

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 962 923**

51 Int. Cl.:

**C03C 23/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.07.2020 PCT/FR2020/051255**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.01.2021 WO21005318**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.07.2020 E 20753396 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.08.2023 EP 3997044**

54 Título: **Procedimiento para la desalcalinización de recipientes de vidrio borosilicato con líquido**

30 Prioridad:

**11.07.2019 FR 1907826**

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

**21.03.2024**

73 Titular/es:

**SGD S.A. (100.0%)  
Tour Liberty, 17 Place des Reflets  
92097 Paris la Défense Cédex, FR**

72 Inventor/es:

**ETCHEPARE, PIERRE-LUC;  
DEPOILLY, CHRISTOPHE y  
ZHANG, JINGWEI**

74 Agente/Representante:

**IZQUIERDO BLANCO, María Alicia**

ES 2 962 923 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).

## DESCRIPCION

Procedimiento para la desalcalinización de recipientes de vidrio borosilicato con líquido

## 5 CAMPO TÉCNICO

10 [0001] La presente invención se refiere al campo técnico general de los procedimientos para el tratamiento de recipientes de vidrio, y más concretamente al campo técnico de los procedimientos para el tratamiento de desalcalinización de la pared interior de los recipientes de vidrio, tal como, por ejemplo, tales como, por ejemplo, recipientes que forman envases primarios de vidrio para uso farmacéutico.

## TÉCNICA ANTERIOR

15 [0002] En el campo de los recipientes primarios de vidrio para uso farmacéutico, se busca proporcionar recipientes, en particular del tipo botella, que presenten una excelente compatibilidad química con el producto o preparado que están destinados a contener. De hecho, el objetivo es evitar cualquier interacción perjudicial entre una especie procedente del vidrio que forma el recipiente y el producto que contiene este último.

20 [0003] Como tal, es conocido someter los recipientes de vidrio silicosodolima (o el llamado vidrio "Tipo III", antes de su uso, a un tratamiento de desalcalinización que consiste en extraer, a una profundidad de varias decenas de nanómetros, los iones alcalinos - y en particular los iones de sodio - presentes cerca de la superficie de la pared interior del envase, y evacuarlos, de forma que se evite en lo posible la elución de los iones alcalinos del producto contenido en el envase a lo largo del tiempo. Tal tratamiento se realiza generalmente introduciendo, dentro de un recipiente de vidrio a tratar, una sustancia reactiva sólida o gaseosa que es capaz, bajo la acción del calor, de generar un gas ácido capaz de reaccionar químicamente con los iones alcalinos presentes en el vaso del recipiente.

30 [0004] Se conoce así un proceso de tratamiento de desalcalinización que consiste en introducir, en el interior de un recipiente de vidrio caliente, sulfato de amonio  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  en forma sólida, por ejemplo, en forma de polvo cristalino o comprimidos. Bajo el efecto del calor, el sulfato de amonio se sublima y forma un gas que reacciona con el sodio contenido en el vidrio en las inmediaciones de la superficie interna del recipiente tratado. El sodio así extraído del vidrio se deposita luego sobre la superficie de la pared interna del recipiente en forma de un compuesto pulverulento residual de sulfato de sodio  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , que luego puede ser eliminado por lavado. También se conoce, según un principio de reacción similar, un proceso de tratamiento de desalcalinización que consiste en introducir en el interior de un recipiente de vidrio, mientras éste se encuentra corriente arriba o en el horno de recocido, dióxido de azufre  $\text{SO}_2$  o trióxido de azufre  $\text{SO}_3$  en forma gaseosa.

40 [0005] No obstante, tales procedimientos de desalcalinización conocidos tienen un cierto número de inconvenientes. En efecto, si el uso de una sustancia reactiva en polvo permite tratar los recipientes de vidrio a una velocidad relativamente de altura, gracias a una distribución continua de la sustancia reactiva en polvo en recipientes que se desplazan sobre un transportador, existe un riesgo importante de depósito y reacción de la sustancia reactiva en la pared exterior del recipiente, y en particular en el anillo de este último, que conduce a defectos estéticos, o incluso al debilitamiento local del envase. Además, es difícil controlar con precisión la dosis de sustancia reactiva realmente introducida en el recipiente, salvo sobredimensionar la cantidad de sustancia reactiva distribuida, lo que no deja de tener consecuencias económicas y medioambientales. El uso de una sustancia reactiva sólida en forma de tabletas generalmente permite una distribución más precisa de la sustancia reactiva dentro de los recipientes. Sin embargo, a menudo resulta difícil, si no imposible, tratar eficazmente recipientes de pequeño volumen y/o de pequeño diámetro anular de esta manera, y esto en particular a altas velocidades. El uso de dióxido de azufre  $\text{SO}_2$  o trióxido de azufre  $\text{SO}_3$  en forma gaseosa plantea importantes problemas sanitarios, ambientales y técnicos, dado el carácter tóxico y corrosivo de estos gases. Además, el tratamiento de desalcalinización del vidrio no siempre se realiza de manera suficientemente uniforme y repetible, y el nivel de resistencia química (o hidrolítica) del recipiente tratado sigue siendo perfectible.

55 [0006] Los recipientes de vidrio de silicosodolima tratados de esta manera se denominan convencionalmente "Tipo II". Su resistencia química, y en particular su nivel de resistencia hidrolítica que les confiere el tratamiento, los hace adecuados para el almacenamiento y conservación de un gran número de productos y sustancias de uso farmacéutico.

60 [0007] Cuando la resistencia química de los conocidos envases "Tipo II" resulte insuficiente para permitir el almacenamiento y conservación en buenas condiciones de determinados productos y sustancias de uso farmacéutico que se sabe que son particularmente agresivos y/o inestables con respecto a la rosca del vidrio de los envases en los que están contenidos, también se conoce el uso de recipientes de vidrio de borosilicato (o el llamado vidrio "Tipo I" o "neutro"). De hecho, aunque generalmente son más caros que los recipientes de vidrio "Tipo II", los recipientes de vidrio "Tipo I" tienen inherentemente una excelente resistencia química debido en particular a su menor contenido en óxidos alcalinos y alcalinotérreos. Resulta, sin embargo, que las prestaciones de estos envases de vidrio "Tipo I" en términos de resistencia química resultan a veces insuficientes para permitir el almacenamiento y la conservación en condiciones óptimas de determinados productos y sustancias de uso farmacéutico extremadamente agresivos o sensibles a los elementos contenidos en el vaso de los envases.

5 **[0008]** Esta es la razón por la que se ha propuesto someter los recipientes de vidrio de borosilicato a un tratamiento de siliconado interno, para recubrir la superficie interior de los recipientes con una capa de silicona protectora. Un tratamiento de este tipo permite mejorar la resistencia química de un recipiente de vidrio de borosilicato con respecto a determinados productos básicos (pH 10, por ejemplo), pero en algunos otros casos no proporciona ninguna ventaja particular respecto a un recipiente de vidrio de borosilicato sin revestir. Además, un tratamiento interno con silicona de este tipo puede resultar complejo y costoso de implementar, y la capa de silicona depositada generalmente comienza a degradarse por encima de 350 °C, lo que puede resultar problemático cuando se pretende que el recipiente tratado se someta posteriormente a una etapa de esterilización a alta temperatura.

10 **[0009]** Además, la resistencia de la capa de silicona depositada sigue dependiendo de la composición química del producto contenido y, en particular, del poder de disolución de este último sobre la silicona, lo que de hecho limita el campo de aplicación de los recipientes de vidrio siliconados. También se ha propuesto recubrir la superficie interior de recipientes de vidrio estirado "Tipo I" con una fina capa de sílice SiO<sub>2</sub> pura, de manera que se forme una capa barrera entre el vidrio de un recipiente y el producto contenido en este último. Estos recipientes recubiertos de sílice generalmente tienen una resistencia química satisfactoria para el almacenamiento de agua ultrapura, pero una resistencia química de baja a moderada para soluciones más agresivas, a pH 8 o pH 10, por ejemplo. Relativamente cara y compleja de realizar, la deposición de una capa barrera de sílice pura está, además, generalmente restringida a recipientes de baja capacidad.

20 **[0010]** El documento FR-912 609 A describe un proceso y un dispositivo para mejorar la duración de los recipientes de vidrio, consistente en introducir en el envase una o varias sustancias que contienen azufre combinado con oxígeno que se descomponen y liberan, en caliente, gases ácidos, llevándose a cabo esta operación en un punto adecuado entre el punto de salida del recipiente de la máquina de conformado o molde de acabado y el punto de entrada al horno de recocido.

## 25 DIVULGACIÓN DE LA INVENCION

30 **[0011]** Por lo tanto, los objetos asignados a la presente invención tienen como objetivo remediar los diversos inconvenientes enumerados anteriormente y proponer un nuevo proceso de desalcalinización, lo que permite obtener envases de vidrio, de cualquier tamaño y capacidad, con excelente resistencia química a una amplia gama de productos y sustancias a almacenar y conservar.

**[0012]** Otro objeto de la invención consiste en proporcionar un nuevo proceso de desalcalinización, que permita tratar eficientemente un gran número de recipientes de vidrio a velocidades muy altas.

35 **[0013]** Otro objeto de la invención consiste en proporcionar un nuevo proceso de desalcalinización, que permita tratar los recipientes de vidrio de manera particularmente fiable y repetible.

**[0014]** Otro objeto de la invención consiste en proporcionar un nuevo proceso de desalcalinización, que permita tratar eficazmente los recipientes de vidrio sin degradar, no obstante, su resistencia mecánica.

40 **[0015]** Otro objeto de la invención consiste en proporcionar un nuevo proceso de desalcalinización, cuya implementación es particularmente simple y económica.

