

**Tramitação Editorial:**

ISSN: **2595-1661**

Data de submissão: **28/09/2020.**

Data de reformulação: **10/10/2020**

Data do aceite: **29/10/2020**

DOI: <http://doi.org/10.5281/zenodo.4167376>

Publicado: **2020-10-31**

**QUALIFICAÇÃO DE MATERIAL FLEXÍVEL PVC / PVC - PVDC NA INDÚSTRIA FARMACÊUTICA**

*QUALIFICATION OF FLEXIBLE PVC / PVC MATERIAL - PVDC IN THE PHARMACEUTICAL INDUSTRY*

*Daniel Oliveira de Souza<sup>1</sup>  
Pedro Henrique Alves Martins<sup>2</sup>  
Fellipe José Gomes Queiroz<sup>3</sup>*

**RESUMO:**

O PVC **Poli(cloreto e vinila)** é um material bastante utilizado na confecção de diversas embalagens e molduras, na indústria farmacêutica o PVC e o PVC/PVDC **Poli(cloreto e vinila)** dão a vida ao blister embalagem que protege o comprimido de diversas maneiras, sua barreira inibi o contato do comprimido com ar, bactérias, umidades etc. Com o avanço industrial, o blister tem ocupado um maior segmento entre os tipos de embalagens farmacêuticas. Alguns materiais como o PVC, são bastante utilizados na fabricação do blister, possuindo baixo custo e boa termoformabilidade a indústria farmacêutica busca qualificar fornecedores terceiros

<sup>1</sup> Faculdade Sena-Aires, FACESA, Valparaiso – GO. Graduando em Farmácia 8º período pela Faculdade Sena-Aires, FACESA, Valparaiso – GO. Lattes: <http://lattes.cnpq.br/5942865175499163>. Orcid: <https://orcid.org/0000-0001-7887-5235>. E-mail: [danielsouza9290@gmail.com](mailto:danielsouza9290@gmail.com)

<sup>2</sup> Faculdade Sena-Aires, FACESA, Valparaiso – GO. Graduando em Farmácia 8º período pela Faculdade Sena-Aires, FACESA, Valparaiso – GO Lattes: <http://lattes.cnpq.br/6731018796360234>. Orcid: <https://orcid.org/0000-0002-4966-6132>. E-mail: [Pedro.novato@hotmail.com](mailto:Pedro.novato@hotmail.com)

<sup>3</sup> Mestre em Ciências Farmacêuticas; Bacharel em Farmácia. Afiliação institucional: Faculdade de Ciências e Educação Sena Aires – FACESA. CV. Lattes: <http://lattes.cnpq.br/1939428749184971>. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2268-4138>. E-mail: [fellipegomes2008@gmail.com](mailto:fellipegomes2008@gmail.com).

para atender os requisitos de BPF boas práticas de fabricação, e se assegura que aquele material irá atender as necessidades de proteção exigida pela ANVISA

**Palavra-chave:** Testes físicos químicos para qualificação de materiais flexíveis; qualificações de embalagens; PVC

#### **ABSTRACT**

*Poly PVC (chloride and vinyl) is a material widely used in the manufacture of various packaging and frames, in the pharmaceutical industry PVC and PVC / PVDC Poly (chloride and vinyl) give life to the blister packaging that protects the tablet in several ways, its barrier inhibits the contact of the tablet with air, bacteria, moisture etc. With the industrial advance, the blister has occupied a larger segment among the types of pharmaceutical packaging. Some materials, such as PVC, are widely used in the manufacture of blisters, having low cost and good thermoformability. The pharmaceutical industry seeks to qualify third-party suppliers to meet GMP requirements and good manufacturing practices, and ensures that that material will meet all the needs of protection required by ANVISA*

**Keyword:** Physical chemical tests for qualification of flexible materials; packing qualification; PVC

## **INTRODUÇÃO**

### **EMBALAGEM FLEXÍVEL**

Embalagens plásticas flexíveis são aquelas cujo formato depende da forma física do produto acondicionado e sua espessura é inferior a 250 µm, pode ser produzido para produtos higiênicos, alimentos, limpeza e medicamentos, fundos termoformáveis flexíveis que se conformam ao produto e etc. os materiais flexíveis destacam-se pela relação otimizada entre a massa de embalagem e a quantidade de produto acondicionado e pela flexibilidade que oferecem ao dimensionamento de suas propriedades.<sup>1,2,3</sup>

É possível construir estruturas de embalagens flexíveis específicas para cada aplicação, ou solicitação da indústria para cada tipo desenvolvimento do material de embalagem, e tendo em vista o nível de proteção exigido pelo produto a ser acondicionado, o desempenho esperado na máquina de acondicionamento, a resistência necessária inibir qualquer tipo de contágio às solicitações do sistema de distribuição, a inclusão de sistemas de fácil abertura, de refeitamento se necessário e de proteção contra violação, contato com oxigênio, bactérias e etc.<sup>1,2,3</sup>

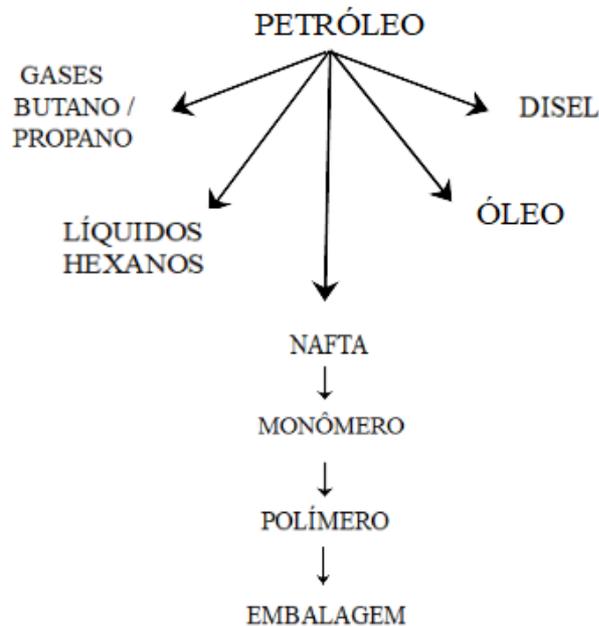
### **CONCEITOS BÁSICOS SOBRE POLÍMEROS:**

