

INFLUÊNCIA DO TORQUE DE FECHAMENTO NO TORQUE DE REMOÇÃO IMEDIATO DE TAMPAS PLÁSTICAS

*Paula F. JanettiBócoli
Sandra Balan M. Jaime*

O torque pode ser entendido como uma forma de avaliar a característica de aplicação ou remoção de tampas rosqueáveis. O torque de abertura afeta diretamente a percepção do consumidor com relação à qualidade da embalagem e do sistema de fechamento empregado, sendo que uma percepção negativa pode estar relacionada à dificuldade de abertura e, consequentemente, à existência de um torque de remoção excessivo da tampa. Um comprometimento da integridade e hermeticidade do sistema de fechamento empregado, contudo, podem ser decorrentes de um torque de fechamento ou de aplicação da tampa abaixo do recomendado.

O torque é definido como o momento de uma força ou sistema de forças (força x distância radial) que tende a causar a rotação de uma tampa sobre a terminação de uma determinada embalagem. Segundo a norma ASTM D 3198-97 (2002), quando o torque é realizado com o objetivo de fechar a embalagem, é denominado torque de aplicação e quando realizado no sentido contrário, causando a abertura da embalagem, é denominado torque de remoção. Sua característica pode ser afetada por fatores como o dimensional da tampa e da terminação, do tipo de material da tampa e do vedante empregado ou se o sistema de embalagem foi submetido a algum tipo de processamento térmico, posteriormente ao acondicionamento do produto.

Para embalagens para produtos farmacêuticos a Farmacopeia Americana – USP 33 apresenta uma ampla faixa de valores de torque de fechamento em função do diâmetro da tampa. Os principais tipos de tampas rosqueáveis utilizadas no segmento farmacêutico são produzidos em polipropileno – PP e podem ser utilizados tanto para embalagens de vidro e plásticas destinadas ao acondicionamento de produtos líquidos ou sólidos (drágeas). Os diâmetros mais utilizados são as tampas de 18, 24 e 28 mm. De acordo com a Farmacopeia Americana, para tampas com diâmetro de 18 mm o torque de aplicação deve estar entre 7 e 10 lbf.pol; para um diâmetro de 24 mm o torque deve estar entre 10 e 18 lbf.pol e um diâmetro de 28 mm, o torque deve estar entre 12 e 21 lbf.pol (CONTAINERS, 2010).

Para levantar informações técnicas a respeito dos fatores que influenciavam no sistema de fechamento de embalagens para produtos farmacêuticos, o CETEA desenvolveu um estudo financiado pela FAPESP (Processo FAPESP 07/54492-0), que avaliou frascos de vidro e de plástico (polietileno tereftalato - PET e polietileno de alta densidade - PEAD), no período de 2008 a 2010. O estudo teve por objetivo a avaliação dos principais fatores que influenciavam na perda de integridade e da barreira à umidade dos sistemas de embalagem, associados às alterações dimensionais, torque de aplicação de tampas e do tipo de material. Tais informações são relevantes para a escolha e seleção prévia da embalagem/material em função dos requisitos de proteção do produto, anteriormente aos estudos de estabilidade do medicamento, exigidos pela legislação nacional em vigor.

Um dos parâmetros avaliados no estudo buscou verificar a influência do torque de fechamento no torque de remoção imediato. Neste boletim técnico são apresentados os resultados obtidos na caracterização dimensional de terminações 18, 24 e 28 mm de frascos de vidro, PET e PEAD e a influência do torque de aplicação no torque de remoção imediato das tampas plásticas. Os demais resultados obtidos foram ou serão publicados em compêndios nacionais e internacionais.

As embalagens analisadas são descritas na Tabela 1.

TABELA 1. Descrição dos frascos avaliados (vidro, PET e PEAD).

