

Determinazione del coefficiente di attrito
statico tra contenitori di vetro per uso
farmaceutico. Nota I: apparecchiatura.

*Measurements of friction coefficient between external
surfaces of pharmaceutical glass containers.
Note I: instrumentation.*

E. LENCIONI, V. TRAVAGLI, G. FRANCHI

Dipartimento Farmaco Chimico Tecnologico - Università di Siena

Estratto da: «Acta Technologiae et Legis Medicamenti»
Vol. IV — N. 3 — settembre/dicembre 1993

CASA EDITRICE MACCARI — PARMA

Determinazione del coefficiente di attrito statico tra contenitori di vetro per uso farmaceutico. Nota I: apparecchiatura.

Measurements of friction coefficient between external surfaces of pharmaceutical glass containers.

Note I: instrumentation.

E. LENCIONI, V. TRAVAGLI, G. FRANCHI

Dipartimento Farmaco Chimico Tecnologico - Università di Siena

Riassunto: Le fiale ed i flaconi in vetro per uso farmaceutico presentano spesso uno scorrimento non uniforme nelle linee di ripartizione, con conseguenti problemi nel funzionamento di tali macchinari.

Gli AA. hanno ideato e realizzato una apparecchiatura originale, cui hanno dato il nome di Attritometro, per la determinazione dell'attrito che si genera tra contenitori in vetro in condizioni sperimentali simili a quelle che si riscontrano durante le operazioni industriali.

In questa Nota vengono illustrate le caratteristiche generali, la affidabilità e le prospettive di impiego dell'ATTRITOMETRO per il controllo della superficie esterna dei flaconi per uso farmaceutico.

Summary: Glass pharmaceutical ampuls and vials are often characterized by a disomogeneous sliding in the repartition lines, which causes troubles in the regular working of such devices.

An original electronic apparatus - named "Frictiometer" - to evaluate the friction degree among pharmaceutical glass containers in experimental conditions similar to the operative industrial situations has been devised and realized by the AA.

In this note the AA. report the basic information, the reliability and the potentialities of the "Frictiometer" to check the characteristics of the external surface of pharmaceutical glass ampuls and vials.

Parole chiave: Tribologia; coefficiente di attrito, contenitori di vetro per uso farmaceutico, attritometro.

Key words: Tribology, coefficient of friction, pharmaceutical glass containers (vials), frictiometer.

Questo lavoro è dedicato al collega, ma soprattutto amico, Marcello Marchetti

Introduzione

Lo studio dell'attrito tra le superfici dei solidi riveste notevole interesse in campo scientifico (1-3) in quanto la conoscenza dell'intimo meccanismo che regola il fenomeno rende possibili quelle migliorie e quegli accorgimenti in grado di ottimizzare i procedimenti tecnologici, la lavorabilità e le caratteristiche meccaniche dei materiali (4-8).

In particolare, per quanto attiene al campo tecnologico farmaceutico, le superfici esterne dei contenitori in vetro per forme farmaceutiche possono essere la causa del loro scorrimento non uniforme nei caricatori delle linee di ripartizione.

Le ragioni di tale inconveniente nei contenitori sono riconducibili alla rugosità della superficie esterna conseguente alla tiratura della canna ovvero dovuta alle operazioni di soffiatura, ai processi di sterilizzazione con il calore secco e, forse, ad altre cause di difficile individuazione.

A tale riguardo ci è sembrato non privo di interesse studiare l'attrito che si può generare tra contenitori di vetro destinati ad uso farmaceutico che hanno subito trattamenti diversi, in relazione anche alla loro destinazione d'uso.

Su questo argomento, a quanto ci risulta, mancano al momento attuali riferimenti bibliografici specifici. Tale affermazione si basa su una ricerca compiuta dagli AA. per mezzo del sistema ESA-IRS a livello di: Chemical Abstract Service vol. 66-119, 10; Pascal 1984-1993, 09; Glass 1970-93, 03, combinando opportunamente le parole chiave "tribology, friction, glass, vials, pharmaceutical containers".

Per studiare questo problema abbiamo progettato e realizzato un'apparecchiatura originale, da noi denominata ATTRITOMETRO, in grado di fornire una misura quantitativa del coefficiente di attrito in condizioni sperimentali simili a quelle che si incontrano nelle operazioni industriali.