Plásticos é da família do polímero. Um polímero é uma macromolécula estruturada de unidades menores, os monômeros, que se ligam pelas diversas reações químicas. O número de unidades estruturais repetidas várias vezes numa macromolécula que é denominado grau de polimerização. Podendo ser sintetizados a partir do petróleo ou do gás natural, ou mesmo derivados de compostos naturais obtidos de fontes renováveis (biopolímeros).<sup>1,2,4,5,6,7</sup>

A polimerização é a reação das moléculas menores conhecida como monômeros (figura 1) que se agrupam quimicamente por valência principais e forma

uma molécula longa com mais ou menos ramificações com a mesma composição centesimal. Os polímeros podem ser moldados de diversas formas e modelo repetidamente, com auxílio de calor e pressão, são denominados termoplásticos.<sup>6,7,8,9,10</sup>

Dependem da sua natureza química e física do polímero, a qual é determinada pela estrutura química do monômero, pelo arranjo e massa molecular das cadeias poliméricas e pelo nível e forma de interação entre as macromoléculas. Esses fatores, por sua vez, determinam o grau de cristalinidade, a densidade e as temperaturas de transição física do polímero.<sup>8,9,10</sup>



**Figura 1:** Origem dos materiais polímeros. Fonte:<sup>2</sup>

#### MASSA MOLECULAR:

O grau de polimerização expressa a medida do número de monômeros e comonômeros utilizados na formação da macromolécula, sendo a massa molecular uma indicação do seu tamanho. O processo industrial de polimerização tem uma variação entre as características das massas moleculares e de cada molécula individual. Os materiais poliméricos também são caracterizados pela massa molecular média, quanto mais ampla a distribuição de massa molecular, maior a quantidade de moléculas com massas moleculares inferiores e superiores à média.<sup>6,7</sup>

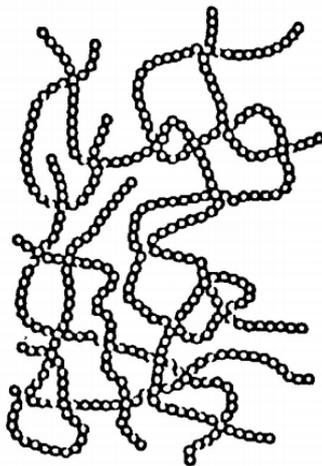
#### DENSIDADE:

A densidade por sua vez é função da composição química, que corresponde a massa molecular das macromoléculas individuais e representa a forma como estas estão compactadas (referente aproximação entre as cadeias). As poliolefinas, são polímeros compostos de carbono e hidrogênio, não apresentam átomos pesados e, por vez sua massa por unidade de volume é relativamente baixa, densidade menor que  $1,0\text{g/cm}^3$ . Com a presença de diversos elementos como oxigênio, cloro, flúor ou bromo que tende a aumentar a densidade do polímero, como exemplo de poli(cloreto

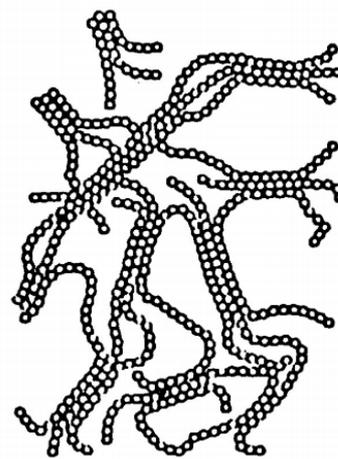
de vinila) - PVC, que tem densidade da ordem de  $1,4\text{g/cm}^3$  e do poli(cloreto de vinilideno) - PVDC, com densidade em torno de  $1,7\text{g/cm}^3$ .<sup>1,8,9,10</sup>

**CRSITALINIDADE:**

A solidificação dos termoplásticos assume uma estrutura amorfa ou semicristalina, quando as macromoléculas se arranjam aleatoriamente ou quando se alinham respectivamente. Com relação à organização tridimensional das macromoléculas, o polímero é amorfo ou semicristalino. Um polímero cristalizável, quando resfriado a partir da forma fundida, as regiões cristalinas se formam no início dos núcleos individuais. Em vez de grãos individuais, como ocorre com substâncias cristalizáveis de baixa massa molecular, de acordo com os metais, que tem uma estrutura bem mais complexa é formada a partir de cada núcleo. Com o longo comprimento das macromoléculas, grande parte delas não consegue se alinhar para formar a cristalização, isso evita a completa cristalização do polímero, diferentemente dos metais (Figuras 2). As áreas ordenadas são denominadas cristalitos e as desordenadas, amorfas.<sup>1,8,9,10</sup>



Polímero amorfo

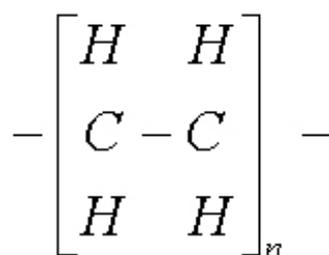


Polímero semicristalino

**Figuras 2:** Representação da organização molecular de polímeros amorfos e semicristalinos. Fonte:<sup>1</sup>

**POLIETILENOS – PE:**

Existe uma camada de PE na formação do PVC/PVDC que a indústria farmacêutica utiliza para confecção dos blister que comporta os comprimidos. A estrutura básica do polietileno é  $(-\text{CH}_2)_n$  nela existem ramificações ou cadeias laterais, isso em maior ou menor quantidade. Essa ramificação e o comprimento das ramificações laterais tem influência considerável sobre as características e formação do material, se eles se tronarem obstáculos à formação de regiões cristalinas. Se o grau de ramificação das cadeias polímeras for menor, maior a cristalinidade e, conseqüentemente, por sua vez maior a densidade, durante o resfriamento do