Frasco		Material	Caracterização
18 mm/30 mL		Vidro ¹	Massa: 37,7 g Diâmetro do corpo: 34,0 mm Altura total: 74,0 mm
		PET	Massa: 8,6 g Diâmetro do corpo: 31,6 mm Altura total: 73,7 mm
24 mm/30 mL		Vidro ²	Massa: 37,4 g Diâmetro do corpo: 32,8 mm Altura total: 74,2 mm
		PET	Massa: 8,4 g Diâmetro do corpo: 31,6 mm Altura total: 72,1 mm
		PEAD	Massa: 7,0 g Diâmetro do corpo: 31,0 mm Altura total ³ : 68,8 mm
28 mm/120 mL		Vidro ³	Massa: 93,2 g Diâmetro do corpo: 52,0 mm Altura total: 104,7 mm
		PET	Massa: 15,4 g Diâmetro do corpo: 49,2 mm Altura total: 100,9 mm

1- Terminação denominada BR GL-18 DIN 168 conforme ABNT NBR 11819 (2004)

2- Terminação denominada GPP 24 BR conforme ABNT NBR 11819 (2004)

3- Terminação denominada MCAP-2 28 conforme ABNT NBR 11819 (2004)

As tampas plásticas rosqueáveis avaliadas foram produzidas em PP, sendo que a tampa 18 mm era constituída por batoque interno alto (*plugseal*), sem vedante (*liner*), para ser utilizada em embalagens sem gotejador interno. As tampas 24 e 28 mm, contudo, apresentavam vedante (*liner*) interno de polietileno de baixa densidade - PEBD e à base de etileno acetato de vinila -EVA, respectivamente. Todas as tampas apresentavam lacre anti-violação tipo Tab 360°.

Os parâmetros dimensionais da terminação das embalagens de vidro, PET e PEAD, foram determinados com o auxílio de um Projetor de Perfil, Mitutoyo, modelo PJ 300, contendo cabeçotes micrométricos digitais, com resolução de 0,001 mm. A Figura 1 apresenta as ilustrações esquemáticas das terminações de diâmetros 18, 24 e 28 mm, contendo as indicações dos parâmetros dimensionais avaliados, conforme norma ABNT NBR 11819 (2004) e a Tabela 2 apresenta os resultados obtidos.

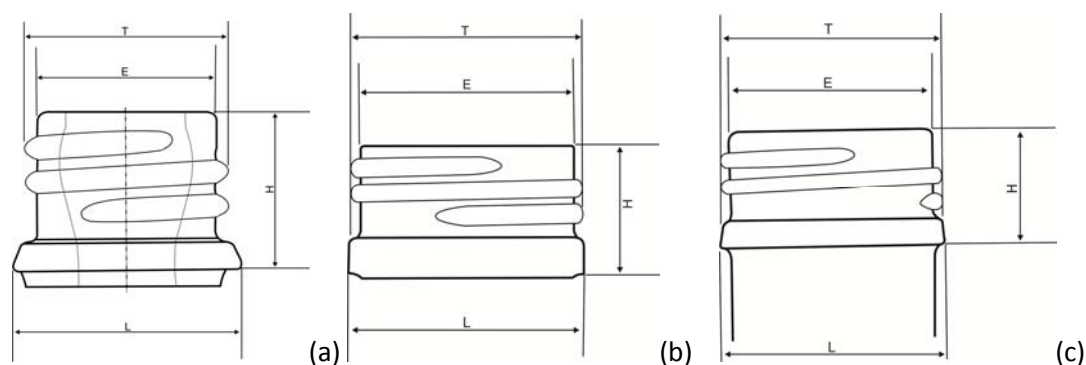


FIGURA 1. Ilustrações esquemáticas das terminações com a indicação dos parâmetros dimensionais avaliados: (a) BR GL-18 DIN 168, (b) GPP 24 BR e (c) MCA2-P 28.

TABELA 2. Caracterização dimensional das terminações 18, 24 e 28 mm.