45 **[0016]** Los objetos asignados a la invención se consiguen mediante un proceso de desalcalinización de la cara interior de la pared de un recipiente de vidrio, tal como una botella, cuya pared delimita una cavidad receptora de un producto, comprendiendo dicho procedimiento:

- 50 - una etapa de suministro de un recipiente de vidrio de borosilicato del cual la cara interior de la pared está a una temperatura de al menos 350 °C, y
- una etapa de introducción dentro de dicha cavidad receptora, mientras dicha cara interior se encuentra a una temperatura de al menos 350 °C, de un líquido de tratamiento que contenga una sustancia de tratamiento que contenga diseñado para reaccionar al calor de la cara interior de la pared del recipiente para causar desalcalinización del vidrio,

## 55 BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

**[0017]** Otras características y ventajas de la invención aparecerán y se explicarán con más detalle con la lectura de la descripción que se hace a continuación, con referencia a los dibujos adjuntos, dados únicamente a título ilustrativo y no limitativo, entre los que:

- 60 - la figura 1 ilustra, esquemáticamente, un ejemplo de un recipiente de vidrio tipo botella sometido a una etapa de introducción de un líquido de tratamiento en su cavidad, según una realización preferida del proceso de desalcalinización según la invención;
- 65 - la figura 2 ilustra, esquemáticamente y de forma lateral, una forma de realización de una instalación para implementar una realización preferida del proceso de desalcalinización según la invención;

- la figura 3 ilustra, esquemáticamente y según una vista superior, la planta de desalcalinización de la figura 2.

#### FORMAS DE REALIZACIÓN DE LA INVENCION

5

[0018] La invención se refiere a un procedimiento para tratar un recipiente de vidrio 1, como una botella, que comprende una pared 2 que delimita una cavidad receptora 3 para un producto (o sustancia). Ventajosamente, la pared 2 delimita también una abertura 4 que da acceso a dicha cavidad receptora 3 del recipiente 1. La pared de vidrio 2 del recipiente 1 tiene una cara interior 5, situada frente a dicha cavidad receptora 3 y destinada preferentemente a entrar en contacto directo con dicho producto, y una cara exterior 6 opuesta. Preferiblemente de vidrio moldeado o estirado, y formado a partir de una sola pieza monolítica de vidrio, el recipiente 1 objeto de la invención puede tener cualquier forma adecuada a su función, como por ejemplo la forma de un matraz o una botella. Como ilustra el ejemplo de la figura 1, la pared 2 del recipiente 1 está ventajosamente formada por un fondo 7 de vidrio, una pared lateral 8 de vidrio que se eleva desde la periferia del fondo 7 y un cuello 9 provisto de un anillo 10 que delimita la abertura 4 del recipiente 1, para permitir la comunicación con el exterior de la cavidad receptora 3. Ventajosamente, dicha abertura 4 está prevista para poder cerrarse mediante un tapón o una tapa, amovible o perforable.

10

15

[0019] Preferiblemente, el producto destinado a ser recibido en la cavidad 3 del recipiente 1 es ventajosamente fluido, es decir capaz de fluir como por ejemplo una sustancia líquida, pastosa (como un líquido con un grado de viscosidad elevado) o pulverulenta. Preferentemente, es un producto o una sustancia de carácter farmacéutico, como por ejemplo un fármaco, posiblemente destinado a ser administrado por vía parenteral (general o locorregional) o incluso para ser ingerida o absorbida por un paciente, o incluso una sustancia de carácter diagnóstico, como por ejemplo un reactivo químico o biológico. Por extensión, el recipiente 1 puede estar diseñado para contener una sustancia de naturaleza biológica (o fluido corporal), como por ejemplo sangre, un hemoderivado o subproducto, orina, etc. Incluso si se prefiere la aplicación en los campos farmacéutico y de diagnóstico, la invención no se limita al tratamiento de recipientes para uso farmacéutico o de diagnóstico y puede referirse en particular a un envase diseñado para contener una sustancia líquida, pastosa o en polvo para uso industrial (almacenamiento de productos químicos, etc.), veterinarios, alimentarios o incluso cosméticos.

20

25

[0020] Más concretamente, el proceso según la invención es un proceso de desalcalinización de la cara interna 5 de la pared 2 de tal recipiente de vidrio 1. Un tal proceso de desalcalinización tiene como objetivo extraer, típicamente a una profundidad de varias decenas de nanómetros, iones alcalinos y/o alcalinotérreos (y en particular iones de sodio) presentes en el vidrio en las proximidades de la superficie de la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1. Al final del proceso según la invención, el vidrio en la proximidad de la superficie de la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente tratado 1 se agota así, preferiblemente de manera significativa, en iones alcalinos y/o alcalinotérreos.

30

35

40

45

[0021] En el sentido de la invención, el término "vidrio" designa un vidrio mineral. Es típicamente un vidrio que contiene al menos una especie alcalina o alcalinotérrea, como el sodio en particular. Más precisamente, se trata de un vidrio de borosilicato (el llamado vidrio "Tipo I", en particular en el sentido de las farmacopeas europea y americana, o "neutro"). Normalmente, un vidrio de borosilicato (o vidrio de borosilicato o incluso vidrio a base de borosilicato) es un vidrio de sílice que contiene ventajosamente entre un 7% y un 13%, por ejemplo entre un 10% y un 13%, en masa de trióxido de boro ( $B_2O_3$ ). En comparación con un vidrio de sílice-sosa-cálcico (llamado vidrio "Tipo III"), un vidrio de borosilicato, Tipo I, tiene intrínsecamente una mejor resistencia hidrolítica, en la medida en que el vidrio de borosilicato contiene una menor proporción de especies alcalinas y alcalinotérreas, y en particular el sodio. Por este motivo, los envases de vidrio de borosilicato generalmente no se someten a un tratamiento de desalcalinización.

[0022] Preferiblemente, el vidrio que constituye la pared 2 del recipiente 1 es transparente (o al menos translúcido) en el rango visible. Puede ser un vidrio incoloro o coloreado, en particular para proteger la sustancia fluida contenida dentro del recipiente de los efectos de la luz, en particular en ciertos rangos de longitud de onda (UV, etc.).

50

55

[0023] En primer lugar, el procedimiento según la invención comprende una etapa de proporcionar un recipiente de vidrio de borosilicato 1, como se describe anteriormente, del cual (al menos) la cara interior 5 de la pared 2 está a una temperatura de al menos  $-350\text{ }^{\circ}\text{C}$ , preferiblemente entre  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ , preferentemente entre  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , preferentemente entre  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ , preferentemente entre  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ , y más preferentemente entre  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ . El recipiente 1 así proporcionado es un recipiente preexistente, completamente formado, que por lo tanto tiene ventajosamente sus formas y dimensiones finales. Por tanto, no se trata de una preforma de vidrio (como por ejemplo un tubo) destinada a ser transformada posteriormente en un recipiente.

60

65

[0024] Según una variante, esta etapa de suministro comprende una operación de calentamiento, utilizando cualquier medio de calentamiento adecuado conocido, de un recipiente de vidrio de borosilicato preexistente, de acuerdo con la descripción anterior, y cuya cara interior de la pared esté inicialmente a una temperatura cercana (si no igual) a la temperatura ambiente, calentarlo de manera que la temperatura de al menos la cara interior de su pared alcance un valor de al menos  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ , preferiblemente entre  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ , preferentemente entre  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , preferentemente entre  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ , preferentemente entre  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ , y preferentemente aún entre  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Según otra variante, más preferente, la etapa de suministro del recipiente 1 comprende una operación de recogida de un recipiente de vidrio 1, según la descripción anterior, a la salida de una máquina de conformado en caliente de un recipiente de vidrio

de borosilicato a partir de una pieza de vidrio, mientras dicho recipiente 1 todavía está suficientemente caliente para que (al menos) la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 esté a una temperatura de al menos 350 °C, preferentemente entre 350 °C y 850 °C, preferentemente entre 350 °C y 800 °C, preferiblemente entre 350 °C y 700 °C, preferiblemente entre 500 °C y 700 °C, y preferiblemente todavía entre 500 °C y 650 °C. Según esta variante preferida, el procedimiento según la invención no requiere por tanto la realización de una operación de calentamiento particular, llevándose la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 a una temperatura de al menos 350 °C, preferentemente entre 350 °C y 850 °C, preferentemente entre 350 °C y 800 °C, preferentemente entre 350 °C y 700 °C, y más preferentemente aún entre 500 °C y 650 °C, como consecuencia directa de una operación previa de conformado de dicho recipiente 1. Dicha operación de conformado puede realizarse utilizando cualquier instalación conocida para conformar recipientes de vidrio de borosilicato, como por ejemplo una máquina IS en el caso de un envase fabricado de vidrio moldeado. La implementación del procedimiento según la invención se simplifica así, en particular cuando este último se implementa en un contexto industrial para la fabricación de recipientes de vidrio.

**[0025]** El procedimiento según la invención comprende también una etapa de introducir en el interior de la cavidad receptora 3 el recipiente 1 a tratar, estando la cara interior 5 de la pared 2 de este último a una temperatura de al menos 350 °C, preferentemente entre 350 °C y 850 °C, preferentemente entre 350 °C y 800 °C, preferentemente entre 350 °C y 700 °C, preferentemente entre 500 °C y 700 °C, y más preferentemente entre 500 °C y 650 °C, de un líquido de tratamiento que contiene una sustancia de tratamiento (o desalcalinizante) diseñada para reaccionar bajo el efecto del calor de la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 para provocar la desalcalinización del vidrio, normalmente en las proximidades de la superficie de la cara interior 5 de la pared 2. Esta puede ser una sustancia que, como tal, es capaz por sí misma de entrar en contacto directo con la cara interior 5 caliente de la pared 2 del recipiente 1 para reaccionar, bajo el efecto del calor, con una o más especies alcalinas presentes en el vidrio que forma la pared 2 del recipiente 1 o bien de una sustancia capaz de descomponerse por efecto del calor reinante en la cavidad 3 del recipiente, debido a la temperatura mencionada anteriormente a la que se lleva la cara interior 5 de la pared 2, para producir una o más nuevas especies o sustancias químicas, que son capaces de entrar en contacto con la superficie de la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 y reaccionar con una o más especies alcalinas o alcalinotérreas presentes en el vidrio que forma dicha pared 2 para obtener el efecto desalcalinizante deseado.

**[0026]** La invención se basa así en la idea de someter la cara interior 5 de la pared 2 de un recipiente 1 de vidrio de borosilicato (Tipo I), y no de vidrio de silicosodolima (Tipo III), a un tratamiento de desalcalinización, mediante introducción en el interior del recipiente 1 de una sustancia desalcalinizante reactiva caliente, siendo introducida esta sustancia desalcalinizante en fase líquida (y no en fase sólida o gaseosa), y esto mientras la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 está a una temperatura a la cual dicha sustancia desalcalinizante es capaz de reaccionar inmediatamente bajo el efecto del calor para provocar la desalcalinización del vidrio.