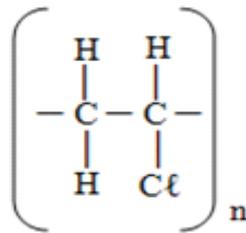


polímero, o polietileno tende a formar regiões cristalinas. A evolução do processo de polimerização foi motivada pela necessidade de controlar a estrutura molecular do polietileno figura 3.<sup>11,12,13,14,15</sup>

**Figura 3:** Estrutura química PE polietileno. Fonte:<sup>2</sup>

POLI(CLORETO E VINILA) – PVC

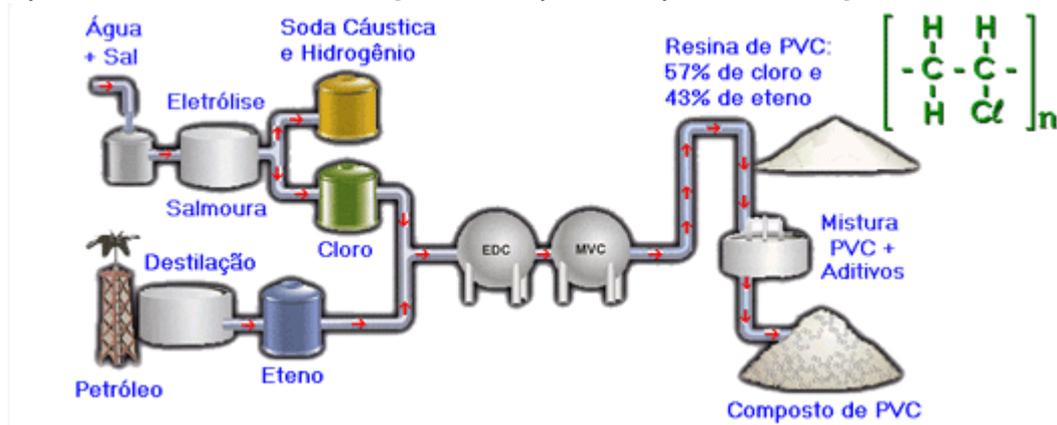
O poli(cloreto de vinila) – PVC é um homopolímero termoplástico produzido a partir da polimerização do monômero cloreto de vinila. (Figura 4)



**Figura 4 :** Estrutura química do poli(cloreto de vinila). Fonte:<sup>2</sup>

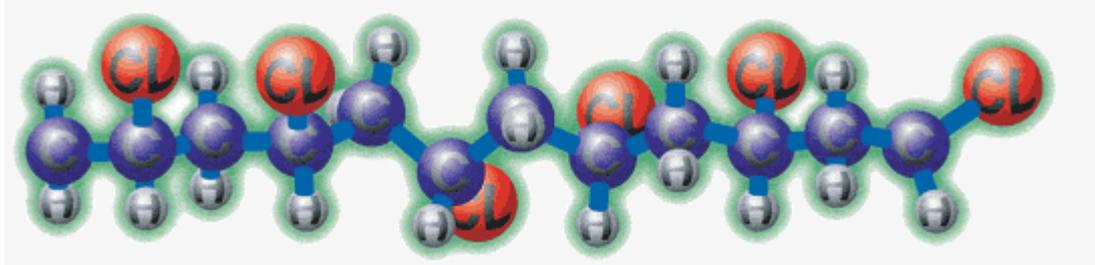
O PVC é um produto de grande versatilidade e que está mais presente no nosso dia-a-dia do que podemos imaginar. Ele é formado a partir do 1,2-dicloroetileno, obtido da reação de cloro com etileno. O etileno é derivado da indústria petroquímica, enquanto o cloro é extraído do cloreto de sódio, NaCl. O PVC é um polímero derivado do petróleo, que representa apenas 43% desta resina e 57% de fonte inorgânica, o sal NaCl (figura 5).<sup>8,9,10,11,12,13,14,15</sup>

O PVC pode ser produzido com propriedades específicas para as mais diversas aplicações o que o torna um dos polímeros lineares mais importantes e diversificados. Por esse motivo, o PVC atende a requisitos tão distintos como o filme flexíveis transparentes até os de tubulações e esquadrias para construção civil.<sup>11,12,13,14,15</sup>



**Figura 5:** Fabricação do PVC. Fonte: <https://www.fazfacil.com.br/reforma-construcao/pvc-policloreto-vinila/>

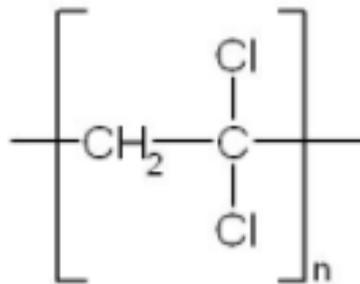
Leve (1,4 g/cm<sup>3</sup>), o que facilita seu manuseio e aplicação, resistente à ação de fungos, bactérias, insetos e roedores, resistente à maioria dos reagentes químicos, bom isolante térmico, fabricado com baixo consumo de energia.<sup>8,9,10</sup>



**Figura 6:** Estrutura física da massa do PVC. Fonte: <http://www.luperplas.com.br/o-pvc/>

### COPOLÍMEROS DE CLORETO DE VINILIDENO - PVDC

O poli(cloreto de vinilideno) – PVDC é um termoplástico baseado no homopolímero 1,1-dicloetileno (figura 1.4)



