpieza por reflujo para limpiar equipos de fabricación de productos químicos sucios que consiste en:
- a. una combinación de al menos dos disolventes seleccionados del grupo que consiste en metil éter de dipropilenglicol, dimetil éter de dipropilenglicol, lactato de etilo, 1-metil-2-pirrolidona, n-propil éter de propilenglicol, fenil éter de propilenglicol, n-butil éter de etilenglicol, éster dibásico de metilglutarato de dimetilo y n-butil éter de dietilenglicol;
 - 55 b. un tensioactivo que es un sulfonato, un éster de fosfato, un óxido de amina, un copolímero de bloque de EO/PO, un alquil-poliglucósido, un dipropionato de alquilo o mezclas de los mismos;
 - c. un agente quelante;
 - 60 d. un tampón; y
 - e. agua.