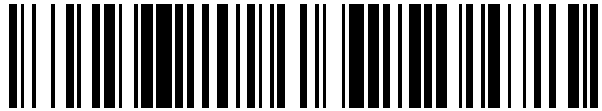


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 665 764**

51 Int. Cl.:

G01M 3/34

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.11.2010 PCT/US2010/057416**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.05.2011 WO11063227**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.11.2010 E 10832257 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.03.2018 EP 2502043**

54 Título: **Estado de vacío en reposo para procedimiento y sistema de prueba de estanqueidad mediante medida de disminución del vacío**

30 Prioridad:

20.11.2009 US 263004 P

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

27.04.2018

73 Titular/es:

**PACKAGING TECHNOLOGIES & INSPECTION
LLC (100.0%)**

**145 Main Street
Tuckahoe, NY 10707, US**

72 Inventor/es:

**GUAZZO, DANA y
WOLF, HEINZ**

74 Agente/Representante:

SALVA FERRER, Joan

ES 2 665 764 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

Estado de vacío en reposo para procedimiento y sistema de prueba de estanqueidad mediante medida de disminución del vacío

5

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

CAMPO DE LA INVENCION

- 10 **[0001]** La presente invención se dirige al campo de detección de fugas por disminución de vacío en envases/recipientes y más en particular a la prueba de recipientes llenos con producto seco o producto líquido tales como viales no porosos, ampollas, cartuchos de inyección, envases de productos oftálmicos, jeringas, bolsas, envases de tipo blíster y otros envases que contienen productos medicinales y/o químicos críticos usando un procedimiento de medida de la disminución del vacío dentro de una cámara de prueba en el que un recipiente que
- 15 se somete a prueba se cierra de forma estanca y en el que, mientras se extrae un vacío dentro de la cámara de prueba, se monitorizan continuamente los niveles de presión usando un transductor de presión absoluta, o un transductor de presión absoluta y un transductor de presión diferencial, de manera que las condiciones de presión dentro de la cámara de prueba durante un periodo de tiempo se usan para indicar si existe o no una fuga en un recipiente que se somete a prueba. Más específicamente, la invención se dirige a mejoras que mantienen una
- 20 condición de vacío en reposo en el sistema de prueba antes de realizar las pruebas.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LA TÉCNICA RELACIONADA

- [0002]** Se han llevado a cabo muchas innovaciones en lo relativo al campo de pruebas de presión de recipientes, envases y cierres estancos de recipientes y envases. En el área de pruebas de envases o recipientes de contenido en seco, los envases o recipientes se colocan en una cavidad de prueba y se someten a un cambio en la presión circundante. En el campo de las pruebas de envases al vacío, se establece una presión reducida al menos a lo largo de una parte aislada de un envase o del cierre estanco de un envase para determinar si existen fugas en el envasado que son detectadas monitorizando la presión circundante para determinar si se detecta algún aumento de
- 25 presión que reflejará una fuga en un cierre estanco o en una pared del envase o recipiente sometido a prueba. En algunas de estas pruebas, pueden usarse diafragmas u otros dispositivos de cubierta para cerrar de forma estanca cualquier parte porosa de un envase sometido a prueba o para impedir el movimiento o destrucción de una parte del envase o recipiente sometido a prueba. Algunos ejemplos de dichos sistemas y procedimientos de prueba se describen en las patentes de EE. UU. 6.050.133 para Achter y otros, 6.513.366 para Stauffer, 5.513.516 para
- 30 Stauffer, 5.199.296 para Lehmann, 5.239.859 para Lehmann, 5.513.516 para Lehmann y 5.575.265 para Lehmann.

- [0003]** Cuando se prueban envases y recipientes que incluyen algún líquido, deben adoptarse precauciones para tener en cuenta que la evaporación de líquido dentro de un recipiente puede dar lugar a falsas lecturas de presión en presiones de bajo vacío. Durante las pruebas, el líquido en evaporación puede aumentar la presión en la
- 40 cámara de prueba de manera que no pueden detectarse de forma precisa las caídas de presión del espacio de expansión causadas por las fugas de gas. Para superarlo, se han desarrollado procedimientos de prueba de vacío que tienen en cuenta la evaporación de líquidos en recipientes sometidos a prueba. En algunos procedimientos, los niveles de vacío descienden a un nivel que permite la evaporación del contenido de líquido de un recipiente después de que se ha retirado el vapor de manera eficaz congelando el vapor. Algunos ejemplos incluyen las patentes de EE.
- 45 UU. 4.320.653 para Bernhardt y la 4.409.817 para Edwards, Jr.

- [0004]** En la patente de EE. UU. 2.784.373 para Lawrance y otros se describe un procedimiento y un dispositivo para prueba de estanqueidad en recipientes que pueden contener un líquido en el que una cámara de prueba en la que se coloca el recipiente se evacua a presiones muy por debajo de la presión del vapor del líquido
- 50 hasta que se alcanza una presión de vacío predeterminada, después de lo cual la cámara de prueba se aísla de la fuente de vacío y se aplica una prueba diferencial de presión entre un tiempo de inicio y un tiempo de fin para determinar cualquier aumento en la presión que pueda ser provocado por gases evaporados que pasan a través de pequeños orificios en el recipiente, y proporcionar así una indicación de que el recipiente tiene una fuga. Se describen otros ejemplos de sistemas de prueba que funcionan por debajo de la presión de evaporación de un
- 55 líquido en las patentes de EE. UU. 4.426.876 para Kakumoto y una serie de patentes de EE. UU. para Lehmann, que incluyen los documentos 5.907.093, 6.082.184, 6.202.477 y 6.305.215.

- [0005]** El documento US-6.854.318 para Sagi describe un procedimiento de prueba de estanqueidad en un producto, que incluye la aplicación al producto de una presión de referencia, en el que un sistema de presión puede

hacerse funcionar en general de manera que mantenga la presión de referencia por debajo del entorno circundante mientras funciona el sistema de detección de fugas.

[0006] El documento US-2005/109.082 para Stewart describe un procedimiento de partes de presurización de gas para detección de fugas que incluye, entre otros, un proceso para alcanzar una presurización total de gases en las partes.

RESUMEN DE LA INVENCIÓN

[0007] La presente invención se dirige a un procedimiento y un aparato de prueba para detectar incluso fugas por debajo de lo visible en recipientes no porosos que incluyen, pero no se limitan a viales, bolsas, paquetes de tipo blíster, ampollas, jeringas, cartuchos de inyección y envases oftálmicos que contienen productos químicos y/o medicinales. En la presente invención los términos recipiente, sistema de cierre del recipiente, sistema de envase de producto y envase se usan de forma indistinta. En el procedimiento de la invención, se coloca un recipiente parcial o totalmente lleno dentro de una cámara de prueba sellada y estanca que se configura cooperativamente para reducir al mínimo el espacio de aire entre el recipiente que se somete a prueba y las paredes que definen la cámara de prueba. Después de colocar el recipiente dentro de la cámara de prueba y de cerrar la cámara de forma estanca, se extrae un vacío dentro del sistema más la cámara mediante una bomba de vacío, monitorizándose el nivel de vacío mediante una serie de periodos de prueba en secuencia que usan únicamente un transductor de presión absoluta o un transductor de presión absoluta y un transductor de presión diferencial. El periodo de prueba inicial o primero sirve para determinar si existen grandes fallos muy evidentes o fugas en el recipiente, con lo cual se interrumpe la prueba rápidamente para limitar la posible contaminación del equipo de prueba. El segundo periodo sirve para determinar si existen fugas grandes, de manera que de nuevo se interrumpe la prueba si es necesario, y debe ser suficientemente prolongado para eliminar la humedad en la cámara de prueba y cualquier humedad en las superficies del recipiente de prueba o de la cámara que de otro modo pudieran enmascarar el aumento de presión por una fuga verdadera. El tercer periodo es un periodo de prueba, medido en segundos, después del cual la presión puede detectarse con un transductor de presión absoluta o, en la realización preferida, se detecta con un transductor de presión diferencial para detectar incluso fugas minúsculas por debajo de lo visible en el recipiente.