**Figura 7:** Estrutura química do poli(cloreto de vinilideno). Fonte:<sup>2</sup>

O cloreto de vinilideno é um monômero com um átomo de cloro a mais do que o monômero cloreto de vinila. O homopolímero ele é mais difícil de processar e resulta em um filme muito mais rígido, ele é copolimerizado com monômeros vinílicos, como cloreto de vinila, com acrilatos ou nitrilas, isso depende das propriedades desejadas.<sup>11,12,13,14,15</sup>

As propriedades dos copolímeros de PVDC varia do grau de polimerização, do tipo e propriedades dos comonômeros e suas proporções relativas. As principais propriedades do PVDC incluem baixa permeabilidade a gases, ao vapor d'água e aromas, alta resistência química (óleos, solventes, ácidos inorgânicos, bases fracas, álcool).<sup>11,12,13,14,15</sup>

Resistência mecânica, resistência a óleos e gorduras, estabilidade dimensional, boas propriedades ópticas, de encolhimento e de termoformação e alta resistência térmica aos processos de enchimento a quente, esterilização e aquecimento em micro-ondas. Apresenta boa selabilidade a quente, mas também pode ser selado por alta frequência e ultrassom.<sup>8,9,10</sup>

## QUALIFICAÇÃO DE MATERIAL FLEXÍVEL NA INDÚSTRIA

Na indústria farmacêutica a diversos de materiais de embalagens, como: frascos plásticos, frascos de vidros, bisnagas laminadas, bisnagas plásticas, tubos de alumínio, tubos de plásticos, alumínio sem gravação, alumínio gravados, tampas plásticas, seringas, gotejadores, batoques, cartuchos, bulas, rótulos, caixas de papelão, lacres plásticos, PVC, PVC/PVDC e etc. Cada bobina de PVC e PVC/PVDC tem um diâmetro específico de acordo com a solicitação da indústria farmacêutica.<sup>8,9,10,16,17,18,19</sup>

Para cada um desses itens existe um tipo de qualificação exigida ao fornecedor que as indústrias realizam de acordo com a especificação e a BPF (boas práticas de fabricação). O DME (desenvolvimento de material de embalagem) é um setor responsável pelo desenvolvimento de artes e qualificação do fornecedor de material de embalagem que prestam serviços para indústria farmacêutica.<sup>16,17,18,19</sup>

### MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia utilizada foi a revisão documental. Foi realizado levantamento bibliográfico em bases de dados nacionais e internacionais, pesquisando artigos em língua portuguesa e inglesa. Os dados experimentais foram obtidos de análise documental dos autores.

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### ESPECIFICAÇÃO DE MATERIAL DE EMBALAGEM

No regime interno da indústria farmacêutica existe especificação de cada um dos seguintes materiais, frascos plásticos, frascos de vidros, bisnagas laminadas, bisnagas plásticas, tubos de alumínio, tubos de plásticos, alumínio sem gravação, alumínio gravados, tampas plásticas, seringas, gotejadores, batoques, cartuchos, bulas, rótulos, caixas de papelão, lacres plásticos, PVC, PVC/PVDC e etc. Esse documento é revisado de acordo com as alterações da RDC/17 exigida pela ANVISA, o DME revisa esse documento e libera no fluxo de aprovação de diversos setores até chegar na GQ (garantia de qualidade) onde é homologado e a partir daquela data a alteração é consolidada. O DME envia esse documento (especificação) para empresa terceira em processo de qualificação, solicitando que o material seja fabricado segundo os testes solicitados na especificação (figura 8).<sup>16,17,18,19</sup>

I – CARACTERÍSTICAS VISUAIS			
ITEM	ESPECIFICAÇÃO		TIPO DE ANÁLISE
DESCRIÇÃO	Filme PVC/PVDC 112 mm cristal.		<input type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
ASPECTO GERAL DA BOBINA	O enrolamento deve estar firme e as laterais devem estar lisas, sem ondulações ou rebarbas. Devem estar isentas de marcas, contaminações, bolhas, sujidades e furos.		<input type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
COR	Cristal.		<input checked="" type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
SENTIDO DE BOBINAMENTO	PVDC na parte interna.		<input checked="" type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
Nº DE EMENDAS POR BOBINA	Máximo de 02 (duas) emendas, confeccionadas com fita adesiva termo – moldável, de cor contrastante (vermelho) em ambos os lados. Não deve haver sobreposição da estrutura laminada. (Ref.: Fita Adesiva MONTA 255 / material: filme de PVC rígido não orientado / espessura: 0,070 mm +/- 10%).		<input checked="" type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
ACONDICIONAMENTO	As bobinas devem ser embaladas individualmente em filme plástico ou plástico bolha, protegidas por discos de materiais resistentes nas suas laterais. As bobinas devem ser protegidas da exposição à luz.		<input type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
IDENTIFICAÇÃO	As bobinas devem estar identificadas, através de etiqueta ou impressão, individual e externamente, com as seguintes informações: - Nome do fornecedor; - Nome do cliente; - Nome do material; - Código do material; - Quantidade por caixa; - Nº de lote do fornecedor / Nº O.P.; - Data de fabricação e validade (quando aplicável); - Símbolos de manuseio, transporte e armazenamento.		<input checked="" type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B
II- CARACTERÍSTICAS DIMENSIONAIS			
ITEM	ESPECIFICAÇÃO		TIPO DE ANÁLISE
DIMENSIONAL DA BOBINA	Largura	112,00 (111,00 – 113,00) mm	<input checked="" type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
	Diâmetro externo	550,00 a 600,00 mm	<input checked="" type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
	Diâmetro interno do <del>tubete</del>	76,00 (75,00 - 77,00) mm	<input checked="" type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
GRAMATURA TOTAL	PVDC	60,00 (57,00 – 63,00) g/m <sup>2</sup>	<input checked="" type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B
	Total	405,00 (380,00 – 428,00) g/m <sup>2</sup>	<input type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
ESPESSURA TOTAL	PVC	250,00 (237,50 – 262,50) µm	<input checked="" type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B
	Total	286,00 (270,75 – 300,30) µm	<input type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
ESTABILIDADE DIMENSIONAL	Longitudinal	- 8,0% a 0% (a 140°C/10min)	<input checked="" type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B
	Transversal	0% a + 3,0% (a 140°C/10min)	<input checked="" type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B