Il principio di funzionamento di questa apparecchiatura è il seguente:

- un flacone centrale è opportunamente vincolato ad un motore che permette la sua rotazione a velocità angolare costante;
- tre flaconi fissi sono disposti in maniera simmetrica rispetto al flacone centrale e gravano su di esso mediante una forza costante ottenuta grazie all'impiego di altrettanti cilindri pneumatici. I flaconi fissi ed i relativi cilindri risultano vincolati ad un piatto mobile.

Per effetto della rotazione del flacone centrale si ottiene una forza di scorrimento sui flaconi fissi e la generazione di tre forze tangenziali che danno luogo ad una coppia applicata al piatto mobile; ne risulta l'effetto di trascinarsi di tutto il piatto solidale con i tre flaconi in esame. È proprio questo parametro di coppia che, opportunamente rilevato, permette la misura indiretta dei coefficienti di attrito tra le superfici dei flaconi sottoposti ad esame.

L'apparecchiatura è stata progettata e realizzata in modo da garantire una notevole flessibilità circa l'impostazione delle prove ed i relativi risultati. Ciò con particolare riguardo alle possibili applicazioni pratiche come, ad es., il controllo di un capitolato di acquisto o la verifica del corretto trattamento cui sono stati sottoposti i contenitori, argomento che sarà oggetto di una prossima Nota.

Descrizione dell'apparecchiatura (foto 1)

Come schematicamente riportato in Fig. 1, l'apparecchiatura risulta costituita da:

- un gruppo elettromeccanico (a) per il bloccaggio, la rotazione e la generazione dello sforzo di trascinarsi dei flaconi sottoposti ad analisi. La rilevazione di tale sforzo avviene tramite una cella di carico. Il segnale elettrico generato dalla cella di carico, opportunamente condizionato da una strumentazione elettronica, viene acquisito da un Personal Computer (P.C.) mediante un'apposita scheda di interfaccia;
- una scheda di conversione (A/D) (b) che consente di interfacciare il gruppo elettromeccanico con un P.C.; tale scheda consente, inoltre, di gestire tutte le funzioni di azionamento e di controllo della macchina a mezzo di uno specifico software;
- un P.C. IBM compatibile (c) con microprocessore 8086 o superiore e con sistema operativo DOS 3.3 o superiore. Il P.C. permette la visualizzazione su display dei dati caratteristici, delle condizioni operative e dei risultati di ciascuna prova nonché la memorizzazione su supporto magnetico per l'archiviazione e l'eventuale stampa su specifico modulo;
- una stampante (d) EPSON compatibile.

Per il corretto funzionamento dell'apparecchiatura, oltre ad una rete elettrica 220 V a.c., è necessario disporre di gas compresso (aria o azoto) con pressione minima e massima rispettivamente di 5 e 10 bar.

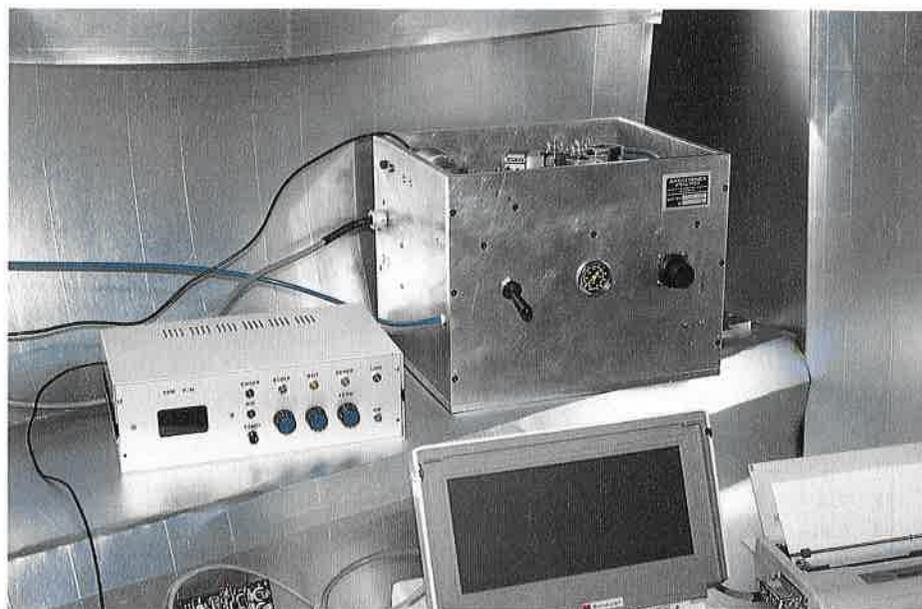


Foto 1 — Apparecchiatura per la determinazione dell'attrito tra contenitori di vetro per uso farmaceutico (ATTRITOMETRO).