Embalagem		Parâmetro ² (mm)			
		T	E	L	H
18 mm/30 mL	Vidro	17,61±0,06	15,70±0,06	19,84±0,06	13,65±0,07
	PET	17,76±0,09	13,99±0,03	20,08±0,04	13,68±0,12
Especificações ¹		17,50 – 18,00	15,50 – 16,00	19,70 – 20,30	13,50 – 13,90
24 mm/30 mL	Vidro	23,61±0,14	21,27±0,10	23,79±0,12	12,67±0,14
	PET	23,48±0,03	21,54±0,03	23,98±0,05	12,67±0,17
	PEAD	23,40±0,10	20,24±0,15	24,18±0,15	12,77±0,16
Especificações ¹		23,16 – 23,67	21,05 – 21,44	23,67 – 24,18	12,58 – 12,95
28 mm/120 mL	Vidro	27,12±0,05	24,97±0,06	27,85±0,08	13,97±0,11
	PET	27,35±0,04	24,96±0,04	28,00±0,04	13,93±0,02
Especificações ¹		27,00 – 27,50	24,80 – 25,30	27,70 – 28,30	14,00 – 14,40

1- Especificações estabelecidas na norma ABNT NBR 11819 (2004) para as embalagens de vidro.

2- Valores médios e desvio-padrão correspondentes a 10 determinações.

Os frascos de vidro com terminação 18 e 24 mm atenderam em média a todas as especificações estabelecidas na norma NBR 11819 (2004). O frasco com terminação 28 mm atendeu aos limites dimensionais, com exceção do parâmetro H, que apresentou resultado médio abaixo do especificado.

Comparando-se a mesma especificação para a terminação dos demais frascos, embora a norma NBR 11819 seja específica para frascos de vidro, observou-se que o parâmetro E da terminação 18 mm do frasco de PET apresentou divergência com relação à especificação cerca de 12% abaixo do limite estabelecido. Este mesmo parâmetro para a terminação 24 mm do frasco de PET apresentou valor cerca 0,5% acima do limite. Para o frasco de PEAD, o valor encontrado para o parâmetro E foi 4% abaixo do limite mínimo especificado. Avaliando-se ainda os resultados obtidos para o parâmetro T, pode-se observar um menor resultado médio para o frasco PEAD, comparativamente aos frascos de vidro e PET de 24 mm, embora em termos médios, esse parâmetro tenha atendido aos limites especificados. Semelhante ao frasco de vidro com terminação 28 mm, o parâmetro H do frasco de PET também apresentou resultado médio abaixo do especificado.

Em seguida, o torque de aplicação ou remoção das tampas foi efetuado utilizando-se torquímetro digital Mecmesin, modelo Vortex MK, com célula de carga com capacidade de aplicação de torque de até 10 N.m (88 lbf.pol), adquirido com os recursos do projeto. Considerou-se a velocidade de aplicação e remoção das tampas constante e igual a 5 rpm, para eliminar a influência do operador nos resultados de torque durante os ensaios, conforme demonstrado em JAIME et al. (2012).

Para as embalagens de terminação 18 mm foram aplicados os valores de torque de fechamento mínimo e máximo, correspondente a 7 e 10 lbf.pol, respectivamente, sugeridos pela Farmacopeia, independentemente do material (vidro ou PET). No caso dos diâmetros de terminação 24 e 28 mm foi aplicado o torque mínimo, porém não foi possível atingir os valores máximos de torque de fechamento de 18 e 21 lbf.pol, respectivamente, independentemente do material (vidro, PET ou PEAD).

Assim, para os frascos de vidro e PET de terminação 24 mm foi aplicado um torque máximo de 13 lbf.pol e para os frascos de terminação 28 mm foi aplicado o torque máximo de 15 lbf.pol. Observou-se que valores de torque acima dos máximos aplicados favoreciam muitas vezes o giro em falso da tampa (tampa espanada) e, em alguns casos, o rompimento do lacre durante a sua aplicação. Esse comportamento foi observado em especial para as embalagens de terminação 24 mm independentemente do material. Para a embalagem de PEAD não foi possível a aplicação de um segundo torque de fechamento, pois acima de 10 lbf.pol a tampa não se fixava na terminação, girava em falso e, em alguns casos, ocorria o rompimento do lacre de segurança durante a sua aplicação.

