

В.А. БЕЛОУСОВ  
М. Б. ВАЛЬТЕР

---

# ОСНОВЫ ДОЗИРОВАНИЯ И ТАБЛЕТИРОВАНИЯ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПОРОШКОВ



УДК 661.122.099.2.615.453.62

БЕЛОУСОВ В. А., ВАЛЬТЕР М. Б. **Основы дозирования и таблетирования лекарственных порошков.** — М.: Медицина, 1980, 216 с., ил.

В книге рассматриваются теория и практика наиболее важных операций в технологии таблетирования — подача порошка в матрицы, дозирование и прессование. Большое внимание уделено основным свойствам лекарственных порошков, приборам и методике определения сыпучести, влажности, удельной поверхности, насыпной плотности, угла естественного откоса и дисперсности. Приводятся анализ факторов, влияющих на погрешность дозирования, и методика расчета проектной и эксплуатационной точности таблеточной машины, рекомендации к экономии таблетлируемых материалов. Рассматриваются существующие теории прессования порошковых материалов и предлагаются уравнения прессования, наиболее точно описывающие зависимости основных качественных параметров таблетки — плотности и прочности от давления прессования. Описываются экспериментальные исследования по прямому прессованию гранулированных порошков, дается анализ возможных направлений для прямого прессования. Приводятся сравнительные данные исследований таблетирования при вакуумном заполнении матриц.

В книге обобщены патентная информация, отечественная и зарубежная техническая литература, результаты научных исследований и конструкторских разработок авторов. Широко иллюстрированная схемами новых механизмов, книга окажет содействие конструкторам, механикам, технологам в деле модернизации действующего парка таблеточных машин с целью повышения производительности и экономии таблетлируемого материала.

Книга предназначена для инженерно-технических и научных работников медицинской промышленности и других отраслей народного хозяйства, связанных с таблетированием сыпучих материалов.

Рецензент: **Е. Е. Борзунов**, доктор фармацевтических наук, профессор, заведующий кафедрой технологии лекарств Киевского института усовершенствования врачей.

50103—399  
Б  $\frac{50103-399}{039(01)-80}$  334—80. 4103000000

© Издательство «Медицина» Москва, 1980

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Производство лекарственных средств в мире за последние 15—20 лет ежегодно возрастало в среднем на 10%. Эти темпы сохранятся до конца XX века. Аналогичными темпами будет возрастать производство лекарственных средств в форме таблеток. Следовательно, для решения задачи увеличения производства медицинской промышленности на 44—46%, поставленной ЦК КПСС в «Основных направлениях развития народного хозяйства СССР на 1978—1980 годы», необходимо увеличить мощность таблеточных цехов.

Вместе с тем в медицинской промышленности еще далеко не использованы все резервы повышения производительности действующего парка машин, а также замены устаревших новыми, более производительными.

В технологическом процессе таблетирования, т. е. получения компактной таблетки из лекарственных порошков методом прессования, наиболее длительными и важными операциями технологического цикла являются операции подачи порошка, дозирования и прессования. Следовательно, при поиске резервов повышения производительности машин именно эти операции требуют максимума внимания для достижения наибольшего экономического эффекта.

Таблетки в настоящее время составляют около 40% всех производимых в СССР готовых лекарственных средств. В ряде стран СЭВ их производство достигает 45%. В таких странах, как США, ФРГ и Японии, выпускается более 50% таблеток всех лекарственных средств, поступающих в аптеки. Процесс таблетирования давно известен, получил широкое применение в медицинской промышленности и других отраслях производства в прошлом столетии. Тем не менее вопросы подачи, дозирования и прессования лекарственных порошков еще недостаточно изучены. Предлагаемая книга является по-

пыткой восполнить некоторые пробелы в указанных вопросах.

Перед авторами стояла цель — дать представление читателю о физических явлениях, происходящих при осуществлении упомянутых операций, познакомить с методами расчета и исследования новых конструкций, предназначенных для осуществления подачи порошка, дозирования и прессования. Материалы книги могут быть использованы для модернизации действующего парка машин, проведения дальнейших исследований, направленных на повышение производительности таблеточных цехов в медицинской промышленности.

В основу книги положены работы ряда отечественных и зарубежных ученых, а также опыт авторов в создании, исследовании и внедрении новых таблеточных машин для медицинской промышленности и смежных отраслей переработки сыпучих материалов.

## ВВЕДЕНИЕ

На предприятиях медицинской промышленности под технологическим процессом таблетирования понимают весь комплекс операций от обработки исходного материала до получения качественной продукции в виде таблеток включительно. Известно несколько вариантов технологического процесса таблетирования, применяемых в зависимости от двух наиболее важных факторов — прессуемости и сыпучести. Наиболее широко используется технологический процесс таблетирования, состоящий из следующих операций: а) подготовки и контроля исходного сырья; б) сухого смешения порошков; в) увлажнения и смешения порошков; г) грануляции влажной; д) сушки; е) грануляции сухой; ж) опудривания; з) собственно таблетирования.

С применением грануляции порошков в дисперсных потоках — грануляции в псевдоожиженном и виброкипящем слое — технологический процесс значительно сокращается и сводится к: подготовке и контролю исходного сырья; грануляции, сушке и опудриванию в аппарате; таблетированию.

Прямое прессование порошков с хорошей сыпучестью и прессуемостью осуществляется по следующей схеме: а) подготовка исходного сырья; б) смешение необходимых компонентов; в) собственно таблетирование. Прямое прессование для порошков с хорошей прессуемостью, но плохой сыпучестью ведется по схеме: 1) подготовка исходного сырья; б) смешение; в) брикетирование; г) грануляция сухая; д) собственно таблетирование.

Все четыре варианта технологического процесса таблетирования имеют свои достоинства и недостатки. При выборе оптимального варианта для таблетирования того или иного лекарственного порошка необходимо исходить прежде всего из основных свойств таблетлируемых материалов и технологических возможностей оборудования таблеточного цеха.

Производство компактных таблеток из лекарственного порошка или гранулята, т.е. собственно таблетирование, осуществляется в основном на роторных таблеточных машинах (РТМ)

Принцип действия современной РТМ и особенности переходов в операции таблетирования, запрограммированных в машине-автомате, можно пояснить по циклограмме-развертке машины (рис. 1) Развертка дана по центрам матриц ротора

Машина работает следующим образом. Из бункера 1 порошок самотеком поступает в питатель-дозатор 3, неподвижно укрепленный на станине машины. Заполняющий ворошитель своими лопастями 4 осуществляет первый переход в технологическом процессе таблетирования — подачу порошка в матрицу 6, при этом пуансоны 8, укрепленные в толкателях 9, опускаясь под воздействием сил тяжести по неподвижному копиру 10 и регулируемому копиру 15, освобождают полость матрицы на заданную глубину. При дальнейшем вращении ротора толкатель идет по горизонтальному копиру, глубина заполнения матрицы не меняется. Это второй переход — перепоп дозы к дозирующему устройству. Последнее состоит из копира 16 и шарнирно связанного с ним регулируемого дозатора 17. Это устройство перемещает толкатель с пуансоном вверх, поднимая порошок в матрице на высоту, соответствующую по объему заданной массе таблетки. В это время лопасти 20 дозирующего ворошителя срезают излишек дозы и передают ее обратно в зону действия заполняющего ворошителя. Поскольку лопасти находятся на 1—1,5 мм выше дна корпуса питателя, в дозировании участвует и кромка корпуса 21 питателя, отстоящая от зеркала стола на 0,1 мм. Окончательно отсекает дозу нож 22 с фторопластовой пластиной, плотно прижатой к зеркалу стола. Таким образом, третий переход — дозирование — осуществляется по принципу объемного метода дозирования.

После дозатора нижний толкатель попадает на горизонтальный копиру 18. В это время верхний толкатель проходит под копиром-отбойником 23, опускающим верхние пуансоны до захода их в матрицу. Ролики 19 осуществляют четвертый переход в технологическом процессе таблетирования — подпрессовку, или предварительное прессование, при которой происходит структурное уплотнение порошка в матрице, сопровождающееся

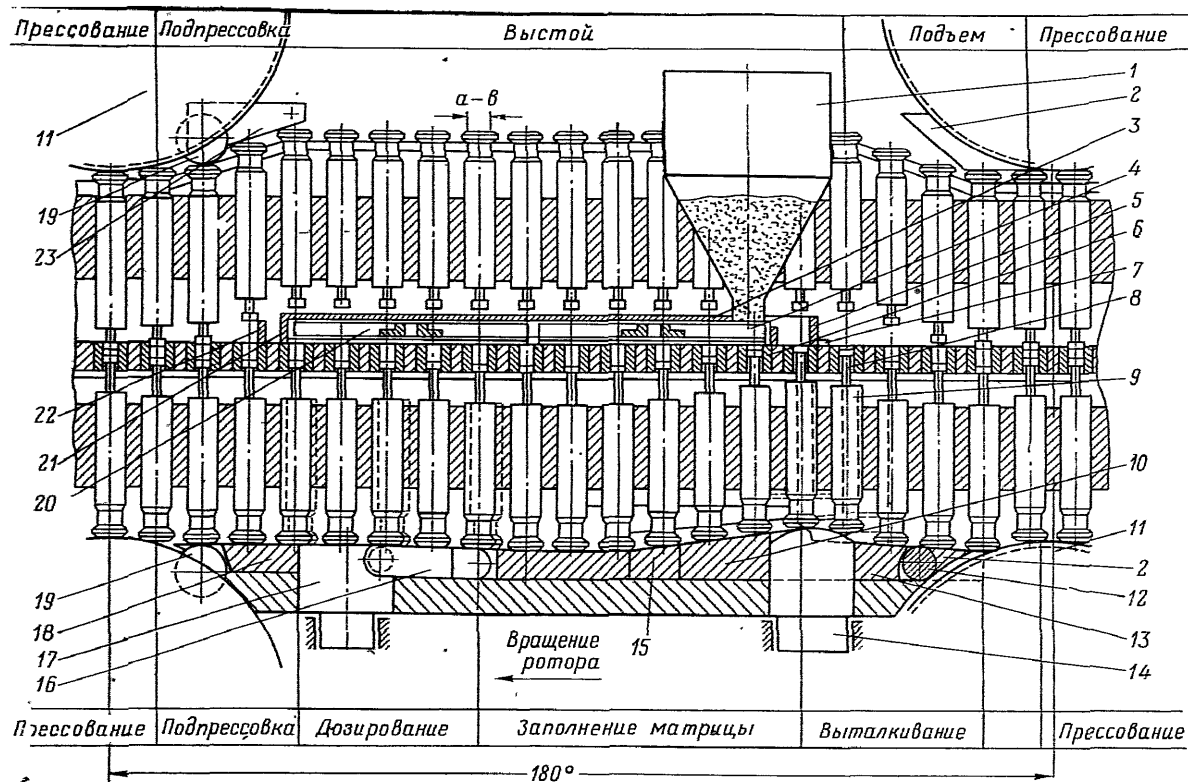


Рис. 1. Циклограмма-развертка РТМ.

удалением воздуха, что содействует снижению брака от расслоения таблеток.

Пятый переход — собственно прессование под роликами давления 11. Переход кратковременный, но требующий значительных энергетических затрат, наиболее сильно влияющий на такие качественные параметры таблетки, как механическая прочность, растворимость и распадаемость. Прессование также является одним из основных факторов, определяющих долговечность пресс-инструмента.

Выдержка под давлением — шестой переход. Он осуществляется в РТМ за счет трех факторов:

а) наличия плоского торца на головке толкателя длиной а—в (см. рис. 1). Прессование заканчивается в момент, при котором точка а совместителя с осью ролика давления 11; в дальнейшем на пути а—в происходит выдержка под давлением;

б) смещения осей верхнего и нижнего роликов давления на 3—4 мм, что достигается отдельной регулировкой каждого из роликов, смонтированных на эксцентриксовых осях;

в) введения специальных копиров 2, размещенных на уровне ролика давления в момент прессования. Копиры рекомендуются подпружинить так, чтобы выдержка происходила под усилием прессования, равным (0,03—0,04) от максимального.

По мнению ряда ученых, тройная выдержка под давлением является фактором, повышающим качество таблеток и обеспечивающим возможность почти двукратного повышения производительности РТМ. Кроме того, тройная выдержка под давлением — одно из неизменных условий пригодности машины для прямого прессования.

Седьмой переход — выталкивание таблетки из полости матрицы на поверхность зеркала стола — осуществляется механизмом выталкивателя, состоящим из трех элементов. Ролик выталкивания 12 отрывает таблетку от стенок матрицы. Копир выталкивания 13 доводит таблетку до верхнего уровня, а выталкиватель 14 регулируется таким образом, чтобы таблетка выводилась из матрицы точно на уровень зеркала стола.

Восьмой переход — транспортный. Таблетка 7 подводится ротором к ножу 5, который направляет ее на лоток и далее в приемную тару.



Операция отбраковки — отбор качественных по массе таблеток — производится системой автоматики машины, является внецикловой операцией.

В двухпоточной машине модели РТМ-41 за один оборот ротора дважды повторяется описанный выше технологический цикл, причем операции подачи порошка в матрицу и дозирования занимают 52,5% длительности всего технологического цикла. В различных отечественных и зарубежных машинах с рамочным питателем эта величина может доходить до 60—65%.

Таблетуемый материал подается в питатель из бункера. Работоспособность РТМ обеспечивается неразрывностью потока материала в машине, определяемой зависимостью:

$$Q_b > Q_n > Q,$$

где  $Q_b$  — пропускная способность бункера;  $Q_n$  — пропускная способность для питателя-дозатора;  $Q$  — производительность РТМ.

Превышение пропускной способности бункера над питателем-дозатором и последнего над производительностью машины необходимо для создания подпора сыпучего материала, гарантирующего неразрывность потока и компенсирующего неизбежные его потери: достаточно нарушить соотношение в пропускной способности бункера с питателем-дозатором, как машина будет работать на холостом ходу, т. е. при нулевой производительности. Следовательно, работоспособность РТМ зависит от того, насколько основные параметры бункера и питателя-дозатора соответствуют физико-технологическим свойствам таблетуемых материалов и заданной производительности машины.

Бункер и питатель-дозатор неодинаково влияют на работу РТМ. Если основные параметры бункера должны обеспечить непрерывность потока материалов, то питатель-дозатор предназначен для формирования и направления потока материалов, подающих в матрицы РТМ, при высокой производительности и точности дозирования. От питателя-дозатора зависит также универсальность РТМ, т. е. применимость ее для таблетирования сыпучих материалов с широким диапазоном физических и технологических свойств.

По основным операциям таблетирования — прессованию и выталкиванию — РТМ выполняет функцию

пресса, по операциям подачи таблетлируемого материала в матрицу и дозирования — функцию дозирующего устройства.

Опыт проектирования и особенно внедрения новых моделей РТМ в производство показывает, что функция дозирующего устройства для РТМ является определяющей по ее производительности. В этом отношении интересно сравнить две однотипные по габаритам и количеству пресс-инструмента машины, выпускаемые Ждановским заводом технологического оборудования.

Машина ТП-40М является трехпоточной, машина РТМ-41 — двухпоточная. Известно, что производительность РТМ прямо пропорциональна числу потоков, т. е. машина ТП-40М должна быть при прочих равных условиях в  $1\frac{1}{2}$  раза выше двухпоточной машины. Тем не менее машина РТМ-41 в 2 раза производительнее машины ТП-40М. Последнее достигнуто благодаря удачной конструкции питателя-дозатора, тщательно проработанным механизмам, обеспечивающим благоприятные условия для движения потока материалов, и увеличению времени действия питателя.

Технологический процесс таблетирования определяется двумя главными свойствами сыпучих материалов — таблетруемостью и сыпучестью. Оба эти свойства носят комплексный, интегральный характер, зависящий от физических и технологических параметров как основных компонентов, так и вспомогательных веществ, входящих в состав таблетлируемых материалов. В то же время известно, что без грануляции прямым прессованием можно таблетировать менее 10% всех лекарственных препаратов. Следовательно, важно знать основные свойства и параметры исходных порошковых и гранулированных материалов, методы их определения, закономерности, характеризующие их поведение при таблетировании.

## Глава I

### СВОЙСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПОРОШКОВ

Сыпучим материалом (СМ) называют дисперсные твердые системы или широкий класс дискретных твердых тел, находящихся в контакте друг с другом [26]. Гранулированными материалами считают СМ с частицами размером от 0,1 до 3 мм. СМ с частицами размером менее 0,1 мм называют порошкообразными, а с частицами более 3 мм — дроблеными материалами.

Основными свойствами СМ являются:

1) химические свойства, зависящие от химического состава СМ, реакционная способность, коррозионная активность, токсичность, воспламеняемость, взрывоопасность, растворимость и др.;

2) физические свойства — плотность, форма, размер и удельная поверхность частиц, силы адгезии и когезии, диэлектрическая постоянная, тангенс угла диэлектрических потерь, поверхностная активность (слеживаемость), точка плавления, коэффициент фильности, удельная теплоемкость, теплопроводность;

3) технологические свойства — насыпная плотность, таблетуемость, степень сжатия, коэффициент уплотнения, сыпучесть, угол естественного откоса, влажность, коэффициент вибрационного уплотнения, аэрируемость, гранулометрический состав, коэффициент однородности, дисперсность, пористость;

4) механические и реологические свойства, которые определяются поведением СМ в процессе деформации и в моменты разрушения, характеризуя его упругость, пластичность и прочность. К ним относятся относительная деформация, коэффициент Пуассона, модуль сдвига, твердость, абразивность, крепость (прочность на раздавливание), коэффициенты внутреннего и внешнего трения, минимальный диаметр сводаобразующего отверстия.

Из перечисленных выше свойств только химические свойства отличают лекарственные порошки от сыпучих

материалов, применяемых в других отраслях народного хозяйства. Это дает возможность использовать научную информацию, в том числе и конструкции приборов, имеющиеся в смежных, аналогичных производствах с учетом фармацевтической специфики: коррозионной стойкости, стерильности, повышенной точности измерения и т. п.

Необходимо отметить также некоторую условность приведенной выше классификации основных свойств СМ. Например, в докторской диссертации Е. Е. Борзунова, базирующейся на законах физико-химической механики дисперсных систем, такие реологические свойства, как упругость, вязкость, пластичность, прочность и эластичность, называют структурно-механическими свойствами.

В связи с тем что не все перечисленные выше свойства равнозначно влияют на технологический процесс таблетирования, ниже будут рассмотрены лишь главные свойства СМ, определяющие процесс таблетирования.

## ГЕОМЕТРИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ЧАСТИЦ

Сыпучие материалы — гранулированные и порошковые — носят в основном неоднородный характер, так как в них имеются твердые частицы самых различных форм и размеров, пустоты, заполненные воздухом или другим газом, а также водой или другой жидкостью. Таким образом, СМ являются конгломератом, в который входят различные вещества в трех агрегатных состояниях — твердом, жидком и газообразном. Отсюда сложность их исследования и описания ограниченным количеством параметров.

Форма гранулы (зерна) может быть самой разнообразной, что зависит от ее происхождения, характера кристаллической решетки вещества и других причин. Часто рассматривают зерна СМ как сферические, исходя из таких технологических процессов получения зерна, как грануляция с сушкой в кипящем слое, опудривание после грануляции и др. Однако частицы и зерна чаще всего имеют неправильную форму.

Одной из важнейших характеристик зерна является его удельная поверхность

$$S_y = \frac{S}{V},$$

где  $S$  и  $V$  — поверхность и объем зерна (частицы).

Для шара диаметром  $d$

$$S_y = \frac{6}{d} \cdot V$$

Эквивалентный диаметр зерна неправильной формы

$$d_s = \frac{6}{S_y} \cdot V$$

Формула устанавливает связь между удельной поверхностью и эквивалентным диаметром зерна, что используется в некоторых приборах, предназначенных для определения гранулометрического состава СМ. Степень отклонения формы зерна от сферической характеризуется коэффициентом сферичности:

$$k_c = S_0/S,$$

где  $S_0$  — поверхность шара, имеющего тот же объем, что и данное зерно с поверхностью  $S$ . Для шара  $k_c=1$ , для куба —  $k_c=0,91$ .

Измерения размеров зерен производят микроскопом с измерительной шкалой при помощи трех взаимно перпендикулярных стрелочных индикаторов и другими способами.

Информация о форме и размере зерна имеет самостоятельное и важное практическое значение. Так, например, в расчетах аппаратов, применяемых для смешивания СМ [36] учитывают форму и размер частиц. Особое значение данные параметры приобретают при рассмотрении СМ в качестве геометрической системы.

Если представить массу каждого зерна, сосредоточенной в ее центре тяжести, то можно рассматривать СМ как пространственную систему материальных точек или сферических зерен. При описании подобных систем применяется терминология, заимствованная из кристаллографии. В массе сыпучего материала зерна сферической формы под воздействием силы тяжести контактируют с соседними, образуя элементарные ячейки, которые, соединяясь, создают упорядоченную структуру.

Количество точек контакта на сфере в подобных структурах характеризуют координационным числом  $n_k$ , типы пространственных решеток связывают с плотностью укладки зерен, выраженного при помощи безразмерного коэффициента уплотнения —  $k_y$ . В работе [56] дана терминология и количественная характеристика структуры СМ со сферической формой зерен.

Коэффициентом уплотнения называют отношение объема твердой фазы —  $V_T$  к общему объему СМ —  $V_0$ :

$$k_y = \frac{V_T}{V_0}. \quad (1)$$

Упомянутые объемы связаны между собой и зависимостью

$$V_0 = V_T + V_n. \quad (2)$$

где  $V_n$  — объем пор между зернами СМ.

Разделив обе части уравнения (2) на  $V_0$ , получим

$$1 = \frac{V_T}{V_0} + \frac{V_n}{V_0}. \quad (3)$$

Подставив в уравнение (3) значение  $k_y$  получим

$$k_y + m_p = 1, \quad (4)$$

где  $m_p = \frac{V_n}{V_0}$  пористость, которая определяется из уравнения (4):

$$m_p = 1 - k_y.$$

Во многих случаях возникает необходимость определить коэффициент пористости, т. е. отношение объема пор к объему твердой фазы СМ:

$$k_n = \frac{V_n}{V_T} = \frac{V_n \cdot V_0}{V_T \cdot V_0} = \frac{m_p}{k_y} = \frac{m_p}{1 - m_p}. \quad (5)$$

Из формулы (5) видна связь коэффициента пористости с самой пористостью. Практически чаще всего коэффициент уплотнения и связанную с ним пористость определяют исходя из значений плотностей. Насыпная плотность, или насыпная масса, СМ представляет собой отношение массы материала к объему, в котором она заключена:

$$\rho_n = G/V_0. \quad (6)$$

Пикнометрическую, или среднюю, плотность СМ определяют как отношение массы к объему твердой фазы СМ:

$$\rho = G/V_T \quad (7)$$

Определение  $\rho$  и  $\rho_n$  производится при естественной или заданной влажности, следовательно,

$$\frac{\rho_n}{\rho} = \frac{GV_T}{V_0 G} = k_y; \quad (8)$$

и по уравнениям (4) и (8) получим пористость:

$$m_p = 1 - \rho_n / \rho. \quad (9)$$

Коэффициент пористости можно найти из уравнений (5) и (9) путем простых преобразований

$$k_n = \rho / \rho_n - 1. \quad (10)$$

С понятием пористости связано еще одно свойство — проницаемость, под которой понимают способность СМ пропускать жидкости или газы по системе сообщающихся пор. Проницаемость — важное свойство, которое необходимо учитывать в фильтрационных процессах, а также при расчетах сушильных агрегатов с кипящим слоем.

Проницаемость оказывает значительное влияние на поведение материала в процессе уплотнения, так как давление воспринимает сначала поровая жидкость, которая начинает течь. Причем отток жидкости происходит с тем меньшей скоростью, чем ниже проницаемость. Проницаемость несвязных, хорошо сыпучих материалов приобретает активный характер благодаря явлениям капиллярности. В работе [3] выведена количественная зависимость, определяющая проницаемость:

$$P_p = \frac{d_n m_p}{32},$$

где  $d_n$  диаметр пор;  $m_p$  — пористость.

Использовать указанную зависимость весьма затруднительно, так как в каждом отдельном случае необходимо экспериментально определить диаметр пор. Поэтому чаще всего определяют коэффициент пористости [3] по Дарси.

## НАСЫПНАЯ ПЛОТНОСТЬ

Насыпная плотность зависит от гранулометрического состава, влажности, плотности укладки частиц в слое, их средней плотности и не остается постоянной даже в условиях хранения на складе. Под влиянием вибрации стенок контейнера или фундамента здания насыпная плотность изменяется. Насыпную плотность измеряют прибором, который описан в работе [19]. На стакане 1 (рис. 2) шарниром 2 укреплен сверху цилиндр 3, а весь прибор установлен на поддон 4. Исследуемый материал во избежание уплотнения насыпают осторожно, небольшими порциями до верхнего уровня цилиндра 3, затем

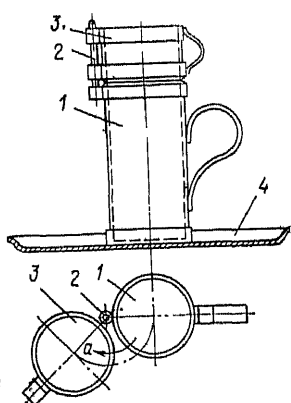


Рис 2. Прибор для определения насыпной плотности.

последний поворачивают в положение *а*. Материал из цилиндра 3 высыпают в поддон, и цилиндр снимают. Насыпную плотность рассчитывают по формуле:

$$\rho_{\text{н}} = \frac{G_2 - G_1}{V_{\text{ст}}} \text{ кг/м}^3,$$

где  $G_2$  и  $G_1$  — масса стакана с материалом и без него;  
 $V_{\text{ст}}$  — внутренний объем стакана,  $\text{м}^3$ .

Приведенный метод определения  $\rho_{\text{н}}$  зависит от способа заполнения, который не регламентирован, что может привести к некоторым погрешностям

измерений. В промышленности переработки пластмасс для определения насыпной плотности в соответствии с ГОСТ 11035—64 предусматриваются два метода и прибора. Прибор для материалов, просыпающихся через воронку (рис. 3) состоит из измерительного цилиндра 1 с гладкой полированной внутренней поверхностью и вместимостью  $10^{-4} \pm 5 \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$ . Воронку 2 устанавливают на штативе 3. Для испытания берут две пробы объемом от  $1,1 \cdot 10^{-4}$  до  $1,2 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3$  каждая, закрывают отверстие в воронке и засыпают в нее пробу, открывают воронку, дают просыпаться исследуемому материалу в измерительный цилиндр. Излишки массы удаляют с цилиндра лопаткой с прямыми краями. Далее определяют массу  $\text{СМ}$  в цилиндре и делят на 100. Результат измерения принимают как среднее арифметическое из двух измерений.

Если материал не просыпается из воронки, то применяют прибор, показанный на рис. 4. В измерительный цилиндр 1 с гладкой полированной внутренней поверхностью вместимостью  $10^{-3} \pm 2 \cdot 10^{-5} \text{ м}^3$  засыпают пробу массой 60 г, затем в измерительный цилиндр медленно опускают поршень 3, пока он не будет полностью опираться на исследуемый материал. Через 1 мин по шкале 4 замеряют высоту столба исследуемого материала при опущенном поршне. Насыпную плотность ( $\text{г/см}^3$ ) определяют по формуле:



$$\rho_n = \frac{60}{FH},$$

где  $F$  — площадь внутреннего сечения измерительного цилиндра, см<sup>2</sup>;  $H$  — высота столба исследуемой массы в измерительном цилиндре, см.

За результат измерения принимают среднее арифметическое из трех определений. Все три прибора могут дать измерение насыпной плотности с погрешностью до 3%, что вполне достаточно для практических целей. Известны способы измерения насыпной плотности резонансным методом [26], а также с применением емкостных датчиков. Однако серийного выполнения указанных приборов пока нет.

Диапазон насыпной плотности СМ очень велик. В зависимости от плотности различают СМ:

$\rho_n > 2000$  кг/м<sup>3</sup> — весьма тяжелые

$1100 < \rho_n < 2000$  кг/м<sup>3</sup> — тяжелые

$600 < \rho_n < 1100$  кг/м<sup>3</sup> — средние

$\rho_n < 600$  кг/м<sup>3</sup> — легкие

Лекарственные порошки — в основном легкие СМ. Погрешность измерения  $\rho_n$  их выше, чем у более тяжелых СМ. Представляет интерес измерение не минимальной, а максимальной насыпной плотности. На Ждановском

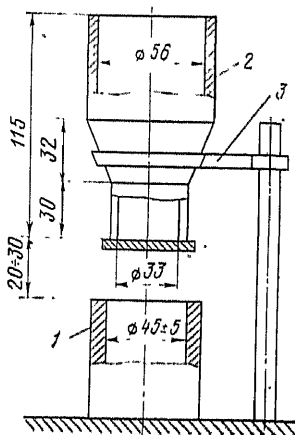


Рис. 3. Прибор для определения насыпной плотности материалов, просыпающихся через воронку.

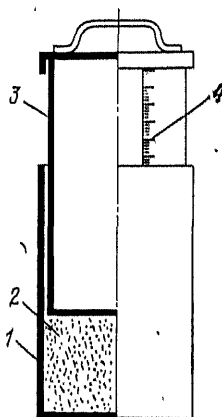


Рис. 4. Прибор для определения насыпной плотности для материалов, не просыпающихся через воронку.

заводе технологического оборудования с этой целью была изготовлена опытная партия приборов модели 545-АК-3, которые рекомендованы к серийному производству в 1977 г.

Прибор для определения максимальной насыпной плотности порошков модели 545-АК-3 имеет следующие технические данные:

Емкость измерительного цилиндра, мл . .	25; 50
Амплитуда колебаний цилиндра, мм, не более . . . . .	40
Частота колебаний цилиндра, кол/мин:	
при амплитуде колебаний до 4 мм . . . . .	320
»   »   »   от 4 до 40 мм . . . . .	120
Мощность электродвигателя, Вт . . . . .	40
Частота вращения электродвигателя, об/мин . . . . .	5000
Счетчик оборотов типа СО-467П . . . . .	
Габариты прибора: длина, ширина, высота, мм . . . . .	270×185×470
Масса, кг . . . . .	9,9

Прибор состоит из основания 1 (рис. 5), на котором размещены электродвигатель 2 и редуктор 3. На выходном валу редуктора смонтирован маховик 4 с эксцентриком 5. В стойке 6 размещен шток 7; на верхнем конусе его закреплена втулка 8, на которую при помощи прокладки 9 и гайки 10 установлен измерительный цилиндр 11.

Амплитуду колебаний регулируют при помощи винта 14 и контргайки 15 по шкале 12. В комплект прибора входит автотрансформатор (на рис. 5 не показан), с помощью которого регулируют частоту вращения мотора, а число колебаний измерительного цилиндра фиксирует счетчик 13.

Прибор работает следующим образом. В измерительный цилиндр 11 засыпают 5 г исследуемого СМ, устанавливают амплитуду колебаний посредством регулировочного винта 14 и после отметки по шкале 12 фиксируют положение контргайкой 15. Лучше всего прибор работает с амплитудой 35—40 мм. Тогда частоту колебаний устанавливают при помощи автотрансформатора в пределах 150—200 кол/мин по счетчику. Далее включают прибор тумблером 16 и следят за отметкой уровня порошка в цилиндре.

После того как уровень порошка устанавливается постоянным (обычно через 5—10 мин), прибор выключают.

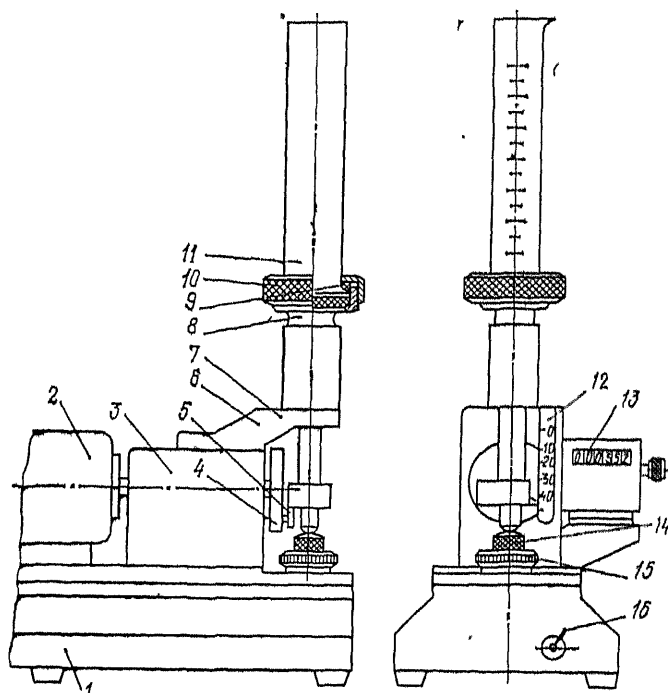


Рис. 5. Прибор для определения объемной плотности уплотненных порошков.

Максимальную насыпную плотность рассчитывают по формуле:

$$\rho_{\text{н}}^{\text{max}} = \frac{5 \cdot 10^3}{V_{\text{ц}}} \text{ кг/м}^3,$$

где  $V_{\text{ц}}$  — объем порошка в цилиндре после утряски.

#### УДЕЛЬНАЯ ПОВЕРХНОСТЬ

Удельная поверхность является одной из главных характеристик сыпучего материала. Особенно возросло внимание к этой характеристике с появлением новой науки — физико-химической механики, изучающей двух- или многофазные системы, в которых хотя бы одна из фаз находится в дисперсном состоянии. Свойства таких систем определяются большой удельной поверхностью. В явлениях адсорбции удельная поверхность определяет количество вещества адсорбируемого единицей массы адсорбента. Кроме того, удельная поверхность характе-

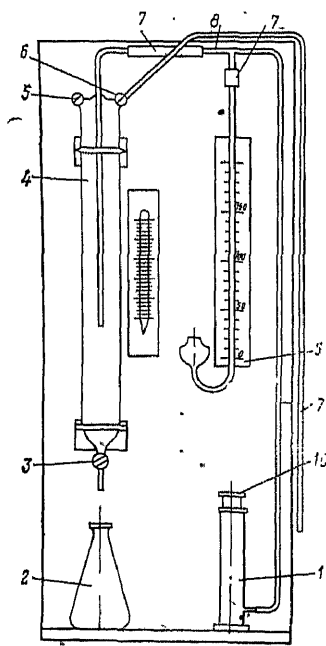


Рис. 6. Поверхностемер Попова.