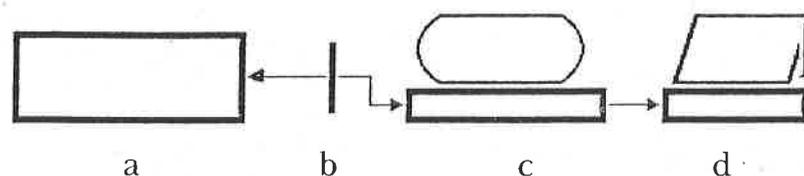
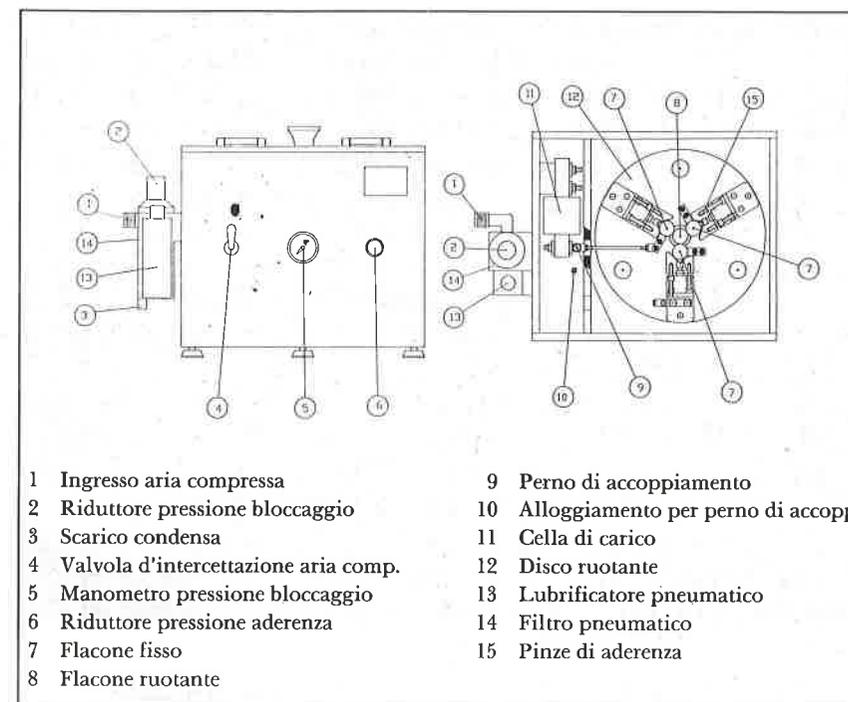


Figura 1 — Schema a blocchi dell'apparecchiatura.
 a. Gruppo Elettromeccanico c. Personal Computer
 b. Scheda Conversione Segnali d. Stampante

Riteniamo opportuno inserire a questo livello una descrizione dettagliata del Gruppo Elettromeccanico (figg. 2 e 3).

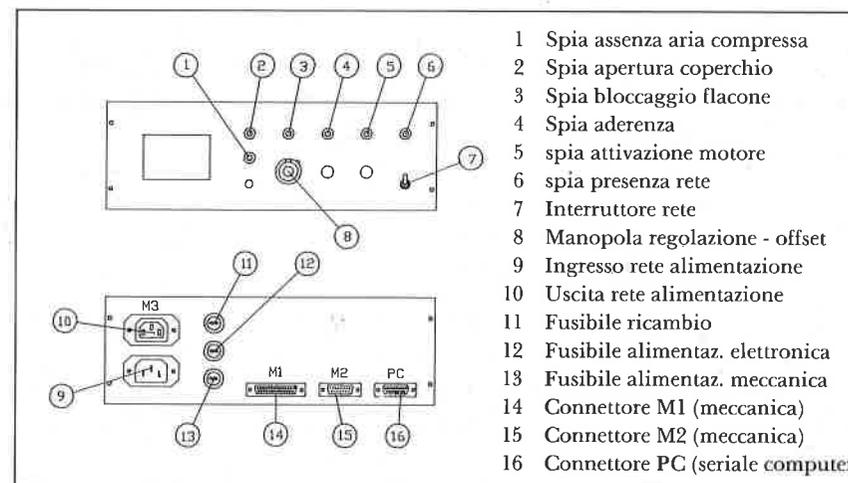
I particolari costruttivi della sezione propriamente meccanica dell'apparecchiatura sono visualizzati in fig. 2. In essa sono evidenziabili:

- un flacone centrale, che viene fatto ruotare a velocità angolare costante mediante un motore in corrente continua opportunamente ridotto e controllato;



- | | |
|--|---------------------------------------|
| 1 Ingresso aria compressa | 9 Perno di accoppiamento |
| 2 Riduttore pressione bloccaggio | 10 Alloggiamento per perno di accopp. |
| 3 Scarico condensa | 11 Cella di carico |
| 4 Valvola d'intercettazione aria comp. | 12 Disco ruotante |
| 5 Manometro pressione bloccaggio | 13 Lubrificatore pneumatico |
| 6 Riduttore pressione aderenza | 14 Filtro pneumatico |
| 7 Flacone fisso | 15 Pinze di aderenza |
| 8 Flacone ruotante | |

Figura 2 — Descrizione della sezione meccanica del gruppo di movimentazione flaconi



- | |
|-------------------------------------|
| 1 Spia assenza aria compressa |
| 2 Spia apertura coperchio |
| 3 Spia bloccaggio flacone |
| 4 Spia aderenza |
| 5 spia attivazione motore |
| 6 spia presenza rete |
| 7 Interruttore rete |
| 8 Manopola regolazione - offset |
| 9 Ingresso rete alimentazione |
| 10 Uscita rete alimentazione |
| 11 Fusibile ricambio |
| 12 Fusibile alimentaz. elettronica |
| 13 Fusibile alimentaz. meccanica |
| 14 Connettore M1 (meccanica) |
| 15 Connettore M2 (meccanica) |
| 16 Connettore PC (seriale computer) |

Figura 3 — Descrizione della sezione elettronica del gruppo di movimentazione flaconi

- tre flaconi fissi, disposti simmetricamente intorno al flacone centrale. Tali flaconi entrano in contatto con il flacone centrale con una pressione scelta e costante grazie all'impiego di altrettanti cilindri pneumatici descritti di seguito;
- tre cilindri pneumatici (tipo FESTO AV-20-4 a corsa breve) nei quali viene immessa aria a pressione rigorosamente costante mediante un opportuno regolatore di pressione;
- un piatto mobile, al quale risultano vincolati i flaconi fissi ed i relativi cilindri. Al piatto mobile sono consentiti piccoli spostamenti traslatori e rotatori grazie a degli appositi supporti sferici che poggiano sul piano fisso dell'apparecchiatura;
- una cella di carico a flessione (tipo ADOS FTA 10), solidale con il piano fisso ed ancorata alla periferia del piano mobile mediante un braccio metallico. La funzione specifica della cella di carico è quella di rilevare il parametro di coppia applicata al piano mobile e conseguente alle tre forze tangenziali generate sui flaconi fissi per effetto della rotazione del flacone centrale.

Il funzionamento del dispositivo descritto è direttamente correlato ai seguenti aspetti: essendo costante sia la pressione di esercizio sui flaconi fissi sia la velocità di rotazione del flacone centrale, risulta che la coppia rilevata dalla cella di carico in qualità di segnale elettrico è una misura proporzionale e diretta dell'attrito esistente tra le superfici dei flaconi in esame.

Relativamente all'operazione di posizionamento dei flaconi, è da sottolineare il fatto che bisogna evitare il contatto con le mani a livello della loro superficie; infatti abbiamo riscontrato che ciò influisce sensibilmente sulla determinazione, causando una diminuzione dell'attrito tra le superfici dei contenitori in esame.

In fig. 3, invece, viene illustrata schematicamente la componente elettronica del sistema, con le varie spie di controllo ed i vari alloggiamenti per le necessarie connessioni sia con il gruppo meccanico che con il P.C..