Segundo a Enercon, uma regra para determinação do torque de fechamento é ajustar o valor de torque (em lbf.pol) considerando-se a metade do diâmetro da tampa/liner (em mm), ou seja, uma tampa/liner de diâmetro 38 mm irá requerer um torque médio de 19 lbf.pol (ENERCON..., 2014).

De acordo com os resultados obtidos para os diâmetros de tampas avaliadas, pode-se sugerir como critério para a determinação dos valores máximos de torque a metade do diâmetro da terminação acrescido de 1, ou seja, numa embalagem de 18, 24 e 28 mm o torque máximo será correspondente a 10, 13 e 15 lbf.pol, respectivamente.

Vale ressaltar que para todas as tampas avaliadas o torque máximo aplicado favoreceu um abaulamento da tampa sobre os filetes de rosca da terminação, com aparência de torque excessivo, independentemente do material de embalagem.

De acordo com a caracterização dimensional das terminações, pode-se dizer que as divergências observadas nos parâmetros T e E do frasco de PEAD, comparativamente aos frascos de vidro e PET, contribuíram para o ajuste pouco efetivo da tampa na terminação do frasco para maiores valores de torque de fechamento. Essas divergências podem ser associadas ainda ao processo de fabricação, extrusão e sopro, empregado para o frasco de PEAD, que impede uma maior precisão dimensional dessa região. Os frascos de PET apresentam uma melhor qualidade dimensional da terminação comparativamente ao frasco de PEAD, pois são produzidos por meio do processo *Injection Blow Molding*, sendo inicialmente formada uma pré-forma juntamente com a terminação da embalagem. O processo de fabricação de frascos de vidro

com a formação inicial da terminação também garante uma qualidade dimensional adequada a essa embalagem.

Na sequência do estudo, foi verificada a influência do torque de fechamento no torque de remoção imediato, correspondente ao torque de remoção medido em um intervalo entre 1 a 5 minutos após a aplicação da tampa, conforme especificado na norma ASTM D 2063 (2009). Foi também determinado o torque necessário para o rompimento do lacre de segurança. Em cada condição de torque de aplicação foram utilizadas 10 unidades de embalagem para cada diâmetro de terminação.

As Figuras 2 a 4 apresentam os resultados de torque obtidos e a Tabela 3 apresenta os resultados da análise estatística feita por meio de análise de variância e comparação entre médias pelo teste de Tukey HSD – *Honest Significant Difference*, ao nível de confiança de 95%, através do software Action versão 2.6 (2014).

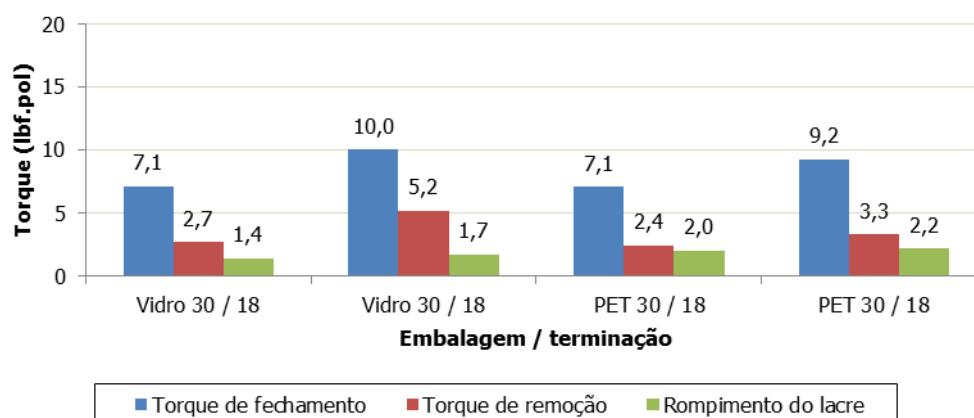


FIGURA 2. Resultados de torque obtidos para as tampas de 18 mm aplicadas nos frascos de vidro e de PET de 30 mL.