III – CARACTERÍSTICAS DE COMPOSIÇÃO/TIPO DE MATERIAL			
ITEM	ESPECIFICAÇÃO		TIPO DE ANÁLISE
COMPOSIÇÃO	Laminado rígido de PVC (filme) combinado com copolímero de PVDC.		<input checked="" type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B
MATERIAL DO TUBETE	Alumínio ou PVC.		<input checked="" type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
IDENTIFICAÇÃO DO MATERIAL*1	PVC	Positivo	<input type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
	PVDC	Positivo	<input type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
RESÍDUO NÃO VOLÁTIL*1	Menor que 15 mg.		<input type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
RESÍDUO POR INCINERAÇÃO*1	Menor que 5 mg.		<input type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
METAIS PESADOS*1	Qualquer cor produzida na amostra dentro de 10 minutos não deve ser mais intensa do que a cor produzida no padrão.		<input type="checkbox"/> A <input checked="" type="checkbox"/> B
TRANSMISSÃO DE LUZ*1	N/A		<input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> B

**Figura 8:** Especificação do material de embalagem PVC/PVDC. Fonte: Próprio autor.

Nesta especificação do material de embalagem consta três colunas com diversos teste, tem a primeira coluna Item, relata os tipos de testes que tem que ser realizados, na segunda coluna relata especificação, com os tipos de resultados que o material tem que apresenta e valores dimensionais, na terceira coluna relata tipo de análise, essa coluna informa qual teste o fornecedor tem que realizar e relatar no laudo criado com os resultados que ele encontrou para cada teste que a especificação exigir.

No tipo de análise tem um campo com a letra A e B, quando a letra A estiver marcado com o X o fornecedor tem que realizar esse teste e relatar no laudo de análise dele regado no final da produção desse material, quando a letra B estiver marcado refere-se que a indústria tem que realizar esse teste antes de liberar o material para processo produtivo.

Após a produção e envio do material para indústria farmacêutica é realizado os testes no controle de qualidade para verificar se o fornecedor atendeu a nossa especificação. O CQ amostra o material de embalagem de acordo com o POP operacional interno da indústria, e realiza os testes.

- **Descrição:** é verificado se o material é filme PVC/PVDC 112mm cristal, de acordo com o que se pede na especificação.
- **Aspecto geral da bobina:** O enrolamento deve estar firme e as laterais devem estar lisas, sem ondulações ou rebarbas. Devem estar isentas de marcas, contaminações, bolhas, sujidades e furos.
- **Cor:** Cristal.
- **Sentido do Bobinamento:** PVDC na parte interna.

- **Nº de emendas por bobina:** Máximo de 02 (duas) emendas, confeccionadas com fita adesiva term o – moldável, de cor contrastante (vermelho) em ambos os lados. Não deve haver sobreposição da estrutura laminada. (Ref.: Fita Adesiva MONTA 255 / material: filme de PVC rígido não orientado / espessura: 0,070 mm +/- 10%).
- **Acondicionamento:** As bobinas devem estar identificadas, através de etiqueta ou impressão, individual e externamente, com as seguintes informações:
  - Nome do fornecedor;
  - Nome do cliente;
  - Nome do material;
  - Código do material;
  - Quantidade por caixa;
  - Nº de lote do fornecedor / Nº O.P.;
  - Data de fabricação e validade (quando aplicável);
  - Símbolos de manuseio, transporte e armazenamento.

- **Dimensional da Bobina:**

<b>Largura:</b>	112,00 (111,00 – 113,00) mm
<b>Diâmetro externo:</b>	550,00 a 600,00 mm
<b>Diâmetro interno do tubete:</b>	76,00 (75,00 - 77,00) mm

- **Gramatura Total:** 405,00 (380,00 – 428,00) g/m<sup>2</sup>
- **Espessura Total:** 286,00 (270,75 – 300,30) µm
- **Material do Tubete:** Alumínio ou PVC.
- **Identificação do material:**
  - PVC:** Positivo.
  - PVDC:** Positivo.
- **Resíduo não volátil:** Menor que 15 mg.
- **Resíduo por Incineração:** Menor que 5 mg.
- **Metais pesados:** Qualquer cor produzida na amostra dentro de 10 minutos não deve ser mais intensa do que a cor produzida no padrão.

**TAG:**

É uma etiqueta que identifica o material com números de series e letras. Nas empresas farmacêuticas é de obrigação o equipamento seja ele qual for tem que ter TAG para identificação.

Os testes de descrição, aspecto geral da bobina, cor, sentido de bobinamento, acondicionamento e identificação, são realizados visualmente pelos colaboradores do setor controle de qualidade que são treinados de acordo com a função que exerce.

### **Largura, Diâmetro externo e Diâmetro interno do tubete:**

Os testes de Largura, Diâmetro externo e Diâmetro interno do tubete são realizados com o auxílio de uma régua flexível calibrada, medir as dimensões conforme especificação previamente aprovada (verificar se os resultados se encontram dentro da faixa especificada). Os resultados são registrados em uma planilha e comparado com os valores de mínimo e máximo de acordo com a especificação.



**Figura 9:** Fita Flexível. Fonte: Próprio autor.

### **Gramatura Total:**

O teste de gramatura é realizado com um gabarito de inox (Figura) que também possui TAG de rastreabilidade, é recortado um quadrado com área aproximada de 10x10 cm (100 cm<sup>2</sup>) para cada bobina de PVC amostrada. Pesam cada amostra, determinar o peso médio e o desvio padrão relativo entre os valores encontrados, os resultados são registrados em uma planilha e comparado com os valores de mínimo e máximo de acordo com a especificação.