Risultati e discussione

L'apparecchiatura è stata progettata e realizzata in modo da presentare la massima flessibilità circa l'impostazione delle prove e la loro documentazione. Al riguardo, risulta possibile:

- condurre una prova con l'applicazione di una pressione predefinita e costante sui contenitori in esame. In questo modo si può rilevare il differente attrito esistente a livello di campioni

provenienti da lotti diversi ovvero provenienti da uno stesso lotto, ma sottoposti a trattamenti tecnologici diversi come, ad es., la sterilizzazione/depirogenazione con il calore secco. I parametri di valutazione che si possono pertanto utilizzare sono rappresentati dai valori, in unità convenzionali, riportati su display o sulla stampa della scheda relativa (fig. 4).

Per il collaudo dell'apparecchiatura sono stati sottoposti ad esame flaconi caratterizzati dalle seguenti misure (fig. 5): diametro interno dell'imboccatura, 12,4mm; diametro esterno dell'imboccatura, 20,0 mm; diametro esterno del fondo, 22,0 mm. Tuttavia è possibile esaminare il comportamento dei contenitori in vetro di altre tipologie a seguito di un adattamento della sezione meccanica attuale o, se del caso, mediante la progettazione e la realizzazione di una sezione meccanica apposita intercambiabile.

Per quanto attiene la riproducibilità dei risultati e la sensibilità dell'apparecchiatura, dalle prove effettuate su un numero sufficientemente alto di campioni abbiamo potuto verificare la buona affidabilità delle misure e la possibilità di scelta di un valore di pressione operativa ottimale (tab. 1). Ulteriori prove preliminari, condotte su contenitori prodotti da Ditte diverse, hanno confermato la validità dell'approccio originale da noi proposto. Per i vari contenitori, infatti, dall'esame dei risultati ottenuti è stato sempre possibile evidenziare la migliore pressione operativa. Una presentazione dettagliata e commentata di queste e di altre prove tuttora in corso rappresenterà l'oggetto di una prossima Nota, che verrà pubblicata su questa stessa rivista.

È da sottolineare la dipendenza dei valori di attrito rilevati dalla pressione di esercizio e dalle condizioni ambientali (prevalentemente la umidità relativa). I valori riportati in tab. 1 sono riferiti a determinazioni effettuate in analoghe condizioni sperimentali.

Va segnalato il fatto che è possibile effettuare la ripetizione dell'analisi su uno stesso campione solo per un numero limitato di volte, a causa della possibile alterazione della superficie del flacone. In linea di massima abbiamo accertato che una determinazione ripetuta sei volte impiegando uno stesso flacone centrale e variando di volta in volta la superficie di contatto dei tre flaconi laterali fornisce risultati che non presentano variazioni degne di rilievo.

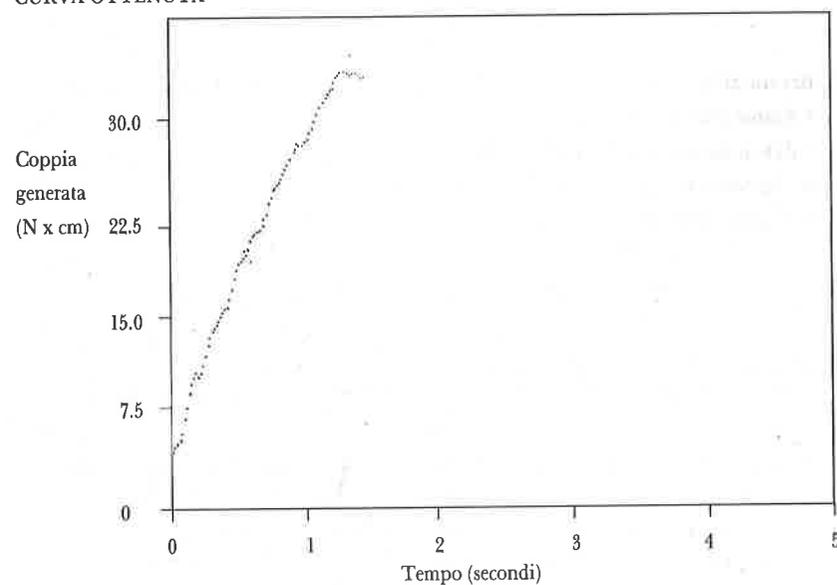
Conclusioni

La problematica dello scorrimento dei contenitori in vetro nei

Università degli Studi di Siena Dip. Farmaco Chimico Tecnologico	Misura dell'attrito statico tra superfici	Data : 10-19-1993 Ora : 17:23 Operatore : Nome Cognome
---	---	--