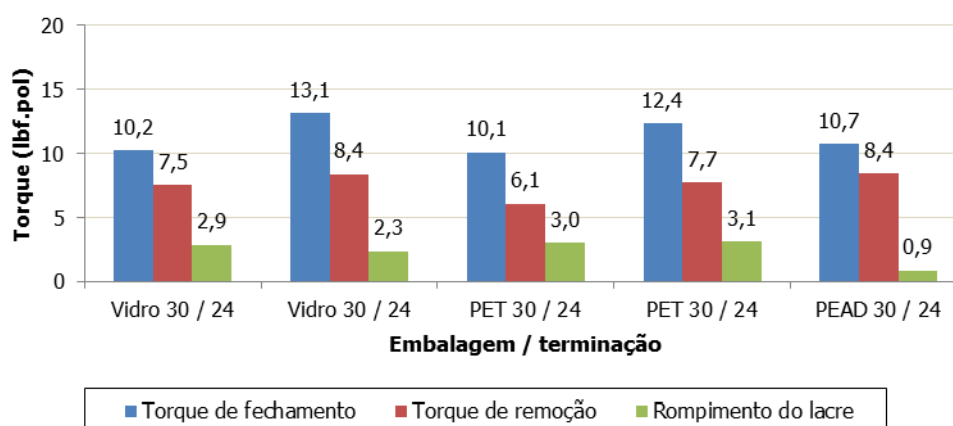


FIGURA 3. Resultados de torque obtidos para as tampas de 24 mm aplicadas nos frascos de vidro, PET e PEAD de 30 mL.

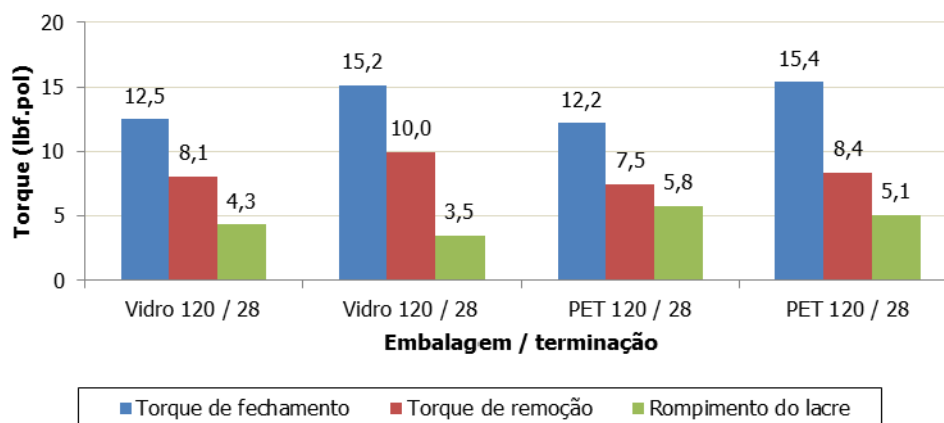


FIGURA 4. Resultados de torque obtidos para as tampas de 28 mm aplicadas nos frascos de vidro e de PET de 120 mL.

TABELA 3. Análise estatística dos resultados ao nível de confiança de 95%.

Condição de análise estatística		Torque aplicação	Abertura	Rompimento do lacre
Vidro/PET	18 mm/30 mL	7 lbf.pol	-	+
		10 lbf.pol	+	+
Vidro/PET	24 mm/30 mL		+	-
Vidro/PEAD		10 lbf.pol	+	+
PET/PEAD			+	+
Vidro/PET		13 lbf.pol	-	+
Vidro/PET	120 mL/28 mm	12 lbf.pol	-	+
		15 lbf.pol	+	+

(+) $p < 0,05$: diferença significativa

(-) $p > 0,05$: sem diferença significativa

De acordo com os resultados, pode-se observar que independentemente do diâmetro da terminação, o aumento da intensidade do torque de aplicação favoreceu um aumento do torque necessário para a remoção da tampa, independentemente do material de embalagem (vidro ou PET), diferindo estatisticamente ao nível de confiança de 95%.