ризует явления внутреннего и внешнего трения, адгезии, когезии, электризации порошков.

Определение удельной поверхности порошков можно производить несколькими методами. Наиболее простым в лабораторных условиях является метод и аппаратура, предложенные В. В. Товаровым. Прибор основан на измерении количества воздуха, проходящего через слой порошка в единицу времени. В гильзу 1 (рис. 6) помещают слой исследуемого порошка, спрессованного до определенной пористости. Через этот слой подсасывают воздух с помощью аспиратора 4. Расход воздуха измеряют по объему воды, вытекшей из аспиратора за определенный промежуток времени.

Разность давлений по обеим сторонам слоя материала измеряют манометром 9. Методика измерения приведена в ГОСТ 8735—75. Подготовка поверхностемера к работе требует заполнения баллона манометра 9 подкрашенной водой так, чтобы ее уровень в трубке стоял на нуле шкалы. Периодически определяют константу прибора и объем гильзы ( $V_r$ ), заполненной СМ, по формуле:

$$K = \sqrt{\frac{\pi d_r^2}{4 h_r}}, V = \frac{\pi d_r^2}{4} h_a,$$

где  $d_r$  — внутренний диаметр гильзы;  $h_r$  — высота слоя СМ в гильзе.

Внутренний диаметр гильзы измеряют с точностью до 0,1 мм. Высота слоя СМ должна быть измерена при вставленном в гильзу плунжера 10 с точностью до 0,5 мм. Величина константы для стандартного прибора составляет  $K=0,578$ , а объем СМ в гильзе  $V_r=75 \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$ .

Перед началом опыта проверяют герметичность прибора: аспиратор 4 через резиновую трубку 7 и кран 6 при открытом кране 5 заполняют водой, затем оба крана закрывают, зажимают конец резиновой трубки, идущей к гильзе и открывают сливной кран 3. Начавшийся ток воды должен быстро прекратиться, что будет свидетельствовать о герметичности соединений прибора. В противном случае следует найти и ликвидировать место подсоса воздуха.

Правильность показаний прибора перед определением удельной поверхности исследуемого СМ должна быть проверена контрольным измерением удельной поверхности какого-либо эталонного порошка с известной удельной поверхностью. Для этого по методике, изложенной ниже, проводят определение проверяемым прибором удельной поверхности эталонного порошка и по полученной ее величине ( $S_{оп}$ ) и известной величине удельной поверхности эталонного порошка ( $S_{эт}$ ) вычисляют поправочный коэффициент ( $k_n$ ) по формуле:

$$k_n = S_{эт}/S_{оп}.$$

Если значение  $k_n > 1 \div 0,05$ , то его вводят в формулу для определения удельной поверхности СМ данным прибором. При контрольной проверке прибора эталонным порошком высота слоя последнего в гильзе должны быть 30 мм, для чего в гильзу вставляют пустотелый цилиндрический вкладыш высотой 120 мм и на него укладывают решетку. Константа прибора и объем порошка в гильзе должны быть вычислены с учетом этих условий.

Для исследования отбирают пробу массой около 300 г и высушивают до постоянной массы. В гильзу пневматического поверхностемера вкладывают перфорированную бронзовую решетку и на нее укладывают кружок фильтровальной бумаги. Затем без предварительного взвешивания засыпают в гильзу часть исследуемого СМ. Гильзу при этом слегка постукивают о стол, уплотняя содержимое в ней. Сверху на СМ укладывают второй кружок фильтровальной бумаги и вставляют в гильзу плунжер так, чтобы он своими упорами дошел до верхнего края гильзы, слегка допрессовывая СМ. Гильзу при помощи резиновой трубки присоединяют к наполненному водой аспиратору 4, при этом краны 3, 5, 6 должны быть закрыты. Затем плунжер из гильзы вынимают и открывают сливной кран 3 аспиратора 4. Когда на водяном манометре установится постоянное разреже-

ние, зависящее от крупности зерен СМ, под струю воды подставляют колбу 2 и одновременно включают секундомер. Истечение воды продолжается до тех пор, пока ее уровень, снижаясь, не дойдет на 10—20 мм до открытого конца внутренней трубки аспиратора. В этот момент отмечают величину разрежения по манометру в паскалях, закрывают сливной кран 3 и выключают секундомер, фиксируя продолжительность опыта. Затем определяют количество воды в колбе в кубических сантиметрах по разности массы пустой колбы и колбы с водой или непосредственным измерением в мерном цилиндре.

По окончании опыта СМ из гильзы высыпают, взвешивают с точностью до 0,1 г ( $g_c$ ) и определяют его максимальную насыпную плотность ( $\rho_n$ ) в граммах на кубический сантиметр ( $\text{г/см}^3$ ) в состоянии уплотнения, соответствующем опыту, по формуле:

$$\rho_n = \frac{g_c}{V_r}.$$

Далее определяют среднюю плотность испытуемого СМ и рассчитывают его пористость ( $m$ ) по формуле:

$$m = 1 - \frac{\rho_n}{\rho},$$

где  $\rho$  — средняя плотность СМ,  $\text{кг/м}^3$ .

На основании этих определений и результатов опыта с прибором вычисляют удельную поверхность СМ в  $\text{см}^2/\text{г}$  по формуле:

$$S = \frac{14K}{\rho} \sqrt{\frac{H_p T}{V_v}} \cdot \sqrt{\frac{1}{\eta}} \cdot \sqrt{\frac{m^3}{(1-m)^3}},$$

где  $H_p$  — разрежение в приборе по манометру в момент опыта, Па;  $T$  — продолжительность опыта (истечение воды из аспиратора), с;  $V_v$  — объем воздуха, прошедшего в процессе опыта через слой СМ, равный объему воды в колбе после опыта;  $\rho$  — средняя плотность СМ;  $m$  — пористость СМ в долях единицы;  $\eta$  — вязкость воздуха при температуре опыта, Па·с;  $K$  — константа прибора.

Значение величин  $\sqrt{\frac{1}{\eta}}$  и  $\sqrt{\frac{m^3}{(1-m)^3}}$  дается таблицей в ГОСТ 8735—75. Найденное значение удельной поверхности СМ должно быть умножено на поправочный коэффициент  $k_n$ , полученный при контрольной про-

верке прибора. Определении удельной поверхности проводят дважды, применяя каждый раз новую порцию СМ из подготовленной пробы. Расхождение между результатами двух определений не должно превышать 5%. При больших расхождениях производят третье определение и учитывают два ближайших значения, принимая среднее арифметическое из указанных измерений. Прибор, аналогичный описанному модели ПСХ-V выпускается серийно заводом СКБ Всесоюзного научно-исследовательского института строительных материалов Министерства стройматериалов СССР.

Определенную прибором ПСХ-V удельную поверхность называют видимой ( $S_n$ ), т. е. дающей суммарную внешнюю поверхность частиц без учета внутренней поверхности замкнутых пор. Полная удельная поверхность ( $S_n$ ) дополнительную суммарную поверхность внутренних замкнутых пор. Имеется несколько адсорбционных методов определения  $S_n$  [9]. Наибольшее распространение имеет метод, получивший название теории БЕТ [40].

Сущность метода БЕТ заключается в следующем: полная удельная поверхность выражается через связь между величиной адсорбции и удельной поверхностью адсорбента.

$$S_n = a_T N_0 \cdot \omega_0, \quad (11)$$

где  $a_T$  — величина адсорбции;  $N_0$  — число Авогадро,  $\omega_0$  — поверхность, занимаемая одной молекулой.

В уравнении (11) наибольшую сложность представляет определение величины адсорбции —  $a_T$ . Метод БЕТ позволяет получить значение  $a_T$  по емкости плотного монослоя с использованием двухконстантного уравнения:

$$\frac{P_{от}}{a_T (1 - P_{от})} = \frac{1}{a_0 C} + \frac{C - 1}{a_0 C} \cdot P_{от},$$

где  $P_{от} = \frac{P}{P_s}$  — относительное давление;  $P$  — давление пара;  $P_s$  — давление насыщенного пара;  $a_T$  — величина адсорбции;  $C$  — константа, связанная с теплотой адсорбции;  $a_0$  — емкость монослоя.

Константы  $C$  и  $a_T$  находят графически из зависимости величин  $P_{от}/a_0$  и  $(1 - P_{от})$  от относительного давления пара  $P_{от}$ .

Указанный метод положен в основу приборов моделей 2200, 2205, 2100-D, выпускаемых фирмой «Coultronics» (Франция). Приборы могут измерять полную удельную поверхность в диапазонах соответственно от 1 до 1000 м<sup>2</sup>/г; 0,5—100 м<sup>2</sup>/г от 0,001 м<sup>2</sup>/г до неопределенного максимума, выдавая результат измерения на цифровой счетчик. Модель 2500 полностью автоматизирована и имеет встроенный компьютер.

Недостатком метода БЕТ является необходимость дорогостоящей вакуумной аппаратуры и относительно большого времени определения удельной поверхности. На основе метода БЕТ фирмой «Strohlein» (ФРГ) разработан упрощенный метод, приведший к созданию прибора «Area-meter». Диапазон измерения находится в пределах 0,1—1000 м<sup>2</sup>/г; сокращен процесс измерения при удовлетворительной воспроизводимости.

Принцип работы прибора следующий. Адсорбционный сосуд 1 с пробой СМ (рис. 7) и сравнительный сосуд 2, выполненные из стекла одинакового объема и формы при комнатной температуре заполняются азотом под атмосферным давлением. Затем оба сосуда доводят до температуры жидкого азота, налитого в ванну охлаждения 3. Адсорбция азота пробой СМ создает разность давления между адсорбционным и сравнительным сосудом. Масляный манометр 4 показывает разность давления, по которому с учетом атмосферного давления при заполнении сосудов можно определить количество азота, адсорбированного пробой. В прибор входят также клапан 5, потокоммер 6, сушильная труба 7.

Давление равновесия устанавливается в адсорбционном сосуде автоматически. По давлению равновесия и адсорбированного при этом давления азота пробой СМ можно определить удельную поверхность пробы без введения эмпирических коэффициентов, используемых в методике БЕТ, за основу берется одноточечное определение значения. Рассеяние отдельных измерений не превышает  $\pm 1\%$  в условиях, при которых разность давления на манометре выше 50 мм (490 Па). С помощью прибора можно также снимать изотермы во всем диапазоне метода БЕТ.

При определении удельной поверхности методом газовой адсорбции необходимо предварительно удалить молекулы посторонних газов, адсорбированных до начала измерения. Удаление газов производится вне прибо-



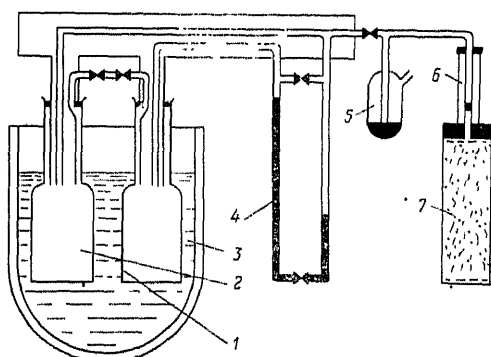


Рис. 7. Прибор «Area-meter III».

ра. Это экономит время на газоудаление. С этой целью в комплект прибора входит нагревательный термостат, позволяющий сразу использовать 8 адсорбционных сосудов. Температура термостата регулируется в пределах 300—600°K (27—32°C). Использование номограммы, приведенной в паспорте прибора, позволяет выполнить два измерения в час.

Имеются также другие методы нахождения удельной поверхности [53]. Измерение удельной поверхности лекарственных порошков показало, что с увеличением размеров частиц удельная поверхность убывает по экспоненциальному закону и находится в интервале 7500—800 см²/г. Метод Товарова не является универсальным для лекарственных порошков.

## ДИСПЕРСНОСТЬ

Порошки являются дисперсными (микрогетерогенными) системами. Они характеризуются дисперсностью, величина которой может быть выражена через удельную поверхность:

$$S_1 = S_v/V_1,$$

где  $V_1$  — объем частицы.

Известно, что поверхность частицы порошка пропорциональна квадрату, а объем — кубу радиуса частицы. Тогда дисперсность определится по формуле:

$$S_1 = \frac{k_\phi}{2r},$$

где  $k_\phi$  — коэффициент формы.

Для сферических частиц, имеющих наименьшую поверхность в единице объема,  $k_{\phi} = 6$ . Следовательно, минимальная дисперсность  $S_1 = 3/r$ .

Распределение по линейным размерам частиц (гранул) СМ называют фракционным, или гранулометрическим, составом и определяют в процентах как отношение массы полученных фракций к общей массе материала:

$$m_{d_i}/M = \Phi,$$

где  $d_i$  — условный диаметр гранулы;  $m_{d_i}$  — масса  $i$ -ой фракции;  $M$  — масса материала.

Условный диаметр для частиц неправильной формы определяют как среднее арифметическое, вычисленное по трем измерениям частиц:

$$d_i = \frac{a + b + c}{3},$$

либо как среднее геометрическое:

$$d_i = \sqrt[3]{abc},$$

где  $a$ ,  $b$ ,  $c$  — соответственно длина, ширина и высота зерна (гранулы).

Дисперсность и гранулометрический состав могут быть выражены аналитически либо в виде таблиц или графиков. Фракционный состав влияет на таблетруемость лекарственных и других СМ [28], используется при расчетах бункеров различных технологических машин [46], скорости растворения медицинских препаратов [52], выборе транспортных средств [47] — ковшевых элеваторов, вибро- и шнековых транспортеров.

Методы определения гранулометрического состава СМ выбирают в зависимости от крупности частиц.

В работе [52] кратко описан принцип действия и приведена схема автоматического седиментометра, основанного на применении рентгеновских лучей. Прибор обеспечивает измерение частиц размерами от 0,2 до 50 мкм. В работе [45] описан лазерный гранулометр.

Ситовой анализ является наиболее распространенным методом, используемым для определения гранулометрического состава СМ с частицами величиной от 50 до 2500 мкм и более. Он заключается в последовательном просеивании определенной навески через вертикально расположенный ряд сит с различной величиной отверстий — от крупных сверху до самых мелких внизу. На-

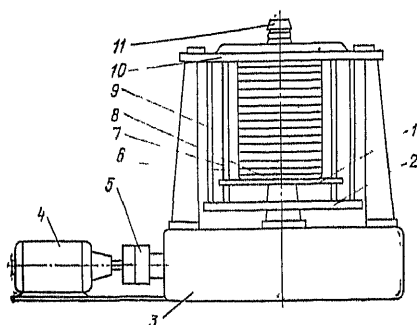


Рис. 8. Ситовой анализатор модели «026».

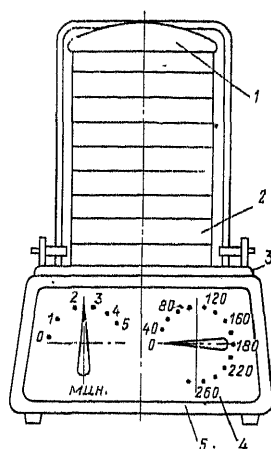


Рис. 9. Прибор для определения гранулометрического состава удобрений.

бор сит в нижней части имеет поддон. Ситовой анализ проводят на приборе для определения зернового состава модели 026, серийно выпускаемом Усманским механическим заводом. Габариты прибора  $0,7 \times 0,4 \times 0,8$  м, масса с мотором около 180 кг. Электродвигатель имеет мощность  $0,5 \div 0,8$  кВт при напряжении 220/380 В. Набор сит состоит из 12 шт. с номерами в соответствии с ГОСТ 3584—73. Прибор устроен и работает следующим образом. На станине 3 (рис. 8) установлен электродвигатель 4, который через муфту 5 и редуктор приводит в движение набор сит 6. Сита установлены на передвигаемом вдоль двух колонок 7 поддоне 8 и закрепляются хомутами 1. При помощи эксцентриков, закрепленных на валике 9 и соединенных с поперечной 2 хомутком, осуществляется гирационное движение сит с частотой вращения 300 об/мин. Сита сверху закрепляются крышкой 10, по которой бьет кулачок 11 с частотой 180 уд/мин, производя встряхивание сит.

Методика определения состава на приборе модели 026 следующая. На верхнее сито засыпают исследуемый СМ, закрывают его крышкой и включают электродвигатель. Через 15 мин прибор останавливают, снимают аккурратно набор сит, затем поочередно высыпают содержимое каждого сита на лист бумаги, извлекая застрявшие в сетке зерна кисточкой и взвешивают с точностью

до 0,01 г. Так поступают с каждым ситом, в том числе и с поддоном. Если навеска была 50 г, то полученную массу на сите умножают на два, получая процентное содержание каждой фракции. Величину навески для ситового анализа принимают в зависимости от крупности зерна. Наибольший размер 0,1; 0,3; 0,5 и 1 мм и соответственно минимальная масса пробы 22; 25; 50; 100; 200 г. Отечественная промышленность выпускает также прибор для определения гранулометрического состава удобрений модели РКФ-2У. При соответствующем наборе сит он вполне пригоден для определения гранулометрического состава лекарственных порошков. Прибор (рис. 9) состоит из основания 5, пульта управления 4, на котором размещены шкалы управления процессом просева. Внутри основания размещена вибрационная система с регулируемой амплитудой колебания стола 3, на котором смонтирован набор сит 2, закрытый крышкой 1 из оргстекла.

Прибор имеет частоту колебаний 1000 в минуту; амплитуда регулируется до 2,5 мм. Навеска может быть взята любая, но не более 250 г. Габариты прибора 430×344×535 мм, масса 1,5 кг. В набор входят два поддона. Это позволяет одновременно проводить анализ гранулометрического состава двух различных материалов. Время анализа устанавливают по счетчику на пульте управления; по окончании анализа прибор отключают.

За последние 5 лет еще несколько фирм организовали выпуск вибрационных сит для определения гранулометрического состава. ПНР выпускает вибро-сито LP<sub>2</sub>E с набором из 12 сит диаметром 193 мм и высотой 25 мм. Амплитуда колебаний до 2,5 мм, частота 600 кол/мин, время просева до 15 мин, навески до 50 г.

Фирма «A. Fritsch» (ФРГ) выпускает все необходимое для ситового анализа СМ, состоящих как из крупных частиц, так и порошков с частицами размером до 10 мкм.

Фирма «A. Fritsch» выпускает также лабораторный гравитационный сепаратор модели Analysette-8.

Определение фракционного состава порошка производят для порошков с частицами размером 10—100 мкм с исследованием массы сыпучего материала от 0,5 до 10 г плотностью от 1 до 10·10<sup>3</sup> кг·м<sup>-3</sup>. Принцип действия прибора ясен из рис. 10.

В корпусе прибора 6 установлен мембранный фильтр 5, на котором находится исследуемый порошок 4. Сухой воздух подается по трубе 7 через фильтр, возгоняет тонкие фракции, направляя их вверх через зону ускорения 2. В зоне сниженного давления 1 тонкие фракции отделяются. Мембранный фильтр резко снижает давление воздуха, образуя равномерное распределение скоростей потока воздуха.

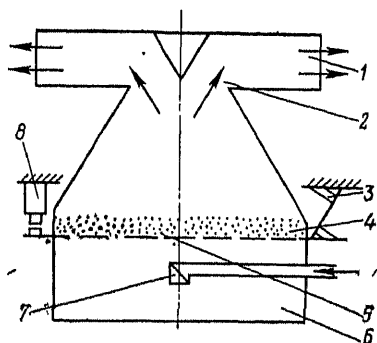


Рис. 10. Гравитационный сепаратор.

На сепараторе имеется расходомер, которым устанавливают необходимый расход воздуха в зависимости от желаемой крупности частиц отделенного материала и его плотности. По окончании сепарации (контролируют визуально) мембранный фильтр снимают и взвешивают с оставшейся на нем крупной фракцией.

Малошумные вибраторы 8 вместе с плоскими пружинами 3 распределяют материал равномерно по поверхности мембранного фильтра. Одновременно вибрация совместно с зоной ускорения предотвращает налипание исследуемого порошка на стенки прибора. В комплект прибора входят ротаметр для отсчета расхода воздуха, сушильная башня для сушки воздуха, регулируемый компрессор массой 14 кг, стандартный набор фильтров — 25 шт.

При выборе того или иного варианта прибора и метода определения гранулометрического состава необходимо руководствоваться опытом в использовании существующих приборов. Для вибрационных приборов характерно уменьшение амплитуды колебаний с увеличением массы пробы порошка и относительно малое время исследования.

Фармацевтические цели требуют более точного анализа гранулометрического состава, следовательно, и более тонкого учета факторов, влияющих на погрешность его измерения. Точность ситового анализа зависит от следующих факторов: а) статистической представитель-

ности пробы по отношению к самой массе материала; б) способа просева — сухого или мокрого; в) размера отверстий в сите; г) частоты колебаний просеиваемого материала; д) гранулометрического состава исследуемого материала; е) конструкции прибора для ситового анализа.

Для определения и учета указанных факторов проводят пробный ручной просев на ситах разного номера. При машинном ситовом анализе используют метод просева через одно—два сита для определения дисперсности порошков и набор сит — для гранулята. Влажность должна строго учитываться инструкциями для определения гранулометрического состава, причем особо оговариваются условия исследования гигроскопического материала, в которых должны быть регламентированы допустимые пределы влажности в начале ситового анализа и по его окончанию.

Длительность проведения ситового анализа нельзя устанавливать произвольно, без учета особенностей просеиваемого материала. Чаще всего длительность просева определяют экспериментально, причем особо обращают внимание на то, чтобы не переполнились сита с малым отверстием. Сумма допустимых потерь материала при ситовом анализе не должна превышать 1% (по нормам ИСО-2591 допускается 2%).

Седиментационный анализ фракционного состава основан на различии в скоростях осаждения твердых частиц в жидкости. Как правило, его проводят в ламинарном режиме осаждения [27], для которого скорость осаждения сферических частиц определяется уравнением:

$$V_{oc} = 0,56 \frac{g d_r^2}{\nu} \cdot \frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_2}, \quad (12)$$

где  $g$  — ускорение силы тяжести,  $\text{м} \cdot \text{с}^{-2}$ ;  $d_r$  — диаметр частицы,  $\text{м}$ ;  $\nu$  — вязкость жидкости,  $\text{м} \cdot \text{с}^{-2}$ ;  $\rho_1$  и  $\rho_2$  — плотность частицы и жидкости,  $\text{кг} \cdot \text{м}^{-3}$ .

Из уравнения (12) следует, что при заданных свойствах жидкости и твердой частицы скорость осаждения последней пропорциональна квадрату ее диаметра. Следовательно, частицы дисперсного материала, введенные в жидкость, распределяются по высоте столба жидкости на расстояниях, пропорциональных квадрату диаметров частиц: крупные — внизу, мелкие —верху. По времени

прохождения частиц от верхнего до контрольного уровня можно рассчитывать скорости опускания, а по уравнению (12) — диаметры частиц. Недостаток указанного метода, заключающийся в необходимости следить за множеством частиц, привел к созданию седиментационных весов, основанных на принципе определения увеличения массы частиц, прошедших контрольный уровень.

Седиментационные весы состоят из сосуда 1 (рис 11) с жидкостью, чашечки 2, связанной через подвеску 3 с коромыслом 4, правое плечо которого уравновешено грузом 6. Изменение массы чашечки 2 при попадании в сосуд 1 исследуемых частиц отмечается стрелкой 5 на циферблате. Прибор может быть автоматизирован установкой тензодатчиков, отмечающих колебания коромысел весов, и записывающего устройства, которые в конечном итоге может дать график зависимости  $G_1=f(d_1)$  (см. рис 11), в котором  $G_1$  — масса частиц, попавших к моменту времени  $t_1$  на чашечку, а  $d_1$  — диаметр частицы, достигшей чашечки к тому же времени  $t_1$ .

По такому графику легко рассчитать фракционный состав класса частиц, например  $d_1-d_2$ . Для этого достаточно провести две ординаты к кумулятивной кривой и просчитать процентное содержание  $(G_2-G_1)$ . Однако анализ пылевидных фракций на указанных весах затруднен из-за малой скорости осаждения частиц. Для этого используют поле центробежных сил.

Прибор для подобного анализа изображен на рис 12. От электродвигателя 6 вращение передается ротору 5, изготовленному из оргстекла, который заполняют седиментационной жидкостью. Исследуемую пробу суспендируют в небольшом количестве седиментационной жидкости и вводят в центральное отверстие вращающегося ротора. При таком способе введения материала частицы одновременно начинают движение под воздействием центробежных сил. В это время через стабилизатор напряжения 7 подают ток в лампу 8, световые лучи которой фокусируются оптической системой 9 и направляются через ротор к фотоэлементу 1, регистрирующему частицы.

Фототок, пропорциональный световому потоку, снимаемый с регулируемого сопротивления 2, регистрируется самопишущим потенциометром 3. Ротор затемнен кожухом 4. По тарировочному графику зависимости  $I=f(d_1)$  фототока  $I$  от диаметра частицы  $d_1$  в дальней-

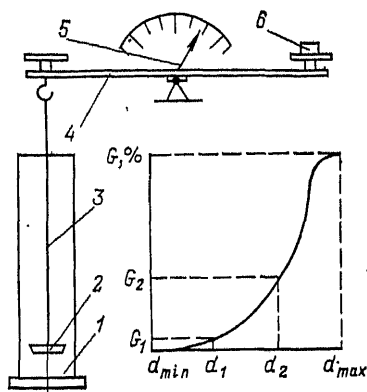


Рис. 11. Седиментационные весы.

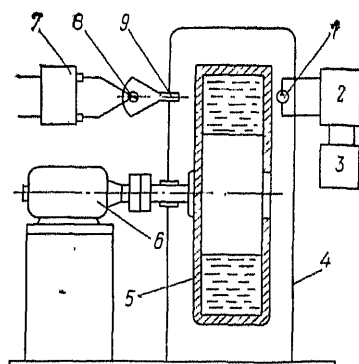


Рис. 12. Седиментационный анализатор порошков в поле центробежных сил.

ишем определяют фракционный состав полидисперсного порошка.

Фирма «A. Fritsch» (ФРГ) выпускает комплекс приборов для анализа фракционного состава порошков в пределах от 2 до 100 мкм при помощи гравитационного седиментографа модели Analysette-22 и для порошков в пределах 0,01—5 мкм — при помощи центробежного седиментографа «Analysette-23». Измерение изменения концентрации суспензии во время седиментации в обоих приборах проводят при помощи рентгеновских лучей. Экранированный источник излучения направляет коротковолновые рентгеновские лучи на суспензию. Детектор измеряет интенсивность рентгеновских лучей, прошедших через седиментационный сосуд.

Система питания и усилитель детектора размещены в отдельном корпусе.

Усиление, нулевая точка и чувствительность регулируются, измеряемая величина записывается. Токоснабжение, усилитель и самописец одинаковы для обоих приборов.

Применение рентгенометрического метода позволило расширить диапазон измерения приборов и повысить их точность, так как зависимость между ослаблением излучения и концентрацией суспензии является линейной.

Оба прибора дают хорошие результаты измерения при концентрации твердых веществ в 1 об%, но при не-



обходимости допустимой является и величина 0,2%. Оба прибора оснащены раздвигающим устройством, которое по истечению заданного времени поднимается к поверхности жидкости, уменьшая высоту падения частиц до плоскости измерения. Это позволяет уменьшить время измерения в среднем до 20 мин. Температура приборов при помощи встроенного термостата поддерживается постоянной, на 4°C выше окружающей среды.

Габариты обоих приборов одинаковы, они занимают в комплекте площадь 1300×500 мм при высоте 500 мм и имеют массу 70—75 кг.

Известен еще ряд приборов для седиментационного анализа фракционного состава полидисперсных порошков. Прибор для фотоседиментационного метода [23] рекомендуется для порошков с однородным по химическому составу частиц размером 4—100 мкм.

В 1975 г. создан автоматический фотоседиментограф модели «Диана» [20], способный измерять частицы размером 2,5—50 мкм и определять фракционный состав порошков со среднеквадратическим отклонением  $\pm 2\%$ .

Для прибора важна не только возможность измерения фракционного состава порошка самых малых размеров, но и скорость и характер выдачи информации, что позволяет оперативно управлять процессом измельчения или грануляции. В этом отношении хорошо зарекомендовали себя приборы, выпускаемые фирмой «Coultronics» (Франция). Прибор «Седиграф-5000» служит для автоматического измерения фракционного состава порошка с частицами размером от 0,7 до 100 мкм.

Габариты прибора: основание 500×500 мм, высота 750 мм. Все механизмы, в том числе и самописец, размещены внутри прибора. Включение прибора в сеть 220 В, 50 Гц. Длительность процесса исследования зависит от плотности и минимального диаметра частиц, а также от вязкости жидкости. Для сыпучего материала плотностью  $2,6 \cdot 10^3$  кг·м<sup>-3</sup>, осаждающегося в воде, требуется 10 мин для анализа СМ с частицами размером 2—50 мкм, 20 мин для СМ с частицами размером 1—50 мкм, 100 мин — для анализа СМ с частицами размером 0,2—50 мкм.

Таким образом, при размере частиц от 10 мкм и менее прибор дает большой выигрыш времени анализа по сравнению с классическими методами седиментации.

Точность показания прибора (отклонение последовательных результатов измерения до 1%) гарантируется рядом конструктивных элементов, учитывающих влияние отдельных факторов на погрешность исследования. Так, температура, влияющая на вязкость жидкости, существенно воздействует на погрешность показания прибора, поэтому измерительная камера термостатируется при 30°C. Возможную агрегацию порошка ликвидируют путем введения в седиментационную жидкость соответствующих поверхностно-активных веществ.

Прибор выдает информацию в виде кумулятивной кривой на логарифмической сетке: эквивалентный диаметр частиц — их процентное содержание.

Непосредственное измерение фракционного состава порошка осуществляется при помощи разного рода микроскопов — обычных оптических, электронных, сканирующих, например французской фирмы «Millipore». Использование этих методов осложняется трудностью изготовления микрошлифа, в плоскости которого частицы не должны перекрывать друг друга, однако применение телевизионной установки вместе с компьютером обеспечивает возможность их использования в будущем. Следует отметить появление оборудования, в котором используется принцип дифракции света, как, например, лазерный гранулометр. Микроскопия позволяет измерять частицы размером от 0,001 до 500 мкм.

Кондуктометрический метод определения фракционного состава порошков относится к современным методам экспресс-анализа и успешно применяется во многих отраслях промышленности. С помощью этого метода можно измерять частицы размером 0,4—300 мкм. На основе кондуктометрического метода создан ряд приборов для анализа дисперсности порошков.

Наиболее распространенными среди них являются счетчики Коултера, выпускаемые фирмой «Coultronics» (Франция). Приборы выпускаются трех моделей: ZBC, ZBM, TA-2R. Все три модели комплектуются портативной вычислительной машиной и записывающим устройством, выдающим результат измерения в виде интегральной кривой распределения частиц по массе (объему).

Сущность кондуктометрического метода заключается в следующем. Анализируемый порошок суспендируют в электролите, например состоящем из однопроцентного раствора NaCl, и заливают в стакан 6 (рис. 13), в кото-

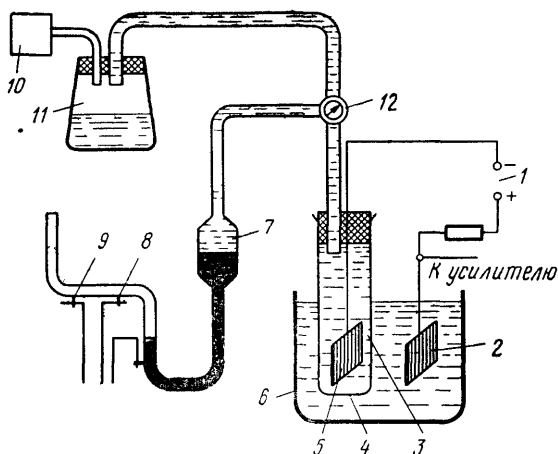


Рис 13 Прибор для кондуктометрического анализа порошков

ром установлена пробирка 4 с микроотверстием 3 в нижней части боковой стенки. По обе стороны отверстия установлены платиновые электроды 2 и 5, подключенные к источнику 1 постоянного тока. Через трехходовой кран 12 внутренняя полость колбы 4 соединяется с ртутным манометром 7, который ранее был соединен с емкостью 10, вакуумированной с помощью насоса 11. При этом электролит проходит через отверстие 3 в пробирке 4, вытесняет ртуть в манометре 7 до тех пор, пока не сравняются уровни ртути в трубке манометра.

Величина сопротивления между электродами практически представляет собой сопротивление столбика электролита, находящегося в микроотверстии 3 пробирки 4. В счетчиках Коултера, выпускаемых фирмой «Coultronics» для измерения частиц размером 0,4—12 мкм диаметр микроотверстия равен 30 мкм.

Далее применяют ряд других отверстий, наиболее крупное из которых диаметром 560 мкм служит для измерения частиц размером 8—240 мкм. Каждая частица, проходя через отверстие, вытесняет объем электролита, равный ее собственному объему, меняет сопротивление столбика жидкости в отверстии и создается импульс, величина которого пропорциональна объему частицы, прошедшей через отверстие. Столбик ртути при подъеме в левом колене манометра 7 замыкает контакты 8, вклю-

чая счетчик, а при замыкании контакта 9 отключает его. Импульс напряжения усиливается, сортируется дискриминатором, пропускающим импульсы на счетчик в случае, если его амплитуда превышает порог дискриминации. Интегральную кривую распределения частиц по размерам можно получить, проводя несколько циклов счета при разных порогах дискриминации.

По окончании счета емкость 10 соединяют посредством крана 12 с манометром 7. Это приводит к сливу суспензии, находящейся в трубке выше столбика ртути, в емкость 10. Так периоды счета повторяют несколько раз. Счетчики Коултера позволяют проводить анализ в течение 5—10 мин.