[0008] De acuerdo con los procedimientos de prueba, si la presión detectada dentro de la cámara de prueba no consigue descender a una primera presión predeterminada, dentro del primer periodo de tiempo, medido en segundos, se interrumpe la prueba ya que dicho resultado indica una fuga importante evidente. Sin embargo, si la presión desciende a la primera presión predeterminada o por debajo de ella dentro del primer periodo de tiempo, la prueba continúa para el segundo periodo de tiempo, medido en segundos, con la bomba de vacío operativa. Si, después del segundo periodo de tiempo, la presión dentro de la cámara de prueba no ha descendido a una segunda presión de vacío predeterminada la prueba se interrumpe, ya que dicho resultado refleja la existencia de una fuga relativamente grande. Sin embargo, si se detecta una disminución de la presión a la segunda presión de vacío predeterminada al final del segundo periodo de tiempo, una válvula cierra un conducto de vacío entre el sistema de prueba y la bomba de vacío y se deja que pase un tiempo muy breve de igualación, medido en una fracción de segundo, con el fin de aislar un lado de referencia del transductor diferencial con respecto a la cámara de prueba. Posteriormente, la presión en la cámara de prueba es monitorizada por el transductor de presión diferencial durante un periodo de prueba final. En la realización preferida, durante el tiempo transcurrido un transductor diferencial monitoriza cualquier pérdida de vacío o, si se usa un transductor absoluto, un aumento en la presión absoluta dentro de la cámara de prueba, de manera que dicha pérdida de vacío indica un aumento de presión indicativo de una fuga muy pequeña en el recipiente. Durante este periodo de prueba final, cuando se usa un transductor de presión absoluta y un transductor de presión diferencial, el transductor de presión absoluta continúa monitorizando las presiones dentro de la cámara de prueba. La pérdida de vacío de la cámara de prueba, o el aumento de presión, puede derivarse de una fuga de gas en el espacio de expansión del envase, y/o de la evaporación del contenido de líquido del envase cuando la presión de vacío es inferior a la presión de vapor de al menos un líquido dentro del recipiente que se somete a prueba. Al terminar cada ciclo de prueba, se cierra una válvula, aislando el sistema de prueba con transductores de presión de la cámara de prueba, y se establece un alto vacío dentro del sistema de prueba. Este estado de vacío en reposo se mantiene hasta que se inicia un ciclo de prueba posterior, momento en el cual el sistema de prueba se purga automáticamente a la atmósfera antes de la secuencia de ciclo de prueba. El vacío en reposo reduce al mínimo las fluctuaciones de lectura de presión de prueba de estanqueidad causadas por gases o vapores atrapados en el sistema de prueba y la deriva del transductor de presión diferencial que puede producirse cuando un transductor no está activado durante periodos prolongados.

[0009] La invención se dirige también a un aparato de prueba de ampollas, viales, bolsas, envases de tipo blíster, cartuchos de inyección, envases de productos oftálmicos, jeringas y otros envases rígidos o semirrígidos no

porosos, que incluye un instrumental de base que tiene una cámara de prueba con la parte superior abierta formada en el mismo de un tamaño que retiene de forma estrecha y cooperativa el recipiente de prueba. La cámara de prueba se comunica a través de un orificio de vacío con una conducción de vacío que se conecta con una bomba de vacío. Si el recipiente implica una pared o superficie flexible, tal como un envase de tipo blíster o bolsa, la cámara de prueba puede incluir una superficie flexible que permitirá adecuarse a la superficie flexible del envase para reducir así el espacio de expansión en la cámara de prueba, así como limitar el movimiento de la superficie o la pared del envase durante un ciclo de pruebas. El instrumental puede incluir también múltiples cavidades, por ejemplo, diez, para alojar las pruebas simultáneas de múltiples envases. El instrumental de la cámara de prueba puede diseñarse también con una inserción desechable para separar el recipiente de prueba de las paredes de la cavidad de la cámara de prueba. Esta inserción pretende capturar de forma segura el líquido de fuga después de una prueba "fallida" permitiendo así el desecho sencillo del recipiente defectuoso y reduciendo al mínimo los riesgos de contaminación del equipo o el instrumental.

[0010] Además de lo anterior, cuando se somete a prueba un envase total o parcialmente lleno de líquido, el controlador de la invención controla también el lavado de la cámara de prueba después de una prueba "fallida" para asegurar que la cámara de prueba no está contaminada y está libre de cualquier líquido o vapor que pudiera provocar cambios en la presión a través de la evaporación del líquido en un ciclo de prueba posterior. Puede colocarse un filtro hidrófobo especial entre la cámara de prueba y la cámara de vacío y los transductores para prevenir cualquier contaminación de los instrumentos de prueba.

[0011] Tal como se describe anteriormente, en la realización preferida, la invención usa un transductor de presión absoluta y un transductor de presión diferencial para monitorizar continuamente las condiciones de presión dentro de una cámara de prueba durante varios periodos de tiempo con el fin de indicar el cumplimiento o el incumplimiento de un recipiente que se somete a prueba en lo que se refiere a fugas. A este respecto, el transductor de presión absoluta se comunica con la conducción de vacío para determinar cuándo se alcanzan los diversos niveles de vacío predeterminados dentro de la cámara de prueba. Si la presión absoluta predeterminada final se alcanza dentro de uno o más periodos de tiempo predeterminados iniciales tal como se expone anteriormente, medidos en segundos, se deja continuar la prueba y un controlador conectado a los transductores de presión absoluta y diferencial hace que una primera válvula cierre la comunicación de la cámara de prueba con la bomba de vacío. Si no se alcanza la presión absoluta predeterminada final antes del término del periodo o periodos de tiempo iniciales, como se observó anteriormente, se pone fin a la prueba ya que dicha condición refleja una fuga en el recipiente. Para envases llenos total o parcialmente de líquido, la presión absoluta predeterminada final debe ser sustancialmente inferior a la presión de evaporación de al menos un producto líquido dentro del recipiente. Para envases que contienen producto seco, la presión absoluta predeterminada final puede variar desde niveles de vacío casi absolutos a presiones sustancialmente mayores que los niveles de vacío absolutos.

[0012] Si la prueba continúa en la realización preferida, el transductor de presión diferencial, que está también en comunicación con la conducción de vacío y el controlador, continúa monitorizando la presión dentro de la cámara de prueba durante un periodo de prueba final, medido en segundos. Si se detecta un aumento de presión durante este tercer periodo de tiempo, dicho cambio indica una fuga en la muestra de prueba.

[0013] Tal como se observa anteriormente, el procedimiento de la presente invención puede realizarse usando únicamente un transductor absoluto, o un transductor de presión absoluta y un transductor de presión diferencial. La prueba de estanqueidad mediante medida de disminución del vacío de acuerdo con la invención implica, en primer lugar, el establecimiento de condiciones de vacío dentro de la cámara de prueba conectada con el sistema de prueba; en segundo lugar, el aislamiento del sistema de prueba y la cámara de prueba con respecto a la fuente de vacío; y en tercer lugar, la monitorización del aumento de presión resultante de una fuga en el envase dentro de la cámara de prueba y el sistema de prueba mediante el uso del transductor o transductores de presión. En sistemas de prueba precedentes, después de terminar la prueba, el sistema de prueba y la cámara de prueba se purgan completamente a la atmósfera hasta que se carga el siguiente envase de prueba en la cámara de prueba y el ciclo de prueba comienza de nuevo. En la presente invención, después de terminar la prueba, la cámara de prueba y el sistema de prueba se purgan totalmente a la atmósfera durante un breve periodo de tiempo predeterminado comprendido entre menos de un segundo y varios segundos de duración. A continuación se cierra una válvula, aislando el sistema de prueba con respecto a la cámara de prueba, mientras se abre una segunda válvula entre el sistema de prueba y la fuente de vacío que permite que el sistema de prueba alcance un vacío en reposo o un estado de baja presión. El sistema de prueba permanece en este estado de baja presión hasta que la cámara de prueba, todavía purgada a la atmósfera, puede cargarse con el siguiente envase de prueba y puede comenzar un nuevo ciclo de prueba.

