

Macchine comprimetrici rotative

Viene presentato un nuovo strumento per monitorare il processo di compressione, caratterizzare il prodotto e prevenire problemi di capping

Giovanni F. Palmieri, Giulia Bonacucina, Marco Cespi, Monica Misici-Falzi, Sara Ronchi

Teoria

Le compresse costituiscono la forma di dosaggio più comune sul mercato ma, in contrasto con la sua apparente semplicità, la compressione di un materiale pulverulento o di un granulato in una massa coesa è un processo complesso. Meccanicamente, esso consiste nell'imporre una progressiva deformazione al materiale confinandolo in un determinato volume e porosità finali. Quindi la costrizione dimensionale operata dai punzoni all'interno della matrice viene rimossa e al materiale viene permesso di rilassare.

Informazioni molto utili riguardanti la formazione del compatto e la sua successiva deformazione sotto l'incalzare della penetrazione dei punzoni nella matrice possono essere dedotte ponendo in relazione istante per istante la pressione di compressione con i dati relativi alla penetrazione dei punzoni all'interno della matrice stessa.

A tal proposito, il metodo di analisi che fornisce il maggior grado di informazione riguardo la dinamica di formazione della compressa consiste nel riportare in grafico il meno logaritmo naturale della porosità del materiale che all'interno della matrice si sta compattando con la pressione di compressione. Si tratta cioè di costruire quelli che ormai si sono affermati in campo scientifico come "Tracciati di Heckel" dal nome del ricercatore che per primo introdusse la metodica¹⁻².

L'equazione di Heckel è:

$$\ln [1/(1-D)] = KP + A$$

dove D è la densità relativa del materiale e dunque 1-D ne rappresenta la porosità, P è la pressione di compressione, K è la pendenza della porzione rettilinea del tracciato (figura 1) e il reciproco di K (P_Y) rappresenta la "mean yield pressure". In pratica il P_Y fornisce ottime informazioni riguardo la duttilità del materiale che si sta comprimendo e cioè sulla sua attitudine alla deformazione. Più il valore di P_Y è basso più il materiale è duttile. A è l'intercetta sull'asse Y che si ottiene prolungando la porzione rettilinea del tracciato ed è la somma di due termini:

$$A = \ln [1/(1-D_0)] + B$$

dove D_0 è la densità relativa iniziale del materiale nella matrice prima dell'inizio della penetrazione dei punzoni e B rappresenta la densificazione dovuta allo slittamento e riarrangiamento delle particelle, sia primarie che frammentate. Quindi la densità relativa al punto A è $D_A = 1 - e^{-A}$ e l'incremento di densità relativa dovuta appunto allo slittamento, riarrangiamento e frammentazione delle particelle è $D_B = D_A - D_0$.

Inoltre, è possibile anche effettuare una chiara distinzione tra densificazione dipendente dal riarrangiamento delle particelle iniziali e densificazione dovuta ai fenomeni di frammentazione considerando come ulteriore parametro il D'_0 ottenuto dal punto iniziale del tracciato a pressione 0 o a una minima pressione registrata (1-2 MPa).

È possibile a questo punto calcolare un D'_B come segue:

$$D'_B = D_A - D'_0$$

dove D'_B rappresenta ora l'incremento di densificazione dovuto solo ai fenomeni di frammentazione. Dalla differenza $D'_0 - D_0$ ricaviamo invece l'incremento di densificazione dovuto ai fenomeni di riarrangiamento che sono ovviamente i primi a manifestarsi. Seguono i fenomeni di frammentazione finché a un certo punto all'interno della matrice non si forma un blocco unico di materiale che inizia a deformare. Raggiunta la densificazione massima (D_M) inizia la fase di decompressione in cui la densificazione regredisce a causa della riespansione elastica del materiale fino ad attestarsi, nel momento in cui la pressione di compressione ritorna a zero, al valore di D_F .

In definitiva, da un tracciato di Heckel possiamo ricavare il contributo alla densità relativa finale della compressa dovuto ai fenomeni che si manifestano con la successione seguente:

1. Riarrangiamento delle particelle iniziali ($D'_0 - D_0$)
2. Frammentazione ($D_A - D'_0$)
3. Deformazione plastica ($D_F - D_A$)
4. Perdita di densificazione dovuta alla riespansione elastica immediata del materiale ($D_M - D_F$)
5. Duttilità del materiale (P_Y)

L'analisi di Heckel consente dunque di avere un'idea molto precisa del materiale che si sta cercando di comprimere e permette una ottimale e veloce messa a punto della formulazione nonché una caratterizzazione dei materiali di partenza. Dunque molti meno rischi in fase di successiva produzione.

Problematica

Per poter utilizzare questo potente metodo di analisi è necessaria una macchina comprimitrice equipaggiata non solo con i controlli necessari per misurare la forza di compressione ma anche con quelli necessari per seguire istante per istante la penetrazione dei punzoni all'interno della matrice.