D A T I		Annotazioni
Nome prova	PRESENTAZIONE APPARECCHIATURA	(1)
Caratteristiche del contenitore	diámetro max = 22 mm	(2)
Tipo di contenitore	variabile	(3)
Materiale	vetro	(4)
Trattamento subito	a seconda della destinazione	(5)
C O N D I Z I O N I O P E R A T I V E		
Pressione sulle pinze	bar: 2.5	
Valore OFFSET cella di carico	N x cm: 0	
R I S U L T A T I		
Valore di coppia max.	N x cm: 34.05	

CURVA OTTENUTA

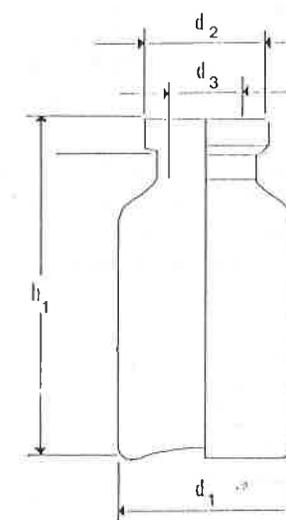


Annotazioni:

- 1) determinazione coefficiente di attrito tra flaconi
- 2) adattamento per flaconi di diametro diverso
- 3) variabile
- 4) vari tipi di vetro
- 5) crudi-sottoposti a calore-etc.

Firma dell'Operatore

Figura 4 — Certificato standard emesso dall'apparecchio.



Valori medi in mm (in parentesi sono riportate le tolleranze ammesse)

d_1 = diametro esterno: 22,0 (0,1)

d_2 = diametro esterno dell'imboccatura: 20,0 (0,1)

d_3 = diametro interno dell'imboccatura: 12,4 (0,05)

h_1 = altezza : 54,1 (0,2)

Figura 5 Dimensioni dei flaconi esaminati

Tabella 1 — Riproducibilità e sensibilità dell'apparecchiatura

P (bar)	Valore Medio (N . cm)	D.S.
1.00	14.59	2.29
1.50	19.32	2.01
2.00	32.51	2.87
2.50	33.72	1.75

Nota: Il numero dei flaconi esaminati per ciascuna prova è di 4.

Il numero delle prove ripetute su ciascuna serie di quattro flaconi (uno centrale + tre laterali) è pari a 6.

Il numero delle prove indipendenti effettuate per ciascun valore di pressione è di 5.

D.S. = Deviazione Standard (n-1).

caricatori delle macchine riveste notevole interesse nel campo tecnologico-farmaceutico.

Al riguardo gli AA. auspicano un'applicazione dell'apparecchiatura da loro realizzata in vari settori della tecnica e della produzione farmaceutica. In particolare:

- durante la produzione del tubo e del flacone di vetro;
- a livello di prova di capitolato di acquisto dei flaconi;
- per la conferma del corretto trattamento dei contenitori di vetro nei vari processi cui vengono sottoposti (come ad es. lavaggio, sterilizzazione, siliconatura).

In effetti è stata evidenziata, tra l'altro, la dipendenza delle caratteristiche di superficie dei contenitori di vetro dal riscaldamento, dai trattamenti subiti e dalle condizioni di stoccaggio. Attualmente, con l'ausilio dell'ATTRITOMETRO stiamo studiando le variazioni di questi fattori in contenitori di lotti diversi o fabbricati da Ditte diverse.

Bibliografia

- 1) *Rahaman M.N., Wang S.H., Dharani L.R.*: Process. Ceram. Mat. Matrix Compos., Proc. Int. Symp. 167-77, 1989.
- 2) *Butler E.P. et al.*: Ibidem, 178-87.
- 3) *Germann G.J. et al.*: J. Appl. Phys. 73, 163, 1993.
- 4) *Israelachvili J.N., McGuiggan P.M., Homola A.M.*: Science, 240, 189, 1988.
- 5) *Sugimoto I., Miyake S.*: J. Appl. Phys. 65, 767, 1988.
- 6) *Zhang J. et al.*: Gutu Runhua 10, 241, 1990.
- 7) *Sanyal A.S., Mukerji J.*: Glass Technol., 25, 214, 1984.
- 8) *Novotny V., Kubista P.*: Silikaty 32, 65, 1988.

Ricerca realizzata con i fondi del M.U.R.S.T. (60%)

Lavoro parzialmente presentato al 33° Simposio AFI - Riccione 2-4 giugno 1993.