[0014] La presente invención incluye también un segundo enfoque alternativo de vacío en reposo. En este segundo enfoque, después de terminar la prueba de estanqueidad, se cierra una válvula que separa la cámara de prueba del sistema de prueba, permitiendo que el sistema de prueba permanezca en condiciones constantes de baja presión, mientras que solo la cámara de prueba se purga totalmente a la atmósfera por medio de una segunda 5 válvula. De este modo, la presión del sistema de prueba aumenta a no más de unos centenares de mbar solo al principio del siguiente ciclo de prueba, cuando se abre la válvula que separa la cámara de prueba cargada con el envase de prueba, extrayendo el gas dentro de la cámara en el sistema de prueba. En este caso, la presión dentro del sistema de prueba aumenta brevemente pero nunca se aproxima a los niveles de presión atmosférica incluso entre las pruebas de estanqueidad. El grado en que aumenta la presión al comienzo del ciclo de prueba puede 10 proporcionar una indicación adicional de fuga, con un aumento de presión que supera un límite predeterminado indicativo de una fuga evidente en el envase de prueba.

[0015] Un objeto principal de la presente invención es proporcionar un procedimiento y un sistema para mantener una cámara de prueba de estanqueidad mediante medida de disminución del vacío en condiciones de 15 vacío en reposo estables de manera que en los resultados de una prueba no influya la deriva del transductor de presión que puede producirse cuando dichos transductores no están activados durante periodos prolongados, y de manera que los resultados de la prueba no se vean afectados por la acumulación de vapores o gases atrapados dentro del sistema de prueba y que pudieran confundirse con pequeñas fugas.

[0016] Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento y un aparato para pruebas de 20 envases y recipientes, que incluyen jeringas médicas llenas y de otro tipo, ampollas, cartuchos, dispositivos de inyección, bolsas, envases de tipo blíster o envases de productos oftálmicos, para fugas, en las que las pruebas se realizan sustancialmente en condiciones de vacío absoluto o en condiciones sustancialmente mayores que el vacío absoluto, de manera que los resultados de la prueba no se vean afectados por condiciones climáticas, cambios de 25 presión barométrica, humedad, temperaturas o presiones ambiente que incluyen diferencias de presión en diversos lugares geográficos debidas a variaciones de altitud.

[0017] Un objeto adicional de la invención es proporcionar un procedimiento y un sistema para llevar a cabo 30 pruebas de estanqueidad mediante medida de disminución del vacío que alcancen una sensibilidad para la detección de fugas mayor de lo que era posible anteriormente.

[0018] Un objeto de la invención es también proporcionar cámaras de prueba para probar la integridad de envases o recipientes rígidos o semirrígidos no porosos. Estos envases o recipientes incluyen, por ejemplo, 35 dispositivos de inyección tales como los usados para dosis de emergencia (por ejemplo, epinefrina). Otros ejemplos incluyen viales o frascos, ampollas, bolsas, envases de tipo blíster y envases de productos oftálmicos tales como envases para goteros. En todos los casos, el procedimiento de prueba y las cámaras de prueba están diseñados para detectar fugas en los componentes en sí o entre componentes en las uniones estancas.

[0019] Otro objeto más de la invención es proporcionar un procedimiento de prueba y un equipo para prueba 40 de recipientes llenos de líquido y no líquido en el que el equipo incluye filtros protectores e inserciones desechables opcionales para la cámara de prueba a fin de evitar la contaminación del equipo de prueba en caso de un fallo importante en una muestra de prueba y en el que el procedimiento asegura el lavado de cualquier gas y líquido contaminante de la cámara de prueba después de una prueba que refleje una fuga en la muestra de prueba antes de que se realicen pruebas posteriores. 45

[0020] Otro objeto de la invención es proporcionar un procedimiento de secuenciación para prueba de 50 estanqueidad en recipientes llenos de líquido o de producto seco, que incluyen jeringas, tubos, viales, envases sellados y similares, en el que las pruebas se interrumpen rápidamente en caso de grandes fugas o fallos para evitar que se alcancen condiciones de presión predeterminadas durante al menos uno o una pluralidad de periodos de tiempo antes de usar un transductor de presión diferencial para determinar un aumento de presión debido a fugas menores después de alcanzar la presión de vacío final predeterminada en una cámara de prueba. También es un objeto de la presente invención que un enfoque del procedimiento de secuenciación destinado a interrumpir pruebas de estanqueidad rápidamente implique primero el aislamiento del sistema de prueba con respecto a la fuente de 55 sistema de prueba evacuado a la cámara de prueba que contiene el envase de prueba. Si la presión en el sistema de prueba abierto a la cámara de prueba supera un límite predeterminado medido por el transductor absoluto, se interrumpe la prueba ya que esta presión es indicativa de un envase con fuga evidente. Si la presión en el sistema de prueba abierto a la cámara de prueba está dentro del límite predeterminado, a continuación la fuente de vacío se abre al sistema de prueba conectado con la cámara de prueba y se permite que la prueba continúe.

[0021] Otro objeto de la presente invención es minimizar o eliminar los efectos ambientales de la temperatura, la humedad y la altitud en los resultados de la prueba, eliminando así los cálculos diseñados para ajustar dichos efectos.

5

[0022] Otro objeto de la invención es reducir el tiempo necesario para alcanzar las condiciones de vacío de la prueba manteniendo unas condiciones de menor presión dentro del sistema de prueba al comienzo de una prueba de estanqueidad mediante el aislamiento del sistema de prueba de una cámara de prueba purgada.

10 BREVE DESCRIPCIÓN DEL DIBUJO

[0023] Para comprender mejor la invención se hará referencia a los dibujos adjuntos en los que:

la fig. 1 es una vista ilustrativa, parcialmente en sección transversal, de una forma del aparato de prueba de estanqueidad de la invención;

la fig. 2 es una vista en sección transversal de una realización de cámara de prueba para su uso, a modo de ejemplo, con las enseñanzas de la presente invención;

la fig. 3 es un diagrama de una realización preferida del sistema de prueba o circuito de la presente invención que muestra una válvula de aislamiento en una posición abierta que comunica el sistema de prueba con una cámara de prueba;

la fig. 4 es un diagrama similar a la fig. 3 que muestra la válvula de aislamiento cerrada para aislar la cámara de prueba con respecto al sistema de prueba antes de una prueba;

la fig. 5 es otra realización del sistema de prueba que muestra un filtro de seguridad entre el sistema de prueba y la cámara de prueba; y

la fig. 6 es un gráfico de tiempo y presión asociado con el procedimiento de prueba de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DE LA REALIZACIÓN PREFERIDA

[0024] Con referencia a las figs. 1 y 2 de los dibujos, se describirán en detalle el procedimiento y el equipo de prueba de la invención. Aunque el procedimiento de la invención puede usarse para prueba de estanqueidad en diversos envases de productos, recipientes, viales y similares, se describe una cámara de prueba preferida para la prueba de estanqueidad de viales de vidrio "V" sellados con cierres elastoméricos "E". Se describe solo un sistema de prueba básico sencillo ya que el procedimiento de la invención puede usarse para aumentar las eficacias operativas de muchos sistemas de prueba conocidos. Tal sistema de prueba básico puede incluir una cámara de prueba abierta 20 formada en un instrumental de base 22 fabricado en metal o un plástico resistente. Se proporciona un cierre estanco en forma de una junta tórica 24 en la parte superior 25 del instrumental inferior de manera que cuando se fija un instrumental superior 26 con fuerza o mediante elementos de sujeción apropiados al instrumental inferior, una cámara de prueba 20 quedará cerrada de forma estanca al entorno ambiental salvo por un orificio de succión 28 formado a través de una pared lateral del instrumental inferior. Un accesorio 30 conectado a un extremo exterior de un conducto de succión 32 se fija dentro del orificio de succión 28 y se extiende a un controlador 34 en el que se aloja un sistema de prueba 33. Tal como se ha indicado, pueden usarse diversas cámaras de prueba de acuerdo con los procedimientos de la presente invención.