**[0027]** Se ha observado que el hecho de introducir la sustancia de tratamiento, que además está en fase líquida, dentro de un recipiente 1 ya a la temperatura de tratamiento (es decir a una temperatura comprendida entre los rangos de temperatura antes mencionados) hace posible obtener un rendimiento mucho mejor, en particular en términos de homogeneidad del tratamiento de desalcalinización de la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 y en términos de resistencia hidrolítica del recipiente 1 así tratado, solo cuando la misma sustancia de tratamiento se introduce en el interior de un recipiente frío 1 antes de que éste alcance la temperatura de tratamiento para hacer reaccionar en caliente dicha sustancia de tratamiento.

**[0028]** Gracias a una combinación tan particular de características, el proceso según la invención hace posible obtener recipientes de vidrio 1 que tienen una resistencia hidrolítica significativamente mejor que los recipientes de vidrio convencionales conocidos de Tipo I o Tipo II, y esto independientemente del tamaño y la capacidad de los recipientes considerados. El procedimiento según la invención permite así obtener recipientes de vidrio 1 que presentan una excelente resistencia química a una amplia gama de productos y sustancias a almacenar y conservar.

**[0029]** Se acepta comúnmente que, durante un largo período de fabricación de recipientes de vidrio de borosilicato de Tipo I convencionales, las prestaciones de estos últimos, en términos de resistencia hidrolítica, no siempre son perfectamente estables o idénticas. De hecho, a lo largo de un año de fabricación, es probable que el valor de la resistencia hidrolítica de los recipientes de vidrio de borosilicato de la misma línea de fabricación de vidrio varíe en unas pocas decenas de por ciento, sin dejar de cumplir completamente con la farmacopea aplicable. Sin embargo, se ha observado sorprendentemente que el procedimiento según la invención permite obtener recipientes 1 de vidrio de borosilicato cuyas prestaciones en términos de resistencia hidrolítica no sólo son mucho mejores que las de los recipientes 1 de vidrio no tratado según la invención, pero también son más estables, más reproducibles, en el tiempo que los de los recipientes de vidrio de borosilicato convencionales.

**[0030]** Además, también se ha observado que, de manera muy interesante, el procedimiento según la invención permite obtener recipientes 1 con prestaciones significativamente mejoradas en términos de cantidad de elementos, distintos de especies alcalinas y sustancias alcalinotérreas, capaces de ser extraídas del vidrio mediante interacción con un producto contenido en los recipientes 1. En particular, se han medido ventajosamente, para los recipientes 1 tratados según la invención, cantidades significativamente menores de aluminio liberadas en comparación con cantidades medidas recíprocamente en recipientes de vidrio de borosilicato sin tratar (medición de las concentraciones de especies extraíbles, después de haber mantenido los recipientes a ensayar durante 1 hora en autoclave a 121°C con agua ultrapura).

5 **[0031]** Preferiblemente, dicha sustancia de tratamiento comprende un compuesto de azufre, y más preferiblemente un compuesto que contiene azufre combinado con oxígeno, en solución o en suspensión en un líquido volátil, es decir en un líquido capaz de evaporarse por efecto del calor, y al como mínimo a temperaturas de al menos 350 °C, preferentemente entre 350 °C y 850 °C, preferentemente entre 350 °C y 800 °C, preferentemente entre 350 °C y 700 °C, preferentemente entre 500 °C y 700 °C, y más preferiblemente entre 500 °C y 650 °C. Ventajosamente, este líquido volátil puede ser un disolvente de dicho compuesto.

10 **[0032]** Aún más preferentemente, dicho compuesto de azufre es un sulfato de amonio, y dicho líquido volátil es preferentemente agua. Entonces se trata preferentemente en este caso de agua desmineralizada o, incluso más preferentemente, de agua ultrapura. El sulfato de amonio se disuelve entonces ventajosamente al menos parcialmente (y preferiblemente completamente) en agua, según una concentración predefinida.

15 **[0033]** Además del hecho de que la producción, el almacenamiento y la aplicación de dicho líquido de tratamiento son relativamente fáciles, seguras y económicas, se ha observado que también se pueden obtener excelentes resultados en términos de resistencia hidrolítica del vidrio utilizando dicho líquido de tratamiento formado a partir de sulfato de amonio disuelto en agua. En particular, se han obtenido muy buenos resultados para recipientes de vidrio 1 cuya cara interior 5 de la pared 2 está a una temperatura preferentemente entre 500 °C y 700 °C, y aún más preferentemente entre 500 °C y 650 °C, durante la etapa de introducción del líquido de tratamiento. Estos resultados podrían explicarse por un fenómeno de absorción de las moléculas de agua evaporadas bajo el efecto del calor, lo que facilita o mejora el tratamiento de desalcalinización del vidrio con sulfato de amonio. Sin embargo, la invención obviamente no se limita a este ejemplo de sustancia de tratamiento y líquido volátil, pudiendo ser realmente adecuadas otras sustancias y líquidos volátiles para obtener el efecto desalcalinizante deseado por reacción con el vidrio bajo el efecto del calor. Por ejemplo, la sustancia de tratamiento puede comprender un compuesto de azufre formado a partir de dióxido o trióxido de azufre gaseoso, que luego se disolvería en el disolvente líquido (líquido volátil), o incluso una mezcla de un compuesto de azufre y un compuesto fluorado. También en estos casos, el líquido volátil puede ventajosamente ser agua (preferiblemente agua desmineralizada y, aún más preferiblemente, agua ultrapura), tanto por practicidad como por seguridad de aplicación sólo por cuestiones de eficacia del tratamiento, como se ha mencionado anteriormente.

30 **[0034]** Como ya se ha mencionado anteriormente, el recipiente 1 al que se refiere el procedimiento según la invención está fabricado preferentemente de vidrio moldeado o estirado. Sin embargo, es aún más ventajoso que el recipiente 1 esté realizado en vidrio moldeado y no en vidrio estirado (es decir, a partir de una preforma, tal como un tubo, de vidrio estirado). Por ejemplo, un recipiente de vidrio moldeado 1 de este tipo puede obtenerse mediante un proceso de "soplado-soplado" o "prensa-soplado", utilizando por ejemplo una máquina IS. En efecto, se ha observado que un recipiente de vidrio estirado, que también es de vidrio de borosilicato, presenta inherentemente, debido a su proceso de conformación, un riesgo de delaminación (es decir, un riesgo de desprendimiento de escamas o partículas de vidrio de la superficie de la cara interior de la pared del recipiente por interacción del vidrio con el producto contenido en el recipiente) aumentó en comparación con un recipiente de vidrio moldeado. El riesgo de delaminación es aún mayor cuando el envase ha sido sometido a un tratamiento de desalcalinización. Sin embargo, la presencia de partículas de vidrio libres en un producto, en particular un producto farmacéutico, puede tener consecuencias muy graves para la salud. Utilizando así preferentemente un recipiente 1 de vidrio de borosilicato moldeado, el procedimiento según la invención permite ventajosamente obtener un recipiente 1 tratado que no sólo presenta una excelente resistencia hidrolítica (control del riesgo de elución de iones alcalinos y alcalinotérreos en el producto contenido en el envase) sino también una excelente resistencia a la delaminación por interacción del vidrio con el producto contenido en el envase. El recipiente así obtenido es por tanto especialmente seguro.

50 **[0035]** Preferiblemente, la etapa de introducir el líquido de tratamiento en el interior de la cavidad receptora 3 del recipiente 1 a tratar comprende al menos una operación de inyección, en el interior de dicha cavidad 3, de una dosis predeterminada de dicho líquido de tratamiento. Aún más preferentemente, dicha operación de inyección se lleva a cabo mediante un cabezal de inyección (o boquilla) 11 que se coloca a una distancia de la abertura 4 del recipiente 1 a tratar y fuera de dicho recipiente 1. Así, el cabezal de inyección 11 no penetra en el interior de la cavidad 3 del recipiente 1 durante, o para la finalidad de dicha operación de inyección. En una forma de realización preferida, y como se muestra esquemáticamente en la figura 1, dicho cabezal de inyección 11 se dispone así ventajosamente frente a la abertura 4 del recipiente 1, y encima de dicha abertura 4, estando el recipiente 1 posicionado en la vertical, con su fondo 7 frente al suelo. Ventajosamente, dicha operación de inyección se realiza para inyectar dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento según un cono de proyección C suficientemente estrecho, con respecto a la abertura 4 del recipiente 1, de modo que sustancialmente la totalidad de dicha dosis predeterminada se encuentre dentro de la cavidad 3 del recipiente 1, al final de dicha operación de inyección. Cuando el cabezal de inyección 11 está dispuesto opuesto y a distancia de la abertura 4 del recipiente 1, dicho cono de proyección C tiene por tanto ventajosamente una sección transversal, incluida en un plano en el que se inscribe la abertura 4 del recipiente 1, que tiene unas dimensiones menores que las dimensiones respectivas de dicha abertura 4 del recipiente 1 en dicho plano. Como se ilustra esquemáticamente en la figura 1, el cono de proyección C generado por el cabezal de inyección 11 puede entonces ventajosamente tener una base (ficticia) de dimensiones más pequeñas, y preferiblemente mucho más pequeñas que las dimensiones respectivas de la abertura 4 del recipiente 1, en de manera que la totalidad de la dosis predeterminada de líquido de tratamiento (salvo pérdidas inevitables y en todo caso despreciables) pueda inyectarse en el interior de la cavidad 3 del recipiente 1 y, por tanto, sustancialmente sin dispersión de líquido de tratamiento junto al recipiente 1 o en la cara exterior 6 de la pared 2 y el anillo

10 de esta última. Se observará que la expresión “cono de proyección” no debe considerarse, en el contexto de la invención, según una definición matemática estricta del término “cono”, sino que se entiende preferentemente por “cono de proyección”, una envoltura ficticia (ya sea cónica, troncocónica o incluso idealmente sustancialmente cilíndrica) dentro de la cual está contenida sustancialmente toda la dosis predeterminada de líquido de tratamiento proyectada por el  
 5 cabezal de inyección 11 en la dirección de la cavidad 3 del recipiente 1, como se muestra en las líneas de puntos en la figura 1.