Quando aplicado o torque de fechamento de 10 lbf.pol nos frascos de terminação 24 mm, pode-se observar que o torque de remoção apresentou diferença estatisticamente significativa, sendo que o PEAD apresentou um torque de remoção cerca de 23% em média acima dos resultados obtidos para os frascos de vidro e PET.

Em todas as condições avaliadas, o frasco de vidro evidenciou maior torque de remoção para uma mesma intensidade de torque de fechamento, o que pode ser atribuído à rugosidade da superfície da terminação do vidro, comparativamente ao PET.

Em geral, o torque necessário para o rompimento do lacre apresentou diferença estatisticamente significativa quando avaliados materiais de embalagem diferentes para um mesmo torque de aplicação, com exceção dos frascos de vidro e PET de terminação 24 mm, quando aplicado torque de 10 lbf.pol. Para um mesmo material de embalagem, entretanto, o torque necessário para o rompimento do lacre não demonstrou diferença estatisticamente significativa independentemente da intensidade do torque de aplicação.

Não foi percebida alteração na característica da forma de rompimento do lacre de segurança dos frascos de vidro e PET de terminação 28 mm, embora tenham apresentado valores médios do parâmetro H abaixo do especificado.

Portanto, com base nos resultados obtidos, pode-se verificar que as alterações dimensionais da terminação é um fator que pode comprometer o desempenho da embalagem em relação ao sistema de fechamento e dificultar a aplicação adequada da tampa.

Ficou demonstrado que a intensidade do torque de remoção é proporcional à intensidade do torque de fechamento, independentemente do diâmetro da terminação ou material da embalagem (vidro e PET). Para um mesmo torque de fechamento verificou-se também que o torque necessário para o rompimento do lacre apresentou desempenho diferente em relação ao material de embalagem. Contudo, para um mesmo material de embalagem, o torque necessário para o rompimento do lacre não demonstrou diferença estatisticamente significativa independentemente da intensidade do torque de aplicação.

É importante ressaltar que o aspecto da superfície da terminação (com maior ou menor rugosidade), as propriedades viscoelásticas dos materiais envolvidos e a força de fricção ou de atrito entre as superfícies da tampa/vedante e terminação das embalagens são fatores que podem contribuir para alterações no desempenho do fechamento quanto ao torque.

Referências

ASTM INTERNATIONAL. **ASTM D 2063/D 2063M-09 (2009)**: standard test methods for measurement of torque retention for packages with continuous thread closures. Philadelphia, 2009. 4p.

ASTM INTERNATIONAL. **ASTM D 3198-97 (Reapproved 2002)**: standard test method for application and removal torque of threaded or lug-style closures. Philadelphia, 1997. 3p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. Frascos de vidro para produtos farmacêuticos – Requisitos e métodos de ensaio. **ABNT NBR 11819**. Rio de Janeiro, 2004. 36p.

CONTAINERS: performance testing. In: THE UNITED STATES PHARMACOPEIAL CONVENTION. **The United States Pharmacopeia**. USP 33; NF 28. Rockville: The United States Pharmacopeial Convention, Inc., 2010. Part 671. 8p.

ENERCON INDUSTRIES CORPORATION. Setting your cap sealer's power level. Disponível em: <<http://www.enerconind.com/Sealing/Support/General-Principles/Setting-your-cap-sealer-s-power-level.aspx>>. Acesso em: 12 jun. 2014.

JAIME, S. B. M.; ALVES, R. M. V.; BORDIN, M. R.; JANETTI, P. F. **Influência da velocidade no torque de remoção de tampas plásticas rosqueáveis para produtos farmacêuticos**. Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada, 2012; 33(2): 245 – 253.