При работе со счетчиками необходимо учитывать некоторые тонкости, сущность которых излагается ниже. Счетчик Коултера применяют для контроля стабильности содержания твердых частиц в маслах, топливе, воде и атмосфере. Последняя модель ТА выдает результаты в виде цифр, показывающих также время анализа общего количества частиц. При автоматической регистрации результатов анализа производится их запись с помощью устройства, причем встроенная вычислительная машина может сравнивать полученную кривую с эталонной, помещенной в блоке памяти, и выдать сравнительные данные, что важно для контроля технологического процесса грануляции или какого-либо другого.

Выше рассмотрены методы определения дисперсности порошков с помощью приборов, серийно выпускаемых промышленностью, достаточно проверенных в научно-исследовательской практике и при технологическом контроле производства.

Имеется ряд методов менее распространенных, но пригодных для определения фракционного состава специфических по физическим свойствам порошков. Так, для тонких порошков, поддающихся электризации, применяют электростатический метод [27]. Сущность его заключается в том, что при прохождении порошка между коронирующим и осадительными электродами его частицы заряжаются ионами газа, притягиваются к осадительному электроду, снабженному козырьками. Отдавая заряд осадительному электроду, частицы порошка скатываются в козырек под воздействием силы тяжести. Над каждым козырьком собираются частицы,

близкие по размерам. Их выделяют в отдельную фракцию, взвешивают и рассчитывают фракционный состав.

В последние годы отечественной промышленностью предложен очень перспективный телевизионный метод анализа гранулометрического состава СМ, метод экспресс-анализа, позволяющий производить измерения бесконтактным способом в движущемся потоке. Такая аппаратура может быть встроена в гранулирующий агрегат и давать информацию о качестве грануляции. В перспективе такое устройство может быть снабжено обратной связью, управляющей настройкой агрегата, следовательно, обеспечить заданные параметры гранулометрического состава вещества [27].

Использование указанного метода возможно в том случае, если частицы анализируемого СМ имеют диаметр, превосходящий по размеру разрешающую способность телевизионной системы. Последняя зависит от расстояния телекамеры для измеряемой плоскости телевизионной трубки. В настоящее время Всесоюзным научно-исследовательским и проектно-конструкторским институтом по автоматизации предприятий промышленности строительных материалов (ВИАСМ) разработана установка для контроля гранулометрического состава с минимальным размером частиц 2 мм. Установка построена на базе телевизионной установки ПТУ-4.

Установка работает следующим образом. Телекамеры фокусируют на потоке СМ в технологической линии. Скорость потока должна быть согласована с частотой кадров. Видеосигнал телекамеры подается на один из входов аппаратуры контроля, где после усиления и коррекции, увеличивающей контрастность границ гранул, поступает на электронный смеситель и в схему выделения.

Поверхность гранул более темная, следовательно, по яркости изображения можно определить границу между частицами. Значит, если известно число перепадов яркости в каждой строке или столбце изображения, то можно установить и диаметр частиц. Перепад яркости вырабатывают в схеме выделения короткие импульсы строчной частоты, которые подсчитываются в специальной схеме измерения. Частота следования этих импульсов связана с количеством гранул на элементе кадра, т. е. с их крупностью.

Из новых методов анализа гранулометрического со-

става сыпучего материала можно отметить метод теоретического анализа, метод микроскопического анализа лекарственных порошков [60]. Применяются также усовершенствованные методы ситового анализа с использованием счетчика Коултера.

Выбор метода определения гранулометрического состава зависит от цели исследования. Если создается новый медицинский препарат, то оптимальным будет такой метод исследования, который дает наибольшую информацию о составе порошка. В целях технологического контроля производства порошка, качества и тонины его измельчения выбирают быстродействующие, желательно бесконтактные методы анализа. В работе [38] рекомендуется выбирать метод исследования в зависимости от отношения удельной поверхности к диаметру частиц, а в работе [50] приводится обзор методов анализа фракционного состава и рекомендуется при выборе того или иного метода исходить из диаметра частиц, скорости и точности измерения.

Полученные в результате анализа дисперсности СМ данные рассматривают как статистическую совокупность или эмпирический вариационный ряд, представляют их в виде либо гистограммы, либо кумулятивной кривой. Методика обработки, а также формулы для определения среднего диаметра зерна изложены в книге [26] и работе [55].

## СЫПУЧЕСТЬ

Сыпучесть является важным комплексным параметром, характеризующим способность сыпучего материала образовывать дискретно-непрерывный устойчивый поток. Сыпучесть учитывают при расчете всех приборов, устройств и агрегатов, связанных с переработкой, хранением и транспортированием сыпучих материалов. Так, например, она определяет размеры выпускных отверстий [54] и других элементов бункеров, питателей-дозаторов и других узлов роторных таблеточных машин; учитывается при выборе приборов для фасовки порошков в аптеках [33] и т. д.

Понятие сыпучести, а также методы ее определения еще не установлены однозначно и нуждаются в серьезном уточнении.

Сыпучесть еще иногда называют текучестью, отдавая,

по-видимому, дань аналогии между некоторыми свойствами жидкости и сыпучего материала. Однако текучесть как вполне определенное физическое явление — нарастание пластической деформации материала (сплошной среды) без увеличения нагрузки на него — имеет весьма отдаленную аналогию с явлениями, происходящими при движении СМ. Следовательно, логично говорить о сыпучести как специфической характеристике подвижности сыпучего материала.

Сложность явления сыпучести заключается в ее зависимости от многочисленных факторов, характеризующих сыпучий материал — гранулометрического состава и насыпной плотности внутреннего (взаимного) и внешнего трения частиц, удельной поверхности, формы, удельного веса частиц, влажности, температуры и давления, количества пылевидных фракций в общем объеме сыпучего материала.

Перечисленные факторы связаны противоречивой зависимостью. Например, при увеличении размера частиц сыпучесть возрастает, но при одном и том же гранулометрическом составе сыпучесть может быть разной из-за разной величины удельной поверхности.

Уменьшение насыпной плотности снижает сыпучесть, но и при равной насыпной плотности разные вещества будут иметь разную сыпучесть, так как у них могут быть и различные формы частиц, и коэффициенты внутреннего трения.

В этих условиях появилась теория, которая исходит из факта невозможности определить сыпучесть однозначно, учитывая лишь один параметр, характеризующий сыпучий материал. Теория основана на обширном эксперименте и изложена в серии работ [41, 42, 43, 44], приведших к созданию таблиц, несущих значительную информацию о характере сыпучих материалов.

Сущность предложения Р. Л. Карра заключается в использовании для оценки сыпучести четырех показателей: угла естественного откоса, коэффициента вибрационного уплотнения, угла обрушения, поверхностного сцепления (когезии), или коэффициента однородности. Максимальное число баллов по каждому из указанных показателей составляет 25, следовательно, материал, обладающий наилучшей сыпучестью, получает 100 баллов. Так, по методу Карра определена сыпучесть стандартного сухого песка по следующим показателям:

угол естественного откоса . . . . .	25° (25)
угол обрушения . . . . .	25° (25)
коэффициент вибрационного уплотнения . .	8% (23)
поверхностное сцепление . . . . .	0% (25)
или коэффициент однородности . . . . .	2 (23)

В скобках показано число баллов. Таким образом, сыпучесть песка оценивается либо в 98 баллов при использовании варианта с учетом когезии, либо в 96 баллов — в варианте с определением коэффициента однородности. Следует заметить, что насыпная плотность песка на 8% больше плотности его наиболее рыхлого слоя, поэтому вместо 25 баллов для «идеального» СМ с коэффициентом уплотнения 5% взято 23 балла для реального песка. Самая плохая сыпучесть оценивается суммой баллов в пределах от 0 до 19. Так, на основе проведенных испытаний более 2800 СМ были созданы паспорта (таблицы) свойств СМ, разбитых на 7 классов и 21 группу по три в каждом классе.

Для определения показателей сыпучести вводится понятие потока СМ. Свободным потоком называют такое истечение СМ, при котором отдельные зерна двигаются устойчиво, равномерно, проходя даже через самое узкое отверстие. Связанный СМ будет перемещаться не отдельными частицами, а всей массой. Образованию свободного потока способствуют следующие свойства СМ:

а) зерна со средним диаметром более 0,15 мм, т. е. с относительно малой удельной поверхностью; б) низкие когезионные свойства; в) форма зерна, приближающаяся к сферической, слабая шероховатость, однородность гранулометрического состава; г) высокая твердость и плотность зерна; д) минимальные гигроскопичность и электростатическая активность.

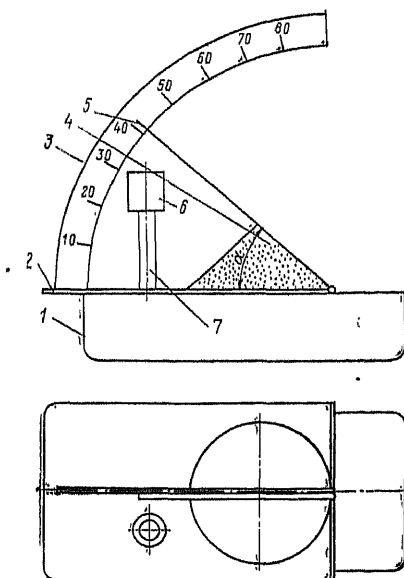
Пульсирующий, обрушающийся поток — неустановившийся поток СМ [26]. Он может быть прерывистым или фонтанирующим из-за насыщения воздухом. В бункерах фонтанирование и распыление СМ возникают в случаях внезапного обрушения свода или в моменты, предшествующие опорожнению. Подобный вид движения потока характерен для СМ, частицы которого склонны к адсорбированию воздуха, имеют малую насыпную плотность, с преобладанием пылевидной фракции, характеризуются большой удельной поверхностью и значительными когезионными силами и отличаются низкой гигроскопичностью.



Сыпучесть позволяет определить, каким видом потока будет характеризоваться движение того или иного СМ. Следовательно, при конструировании аппаратов, связанных с перемещением или перемешиванием СМ, открывается возможность предусмотреть средства механизации, автоматизации, а также измерительной аппаратуры, оптимизирующей технологические процессы переработки и транспортировки СМ.

Оценку сыпучести начинают с определения угла естественного откоса. Углом естественного откоса называют угол между образующей конуса из СМ и горизонтальной плоскостью. Угол определяют простейшими средствами. На рис. 14 показан прибор для измерения угла естественного откоса. На сборнике 1 смонтирована пластина 2, на которой укреплена шкала 3. Свободно насыпанный исследуемый материал 4 образует конус, угол естественного откоса  $\alpha$  которого измеряется при помощи визирной линейки 5 и шкалы 3. На приборе также предусмотрена стойка 7 круглого сечения высотой 177 мм, по которой может скользить втулка 6 массой 111 г, назначение которой — определение угла падения (см. ниже).

Угол естественного откоса изменяется в широких пределах — от  $25-35^\circ$  для хорошо сыпучих материалов до  $60-70^\circ$  для вязких материалов. Отсюда чем меньше угол естественного откоса, тем выше сыпучесть. Таким образом, угол естественного откоса является показателем, определяющим потенциальную сыпучесть материала и характеризующим также форму, размер, удельную поверхность частиц и когезионные свой-



\*Рис. 14. Прибор для определения угла естественного откоса.

ства СМ. Однако отождествление угла естественного откоса с углом внутреннего трения частиц в общем случае неверно, так как угол естественного откоса является частью угла внутреннего трения. Только в случае хорошей сыпучести указанные величины практически совпадают.

Вторым показателем для оценки сыпучести является коэффициент вибрационного уплотнения, который определяют по формуле:

$$k_b = \frac{\rho_{\Pi}^{\max} - \rho_{\Pi}}{\rho_{\Pi}}, \quad (13)$$

где  $\rho_{\Pi}$  — насыпная плотность;  $\rho_{\Pi}^{\max}$  — насыпная плотность максимальная.

Коэффициент вибрационного уплотнения определяют, исходя из методики определения  $\rho_{\Pi}$  и  $\rho_{\Pi}^{\max}$ , описанных выше. Чем выше  $k_b$ , тем меньшей сыпучестью обладает материал. Значение  $k_b = 0,2-0,21$  соответствует граничному, разделяющему свободный и связанный потоки материала. Коэффициент вибрационного уплотнения характеризует однородность формы и размера гранул, деформируемости СМ, удельную поверхность частиц СМ, когезионные свойства и содержание влаги в материале.

Угол обрушения — третий показатель, определяющий сыпучесть. Измеряется при помощи пластины (шпателя), имеющий лопатку размером  $125 \times 20$  мм. Пластину погружают в основание массы СМ параллельно доньшку емкости, затем поднимают, выводя ее из слоя вверх. Материал хорошей сыпучести образует на пластине четко выраженную насыпь. Плохо сыпучий материал образует насыпь неправильной формы с разрывами и уступами. Тем не менее определяют среднее значение угла наклона насыпки к горизонтали. Затем пластину осторожно постукивают и вновь определяют среднее значение угла наклона к горизонтали. Среднее арифметическое из двух подобных измерений и дает угол обрушения.

Следует учитывать, что определять угол обрушения необходимо при достаточной толщине слоя СМ.

Р. Л. Зенков предложил прибор для определения угла обрушения [19], представляющий собой сосуд с плоским доньшком и задвижкой, закрывающей отверстие, смещенное относительно центра. При открывании задвижки

СМ высыпается из отверстия, а материал, оставшийся в сосуде, образует откос, угол которого с горизонталью назван углом обрушения.

Такой метод дает несколько иное значение угла обрушения, чем измеренное при помощи указанной выше методики.

Угол обрушения для данного СМ всегда больше угла естественного откоса, за исключением очень легко сыпучих материалов. Угол обрушения дает большую информацию о сыпучести материала, чем угол естественного откоса. Чем выше угол обрушения, тем меньшей сыпучестью обладает материал. Сыпучий материал должен иметь угол обрушения менее  $40^\circ$ . Угол обрушения служит критерием оценки когезии, размера, формы и удельной поверхности частиц, однородности, пористости и деформируемости СМ.

Кажущееся поверхностное сцепление (когезия) и коэффициент неоднородности. Это варианты четвертой характеристики свойств СМ при оценке сыпучести. Кажущееся поверхностное сцепление — термин для обозначения сил связности СМ, т. е. не внутриатомных, а сил сцепления, действующих между частицами. Это силы когезии — силы притяжения между микроскопическими частицами размером  $10^{-7}$ — $10^{-2}$  см. На поверхности сухих зерен размерами выше указанного предела замерить силы сцепления невозможно, если не прилагать сжимающих усилий. В таких случаях измеряют коэффициент неоднородности в качестве равноправного варианта оценки свойств сыпучести.

Методика вычисления коэффициента неоднородности основана на ситовом анализе исследуемого материала. Для исследования помещают 2 г материала тонинной 0,063 мм на верхнее из группы сит (0,25; 0,125; 0,063 мм), подвергают вибрации в течение 20—120 с. Если материал имеет насыпную плотность  $1460 \text{ кг/м}^3$  или более, его подвергают вибрации 20 с, если менее  $1460 \text{ кг/м}^3$ , то вибрация длится на 1 с больше.

Материал, оставшийся на каждом сите, взвешивают и когезию оценивают в процентах, исходя из следующих критериев. Когезия будет равна нулю, если весь материал пройдет через сито с отверстиями размером 0,063 мм. Величина когезии будет равна 100%, если на сите с отверстиями размером 0,25 мм останутся все

2 г материала. Если остается 0,1 г материала на сите с отверстиями размером 0,125 мм, то когезия равна 3%, если на сите с отверстиями размером 0,063 мм, то 1%. Чтобы спизить эффект таких явлений, как прилипание и электростатическое притяжение частиц при определении когезии, необходимо проводить не менее пяти замеров и усреднять результат измерения.

Для материалов с насыпной плотностью ниже предела 140—390 кг/м<sup>3</sup> необходимо использовать сита больших размеров — с отверстиями 0,45, 0,25 и 0,063 мм. Соответственно, при насыпной плотности материалов 890—1320 кг/м<sup>3</sup> применяют сита размером 0,125, 0,063 и 0,045 мм.

Следует отметить, что для гранулированных материалов, имеющих даже небольшое количество порошка, когезия не является характерным свойством. В этом случае определяют коэффициент неоднородности  $k_0$ . Для его расчета необходимо по результатам ситового анализа взять отношение размера отверстия сита, через которое прошло 60% ( $R_{60}$ ) исследуемого СМ к размеру отверстия сита, через которое прошло 10% ( $R_{10}$ ) материала:

$$k_0 = \frac{R_{60}}{R_{10}}.$$

Коэффициент однородности косвенно характеризует размеры и форму зерен, а также коэффициент вибрационного уплотнения СМ.

По полученным четырем критериям можно определить сыпучесть в баллах при помощи шкалы для оценки сыпучести сухих твердых СМ.

Таким образом, открывается возможность унифицировать и ограничить число одновременно применяемых конструкций бункерных устройств, питателей, транспортных систем и т. п. Кроме того, может быть решен вопрос о целесообразности использования и количестве побудителей в потоке СМ, например в бункере, об их конструкции, интенсивности перемешивания.

Материалы I—IV классов сыпучести не требуют побудителей потока, так как это в основном гранулированные или кристаллические СМ, частицы которых имеют правильную форму в виде куба, шара или близкую к ним. Материалы V класса сыпучести могут зависеть в бункерах. Для их перемещения необходимы побудители потока, и чем выше класс сыпучести, тем интенсивность

побудителей должна повышаться. Материал VII класса сыпучести может вообще не поддаваться побуждению без технологической обработки, например грануляции.

Сыпучесть — универсальная характеристика для большинства СМ. Однако среди огромного разнообразия сыпучих материалов имеются и такие, для характеристики которых одной сыпучести недостаточно. Комплексной характеристикой для мелкодисперсных материалов может служить суммарная оценка по сыпучести, аэрируемости и склонности к зависанию в бункерах.

Аэрируемость — свойство СМ, выражающееся в склонности к образованию псевдооживленной системы с неустойчивым лавинообразным потоком. Определяется по четырем показателям: 1) сыпучести, 2) углу падения, 3) углу разности, 4) диспергируемости.

Угол падения определяют на приборе (см. рис. 14). После определения угла естественного откоса пластину, на которой получен конус из СМ, встряхивают путем пятикратного сбрасывания груза 6 с высоты стойки 7. В моменты встряхивания угол естественного откоса обрушивается, стабилизируясь после пятого встряхивания до угла падения, который и определяют по шкале 3 визирной линейкой 5. Чем меньше класс сыпучести, тем меньше угол падения. Он косвенно характеризует однородность гранулометрического состава СМ, размеры и форму его частиц, силу сцеплений и склонность к удержанию воздуха между частицами. Одновременно угол падения непосредственно характеризует сыпучесть и аэрируемость СМ.

Угол разности определяют вычитанием величины угла падения из значения угла естественного откоса. Чем больше угол разности, тем больше склонность СМ к аэрированию и псевдооживлению. Угол разности косвенно характеризует сыпучесть, удельную поверхность и когезию.

Диспергируемость — свойство СМ, характеризующее склонность к аэрированию и псевдооживлению. Для определения диспергируемости применяют прибор, который состоит из пластмассового цилиндра, закрепленного на штативе при помощи кольцевого кронштейна и смотрового стекла. Через цилиндр сбрасывают компактную навеску СМ массой 10 г. Материал, оставшийся на стенке, взвешивают, его масса, выраженная в процен-

тах по отношению к массе навески, и является мерой диспергируемости. При установлении пределов диспергируемости было обнаружено, что проба определенного сорта крахмала при испытании на приборе потеряла половину своей массы, т. е. диспергируемость была равна 50 %, что дает 25 баллов по шкале.

Это материал с наиболее высокой диспергируемостью. Для материалов, теряющих менее половины своей массы, диспергируемость определяют по формуле:

$$D = P_{oc} \cdot 10,$$

где  $P_{oc}$  — масса материала, оставшегося на стекле, г;  $D$  — диспергируемость, %.

Значения четырех характеристик аэрируемости для пяти классов СМ разделены на 21 группу. Аэрируемость эталонного материала (крахмала) оценивается суммой баллов, равной 92 (число баллов указано в скобках):

сыпучесть: усл. ед. — 50 (25); угол разности — 18° (17)

Угол падения — 10° (25); диспергируемость — 50% (25)

Показатели аэрируемости крахмала оцениваются максимально в 25 баллов, кроме угла разности, который меньше максимального.

Легко аэрируемый материал обладает низким углом падения, большим углом разности, высокой диспергируемостью и относительно хорошей сыпучестью. Аэрируемость сама по себе имеет важное значение в расчетах пневмотранспорта СМ [34]. Она должна занять должное место в расчетах сушильных агрегатов с применением псевдоожижения, аппаратов перемешивания СМ, в которых используется высокая частота вращения лопастных мешалок, а также в расчетах [58], связанных с конструированием средств механизации, предназначенных для удаления СМ из бункеров [63].

Классификация сыпучих материалов по комплексным характеристикам. Основными комплексными характеристиками, используемыми при классификации СМ, являются сыпучесть, аэрируемость и способность образовывать устойчивые своды.

При сводообразовании происходит зависание материала над выпускным отверстием бункера или в других аппаратах. Прочность свода зависит от физических, технологических и механических свойств СМ, конструкций

бункеров и аппаратов, продолжительности действия статических нагрузок и т. д. Так, например, прочность свода возрастает с увеличением насыпной плотности коэффициента вибрационного уплотнения, при снижении прочности частиц, повышении их способности к сцеплению, когезии и гирроскопичности, с увеличением продолжительности пребывания СМ в бункере, уровня СМ в бункере, а также при повышении влажности.

Неправильная конструкция элементов бункера — углов наклона боковых стенок, узкое выпускное отверстие содействует упрочению свода.

Классификация сыпучих материалов отображает современное представление об основных свойствах СМ и может стать основой проектирования, изготовления и модернизации всего комплекса оборудования, связанного с переработкой или транспортированием СМ.

Недостатками изложенной системы оценки комплексных свойств СМ являются: а) взаимосвязанность, коррелированность пяти факторов, определяющих сыпучесть, что может вызвать ошибки в определении сыпучести; б) использование балльной системы факторов при незначительных отклонениях в каждом из них может дать значительную суммарную погрешность; в) несовершенство методов для определения угла обрушения и коэффициента неоднородности.

Теория Карра представляет собой попытку классифицировать многочисленные сыпучие материалы на основании рассмотрения важнейших комплексных факторов. Вместе с тем представляется целесообразным создание прибора универсального характера, способного определять с высокой степенью стабильности сыпучесть самых разнообразных СМ.

Определим сыпучесть как средний расход сыпучего материала, проходящего через воронку прибора, со стандартными параметрами и методикой измерения. Если сыпучесть определять в условиях заданной влажности, то такой показатель вполне приемлем для практических целей, например для определения режимов таблетирования, точности дозирования и т. п. Для строгих исследований, когда важна сопоставимость результатов измерения, кроме влажности, необходимо точно определять гранулометрический (фракционный) состав, удельную поверхность и форму частиц сыпучего материала.

## ПРИБОРЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЫПУЧЕСТИ

Простейший прибор со стационарно закрепленной воронкой работает следующим образом. Исследуемый материал равномерно засыпают в воронку при закрытой заслонке. Затем открывают заслонку и одновременно включают секундомер, определяя время, за которое из воронки высыпается  $2 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3$  материала.

Сыпучесть оценивают либо по формуле:

$$V_c = \frac{G_m}{0,785 d^2 t},$$

где  $V_c$  — сыпучесть,  $\text{кг/м}^2 \cdot \text{с}$ ;  $G_m$  — масса сыпучего материала, прошедшего через бункер,  $\text{кг}$ ;  $d$  — диаметр выпускного отверстия,  $\text{м}$ ;  $t$  — время высыпания,  $\text{с}$ ; либо расчетом расхода сыпучего материала по законам истечения жидкости из отверстия:

$$G_m = 0,785 \sqrt{g} \cdot \rho_n \cdot d^{2,5} \text{ кг/с},$$

где  $G_m$  — расход сыпучего материала,  $\text{кг}$ ;  $g$  — ускорение свободного падения,  $\text{м/с}^2$ ;  $\rho_n$  — насыпная плотность,  $\text{кг/м}^3$ .

Рассмотренные прибор и методика оценки сыпучести обладают существенными недостатками: а) сыпучесть может быть найдена в основном только для гранулированных материалов; б) закономерность истечения жидкости лишь очень приближенно определяет значение расхода даже для материалов с высокой сыпучестью. Следует отметить, что для сыпучих материалов связанного характера движения на приборах, подобных описанным выше, определить сыпучесть вообще невозможно, так как они зависят в воронке. Учитывая это обстоятельство, С. А. Носовицкая и соавт. предложили воронку устанавливать с электривибратором ЭЛ-1, обеспечивающим 6000 кол/мин, в горизонтальном направлении.

При этом способе измерений одновременно открывают носик воронки и пускают секундомер, отмечая время, за которое вытечет 100 г сыпучего материала. Коэффициент сыпучести определяют по уравнению:

$$k_c = \frac{t \cdot r^{2,58}}{G},$$

где  $k_c$  — коэффициент сыпучести;  $r$  — радиус отверстия воронки,  $\text{мм}$ ;  $G$  — масса сыпучего материала,  $\text{г}$ .



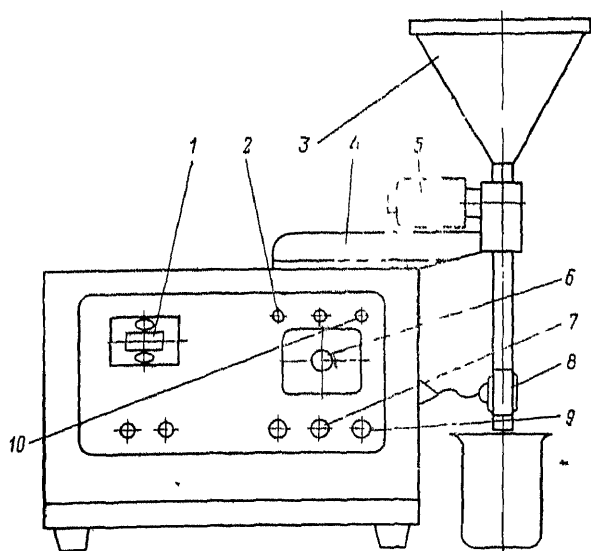


Рис 15. Прибор для определения сыпучести модели GDT.

Такая методика определения сыпучести более универсальна, но для ряда порошков, обладающих большой удельной поверхностью, прибор показывает «пулевую» сыпучесть.

Более совершенным является прибор фирмы «Egwe-са» (ФРГ) модели GDT. Он устроен и работает следующим образом. В воронку 3 (рис. 15) засыпают примерно  $100 \text{ см}^3$  гранулята; излишек снимают ножом. Затем нажимают кнопку 9, включающую в сеть все агрегаты приборов, при этом загорается левая контрольная лампа 2. Далее в зависимости от предварительно измеренных размеров зерен гранулята регулируют рукояткой потенциометра луч света, проходящий через сопло 2 воронки. При наличии мелких зерен рукоятку 6 устанавливают по шкале в пределах 5—10 делений, при средних размерах зерен — от 3 до 6 делений и при крупных — в пределах 0—4 делений шкалы.

При включении клавиши 6 включается магнитный вентиль 5, открывающий выход гранулята через сопло внутренним диаметром 10 мм. Одновременно загорается лампа 10 и включается вибратор, размещенный внутри

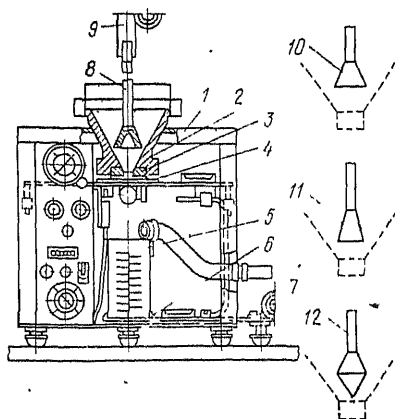


Рис 16 Прибор для определения сыпучести по патенту США.

кронштейна. Вибрация осуществляется при помощи электродвигателя мощностью 34 Вт. Время истечения контролируется суммирующим импульсным счетчиком 1 с ручной установкой на нуль. По окончании истечения инфракрасный луч воздействует на импульсный счетчик, фиксирующий время истечения с точностью до 0,1 с. Габариты прибора 320×220×386 мм, масса 10 кг. Определение сыпучести связан-

ных порошковых материалов на приборе затруднительно, так как их истечение из длинной трубки внутренним диаметром 10 мм при горизонтальном направлении вибрации возможно лишь в редких случаях.

Прибор имеет сложную электронную схему, преобразователь постоянного тока и со всей аппаратурой, смонтированной в замкнутом малогабаритном корпусе, не отличается высокой надежностью.

Оригинальным является прибор для определения сыпучести по патенту США. Прибор устроен и работает следующим образом.

На станине 1 (рис. 16) коробчатого сечения укреплена воронка 2 со сменной фильерой 3. В комплект прибора входит несколько фильер, различающихся по диаметру выходного отверстия, с конусом, имеющим плавный переход к конусу воронки. Это позволяет выбирать диаметр выпускного отверстия фильеры (матрицы) в зависимости от наибольшего размера гранулы.

В приборе предусмотрена заслонка 4, закрывающая выпускное отверстие воронки, и приемный стакан 5, размещенный на пластине 6, которая может передать вибрацию от вибратора 7.

С помощью шкалы стакана 5 можно определить насыпную плотность исследуемого материала. При вклю-

ченном вибраторе 7 определяют максимальную насыпную плотность  $\rho_{\text{н}}^{\text{мах}}$ . Затем рассчитывают коэффициент вибрационного уплотнения по формуле (13).

Как отмечалось ранее, коэффициент  $k_{\text{в}}$  характеризует сыпучесть (чем он меньше, тем большей сыпучестью обладает материал), однородность формы и размера гранул в исследуемом материале, его влажность, величину удельной поверхности и когезионную способность.

В приборе также имеется вибратор 9, который создает вертикальное вибрационное воздействие на исследуемый СМ при помощи насадки 8, установленной в воронке, в зоне сводообразования. Для обеспечения истечения материала из воронки предусмотрены сменные насадки 10, 11, 12. Если материал все же плохо течет, то время вибрационного воздействия насадок увеличивают.

Имеется ручное автоматическое управление прибором с дублирующей записью времени высыпания порошка. В целом в приборе предусмотрено все необходимое для разностороннего и точного измерения сыпучести для широкого диапазона сыпучих материалов.

При всех очевидных достоинствах прибора он не лишен ряда существенных недостатков:

а) определение оптимального размера фильеры и длительности вибрации требует значительного времени и навыка и не исключает субъективности в результатах измерений;

б) сложная автоматика не гарантирует сопоставимости результатов измерения в разных лабораториях;

в) прибор не дает положительных результатов при исследовании мелкодисперсных порошков;

г) прибор не применим для экспресс-анализа.

Интересным является прибор для сравнения сыпучих порошков, имитирующий работу роторной таблеточной машины [34].

Принцип его работы следующий. Сосуд 4 (рис. 17) на 75% его объема заполняют исследуемым порошком. Во втулку 3 устанавливают цилиндр 2 с пробкой 1 и включают мотор-редуктор 6, приводящий во вращательное движение ворошитель 7. Через 2—3 с нажатием на кнопку 8 включают электромагнит 5, открывающий заслонку 9. Одновременно пускают секундомер 10. Спустя 5—7 с повторным нажатием на кнопку 8 закрывают заслонку, выключают секундомер и останавливают электродвигатель.

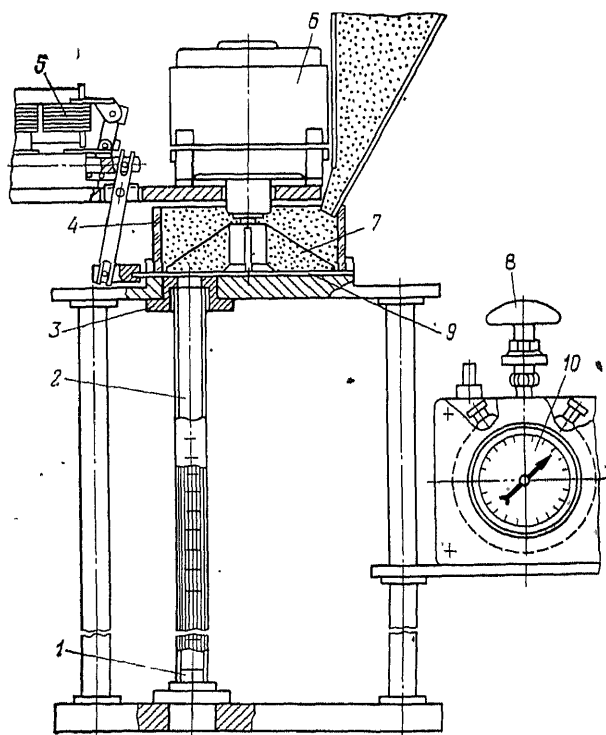


Рис. 17. Прибор для сравнения сыпучести порошков.

Вместимость сосуда 400 мл, размер калиброванного отверстия 10 мм, размер измеряемых гранул до 2 мм.

Показателем сыпучести здесь предлагается считать отношение массы пробы ко времени ее высыпания ( $\text{кг} \cdot \text{с}^{-1}$ ). Погрешность определения не превышает 10%. Прибор предназначен лишь для сравнения сыпучести порошков.

Недостатком прибора является несопоставимость определения сыпучести для материалов с различной удельной поверхностью, так как они будут неодинаково уплотняться под воздействием вращающихся лопастей ворошителя.

При исследовании различных материалов необходима тщательная очистка прибора, на что требуется много времени.

В 1971 г. создан прибор модели ВП-12 с горизонтальной вибрацией. На нем были проведены широкие исследования различных сыпучих материалов [11].

При создании промышленного образца прибора для определения сыпучести найдена такая схема наложения вибрационного воздействия на воронку, при которой наибольшая амплитуда колебаний приходилась на выходное отверстие воронки, причем основная масса сыпучего материала в верхней части воронки получала минимальную по амплитуде вибрацию.