[0025] Tal como se muestra en la fig. 2, la cámara de prueba 20 está configurada para ser compatible con el cuerpo del vial u otro recipiente o envase de manera que se reduzca al mínimo posible el espacio de aire entre el vial "V" y la cámara para minimizar así el volumen de aire que se somete a un vacío durante una prueba pero que proporciona una distancia suficiente para permitir la colocación y la retirada del vial.

[0026] Con referencia específica a las figs. 3-5, el sistema de prueba 33 dentro del controlador 34 de una realización preferida incluye un transductor de presión de vacío absoluto 35 y un transductor de presión diferencial 36, estando los dos en comunicación con el conducto de succión 32 y una bomba de vacío corriente abajo 38. Se coloca una primera válvula 37 entre los transductores y la bomba de vacío para cerrar la bomba de vacío con respecto a la conducción de vacío cuando se alcanza una primera presión de prueba, que en algunas pruebas puede ser aproximadamente la presión absoluta de vacío, dentro de la cámara de prueba después de una secuencia por etapas tal como se explica más adelante. El cierre de la primera válvula para cerrar el sistema de prueba con respecto a la bomba de vacío está controlado por un microordenador 40 en respuesta a las señales recibidas del transductor de presión de vacío absoluto 35 de que las presiones dentro de la cámara de prueba y a lo largo de la conducción de vacío están a un nivel predeterminado dentro de uno o más periodos de tiempo predeterminados. Después del periodo o periodos iniciales, se deja transcurrir un periodo de tiempo muy corto para permitir que el

sistema se iguale después de cerrar una segunda válvula 39 entre el transductor de presión diferencial y una fuente de referencia. Posteriormente, durante un tiempo de prueba final, medido en segundos, se realiza una prueba de presión diferencial en la que el transductor de presión diferencial monitoriza la presión dentro de la cámara de prueba para determinar si existe algún aumento de presión que pudiera reflejar una pequeña fuga en el recipiente o vial. Durante el periodo de prueba final, el transductor de presión absoluta monitoriza también la presión en la cámara de prueba para proporcionar datos de confirmación.

5 **[0027]** Con referencia a la fig. 4, ya sea inmediatamente después de una prueba interrumpida o del periodo de prueba final o antes o después de la purga de la cámara de prueba tras una prueba interrumpida o el periodo de prueba final, una válvula de aislamiento 43 cierra el sistema de prueba 33 con respecto a la cámara de prueba 20. Con la bomba de vacío operativa, la válvula 37 abierta y la válvula de aislamiento 43 cerrada, se establece una condición de vacío en reposo dentro del sistema de prueba 33, condición que se mantiene hasta un ciclo de prueba posterior. El vacío en reposo mantenido dentro del sistema de prueba está comprendido normalmente entre 0 y 10 mbar.

15 **[0028]** Con referencia a la fig. 5, para evitar la contaminación del equipo de prueba, se coloca un filtro hidrófobo o de otro tipo 45 a lo largo de la conducción de vacío 32. Esto es especialmente importante si un recipiente sometido a prueba tiene una fuga importante que podría dañar el equipo. Además, después de pruebas "fallidas", y especialmente después de pruebas interrumpidas antes de la terminación debido a fugas importantes, tras la retirada de los envases con fugas y cualquier inserción desechable de la cámara de prueba, se lleva a cabo un lavado de las cámaras de prueba y las conducciones de vacío con el fin de eliminar los gases y líquidos contaminantes de las cámaras de prueba. Tal como se muestra además en la fig. 5, para proteger de contaminantes los componentes del sistema de prueba 33 del controlador, el ordenador 40 controla la apertura y el cierre de una válvula de cierre de emergencia 41 y también una válvula de purga 42 que se proporciona para purgar o ventilar el sistema de prueba del controlador. La válvula de cierre 41 puede accionarse tras la detección de una fuga importante o muy evidente en un recipiente para prevenir así que los contaminantes entren en el sistema de prueba 33. En algunas realizaciones de la invención, puede usarse una válvula de purga independiente 42A después de cada prueba para purgar la cámara de prueba 20 cuando se retira un recipiente de la misma. En otras realizaciones, la cámara de prueba se purga simplemente tras la apertura de la cámara para retirar un recipiente sometido a prueba. En las realizaciones de la invención mostradas en las fig. 3 y 4, la válvula de aislamiento 43 puede hacerse funcionar también por medio del controlador a modo de válvula de emergencia para cerrar el sistema de prueba y evitar que los contaminantes afecten a los componentes del sistema. Puede usarse una válvula de emergencia independiente, como la 41 de la fig. 5 en el sistema de las fig. 3 y 4 entre la válvula de aislamiento 43 y la cámara de prueba 20.

35 **[0029]** El transductor de presión absoluta 35 no es un transductor manométrico y las lecturas tomadas con el mismo son siempre, por tanto, valores verdaderos que no se miden ni se comparan con respecto a la presión atmosférica. Se evitan así variaciones en las lecturas de presión debidas a cambios en la presión atmosférica relacionados con el tiempo meteorológico o con la altitud. El intervalo del transductor está preferentemente entre 0 y 1.000 Torr o entre 0 y 1.000 mbar. El controlador incluye una pantalla de visualización 52 u otro sistema de monitorización de datos digitales que refleja lecturas de presión en directo durante cada prueba de manera que un operador puede observar la velocidad de cambios de presión durante un procedimiento de prueba. Una forma de transductor absoluto es un MKS 902, Piezo Transducer, número de pieza 902d-1113.

45 **[0030]** Las lecturas de presión diferencial se muestran también en directo o se monitorizan usando un sistema de monitorización digital durante una prueba de manera que un operador puede observar la velocidad de inicio de un cambio de presión en un cambio de presión cero al comienzo del ciclo de prueba final después de reducir la presión a la presión de vacío final predeterminada. El intervalo de transductor diferencial es preferentemente de 0 a 10 Torr o de 0 a 1.333 Pa. Este transductor diferencial de mayor sensibilidad permite 50 medidas menores de cambio de presión y, por tanto, la detección de fugas menores.

[0031] Los tiempos de prueba con respecto a la invención pueden variar ya que cuanto más largo sea el tiempo de prueba más precisas pueden hacerse todas las medidas de fugas de gases. Por otra parte, las fugas de líquido deben detectarse rápidamente antes de que se alcance la presión de saturación de vapor dentro del espacio de aire de la cámara de prueba y el sistema de prueba. Además, para ser viables comercialmente, los procedimientos de prueba deben realizarse lo más ágilmente posible. Con referencia a la fig. 6, basándose en numerosas pruebas, se refleja un ejemplo preferido de una línea temporal con respecto a la presión para un tipo de prueba de un vial lleno. La gráfica muestra tres conductos que reflejan la presión medida dentro de la cámara de prueba 20 desde un instante de inicio T1 a un segundo instante T2 en el que debe alcanzarse una primera presión

de vacío predeterminada P1 para tres recipientes o viales diferentes en los que el conducto 60 es para un recipiente que tiene una fuga importante o muy evidente, el conducto 62 es para un recipiente que tiene una fuga pequeña y el conducto 64 es para un recipiente que no tiene fugas. Si la primera presión de vacío predeterminada no se alcanza dentro del instante T1, se interrumpe la prueba de manera que refleja una fuga importante en el vial, el cierre elástico "E" o en el cierre estanco entre ellos. Tal como se ha descrito anteriormente, también es importante interrumpir una prueba lo antes posible si existen fugas o fallos importantes que podrían provocar la contaminación del equipo de prueba. A modo de ejemplo, para un vial lleno de líquido, el primer periodo puede realizarse en una serie de dos o más fases en las que se establecen tiempos predeterminados para obtener una serie de niveles de presión.