**[0036]** Dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento corresponde ventajosamente a una dosis también predeterminada y conocida de sustancia de tratamiento, en la medida en que conocemos el volumen de la dosis predeterminada de líquido de tratamiento proyectada por el cabezal de inyección 11 de por un lado, y la concentración (masa o molar) del líquido de tratamiento en la sustancia de tratamiento, por otro lado. Así, dependiendo de la cantidad de sustancia de tratamiento necesaria para obtener el nivel deseado de desalcalinización (ventajosamente caracterizado por una medición de la resistencia hidrolítica RH del vidrio del recipiente según los protocolos de medición habituales) para un recipiente 1 de unas dimensiones determinadas, Es ventajosamente posible modular el volumen de la dosis predeterminada para una concentración fija y conocida de sustancia de tratamiento, o modular por el contrario la concentración de sustancia de tratamiento para un volumen conocido y fijo de la dosis predeterminada, o también, como  
 10 veremos ver más adelante, para repetir la operación de inyección.

**[0037]** La combinación particular de la temperatura característica de la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 a tratar, por un lado, y de las características técnicas preferibles anteriormente mencionadas de la etapa de introducir el líquido de tratamiento en la cavidad 3 del recipiente 1 permite así ventajosamente desalcalinizar recipientes de vidrio de borosilicato 1 de una manera particularmente eficaz, cualquiera que sea su tamaño y su capacidad, y esto a velocidades muy elevadas cuando el procedimiento según la invención se aplica sucesivamente a una pluralidad de recipientes de vidrio de borosilicato 1. En efecto, no es necesario realizar ciclos de inserción y extracción del cabezal de inyección 11 en, recíprocamente fuera, de la cavidad 3 de los recipientes 1 a tratar para tratar una pluralidad de recipientes puestos sucesivamente a la vista del cabezal de inyección 11. Además, el procedimiento según la invención es especialmente económico, limpio y respetuoso con el medio ambiente, ya que permite evitar una sobredosis de sustancia de tratamiento y la dispersión innecesaria de una cantidad de esta sustancia de tratamiento fuera del recipiente para ser tratado.  
 20

**[0038]** Es deseable que el cabezal de inyección 11 no se coloque demasiado cerca del recipiente 1 a tratar durante la operación de inyección de dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento, para evitar en particular dañar el cabezal de inyección 11 bajo el efecto de calor que emana del recipiente 1. Por otro lado, es preferible que el cabezal de inyección 11 tampoco esté dispuesta a una distancia  $d$  demasiado grande de la abertura 4 del recipiente 1, en particular para no degradar la precisión de la operación de inyección y facilitar su implementación práctica. Finalmente, es prudente elegir la distancia  $d$  entre el cabezal de inyección 11 y la abertura 4 del recipiente 1 para limitar el riesgo de evaporación del líquido de tratamiento, bajo el efecto del calor que emana del recipiente 1, incluso antes de que la dosis ha podido penetrar completamente de manera eficaz en la cavidad 3 del recipiente 1. Así, durante la operación de inyección de dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento, el cabezal de inyección 11 puede ventajosamente colocarse sustancialmente frente a la abertura 4 del recipiente 1 (como se prevé anteriormente) y a una distancia  $d$  preferentemente entre 1 cm y 20 cm, y más preferentemente aún entre 1 cm y 5 cm, desde dicha abertura 4 durante la etapa de inyección. Esta distancia  $d$  significa aquí preferentemente la distancia media medida en línea recta entre, por un lado, la abertura de salida 12 del cabezal de inyección 11 (a través de la cual sale la dosis predeterminada de líquido de tratamiento del cabezal de inyección 11) y un plano que contiene la abertura 4 del recipiente 1, como se ilustra en la figura 1.  
 30

**[0039]** Para facilitar la inyección, de acuerdo con lo anterior, de toda la dosis predeterminada de líquido de tratamiento en el interior de la cavidad 3 del recipiente 1 a tratar, se forma el cono de proyección C de dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento, mediante el cabezal de inyección 4, para presentar preferentemente un ángulo de vértice  $\theta$  (o ángulo de apertura) sustancialmente entre  $0^\circ$  y  $5^\circ$ . Aún más preferentemente, el ángulo de vértice  $\theta$  del cono de proyección está sensiblemente comprendido entre  $0^\circ$  y  $1^\circ$ , de forma que la dosis predeterminada de líquido de tratamiento se inyecta ventajosamente en la cavidad 3 del recipiente 1 según una envoltura ficticia cilíndrica o cuasicilíndrica. Así, si a la salida del cabezal de inyección 11 la dosis predeterminada de líquido de tratamiento está, por ejemplo, en forma de una pluralidad de gotitas de líquido de tratamiento, más o menos distintas entre sí, estas últimas pueden formar entonces, entre el cabezal de inyección 11 y la cavidad 3 del recipiente 1, un goteo o un chorro sustancialmente recto de líquido de tratamiento.  
 40

**[0040]** Preferiblemente, y cualquiera que sea la disposición elegida para el cabezal de inyección 11 durante la operación de inyección, el volumen de la dosis predeterminada de líquido de tratamiento inyectada por el cabezal de inyección 11 se elige sustancialmente entre 5  $\mu\text{L}$  y 50  $\mu\text{L}$ , y preferiblemente entre 5  $\mu\text{L}$  y 30  $\mu\text{L}$ , lo que permite ventajosamente limitar el riesgo de daño del recipiente 1 por choque térmico, cuando el líquido de tratamiento entra en contacto con la cara interior caliente 5 de la pared 2 del recipiente 1. Además, la elección de tal un volumen restringido de líquido de tratamiento contribuye a facilitar la inyección de la dosis predeterminada completa de sustancia de tratamiento en la cavidad 3 de los recipientes 1 a tratar, incluso a velocidades muy altas, en el caso en que el cabezal esté dispuesto preferiblemente a una distancia de la abertura 4 del recipiente 1 a tratar y fuera de este último durante la operación de inyección.  
 50

**[0041]** Preferiblemente, el líquido de tratamiento tiene una concentración predefinida de dicha sustancia de tratamiento en solución que es cercana (si no igual) o justo por debajo de la concentración de saturación. En otras palabras, el líquido  
 60

de tratamiento contiene dicha sustancia de tratamiento, que se disuelve sustancialmente por completo en un líquido, y preferiblemente en un líquido volátil como se mencionó anteriormente, en una cantidad cercana o justo por debajo de la cantidad máxima que se puede disolver en el líquido en cuestión. para una temperatura elegida de aplicación del líquido de tratamiento. La concentración predefinida corresponde así ventajosamente a una concentración en sustancia de tratamiento más alta posible, sin exceder la concentración en la saturación. Por lo general, la concentración predefinida está sustancialmente entre aproximadamente el 70 % y el 100 % de la concentración de saturación, preferiblemente entre aproximadamente el 80 % y el 100 % de la concentración de saturación, más preferiblemente entre aproximadamente el 90 % y el 100 % de la concentración en la saturación para una temperatura determinada de aplicación del líquido de tratamiento. De esta manera, es ventajosamente posible introducir en el recipiente 1 una cantidad óptima de sustancia de tratamiento en el menor volumen posible de líquido de tratamiento introducido. Cuando el líquido de tratamiento se introduce en forma de una dosis predeterminada de líquido de tratamiento, como se ha previsto anteriormente, es posible introducir en el recipiente 1 una dosis predeterminada de líquido de tratamiento que contiene una cantidad óptima de sustancia de tratamiento en un volumen de la dosis predeterminada más baja posible. De esta forma, se optimiza la calidad del tratamiento de desalcalinización limitando el riesgo de daño del recipiente 1 por choque térmico, cuando el líquido de tratamiento entra en contacto con la cara interior 5 caliente de la pared 2 del recipiente 1. El hecho de mantener una concentración de sustancia de tratamiento inferior o igual a la concentración en saturación permite ventajosamente garantizar una excelente reproducibilidad de la cantidad de sustancia de tratamiento introducida en el recipiente 1, y también limitar el riesgo de obstrucción del cabezal de inyección 11 cuando la sustancia de tratamiento sea una sustancia sólida, disuelta en un líquido volátil para formar el líquido de tratamiento (riesgo de precipitación). Por ejemplo, cuando el líquido de tratamiento comprende un sulfato de amonio (sustancia de tratamiento) disuelto en agua (líquido volátil), como ya se ha previsto anteriormente, la concentración predefinida del líquido de tratamiento en sulfato de amonio puede estar generalmente entre aproximadamente 0,1 g/mL y aproximadamente 1 g/mL, dependiendo en particular de la temperatura a la que se utiliza el líquido de tratamiento y del nivel de resistencia hidrolítica buscado. Sin embargo, en vista de lo anterior, es más ventajoso que la concentración predefinida del líquido de tratamiento de sulfato de amonio disuelto esté entre aproximadamente 0,5 g/mL y aproximadamente 0,8 g/mL para una temperatura del líquido de tratamiento entre aproximadamente 0 °C y alrededor de 40 °C, y preferiblemente entre alrededor de 10 °C y alrededor de 40 °C. La concentración predefinida de sulfato de amonio disuelto en el líquido de tratamiento podría llegar hasta alrededor de 1 g/mL para una temperatura del líquido de tratamiento de alrededor de 90 °C. Preferentemente, el volumen de la dosis predeterminada de líquido de tratamiento inyectado por el cabezal de inyección 11 se elige sustancialmente entre 5 mL y 50 mL, y preferentemente entre 5 mL y 30 mL, lo que permite ventajosamente limitar el riesgo de daño del recipiente 1 por choque térmico, cuando el líquido de tratamiento entra en contacto con la cara interior 5 caliente de la pared 2 del recipiente 1. Además, la elección de un volumen tan restringido de líquido de tratamiento contribuye a facilitar la inyección de toda la dosis predeterminada de sustancia de tratamiento en la cavidad 3 de los recipientes 1 a tratar, incluso a tasas muy elevadas.