Предел допускаемой погрешности измерения сыпучести был выбран таким, что обеспечивал максимальную простоту прибора.

Прибор ВП-12А достаточно универсален, невелик по габаритам, массе и имеет следующую техническую характеристику:

Вместимость воронки, м <sup>3</sup> . . . . .	2 · 10 <sup>-4</sup>
Амплитуда колебания, мм . . . . .	0,04—0,06
Максимальный размер гранулы, мм . . .	3
Погрешность измерения:	
сыпучести, % не более . . . . .	±8
Угла естественного откоса, не более . .	3°
Потребляемая мощность, ВА . . . . .	12
Напряжение, В . . . . .	220
Габаритные размеры, мм . . . . .	260 × 160 × 250
Масса, кг . . . . .	8

В комплект изделия входят угломер, приемный стакан и регулятор напряжения.

Прибор работает следующим образом. Корпус прибора (рис. 18) состоит из трех частей 1, 2, 11, внутри его смонтированы все функциональные узлы.

Навеску порошка (гранулята) массой 50 г засыпают осторожно, без уплотнения, в воронку, предварительно сняв крышку 9. Тумблером 17 при закрытой заслонке 14 включают одновременно электромагнит 8 и секундомер. Электромагнит 8 притягивает якорь 7, сжимая амортизатор 5. С частотой 50 Гц вибрация от якоря передается воронке, которая связана с якорем при помощи тяги 4 и шарнира 6. Такая система крепления позволяет получить наибольшую амплитуду колебаний на выходном отверстии воронки.

После 20 с утряски, необходимой для получения стабильных показаний, поворотом рукоятки в сторону открывают заслонку 14 и наблюдают за истечением СМ из воронки в приемный стакан 3.

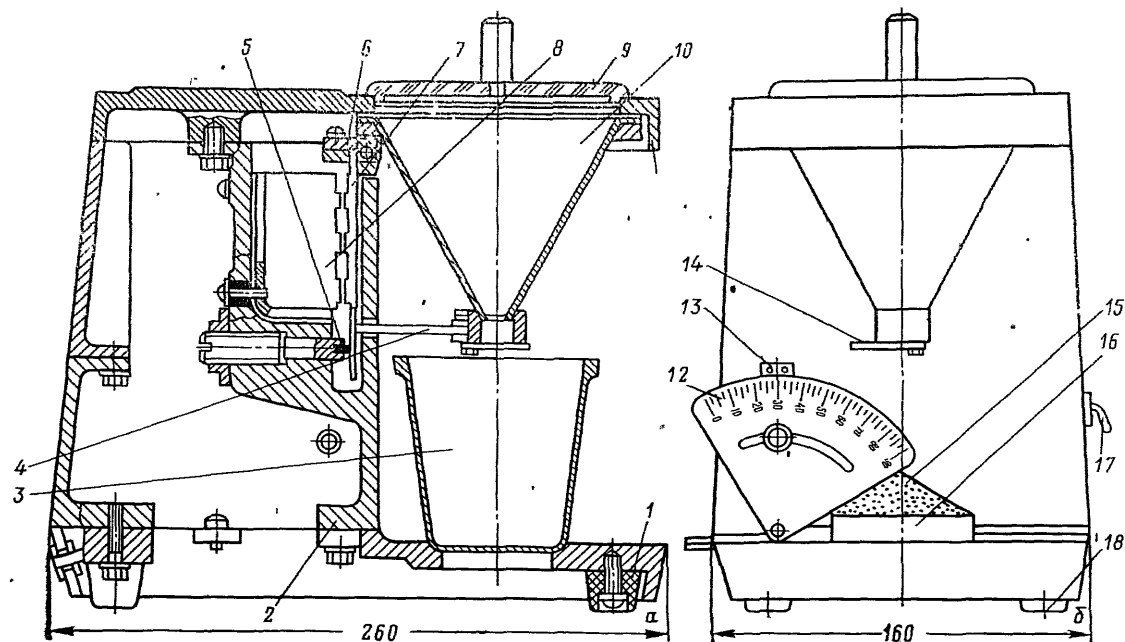


Рис. 18. Прибор модели ВП-12А.

а — измерение сыпучести; б — измерение угла естественного откоса.

По окончании истечения прибор выключают. Сыпучесть рассчитывают по формуле:

$$V_c = \frac{G}{t-20},$$

где  $V_c$  — сыпучесть кг/с;  $G$  — масса навески, кг;  $t$  — полное время опыта, с; 20 — время утряски, с.

Взвешивание производится с точностью до 0,01 г. Точность отсчета времени истечения до 0,2 с. Обычно сыпучесть определяют как среднее арифметическое пяти опытов. Получаемый результат вполне приемлем для практических целей. В случае необходимости получения более точной информации при обработке результатов измерений используют методы математической статистики. При определении сыпучести порошков с малой насыпной плотностью допускается использование навески массой 30 г. Если исследуется порошок, склонный к налипанию на стенки воронки, то после каждого опыта последнюю очищают мягкой кисточкой.

Прибор модели ВП-12А электромагнитного типа не содержит вращающихся, трущихся частей, которые были бы подвержены износу. Все регулировки в приборе — монтажные. Их производит завод-изготовитель. Перечисленные особенности, а также строго регламентированные геометрические параметры воронки, ее материал, шероховатость поверхности, калибр выпускного отверстия, точность настройки вибратора на заданную амплитуду колебаний позволяет обеспечить идентичность свойств приборов.

Экспериментальное исследование влияния различных факторов на стабильность работы прибора показало, что увеличение массы воронки на 50 г не влияет на величину сыпучести. При увеличении массы воронки амплитуда колебания лишь смещается на координатной сетке осциллограммы, но не изменяет величины. Изменение промышленной частоты в электрической сети обычно очень невелико и не влияет на процесс определения сыпучести. Гораздо значительнее воздействие на амплитуду колебаний изменения напряжения в электросети. Экспериментально установлено, что наилучшим для прибора является напряжение 180 В. При этом достигается стабильность результатов измерения сыпучести, снижается шум, создаваемый электромагнитом, и повышается долговечность последнего. С учетом изложенного в комп-

лект прибора введен регулятор напряжения. Промышленные испытания прибора для определения сыпучести и угла естественного откоса модели ВП-12А показали его универсальность и достаточную для практических целей точность измерения.

В лаборатории таблеточного производства ХНИХФИ Н. А. Бугрим и М. В. Штейнгартом была подвергнута проверке методика измерения сыпучести, разработанная на ЖЗТО. Проверено влияние количества исследуемого сыпучего материала  $x_1$ , времени предварительной утряски  $x_2$ , частоты вибрации воронки  $x_3$  на сыпучесть и воспроизводимость результатов. Наибольший интерес представляло изучение влияния указанных факторов при материалах с плохой сыпучестью.

С этой целью изучалась стабильность измерения сыпучести норсульфазола, которую ранее находили как скорость высыпаний, равную в среднем 2,5 г/с. Стабильность величины сыпучести оценивали по среднеквадратической ошибке времени высыпания, найденной из трех параллельных опытов. Влияние перечисленных факторов изучалось статистическим методом планирования эксперимента, для чего был проведен полный факторный эксперимент типа  $2^3$ . Уровень варьирования, план и результаты эксперимента представлены в табл. 1.

Статистические параметры эксперимента, приведенные в табл. 1, с учетом значимости коэффициентов уравнения регрессии позволяют представить стабильность сыпучести норсульфазола в виде следующей математической модели:

$$y = 3,1 - 1,54x_3 + 0,7x_1x_3 - 0,76x_1x_2x_3.$$

Анализ модели показывает, что, несмотря на широкое варьирование величины навески  $x_1$ , ее измерение существенно не влияет на сыпучесть. Время утряски  $x_2$  также не оказывает значительного влияния на сыпучесть.

Математическая модель подтверждает, что главное влияние на сыпучесть оказывает частота вибрации, зависящая от напряжения  $x_3$ . С учетом этого обстоятельства в комплект прибора ВП-12А введен стабилизатор напряжения и обеспечена возможность устанавливать оптимальное напряжение 180 В.

В табл. 2 представлены результаты измерения сыпучести ряда лекарственных порошков и гранулятов, про



Таблица 1

Матрица планирования эксперимента

Обозначения		Факторы и уровни						
		$x_1$	$x_2$	$x_3$				
Единица измерения		г	с	В				
Нижний уровень		30	10	150				
Нулевой »		50	20	180				
Верхний »		70	30	210				
Интервал		20	10	30				
Параметры		$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_1x_2$	$x_1x_3$	$x_2x_3$	$x_1x_2x_3$ y
Опыты	№ 1	—	—	—	+	+	+	6,1
»	№ 2	+	—	—	—	—	+	2,6
»	№ 3	—	+	—	—	+	—	4,4
»	№ 4	+	+	—	+	—	—	5,3
»	№ 5	—	—	+	+	—	+	1,2
»	№ 6	+	—	+	—	+	—	3,6
»	№ 7	—	+	+	—	—	—	0,3
»	№ 8	+	+	+	+	+	+	1,0

Таблица 2

Сыпучесть лекарственных порошков

№ п/п	Наименование	$\bar{x}$	s	$S_{\bar{x}}$	$\alpha^\circ$
1	Папаверин	0,63	0,01	0,01	53
2	Фталазол	0,84	0,04	0,02	55
3	Эфедрин	1,09	0,02	0,01	52
4	Хлорпромаид	1,75	0,11	0,05	47
5	Сколинин	1,88	0,19	0,09	45
6	Норсульфазол	2,54	0,26	0,12	51
7	Анальгин	2,70	0,16	0,08	49
8	Димедрол	3,24	0,21	0,09	44
9	Ацетилсалициловая кислота	3,65	0,12	0,05	36
10	Норсульфазол*	3,74	0,31	0,14	35
11	Кальция глицерофосфат	4,40	0,21	0,10	37
12	Теобромин	6,61	0,48	0,22	36
13	Антипирин	7,60	0,65	0,29	40
14	Тиосульфат магния*	8,27	0,12	0,05	34
15	Глюкоза*	10,10	0,22	0,11	36
16	Железо восстановленное	10,25	0,39	0,18	28

\* Материал исследовался в гранулированном виде.

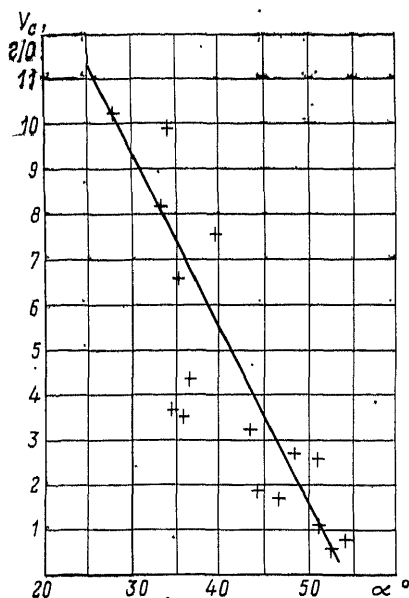


Рис. 19. Зависимость сыпучести от угла естественного откоса.

веденные в ХНИХФИ, ВНИИА и на химико-фармацевтических заводах. Воспроизводимость показаний прибора оценивали по разнице средних значений в двух сериях опытов по пять определений в каждом. Сравнение средних проводили с помощью F-критерия.

Прибор обеспечивал достаточно стабильное измерение сыпучести в интервале 0,35—13,2 г/с, т. е. в области сыпучести большинства лекарственных порошков. В табл. 2 приведены следующие величины:  $\bar{x}$  — среднее значение сыпучести из пяти измерений; S — среднеквад-

ратическое отклонение;  $S_{\bar{x}}$  — ошибка среднего значения;  $\bar{\alpha}^\circ$  — угол естественного откоса (средний).

Сравнение сыпучести норсульфазола в порошке и в гранулированном виде (строки 6 и 10) показывает, что грануляция повысила сыпучесть этого материала в 1,47 раза, однако ошибка измерения сыпучести у обоих лекарственных препаратов примерно одинакова, что свидетельствует об универсальности прибора. Ацетилсалициловая кислота выделяется малой ошибкой измерения сыпучести по сравнению с димедролом и норсульфазолом. Это объясняется тем, что ацетилсалициловая кислота представляет собой мелкий кристаллический порошок, кристаллики которого имеют правильную кубическую форму, близкую к сферической.

Поскольку с помощью прибора ВП-12А определяется угол естественного откоса, была предпринята попытка установить связь сыпучести и угла естественного откоса. Для этого в системе координат  $V_c$ — $\alpha$  были нанесены экспериментальные точки и график (рис. 19).

Расположение точек свидетельствует о наличии определенной закономерности. Аппроксимируя связь  $V_c$  и  $\alpha$  линейной зависимостью методом наименьших квадратов на ЭВМ модели «Проминь» в ХНИХФИ было получено уравнение

$$y_0 = 55,23 - 2x_c, \quad (14)$$

где  $y_0$  — угол естественного откоса, град.;  $x_c$  — сыпучесть, г/с.

Значение коэффициента корреляции, равное 0,79, подтверждает тесную связь рассматриваемых величин. Отклонения углов естественного откоса, рассчитанных по зависимости (14), от экспериментальных (см. табл. 2) не превышает 5%, что соответствует погрешности измерения сыпучести и углов естественного откоса. Это позволяет, пользуясь зависимостью (14), по сыпучести найти угол естественного откоса практически всех лекарственных порошков. Следовательно, прибор модели ВП-12А для определения сыпучести и угла естественного откоса может использоваться при разработке технологических регламентов и технических условий на поставку лекарственных порошков.

## Глава II

### ЗАКОНОМЕРНОСТИ ПОДАЧИ СЫПУЧИХ МАТЕРИАЛОВ

Поток сыпучего материала в РТМ формируется при помощи бункеров и питателей-дозаторов. Как ранее отмечалось, подача материала из бункера является цикловой операцией и не отражается на работоспособности РТМ, если его геометрическая форма и размеры выбраны с учетом закономерностей истечения сыпучего материала из бункера и заданной производительности.

Методике расчета основных параметров бункеров большой производительности посвящена обширная техническая литература, использование которой для расчета бункеров РТМ требует учета специфики и этих машин. Вместимость бункеров РТМ обычно не превышает 25—30 кг сыпучего материала.

#### ПОДАЧА МАТЕРИАЛОВ ПИТАТЕЛЯМИ-ДОЗАТОРАМИ

Питатели-дозаторы роторных таблеточных машин и их конструктивные особенности широко освещены в технической литературе [21]. Новые конструкции питателей-дозаторов, появившиеся в последние годы, рассматриваются в работе [10].

В современных высокоскоростных РТМ питатели-дозаторы существенно влияют на производительность, точность дозирования и качество таблеток. Это проявляется, в частности, в постоянном усложнении и совершенствовании их конструкций. Проблемы расчета основных параметров питателей становятся соответственно более актуальными.

Рассмотрим вопрос об определении основных параметров питателя, обеспечивающего подачу сыпучего материала, соответствующую заданной производительности роторной таблеточной машины. Время заполнения одной матрицы  $t_m$  равно:

$$t_m = \frac{H_m}{V_{\text{л}}}, \quad (15)$$

где  $H_m$  — глубина заполнения матрицы;  $\bar{V}_л$  — средняя скорость заполнения матрицы сыпучим материалом под воздействием лопастного питателя.

К основным параметрам питателя относятся частота вращения лопастей ворошителя  $n_л$  и длина зоны питания  $L_п$ , измеренная по дуге начальной окружности ротора  $D_п$  (соответствует расстоянию, проходимому нижними пуансонами под питателем) и частота вращения ротора  $n_p$ .

Следовательно, можно записать, что:

$$t_m = \frac{60L_п}{\pi D_п \cdot n_p} \quad (16)$$

Из формул (15) и (16) определим:

$$L_п = \frac{\pi D_п H_m n_p}{60 \bar{V}_л} \quad (17)$$

Анализ формулы (17) показывает, что все величины, входящие в нее, за исключением  $\bar{V}_л$ , связаны с параметрами машины и питателя. Значения их определяются проектным заданием.

Скорость заполнения матрицы при действии лопастного питателя  $\bar{V}_л$ , как показывают предварительные исследования, зависит от параметров системы машина—питатель—сыпучий материал, в частности от конструкции питателя и характера движения нижних пуансонов в зоне питания, которое задается соответствующими копиями. Для определения скорости заполнения матрицы было бы достаточно записать траекторию движения сыпучего материала или совокупности множества частиц, затем продифференцировать путь по времени. Такие методы, особенно с применением меченых атомов, широко используются исследователями в самых разнообразных отраслях промышленности. Однако при изучении возможности применения изотопного метода исследования траектории движения частицы в питателе и матрице оказалось, что имеются ограничения, которые затрудняют его использование: а) малые габариты питателя (диаметр 200 мм и высота внутренней части 17—20 мм); б) скорость перемещения частиц в питателе превышает возможность фиксации ее радиоактивными индикаторами; в) размеры гранул обычно малы (как правило, меньше 2,5 мм), что связано с использованием источника излучения с высокой радиоактивностью и, следова-

тельно, с применением громоздких средств защиты, которые невозможно разместить в малых габаритах питателя и отведенном для него месте в РТМ.

Попытка применения строботахометра и скоростных методов съемки для записи траектории частицы при работе питателя также не дали результатов. Все предварительные исследования показали невозможность использования классических методов и привели к идее разработки конструкции такого стенда, который бы наиболее полно имитировал действительные процессы, происходящие во время работы РТМ. Примем в качестве критерия оптимальности функционирования питателя-дозатора скорость заполнения матрицы. Для выявления факторов, определяющих эту величину, была поставлена серия отсеивающих экспериментов. В результате установлены 12 факторов, различным образом влияющих на  $\bar{V}_д$ .

Разработка целенаправленной методики исследования при воздействии большого количества факторов потребовала группировки и выявления определенной последовательности в проведении эксперимента. В этом случае удобно воспользоваться представлением о кибернетической системе, блок-схему которой называют «черным ящиком» и вводят для определения параметров неизвестного объекта исследования. Стрелки, входящие в объект, — входы или факторы соответствуют возможным способам воздействия на объект (процесс); выход — параметр оптимизации.

Мерой сложности объекта является количество различных состояний. Оно также характеризует «черный ящик». Необходимо воздействовать на объект такими способами, которые позволили бы получить то или иное различное состояние объекта. Для этой цели служат факторы-входы. По характеру изменения состояния судят о самом объекте. В этом проявляется сущность кибернетического метода исследования, который формулируется его создателями [39] в виде принципа: управление объектом (процессом) возможно при неполной информации об явлениях, происходящих внутри неизвестного объекта (процесса). Принцип оказался весьма плодотворным для современной науки и радикально отличается от классических методов, ставящих задачей выделение явления в «чистом» виде, когда варьируется только один фактор на различных уровнях.

С использованием принципов кибернетики все факторы, определяющие функционирование питателей-дозаторов, были классифицированы по трем группам:

1. Факторы, определяющие конструкцию объекта; их выделено 7: число лопастей ворошителя, их форма и сечение, размеры паза, толщина доньшка корпуса питателя, зазоры между лопастью и днищем, число перегородок в пазу корпуса питателя, размеры ступицы ворошителя.

2. Факторы, определяющие состояние объекта. Это регулируемые факторы в системе машина—питатель—таблетлируемый материал. Их выделено четыре: угловые скорости ротора, условие скорости ворошителя, диаметр отверстия матрицы, сыпучесть таблетлируемого материала.

3. Факторы, косвенно связанные с функционированием объекта. Таковым для исследования оставлен один фактор, характеризующий влияние параметров движения нижних пуансонов в зоне питания. Для первой и третьей групп факторов принят метод исследования индивидуально каждого фактора при стабилизации остальных на заданном уровне. Вторая группа факторов исследовалась методом планирования эксперимента при одновременном варьировании четырьмя факторами на пяти уровнях.

Факторы, определяющие конструкцию питателя, исследовались на специально созданном стенде. К конструкции стенда предъявлялись следующие требования: 1) стенд по масштабу должен соответствовать реальной РТМ; 2) стенд должен быть управляемым, т. е. обеспечивать возможность выхода на любые параметры, задаваемые исследователем; 3) точность измерения должна гарантироваться достаточным количеством приборов соответствующего класса; 4) установка питателей различной конструкции, а также измерения отдельных конструктивных элементов, влияющих на результаты исследования, должны обеспечиваться с минимальными затратами труда и времени; 5) стенд и методика исследования должны обеспечить сопоставимость результатов в различных сериях исследований.

Изготовленный согласно указанным условиям стенд (рис. 20) работает следующим образом. Сыпучий материал 1 засыпают в бункер 14. Переключателем 8 и выключателем 9 приводятся в действие электродвигатели

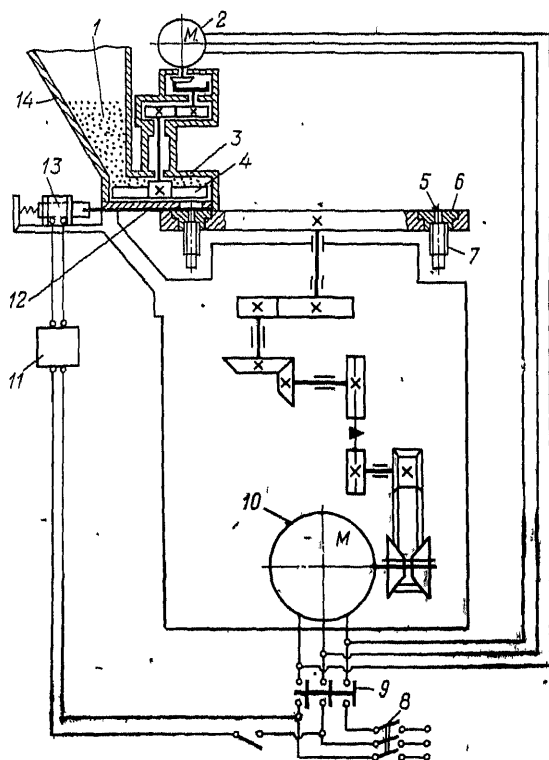


Рис. 20. Схема для исследования питателей.

10 и 2. После того как ротор достигает состояния установившегося движения, а сыпучий материал под воздействием ворошителя 4 заполнит питатель 3, приводится в действие электромагнит 13. Последний перемещает заслонку 12, открывая отверстие в днище питателя 3. Происходит заполнение матрицы 6 с сосудами 7 через калиброванное отверстие 5. Длительность эксперимента определяется настройкой реле времени 11, которое по истечении заданного интервала отключает одновременно электромагнит 9, двигатели 10 и 2. Система автоматики построена так, что в первую очередь срабатывает электромагнит 13, закрывающий заслонку 12. Таким образом точно фиксируется заполнение матриц 6 с сосудами 7. После проведения опыта сосуды снимают со стенда и взвешивают.



Стенд универсален, т. е. на нем могут быть исследованы всевозможные конструкции питателей. При проведении измерений учитывали следующее: а) реле времени моторного типа Е-52 имеет точность до  $\pm 0,25$  с; б) время срабатывания электромагнита типа МИС-2200 колеблется в пределах  $0,06 \div 0,1$  с; в) точность взвешивания на весах типа АДВ-200 I класса до 1 мг; г) влияние высоты столба сыпучего материала в бункере исключается вследствие того, что материал из бункера попадает не непосредственно на лопасти, а на наклонную часть воронки питателя.

Среднюю скорость заполнения матрицы в зависимости от различных факторов, характеризующих конструкцию стенда, рассчитывают следующим образом. Время заполнения одной матрицы за один оборот ротора равно:

$$t' = \frac{60L_{\pi}}{\pi \cdot D_{\pi} \cdot n_p}$$

Время заполнения матрицы за  $n'_p$  оборотов ротора:

$$t_{\pi} = t' \cdot n'_p = \frac{60L_{\pi}}{\pi \cdot D_{\pi} n_p} \cdot \frac{n'_p}{n_p}$$

Средняя скорость заполнения матрицы

$$\bar{V}_{\pi} = \frac{H_m}{t_{\pi}}, \text{ но } H_m = \frac{4G_c}{\pi d^2 \rho_{\pi}}$$

Подставив в формулы  $\bar{V}_{\pi}$  значения  $H_m$  и  $t_{\pi}$  получим:

$$\bar{V}_{\pi} = \frac{G_c \cdot D_{\pi} \cdot n_p}{15L_{\pi} \cdot \rho_{\pi} \cdot d^2 \cdot n'_p} \text{ см/с,} \quad (18)$$

где  $G_c$  — масса материала заполнившего матрицу на  $n'_p$  оборотов ротора;  $d$  — диаметр отверстия матрицы, см. Конструкция стенда позволяла легко снимать матрицу с смонтированной в нее стеклянной трубкой и пробкой. Массу сыпучего материала определяли взвешиванием:  $G_c = G_1 - G_2$ , где  $G_1$ ;  $G_2$  — масса заполненной матрицы и ее собственная масса.

Таким образом, взвесив полученную в результате эксперимента дозу сыпучего материала, можно рассчитать среднюю скорость заполнения матрицы (среднюю скорость подачи). Стенд был создан для проведения исследований, позволяющих определить основные параметры питателя. Однако прежде всего необходимо было исследовать и определить влияние отдельных конструк-

тивных элементов на скорость подачи (заполнения) материала в матрицы как критерия оптимизации. Иными словами, необходимо было определить, какое исполнение должны иметь основные конструктивные элементы, формирующие поток сыпучих материалов в питателе, чтобы учесть эти факторы в дальнейших исследованиях. Таким образом, можно было избежать в определении основных параметров грубых искажений, которые могли быть внесены непродуманной конструкцией отдельных элементов питателя.

Для исследования были выделены не только элементы, влияние которых было очевидно, но и такие, значение которых еще нужно было установить. Например, было известно влияние формы и сечения лопастей ворошителя на скорость заполнения матрицы. Однако количественную оценку такого влияния определили только после проведения исследований, результаты которых освещены в технической литературе [22, 21] и оказали серьезное воздействие в дальнейшем на конструирование и модернизацию питателей-дозаторов.

Для исследования на стенде были приняты: число лопастей ворошителей, шероховатость поверхности матриц, форма и сечение лопастей ворошителя, размеры ширины паза и толщины доньшка корпуса питателя, зазоры между лопастью и боковой стенкой, а также доньшком корпуса питателя, количество перегородок в открытом пазу доньшка корпуса питателя, диаметра ступицы ворошителя. В связи с тем что все исследования проводились на одном стенде и по общей методике, ниже дается один пример исследования и результаты по остальным перечисленным выше факторам.

Предварительный эксперимент по установлению значимости влияния размеров ширины паза и толщины доньшка корпуса питателя на скорость заполнения матрицы дал неожиданный результат. Оказалось, что с уменьшением ширины паза от 30 до 12 мм для матрицы с отверстием диаметром 11 мм, скорость заполнения увеличилась на 34%. Основную серию экспериментов выполняли в такой последовательности: а) с помощью вариаторов устанавливали частоту вращения ротора и ворошителя; б) время работы стенда задавали настройкой реле времени; в) в бункер засыпали материал до заданного уровня по шаблону; г) кнопкой «пуск» включали схему автоматики стенда, которую регулировали

так, что электродвигатель питателя на 0,1 доли секунды включали раньше ротора; это позволяло заполнить питатель порошком: д) одновременно с пуском ротора срабатывал электромагнит, открывающий задвижку питателя; е) через 12 с реле времени подавало команду на электромагнит, закрывающий задвижку питателя; одновременно стенд останавливался; ж) матрицы ротора имели внутренний диаметр отверстия 7, 9, 11, 13 мм, что соответствовало ряду площадей отверстия 38,5, 63,6, 95 и 132,7 мм<sup>2</sup>. Десять одинаковых матриц устанавливали подряд. Шероховатость поверхности торца матриц соответствовала X классу, отверстия матрицы — VII классу. Как показали предварительные исследования, шероховатость поверхности торца матрицы в пределах VI—X классов значительно отражается на скорости заполнения матрицы. Шероховатость поверхности отверстия матрицы на скорость заполнения практически не влияет; и) после остановки стенда матрицы извлекали из ротора, протирали от пыли и взвешивали на аналитических весах. Каждая матрица была предварительно пронумерована электрокарандашом и взвешена, затем освобождена от порошка; стенд очищали пылесосом, матрицы устанавливали на место и проводили следующий эксперимент; к) через каждые 2 ч работы проводили анализ влажности и корректировали насыпную плотность.

Для удобства расчетов формула (18) была преобразована следующим путем:

$$\frac{n_p}{n'_p} = \frac{t_p}{60},$$

где  $t_p$  — время работы стенда, заданное на реле времени в секундах. Так как по условиям стенда  $D_n = 45$  см и  $L_p = 16,5$  см, то формула (18) приобретает вид:

$$\bar{V}_n = \frac{10,9 \cdot G_c}{\rho_n \cdot d^2 t_p} \cdot 10^{-2} \text{ м/с.} \quad (19)$$

По формуле (19) рассчитывали результаты всех экспериментов. При обработке результатов экспериментов была принята терминология, по которой «опыт» — все результаты измерения массы порошка в матрицах одного фактора при одних и тех же условиях, а «замер» — один результат. По формуле (19) на ЭВМ типа «Минск-22» рассчитывали скорость заполнения матрицы  $V_{ij}$ , где  $i$  — номер опыта, индекс;  $j$  — номер замера и

далее на счетной машине типа «Аскота» находили среднюю скорость заполнения матрицы:

$$V_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} V_{ij},$$

где  $n_i$  — количество замеров в опыте.

С учетом результатов предварительного эксперимента в окончательном варианте программы исследований интервалы изменения факторов были ограничены. Для определения ширины паза в корпусе питателя в зависимости от диаметра отверстия матрицы были приняты следующие условия: а) частота вращения ротора и воронителя соответственно равна:  $n_p = 20$  об/мин,  $n_{\pi} = 30$  об/мин; б) диаметры отверстия матрицы  $d = 7$  и 13 мм; в) пресс-порошок К-18-2 был рассеян на две фракции. Первая фракция — материал хорошей сыпучести, несвязанного характера движения, со средним

диаметром гранулы  $D_r = 1,4$  мм, насыпной плотностью  $\rho_{\pi} = 1250$  кг/м<sup>3</sup> и влажностью  $W = 3,2\%$ . Вторая фракция — пресс-порошок К-18-2 — имела плохую сыпучесть, материал связанного характера движения, со средним диаметром гранулы  $D_r = 0,035$  мм, насыпной плотностью  $\rho_{\pi} = 1090$  кг/м<sup>3</sup>, влажность ту же, что и в первом случае.

Исследование проводили на стенде, в котором устанавливали последовательно 30 матриц двух размеров. Корпус питателя имел сменные донышки с разной шириной паза В, которые поочередно устанавливали на корпус питателя. Скорость заполнения матрицы рассчитывали по формуле (19) как среднюю из 15 измерений. Зависимость  $V_{\pi} = f(B)$  представлена графиком на рис. 21.

На графике линии 1 и 2 относятся к матрице диамет-

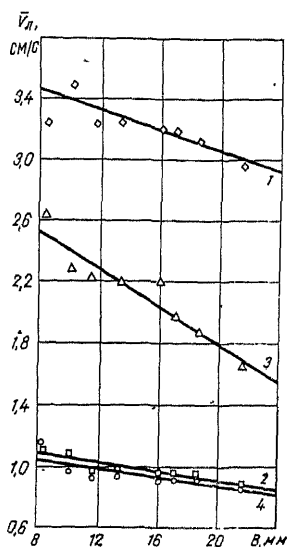


Рис. 21. График зависимости  $V_{\pi} = f(B)$ .

1 — матрица диаметром 13 мм,  $D_r = 1,4$  мм; 2 — матрица диаметром 13 мм,  $D_r = 0,035$  мм; 3 — матрица диаметром 7 мм,  $D_r = 1,4$  мм; 4 — матрица диаметром 7 мм,  $D_r = 0,035$  мм.

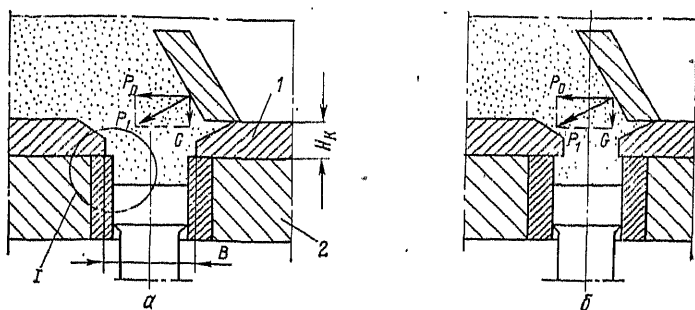


Рис. 22. Принцип работы питателя.

ром 13 мм для сыпучего материала соответственно не-связанного и связанного характера движения, линии 3 и 4 — для матрицы диаметром 7 мм и тех же сыпучих материалов.

Рассмотрение графика позволяет сделать вывод, что оптимальной ширины паза следует считать для матриц диаметром 6 мм В-8 мм, для матриц диаметром 12 мм В-10 мм. Однако для машины РТМ-41-М2В универсального назначения были приняты для матриц 6—13 мм ширина паза В-12 мм, для матриц 14—20 мм В-18 мм, хотя выполнение приведенных рекомендаций позволило бы повысить скорость заполнения матрицы на 20—35%.

Чтобы выяснить физический смысл полученного в результате опытов интересного эффекта, рассмотрим схему работы питателя. Если ширина паза В превышает диаметр отверстия матрицы (рис. 22, а), то под воздействием лопасти и массы частиц сыпучий материал уплотняется в зоне I. Это обстоятельство приводит к возрастанию сил сцепления частиц и уменьшению скорости заполнения матрицы. Одновременно частицы сыпучего материала заполняют зазор между корпусом питателя 1 и ротором 2. На рис. 22, б показано движение лопасти в питателе, имеющем ширину паза, меньшую диаметра отверстия матрицы. В этом случае зона I анулируется, что приводит к относительному увеличению скорости заполнения матрицы. Одновременно создаются благоприятные условия, снижающие потери, так как в зазор между корпусом питателя и ротором уходит минимальное количество частиц порошка.