10

[0032] Al inicio de la prueba, como el sistema de prueba 33 está al vacío, la presión detectada o medida dentro del sistema de prueba está cerca del vacío absoluto a 0 mbar. Cuando la válvula de aislamiento 43 abre el sistema de prueba a la cámara de prueba 20, la presión dentro del sistema de prueba aumenta rápidamente, a modo de ejemplo, dentro de uno o dos segundos o menos, a 150 mbar o más dependiendo de la condición del recipiente, es decir, dependiendo de si existe o no una fuga importante en el recipiente sometido a prueba. Tal como se muestra a modo de ejemplo, cuando está presente una fuga importante en el recipiente que se somete a prueba, la presión aumenta inicialmente a un vacío de más de 300 mbar e, incluso usando una bomba de vacío de alta eficacia, la fuga importante impide que la presión en el sistema de prueba descienda a la primera presión predeterminada P1 de 100 mbar en el instante T1 de un segundo, mientras que en un recipiente que tiene una fuga pequeña o media o uno que no tiene fugas se detecta que se ha alcanzado la presión P1 antes del instante T1, y así las pruebas con respecto a estos recipientes continúan mientras que la prueba para el recipiente con una fuga importante o muy evidente se interrumpe en el instante T1. La presión P1 puede establecerse en cualquier punto predeterminado y el primer instante también puede variarse. Tal como se ha observado anteriormente, puede haber una serie de presiones y tiempos predeterminados para interrumpir las pruebas cuando se detectan presiones dentro de la cámara de prueba que no se encuentran dentro de los niveles apropiados. A modo de ejemplo, si la presión dentro de la cámara de prueba no alcanza un nivel P2 de aproximadamente 10 mbar en el instante T2, la prueba se interrumpirá. En la gráfica de la fig. 4, en un instante T3 de aproximadamente 2,2 segundos, el recipiente que tiene una fuga pequeña o media y el recipiente adecuado han alcanzado casi la presión absoluta P3 de 0 mbar. En este instante, el líquido dentro del recipiente que tiene la fuga pequeña o media se evaporará en la cámara de prueba y los efectos pueden medirse mediante un procedimiento de prueba de medida de disminución del vacío que empieza en el instante T4 después de un periodo de estabilización de aproximadamente 0,2 segundos entre T3 y T4.

[0033] En el instante T3, el ordenador controlador 40 cerrará la primera válvula 37 a la bomba. Después de esto, la válvula 39 se cierra y se deja menos de un segundo para estabilizar el sistema antes de que el ordenador controlador haga que el transductor diferencial 36 empiece a detectar cambios o aumentos de presión dentro de la cámara de prueba 20 en el instante T4. La prueba final para aumentar la presión o disminuir la presión se lleva a cabo durante un periodo entre T4 y T5 de hasta aproximadamente 5 segundos. Cualquier aumento de presión refleja las fugas detectables mínimas. Así la curva 62 se orienta hacia arriba con lo que refleja un aumento de presión dentro de la cámara de prueba 20 que indica una pequeña fuga en un recipiente, mientras que la curva 64 muestra un aumento de presión bajo o nulo dentro de la cámara de prueba durante el periodo de T4 a T5 y refleja así que el recipiente es adecuado o no contiene fugas. Para presiones tan bajas como la presión absoluta de 0 mbar, pueden detectarse de manera precisa fugas de 1,0 micrón o menos. Las pruebas pueden realizarse también a presiones elevadas.

45

[0034] En el instante T5, o en caso de que una prueba se interrumpa de forma temprana, la cámara de prueba puede purgarse al retirar el recipiente. Antes de este periodo de purga, la válvula de aislamiento 43 se cierra de manera que la cámara de prueba 20 no esté en comunicación con el sistema de prueba. Sin embargo, la válvula 37 se abre a la bomba de vacío de manera que se mantiene un bajo vacío dentro del sistema de prueba 33 hasta que el sistema de prueba se comunique con la cámara de prueba 20 para iniciar una nueva prueba, momento en el cual la válvula de aislamiento 43 se abre para comunicar el sistema de prueba 33 que incluye la bomba de vacío 38 con la cámara de prueba.

[0035] Un enfoque alternativo al inicio del procedimiento de prueba incluye, en primer lugar, el aislamiento del sistema de prueba evacuado 33 con respecto a la bomba de vacío cerrando la válvula 37, y el mantenimiento así de la presión detectada o medida dentro del sistema de prueba en condiciones de vacío en reposo, que a modo de ejemplo, está cerca del vacío absoluto a 0 mbar. Al abrir la válvula de aislamiento 43, el sistema de prueba 33 se abre a la cámara de prueba 20 y la presión dentro del sistema de prueba aumenta rápidamente, a modo de ejemplo, en un plazo de uno o dos segundos o menos, a 150 mbar o más dependiendo de la condición del recipiente, es

decir, dependiendo de si existe o no una fuga importante en el recipiente sometido a prueba. Tal como se muestra a modo de ejemplo, cuando está presente una fuga importante en el recipiente de prueba, la presión aumenta inicialmente a una presión de más de 300 mbar. Dado que la fuente de vacío está aislada del sistema de prueba en este punto, la presión alcanza rápidamente un máximo y se equilibra, y la presión medida o detectada se compara con un límite predeterminado. Si la presión se equilibra o alcanza un máximo a un valor superior a una primera presión predeterminada P1 A, indicativa de una fuga importante evidente, la prueba de estanqueidad se interrumpe. Si la presión se equilibra o alcanza un máximo a un valor que confluye con el límite predeterminado, la fuente de vacío 38 se abre al sistema de prueba mediante la válvula 37 y se deja que la prueba continúe. A modo de ejemplo, una presión que alcanza un máximo o se equilibra a 300 mbar es indicativa de una fuga importante evidente, mientras que una presión que alcanza un máximo o se equilibra a 100 mbar es indicativa de un recipiente que tiene una fuga pequeña o media o que no tiene fugas, y así las pruebas con respecto a estos recipientes continúan mientras que la prueba para el recipiente con una fuga importante o muy evidente se interrumpe en el instante T1 A. La presión P1 A puede fijarse en cualquier punto predeterminado y el primer instante T1 A puede también modificarse.

15

[0036] Debe observarse que los tiempos y presiones de prueba precedentes se ofrecen a modo de ejemplo y pueden variar dependiendo del recipiente que se somete a prueba. Lo importante es el concepto de realizar las pruebas mientras se monitorizan las presiones absolutas usando una secuencia de etapas para interrumpir las pruebas cuando sea necesario. Sin embargo, la característica más importante de las realizaciones preferidas de la invención es el mantenimiento de un estado de vacío en reposo dentro del sistema de prueba.

20

[0037] A la vista de lo anterior, la presente invención se dirige al campo de detección de fugas en envases por medio de pruebas de estanqueidad mediante medida de disminución del vacío. La presente invención incluye la inclusión de un estado de vacío en reposo en el que el sistema de prueba se mantiene en un estado de vacío constante entre sucesivas pruebas de estanqueidad de envases. Esta condición de vacío en reposo actúa para estabilizar el sistema de prueba, que incluye transductores de presión, produciendo así varias mejoras diferentes en la detección de fugas mediante medida de disminución del vacío. La incorporación de vacío en reposo entre pruebas de estanqueidad mediante medida de disminución del vacío minimiza la deriva del transductor de presión entre pruebas, minimiza o elimina la acumulación de vapores o gases dentro del sistema de prueba, minimiza o elimina los efectos ambientales de temperatura, humedad y altitud en los resultados de la prueba y acorta el tiempo para alcanzar las condiciones de vacío de la prueba. Las ventajas prácticas de añadir vacío en reposo incluyen tiempos de prueba generales más cortos, una línea de referencia sin fuga más estable, la eliminación de cálculos para ajustar los efectos ambientales en la línea de referencia o la deriva del transductor, y más resultados de prueba más fiables y sensibles. La presente invención ofrece distintas ventajas para la detección de fugas mediante medida de disminución del vacío de una amplia variedad de recipientes, y más en particular para la prueba de recipientes llenos con producto seco o producto líquido tales como viales no porosos, ampollas, cartuchos de inyección, envases de productos oftálmicos, jeringas, bolsas, envases de tipo blíster y otros envases que contienen productos medicinales y/o químicos. El uso del vacío en reposo se aplica a la prueba de recipientes usando un procedimiento de medida de disminución del vacío dentro de una cámara de prueba en el que un recipiente que se somete a prueba se cierra de forma estanca y en el que cuando se extrae el vacío con la cámara de prueba los niveles de presión se monitorizan continuamente usando solo un transductor de presión absoluta, o un transductor de presión absoluta y un transductor de presión diferencial, de manera que se usan las condiciones de presión dentro de la cámara de prueba durante un periodo de tiempo para indicar el cumplimiento o el incumplimiento de un recipiente que se somete a prueba.