**[0042]** Aunque el proceso según la invención puede ser de interés para el tratamiento de un recipiente 1 que permanece inmóvil con respecto al cabezal de inyección 11 durante la operación de inyección, la operación de inyección del procedimiento según la invención se realiza ventajosamente mientras el recipiente 1 a tratar se mueve con respecto al cabezal de inyección 11, preferiblemente a una velocidad de al menos 25 m por minuto, más preferiblemente de al menos 30 m por minuto, y más preferiblemente de hasta 40 m por minuto, en particular para poder procesar, utilizando el cabezal de inyección 11, una pluralidad de recipientes 1 a un ritmo particularmente alto. Según una variante, el cabezal de inyección 11 se desplaza, durante la operación de inyección, con respecto al recipiente 1 a tratar, el cual se mantiene inmóvil (en el marco de referencia terrestre). Según otra variante, más preferencial, el cabezal de inyección 11 se mantiene por el contrario inmóvil (en el marco de referencia terrestre), mientras que el recipiente 1 a tratar se desplaza con respecto al cabezal de inyección 11, por ejemplo, sobre un transportador situado debajo y enfrente el cabezal de inyección 11.

**[0043]** En el caso en particular en el que la operación de inyección del procedimiento según la invención se lleva a cabo ventajosamente mientras el recipiente 1 a tratar se está moviendo con respecto al cabezal de inyección 11, el procedimiento según la invención comprende preferentemente una detección por etapas de la presencia del recipiente 1 corriente arriba del cabezal de inyección 11 (considerando la dirección del movimiento relativo del cabezal de inyección 11 y del recipiente 1), antes de la operación de inyección, para sincronizar el disparo de la operación de inyección con la llegada del recipiente 1 a la altura del cabezal de inyección 11, y preferentemente frente a la abertura de salida 12 de este último. De hecho, conociendo la velocidad de movimiento del recipiente 1 con respecto al cabezal de inyección 11, y sobre la base de una señal de detección, generada durante el paso de detección, de la presencia del recipiente 1 a una distancia conocida corriente abajo del cabezal de inyección 11, es por tanto, ventajosamente posible activar la inyección de la dosis predeterminada por el cabezal de inyección 11 en el momento preciso en que el recipiente 1 está colocado enfrente, y preferiblemente a plomo, de la abertura de salida 12 del cabezal de inyección 11.

**[0044]** Ventajosamente, la etapa de introducir el líquido de tratamiento en el interior de la cavidad receptora 3 del recipiente 1 puede comprender una pluralidad de operaciones de inyección sucesivas de dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento. De hecho, puede ser necesario, dependiendo de las dimensiones del recipiente de vidrio 1 a tratar, aplicar una gran cantidad de sustancia de tratamiento para lograr el nivel de desalcalinización deseado, sin tener que recurrir a dosis predeterminadas para este líquido, lo que correría el riesgo de generar un alto riesgo de choques térmicos perjudiciales para la resistencia mecánica del recipiente 1. Si es posible, como se ha comentado anteriormente, aumentar la cantidad de sustancia de tratamiento actuando sobre la concentración de ésta en el líquido de tratamiento, puede, por lo tanto, también preverse ventajosamente (además o alternativamente) someter el mismo recipiente de vidrio 1 varias

veces a la operación de inyección del procedimiento según la invención implementando, en cada iteración, una dosis predeterminada de líquido de tratamiento de volumen restringido (y, por ejemplo, entre 5  $\mu$ L y 50  $\mu$ L, y preferiblemente entre 5  $\mu$ L y 30  $\mu$ L, como se mencionó anteriormente). En tal caso, dicha operación de inyección se puede llevar a cabo entonces, por ejemplo, utilizando un mismo cabezal de inyección 11, permaneciendo entonces preferentemente el recipiente 1 inmóvil (al menos temporalmente) frente al cabezal de inyección 11. Alternativamente, dicha operación de inyección podría llevarse a cabo utilizando una pluralidad de cabezales de inyección separados 11, por ejemplo, colocados uno tras otro a lo largo de una trayectoria de desplazamiento del recipiente 1.

**[0045]** Para mejorar aún más la repetibilidad y la fiabilidad del tratamiento de desalcalinización, teniendo en cuenta las posibles variaciones de las condiciones climáticas, el procedimiento según la invención comprende preferentemente, antes de la etapa de introducir el líquido de tratamiento en el interior de la cavidad 3 del recipiente 1, una operación de regulación y control de la temperatura del líquido de tratamiento para conseguir que ésta permanezca sustancialmente constante en el tiempo, y ventajosamente igual a una temperatura de consigna predefinida. Así, el líquido de tratamiento, y preferentemente dicha dosis predeterminada de este último, se inyecta en la cavidad 3 del recipiente 1 a una temperatura ventajosamente predefinida, que es entonces sustancialmente idéntica para cada recipiente 1 a tratar según el procedimiento de la invención.

**[0046]** Alternativa o adicionalmente, el procedimiento según la invención puede comprender, antes de la etapa de introducir el líquido de tratamiento en el interior de la cavidad 3 del recipiente 1, una operación de precalentamiento del líquido de tratamiento (típicamente a una temperatura superior a la temperatura ambiente), de manera que se reduce la diferencia entre la temperatura del líquido de tratamiento, y preferentemente dicha dosis predeterminada de esta última, inyectada durante la operación de inyección, y la temperatura de la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 a tratar. Esto permite en particular reducir aún más el riesgo de choque térmico durante el tratamiento del recipiente 1 y, por lo tanto, el riesgo de dañar este último.

**[0047]** El procedimiento según la invención puede comprender ventajosamente, después de la etapa de introducir el líquido de tratamiento en su cavidad 3, una etapa de transmitir el recipiente 1 así tratado a un dispositivo de recocido de recipientes de vidrio, tal como un arca de recocido industrial convencional, para someter ventajosamente el recipiente tratado 1 a una etapa de recocido.

**[0048]** Abajo, se describirá una instalación 13 de tratamiento de un recipiente de vidrio 1, para poner en práctica el procedimiento según la invención descrito en detalle arriba. Ventajosamente, se trata de una instalación 13 de desalcalinización de la cara interior 5 de la pared 2 de dicho recipiente de vidrio de borosilicato 1, cuya pared 2 delimita una cavidad receptora 3 para un producto y una abertura 4 que da acceso a dicha cavidad receptora 3. La descripción anterior en relación con el procedimiento según la invención sigue siendo válido y aplicable, mutatis mutandis, a la presente instalación 13, y viceversa. Se trata preferentemente de una instalación industrial, ventajosamente automatizada. Más preferentemente aún, dicha instalación 13 está diseñada para procesar de manera sustancialmente ininterrumpida un gran número de recipientes 1. Una forma de realización preferible de la instalación 13 se ilustra a modo de ejemplo, esquemáticamente, en las figuras 2 y 3.

**[0049]** La instalación 13 comprende medios 14 para alimentar un recipiente de vidrio de borosilicato 1, tal como se ha descrito anteriormente, del cual (al menos) la cara interior 5 de la pared 2 está a una temperatura de al menos 350 °C, preferiblemente entre 350 °C y 850 °C, preferentemente entre 350 °C y 800 °C, preferentemente entre 350 °C y 700 °C, preferentemente entre 500 °C y 700 °C, y más preferentemente entre 500 °C y 650 °C. Según una variante, este medio de alimentación comprende un medio de calentamiento, de cualquier tipo adecuado conocido (y por ejemplo, del tipo arco u horno), destinado a calentar un recipiente de vidrio preexistente, de acuerdo con la descripción anterior, y de que la cara interior de la pared se encuentre inicialmente a una temperatura próxima (si no igual) a la temperatura ambiente, de manera que la temperatura de al menos la cara interior de la pared del recipiente alcance un valor de al menos 350 °C, preferentemente entre 350 °C y 850 °C, preferentemente entre 350 °C y 800 °C, preferentemente entre 350 °C y 700 °C, preferentemente entre 500 °C y 700 °C, y más preferentemente entre 500 °C y 650 °C. Según otra variante, más preferente, el medio de suministro 14 del recipiente 1 comprende un sistema de recogida 15 de un recipiente de vidrio de borosilicato 1, de acuerdo con la descripción anterior, a la salida de una máquina de formación en caliente 16 d de un recipiente de vidrio a partir de un recipiente de vidrio en blanco, mientras dicho recipiente 1 esté todavía lo suficientemente caliente para que (al menos) la cara interior 5 de la pared 2 de dicho recipiente 1 esté a una temperatura de al menos 350 °C, preferentemente entre 350 °C y 850 °C, preferentemente entre 350 °C y 800 °C, preferentemente entre 350 °C y 700 °C, preferentemente entre 500 °C y 700 °C, y más preferentemente entre 500 °C y 650 °C. Según esta variante preferida, la instalación 13 según la invención no comprende por tanto ventajosamente ningún medio específico de calentamiento del recipiente 1, siendo llevada la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 a una temperatura de al menos 350 °C, preferiblemente entre 350 °C y 850 °C, preferiblemente entre 350 °C y 800 °C, preferiblemente entre 350 °C y 700 °C, preferiblemente entre 500 °C y 700 °C, preferiblemente aún incluida entre 500 °C y 650 °C, como consecuencia directa de una operación de formación previa de dicho recipiente 1 por parte de dicha máquina de formación 16. Como se ha indicado anteriormente en relación con el procedimiento según la invención, esta máquina de formación o instalación 16 de los recipientes de vidrio de borosilicato pueden ser de cualquier tipo de conformado conocido, como por ejemplo una máquina IS en el caso de un recipiente de vidrio moldeado. El sistema de recogida 15 puede comprender, por ejemplo, un brazo ventajosamente robótico y/o un transportador 17 (por ejemplo de cinta o de rodillos), diseñado, dispuesto y dimensionado para recoger un vaso de recipiente 1 a la salida de una máquina formadora 16, suficientemente cerca de

este último para que (al menos) la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 se encuentre todavía a una temperatura de al menos 350 °C, preferentemente comprendida entre 350 °C y 850 °C, preferentemente entre 350 °C y 800 °C, preferiblemente entre 350 °C y 700 °C, preferiblemente entre 500 °C y 700 °C, y preferiblemente aún entre 500 °C y 650 °C.