Толщина донышка корпуса питателя  $H_k$  (см. рис. 22) в существующих моделях РТМ зарубежного и отечественного производства колеблется от 3 до 16 мм. Для выявления наилучшего размера  $H_k$  был проведен эксперимент на стенде. Исследование осуществлялось на амплотопласте — представителе плохосыпучих материалов. Питатель был снабжен сменными донышками толщиной 4, 8, 12 и 16 мм, которые поочередно сменяли. Результаты эксперимента обрабатывались на ЭВМ типа «Минск-22» и отображены зависимостью  $\bar{V}_n = 1,2 - 0,03 H_k$ , которая с точностью, характеризуемой среднеквадратическим отклонением  $\sigma = 0,16$ , коэффициентом корреляции  $r = -0,87$ , подтверждает наличие тесной причинной связи между толщиной донышка корпуса питателя и скоростью заполнения матрицы.

Таким образом, при уменьшении толщины донышка корпуса питателя повышается скорость заполнения матрицы. Физический смысл этого явления ясен из анализа работы питателя (см. рис. 22). Если питатель имеет большую толщину донышка, то сыпучий материал уплотняется в пазу. Заполнение матрицы происходит лишь путем выпадения гранул из свода, образовавшегося падением. Таким образом, увеличение толщины донышка снижает воздействие лопастей ворошителя на сыпучий материал, вызывая в конечном итоге уменьшение производительности РТМ. Следует рекомендовать  $H_k = 3 - 4$  мм, причем с фрезеровкой скоса, как показано на рис. 22.

Аналогичные эксперименты были проведены и по остальным перечисленным ранее конструктивным элементам, а рекомендации к их исполнению можно найти в работе [22]. Дальнейшие исследования основных параметров питателей проводились на том же стенде, но с питателем, конструктивные элементы которого были выполнены в соответствии с результатами эксперимента.

#### ОПТИМАЛЬНЫЙ ДИАПАЗОН ЧАСТОТЫ ВРАЩЕНИЯ ЛОПАСТЕЙ ВОРОШИТЕЛЯ

Необходимость в постановке эксперимента вызвана тем, что процесс перемещения сыпучего материала в лопастном питателе представляет собой сложное физическое явление. В корпусе питателя сыпучий материал перемещается вращающимися лопастями из зоны, загружаемой бункером, в зону питания, в которой происходит

подача материала в матрице. Освободившееся место между лопастями ворошителя заполняется новой порцией материала из бункера. Сыпучий материал связанного характера движется сплошным потоком, с которым частицы участвуют в переносном вращательном движении вместе с лопастью и в относительном перемещении вдоль лопасти. В сыпучем материале несвязанного характера движения частицы, кроме того, могут перемещаться относительно друг друга, переваливаться через лопасти, описывая сложную траекторию во всем внутреннем пространстве корпуса питателя.

Основное сопротивление вращению лопастей оказывают силы трения сыпучего материала о лопасти и стенки корпуса питателя, сдвиг слоев материала при прохождении лопасти под отверстием, через которое материал подается из бункера в питатель. Сложность явления исключает возможность аналитического решения вопроса о выборе оптимальных значений скорости вращения лопастей ворошителя.

Целью исследования являлось определение энергозатрат на привод питателя. В связи с тем что ранее аналогичные эксперименты не проводились, предварительно было решено найти энергозатраты на привод питателя в промышленной РТМ. Мощность определяли по методу двух ваттметров. Эксперименты показали, что мощность, расходуемая непосредственно на перемещение и перемешивание сыпучего материала, не превышает 40 Вт. Поэтому методика исследования требовала от измерительной схемы высокой чувствительности датчиков и приборов. С этой целью на опытной установке осуществляли измерение крутящего момента на валу ворошителя. Для этого использовали тензометрические датчики. Требования высокой точности измерений при малых деформациях наложили особый отпечаток на всю схему измерения, в частности вал ворошителя был изготовлен полым, диаметр вала был рассчитан по данным предварительного замера мощности. Для измерений использовали проволоочные тензометры, обладающие высокой чувствительностью, малыми размерами, надежностью в работе и простотой. Для эксперимента были приняты тензорезисторы с базой 20 мм, сопротивлением 200 Ом. Место наклейки датчиков, имевшее шероховатость поверхности VII класса, промывали ацетоном, покрывали слоем клея БФ-2 и после легкой просушки вторично покрывали

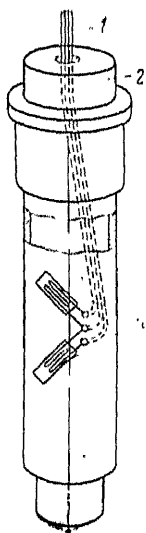


Рис. 23. Вал  
ворошителя с  
датчиком.

клеем. После наклейки тензорезисторов проводили сушку при  $180^{\circ}$  в течение 2 ч. Тензорезисторы на вал наклеивали в направлении экстремальных нормальных напряжений, для чего их располагали под углом  $90^{\circ}$  друг к другу и под углом  $45^{\circ}$  к оси вала. Оба тензорезистора включали в два соседних плеча мостовой измерительной схемы.

При измерении крутящих моментов на вращающемся валу датчики обычно включают через токосъемные устройства. Однако поскольку даже лучшие токосъемные устройства вносят существенные погрешности в измерения, для эксперимента был использован валик с закручивающимся вокруг его оси токоведущим гибким кабелем, позволявшим ему сделать 40 оборотов. По окончании эксперимента кабель раскручивали, измерительный мост при необходимости балансировали. Вал с наклеенными на нем тензорезисторами изображен на рис. 23.

Здесь показаны токоведущий кабель 1, валик 2, тензорезисторы 3. Электрическая схема установки для измерения крутящего момента на валу ворошителя работает следующим образом. При перемешивании сыпучего материала вал ворошителя деформируется, вызывая деформацию проволочных датчиков и соответственно изменяя их сопротивление.

Тензорезисторы были включены в равноплечий мост с двумя сбалансированными резисторами. Мост питался от генератора несущей частоты, смонтированного в корпусе усилителя. Изменение сопротивления в тензорезисторах приводило к нарушению балансировки моста, в измерительной диагонали которого появлялся ток. Возникающий сигнал через усилитель поступал к осциллографу и регистрировался его шлейфом. Осциллограф на лентобумаге фиксировал изменение тока. По тарировочному графику, связывающему силу тока с крутящим моментом, рассчитывали и сам момент, вызвавший деформацию вала.

Тарировку датчика моментов производили с помощью грузов: вал ворошителя снимали с исследуемого питате-



ля и консольно фиксировали в зажимном устройстве. С помощью грузов, подвешенных к лопасти ворошителя, создавался крутящий момент, осциллографом проводилась запись тока. Крутящий момент на валу рассчитывали по формуле:

$$M_{кр} = G_y l,$$

где  $G_y$  и  $l$  — масса и плечо подвешенного груза.

Масштаб тарировки проверяли дважды: перед началом и после окончания эксперимента. Регистрирующим элементом схемы был осциллограф Н-700. Провода, соединяющие измерительную и питающую диагонали моста с усилителем, были заключены в гибкий рукав, последний во избежание паразитных наводок был заземлен. Перед проведением эксперимента усилитель включался и прогревался 30—50 мин для снижения дрейфа пуля в процессе осциллографирования. Коэффициент усиления и номер шлейфа были выбраны в процессе опробования схемы таким образом, чтобы добиться наименьших помех и наибольшей точности измерения. Эксперименты проводились в следующих условиях:

1. Лопастей ворошителя имели круглое сечение с прямой молниенной осью, диаметр ворошителя — 200 мм.

2. Зазоры между корпусом питателя и ворошителя были постоянными: нижний — 1,5 мм, верхний — 15 мм, радиальный — 1 мм.

3. Сыпучий материал использовался двух видов: связанного характера движения — аминопласт с сыпучестью  $V_c = 3,4 \cdot 10^{-2}$  м/с; не связанного характера движения — гранулированный аналгин с сыпучестью  $V_c = 0,20$  м/с.

4. Частота ворошителя  $n_b$  изменялась бесступенчато от 30 до 96 об/мин.

Сыпучесть определяли вибрационным прибором ВП-12 по изложенной ранее методике: величину крутящего момента на валу ворошителя рассчитывали как среднее из трех измерений. Частоту вращения ворошителя устанавливали по шкале и уточняли с помощью тахометра. Мощность на валу ворошителя определяли по формуле:

$$N = \frac{M_{кр} \cdot n_b}{975},$$

где  $M_{кр}$  — крутящий момент на валу ворошителя;  $n_b$  — частота вращения ворошителя.

Результаты эксперимента после обработки осциллограмм представлены в виде графика (рис. 24), где кри-

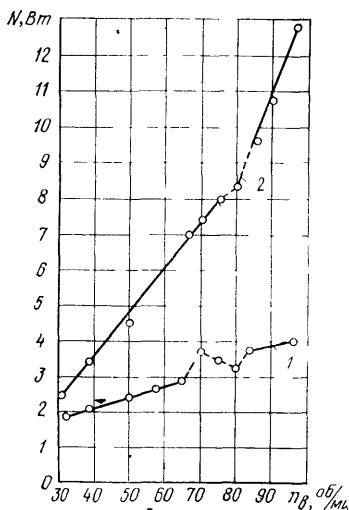


Рис. 24. График зависимости  $N=f(n_b)$   
1—аминопласт; 2—анальгин.

чиваются более резко для кривой 1 и очень слабо — для кривой 2.

Если предположение об уменьшении внутреннего трения частиц верно, то должна повыситься скорость заполнения матрицы, так как явление псевдооживления сыпучего материала должно соответствовать кажущемуся увеличению сыпучести. Такой эксперимент был проведен на стенде по методике, описанной выше. Условия его следующие: а) частота вращения ротора  $n_p = 20$  об/мин; б) частота вращения ворошителя варьировала в пределах  $n_b = 30—100$  об/мин; в) материалы: аминопласт — плохой сыпучести и фармацевтический препарат амидопирин с анальгином — хорошей сыпучести. Результаты эксперимента представлены на рис. 24 графиком зависимости  $N=f(n_b)$  и табл. 3, где показаны величины прироста скорости заполнения матрицы на соответствующем интервале изменения  $n_b$  и энергозатрат на привод питателя.

Полученные результаты показывают, что с повышением частоты вращения  $n_b$  с 70 до 82 об/мин, т. е. при возникновении состояния псевдооживления сыпучего ма-

вая 1 — зависимость для аминопласта, кривая 2 — для анальгина.

Полученные результаты могут иметь следующее объяснение. Некоторое нарушение линейной зависимости  $N=f(n_b)$  для гранулированного материала при частотах вращения ворошителя 75—80 об/мин связано с возникновением состояния псевдооживления сыпучего материала. Оно сопровождается уменьшением внутреннего трения частиц, что и ведет к снижению энергозатрат на привод питателя. При дальнейшем повышении частоты вращения ворошителя энергозатраты увели-

териала, скорость заполнения матрицы возрастает на 12%, а мощность увеличивается незначительно (1,8%). Это резко контрастирует с предыдущим интервалом  $n_n = 50—70$  об/мин. Дальнейшее повышение частоты вращения ворошителя до  $n_n = 100$  об/мин требует увеличения энергозатрат на 13,8%, скорость подачи порошка в мат-

Таблица 3

Прирост скорости заполнения матрицы  
и энергозатрат при изменении  
частоты вращения ворошителя

Частота вращения ворошителя, об/мин	Прирост скорости заполнения матрицы, %	Прирост энерго- затрат, %
50—70	7	61
70—82	12	1,8
82—100	18	13,8

рицу увеличивается только на 8%. Следовательно, открывается возможность установить пределы варьирования частоты вращения ворошителя, за пределами которых повышение энергозатрат на привод питателя не дает необходимого эффекта повышения скорости подачи порошка в матрицу. К этому следует добавить, что увеличение частоты вращения ворошителя свыше 100 об/мин приводит к разогреву сыпучего материала, имеющего во многих случаях температуру плавления около 50—70°C. Исходя из изложенного, можно рекомендовать частоты вращения для ворошителя диаметром 200—220 мм в пределах  $n_n = 20—90$  об/мин. Такие пределы, как подтверждает практика, позволяют таблетировать сыпучие материалы в широком диапазоне физических и технологических свойств.

#### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЛИНЫ ЗОНЫ ПИТАНИЯ

Ранее было отмечено, что длину зоны питания рассчитывают по зависимости (17):

$$L_n = \frac{\pi \cdot D_n H_m \cdot n_p}{60 \bar{V}_n}.$$

Здесь значения всех членов формулы известны, кроме средней по сечению потока сыпучего материала скорости заполнения матрицы  $\bar{V}_n$ . Одновременно зависи-

мость (17) показывает, что функционирование питателя-дозатора нельзя рассматривать отдельно от физических и технологических свойств таблетлируемого материала и основных параметров РТМ, так как в действующей машине они взаимосвязаны и взаимозависимы. Действительно, объем подаваемого питателем сыпучего материала зависит от его сыпучести, диаметра отверстия матрицы, частоты вращения ротора и ворошителя. Следовательно, вопрос об определении средней по сечению потока скорости заполнения матрицы сыпучим материалом должен рассматриваться на основе анализа системы машина — питатель — сыпучий материал.

В данном случае воспользоваться традиционными детерминистическими методами было практически невозможно в силу наличия весьма значительного количества факторов, влияющих на функционирование системы. Даже при условии исследования системы из четырех факторов, варьируемых на пяти уровнях при однофакторном эксперименте, потребовалось бы  $5^4=625$  опытов. Огромное количество опытов, значительные затраты средств и времени тем не менее не дали бы точных значений из-за неизбежного дрейфа системы. Например, в длительном эксперименте трудно поддерживать на заданном уровне влажность сыпучего материала и его гранулометрический состав; то же относится к механическим и электрическим характеристикам станда. Следовательно, трудно обеспечить надежность и достоверность многочисленных данных эксперимента.

С учетом всего изложенного выше при исследовании системы машина — питатель — сыпучий материал был использован метод построения математической модели, основанный на применении статистической теории планирования эксперимента и потребовавший проведения только 31 опыта. Математическую обработку результатов опытов осуществляли по специальной программе на ВМ «Минск-22». Созданная таким образом математическая модель системы представила возможность:

- а) определить влияние каждого фактора на критерий оптимизации;
- б) количественно оценить влияние парного взаимодействия факторов;
- в) прогнозировать дальнейшее развитие РТМ.

Эффективность научного поиска требует строгой продуманности и организации экспериментов, снижения их количества, достижения заданной точности с мини-

мальными затратами сил, средств и времени. Решение указанной задачи успешно выполняется методами теории планирования эксперимента, для которой характерны следующие особенности:

- 1) стремление к минимизации общего числа опытов;
- 2) одновременное варьирование всеми переменными, определяющими процесс по специальным правилам-алгоритмам;
- 3) использование математического аппарата, формализующего действия экспериментатора;
- 4) выбор четкой стратегии, позволяющей принимать обоснованное решение после каждой серии экспериментов.

Для построения математической модели необходимо было выбрать факторы, которые определяют состояние исследуемого объекта применительно к системе машина — питатель — сыпучий материал. К факторам, определяющим состояние системы, относятся такие, которые меняются или регулируются в процессе функционирования РТМ: свойства таблетлируемого материала, размеры таблетки, угловая скорость ротора, диаметр отверстия матрицы, угловая скорость ворошителя.

В качестве факторов, определяющих свойства сыпучих материалов, должны быть выбраны такие, которые однозначно определяют их способность обеспечить заполнение матрицы. В качестве таких факторов были приняты сыпучесть и влажность. Таким образом, для построения линейной математической модели функционирования системы машина — питатель — сыпучий материал были приняты пять факторов: частоты вращения ротора и ворошителя, диаметр отверстия матрицы, сыпучесть и влажность.

Каждый фактор может принимать различные значения, называемые уровнями. На основе анализа действующего парка машин для эксперимента были отобраны уровни варьирования факторов с небольшим расширением, учитывающим рост их в ближайшие годы. К совокупности факторов предъявляют два требования:

- 1) отсутствие коррелированности, т. е. возможность установления какого-либо фактора на заданный уровень независимо от уровня других факторов;
- 2) совместимость факторов, т. е. такой их подбор, при котором все их комбинации совместны и безопасны.

Требование к коррелированности не означает отсутст-

вия связи между факторами; достаточно, чтобы эта связь не была линейной.

В качестве выходного параметра системы — критерия оптимальности — была принята средняя скорость заполнения матрицы сыпучим материалом.

Математической моделью системы является уравнение, связывающее выходной параметр с факторами. Это уравнение в общем виде можно записать так:

$$y = \varphi(x_1, x_2 \dots x_k).$$

В теории планирования эксперимента подобная функция называется функцией отклика и аппроксимируется полиномами различных степеней. Чем выше степень полинома, тем больше необходимо провести опытов для определения его коэффициентов. Задача построения интерполяционной модели сводится к нахождению модели, позволяющей предсказывать результат с требуемой точностью во всех точках некоторой заранее заданной области.

Первоначально строят полиномиальную модель I порядка, и если она не будет адекватно описывать функционирование системы, то последовательно повышают степень полинома.

Адекватность — главное требование к правильному выбору математической модели, заключающееся в том, что предсказанное значение отклика не должно отличаться от фактического больше, чем на некоторую заранее заданную величину. Адекватность модели устанавливают методами математической статистики.

Первый этап планирования эксперимента для получения линейной модели основан на варьировании факторов на двух уровнях. Число опытов, необходимое для реализации всех возможных сочетаний уровней факторов определялось по формуле  $N_0 = 2^{k_0}$ , где  $N_0$  — число опытов;  $k_0$  — число факторов; 2 — число уровней. В этом случае эксперимент называют полным факторным экспериментом. Условия эксперимента записывают в виде таблицы, в которой строки соответствуют различным опытам, а столбцы — значениям факторов. Таблица называется матрицей планирования эксперимента. Здесь значения факторов кодированы знаками плюс, т. е. фактор находится на верхнем уровне, и знаком минус, соответствующим положению фактора на нижнем уровне. Построение матрицы ведется несколькими способами

Количество опытов в полном факторном эксперименте значительно превосходит число определяемых коэффициентов линейной модели. Можно минимизировать число опытов, одновременно сохраняя оптимальные свойства матрицы планирования, для чего использовать полуреплику  $2^{5-1}$  от полного факторного эксперимента типа  $2^5$ . Это позволит провести 16 опытов вместо 32. Разработку матрицы планирования эксперимента необходимо проводить так, чтобы она обладала максимальной разрешающей способностью, при которой линейные эффекты и эффекты парных взаимодействий могли быть определены с наибольшей точностью.

Если выбрать полуреплику типа  $2^{5-1}$  с генерирующим соотношением  $x_5 = x_1 \cdot x_2 \cdot x_3 \cdot x_4$ , то такая матрица планирования эксперимента будет обладать максимальной разрешающей способностью. Остается лишь пояснить, что термин «генерирующее соотношение» обозначает соотношение, которое показывает, с каким из эффектов смешан данный эффект. Разработанная с учетом изложенных выше положений матрица планирования эксперимента обладает рядом свойств, позволяющих наиболее простыми методами определить коэффициенты при независимых переменных полинома.

$$b_j = \frac{\sum_{i=1}^{N_0} x_{ji} y_i}{N_0}; \quad j = 0, 1, 2 \dots k_0; \quad b_0 = \bar{y};$$

где  $x_{ji}$  — значение  $j$ -го фактора в  $i$ -ом опыте;  $y_i$  — значение выходного параметра в  $i$ -ом опыте.

Коэффициенты при независимых переменных указывают на силу влияния факторов. Если коэффициент имеет знак плюс, то с увеличением значения фактора увеличивается выходной параметр, если у коэффициента знак минус, то выходной параметр уменьшается. Величина коэффициента соответствует вкладу данного фактора в величину выходного параметра при переходе фактора с нулевого уровня на верхний или нижний.

Для построения интерполяционной математической модели системы, т. е. поиска уравнения регрессии, связывающего факторы с выходным параметром, была проведена серия опытов. Как ранее было сказано, выходным параметром системы машина — питатель — сыпучий материал была принята средняя скорость заполнения матрицы, которая являлась критерием оценки значений

эксперимента. Последовательность в проведении эксперимента, а также количество опытов диктуется матрицей планирования. Основные условия, принятые при проведении эксперимента, были следующие: а) материалы — пресс-порошок К-18-2, рассеянный на фракции, из которых взяты две: одна только со- средним диаметром гранул  $D_r=1,425$  мм; другая  $D_r=0,035$  мм, что соответствует сыпучести  $V_c=0,1810$  м/с и  $V_c=1,92 \cdot 10^{-2}$  м/с; б) влажность пресс-порошка взята по верхнему уровню такой какой она была на момент проведения опыта, — 4% Нижний уровень влажности 0,9% получен высушиванием. На все время опыта материалы содержались в закрытом сосуде. Опыты проводились на стенде; каждую строчку матрицы планирования рассчитывали как среднее из пяти параллельных опытов по методике определения скорости заполнения матрицы, изложенной выше.

Все расчеты производили на электронной машине типа «Искра-12» по формулам определения коэффициентов регрессии, изложенным в работе [1]. После математической обработки результатов опыта получено уравнение регрессии следующего вида:

$$y = 1,765 + 0,754x_1 + 0,295x_2 + 0,131x_3 + \\ + 0,257x_4 + 0,008x_5 + 0,203x_1x_4 - 0,132x_2x_4,$$

где  $x_1—V_c$ ;  $x_2—V_p$ ;  $x_3—V_w$ ;  $x_4—F_m$ ;  $x_5—W$ ;

$x_1$ ,  $x_4$  и  $x_2$ ,  $x_4$  — взаимодействия факторов  $x_1$  и  $x_4$ ;  $x_2$  и  $x_4$

Остальные коэффициенты регрессии оказались незначимыми. Анализ полученного уравнения регрессии показал:

1. Математическая модель I порядка неадекватно описывает функционирование системы, так как два эффекта взаимодействия  $x_1x_4$  и  $x_2x_4$  оказались значимыми. Следовательно, данная система должна быть описана полиномом более высокой степени.

2. Уровни варьирования окружной скорости ротора недостаточны; вклад в повышение скорости заполнения материала окружной скорости ротора по уравнению выше, чем окружной скорости ворошителя, что противоречит данным эксперимента.

3. Влияние влажности по уравнению регрессии оказалось незначительным. Это свидетельствует о малом диапазоне уровней варьирования этого фактора. Повышение уровней возможно лишь искусственным путем, вследствие чего было решено на последующем этапе со-



ставления модели вообще отказаться от изменения влажности, стабилизировав ее на определенном уровне.

Разработка матрицы планирования эксперимента для математической модели I порядка была необходима, так как теория планирования эксперимента предполагает переход от простой модели к сложной. Кроме того, необходимо было точно определить факторы и их уровни варьирования. Этого можно было достигнуть только экспериментом.

В-третьих, вообще было бы неправильно начинать с математической модели, описываемой полиномами II и III порядка без попытки использовать все возможности, которые может дать более простая математическая модель I порядка.

В-четвертых, теория планирования эксперимента развивается в СССР и за рубежом как статистический метод планирования экстремальных экспериментов [30], а созданию математических моделей интерполяционного характера вообще уделяется мало внимания. Таким образом, проведенная работа создала необходимые предпосылки для перехода к следующему этапу, каковым является центральное ротатабельное композиционное планирование II порядка. Оно строится на основе табулированных значений числа точек в соответствующих частях плана. Так, в работе [30] рекомендуется для четырехфакторного плана следующий метод построения:

число точек «куба» . . . . .	$n_c = 4$
число точек «звезды» . . . . .	$n_a = 16$
число точек в центре эксперимента . . .	$n_0 = 7$
общее число точек в плане . . . . .	$N = 31$
величина плеча для «звездных точек» . .	$\alpha_3 = 2$

Указанный метод был принят для построения матрицы планирования эксперимента. Полуреплику достраивали до полного факторного эксперимента путем добавления нулевых точек в центре плана. Отсюда и происходит название — центральное композиционное планирование. Ротатабельным называется такой план, в котором дисперсий предсказанного значения  $y$  независимы от вращения плана. При этом сами дисперсии равны на равных расстояниях от центра плана, для чего «звездное плечо»  $\alpha_3$  выбирается из условия инвариантности плана к вращению. Значение «звездного плеча» можно взять по таблицам из работы [1], как это сделано было выше. Исходя из приведенных положений, построена

матрица центрального композиционного ротatableльного планирования II порядка для четырех факторов (табл. 4).

Таблица 4

Матрица центрального композиционного ротatableльного планирования эксперимента II порядка

№ п/п	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_4$	$x_1^2$	$x_2^2$	$x_3^2$	$x_4^2$	$x_1x_2$	$x_1x_3$	$x_1x_4$	$x_2x_3$	$x_2x_4$	$x_3x_4$	$\bar{y}$
1	—	—	—	—	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	0,11
2	+	—	—	—	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	0,14
3	—	+	—	—	+	+	+	+	—	+	+	—	—	+	0,17
4	+	+	—	—	+	+	+	+	+	—	—	—	—	+	0,16
5	—	—	+	—	+	+	+	+	+	—	+	—	+	—	0,16
6	+	—	+	—	+	+	+	+	—	+	—	—	+	—	0,18
7	—	+	+	—	+	+	+	+	—	—	+	+	—	—	0,20
8	+	+	+	—	+	+	+	+	+	+	—	+	—	—	0,95
9	—	—	—	+	+	+	+	+	+	+	—	+	—	—	0,40
10	+	—	—	+	+	+	+	+	+	—	+	+	—	—	0,98
11	—	+	—	+	+	+	+	+	—	+	—	—	+	—	0,77
12	+	+	—	+	+	+	+	—	—	—	+	—	+	—	0,98
13	—	—	+	+	+	+	+	+	+	—	—	—	—	+	0,83
14	+	—	+	+	+	+	+	+	+	—	+	+	—	+	0,92
15	—	+	+	+	+	+	+	+	+	—	—	+	+	+	0,31
16	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	0,15
17	—	0	0	0	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,56
18	+	0	0	0	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,71
19	0	—2	0	0	0	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0,48
20	0	+2	0	0	0	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0,87
21	0	0	—2	0	0	0	4	0	0	0	0	0	0	0	0,73
22	0	0	+2	0	0	0	4	0	0	0	0	0	0	0	0,53
23	0	0	0	—2	0	0	0	4	0	0	0	0	0	0	0,11
24	0	0	0	+2	0	0	0	4	0	0	0	0	0	0	0,97
25	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,68
26	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,59
27	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,71
28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,65
29	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,76
30	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,64
31	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,48

В качестве факторов системы были приняты угловые скорости ротора и ворошителя, диаметр отверстия матрицы и сыпучесть. При определении уровней варьирования исходили из следующего. Согласно матрице планирования II порядка (см. табл. 4), эксперимент необходимо провести, варьируя факторы на пяти уровнях. К диапазону уровней варьирования предъявляются про-

тиворечивые требования. С одной стороны, строится интерполяционная математическая модель системы, которая описывает сравнительно небольшую область факторного пространства. Экстраполировать можно в небольших пределах, обеспечивающих точность прогноза. Следовательно, необходимо максимально раздвинуть уровни варьирования. С другой стороны, чем шире уровни варьирования, тем больше риск получить математическую модель, которая неадекватно описывает функционирование системы. Известно, что чем уже уровни варьирования, тем меньшая область факторного пространства описывается математической моделью, тем больше вероятность ее адекватности [17]. Однако цель эксперимента — создание интерполяционной математической модели для прогнозирования развития РТМ — требует максимального расширения уровней варьирования в границах, соответствующих наиболее производительным машинам.

Сыпучесть измеряли с помощью описанного ранее прибора и брали в максимально широких пределах:  $V_c = 1,92 - 26 \cdot 10^{-2}$  м/с. Этот диапазон определял нижний и верхний уровни варьирования в «звездных точках», нулевой уровень находился в центре указанного диапазона. Нижний (верхний) уровень располагался в центре между нулевым и нижним (верхним) уровнем в «звездной точке».

Аналогично рассчитывали уровни варьирования для остальных факторов. Коды факторов и уровни варьирования независимых переменных для матрицы II порядка сведены в табл. 5. Для проведения эксперимента были подобраны материалы с сыпучестью, соответствующей указанной в табл. 5.

Учитывая возможность установки на стенде 40 матриц (для эксперимента достаточно произвести 5 параллельных опытов), программа проведения эксперимента была составлена так, чтобы 31 опыт провести за 19 перестроек стенда. Такое сокращение времени эксперимента, проведенного за 10 рабочих часов, позволило избавиться от возможного дрейфа системы. С той же целью все материалы сохранялись в закрытых сосудах, обеспечивающих постоянство влажности исследуемых сыпучих материалов. Частоту вращения ротора и ворошителя устанавливали по шкалам вариаторов и проверяли тахометром. Порядок проведения эксперимента

Таблица 5

## Факторы и уровни их варьирования

Уровень варьирования	Факторы				Код
	$n_p$	$n_v$	$d_m$ 0,01	$v_c$	
	об/мин	об/мин	м	$10^{-2}$ м/с	
Нулевой уровень	2/	63	12	13,5	—
Верхний уровень в «звездных точках»	44	96	1,8	26	+2
Нижний уровень в «звездных точках»	10	30	0,6	1,9	—2
Верхний уровень в «звездных точках»	33,5	79,5	1,5	20	+
Нижний уровень в «звездных точках»	18,5	46,5	0,9	8	—
Кодовое обозначение параметра	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_4$	$y$

полностью определялся матрицей планирования (см. табл. 4).

Так, в опыте № 1 все факторы устанавливались на нижнем уровне, и проводился опыт на стенде по методике, изложенной выше. Затем последовательно проводилось 16 опытов.

Опыты № 17—24 проводились аналогично предыдущему, но уровни со знаком  $\pm 2$  устанавливались по значениям в соответствующих «звездных точках». Семь опытов (№ 25—31) проводились неизменно на нулевом уровне, что позволило определить дисперсию воспроизводимости эксперимента.

Совместная математическая обработка данных 24 опытов, согласно приведенной ниже программе для ЭВМ типа «Минск-22», обеспечивает условия одновременного варьирования четырьмя факторами на пяти уровнях.

Математическую обработку результатов эксперимента, проведенного аналогично описанному выше, производили на электронной машине типа «Искра-12». Результаты всех расчетов указаны в последнем столбце табл. 4.

Для расчетов коэффициентов уравнения регрессии, определения их значимости и соответствующего анализа была использована программа для ЭВМ «Минск-22», разработанная вычислительным центром «Гиредмета» [31]. Программа предусматривает расчеты: а) всех ко-

эффициентов уравнения регрессии; б) значений критерия Стьюдента; в) выходного параметра  $\hat{y}$ ; г) невязок  $\Delta y = \hat{y} - y_0$ , где  $y_0$  — экспериментальное значение выходного параметра; д) достаточной дисперсии, определенной по двум формулам для проверки точности решения; е) показатели дисперсии относительного среднего значения выходного параметра; ж)  $F_{\text{отп}}$  — меры практической ценности уравнения регрессии.

Кроме того, программа была рассчитана на выбор наилучшей модели функционирования системы из семи вариантов, за критерий качества которых принималось наименьшее значение остаточной дисперсии. Все семь вариантов были просчитаны по схеме, предусматривающей выдачу «на печать» значений, соответствующих предыдущим пунктам «а—ж». Полное уравнение регрессии I варианта получено в следующем виде:

$$y = 0,677 + 0,034x_1 + 0,073x_2 + 0,025x_3 + 0,332x_4 + \\ + 0,067x_1x_2 + 0,056x_1x_3 + 0,067x_1x_4 + 0,13x_2x_3 - 0,051x_2x_4 - \\ - 0,052x_3x_4 + 0,0028x_1^2 + 0,013x_2^2 + 0,0015x_3^2 - \\ - 0,021x_4^2.$$

Для определения значимости коэффициентов регрессии машиной выданы значения критерия Стьюдента, рассчитанные по формуле:

$$t_i = \frac{|b_i|}{\sqrt{S_{\text{ост}}^2 C_{ii}}}, \quad (20)$$

где  $C_{ii}$  — диагональный элемент матрицы нормальных уравнений;  $b_i$  — коэффициент линейного члена уравнения регрессии;  $S_{\text{ост}}$  — остаточная дисперсия, определяемая по формуле:

$$S_{\text{ост}} = \frac{\sum_{i=1}^{N_0} (y_i - \hat{y})^2}{N_0 - P_0}, \quad (21)$$

где  $N_0$ ;  $P_0$  — число опытов и определяемых коэффициентов регрессии:

$$\begin{array}{lll} t_0 = 9,470 & t_{11} = 0,083 & t_{13} = 1,236 \\ t_1 = 0,919 & t_{22} = 0,380 & t_{14} = 1,486 \\ t_2 = 1,984 & t_{33} = 0,046 & t_{23} = 2,875 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} t_3 = 0,669 & t_{44} = 0,623 & t_{24} = 1,125 \\ t_4 = 9,061 & t_{12} = 1,486 & t_{34} = 1,153 \end{array}$$

Для уровня значимости  $\alpha=5\%$  табличный критерий Стюдента  $t_\tau$  2,04 [29, табл. 3]. Следовательно, все значения  $t_i < 2,04$  необходимо отбросить. Такая математическая модель с большой вероятностью будет адекватной, однако ее роль в анализе истинной значимости вклада факторов в выходной параметр обесценится. Поэтому был проведен перебор семи вариантов моделей с целью поиска модели, которая обеспечивала бы адекватность аппроксимирующей функции истинной поверхности отклика и давала наибольшую информацию о факторах и эффектах их взаимодействия.

Программа предусматривает оценку качества модели по критерию

$$F_{\text{отн}} = \frac{S_y^2}{S_{\text{ост}}^2},$$

где  $S_y^2$  — дисперсия относительного среднего значения;

$$S_y^2 = \frac{\sum_{i=1}^{N_0} (y_i - \bar{y})^2}{N_0 - 1}; \quad \bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^{N_0} y_i}{N_0},$$

где  $y_i$  — результат измерений.