45

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de prueba de estanqueidad de recipientes no porosos rígidos y semirrígidos total o parcialmente llenos de producto líquido o producto seco (V), que incluye fugas de gas de un espacio de expansión y/o fugas de vapor que provienen de contenidos embalados, usando al menos uno o los dos de entre un transductor de presión absoluta (35) y un transductor de presión diferencial (36) en un sistema de prueba (33) que incluye una fuente de vacío (38) y en el que el sistema de prueba (33) puede estar aislado de manera selectiva de una cámara de prueba (20) en la que se recibe un recipiente para prueba, en el que el procedimiento comprende las siguientes etapas:
- 10 A. colocación de un recipiente (V) en una cámara de prueba estanca al aire (20) y cierre estanco de la cámara;
B. mantenimiento de una presión de vacío reducida en reposo en el sistema de prueba (33), mientras las pruebas de estanqueidad no están activamente en curso, antes de conectar el sistema de prueba (33) con la cámara de prueba (20);
- 15 C. inicio de una prueba conectando el sistema de prueba (33), mientras este está a la presión de vacío reducida, con la cámara de prueba (20) y aplicación de una presión reducida a la cámara de prueba (20) usando la fuente de vacío (38);
D. cierre de la fuente de vacío (38) desde la cámara de prueba (20) si se alcanza una presión predeterminada dentro de un periodo de tiempo predeterminado; y con posterioridad
- 20 E. seguimiento de cualquier disminución en el vacío creado en la cámara de prueba (20) usando al menos uno o los dos de entre un transductor de presión absoluta (35) y un transductor de presión diferencial (36) para monitorizar cualquier aumento de presión dentro de la cámara de prueba (20) durante otro periodo de tiempo predeterminado de manera que los aumentos de presión podrían reflejar pequeñas fugas en el recipiente,
- 25 en el que la etapa C se realiza de manera que, en un primer periodo de tiempo, si no se alcanza una primera presión predeterminada, se interrumpe la prueba, pero, si se alcanza, se continúa con la prueba hasta la etapa D.
2. El procedimiento de prueba según la reivindicación 1 en el que la etapa C se realiza de manera que, si se alcanza la primera presión predeterminada, la prueba continúa durante un segundo periodo de tiempo y, si no se alcanza una segunda presión predeterminada, la prueba se interrumpe; de otro modo la prueba continúa hasta la etapa D.
3. El procedimiento de prueba según la reivindicación 1 en el que la etapa C se realiza en al menos dos etapas, de manera que, en un primer periodo de tiempo, el sistema de prueba (33) en el estado de vacío en reposo está aislado de la fuente de vacío (38), y a continuación el sistema de prueba (33) se conecta a la cámara de prueba (20) mientras se monitoriza la presión dentro de la cámara de prueba (20) usando el transductor de presión absoluta (35) e interrumpiendo la prueba si se supera una primera presión predeterminada dentro de un primer periodo de tiempo predeterminado desde el inicio de la prueba; de otro modo la prueba continúa abriendo la fuente de vacío (38) al sistema de prueba (33) y permitiendo que la fuente de vacío (38) reduzca la presión en la cámara de prueba a un vacío predeterminado usando la fuente de vacío (38) mientras se monitoriza la presión dentro de la cámara de prueba (20) usando el transductor de presión absoluta (35).
4. El procedimiento según la reivindicación 3 en el que en la etapa C se interrumpe la prueba si no se alcanza una segunda presión predeterminada dentro de un segundo periodo de tiempo predeterminado, después del primer periodo desde el inicio de la prueba.
5. El procedimiento de prueba según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes que incluye las etapas adicionales de cierre del sistema de prueba (33) con respecto a la cámara de prueba (20) mientras se mantiene una presión de vacío dentro del sistema de prueba (33) y se purga la cámara de prueba (20) si no se alcanza la primera presión predeterminada dentro del primer periodo de tiempo predeterminado.
6. El procedimiento de prueba según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 que incluye las etapas adicionales de cierre del sistema de prueba (33) con respecto a la cámara de prueba (20) mientras se mantiene una presión de vacío dentro del sistema de prueba (33) y se purga la cámara de prueba (20) después de la monitorización de la etapa E.
7. El procedimiento de prueba según la reivindicación 5 o 6 en el que la presión de vacío es igual o inferior a la presión de vapor de cualquier líquido dentro del recipiente.

8. El procedimiento de prueba según una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7 en el que la presión de vacío está entre 0 y 10 mbar.
9. El procedimiento de prueba según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que, antes de la etapa E, se estabiliza el sistema de prueba (33) durante un breve periodo de tiempo para eliminar las condiciones de presión dinámica provocadas por la puesta al vacío.
10. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la presión dentro del sistema de prueba (33) se mantiene igual o inferior a una presión de vapor de un líquido dentro del recipiente cuando está en la condición de reposo de la presión de vacío reducida.
11. El procedimiento según la reivindicación 10 en el que la presión dentro del sistema de prueba (33) se mantiene entre 0 y aproximadamente 10 mbar en la condición de reposo.
- 15 12. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 en el que la presión dentro del sistema de prueba (33) se mantiene a un nivel igual o inferior a una presión de vapor de un líquido dentro del recipiente cuando está en la condición de reposo de presión de vacío reducida y la primera presión predeterminada es superior a la presión de vapor del líquido.
- 20 13. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, usando un transductor de presión absoluta (35) y un transductor de presión diferencial (36) en el sistema de prueba (33), en el que:
- en la etapa C, la aplicación de una presión reducida se lleva a cabo reduciendo la presión en la cámara de prueba (20) a un vacío predeterminado usando la fuente de vacío mientras se monitoriza la presión dentro de la cámara de prueba (33) usando el transductor de presión absoluta (35) y, en esta etapa, la prueba se interrumpe si no se alcanza una primera presión predeterminada dentro de un primer periodo de tiempo predeterminado desde el inicio de la prueba;
- 30 incluye una etapa F adicional; después de la etapa D y antes de la etapa E, que consiste en la estabilización del sistema de prueba (33) durante un breve periodo de tiempo para eliminar las condiciones de presión dinámica provocadas por la puesta al vacío.
14. Un sistema para prueba de estanqueidad de recipientes no porosos rígidos y semirrígidos que tienen un producto líquido o seco cerrados de forma estanca, comprendiendo el sistema una cámara de prueba (20) para 35 confinar un recipiente que se someterá a prueba de manera que la cámara de prueba (20) se cierra de forma estanca desde un entorno ambiente a excepción de un orificio en el cual está conectado un sistema de prueba (33) que incluye una bomba de vacío (38), siendo la bomba de vacío (38) capaz de crear un vacío sustancialmente absoluto dentro de la cámara de prueba (33) en un breve periodo de tiempo, un transductor de presión absoluta (35) para detectar la presión de vacío dentro de la cámara de prueba (33) y transportar las presiones detectadas a un 40 controlador (34), un transductor de presión diferencial (36) para monitorizar los aumentos de presión dentro de la cámara de prueba (33) después de que la presión dentro de la cámara de prueba (33) haya disminuido a una presión predeterminada detectada por el transductor de presión absoluta (35), incluyendo el controlador (34) medios para interrumpir una prueba en caso de que las presiones dentro de la cámara de prueba (33) no alcancen la presión predeterminada dentro de un tiempo predeterminado y para controlar el funcionamiento de la bomba de 45 vacío (38), y medios para aislar la cámara de prueba (20) del sistema de prueba (20) de manera que el sistema de prueba (33) con los transductores de presión pueda mantenerse en una condición de vacío en reposo mientras las pruebas de estanqueidad no están activamente en curso.
15. El sistema según la reivindicación 14 en el que los medios para aislamiento incluyen una válvula de 50 aislamiento (43) controlada por el controlador (34) para cerrar un conducto de vacío que conecta el sistema de prueba (33) y la cámara de prueba (20) si una prueba se interrumpe o después de la monitorización del aumento de presión dentro de la cámara de prueba (20), y medios de válvula de purga (42) para purgar la cámara de prueba (20) al cerrar la válvula de aislamiento (43).