Le macchine comprimitrici a eccentrico sono da sempre state usate per l'acquisizione dei dati indispensabili per la costruzione di un tracciato di Heckel in quanto risulta in tale tipo di macchina più semplice affiancare ai punzoni (di cui uno è praticamente fermo in fase di compressione) dei trasduttori di spostamento.

Al contrario, sebbene alcuni tentativi nel tempo ci siano stati, una macchina rotativa risulta strumentabile molto più difficilmente, in quanto i punzoni non solo si muovono verticalmente ma contemporaneamente ruotano intorno a un asse centrale.

Tuttavia, una macchina comprimitrice alternativa non è in grado di riprodurre le condizioni di un processo di compressione tipico invece di una macchina rotativa, sia perché in una rotativa entrambi i punzoni penetrano nella matrice sia perché soprattutto la velocità di esercizio di una rotativa (di produzione in particolare) è decisamente più elevata. Dal momento che il meccanismo di compattazione di un materiale dipende dalle sue caratteristiche visco-elastiche e che queste sono tempo dipendenti, è chiaro che una diversa velocità di riduzione del letto di polvere all'interno della matrice comporta una risposta diversa da parte del materiale.

Dunque i parametri di Heckel che si ottengono da una macchina comprimitrice alternativa non possono essere ritenuti equivalenti a quelli ottenibili su una ipotetica macchina rotativa.

Un buon passo in avanti rispetto all'utilizzo di una macchina alternativa è rappresentato dal simulatore di compressione (concettualmente simile a un dinamometro) che non è una macchina comprimitrice, ma che può mimare anche la cinetica di spostamento dei punzoni di una rotativa quando però la matrice è vuota. Infatti, come vederemo più avanti, a matrice piena la cinetica di compressione cambia in quanto i due rulli di una macchina comprimitrice rotativa flettono e l'entità di tale flessione non può essere conosciuta a priori. Dunque in realtà neanche un simulatore di

compressione riesce a fornire esattamente la stessa cinetica di compressione di una macchina comprimitrice rotativa.

Novità

Grazie a una collaborazione tra azienda Ronchi e Università di Camerino è stata presentata a Ipack-Ima (Milano – Febbraio 2006) una versione di macchina comprimitrice Ronchi FA (figura 2) appositamente equipaggiata per il monitoraggio dello spostamento dei punzoni.

Si tratta di un dispositivo fisso montato su una delle 8 stazioni della macchina comprimitrice. Esso consiste in due trasduttori (LVDT) che sono stati posizionati sulle torrette in posizione adiacente ai punzoni superiore e inferiore secondo lo schema riportato in figura 3. I trasduttori non sono alloggiati nei fori riservati ai punzoni ma in fori specifici molto vicini al punzone stesso. I punzoni sono equipaggiati appena al di sotto della loro testa di una piccola ala in acciaio che termina proprio al di sopra del trasduttore. Dal momento che si tratta di un dispositivo fisso, una volta montato e calibrato, fornisce risultati assolutamente riproducibili (accuratezza $\pm 4 \mu\text{m}$).

Le “*performances*” di tale dispositivo sono state valutate prima di tutto, mediante l’uso di classici eccipienti per compressione diretta, eseguendo uno studio parallelo e comparando i risultati ottenuti tra una macchina alternativa e la Ronchi FA.

Metodi

Cellulosa microcristallina (Avicel Ph 102, FMC), lattosio monoidrato (Pharmatose 50, DMV) e fosfato di calcio diidrato (Emcompress, Penwest) sono stati compressi con punzoni da 6 mm piatti a una pressione di compressione di 200 MPa sia su macchina comprimitrice alternativa che sulla rotativa Ronchi FA, dopo che la velocità di esercizio di entrambe le macchine era stata calibrata in maniera da avere nelle due macchine la stessa velocità di riduzione del letto di polvere a matrice vuota. Dai dati pressione di compressione/spostamento dei punzoni di entrambe le macchine sono stati poi costruiti i tracciati di Heckel e i corrispondenti parametri sono stati ricavati.

Risultati

Per prima cosa è stato possibile notare la robusta deflessione che la macchina comprimitrice rotativa subisce durante la fase di compressione a differenza della macchina alternativa. La figura 4 riporta come esempio i tracciati di penetrazione del punzone inferiore in macchina rotativa con (Avicel Ph 102 a 200 MPa di pressione) e senza materiale all’interno della matrice. I segmenti verticali A e B definiscono rispettivamente l’inizio e la fine del “*dwell time*”. Quando la matrice è vuota, la penetrazione del punzone arriva al segmento A nel momento in cui la parte piatta della testa del punzone raggiunge il punto più alto sulla circonferenza del rullo inferiore. Quindi, la penetrazione rimane costante fintanto che il punzone non arriva alla guida che lo porterà a risalire fino al livello del piatto.