Величина  $F_{\text{отн}}$  показывает, во сколько раз полученное уравнение описывает данные эксперимента лучше, чем при самом грубом предположении, что  $y$  — постоянная величина, равная своему среднему значению. Если  $F_{\text{отн}}=1$ , то дальнейший анализ уравнения лишен смысла, так как вероятностная модель носит характер функциональной зависимости, что исключается. Если  $F_{\text{отн}} \geq 1,0$ , то уравнение повышает точность описания функционирования системы.

По семи вариантам модели машина вывела на печать следующие значения:

$$\begin{array}{lll} 1. F_{\text{отн}} = 4,024 & 3. F_{\text{отн}} = 4,525 & 5. F_{\text{отн}} = 4,851 \\ 2. F_{\text{отн}} = 4,275 & 4. F_{\text{отн}} = 4,736 & 6. F_{\text{отн}} = 4,956 \\ & 7. F_{\text{отн}} = 4,947 \end{array}$$

Таким образом  $F_{\text{отн}}$  показывает меру практической ценности уравнения регрессии, но имеет широкие рамки

предельных значений.  $F$  — критерий Фишера — дает более точное представление об адекватности модели, поэтому он был построен для всех семи вариантов. Для этого сначала по экспериментам в центре плана вычисляли остаточную сумму квадратов:

$$S_E = \sum_{i=1}^{n_0} (\bar{y}_{0i} - \bar{y}_0)^2 = 491 \cdot 10^{-6},$$

где  $y_{0i}$  — выходной параметр в  $i$ -ой нулевой точке;  $\bar{y}_0$  — среднее из значений выходного параметра в нулевых точках. С этой суммой связано число степеней свободы  $f_E = n_0 - 1 = 6$ . Отсюда находится дисперсия воспроизводимости эксперимента

$$S_y^2 = S_E / f_E = 818 \cdot 10^{-6}.$$

Дисперсия адекватности — числитель критерия Фишера, определялась по следующим этапам. Остаточная сумма квадратов:

$$S_R = \sum_{i=1}^{N_0} (\hat{y}_i - y_i)^2. \quad (22)$$

Чтобы использовать информацию, выданную машиной, сравним формулы (21) и (22). Преобразуя последнюю, получим:

$$\sum_{i=1}^{N_0} (\hat{y}_i - y_i)^2 = (N_0 - P_0) \cdot S_{\text{ост}}^2 = S_R. \quad (23)$$

По формуле (23) рассчитывались все семь вариантов:

$$S_{R_1} = 0,005184; \quad S_{R_2} = 0,005185; \quad S_{R_3} = 0,005184;$$

$$S_{R_4} = 0,005225; \quad S_{R_5} = 0,005380; \quad S_{R_6} = 0,005530;$$

$$S_{R_7} = 0,005786.$$

С суммой  $S_R$  связано число степеней свободы:

$$f_{\text{ад}} = N_0 - 0,5(k+2)(k+1) - (n_0 - 1) = 10,$$

где  $k$  — число факторов модели,  $n_0$  — число нулевых точек. Далее образуется  $F$ -критерий Фишера по формуле:

$$F = \frac{S_{\text{ад}} f_E}{f_{\text{ад}} S_R},$$

где  $S_{\text{ад}} = S_R - S_E$ ;

$$S_{ад_{1,2,3}} = 0,004693; S_{ад_6} = 0,005139; S_{ад_4} = 0,004734;$$

$$S_{ад_5} = 0,004889; S_{ад_7} = 0,005295.$$

$$F_{1,2,3} = 5,7; F_5 = 5,98; F_7 = 6,42; F_4 = 5,76; F_6 = 6,28.$$

Табличное значение F-критерия берут по табл. 6 из работы [30].

$$\text{При } f_1 = 10, f_2 = 6 \text{ и } \alpha_1 = 0,05; F_m = 4,2;$$

$$» f_1 = 10; f_2 = 6 » \alpha_2 = 0,01; F_m = 7,9;$$

$$» f_1 = 10; f_2 = 6 » \alpha_3 = 0,001; F_m = 18,5.$$

Модель считается адекватной, если  $F_T > F$ . Следовательно, все семь моделей являются неадекватными по доверительному интервалу  $\alpha_1 = 0,05$ . Наилучшую модель из семи возможных вариантов выбирали по доверительным интервалам для коэффициентов регрессии из условия, обеспечивающего адекватность модели при  $\alpha_2 = 0,01$ . Далее строили доверительные интервалы для коэффициентов уравнения регрессии по критериям, точность которых выше выданных ЭВМ. Для решения такой задачи использовали систему формул последовательного действия, изложенную для некоторых примеров в работе [30]. Вводили следующие обозначения:

$$C = \frac{N_0}{\sum_{i=1}^{N_0} x_{in}}; \quad \lambda = \frac{k(n_0 + n_1)}{n_1(k+2)}; \quad A = \frac{1}{2\lambda[(k+2)\lambda - k]};$$

где  $n_1 = N_0 - n_0$ .

Используя указанные обозначения можно записать формулы для вычисления дисперсий коэффициентов регрессии:

$$S_{bi}^2 = \frac{C}{N_0} S_y^2; S_{bly} = \frac{C}{N_0 \lambda} S_y^2;$$

$$S_{bll} = \frac{A[(k+1)\lambda - (k-1)C^2]}{n_1} S_y^2.$$

В результате расчета, получено:

$$S_{bi}^2 = 3,38 \cdot 10^{-6}; S_{bly}^2 = 5,2 \cdot 10^{-6}; S_{bll}^2 = 2,89 \cdot 10^{-6}.$$

Доверительные интервалы  $\Delta b_i$  — строились по формуле:

$$\Delta b_i = \pm t \cdot S_{bi}.$$



Критерий Стьюдента —  $t$  для уровня значимости  $\alpha_2=0,01$  и степени свободы  $f=30$  [29, табл. 3],  $t=2,75$ . Расчет дает следующие значения:  $\Delta b_1=0,0506$ ;  $\Delta b_{11}=0,0627$ ;  $\Delta b_{111}=0,004675$ .

Признак незначимости — абсолютное значение доверительного интервала больше, чем абсолютное значение коэффициента регрессии. Сопоставление значений привело к решению отбросить члены полинома, в которые входят  $x_1$  и  $x_3$ , т. е. принять третий вариант модели. Модель функционирования системы машина — питатель — сыпучий материал в окончательном виде представляет собой следующий полином II порядка:

$$\begin{aligned} y = & 0,674 + 0,034x_1 + 0,073x_2 + 0,025x_3 + 0,332x_4 + \\ & + 0,067x_1x_2 + 0,056x_1x_3 + 0,067x_1x_4 + 0,13x_2x_3 - \\ & - 0,051x_2x_4 - 0,052x_3x_4 + 0,013x_2^2 - 0,021x_4^2 \quad (24) \end{aligned}$$

#### ИНФОРМАЦИЯ МАТЕМАТИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ

Матрица планирования эксперимента сама по себе дает большую информацию об эффективности основных факторов. Из рассмотрения матрицы планирования и интервалов варьирования (см. табл. 4 и 5) можно количественно оценить, например, влияние ворошителя. Сравнивая показатели опытов № 19 и 20, можно видеть, что при переходе от самой низкой частоты вращения ворошителя  $n_b=30$  об/мин до  $n_b=96$  об/мин скорость заполнения матрицы увеличивается в 1,8 раза при стабилизации остальных факторов на нулевом уровне. Это максимум того, что может дать ворошитель при полном использовании его диапазона скоростей вращения. Примерно то же самое показывает и полиномиальная модель [17]. Если сравнить коэффициенты при  $x_1$  и  $x_1x_2$ , то последний в 1,8 раза выше. Действие ворошителя особенно важно при увеличении диаметра отверстия матрицы. Это показывает коэффициент при взаимодействии  $x_2x_3$ , если сравнить его с коэффициентом при  $x_2$ . При увеличении диаметра отверстия матрицы с 6 до 18 мм скорость заполнения матрицы должна снизиться на 72% (опыты № 21 и 22). При включении же ворошителя ( $x_2x_3$ ) — скорость заполнения матрицы также увеличивается в 1,8 раза.

Математическая модель дает возможность количественно оценить и такой фактор, как сыпучесть таблетки

руемого материала. Сравнение результатов опытов № 23 и 24 показывает, что при увеличении сыпучести от  $V_c = 1,92 \cdot 10^{-2}$  м/с до верхнего уровня  $V_c = 0,26$  м/с, функция отклика  $y$  ( $\bar{V}_n$ ) возрастает в 8,8 раза. Таким образом, модель показывает, что повышение сыпучести путём грануляции сыпучих материалов является высокоэффективным методом повышения производительности РТМ. При повышении сыпучести, скорость вращения воронителя должна снижаться, о чем свидетельствует знак минус при коэффициенте взаимодействия —  $X_2X_4$ .

Полиномиальная модель необходима для интерполяционного определения скорости заполнения матрицы  $\Pi$ , следовательно, размера зоны питания в циклограмме при проектировании любых роторных таблеточных машин. Ограничением служит величина интервалов варьирования (см. табл. 5). Чтобы подставить натуральные значения отдельных факторов в полиномиальную модель, необходимо перевести их в кодированное значение по формуле:

$$X_j = \frac{\tilde{x}_j - \tilde{x}_{j0}}{J_j}, \quad (25)$$

где  $x_j$ ,  $\tilde{x}_j$  — кодированное и натуральное значение фактора;  $x_{j0}$  — натуральное значение нулевого уровня;  $J_j$  — интервал варьирования;  $j$  — номер фактора.

Экстраполяция при использовании математической модели, необходимая для прогнозирования параметров РТМ, требует определенной осторожности. Полином  $\Pi$  порядка описывает поверхность в факторном пространстве, ограниченном областью, очерченной уровнями варьирования факторов. Выход за пределы этой области выше, чем на 20—30 %, может обусловить значительные ошибки в определении выходного параметра — скорости заполнения матрицы и требует экспериментальной проверки.

При необходимости разработки конструкции РТМ с параметрами, более чем на 30 % превосходящими интервалы варьирования, принятые для построения математической модели, следует построить новую модель. Для этого используют изложенную выше методику. Соответствующие программы для ЭВМ можно использовать полностью, без изменения. Следовательно, проектирование новых РТМ в дальнейшем возможно на строго научной основе.

Математическая модель функционирования системы машина — питатель — сыпучий материал (24) позволяет найти скорость заполнения матрицы основного фактора для оптимизации параметров питателя и циклограммы РТМ. Известно, что от правильности синтеза циклограммы зависит успех конструирования машины-автомата. Для расчета циклограммы роторной таблеточной машины необходимо знать время выполнения каждой операции, входящей в технологический процесс таблетирования. Если время прессования дозы в таблетку, операции выталкивания таблетки, сброса таблетки, время вспомогательных и холостых ходов можно рассчитать на основе теории механизмов и машин, то время подачи порошка в матрицу так определить нельзя. Если известен диаметр таблетки (матрицы)  $d_m$ , масса дозы  $M_d$ , насыпная масса порошка  $\rho_n$  или просто высота дозы в объеме матрицы  $H_d$ , соответствующая заданной массе таблетки, то время подачи порошка в матрицу определится из формулы:

$$t_m = \frac{4M_d}{\pi d_m^2 \rho_n \bar{V}_л} = \frac{H_d}{\bar{V}_л} \quad (26)$$

В зависимости (26) скорость заполнения матрицы должна быть определена по уравнению регрессии (24). Следовательно, можно рассчитать длину зоны питания, относящуюся как к питателю, так и к циклограмме машины.

$$L_n = \frac{\pi D_n H_m n_p}{60 \bar{V}_л} \quad ,$$

В свою очередь по известной длине зоны питания и скорости заполнения матрицы (скорости подачи) можно определить пропускную способность (производительность) питателя. При этом учитывается, что за один оборот ротора в машине, имеющей число потоков  $W_n$ , в матрицу подается сыпучего материала:

$$Q_n' = \rho_n \cdot H_m \cdot \frac{\pi d_m^2}{4} \cdot W_n \quad (27)$$

Определив из зависимости (17) глубину заполнения матрицы и учтя число матриц  $n_m$  в машине, из формулы (27) можно определить секундную пропускную способность питателя

$$Q_n = 15 L_n \cdot W_n \cdot \bar{V}_л \rho_n \frac{n_m d_m^2}{n_p D_n} \quad (28)$$

Зависимость  $Q_{\text{п}}$  (в г/с) определяет потенциальные возможности питателя и показывает ее связь с параметрами машины.  $D_{\text{п}}$ ,  $d_{\text{м}}$ ,  $n_{\text{м}}$ ,  $W_{\text{п}}$ ,  $n_{\text{р}}$ , питателя  $L_{\text{п}}$  сыпучего материала  $\rho_{\text{п}}$  и всей системы машина — питатель — сыпучий материал  $\bar{V}_{\text{п}}$  в целом.

Заметим, что современные роторные таблеточные машины проектируются как универсальные машины, т. е. пригодные для таблетирования сыпучих материалов с любой насыпной плотностью материала  $\rho_{\text{п}}$ . Следовательно, пропускная способность питателя рассчитывается по максимальной насыпной плотности и является всегда завышенной по отношению к большинству таблетлируемых материалов. Так вынуждены поступать заводы-изготовители РТМ, выпускающие машины на обозначенного потребителя.

При модернизации действующего парка машин, часто закрепленных за одним таблетлируемым материалом, открывается возможность использовать этот большой резерв повышения пропускной способности питателя и РТМ в целом.

## Глава III

### ТОЧНОСТЬ ДОЗИРОВАНИЯ

Требования к повышению точности дозирования постоянно возрастают вместе с общим техническим прогрессом в таблеточном производстве. Если еще в начале десятой пятилетки таблеточные машины работали с производительностью 1500—2000 таблеток в минуту, то сегодня заводы медицинской промышленности имеют машины с производительностью, в 3—5 раз превышающую достигнутый ранее уровень. Таким образом, все весомее становится каждый процент экономии материала и снижение потерь от брака таблетки.

Следует отметить, что в последнем десятилетии особенно четко стала проявляться тенденция к снижению массы таблеток за счет уменьшения количества наполнителей. Дело здесь не только в постоянном увеличении производства «детских» таблеток, но и в явном стремлении изготавливать лекарственные формы малых дозровок с минимальным количеством вспомогательных веществ. Если взять выпуск роторных таблеточных машин модели РТМ-41 за пятилетку и учесть пресс-инструмент диаметром только от 6 до 12 мм включительно, то динамика роста заказов его по годам может быть охарактеризована табл. 6 в процентах к общему годовому объему производства пресс-инструмента ЖЗТО.

В табл. 6 не показаны данные за 1971 и 1972 гг.,  
Таблица 6

Соотношение объемов производства пресс-инструмента

Год выпуска	Диаметр пуансона, мм			Год выпуска	Диаметр пуансона, мм		
	6—7	8—10	11—12		6—7	8—10	11—12
1971	18,2	56,2	25,6	1974	26,2	31,5	42,3
1972	16	46,5	37,5	1975	29,2	35	35,8
1973	18,1	30	51,9				

так как в это время осваивался выпуск машины РТМ-41. Последние 3 года девятой пятилетки характеризуются значительным ростом выпуска инструмента для таблеток диаметром 6—7 мм и небольшим увеличением выпуска инструмента для изготовления таблеток диаметром 8—10 мм при резком сокращении производства инструмента диаметром 11—12 мм. Таким образом, предприятия стремятся реализовать преимущества производства таблеток малого диаметра.

1. Обеспечивается экономия десятков тонн пищевых продуктов таких, как крахмал, сахар, глюкоза и др.

2. Снижаются расходы на тару и упаковку таких дорогостоящих материалов, как полимерные пленки, фольга, и т. п.

3. Достигается экономия в трудовых затратах на внутрицеховые и внешние транспортные операции.

4. Снижается потребность в площадях цеховых и складских зданий.

5. Повышается стойкость пуансонов, которые изготавливаются без риски.

6. Повышаются коэффициенты удельной металлоемкости, энергоемкости и удельной площади для нового оборудования.

Столь крупные преимущества показывают, что миниатюризация таблеток, т. е. изготовление таблеток диаметром от 4 до 6 мм вместо 8—12 мм, является прогрессивным и перспективным путем развития таблеточного производства. При этом должны учитываться успехи современной биофармации, которая окончательно отказалась от прежнего представления о вспомогательных веществах как индифферентных формообразователях. Биофармация ставит перед исследователем задачу не столько выяснить физико-химические свойства веществ, сколько подобрать их так, чтобы обеспечить стабильность, биологическую доступность и необходимый характер фармакологического действия препарата. Следовательно, и биофармация требует сокращения вспомогательных материалов в таблетке. Однако появление микротаблеток выводит проблему дозирования на качественно новую ступень. Рассмотрим в качестве примера требования, предъявляемые к массе таблетки ГФХ (табл. 7).

Если в первых двух случаях допуск на массу выражается в сотых долях грамма, то для таблетки массой

Т а б л и ц а 7

## Допуски на массу таблетки

Масса, г	Допуск	
	%	г
0,5	$\pm 5$	0,025
0,11	$\pm 10$	0,011
0,027	$\pm 10$	0,0027

0,027 г он становится на порядок меньше. Это выражается в необходимости изготовления таблетки с погрешностью  $\pm 3$  мг, т. е. точностью, приближающейся к точности аналитических весов. По этой причине многие факторы, влияющие на точность дозирования, казавшиеся ранее пренебрежимо малыми [12], здесь выросли в значительные величины. Таким образом, в настоящее время повышение точности дозирования становится неотложной задачей. Однако ни одна из фирм, производящих роторные таблеточные машины, не регламентирует такой важный качественный показатель, как допустимая погрешность массы таблетки. Существующая методика расчета проектной точности дозирования для РТМ [12] нуждается в некоторой корректировке. Необходимо также внести уточнения в понятия, используемые в технической литературе при рассмотрении проблем дозирования.

## МЕТОДЫ ДОЗИРОВАНИЯ

Нагляднее всего можно представить особенности объемного дозирования в РТМ по соответствующей части ее циклограммы-развертки. На участке  $B_1$  (рис. 25) заполнение матрицы происходит под воздействием силы тяжести частиц сыпучего материала и лопастей 1 заполняющего ворошителя 2 на фазе, когда пуансон 4 с толкателем 5 опускаются по копиру 6 на полную глубину  $H_m$  заполнения матриц 3.

На участке  $B_2$  идет «спокойная» досыпка матрицы под воздействием тех же сил, что и на участке  $B_1$ . На участке  $B_3$  продолжается досыпка матрицы сыпучим материалом под собственной массой частиц и действием лопастей 12 дозирующего ворошителя 11. Участок  $B_2$ —

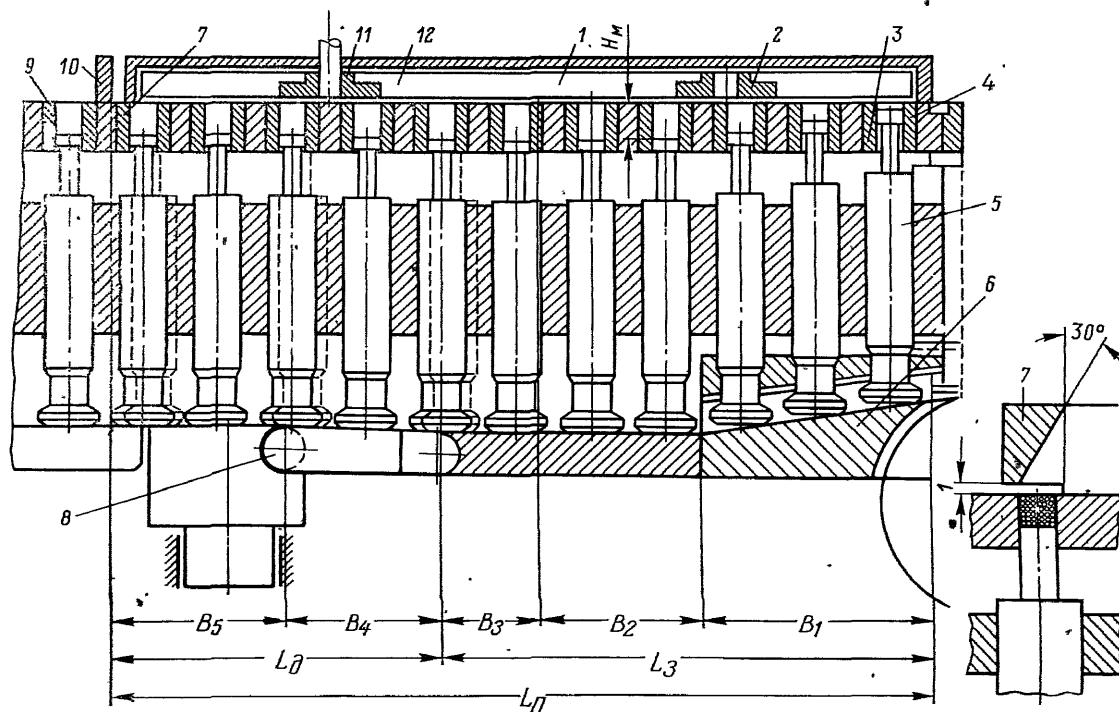


Рис. 25. Зона питания в циклограмме — развертке РТМ.



$B_3$  — это своеобразный выстой, гарантирующий заполнение матрицы, служащий одновременно конструктивным мостиком от копира опускания 6 к копиру-дозатору 8, поднимающему толкатель с пуансоном на уровень, определяющий заданный объем дозы. На участке  $B_4$  пуансон поднимается вверх на уровень  $h_{д1}$ , выталкивая из полости матрицы излишек дозы.

Листовой сыпучий материал, поступающий из матрицы, убирается лопастями дозирующего ворошителя и возвращается им на участок  $B_2$ , где заполняющий ворошитель использует его для подачи в матрицу.

При проектировании питателей принимается ряд конструктивных мер, направленных на понижение погрешности дозирования: 1) угловая скорость дозирующего ворошителя на 30% выше по отношению к заполняющему; 2) количество лопастей дозирующего ворошителя принимается также на 30% больше заполняющего; 3) поскольку лопасти дозирующего ворошителя чаще перекрывают полость матрицы, в момент подъема пуансона сыпучий материал какие-то доли секунды «упирается» в лопасти и несколько уплотняется, что повышает точность дозирования; 4) на участке  $B_5$ , положение которого по вертикали регулируется в современных машинах с точностью до 0,02 мм, осуществляется повторное дозирование кромкой 7 корпуса питателя, отстоящей от зеркала матричного стола 10 ротора на расстоянии 0,06—0,1 мм; 5) чистовая срезка излишка дозы производится ножом 9, который плотно прижимается к столу ротора пружиной.

С 1977 г. на машинах РТМ-41-М2В введено небольшое конструктивное улучшение, повышающее точность дозирования. В корпусе 9 питателя под углом 30° выфрезеровывается канавка круглого сечения, уплотняющая порошок (гранулы) в полости матрицы. В нижней части корпуса также сделана канавка сечением  $1 \times 12$  мм, она обеспечивает прохождение ротора со слоем порошка над матрицей, что позволяет ножу произвести сьем избытка дозы. Заполнение матрицы производится питателем на участке развертки длиной  $L_3 = B_1 - B_2 + B_3$ , а дозирование благодаря действию всех перечисленных механизмов и элементов конструкции питателя на длине  $L_д = B_4 + B_5$ .

Способ заполнения матрицы влияет на точность дозирования. Возможен, например, такой случай, когда на

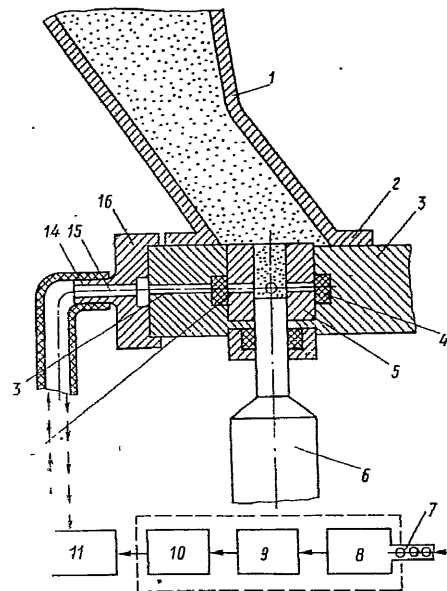
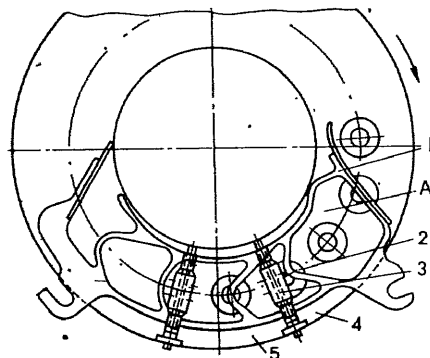
участке появится матрица, оказавшаяся не заполненной на участке  $L_d$ , тогда она будет заполнена в зоне дозирования. Тем не менее четкое разграничение содержания операции переходов заполнения матрицы и дозирования в технологическом цикле таблетирования сыпучих материалов необходимо для их исследования и при выполнении расчетов, конструкции и эксплуатации роторных таблеточных машин. Указанное разграничение соответствует истинному процессу, происходящему в РТМ, хотя операции заполнения матрицы и дозирования являются взаимосвязанными.

Например, в обычном рамочном питателе заполнение матрицы производится без принудительной подачи, свободным падением частиц в полость матрицы. Следствием этого является большая погрешность дозирования по сравнению с теми машинами, в которых для подачи порошка используются лопастные питатели. Даже для гранулированных материалов, в которых количество пылевидных фракций (фракций с частицами размером менее 0,15 мм) выше 30%, рамочные питатели вообще не применимы. Материалы, склонные к слеживанию, с высокими когезионными свойствами, порошки вообще не поддаются таблетированию в простых рамочных питателях. Именно поэтому появились усовершенствованные рамочные питатели с побудителями-ворошителями порошка с горизонтальной осью вращения. Такой питатель работает следующим образом. Таблетируемый материал из бункера попадает в камеру А (рис. 26) и увлекается ротором. В средних двух камерах питателя 1, обеспечивающих наиболее интенсивную подачу порошка в матрицы, установлены ворошители 2 с лопастями 3. Ворошители приводятся во вращательное движение с помощью роликов 4, фрикционно сцепленных с зеркалом стола ротора 5. В таком рамочном питателе погрешность дозирования несколько снижается.

В последние годы стали появляться машины с вакуумным заполнением матрицы. Из отечественных разработок наиболее интересной является машина [39], предложенная Г. Е. Мееркопом и Г. М. Нейгаузом (авторское свидетельство СССР № 534235). Она работает следующим образом. Из питателя 1 (рис. 27) таблетлируемый материал самотеком поступает к поверхности вращающегося ротора 3 с матрицами 5. В их внутренней полости перемещаются пуансоны, изготовленные

Рис. 27. Вакуумный метод до-  
зирования.

▼Рис. 26. Рамочный питатель  
с ворошителями.



совместно с толкателем 6. При вращении ротора наступает момент, при котором отверстие матрицы перекрывается боковым буртиком 2 питателя 1. Воздух из полости матрицы отсасывается через фильтр 4 с помощью компрессионно-вакуумного аппарата 11 через шланг, надетый на штуцер 14, отверстие 15 в распределительном устройстве 16 и каналы для воздуха 12 и 13.

При дальнейшем вращении ротора матрица, по-прежнему подсоединенная к вакуумной установке, поступает под питатель 1, из которого в нее подается порошок. Под воздействием вакуума возрастают плотность и равномерность укладки частиц таблетiruемого материала. Поскольку масса дозы зависит от глубины засыпки и создаваемого разрежения, установлено устройство автоматического регулирования величины дозы. По лотку 7 таблетки поступают к контрольно-весонизмерительному датчику 8, выдающему сигналы блоку 9 обработки информации. Блок в соответствии с заложенным в него алгоритмом управления выдает сигнал реверсивному механизму 10 на изменение величины создаваемого в матрице разрежения, что отражается на массе таблетки.

В рассматриваемой машине эвакуация воздуха из матрицы продолжается и при прессовании, что облегчает его проведение. После выталкивания таблетки, фильтрующие элементы и каналы продувают сжатым воздухом, подаваемым через распределитель 16 тем же компрессионно-вакуумным аппаратом 11. В кандидатской диссертации Г. Е. Мееркопа отмечается, что при формировании дозы без вакуума она находилась в пределах 10,5—11 г, при разбросе массы  $\pm 2,5$ —3%, при создании разрежения 500 мм рт. ст. доза возрастала в 1,6 раза, изменяясь в пределах 16,155—16,165 г, т. е. отклонение массы от среднего значения не превосходило  $\pm 0,1\%$ .

К вакуумным методам таблетирования примыкает известный метод дозирования уплотненного сыпучего материала. Процесс отличается от обычного тем, что после подачи порошка в матрицу осуществляется его предварительное прессование (подпрессовка) под небольшим давлением. Например для реактопластов оно равно 30—100 МПа. Далее уплотненная доза поднимается над торцом матрицы и срезается ножом, а затем окончательно прессуется. По данным кандидатской диссертации А. А. Кирюхина, такой метод повышает точность дозирования в  $1\frac{1}{2}$  раза. Эксперименты проводились на тихо-

ходных машинах и не получили дальнейшего развития, хотя утверждать, что метод исчерпал свои возможности, нет никаких оснований.

В конце 70-х годов машины с производительностью до 10 тыс. таблеток в минуту перестали быть редкостью. Это потребовало создания машин с автоматической отбраковкой таблеток, а также с автоматическим регулированием массы таблеток в зависимости от изменения усилия прессования. Многочисленные патенты отечественных и зарубежных фирм дают много интересных предложений, но наибольшее внимание привлекают все же те конструктивные решения, которые испытаны в производстве.

В 1974 г. фирма «W. Fette» (ФРГ) установила на своих машинах Р-2000 и Р-3000 приборы косвенного контроля массы таблетки — по величине усилия прессования. Указанная зависимость является следствием объемного метода дозирования. Машину настраивают на заданную высоту таблетки, которая благодаря высоким требованиям к классу точности изготовления инструмента остается достаточно стабильной. В то же время из-за различия гранулометрического состава таблетлируемого материала в заданном объеме дозы может быть больше материала мелких фракций или больше материала крупных фракций. В первом случае в матрице масса дозы превышает номинальную, что вызывает повышение усилия прессования, во втором случае — понижение.

Изменение настроенного на номинал усилия прессования отображает не только отклонение массы дозы, но и является следствием погрешности пресс-инструмента по размерам, ошибки в настройке дозы, изношенности пресс-инструмента и деталей питателя-дозатора и т. п.

Устройство для отбраковки таблеток по массе в зависимости от изменения усилия прессования в машине Р-2000 фирмы «W. Fette» работает следующим образом. При сжатии порошка в таблетку 1 (рис. 28) между пуансонами 2 и 3, проходящими под роликами давления 4 и 5, возникает усилие прессования, деформирующее балку 6, в которой размещены подшипниковые опоры ролика давления 5. На балке 6 наклеены тензометрические датчики 7, сигнал от которых поступает на измерительный мост 8 и далее на усилитель 9 электронного блока. В последнем имеется устройство 10, которое

усредняет сигнал и передает его на переключатель 11, на котором установлена верхняя и нижняя допустимые границы усилия прессования, соответствующие допускам на массу таблетки. В случае выхода сигнала за верхнюю или нижнюю границу поля допуска, машина выключается, останавливается, а на табло 12 возникает цифра, показывающая, на каком пуансоне произошло нарушение допустимой массы таблетки.

Одновременно дается импульс на привод питателя дозатора, изменяющий частоту вращения ворошителей, что приводит к увеличению или уменьшению степени наполнения матрицы. При последующем пуске машины те таблетки, которые оставались в матрицах, отводятся в русло лотка, предназначенное для бракованных таблеток.

Контрольная система обеспечивает отбраковку таблеток даже при самой высокой производительности машины — 500 тыс. таблеток в час. Прибор для отбраковки таблеток на машине может быть использован для установления режима функционирования целевых механизмов, например для определения оптимально допустимого усилия на пуансон 15 или установления оптимальной частоты вращения ворошителей питателя-дозатора в зависимости от частоты вращения ротора, диаметра и массы таблетки.

Недостаток прибора фирмы «W. Fette» заключается в том, что при понижении однородности гранулята он вызывает частые остановки машины. Такого недостатка, по замыслу, лишен регулирующий прибор ROP фирмы «Kilian» (ФРГ), который был продемонстрирован на Московской всемирной выставке «Фарминдустрия-77». Патент фирмы засекречен, но принцип действия прибора примерно аналогичен выше описанному. Отличия прибора ROP следующие. Вместо тензометрических датчиков применяются кварцевые измерительные элементы. В отдельном приборе, выполненном в виде электронной приставки к прессу, кроме измерительной системы, имеется еще и корректирующая система. При превышении усилия прессования измерительная система дает сигнал корректирующей, которая включает сервомотор. Последний через систему передач воздействует на дозирующее устройство роторной таблеточной машины, восстанавливающее объем дозы и, следовательно, заданную массу таблетки и усилие прессования. Прибор может быть на-

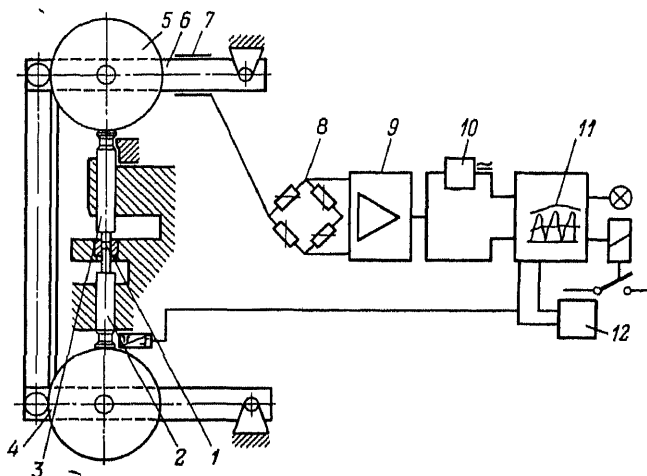


Рис 28. Прибор для отбраковки таблеток по массе

строен как на подачу сигнала, привлекающего внимание оператора, так и на остановку машины. Во всяком случае машина, оборудованная прибором ROP будет меньше простаивать, чем машина с прибором фирмы «W. Fette».