**Figura10:** Gabarito de Inox. Fonte: Próprio autor.

### Espessura Total:

O teste de espessura total é realizado com o auxílio de um micrômetro calibrado, medir a espessura do material (o resultado encontrado será em mm). Converter o resultado encontrado em  $\mu\text{m}$  ( $1\text{mm} = 1000 \mu\text{m}$ ) e conferir com a especificação previamente aprovada. O micrometro também tem TAG de rastreabilidade.



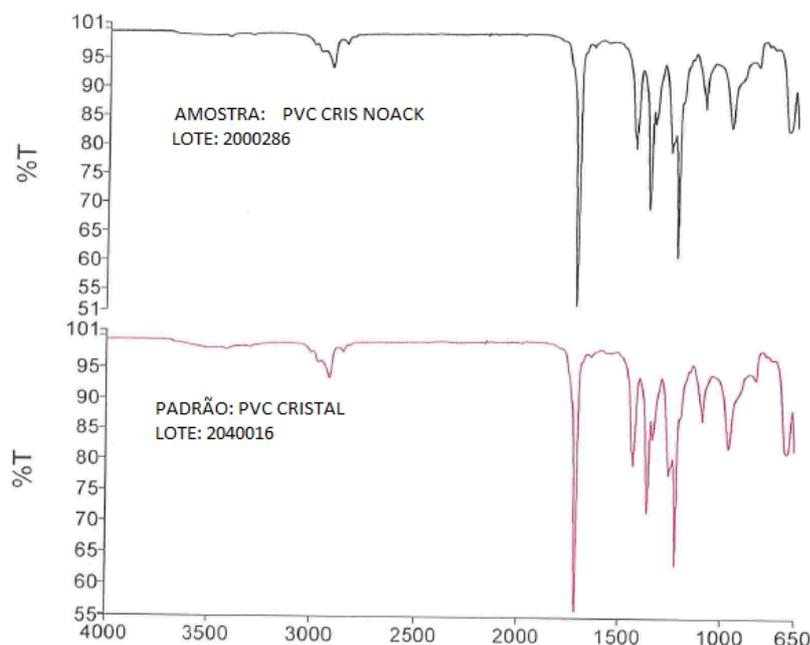
**Figura 11:** Micrometro. Fonte:

<https://www.anhangueraferramentas.com.br/Produto/micrometro-externo-digital-0-a-25mm-0-001mm-110-284-new-digimess-96793>

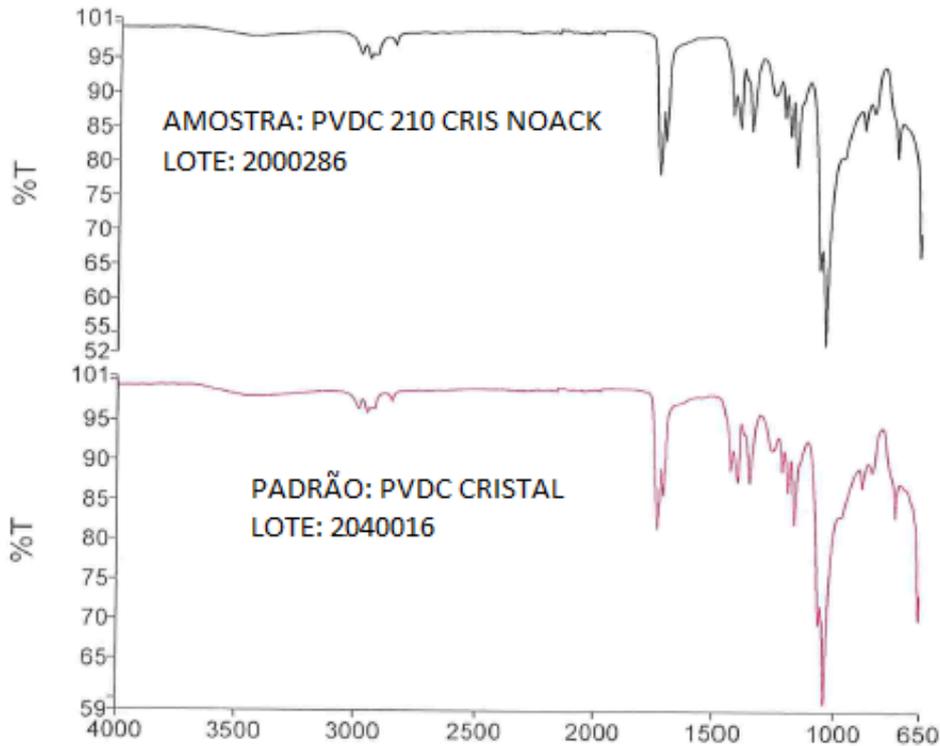
### Identificação do PVC e PVC/PVDC

No PVC não é necessário realizar o método de dê-laminação utilizando o reagente acetona para separação de camadas, como é utilizado no PVC/PVDC, porque ele tem uma camada de PVC e outra de PVDC, é retirado um pedaço da amostra do PVC/PVDC de 5 x 5 cm utilizado para esta etapa, é necessário 50ml do reagente acetona, o pedaço da amostra é imerso no reagente por 30min. Após os 30 minutos a mostra se separa em duas camadas um PVC e outro PVDC.<sup>20,21</sup>

Essas amostras são lidas no equipamento perkin-elmer-spectrum-400-ft-ir-nir-spectrometer-with/10073000 em uma faixa de 4000 a 650  $\text{cm}^{-1}$ . Após a leitura da amostra é realizado a comparação com Padrão enviado pelo fornecedor (figuras 12 e 13).