5

**[0050]** La instalación 13 comprende también un medio (o estación) 18 de introducción en el interior de la cavidad receptora 3 del recipiente 1 a tratar, estando la cara interior 5 de la pared 2 de este último a una temperatura de al menos 350 °C, preferentemente entre 350 °C y 850 °C, preferentemente entre 350 °C y 800 °C, preferentemente entre 350 °C y 700 °C, preferentemente entre 500 °C y 700 °C, y más preferentemente entre 500 °C y 650 °C, de un líquido de tratamiento que contiene una sustancia de tratamiento (o sustancia desalcalinizante) diseñada para reaccionar bajo el efecto del calor de la cara interior 5 de la pared 2 del recipiente 1 para provocar la desalcalinización del vidrio, típicamente cerca de la superficie de la cara interior 5 de la pared 2. El líquido y la sustancia de tratamiento utilizados por la instalación, así como los principios de reacción asociados a ésta, son ventajosamente conformes al líquido y la sustancia de tratamiento descritos anteriormente en relación con el procedimiento según la invención.

15

**[0051]** Preferiblemente, el medio de introducción 18 del líquido de tratamiento comprende al menos un cabezal de inyección (o boquilla o válvula) 11 diseñado para ser dispuesto (y mantenido) a una distancia de la abertura 4 del recipiente 1 y fuera de este, y para inyectar (mientras el cabezal de inyección 11 está así dispuesto) una dosis predeterminada del líquido de tratamiento preferiblemente según un cono de proyección C suficientemente estrecho con respecto a la abertura 4 del recipiente 1 para que sustancialmente la totalidad de dicha dosis predeterminada se encuentre dentro de la cavidad 3 del recipiente 1. En otras palabras, el medio de introducción 18 está ventajosamente diseñado y configurado para sujetar el cabezal de inyección 11 de manera que éste no penetre en el interior de la cavidad 3 del recipiente 1 cuando el cabezal de inyección 11 está en funcionamiento e inyecta dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento en la cavidad 3 del recipiente 1. El cabezal de inyección 11 está diseñado para generar, al nivel de un orificio de salida (abertura) 12, dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento e inyectarla, proyectándola, según un cono de proyección C que tiene una base (ficticia) de dimensiones menores, y preferiblemente mucho menores, a las dimensiones respectivas de la abertura 4 del recipiente 1, como se representa en la figura 1 y se describe anteriormente en relación con el procedimiento según la invención.

20

25

30

**[0052]** La particular combinación de las características de los medios de alimentación 14 del recipiente 1, por una parte, y de tales características preferibles de los medios de introducción 18 del líquido de tratamiento en la cavidad 3 del recipiente 1, hace así que la instalación 13 sea ventajosamente capaz de realizar un tratamiento de desalcalinización particularmente eficaz de los recipientes de vidrio 1, cualquiera que sea su tamaño y su capacidad, y esto a velocidades muy elevadas cuando la instalación se implementa para tratar sucesivamente una pluralidad de recipientes de vidrio 1. Además, la instalación 13 es especialmente económica, limpia y respetuosa con el medio ambiente, ya que permite evitar una sobredosis de sustancia de tratamiento y la dispersión innecesaria de una cantidad de esta sustancia de tratamiento fuera del recipiente a ser tratado

35

40

**[0053]** En una forma de realización preferida, y como se ilustra esquemáticamente en la figura 2, el medio de suministro 14 del recipiente de vidrio 1 a tratar está diseñado para acercar el recipiente 1 al medio de introducción 18 de manera que el recipiente 1 quede posicionado en la vertical, con su fondo 7 orientado hacia el suelo, y el medio de introducción 18 está diseñado para que el cabezal de inyección 11 pueda disponerse frente a la abertura 4 del recipiente 1, y por encima de dicha abertura 4. Ventajosamente, el medio de introducción 18 puede comprender un soporte regulable, para adaptar, preferiblemente automáticamente, la posición (o altitud) del cabezal de inyección 11 según las dimensiones del (de los) recipiente(s) 1 a tratar.

45

**[0054]** Preferiblemente, y por las razones y ventajas explicadas anteriormente en relación con el procedimiento según la invención, el medio de introducción 18 está diseñado para colocar y, más preferiblemente aún, mantener el cabezal de inyección 11 sustancialmente enfrente a la abertura 4 del recipiente 1 y en una distancia  $d$  de entre 1 cm y 20 cm, y preferentemente entre 1 cm y 5 cm, desde dicha abertura 4, cuando el cabezal de inyección 11 está en funcionamiento, es decir, cuando forma la dosis predeterminada y la proyecta en la dirección de la cavidad 3 del recipiente 1. Esta distancia  $d$  significa aquí preferentemente también la distancia media medida en línea recta entre, por un lado, la abertura de salida 12 del cabezal de inyección 11 y un plano que contiene la abertura 4 del recipiente 1, como se muestra en la Figura 1.

50

55

**[0055]** Preferiblemente, el cabezal de inyección 11 está diseñado para generar un cono de proyección C de dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento que tiene un ángulo de vértice  $\theta$  sustancialmente entre 0° y 5°. Más preferentemente aún, el cabezal de inyección 11 está diseñado para generar un cono de proyección C de dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento pretratado con un ángulo  $\theta$  sustancialmente entre 0° y 1°, de modo que la dosis predeterminada de líquido de tratamiento pueda inyectarse ventajosamente en la cavidad 3 del recipiente 1 según una envoltura ficticia sustancialmente cilíndrica o cuasicilíndrica.

60

**[0056]** Para limitar el riesgo de daño del recipiente 1 por choque térmico, cuando el líquido de tratamiento entra en contacto con la cara interior caliente 5 de la pared 2 del recipiente 1, pero también para facilitar ventajosamente la inyección de toda dosis predeterminada de sustancia de tratamiento en la cavidad 3 de los recipientes 1 a tratar, incluso a muy altas velocidades, el cabezal de inyección 11 está diseñado preferentemente para que el volumen de dicha dosis predeterminada de dicho líquido de tratamiento inyectado esté entre 5  $\mu$ L y 50  $\mu$ L, y preferentemente entre 5  $\mu$ L y 30  $\mu$ L.

65

5 **[0057]** Según una forma de realización preferida, el cabezal de inyección 11 comprende un actuador electromecánico movido por un dispositivo piezoeléctrico, para permitir la dosificación e inyección de volúmenes de líquido comprendidos entre 5  $\mu\text{L}$  y 50  $\mu\text{L}$ , y preferentemente entre 5  $\mu\text{L}$  y 30  $\mu\text{L}$ , en respuesta a una señal de control eléctrico. Alternativamente, y en particular para volúmenes mayores de líquido de tratamiento a dosificar e inyectar, el cabezal de inyección 11 puede comprender, por ejemplo, un actuador electromecánico movido por un dispositivo o dispositivos de solenoide.

10 **[0058]** Aunque la instalación 13 puede ser de interés para el tratamiento de un recipiente 1 que permanece inmóvil con respecto al cabezal de inyección 11 durante el funcionamiento de este último, la instalación 13 está preferentemente diseñada para permitir un tratamiento de desalcalinización de uno o más recipientes de vidrio 1 en movimiento en relación con el cabezal de inyección 11, preferiblemente a una velocidad de al menos 25 m por minuto, más preferiblemente de al menos 30 m por minuto, y más preferiblemente de hasta 40 m por minuto, en particular para poder procesar, usando el cabezal de inyección 11, una pluralidad de recipientes 1 a una velocidad particularmente alta. Según una variante, la instalación 13 comprende, por una parte, medios para desplazar el cabezal de inyección 11 durante su funcionamiento, preferentemente a la citada velocidad, con respecto al recipiente 1 que permanece inmóvil (en la referencia terrestre). Según una variante más preferida, y como se ilustra esquemáticamente en las figuras 2 y 3, la instalación 13 comprende preferentemente un transportador 19 (por ejemplo cinta o rodillo), o cualquier otro medio conocido adecuado, diseñado para, capaz de, poner el (los) recipiente(s) 1 a tratar en movimiento con respecto al cabezal de inyección 11, que se mantiene estacionario (en el marco de referencia terrestre, por ejemplo mediante un marco fijado al suelo), preferiblemente a una velocidad de al menos 25 m por minuto, más preferentemente al menos 30 m por minuto, y más preferentemente hasta 40 m por minuto. En este caso, y como se ilustra en el ejemplo de la figura 2, el transportador 19 se puede colocar preferentemente debajo y mirando hacia el cabezal de inyección 11, pudiendo colocarse el recipiente 1 en vertical, con su fondo 7 apoyado sobre el transportador 19 y su abertura 4 orientada hacia arriba, de forma que dicha abertura 4 quede situada por debajo (y preferentemente a plomo) de la boca de salida 12 del cabezal de inyección 11. Opcionalmente, el transportador 19 puede ser el mismo que el transportador 17 que comprende, según el ejemplo propuesto anteriormente, el sistema de recogida 15 del recipiente 1 en vidrio saliendo de una máquina formadora 16.

30 **[0059]** Preferiblemente, la instalación 13 comprende un medio 20 de detección de la presencia del recipiente 1 corriente arriba del cabezal de inyección 11, y una unidad de control 21 conectada, mecánica o eléctricamente, por una parte a los medios de detección 20 y por otra parte al cabezal de inyección 11, para sincronizar el disparo del funcionamiento del cabezal de inyección 11 con la llegada del recipiente 1 al nivel del cabezal de inyección 11, y preferentemente frente a la boca de salida 12 de este último, como está previsto anterior en relación con el procedimiento según la invención. Por ejemplo, los medios de detección 20 pueden ser del tipo de barrera óptica y comprender o bien un emisor de haz de luz (por ejemplo, infrarrojos) colocado frente a una célula fotoeléctrica, o bien una célula de detección 22 que comprende tanto un emisor de haz de luz (por ejemplo, infrarrojos) como una célula fotoeléctrica y un reflector de luz 23 colocados frente a una célula fotoeléctrica, como en el ejemplo ilustrado en la figura 3. La célula de detección 22 y el reflector 23 están posicionados ventajosamente a ambos lados de la trayectoria de movimiento del recipiente 1, en un conocido distancia desde el cabezal de inyección 11. En ausencia del recipiente 1, la célula de detección 22 emite un haz de luz (mostrado en líneas de puntos en el 3) que es reflejado por el reflector 23 y detectado por la célula fotoeléctrica de la célula de detección 22. En este caso, la unidad de control 21 controla la parada del funcionamiento del cabezal de inyección 11. En presencia de un recipiente 1, el haz de luz es interrumpido (o al menos perturbado) por el recipiente 1, de modo que la célula fotoeléctrica no detecta un haz de luz (o detecta un haz de luz perturbado), que indica la presencia de un recipiente 1. En este caso, la unidad de control 21 controla, con un retraso de tiempo definido según la velocidad conocida de movimiento del recipiente 1, el disparo del funcionamiento del cabezal de inyección 11. De manera particularmente ventajosa, dicho medio de detección 20 del tipo barrera óptica se diseñará y dispondrá de manera que el haz de luz emitido sea interrumpido por el cuello 9 o el anillo 10 de un recipiente 1, y no por el cuerpo de este último, para permitir una sincronización más fina del funcionamiento del cabezal de inyección 11, y por tanto una inyección más precisa de la dosis predeterminada de líquido de tratamiento en la cavidad 3 del recipiente 1, cuando el este último alcanza el nivel del cabezal de inyección 11. Por supuesto, d otros medios de detección conocidos y adecuados, no necesariamente óptico, puede ser considerado.