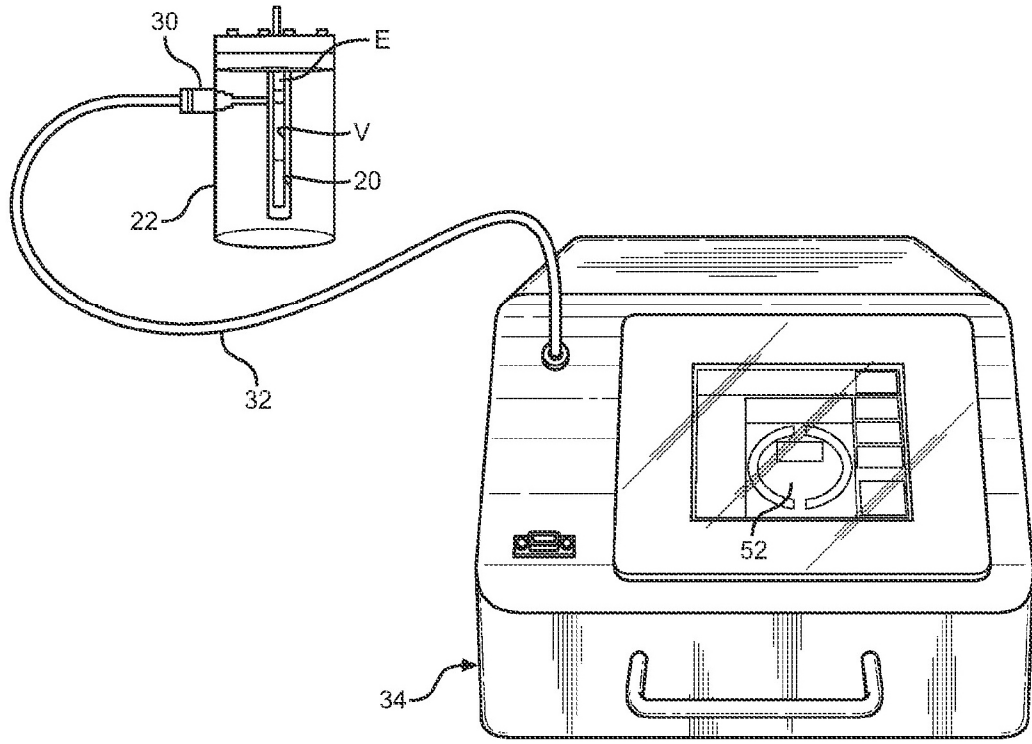


FIG. 1

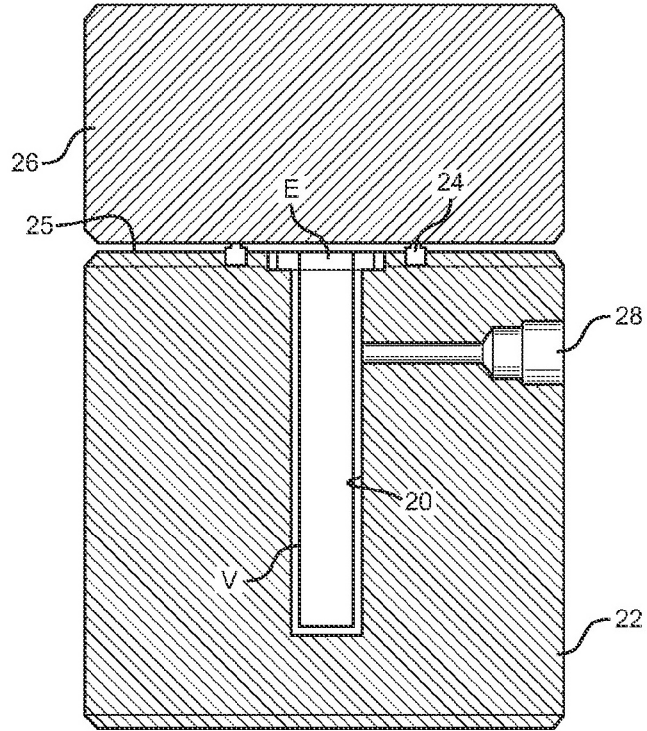


FIG. 2

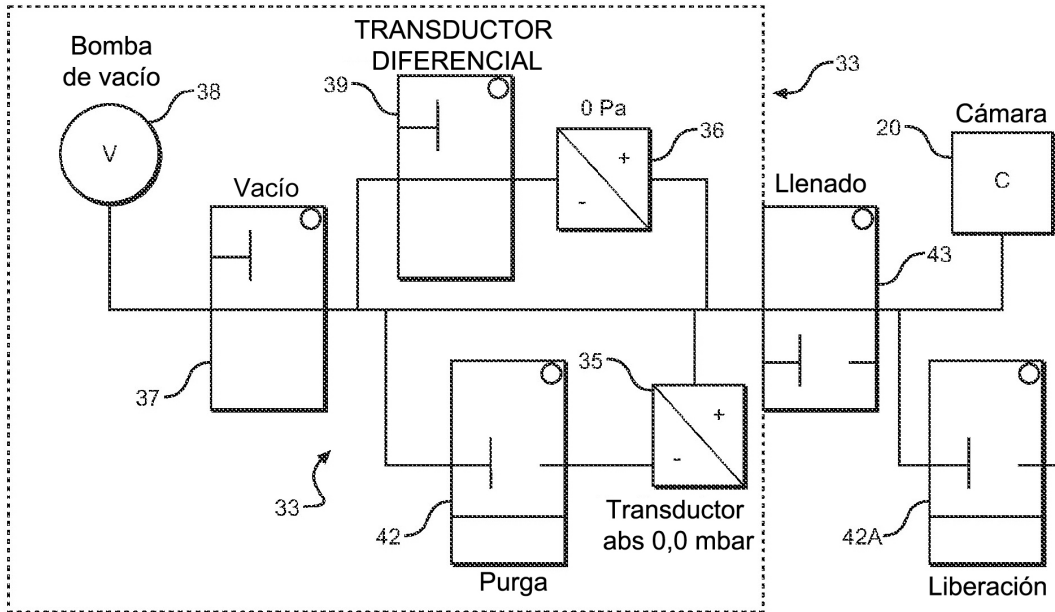


FIG. 3