**Figura 12:** Leitura da amostra PVC comparado com a leitura do Padrão PVC. Fonte: próprio autor.



**Figura 13:** Leitura da amostra PVDC comparado com a leitura do Padrão PVDC. Fonte: próprio autor.

## TESTES FÍSICO-QUÍMICOS

### Resíduo Não Volátil:

Pesar um cadinho apropriado vazio e, em seguida, transferir, em alíquotas adequadas, 50 mL do Extrato da amostra para o cadinho e evaporar a parte volátil utilizando uma chapa aquecedora a 105 °C. Secar a amostra resultante no cadinho a 105 °C por 1 hora. Pesar o cadinho contendo o resíduo do Extrato da amostra obtido. Pesar um cadinho apropriado vazio e, em seguida, transferir, em alíquotas adequadas, 50 mL do Branco para o cadinho e evaporar a parte volátil utilizando uma chapa aquecedora a 105 °C. Secar a amostra resultante no cadinho a 105 °C por 1 hora. Pesar o cadinho contendo o resíduo do Branco obtido.

Obter a quantidade de resíduo não volátil obtida através do cálculo a seguir:

Quantidade de resíduo não volátil (mg) = (M2 – M1) – (M4 – M3) Onde:

M1 = Massa do cadinho do Extrato da amostra vazio (mg);

M2 = Massa do cadinho contendo o resíduo do Extrato da amostra (mg);

M3 = Massa do cadinho do Branco vazio (mg);

M4 = Massa do cadinho contendo o resíduo do Branco (mg).

### **Resíduo por incineração:**

Não é necessário realizar esse teste quando o resultado do teste de Resíduo Não Volátil for menor que 5 mg.

Proceder com a obtenção dos resíduos, a partir do Branco e do Extrato da amostra descrito no teste para Resíduo Não Volátil utilizando, se necessário, mais ácido sulfúrico para a mesma quantidade em cada cadinho. Umedecer o resíduo obtido no teste de Resíduo Não Volátil com aproximadamente 1,0 mL de ácido sulfúrico. Adicionar o ácido sulfúrico de maneira que não haja formação de bolsões de pó seco na camada inferior da amostra.

Aquecer brandamente até carbonização em temperatura não superior a 600 °C ± 50 °C. Conduzir a queima em capela de exaustão e assegurar que não haverá formação de chamas durante o processo, esfriar e adicionar lentamente cerca de 1,0 mL de ácido sulfúrico para umedecer o resíduo, carbonizar até eliminação total do ácido, ou seja, até ausência de fumaça branca. Transferir o cadinho para mufla, devidamente calibrada, e incinerar com aquecimento gradativo até 600 °C ± 50 °C.

Esfriar o cadinho, em dessecador e pesar, incinerar por mais 30 minutos, esfriar e pesar o cadinho. Repetir este procedimento até que a diferença entre duas pesagens sucessivas não seja maior que 0,5 mg.

Obter a quantidade de resíduo por incineração obtida através do cálculo a seguir:

Quantidade de Resíduo por incineração (mg) = (M2 – M1) – (M4 – M3) Onde:

M1 = Massa do cadinho do Extrato da amostra vazio (mg);

M2 = Massa do cadinho contendo o resíduo do Extrato da amostra (mg);

M3 = Massa do cadinho do Branco vazio (mg);

M4 = Massa do cadinho contendo o resíduo do Branco (mg).

O resultado deve atender a especificação.

### **Metais Pesados:**

#### **Preparo dos Reagentes especiais:**

**a) Solução estoque de nitrato de chumbo:** dissolver, exatamente, 159,8 mg de nitrato de chumbo em 100 mL de água adicionada de 1 mL de ácido nítrico. Diluir com água para 1000 mL e homogeneizar. Preparar e estocar essa solução em recipientes de vidro isentos de sais solúveis de chumbo.

**b) Solução padrão de chumbo (10 ppm Pb):** no dia do uso, diluir 10 mL da solução estoque de nitrato de chumbo para 10 mL com água. Cada mililitro dessa solução contém o equivalente a 10 µg de chumbo (10 ppm Pb).

**c) Tampão acetato pH 3,5:** dissolver 25,0 g de acetato de amônio em 25 mL de água e adicionar 38 mL de ácido clorídrico 6 M. Se necessário, ajustar o pH em 3,5 com hidróxido de amônio 6 M ou ácido clorídrico 6 M. Diluir para 100 mL com água e homogeneizar.

**d) Preparo de Tioacetamida SR:** dissolver 4 g de tioacetamida em água e completar o volume a 100 mL. Tomar 0,2 mL e adicionar a 1 mL da seguinte mistura: 1,5 mL de hidróxido de sódio M, 0,5 mL de água e 2 mL de glicerol a 85% (p/v). Aquecer em banho-maria durante 20 s, resfriar e utilizar imediatamente.

**Preparo da amostra:**

Pipetar 20 mL do Extrato da amostra, filtrado, se necessário, para um tubo de 50 mL para comparação de cor. Ajustar o pH entre 3,0 e 4,0 com ácido acético 1 M ou hidróxido de amônio 6 M, utilizando um papel indicador de curto intervalo de pH. Diluir com água até cerca de 35 mL e homogeneizar.

**Preparo do padrão:**

Pipetar 2 mL de Solução padrão de chumbo 10 ppm Pb, e transferir para outro tubo de 50 mL para comparação de cor e adicionar 20 mL do Branco. Ajustar o pH entre 3,0 e 4,0 com ácido acético 1 M ou hidróxido de amônio 6 M, utilizando um papel indicador de curto intervalo de pH. Diluir com água até cerca de 35 mL e homogeneizar.

Em cada tubo, adicionar 1,2 mL de tioacetamida SR e 2 mL de Tampão acetato pH 3,5, diluir com água até 50 mL de solução e homogeneizar.