К достоинствам прибора ROP можно отнести также возможность его использования для модернизации действующего парка машин. При этом следует учитывать возможность встройки в машину датчиков, сервомотора и то, что для двухпоточной РТМ требуется два прибора. Габариты прибора  $450 \times 350 \times 140$  мм, масса 11 кг. К сожалению, возможности прибора демонстрировались на относительно тихоходной машине, хотя фирма и гарантирует его нормальную работу при производительности машины до 600 тыс. таблеток в час.

### ПОГРЕШНОСТЬ ДОЗИРОВАНИЯ

Выше рассматривались устройства и приборы, регулирующие машину и обеспечивающие отбраковку таблеток, их контроль или автоматическую регулировку массы. Рассмотрим причины, вызывающие погрешности в изготовлении таблеток по массе.

Масса таблетки зависит от свойств сыпучего материала и от конструктивных элементов машины, участвующей

ших в образовании таблетки. Использование в РТМ объемного дозирования приводит к такому положению, при котором важнейшим фактором, определяющим точность дозирования, становится гранулометрический состав таблетлируемого материала. Это можно проиллюстрировать рис. 29.

В матричном поясе ротора 1 установлены матрицы 2, в которые снизу вставлены пуансоны 3; объем матричного канала во всех трех матрицах одинаков.

Предположим, что из-за вибрации бункера или по другим причинам произошло расслоение гранулята и матрицы заполнены гранулятом разного фракционного состава. Естественно полагать, что при равной плотности гранул в матрице «а» получится наименьшая масса таблетки, так как плотность укладки частиц здесь будет минимальной. В матрице «в» масса таблетки будет максимальной ввиду того, что она наиболее плотно заполнена фракциями гранулята. В матрице «б» масса таблетки окажется средней по отношению к двум предыдущим матрицам.

Количественную оценку точности дозирования в зависимости от качества гранулята дать затруднительно. Теория вероятностей позволяет установить вероятное число контактов (координационное число) между частицами, имеющими форму шаров одинакового диаметра. При беспорядочной свободной упаковке таких частиц число контактов равно восьми. При очень сильной утряс-



Рис. 29. Погрешность дозирования в зависимости от гранулометрического состава таблетлируемого материала.



ке число контактов между шарами может достигнуть максимального значения — двенадцати. Если допустить, что матрица «а» (см. рис. 29) заполнена шарами одинакового диаметра  $x_1$ , то пористость такой укладки шаров можно определить из геометрических соотношений, она равна примерно 61% [21].

Следовательно, частиц диаметром  $x_2$  и меньше в такую матрицу войдет 39%, т. е. может быть такой случай, когда таблетка, полученная из матрицы б, будет иметь массу больше, чем таблетка из матрицы а. Это подтверждает эксперимент, проведенный на ЖЗТО. Гранулированные глюкозу и сульфадимезин рассеяли на фракции с частицами размером 1 и 0,16 мм, определили их насыпные плотности и затем смешали в соотношении соответственно 60 и 40% и вновь определили насыпную плотность.

Было установлено, что для глюкозы насыпная плотность смеси больше насыпной плотности фракций с частицами размером 1 мм на 38%, а для сульфадимезина — 15%.

Для определения крайних значений был проведен еще такой эксперимент. Анальгин с амидопирином рассеяли на фракции и определили их насыпную плотность. Для фракций с гранулами средним диаметром 1,3 мм она была равна  $0,36 \cdot 10^3$  кг/м<sup>3</sup>, а для гранул диаметром 0,05 мм —  $0,55 \cdot 10^3$  кг/м<sup>3</sup>. Это значит, что матрица, заполненная материалом мелкой фракции дала бы таблетку на 53% большей массы, чем матрица, заполненная гранулами диаметром 1,3 мм. Разумеется, такие крайности маловероятны, а их расчет потребовался только для доказательства положения о том, что на погрешность дозирования в основном влияет гранулометрический состав.

С точки зрения снижения погрешности дозирования можно рекомендовать следующие соотношения размеров гранул и диаметра таблеток (по опытным данным):

Диаметр таблеток, мм	Диаметр гранулы максимальный, мм
3—7	1
8—9	1,6
10—20	2,5

Приведенная рекомендация ориентировочна, так как необходимо считаться с тем, что от гранулометрического состава зависят и другие показатели качества таблетки

(см. рис. 29). Следовательно, без экспериментального и комплексного учета всех качественных показателей гранулометрический состав выбрать нельзя. Влияние на точность дозирования размерных цепей машины может быть довольно точно определено расчетным путем.

Рассмотрим операции таблетирования с целью выявления факторов, влияющих на точность массы таблетки. Технологический цикл таблетирования складывается из подачи порошка в матрицы, дозирования, прессования сыпучего материала, выталкивания и сбрасывания таблетки. Влияние на точность дозирования способа подачи порошка в матрицы проанализировано выше. Рассмотрим вопрос об определении проектной точности дозирования роторных таблеточных машин серийного производства, таких, как РТМ-41 и РТМ-41-М2В.

Операция дозирования существенно влияет на точность массы таблетки. Операция прессования при определенных условиях может давать погрешность в дозировке таблетки. Операции выталкивания и сбрасывания таблетки при нормальной не изношенной матрице не оказывают значительного влияния на погрешность массы таблетки. Таким образом, для анализа точности машины достаточно рассмотреть операцию дозирования. Последняя в РТМ реализуется в двух вариантах (рис. 30). Наиболее распространенным является вариант а, в котором механизм дозирования 9 выводит толкатель 8 с пуансоном 7, гайками 6 и полиэтиленовым защитным колпачком 5 в положение, отвечающее заданной дозе, с помощью торцевого кулачка. Высоту дозы  $h_d$  отсчитывают от нижней кромки пуансона до зеркала стола ротора 4. Излишек дозы снимают сначала лопастями 3 ворошителя, а затем при дальнейшем движении ротора — кромкой корпуса питателя 2 и окончательно — дозирующим ножом 1, который удаляет излишек порошка, прошедший в зазор  $z$  между корпусом питателя и столом. Вариант «б» применяется сравнительно редко. Он оправдан в машинах, в которых глубина засыпки порошка в матрице 25 мм и более. Перемещение толкателя осуществляется боковым роликом. Система имеет большее число звеньев в размерной цепи, определяющей точность дозирования, и в дальнейшем не рассматривается.

Отклонение объема таблетки от номинала зависит от степени отклонения объема дозы, заполнившей матрицу. Последнее определяется погрешностью изготовления

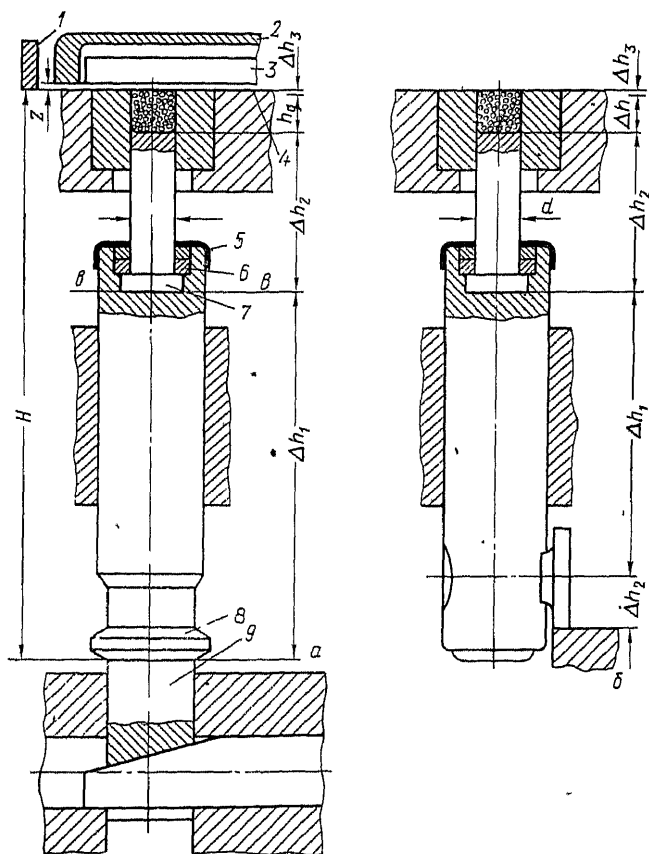


Рис. 30. Объемный метод дозирования.

размерных параметров пресс-инструмента, деталей привода и ротора, которые ограничивают объем дозы. Относительная погрешность объема равна:

$$\epsilon_d = \frac{\Delta v_d}{V} = 2 \frac{\Delta d_m}{d} + \frac{\Delta h}{H_n}, \quad (29)$$

где  $\Delta d_m$  — предельное отклонение действительных размеров матрицы от номинального диаметра  $d_m$ ;

$\Delta h = \sum_{i=1}^8 \Delta h_i$  — суммарное предельное отклонение ли-

нейных размеров всех звеньев, входящих в размерную цепь, определяющую высоту дозы  $h_d$ ;

$H_{\Pi}$  — номинальное значение линейного размера, определяющего положение по высоте пуансона в матрице;

$\delta h_1$  — отклонение от номинала высоты толкателя;

$\delta h_2$  — отклонение от номинала высоты пуансона;

$\delta h_3$  — отклонение, увеличивающее (уменьшающее) высоту дозы за счет торцевого биения зеркала стола ротора;

$\delta h_4$  — отклонение торца основания пуансона от перпендикулярности к его оси;

$\delta h_5$  — отклонение торца толкателя от перпендикулярности к его оси;

$\delta h_6$  — отклонение по высоте матрицы, т. е. занижение матрицы по отношению к зеркалу стола ротора;

$\delta h_7$  — зазор между пуансоном и толкателем в плоскости  $b-b$ ;

$\delta h_8$  — отклонение взаимного положения механизмов дозирования в двух позициях двухпоточной машины.

При назначении допусков на отклонения в размерной цепи звеньев, определяющих точность дозы, исходят из двух критериев: максимального повышения точности РТМ как дозирующей машины и экономически рациональных в машиностроении допусков. Если влияние первых двух отклонений ( $\delta h_1$  и  $\delta h_2$ ) хорошо известно, то остальные шесть можно оценить следующим образом. Величина  $\delta h_3$  — обычно находится в пределах до 0,08 мм. Она показывает, как относительно толкателя с пуансоном, зафиксированных на стационарно расположенном механизме дозирования, в каждый данный момент увеличивается (уменьшается) величина дозы  $h_d$  из-за биения зеркала стола ротора. Величину  $\delta h_3$  следует учитывать при расчете точности дозирования. Отклонения  $\delta h_4$ ,  $\delta h_5$ ,  $\delta h_6$  незначительны и должны учитываться лишь в том случае, если выходят за пределы допусков:  $\delta h_4 = 0,015$  мм,  $\delta h_5 = 0,015$  мм,  $\delta h_6 = 0,03$  мм;  $\delta h_7$  — зазор между пуансоном и толкателем в плоскости соединения  $b-b$  (см. рис. 30) необходим для самоустановки ниж-

него пуансона по матрице, так как с его помощью создается «плавающее» соединение, компенсирующее перекося торцов.

Этот зазор ликвидируется в том случае, если колпачок 5 уплотняет соединение пуансон—толкатель так, чтобы пыль не попадала в зазор. Снятие колпачка может привести к поломке пуансона, так как пыль, набиваясь под одну сторону головки пуансона, перекашивает последний. Разумеется, в нормальных условиях учитывать зазор  $\delta h_7$  нет необходимости. В двухпоточных РТМ имеются два механизма дозирования. Отклонение размеров деталей механизма дозирования может привести к тому, что при одинаковой настройке по нониусу получится разная доза в каждой позиции. Однако обычно масса таблетки регулируется отдельно по каждому потоку. В этом случае отклонение  $\delta h_8$  нет необходимости учитывать в расчете. Таким образом, в размерной цепи, определяющей точность дозы, учитываются три первых отклонения. Подобный расчет пригоден для таблеток диаметром 7—12 мм. Для микротаблеток, т. е. таблеток диаметром 4—6 мм, следует ужесточить отклонение  $\delta h_3$  до 0,03 мм.

В ходе операции прессования происходят потери сыпучего материала и снижение объема из-за продавливания пылевидных фракций гранулята через зазоры между пуансоном и матрицей. Обычно указанный зазор находится в пределах 0,03—0,04 мм, а ход пуансонов в различных машинах и режимах прессования находится в диапазоне 0,5—1,5 мм. Потери порошка при прессовании пропорциональны зазору и ходу пуансонов. Уплотнение нижнего пуансона снижает потери, но несколько увеличивает износ пуансона. Указанные потери учитываются в расчете погрешности дозирования.

В связи с внедрением нового ОСТ 64-7-171-76 на формирующую часть пресс-инструмента, на ЖЗТО были пересмотрены допуски на изготовление пуансонов и матриц: за основу была принята общесоюзная система допусков и посадок для гладких цилиндрических соединений в соответствии с ОСТ 1010 и др. Преимущества такого подхода прежде всего в том, что для изготовления и контроля пресс-инструмента можно использовать стандартный мерительный и режущий инструмент, т. е. сверла, зенкеры, развертки, скобы и калибры. Помимо этого, такое решение позволяет избавиться от произ-

вольных допусков, назначаемых отдельными заводами-изготовителями пресс-инструмента.

Таблица 8

## Допуски на пресс-инструмент

Наименование инструмента	Год выпуска СТП	Допуски для диаметров, мм		
		4—6	7—10	11—18
Матрица	СТП-73	0,020	0,020	0,020
	СТП-77	0,020	0,020	0,020
Пуансон нижний.	СТП-73	—0,020	—0,020	—0,020
		—0,030	—0,030	—0,030
	СТП-77	—0,010	—0,013	—0,016
		X—0,022	X—0,027	X—0,033
	СТП-73	—0,030	—0,030	—0,030
		—0,050	—0,050	—0,050
Пуансон верхний	СТП-77	—0,025	—0,023	—0,030
		Ш—0,045	Л—0,045	Л—0,055

В табл. 8 приведены новые допуски и посадки в сравнении с ранее действовавшим стандартом предприятия (СТП-73). За счет применения ходовой (X), легкоходовой (Л), широкоходовой (Ш) посадок для пуансонов удалось практически сохранить те же зазоры, что и были ранее. Разница в несколько тысячных долей миллиметра, конечно, остается неощутимой при работе пресс-инструмента. Все дальнейшие расчеты проведены исходя из новых допусков на пресс-инструмент.

Предельное отклонение высоты дозы  $\delta h$  можно найти из рассмотрения размерной цепи, соответствующих линейных размеров деталей, либо методом предельного суммирования отклонений дает завышенное значение погрешности массы или объема таблетки, так как сочетание отклонений типа максимум—минимум является событием весьма малой вероятности. Поскольку погрешности изготовления случайные величины, наиболее достоверное представление о точности дозирования дает метод вероятностного суммирования погрешностей звеньев размерных цепей. Все же в данном расчете применены оба метода; целесообразность такого расчета будет пояснена ниже.

При исследовании влияния таких величин, как бие-ние цилиндрических деталей относительно своей оси, наблюдаются рассеяния, уклоняющиеся от нормального

закона, что отражается на результатах расчетов размерных цепей. Следуя Н. А. Бородачеву [15], практическое рассеяние будем характеризовать коэффициентами относительного рассеяния  $k$  и относительной асимметрии  $\alpha$ . Оценку рассеяния, уклоняющегося от нормального закона распределения производят соотношением:

$$k_i = \lambda_i / \lambda_n, \quad (30)$$

где  $\lambda_i$  — коэффициент относительного среднеквадратического отклонения  $i$ -го звена;  $\lambda_n$  — коэффициент относительного среднеквадратического отклонения звена, рассеяние которого подчиняется нормальному закону. Величина  $\lambda$  зависит от исходных законов рассеяния и определяется выражением:

$$\lambda = \sigma / \delta\lambda, \quad (31)$$

где  $\sigma$  и  $\delta\lambda$  — среднеквадратическое отклонение и допуск размерного звена.

Если поле рассеяния отклонений полностью вписывается в поле допуска, ограничиваемое пределом  $\delta\lambda = 6\sigma$ , то величина  $\lambda$  для распределения по нормальному закону определяется как

$$\lambda_n = 0,33\sigma.$$

Коэффициент относительной асимметрии характеризует смещение центра рассеяния относительно середины поля допуска, являющееся следствием влияния систематических и случайных погрешностей. Для  $i$ -го звена

$$\alpha_i = \frac{\bar{\lambda}_i - \lambda_{ic}}{\delta\lambda_i},$$

где  $\bar{\lambda}_i$  — координата центра рассеяния (среднеарифметическое отклонение) размера  $\lambda_i$ ;  $\lambda_{ic}$  — координата середины поля допуска;  $\delta\lambda_i$  — допуск  $i$ -го звена.

Величина  $\alpha_i$  и  $k_i$  зависят от точности настройки оборудования, точности технологического процесса в целом и от других факторов. Обе величины должны либо устанавливаться индивидуально для каждого завода-изготовителя, либо могут заимствоваться из нормативных рекомендаций [16]. Значение  $\alpha_i$  рекомендуется принимать для охватывающих размеров отрицательные, для охватываемых — положительные, для ступенчатых — равные нулю. Для определения коэффициентов  $\alpha_2$  и  $k_2$  кривой рассеяния отклонения замыкающего размера

по значениям  $\alpha_1$  и  $k_1$  составляющих размеров можно воспользоваться формулами.

$$\alpha_{\Sigma} = \frac{0,59 \left( \sum_{i=1}^m A_i \alpha_i \delta \Lambda_i - \sum_{i=1}^n A_i \alpha_i \delta \Lambda_i \right)}{\sum_{i=1}^{m+n} A_i / \delta \Lambda_i}; \quad (32)$$

$$k_{\Sigma} = 1 + \frac{0,55}{\sum_{i=1}^{m+n} A_i / \delta \Lambda_i} \left( \sqrt{\sum_{i=1}^{m+n} A_i^2 k_i^2 \delta \Lambda_i^2} - \sqrt{\sum_{i=1}^{m+n} (A_i \delta \Lambda_i)} \right). \quad (33)$$

В приведенных формулах  $A_1$  — коэффициент влияния составляющего звена для линейной размерной цепи, рассматриваемой в данном случае,  $A_1 = 1$ . Числа увеличивающих и уменьшающих звеньев цепи обозначены  $m$  и  $n$ .

Следует заметить, что в тех случаях, когда число независимых составляющих звеньев в цепи не менее восьми с однородными по величине допусками и любыми одновершинными законами рассеяния, то согласно теореме Ляпунова [17], распределение отклонений замыкающего звена будет подчиняться закону рассеяния достаточно близкому к нормальному. В этих случаях принимают  $\alpha_{\Sigma} = 0$  и  $k_{\Sigma} = 1$ .

Вероятностный расчет величины допуска замыкающего звена основывается на квадратическом сложении отклонений составляющих звеньев. Поскольку характеристикой рассеяния случайной величины является  $\sigma$ , то квадратическое сложение выражается зависимостью

$$\sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^{m+n} \sigma_i^2}. \quad (34)$$

Формула (34) при использовании уравнения (30) и (32) преобразуется в зависимость:

$$\delta' h = \delta' \Lambda_{\Sigma} = \frac{1}{k_{\Sigma}} \sqrt{\sum_{i=1}^{m+n} k_i \delta \Lambda_i^2}. \quad (35)$$

Координату центра рассеяния замыкающего звена определяют на основании равенства

$$\Lambda_{\Sigma} = \sum_{i=1}^m \bar{\Lambda}_i - \sum_{j=1}^n \bar{\Lambda}_j. \quad (36)$$



Приведенные выше формулы позволяют произвести расчет замыкающего звена линейной размерной цепи и точность дозирования РТМ. Ниже в качестве иллюстрации приводится схема расчета машины РТМ-41.

1. Предельное отношение  $\delta h$  замыкающего звена размерной цепи определяется выражением:

$$\delta h = \delta \Lambda_{\Sigma} = \sum_{i=1}^{m+n} \delta \Lambda_i,$$

где  $\delta \Lambda_i$  — допуск размера  $i$ -го звена;  $\delta \Lambda_{\Sigma}$  — допуск на номинальный размер замыкающего звена;  $\delta h = 0,02 + \pm 0,03 + 0,08 = 0,13$  мм.

2. Принимается для расчета таблетка диаметром 9 мм и высотой 2,7 мм. Полагая, что степень сжатия при прессовании  $k_c = 2$ , высота дозы в матрице будет  $h_d = 2,7 \cdot 2 = 5,4$  мм.

3. По формуле (29) рассчитывают относительную погрешность дозирования:

$$\epsilon_d = \left( 2 \frac{0,03}{9} + \frac{0,13}{5,4} \right) 100 = 3,07 \%$$

4. Максимальную относительную погрешность объема дозы, вызванную потерей сыпучего материала через зазор между пуансоном и матрицей при прессовании, принимают пропорциональной ходу пуансона согласно следующей зависимости:

$$\epsilon_{пр} = \frac{2 (\delta d_m + \delta d_n) \cdot s_p}{d_m \cdot h_d}, \quad (37)$$

где  $\delta d_m$  и  $\delta d_n$  — предельное отклонение диаметров матрицы и пуансона,  $d_m$  — номинальный диаметр матрицы;  $s_p$  — ход пуансонов при прессовании.

Последний термин следует уточнить. В каждой роторной таблеточной машине предусмотрены либо ролики предварительного прессования, либо копиры подпрессовки. Указанные термины не отражают существа процесса. Во время подпрессовки происходит только структурное уплотнение таблетлируемого материала в матрице. Собственно прессование — получение компактной таблетки — осуществляется под роликами прессования. Усилие подпрессовки не превышает 10—15% от усилия прессования, поэтому гранулят (порошок) в зазоры продавливается в момент непосредственного прессования, когда

ход верхнего и нижнего пуансонов не превышает 0,5—2 мм. При двустороннем прессовании, осуществляемом в РТМ, усилия на верхнем и нижнем пуансонах равны; потери сыпучего материала в зазоры рассчитывают по суммарному ходу пуансонов, т. е.  $s_p = 1,5$  мм. Следовательно, по формуле (37):

$$\varepsilon_{пр} = \frac{2(0,03 + 0,03) \cdot 1,5}{9 \cdot 5,4} \cdot 100 = 0,37\%.$$

5. Суммарную относительную погрешность дозирования и прессования определяют по формуле:

$$\varepsilon_{\Sigma} = \varepsilon_d + \varepsilon_{пр}. \quad (38)$$

В настоящем расчете  $\varepsilon_{\Sigma} = \pm 1,72\%$ .

6. При расчете по методу вероятностного суммирования сначала определяют значения коэффициентов относительного рассеяния  $k_1$  и относительной асимметрии  $\alpha_1$ . Определение ведут по таблицам, приведенным в работе [15]. Для первых двух звеньев, т. е. для толкателя и пуансона принимают  $\alpha_{1,2} = 0,2$ ,  $k_{1,2} = 1,15$ . Указанные значения выбирают из средних условий по масштабу производства, точности оборудования, измерительных средств, оснастки, изношенности оборудования и отлаженности технологического процесса. Для допуска на биение ротора в аналогичных условиях обработки  $\alpha_3 = -0,28$ ;  $k_3 = 1,11$ . Далее определяют коэффициенты относительного рассеяния  $k_{\Sigma}$  и относительной асимметрии,  $\alpha_{\Sigma}$  замыкающего звена по формуле (32) и (33).

$$\alpha_{\Sigma} = 0,14; \quad k_{\Sigma} = 1,04.$$

Допуск замыкающего звена рассчитывается по формуле (35);  $\Delta h = 0,087$  мм.

7. Определяют допуск на диаметры отверстия матрицы и формирующей части пуансона. Для этого из партии около 2 тыс. пуансонов и такого же количества матриц берут выборку по 100 шт.

а) Рассчитывают среднее значение допусков матрицы  $\bar{x}_м$  и пуансона  $\bar{x}_п$ :

$$\bar{x}_м = \frac{\sum_{i=1}^m x_{if_i}}{m} = 0,0061,$$

$$\bar{x}_п = 0,0247,$$

где  $x_i$  — наблюдаемое значение случайной величины;  $f_i$  — частота значений  $x_i$ ;  $m$  — число отдельных значений  $x_i$ .

б) Рассчитывают среднеквадратическое отклонение допусков по формуле:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (x_i - \bar{x})^2 f_i}{n}};$$

$$\sigma_M = 0,0012 \text{ мм};$$

$$\sigma_{\Pi} = 0,00004 \text{ мм}.$$

в) При измерении размеров одним инструментом для большой выборки рассеяние размеров отклонений подчиняется нормальному закону распределения, поэтому истинное значение измеряемой величины с вероятностью 99,73% будет находиться в пределах:

$$E = \bar{x} \pm 3\sigma;$$

$$E_M = 0,0061 \pm 0,0036;$$

$$E_{\Pi} = 0,025 \pm 0,0001.$$

8. По формуле (29) определяют относительную погрешность дозирования:

$$e_d = 2 \frac{0,01}{9} + \frac{0,087}{5,4} = 1,81 \%.$$

9. По формуле (37) рассчитывают максимальное относительное отклонение объема дозы, вызванное потерями таблеттируемого материала через зазоры:

$$e_{\Pi p} = \frac{2(0,01 + 0,025) \cdot 1,5}{9 \cdot 5,4} = 0,22 \%.$$

10. Суммарную относительную погрешность дозирования и прессования определяют по формуле (38).  $e_{\Sigma} = 1,81 + 0,22 = 2,03 \%$ . Закон рассеяния отклонения  $h_d$ , следовательно, и суммарной погрешности, очень близок к нормальному, если судить по коэффициентам относительного рассеяния  $k_{\Sigma} = 1,04$  и относительной асимметрии  $\alpha_{\Sigma} = -0,14$ . Отсюда с большой степенью вероятности можно утверждать, что проектная точность дозирования роторной таблеточной машины модели РТМ-М1 находится в пределах  $e_{\Sigma} = \pm 1,05 \%$ . В ходе эксплуатации указанная точность теряется. Обычно пресс-инструмент подвергают полировке или шлифовке с целью ликвидации износа до того момента, пока суммарная отно-

сительная погрешность дозирования и прессования не достигнет величины  $\varepsilon_{\Sigma} = \pm 1,72\%$ . Дальнейшая эксплуатация подобного инструмента нежелательна. Таким образом, расчет погрешности дозы по методу предельного суммирования характеризует «запас точности», заложенный в пресс-инструменте.

Пользуясь изложенной методикой, можно рассчитать точность дозирования как вновь проектируемой, так и действующей машины. При пересмотре допусков необходимо использовать экспериментальные данные о влиянии гранулометрического состава на погрешность дозирования. Только такой комплексный подход может служить серьезным основанием для изменения допусков, изложенных в табл. 8.

## Глава IV

### ОСНОВНЫЕ ТЕОРИИ ПРЕССОВАНИЯ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

#### МЕХАНИКА УПЛОТНЕНИЯ ПОРОШКОВ

В процессе прессования из порошковых материалов получается готовое изделие определенной формы и размеров, обладающее необходимой прочностью и плотностью.

Наиболее распространенным видом изделий являются таблетки — тела круглого, овального, четырехугольного или другой формы сечения, ограниченные двумя плоскими или выпуклыми поверхностями. Для удобства изложения в дальнейшем наряду с термином «таблетка» будем использовать также термины «прессовка» и «брикет».

Способ прессования лекарственных порошковых материалов относится к способу холодного прессования в закрытых пресс-формах. На процесс прессования порошковых материалов основное влияние оказывают физико-химические и технологические свойства порошков, условия и режимы прессования. Физико-химическими и технологическими свойствами порошков в процессе прессования определяются выбор величины давления прессования, механические характеристики прессовки, точность массы дозы, износ деталей пресс-инструмента. Также многогранно влияние условий и режима прессования. Например, при одностороннем прессовании требуются большие усилия прессования, чем при двустороннем.

Увеличение скорости прессования обычно приводит к росту необходимого давления прессования, уменьшению точности дозы, увеличению расслоения прессовки при выталкивании. Применение смазки канала матрицы или добавления смазывающих веществ в порошок значительно влияет на величину и распределение давления прессования по высоте таблетки и бокового давления на стенки матрицы, повышает равнопрочность и равноплотность прессовки по объему, в несколько раз уменьшает усилие выталкивания и износ пресс-инструмента.

Для всех порошковых материалов повышение давления прессования всегда ведет к увеличению прочности прессовки и плотности за счет уменьшения пор.

Суммарный объем пор в обычном лекарственном порошке колеблется в пределах от 35 до 55%. В порошках с частицами чешуйчатой формы пористость может достигать до 90% [51].

Вообще пористость порошковых материалов с частицами более или менее равноосной формы мало зависит от размеров частиц.

Таблица 9

Влияние размера частиц сыпучих материалов на пористость

Характеристика порошка	Свинцовая дробь	Сталь шарикоподшипниковая	Калифорнийские бобы	Промытый песок
Размер частиц, мм	4,85, 1,80	7,9	6,85	4,45, 0,25
Пористость, %	36,9, 36,9	39,2	37,5	37,7, 38,6

В табл. 9 приведен ряд данных о сферических или равноосных частицах, из которых видно, что пористость меняется в небольших пределах.

Для порошков с частицами неправильной формы пористость намного выше и даже утряска уменьшает ее незначительно. Естественно, что в начале прессования небольшое увеличение давления вызывает существенное увеличение плотности. С повышением давления прессования увеличение плотности происходит менее интенсивно. Весь процесс уплотнения схематически можно разбить на три стадии. В каждой из них протекают механические процессы, отличающиеся друг от друга.

На первой стадии прессования происходит сближение и уплотнение частиц без деформации. Это уплотнение начинает быть заметным уже при малых давлениях прессования (0,7 МПа) [51]. Соответствующий этой стадии участок называют областью подпрессовки.

На второй стадии возникают упругая, пластическая и хрупкая деформация частиц порошка, взаимное их обтекание и образование компактного тела, обладающего достаточной механической прочностью.

На третьей стадии происходит объемное сжатие образовавшегося компактного тела. Однако в действитель-

ности между тремя стадиями нет резких границ. Процессы, протекающие во второй стадии, имеют место в первой и третьей стадиях и можно говорить только о преимущественной роли отдельных процессов в каждой из указанных стадий [25]. Прессовка по своему строению — сложное физическое тело, свойства которого определяются совокупностью параметров, непрерывно изменяющихся в процессе прессования. В процессе прессования происходит изменение под действием давления формы и размеров исходного порошкового тела и изменение основных параметров: плотности, пористости и прочности прессовки. Взаимосвязь этих параметров и приложенного давления прессования и является предметом теоретических и экспериментальных исследований. Математические выражения, описывающие количественные зависимости между давлением прессования и основными параметрами прессовки называются уравнениями прессования. С помощью уравнений прессования для каждого порошка или группы сходных по физико-механическим свойствам порошков можно установить наиболее экономически выгодные параметры режима прессования, обеспечивающие при наименьших энергетических и материальных затратах необходимое и достаточное количество прессовок.

#### УРАВНЕНИЯ ПРЕССОВАНИЯ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

Знание закономерной связи основных параметров прессовки с давлением прессования позволяет не только получать прессовку с заданными свойствами, но и оптимизировать режимы таблетирования. За последние 40—50 лет этой проблеме было посвящено большое число научных работ. Несмотря на то что лекарственные порошки стали таблетировать намного раньше, чем другие порошковые материалы, первые исследования были проведены на металлических и химических порошках. Затем многие выводы этих работ проверялись на лекарственных препаратах и часто регистрировалось достаточно хорошее соответствие полученным ранее уравнениям.

В теории прессования порошковых материалов существует как минимум два направления: контактная теория и теория, в основе которой лежит гипотеза о сплош-

ности прессуемого тела. В основе контактной теории прессования лежит предположение, что деформация порошкового тела происходит главным образом за счет деформации сжатия отдельных частиц в местах контакта и их относительного сдвига при увеличении давления прессования. Одно из исходных дифференциальных уравнений прессования этой теории имеет вид:

$$\frac{dp}{p} = -\frac{m}{\beta} d\beta,$$

где  $p$  — давление прессования;  $\beta$  — относительный объем прессовки;  $m$  — показатель прессования, приблизительно постоянный в широком интервале давлений.

Основоположником контактной теории является М. Ю. Бальшин [2]. Дальнейшее развитие контактной теории продолжалось в работах Г. М. Ждановича [18].

Ко второму направлению относятся работы Н. Ф. Кунина и Б. Д. Юрченко [24].

Исходным дифференциальным уравнением прессования, полученным на основании предположения сплошности сечения прессовки, является

$$\frac{d\gamma}{dp} = k = k_0 e^{\alpha p},$$

где  $\gamma$  — плотность прессовки;  $k_0$  — начальный коэффициент прессования;  $\alpha$  — коэффициент потери сжимаемости.

В табл. 10 приведены основные уравнения прессования, а подробный анализ их дается в работах [4, 5, 51, 18].

Многообразие уравнений прессования объясняется различной степенью их упрощения, использованием разных характеристик свойств материалов и различием интервалов давления прессования.

Однако поскольку логарифмические уравнения можно записать в форме показательной функции, то путем математических преобразований и приведением их к одним и тем же физическим параметрам можно все уравнения свести к нескольким основным видам.

Правда, некоторые уравнения и без всяких преобразований оказываются одинаковыми. Это, например, уравнения Ати, Торре и Шапиро (см. табл. 10).

Очень просто к этим же уравнениям привести уравнение Конопицкого.