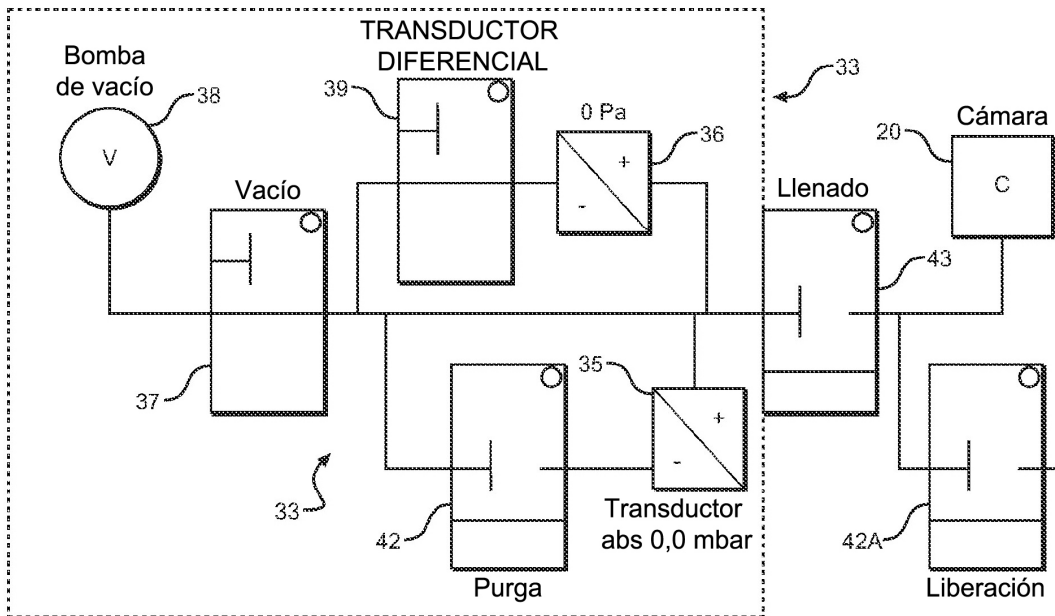


FIG. 4

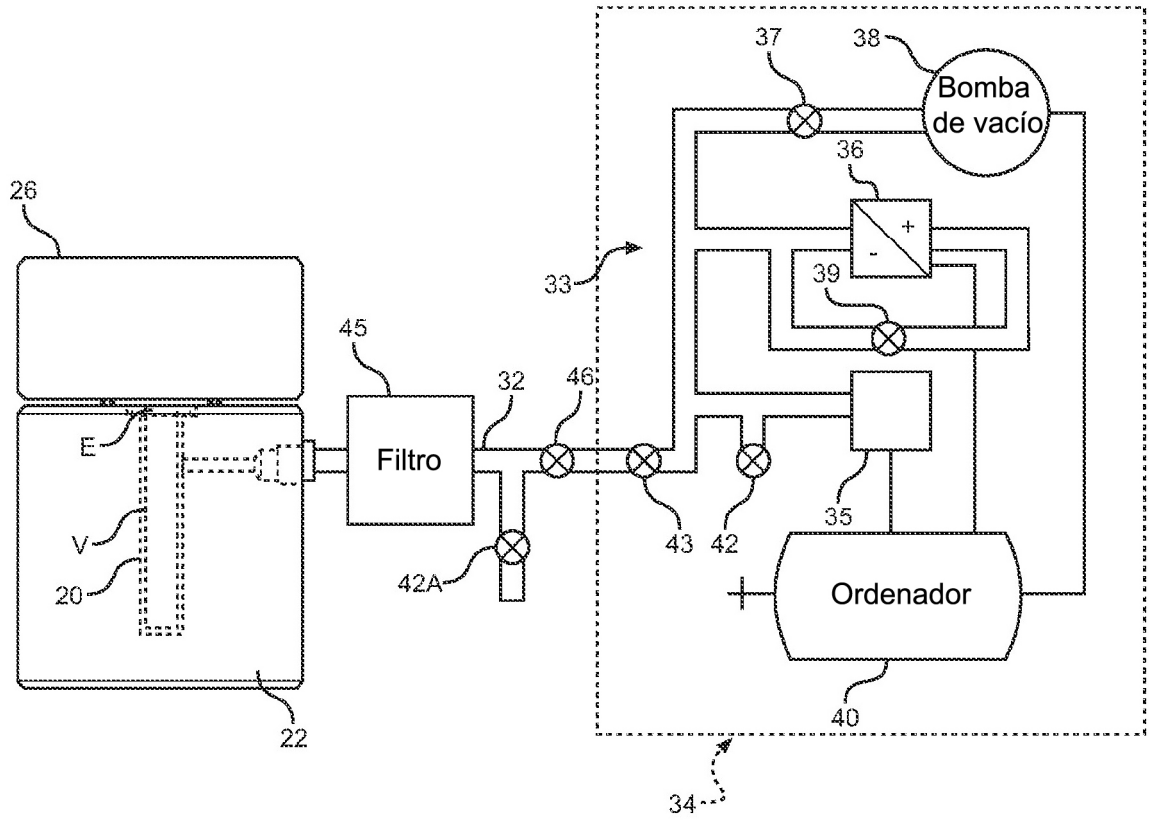


FIG. 5

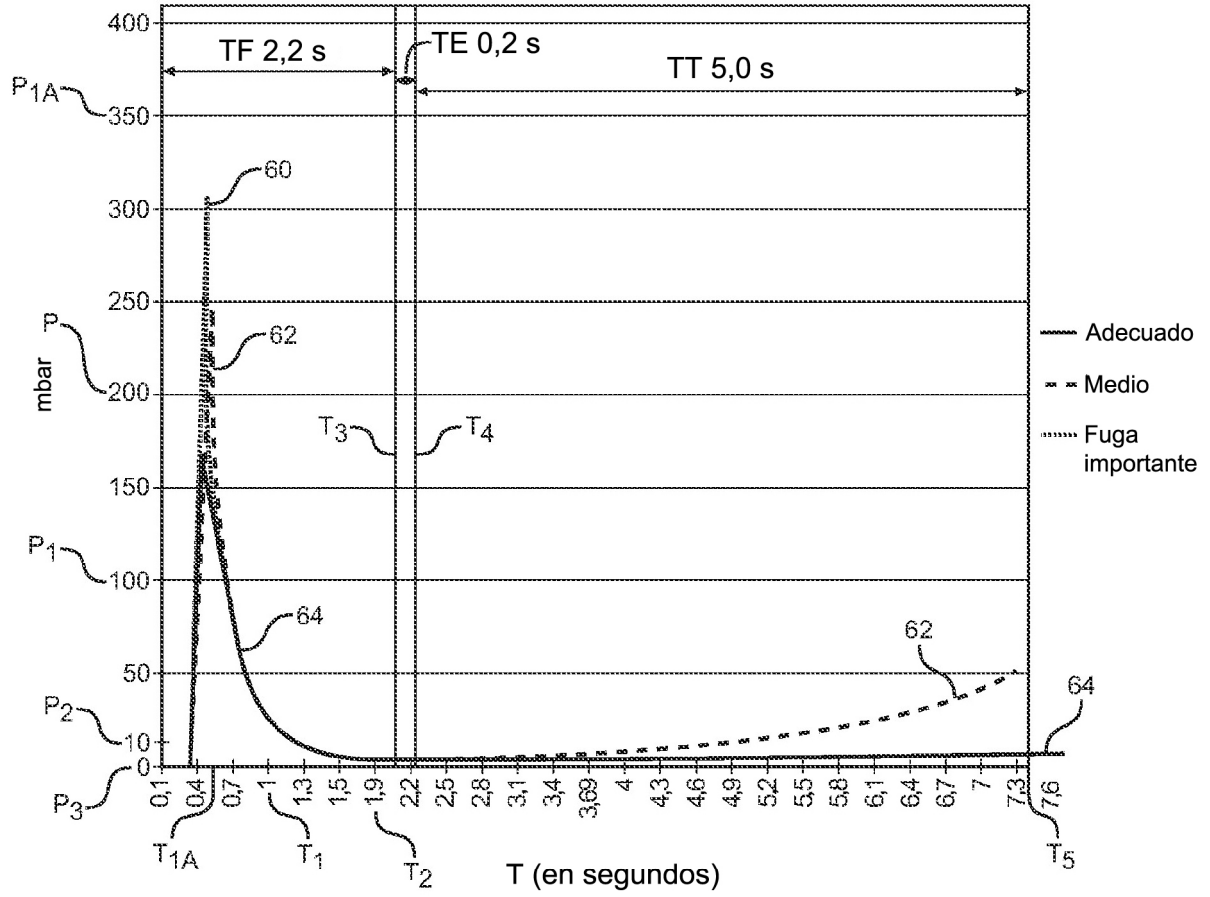


FIG. 6