Qualquer cor produzida dentro de 10 minutos na preparação que contém o extrato da amostra, não deve ser mais intensa do que na Preparação padrão, ambas visualizadas sobre uma superfície branca (1 ppm no extrato).

Após todos esses testes serem validados de acordo com os valores exigido na especificação a GQ (Garantia de Qualidade) solicita a documentação do fornecedor para adequação no registro de fornecedores qualificados.

**Referências:**

1. Embalagens plásticas flexíveis: principais polímeros e avaliação de propriedades / editores, Claire I. G. L. Sarantopoulos, Fábio Gomes Teixeira – 2. Ed. – Campinas: ITAL/CETEA, 2017.
2. Embalagens : design, materiais, processos e máquinas / [coordenação geral Assunta Napolitano Camilo ; jornalista responsável Margaret Hayasaki ; coordenação técnica Larissa Mendes]. – Barueri, SP : Instituto de Embalagens, 2009.
3. SARANTÓPOULOS, C.I.G.L.; JESUS JÚNIOR, I.A. Embalagens plásticas esterilizáveis: Reinvenção e Tendência. CETEA INFORMATIVO - Boletim de Tecnologia e Desenvolvimento de Embalagens, Campinas, v . 17, n.3, jul/ago/set, 2005. Disponível em: <[http://www.cetea.ital.org.br/cetea/informativo/v17n3\\_artigo3.pdf](http://www.cetea.ital.org.br/cetea/informativo/v17n3_artigo3.pdf)>. Acesso em: 20 set. de 2009.

4. INSTITUTO DE EMBALAGENS. Guia de Referências: Embalagens da concepção ao descarte responsável. São Paulo, 2007.
5. ABIQUIM. *Anuário da Indústria Química Brasileira*, Ano 31, São Paulo, 2004. 324p.
6. INSTITUTO DE EMBALAGENS. *Guia de Referências: Embalagens da concepção ao descarte responsável*. São Paulo, 2008.
7. ROSATO, Dominik V.; ROSATO, Donald V.; ROSATO, M. G. *Injection Molding Handbook*. 3. ed. EUA: Kluwer Academic Publisher, 2000.
8. CALLISTER Jr., W. D. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. EUA: Willey, 2002. 848p.
9. CANEVAROLO, S. V. *Ciência de Polímeros*. 2. ed. Brasil: ARTLIBER, 2007.
10. M&G. *Manual Técnico Resina PET*. São Paulo: M&G, 2003.
11. [https://www.researchgate.net/profile/Shivang\\_Chaudhary/publication/310619339\\_Packaging\\_Development\\_by\\_Design\\_for\\_Solid\\_Oral\\_Dosage\\_Form-Tablets/links/5b50952c0f7e9b240fef46e9/Packaging-Development-by-Design-for-Solid-Oral-Dosage-Form-Tablets.pdf](https://www.researchgate.net/profile/Shivang_Chaudhary/publication/310619339_Packaging_Development_by_Design_for_Solid_Oral_Dosage_Form-Tablets/links/5b50952c0f7e9b240fef46e9/Packaging-Development-by-Design-for-Solid-Oral-Dosage-Form-Tablets.pdf)
12. <http://eprints.ugd.edu.mk/15936/3/Section%204.pdf#page=45>
13. BESELATM. The brand new retortable, transparent, ultra high gas barrier filme. New york: Kureha Corporation of america, 2005. 4p. (Technical catalogue).
14. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13177: embalagens flexíveis: avaliação do potencial de contaminação organoléptica de alimentos. Rio de Janeiro, 2012. 12p p.
15. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13058: embalagens flexíveis: análise de solventes residuais. Rio de Janeiro, 2012. 15 p.
16. BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 17, de 17 de março de 2008. Dispõe sobre regulamento técnico sobre lista positiva de aditivos para materiais plásticos destinados à elaboração de embalagens e equipamentos em contato com alimentos. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 18 mar. 2008. Seção 1, p. 43-51.
17. BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 52, de 26 de novembro de 2010. Dispõe sobre corantes em embalagens e equipamentos plásticos destinados a estar em contato com alimentos. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil, Brasília, DF, n. 244, 22 dez. 2010b. Seção 1, p. 79-80. Disponível em:

<http://www.fooddesign.com.br/arquivos/legislacao/RDC%2051%20%Embalagens%20final.pdf>.

18. BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 56, de 16 de novembro de 2012. Dispõe autorizados para a elaboração de embalagens e equipamentos plásticos em contato com alimentos. Diário Oficial [da] república Federativa do Brasil, Brasília, DF, 21 nov. 2012. Seção 1, p. 66-77.
19. BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 91, de 11 de maio de 2001. Aprova o Regulamento Técnico - critérios e classificação de materiais para embalagens e equipamentos em contato com alimentos constante do Anexo desta Resolução. Diário Oficial [da] República federativa do Brasil, Poder Executivo, Brasília, DF, 15 maio 2001.
20. Xiujuan Wang, Meng Song, Suting Liu, Sizhu Wu, Aung Myat Thu, Analysis of phthalate plasticizer migration from PVDC packaging materials to food simulants using molecular dynamics simulations and artificial neural network, Food Chemistry, Volume 317, 2020, 126465, ISSN 0308-8146, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126465>.  
(<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814620303277>)
21. [https://www.researchgate.net/profile/Thomas\\_Curran/publication/336742392\\_Biosystems\\_and\\_Food\\_Engineering\\_Research\\_Review\\_24/links/5db0628a92851c577eb9e0dd/Biosystems-and-Food-Engineering-Research-Review-24.pdf#page=96](https://www.researchgate.net/profile/Thomas_Curran/publication/336742392_Biosystems_and_Food_Engineering_Research_Review_24/links/5db0628a92851c577eb9e0dd/Biosystems-and-Food-Engineering-Research-Review-24.pdf#page=96)