Nel momento in cui all’interno della matrice è presente la polvere, il tracciato è diverso. La resistenza del materiale alla penetrazione del punzone causa una deflessione che è minima nel punzone ma che invece è decisamente accentuata nella macchina. Cioè, tutto il blocco di compressione, rullo in primis, flette. Infatti, quando a matrice piena la parte piatta della testa del punzone raggiunge il massimo del rullo (segmento A), la penetrazione del punzone all’interno della matrice è visibilmente inferiore. Poi, durante il *dwell time*, quando cioè la penetrazione dovrebbe rimanere costante, si nota invece che essa aumenta ancora fino alla fine del *dwell time* stesso, fin quasi a raggiungere il tracciato ottenuto a matrice vuota. Il punzone è a questo punto spinto da tutto il blocco di compressione che dopo essere stato deformato tende a riportarsi verso la sua normale posizione. Terminato il *dwell time* (oltre il segmento B), la penetrazione diminuisce grazie all’elasticità del materiale che riespandendosi in fase di decompressione respinge indietro il punzone stesso.

Dall’entità di tale fenomeno e dal fatto che esso avviene anche a livello del blocco di compressione superiore, si evince chiaramente che, a matrice piena, la cinetica di riduzione del letto di polvere

tipica di una macchina comprimitrice rotativa non può essere emulata neanche da un simulatore di compressione.

Pertanto, nel momento in cui si effettuano delle analisi di Heckel, si rende indispensabile costruire i tracciati a partire da dati forza/spostamento ottenuti da macchine comprimitrici rotative se si vogliono ottenere dei parametri che rispecchiano molto più da vicino il comportamento di un materiale visco-elastico sottoposto appunto alla cinetica di compressione tipica di una macchina da produzione.

Infatti, ponendo a confronto i tracciati di Heckel dei tre materiali ottenuti nelle due macchine alternativa e rotativa (figure 5-7), si nota chiaramente come essi siano diversi, in quanto diversa è appunto la cinetica di compressione a matrice piena. Anche i relativi parametri di Heckel sono diversi (non presentati), soprattutto per materiali come il lattosio e ancora di più il fosfato di calcio che tendono a densificare maggiormente per frammentazione.

Per concludere vale la pena soffermarsi un istante sulla forma dei tracciati nelle vicinanze della massima pressione applicata. Soprattutto nel caso dell'Avicel Ph 102, che è un materiale che notoriamente densifica principalmente per deformazione, il tracciato mostra una specie di ricciolo verso l'alto. Sarebbe una stranezza in quanto è difficile immaginare come un aumento di densificazione possa essere accompagnato da una riduzione della pressione di compressione. Tuttavia tale andamento del tracciato è normale ed è semplicemente dovuto al *dwell time*.

In questa fase, come già spiegato, i punzoni continuano a penetrare grazie anche al fatto che il materiale va incontro a un processo di *stress relaxation* di brevissima durata (la durata del *dwell time*). Del resto si sta parlando di fenomeni che intercorrono nell'arco di 0,2-0,3 sec. Tanto dura normalmente un ciclo di compressione, inteso come il lasso di tempo che intercorre tra la comparsa e la scomparsa della forza di compressione nella formazione di una compressa. Circa il 30-40% di questo brevissimo periodo di tempo riguarda il *dwell time*.

Chiaramente l'effetto del *dwell time* è molto più marcato in materiali duttili, come la cellulosa microcristallina, che non in materiali duri e che densificano per frammentazione, come il fosfato di calcio.

Riferimenti bibliografici

1. Heckel, R.W., 1961. Density-pressure relationships in powder compaction. Trans. Metall. Soc. A.I.M.E., 221, 671-675.
2. Heckel, R.W. 1961. An analysis of powder compaction phenomena. Trans. Metall. Soc. A.I.M.E., 221, 1001-1008.

Afferenze degli autori

G. F. Palmieri, G. Bonacucina, M. Cespi, M. Misici-Falzi – Università di Camerino, Dipartimento di Scienze Chimiche

Sara Ronchi – Officine Meccaniche F.lli Ronchi srl

Legende delle figure

Figura 1. Tracciato di Heckel.

Figura 2. Il Prof. G.F. Palmieri mentre presenta il nuovo dispositivo ai ricercatori di diverse aziende farmaceutiche.

Figura 3. Schema del dispositivo per il monitoraggio dello spostamento dei punzoni su macchina rotativa.

Figura 4. Tracciati di penetrazione del punzone inferiore su macchina comprimitrice rotativa con (Avicel PH 102) e senza materiale all'interno della matrice.

Figura 5. Tracciati di Heckel per l'Avicel PH 102 in macchine comprimitrici alternativa e rotativa.

Figura 6. Tracciati di Heckel per il Pharmatose 50 in macchine comprimitrici alternativa e rotativa.

Figura 7. Tracciati di Heckel per l'Emcompress in macchine comprimitrici alternativa e rotativa.