55 **[0060]** Ventajosamente, los medios de introducción 18 del líquido de tratamiento pueden comprender una pluralidad de cabezales de inyección 11, o un único cabezal de inyección 11 provisto de una pluralidad de orificios de salida 12, para permitir la inyección de una dosis predeterminada de líquido de tratamiento simultáneamente en el cavidad 3 de una pluralidad de recipientes de vidrio 1 (estén o no estos últimos en movimiento con respecto a los cabezales de inyección 11), y/o permitir la inyección de dosis sucesivas de varias dosis predeterminadas de líquido de tratamiento en la cavidad 3 del mismo recipiente 1. Los medios de introducción 18 pueden comprender entonces, por ejemplo, una pluralidad de cabezas de inyección 11 separadas, montadas una tras otra a lo largo de la trayectoria de movimiento relativo de las cabezas de inyección y del (de los) recipiente(s) 1. Alternativamente y/o además, los medios de introducción 18 pueden comprender una pluralidad de cabezales de inyección separados 11 montados uno al lado del otro en una dirección transversal a la trayectoria de movimiento relativo de los cabezales de inyección y el (los) recipiente(s) 1, para permitir el procesamiento de recipientes de vidrio 1 dispuestos en filas.

65 **[0061]** Además o alternativamente a tales medios 20 para detectar la presencia del recipiente 1 corriente arriba del cabezal de inyección 11, la instalación 13 comprende ventajosamente, cuando está prevista para tratar sucesiva o simultáneamente una pluralidad de recipientes 1 en vidrio, un medio para controlando la posición relativa y colocando los

recipientes paso a paso, corriente arriba del (de los) cabezal(es) de inyección 11, para mejorar aún más la precisión de la inyección de la dosis predeterminada de líquido de tratamiento dentro de la cavidad 3 de los recipientes 1 a tratar. Dichos medios para controlar la posición relativa y ajustar el paso de los recipientes se conocen como tales en el campo del procesamiento de recipientes de vidrio, por lo que no es necesario describirlos aquí con más detalle.

5

**[0062]** Ventajosamente, la instalación 13 comprende un sistema de preparación y/o almacenamiento 24 del líquido de tratamiento, corriente arriba del cabezal de inyección 11 de los medios de introducción 18. Este sistema de preparación y/o almacenamiento 24 puede incluir ventajosamente, un sistema de mezcla de la sustancia de tratamiento y el líquido volátil, para obtener y/o mantener un líquido de tratamiento perfectamente homogéneo. Para mejorar aún más la repetibilidad y fiabilidad del tratamiento de desalcalinización, teniendo en cuenta las posibles variaciones de las condiciones climáticas, la instalación 13 según la invención comprende preferentemente, y por ejemplo a nivel del sistema, mencionado anteriormente, preparación y/o almacenamiento 24 del líquido de tratamiento, un sistema de regulación térmica 26 para mantener el líquido de tratamiento a una temperatura constante predefinida antes de que éste sea inyectado en la cavidad 3 del recipiente 1 por el cabezal de inyección 11. Ventajosamente, los medios de introducción 18 pueden comprender, y por ejemplo a nivel de dicho sistema de preparación y/o almacenamiento 24 del líquido de tratamiento, un sistema de presurización 27 del líquido de tratamiento corriente arriba o en el cabezal de inyección 11, por ejemplo, a una presión relativa entre 0,5 bar y 4 bar.

10

15

**[0063]** La instalación 13 puede comprender ventajosamente, corriente abajo de los medios de introducción 18 del líquido de tratamiento en la cavidad 3 del recipiente 1, y preferentemente por encima de la abertura 4 del recipiente 1, una o varias campanas de extracción 28 para aspirar eficazmente y evacuar los desprendimientos gaseosos resultantes de la reacción de desalcalinización del vidrio. La instalación 13 según la invención puede ventajosamente comprender, corriente abajo de los medios de introducción 18 del líquido de tratamiento en la cavidad 3 del recipiente 1, unos medios de transmisión 29 del recipiente tratado 1 a la entrada de un recocido 30 de recipientes de vidrio, como un horno de recocido industrial convencional. Los medios de transmisión 29 pueden comprender, por ejemplo, un brazo ventajosamente robotizado y/o un transportador 31 (por ejemplo, transportador de cinta o de rodillos), diseñado(s), dispuesto(s) y dimensionado(s) para recoger el recipiente 1 en vidrio tratado al nivel o corriente abajo de los medios de introducción 18 y llevarlo a la entrada del dispositivo de recocido 30.

20

25

**[0064]** Como se desprende de la lectura de la descripción detallada dada anteriormente, el proceso según la invención y la instalación para su implementación descrita anteriormente pueden integrarse ventajosamente directamente en procesos y líneas de fabricación industrial para envases de vidrio de borosilicato, pudiendo ser la instalación en cuestión colocado en una línea de fabricación, entre una máquina para formar recipientes de vidrio de borosilicato y un dispositivo para recocer estos últimos.

30

35

**[0065]** Ventajosamente, el procedimiento según la invención y la instalación para su implementación descrita anteriormente permiten la desalcalinización de la cara interior de la pared de un gran número de recipientes de vidrio de borosilicato, a un ritmo que puede ser superior a 400 viales/minuto en una sola fila (un solo cabezal de inyección) o a 800 botellas/minuto en doble fila (dos filas paralelas de recipientes en el transportador, dos cabezales de inyección), en particular para recipientes con una capacidad nominal de 5 mL a 50 mL, y esto logrando un nivel de resistencia hidrolítica de los recipientes tratados mejor que el que normalmente se consigue utilizando procesos e instalaciones conocidos para la desalcalinización mediante una sustancia de tratamiento sólida o gaseosa.

40

45

#### POSIBILIDAD DE APLICACIÓN INDUSTRIAL

**[0066]** La invención encuentra su aplicación en el campo de los procedimientos para el tratamiento de recipientes de vidrio, y más concretamente en el campo técnico de los procedimientos de desalcalinización de la pared interior de recipientes de vidrio, tales como los recipientes que forman recipientes de vidrio primarios para uso farmacéutico.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para desalcalinizar la cara interior (5) de la pared (2) de un recipiente de vidrio (1), tal como un vial, cuya pared (2) delimita una cavidad de carcasa (3) para un producto, **caracterizándose** dicho procedimiento por que comprende:
- una etapa de suministrar un recipiente (1) de vidrio de borosilicato, cuya cara interior (5) de la pared (2) está a una temperatura de al menos 350°C, y
  - una etapa de introducir en dicha cavidad de carcasa (3), estando dicha cara interior (5) a una temperatura de al menos 350°C, un líquido de tratamiento que contiene una sustancia de tratamiento diseñada para reaccionar bajo el efecto del calor de la cara interior (5) de la pared (2) del recipiente (1) para provocar la desalcalinización del vidrio.
- 10
- 15 2. El procedimiento según la reivindicación anterior, en el que
- dicha etapa de suministro es una etapa de suministrar un recipiente (1) de vidrio de borosilicato, cuya cara interior (5) de la pared (2) está a una temperatura entre 350°C y 850°C, preferiblemente entre 350°C y 800°C, aún preferiblemente entre 350°C y 700°C;
  - dicha etapa de introducción es una etapa de introducción de dicho líquido de tratamiento en dicha cavidad de carcasa (3), estando dicha cara interior (5) a una temperatura entre 350°C y 850°C, preferiblemente entre 350°C y 800°C, aún preferiblemente entre 350°C y 700°C.
- 20
- 25 3. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa de suministrar el recipiente (1) comprende una operación de recoger un recipiente (1) de vidrio de borosilicato a la salida de una máquina para formar en caliente un recipiente de vidrio de borosilicato a partir de una preforma de vidrio, estando dicho recipiente (1) todavía lo suficientemente caliente como para que la cara interior (5) de la pared (2) esté a una temperatura de al menos 350°C, preferiblemente entre 350°C y 850°C, preferiblemente entre 350°C y 800°C, aún preferiblemente entre 350°C y 700°C.
- 30 4. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha sustancia comprende un compuesto de azufre, en solución o en suspensión en un líquido volátil.
- 35 5. El procedimiento según la reivindicación anterior, en el que dicho compuesto de azufre es un sulfato de amonio, siendo dicho líquido volátil preferiblemente agua.
- 40 6. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho líquido de tratamiento tiene una concentración predefinida de dicha sustancia de tratamiento en solución que se acerca o justo por debajo de la concentración de saturación.
- 45 7. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha etapa de introducción comprende al menos una operación de inyectar una dosis predeterminada de dicho líquido de tratamiento.
- 50 8. El procedimiento según la reivindicación anterior, en el que el volumen de dicha dosis predeterminada de líquido de tratamiento se elige sustancialmente entre 5 µL y 50 µL, y preferiblemente entre 5 µL y 30 µL.
- 55 9. El procedimiento según la reivindicación 7 u 8, en el que la pared (2) del recipiente (1) delimita una abertura (4) que proporciona acceso a la cavidad de carcasa (3) del recipiente (1), realizándose dicha operación de inyección mediante un cabezal de inyección (11) situado a distancia de la abertura (4) del recipiente (1) y fuera de este último, inyectándose dicha dosis predeterminada como un cono de pulverización (C) lo suficientemente estrecho con respecto a la abertura (4) del recipiente (1) para que sustancialmente toda dicha dosis predeterminada acabe dentro de la cavidad (3) del recipiente (1).
- 60 10. El procedimiento según la reivindicación anterior, en el que el cabezal de inyección (11) está situado sustancialmente frente a la abertura (4) del recipiente (1) y a una distancia (d) de entre 1 cm y 20 cm, y preferiblemente entre 1 cm y 5 cm, desde dicha abertura (4) durante dicha etapa de inyección.
- 65 11. El procedimiento según la reivindicación 9 o 10, en el que dicho cono de pulverización (C) tiene un ángulo de vértice (θ) entre 0° y 5°, preferiblemente entre 0° y 1°.
12. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, en el que dicha operación de inyección se lleva a cabo mientras el recipiente (1) está en movimiento con respecto al cabezal de inyección (11), preferiblemente a una velocidad de al menos 25 m por minuto, todavía preferiblemente al menos 30 m por minuto, todavía preferiblemente hasta 40 m por minuto.
13. El procedimiento según la reivindicación anterior, que comprende una etapa de detección de la presencia del recipiente (1) aguas arriba del cabezal de inyección (11), previamente a la operación de inyección, para sincronizar el disparo de dicha operación de inyección con la llegada del recipiente (1) en el cabezal de inyección (11).

5

14. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 13, en el que dicha etapa de introducir el líquido de tratamiento en la cavidad de carcasa (3) del recipiente (1) comprende una pluralidad de operaciones sucesivas de inyección de dicha dosis predeterminada de dicho líquido de tratamiento.

15. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho recipiente (1) está hecho de vidrio moldeado.

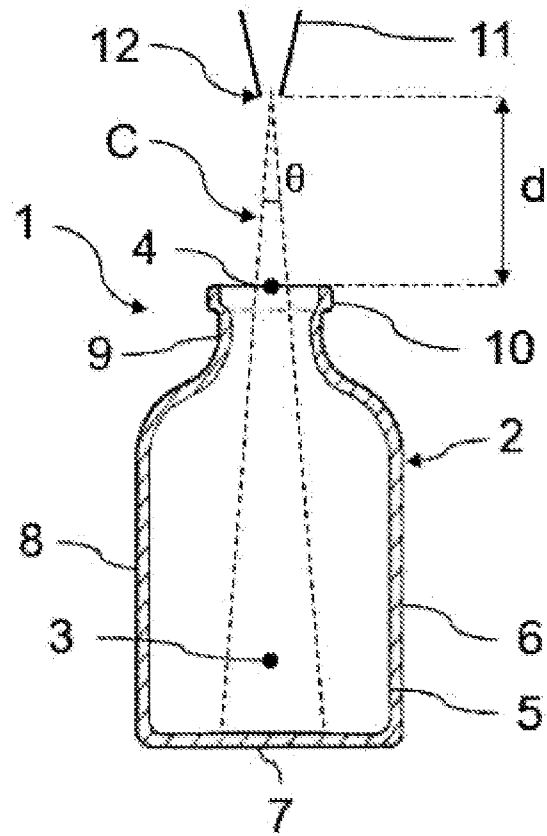


FIG. 1

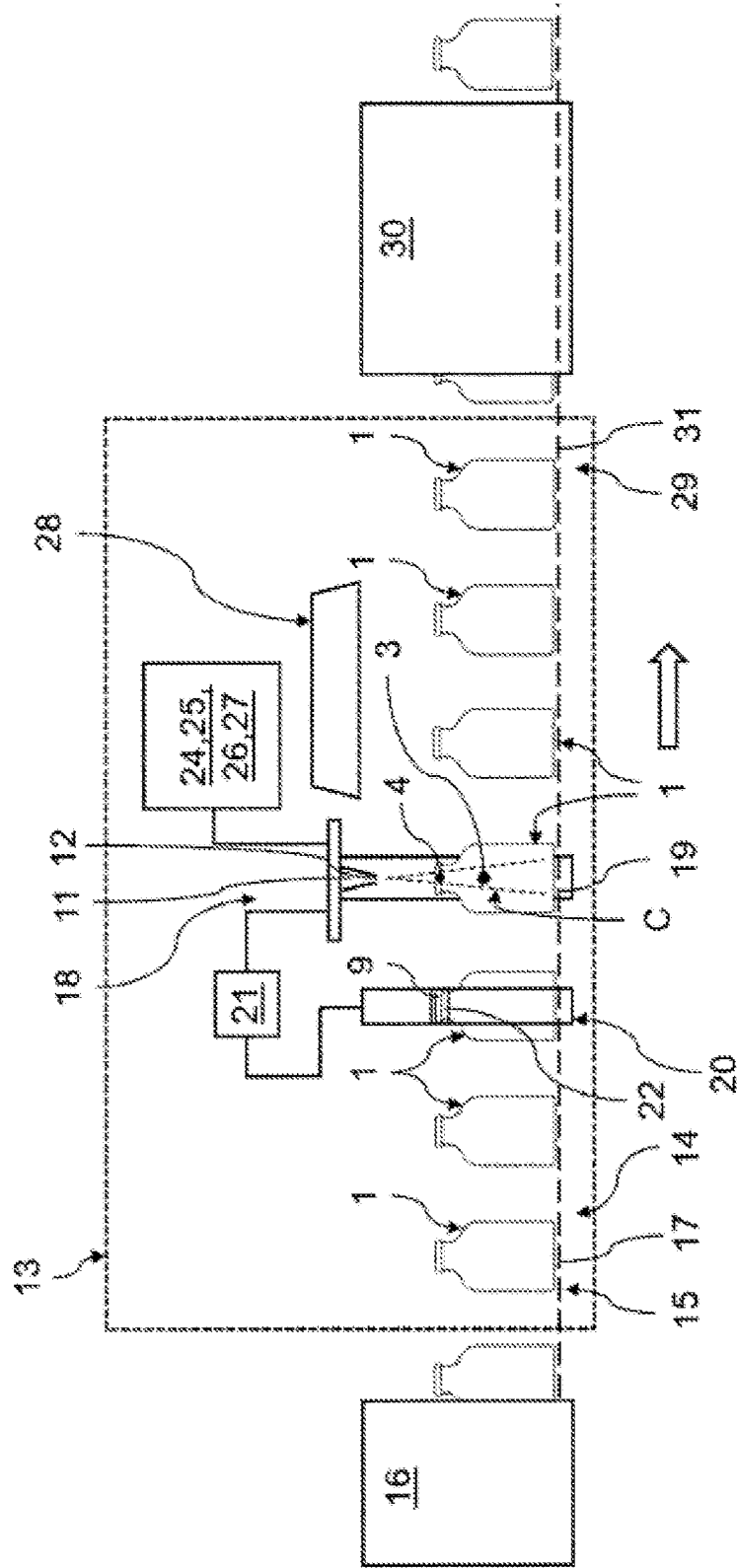


FIG. 2

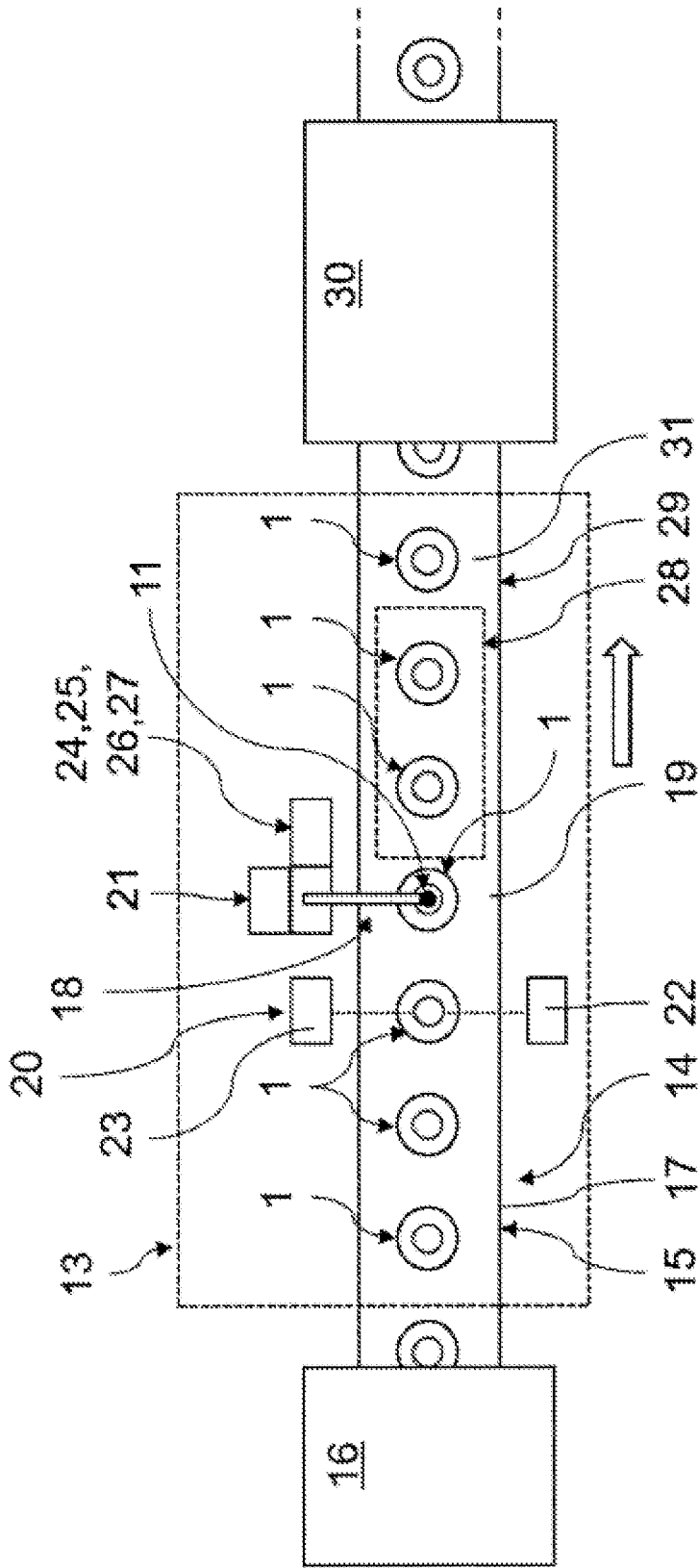


FIG. 3