Т а б л и ц а 10

Основные уравнения прессования

Уравнения прессования	Обозначения	Автор, год
$\beta = k_1 - k_2 \lg p$	$\beta$ — относительный объем порошка в навеске, равный отношению объема порошка в навеске к объему компактного металла $p$ — давление прессования $k_1, k_2$ — коэффициенты	Уокерр Е. Ф., 1925
$\frac{1 - v}{1 - v_0} = e^{-kx}$ $x = k \ln \left( \frac{1 - v}{1 - v_0} \right)$	$v$ — относительная плотность грунта на глубине залегания $x$ $v_0$ — относительная плотность грунта на поверхности	Ати Е. Ф., 1930
$L = \left( \frac{1}{v} - 1 \right) =$ $= \lg p + \lg p_{\max}$ $m \lg v = - \lg p +$ $+ \lg p_{\max}$ $\beta m p = \text{const}$	$L$ — фактор прессования $v$ — относительная плотность брикета $p_{\max}$ — давление, соответствующее максимальному уплотнению до компактного состояния ( $v = 1$ ) $\beta$ — относительный объем порошка $m$ — константа	Бальшин М. Ю., 1938
$\frac{1 - v}{1 - v_0} = e^{-kp}$	$v$ — относительная плотность прессовки $v_0$ — относительная плотность порошка в состоянии насыпки $k$ — коэффициент	Шапиро И., 1944
$p = A_1 \ln \frac{P_0}{P}$	$A_1$ — константа $P_0$ — относительная пористость порошка в состоянии насыпки $P$ — относительная пористость	Конопицкий, 1948

Продолжение

Уравнения прессования	Обозначения	Автор, год
$\frac{1-v}{1-v_0} = e^{-kp}$ $\rho = k_2 \ln \left( \frac{1-v}{1-v_0} \right)$	$v$ — относительная плотность брикета $v_0$ — относительная плотность в состоянии насыпки $k$ — коэффициент	Торре С., 1948
$v = v_0 + k\rho^{\frac{1}{3}}$	$v$ — относительная плотность $v_0$ — относительная плотность в состоянии насыпки $k$ — константа	Смит Г. В., 1948
$\lg \rho = \lg \rho_{\max} L\beta$	$\rho_{\max}$ — давление, соответствующее образованию таблетки максимальной плотности $\beta$ — относительный объем $L$ — фактор прессования	Липсон Н., 1950
$\gamma = k\rho^m + \gamma_0$	$\gamma$ — плотность $\gamma_0$ — плотность в состоянии насыпки $m$ — коэффициент	Асте С. и Петрашек М., 1951
$\rho = k \ln \frac{v}{v_0}$	$k$ — коэффициент $v$ — относительная плотность $v_0$ — относительная плотность насыпки	Знатакова Г. И., Лихтман В. И., 1954
$\gamma = \gamma_{кр} - \frac{k_0}{\alpha} e^{-d\rho}$	$\gamma_{кр}$ — условная предельная плотность $k_0$ — начальный коэффициент прессования $\alpha$ — коэффициент потери сжимаемости	Кунин Н. Ф., Юрченко Б. Д., 1962
$\rho_x = c\sigma_T v \ln \frac{v}{1-v}$	$v$ — относительная плотность $\sigma_T$ — предел текучести и частиц порошка $c$ — коэффициент	Николаев Н. А., 1962

Продолжение

Уравнения прессования	Обозначения	Автор, год
$\gamma = c\omega^k$	$\omega$ — величина приведенной работы уплотнения $c, k$ — коэффициенты $\gamma$ — плотность прессовки	Дорофеев Ю. Г., Жердицкий Н. Т., 1965
$\rho = \rho_k \frac{\gamma^n - \gamma_0^n}{1 - \gamma_0^n}$	$\rho$ — давление прессования реального процесса $m$ — давление истечения максимально упрочненного материала $\gamma$ — относительная плотность прессовки $\gamma_0$ — относительная плотность насыпки $n$ — константа	Жданович Г. М., 1969
$\lg \sigma = \lg \sigma_0 + \alpha \lg \frac{\rho}{\rho_0}$	$\sigma, \rho$ — текущие значения прочности и давления прессования $\sigma_0$ — начальная прочность (0,2 МПа) $\rho_0$ — начальное давление, соответствующее прочности 0,2 МПа $\alpha$ — константа	Белоусов В. А., 1972

$$\rho = A_1 \ln \frac{\Pi_0}{\Pi}. \quad (39)$$

Действительно, уравнение (39) можно записать как:

$$\ln \cdot \frac{\Pi_0}{\Pi} = A_2 \rho \quad (40)$$

или

$$A_2 \rho = \ln \Pi_0 - \ln \Pi. \quad (41)$$

Преобразования дают:

$$-A_2 \rho = \ln \frac{\Pi}{\Pi_0}, \quad (42)$$

или после потенцирования

$$e^{-A_2 \rho} = \frac{\Pi}{\Pi_0}. \quad (43)$$

Если учесть, что текущая и начальная пористость  $\Pi$  и  $\Pi_0$  соответственно равны

$$\Pi = (1 - v)$$

$$\Pi_0 = (1 - v_0),$$

где  $v$  и  $v_0$  — относительные текущая и начальная плотность; то уравнение (43) приобретает вид:

$$e^{-A_2 p} = \frac{1 - v}{1 - v_0}. \quad (44)$$

Уравнение (44) аналогично уравнению Ати—Шapiro.

Легко показать, что уравнение Кунина—Юрченко приводится тоже к этому уравнению. Для этого в уравнении Кунина—Юрченко

$$\gamma = \gamma_{\text{пр}} - \frac{k_0}{\alpha} e^{-k p}. \quad (45)$$

перейдем от действительных плотностей к относительным, поделив обе части уравнения на плотность пресловки, полученной при предельном давлении ( $p_{\text{пр}} \rightarrow \infty$ )

$$\frac{\gamma}{\gamma_{\text{пр}}} = \frac{\gamma_{\text{пр}}}{\gamma_{\text{пр}}} - \frac{k_0}{\alpha \gamma_{\text{пр}}} e^{-k p}.$$

Вводя относительную плотность и обозначив  $\frac{k_0}{\alpha \gamma_{\text{пр}}}$  через  $k_1$ , получим

$$v = 1 - k_1 e^{-k p}. \quad (46)$$

Действия при этом совершенно правомочны, так как для определенного порошка, постоянного по химическому и гранулометрическому составу,  $\frac{k_0}{\alpha \gamma_{\text{пр}}}$  — величина постоянная.

Но уравнение (46) аналогично уравнению (44), так как может быть записано в форме

$$1 - v = k_1 e^{-k p}. \quad (47)$$

В свою очередь уравнение (44) может быть представлено:

$$1 - v = (1 - v_0) e^{-A_2 p}, \quad (48)$$

или, если учесть, что для каждого определенного порошка  $(1 - v_0)$  — величина постоянная:

$$1 - v = k e^{-A_2 p}.$$

Можно также показать, что уравнение Николаева, полученное при отождествлении процесса уплотнения порошковых материалов с процессом выдавливания через коническое отверстие, анализ которого изложен в работе [18], идентично уравнению Ати—Шапиро.

Уравнение Зпатаковой и Лихтмана [18] описывает кривую, которая, также соответствует уравнениям Ати—Шапиро.

Предложенная Ж. Смитом [18] эмпирическая формула

$$\gamma = \gamma_0 + k \sqrt{\bar{p}},$$

где  $\gamma$  и  $\gamma_0$  текущая и начальная плотность;  $k$  — фактор уплотняемости, постоянная величина получена для определенного порошка и имеет ограниченное применение. В общем виде такое же уравнение было выведено С. Асте и М. Петрашиком [14].

Сложность определения постоянных  $k$  и  $m$  значительно затрудняет его применение.

Г. М. Жданович [18] предполагает, что частицы порошка представляют собой обособленные физические тела, подчиняющиеся всем законам классической механики.

С использованием законов статистической механики был выведен ряд зависимостей, две из которых приведены в таблице.

Рассмотрим уравнение Ждановича:

$$p = p_k \frac{v^n - v_0^n}{1 - v_0^n}, \quad (49)$$

где  $p$  — давление прессования;  $p_k$  — предельное давление прессования, при котором прессовка становится компактным телом;  $v_0$  — относительная плотность насыпки;  $v$  — относительная плотность прессовки;  $n$  — коэффициент.

Если учесть, что величины  $p_k$  и  $v_0$  для определенного порошка постоянны, то уравнение (49) записывается в виде

$$p = k \cdot (v^n - v_0^n),$$

или

$$p + kv_0^n = kv^n.$$

Заменяв относительную плотность  $v$  на относительный объем получим:

$$p + C = \frac{k}{\beta^n},$$

или

$$(p + C) \beta^n = \text{const.} \quad (50)$$

Уравнение (50) подобно второму уравнению Бальшина:

$$p\beta^m = \text{const.} \quad (51)$$

Энергетическое уравнение прессования Дорофеева и Жердицкого было выведено с использованием ряда допущений применительно к прессованию чугуной стружки. Введение таких параметров, как приведенная работа уплотнения, максимальная приведенная работа, затрудняет его практическое применение для лекарственных порошков.

В табл. 10 не приведено уравнение Д. В. Прошунинской, выведенное в кандидатской диссертации, линейно связывающее плотность и прочность таблетки с давлением прессования, так как оно было получено по ограниченному количеству экспериментальных точек и в узком интервале давлений.

В исследованиях Е. Е. Борзунова характер кривых прессования был различным. Для кофеина зависимость прочности таблетки от давления была линейной, для барбитала носила сложный характер, но, в указанной работе эти зависимости математически не описывались.

В одной из последних своих работ И. А. Херси [49] обращает внимание на уравнения прессования Хекеля и Кавакиты. И. А. Херси проверил эти уравнения на лекарственных порошках и пришел к выводу о том, что они более или менее удовлетворительно описывают процесс уплотнения порошковых материалов. Однако И. А. Херси отдает предпочтение формуле Хекеля из-за простоты определения постоянных коэффициентов уравнений.

Рассмотрим уравнения Хекеля и Кавакиты.

Уравнение прессования Хекеля устанавливает связь между давлением прессования и относительной плотностью:

$$\ln\left(\frac{1}{1-v}\right) = kp + A. \quad (52)$$

Уравнение (52) можно записать в другом виде:

$$-\ln(1-v) = kp + A,$$

или

$$\ln(1 - v) = k_1 p - A. \quad (53)$$

Уравнение (53) точно повторяет уравнение Ати—Шапи-ро в логарифмической форме:

$$p = k \ln \left( \frac{1 - v}{1 - v_0} \right). \quad (54)$$

Уравнение (54) можно написать так:

$$p = k \ln(1 - v) - k \ln(1 - v_0). \quad (55)$$

Но так как  $k \ln(1 - v_0) = c = \text{const}$ ,

то  $p + c = k \ln(1 - v)$

или  $k_1 p - c_1 = \ln(1 - v). \quad (56)$

Уравнения (53) и (56) одинаковы. Необходимо отметить одну особенность уравнения Хекеля. Автор считает, что  $A$  — непостоянная величина, которая в зависимости от диапазона давления прессования может иметь различные значения для одного и того же порошка. Однако указав, что  $A$  является функцией давления, автор не дал эту зависимость. Этот недостаток в работе Р. В. Хекеля подчеркивал Херси при обсуждении результатов его работы.

К. Кавакита предложил два вида уравнения прессования:

$$C = \frac{v_0 - v}{v_0} = \frac{abp}{1 - bp}, \quad (57)$$

$$\frac{p}{c} = \frac{1}{ab} + \frac{p}{a}, \quad (58)$$

где  $p$  — давление прессования;  $C$  — степень уменьшения объема прессовки;  $v_0$  — начальный объем насыпки;  $v$  — объем прессовки после приложения давления;  $a$ ,  $b$  — константы, зависящие от характеристик порошка.

Уравнение (58) легко получается из уравнения (57); если обе части этого уравнения привести к общему знаменателю и поделить каждый член на  $a$ ,  $b$ ,  $C$ .

К. Кавакита считает, что  $C$  при бесконечно большом давлении прессования будет равно:

$$C = C_\infty = \frac{V_0 - V_\infty}{V_0} = a. \quad (59)$$

В уравнении (58) при условии  $p = \infty$  пренебрегают членом и получают тот же результат. Методика определе-

ния коэффициентов  $a$  и  $b$  была следующей: коэффициент  $a$  определяли для каждой фракции порошка при высоком давлении ( $p \rightarrow \infty$ ), а коэффициент  $b$  — для условия  $p=0$ .

Применяя давление прессования  $p=0$ , Кавакита считает справедливым уравнение:

$$\frac{p}{C} = \frac{1}{ab}. \quad (60)$$

Но при  $p=0$   $C=0$ , так как  $V=V_0$ , следовательно, уравнение (61) после подстановки значений  $p=0$  и  $C=0$  дает:

$$\frac{0}{0} = \frac{1}{ab}. \quad (61)$$

Однако К. Кавакита полагает, что уравнение (60) можно использовать для определения коэффициента  $b$ .

Можно согласиться с мнением [53] о том, что коэффициенты  $a$  и  $b$  трудно определить и что они не имеют физического смысла. Кроме того, методика определения коэффициента  $b$  из уравнения (60) очень сомнительна.

И. А. Нерси и соавт. были предприняты экспериментальные исследования с целью проверки уравнений (52) и (58). Были взяты четыре порошка: NaCl, KCl, КОН и лактоза. Каждый из этих четырех материалов был разделен на четыре фракции и для каждой фракции была определена начальная плотность (табл. 11).

Таблица 11

Зависимость насыпной плотности от фракционного состава

Размер частиц порошков, мм	Начальная плотность, кг·м <sup>-3</sup>			
	NaCl	KCl	КОН	лактоза
0,85÷0,50	1000	930	1090	—
0,50÷0,36	—	—	1100	—
0,36÷0,25	1140	1060	1060	740
0,25÷0,17	1130	1090	1060	730
0,17÷0,125	—	—	—	740
0,17	1140	1060	—	—
0,125	—	—	—	700

Начальную плотность определяли свободным, без утряски, наполнением мерного сосуда объемом 10 см<sup>3</sup> при температуре 25°C.



Плотность исходных химических веществ принимали:  $\text{NaCl}$  — 2,15,  $\text{KCl}$  — 1,98,  $\text{KOH}$  — 1,98, лактоза — 1,53 · 10<sup>3</sup> кг · м<sup>-3</sup>.

Прессование порошков осуществляли на универсальной испытательной машине «Инстрон» при постоянной скорости прессования 0,15 мм · с<sup>-1</sup>. Для определения параметров  $\nu$  и  $V$  и построения экспериментальных кривых во время прессования непрерывно измеряли перемещение нижнего пуансона и соответствующее ему давление прессования. Коэффициенты  $k$ ,  $A$ ,  $a$ ,  $b$  определяли с помощью экспериментальных кривых и уравнений (52) и (58).

Прессование вели без смазки, но добавляли 1% стеарата магния для уменьшения внутрикристаллического трения и возможности разделения прессовки на отдельные части для измерения и фотографирования их деформации во время уплотнения.

На рис. 31 и 32 приведены экспериментальные кривые прессования для порошков  $\text{KCl}$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{KOH}$  и лактозы. Для сравнения характера зависимости на рис. 31.

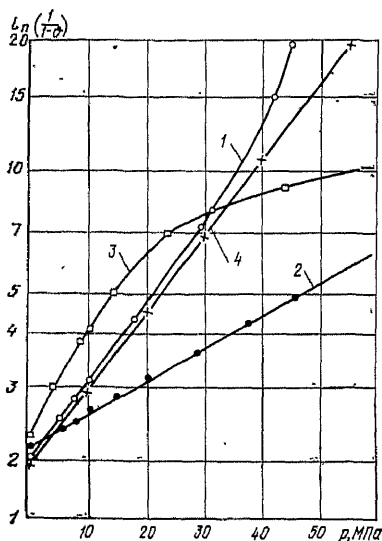


Рис. 31. Кривые прессования порошков, построенные по уравнению Хекеля, и экспериментальные данные для порошков.

1 —  $\text{KCl}$ , размер частиц  $0,85 \pm 0,50$  мм; 2 —  $\text{NaCl}$ , размер частиц  $0,25 \pm 0,17$  мм; 3 —  $\text{KOH}$ , размер частиц  $0,85 \pm 0,50$  мм; 4 — теоретическая кривая для порошка, построенная по уравнению (52).

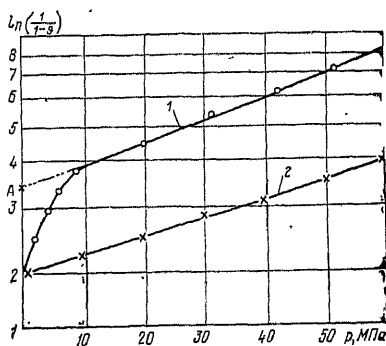


Рис. 32. Кривые прессования порошка лактозы с размером частиц  $0,36 \pm 0,25$  мм, построенные по уравнению Хекеля.

1 — экспериментальная кривая; 2 — теоретическая кривая, построенная по уравнению (52).

построена теоретическая кривая для порошка KCl по уравнению (52), а на рис. 32 — теоретическая кривая для порошка лактозы.

Величину коэффициента  $A$  определяли из граничного условия  $p=0$ . Для этого случая

$$\ln\left(\frac{1}{1-v_0}\right) = A.$$

Значение коэффициента  $A$  определяется с помощью экспериментальной кривой; он характеризует угол наклона ее прямолинейного участка. Угол наклона экспериментальной кривой можно рассчитать по формуле:

$$\operatorname{tg} \alpha = k = \frac{\ln\left(\frac{1}{1-v_2}\right) - \ln\left(\frac{1}{1-v_1}\right)}{p_2 - p_1},$$

где  $v_1$ ,  $v_2$ ,  $p_1$  и  $p_2$  — текущие значения относительной плотности и давления прессования.

Сравнительный анализ экспериментальной и теоретической кривых для KCl (см. рис. 31) показывает, что до давления 40 МПа они отличаются незначительно. При больших давлениях прессования для одной и той же плотности прессовки разница в давлениях прессования резко увеличивается.

Это легко объяснить, так как характер экспериментальной кривой, начиная с давления в 40 МПа изменяется, а следовательно, изменяется величина коэффициентов  $k$  и  $A$ .

Еще более значительная разница между экспериментальной и теоретической кривыми для лактозы (см. рис. 32). Здесь даже при малых давлениях прессования разница значений для одной и той же плотности прессовки достигает почти 1000 %. Это объясняется тем, что до давления прессования 10 МПа экспериментальная кривая имеет совершенно другой характер.

Для этого диапазона давлений прессования должны быть свои значения коэффициентов  $A$  и  $k$ . Определяя коэффициент  $A$  из условия  $p=0$ , мы значительно занижаем его величину и получаем поэтому несоответствие экспериментальной и теоретической кривых.

Было бы правильно определять значение коэффициента  $A$ , продлив прямолинейный участок экспериментальной кривой до пересечения с осью ординат (точка  $A$  на рис. 32).

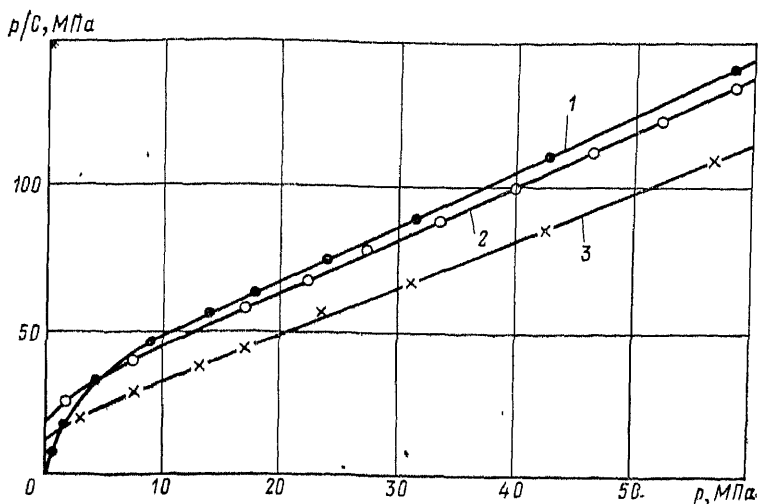


Рис. 33. Кривые прессования порошка КСІ, построенные по уравнению Кавакиты.

1 — размер частиц  $<0,17$  мм; 2 — размер частиц  $0,25 \div 0,17$  мм; 3 — размер частиц  $0,85 \div 0,50$  мм.

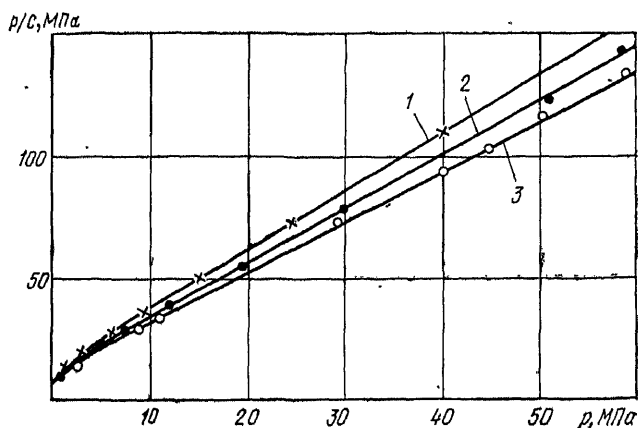


Рис. 34. Кривые прессования порошка лактозы, построенные по уравнению Кавакиты.

1 — размер частиц  $<0,17$  мм; 2 — размер частиц  $0,36 \div 0,25$  мм; 3 — размер частиц  $0,25 \div 0,17$  мм.

На рис. 33 и 34 показаны экспериментальные кривые, полученные И. А. Нерси при использовании уравнения Кавакиты и его методики определения коэффициентов  $a$  и  $b$ .

Прежде чем проанализировать эти кривые, еще раз более подробно рассмотрим эту методику.

Коэффициент  $a$  как было отмечено выше (59), равен

$$a = C_{\infty} = \frac{V_0 - V_{\infty}}{V_0},$$

где  $V$  и  $V_{\infty}$  — соответственно объемы насыпки и компактного тела.

Но выражение (59) есть ничто иное, как относительная начальная пористость порошка. Следовательно, коэффициент  $a$  численно равен относительной начальной пористости порошка в состоянии засыпки.

Зная, что:

$$V_0 = \frac{G}{\rho_0} \text{ и } V_{\infty} = \frac{G}{\rho_{\text{комп}}},$$

уравнение (59) запишем:

$$a = \frac{\frac{G}{\rho_0} - \frac{G}{\rho_{\text{комп}}}}{\frac{G}{\rho_0}}, \quad (62)$$

где  $G$  — масса засыпаемой дозы порошка;  $\rho_0$  и  $\rho_{\text{комп}}$  — соответственно плотность порошка в состоянии засыпки и плотность химического вещества (пористость равна 0).

После упрощения уравнение можно представить в таком виде:

$$a = \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho_{\text{комп}}}\right). \quad (63)$$

В работе [49] не сказано, при каком давлении прессования были получены значения коэффициента  $a$ , но величина  $a$  отличается от величины начальной относительной пористости (см. табл. 12).

Из уравнения (63) видно, что значение коэффициента  $a$  будет наибольшим в том случае, когда  $\rho_{\text{комп}}$  тоже наибольшее, т. е. когда  $\rho_{\text{комп}}$  будет равно плотности химического вещества (пористость равна 0). Даже при очень высоких давлениях прессования практически мы не сумеем получить прессовки с пористостью, равной 0,

и, следовательно, экспериментально полученное значение  $a$  будет всегда несколько меньше величины, подсчитанной по формуле (63).

В связи с этим вызывает сомнение правильность расчета коэффициентов  $a$  и  $b$ . При этом следует учесть, что определение любых коэффициентов при граничных условиях ( $p=0$ ,  $p=\infty$ ) всегда связано с возможными ошибками. Это прежде всего объясняется трудностью измерения объема прессовки.

При высоких давлениях прессования высоты прессовки крайне незначительны и к тому же на перемещение нижнего пуансона будет заметно влиять упругая деформация приспособления, в котором прессуется порошок, пуансонов, рабочих узлов машины и самой прессовки.

Учесть или отделить влияние этих деформаций очень сложно, и, стало быть, практически невозможно получить точные данные изменения объема прессовки.

Значение коэффициента  $b$  определяли из уравнения (60). Как уже отмечалось, это уравнение не имеет смысла для условия, при котором оно получено ( $p=0$ ). Следовательно, было бы корректнее считать, что давление прессования не равно нулю, а приближается к нему. Действительно, заметное изменение объема прессовки, а значит, и коэффициента  $C$  будет начинаться уже при очень малых давлениях прессования.

Уже указывалось, что заметное изменение объема металлических порошков начинается с давления прессования, равного 0,07 МПа.

Химические и лекарственные порошки начинают уплотняться при еще меньших давлениях прессования. В этом диапазоне легко с достаточной точностью замечать изменение объема прессовки, но зато трудно точно определить давление прессования, соответствующее началу уплотнения порошка. Эта задача значительно усложняется, если экспериментальные исследования проводить на роторных таблеточных машинах или на гидравлических прессах, но со скоростями прессования выше  $0,002 \text{ м} \cdot \text{с}^{-1}$ .

В связи с этим нужно всегда помнить, что в области малых давлений (0,1 МПа) определить какие-либо константы с высокой точностью сложно и в экспериментах могут быть при этом легко допущены ошибки.

На рис. 33 и 34 приведены кривые прессования, полученные при использовании уравнения (58). Для этих

порошков нет смысла строить теоретические кривые, используя уравнение Кавакита по двум причинам. Во-первых, определение констант  $a$  и  $b$  по предложенной автором методике не может дать точные значения этих величин, и, во-вторых, уравнения (57 и 58) вообще требуют дополнительной доработки, так как они не учитывают физико-химических свойств порошков. Возьмем, например, два порошка, различающихся по размеру и форме частиц, по физико-химическим и технологическим свойствам, но имеющих одинаковую относительную начальную пористость. Это на практике встречается весьма часто, так как большинство химико-фармацевтических порошков имеет коэффициент уплотнения от 2 до 3.

Но если относительные начальные пористости равны, то для этих порошков коэффициенты  $a$  тоже равны. Если же коэффициенты  $a$  равны, то и коэффициенты  $b$  для этих порошков также равны или очень близки (61), так как при малых давлениях (0,1 МПа) во время начала уплотнения поведение порошков одинаково и одинаково отношение  $\frac{p}{c}$  [4]. Определять величину коэффициента

$b$  при более высоких давлениях нельзя, так как при этом нарушается условие вывода уравнения (61). Следовательно, два порошка, разных по физико-химическим и технологическим свойствам, имеют одинаковые константы в одинаковых уравнениях и, значит, должны себя вести при уплотнении идентично, что не соответствует действительности [2, 5, 51]. Вот почему правилен вывод в работе [49] о том, что уравнения Кавакиты хуже, чем уравнение Хекеля, отражают характер поведения порошковых материалов при уплотнении.

Этот вывод подтверждается рис. 35, на котором приведены две кривые прессования для порошков NaCl с частицами размером 0,25÷0,17 мм и КОН с частицами размером 0,86÷0,50 мм, имеющих почти одинаковую начальную пористость (табл. 12). Также сравнительно небольшая разница в кривых прессования (см. рис. 33 и 34) KCl с частицами размером 0,85÷0,50 мм и лактозы с частицами размером 0,36÷0,25 мм, имеющих близкую по величине начальную пористость, хотя кривые прессования для этих порошков, построенные по зависимости Хекеля, значительно отличаются.

Таким образом, теоретическим анализом показано, что уравнение Хекеля однотипно уравнению Ати—

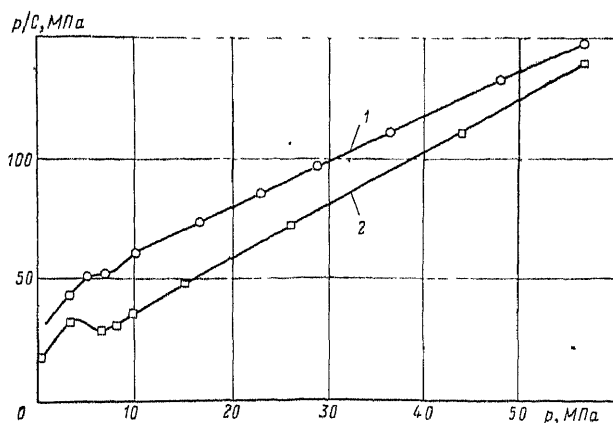


Рис 35 Кривые прессования, построенные по уравнению Кавакиты.

1 — КОН, размер частиц  $0,85 \div 0,50$  мм; 2 — NaCl, размер частиц  $0,25 \div 0,17$  мм.

Шапо—Конопицкого; определение коэффициентов уравнений прессования при граничных условиях ( $p=0$ ,  $p=\infty$ ) может привести к значительным ошибкам. Уравнение Кавакиты не рекомендуется для использования в

Таблица 12

Величина констант  $a$  и  $b$  и начальной пористости

Порошок	Размер частиц, мм	$a$	Начальная пористость	$b$ , МПа <sup>-1</sup>
NaCl	0,85 ÷ 0,50	0,592	0,638	0,0531
	0,36 ÷ 0,25	0,510	0,474	0,0423
	0,25 ÷ 0,17	0,603	0,478	0,0346
	0,17	0,470	0,474	0,0445
KCl	0,85 ÷ 0,50	0,589	0,531	0,0680
	0,36 ÷ 0,25	0,556	0,463	0,0659
	0,25 ÷ 0,17	0,552	0,451	0,0596
	0,17	0,535	0,463	0,0650
КОН	0,85 ÷ 0,50	0,557	0,472	0,178
	0,50 ÷ 0,36	0,561	0,445	0,128
	0,36 ÷ 0,25	0,610	0,464	0,094
	0,25 ÷ 0,17	0,598	0,464	0,145
Лактоза	0,36 ÷ 0,25	0,474	0,515	0,215
	0,25 ÷ 0,17	0,456	0,522	0,192
	0,17 ÷ 0,125	0,456	0,515	0,191
	0,125	0,440	0,541	0,192

практике прессования лекарственных порошковых материалов, так как методика определения параметров уравнения недостаточно обоснована.

В результате математического и физического анализа уравнений прессования можно все рассмотренные выражения представить так:

$$\beta = C - k \lg p, \quad (64)$$

$$v = 1 - ne^{\alpha p}, \quad (65)$$

$$p\beta^m = \text{const}, \quad (66)$$

где  $\beta$  — относительный объем, равный отношению объема порошка в навеске к объему компактного материала;  $p$  — давление прессования;  $v$  — относительная плотность, равная отношению плотности порошка в навеске к плотности компактного материала;  $n, C, k, \alpha, m$  — константы.

Нужно отметить, что уравнения (64) и (65) неоднократно проверялись экспериментально на химических и лекарственных порошках и было установлено удовлетворительное совпадение экспериментальных данных с теоретической кривой (65) для полистирена. В исследованиях С. Л. Хаффина [51] уравнения (65) и (66) проверялись на различных порошках и был сделан вывод, что формула (66) лучше согласовывается с опытными данными, чем формула (65). Однако замеченные отклонения относились к высоким давлениям и были связаны с погрешностями измерений весьма малой пористости прессовки. При прессовании сульфатиазола была установлена линейная зависимость [6], аналогичная выражению (64), между плотностью таблетки и логарифмом давления прессования. Такие же результаты для порошка серы, хлорида натрия и тринитротолуола были получены А. Стюартом [51]. В теории прессования металлических и металлокерамических порошков одним из важнейших вопросов является связь давления прессования с плотностью или пористостью. Это обусловлено тем, что процесс прессования металлических порошков не является последней технологической операцией, так как после прессования прессовки спекаются. Во время спекания изменяются линейные размеры прессовки и ее физико-механические свойства. Для лекарственных порошков процесс прессования чаще всего конечная технологическая операция, а основной характеристикой качества таблеток является их механическая прочность,



## Глава V

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССА УПЛОТНЕНИЯ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПОРОШКОВ

Для экспериментальных исследований были отобраны порошковые материалы с разными физико-химическими и технологическими свойствами. Часть порошков была предварительно гранулирована по принятой на химико-фармацевтических заводах технологии (влажная грануляция). Наряду с этим прессовались негранулированные химические порошки.

Исследуемый интервал давлений прессования был разбит на две области: область низких давлений — до 25 МПа и область средних давлений — от 25 до 250 МПа. Это связано с тем, что закономерности процесса уплотнения порошковых материалов в области низких давлений изучены недостаточно, хотя ряд порошковых материалов уже при этих давлениях может давать достаточно прочную прессовку. Давление выше 250 МПа для лекарственных порошков применяется крайне редко.

В обоих исследованиях порошки прессовали со скоростью около  $0,004 \text{ м} \cdot \text{с}^{-1}$  при комнатной температуре. Значения усилия прессования фиксировались по показаниям манометра с погрешностью  $\pm 9,807 \text{ Н}$ . Нагружение при изучении зависимости плотности прессовки от давления прессования носило непрерывный характер, а при исследовании зависимости прочности прессовки от давления прессования — дискретный.

Прессовка имела цилиндрическую форму диаметром 20 мм и высотой около 0,5 диаметра. Масса таблеток в зависимости от насыпной плотности колебалась между 3—5 г.

Массу прессовок определяли взвешиванием на аналитических весах с точностью до  $\pm 10^{-2} \text{ г}$ .

Форма прессовки была выбрана цилиндрической, так как эта форма является преобладающей, а высота не более 0,5 диаметра, поскольку при такой высоте погрешность экспериментальных результатов вследствие неучета сил внешнего трения не превышает 5%.

## УРАВНЕНИЯ ПРЕССОВАНИЯ В ОБЛАСТИ НИЗКИХ ДАВЛЕНИЙ

Сравнительно невысокое давление прессования и значительные изменения объема прессовки в этом интервале давлений заставили проводить исследования в специальном приспособлении, описанном в работе [8].

Для улучшения контроля за процессом уплотнения порошки уплотнялись на разрывной машине УМ-5 в модели матрицы, изготовленной из прозрачного оргстекла.

В исследованиях была установлена зависимость высоты прессовки  $h$  от давления прессования  $p$ . Выбор этих параметров закономерен, так как при низких давлениях прессования нельзя с достаточной точностью определять плотность и прочность прессовки.

Эксперименты показали, что кривая прессования  $h-p$  для исследуемых порошков имеет одинаковый характер.

В интервале давлений от 0 до 3—4 МПа эта зависимость линейна, а при более высоком давлении приближается к логарифмической (рис. 36, 37). Чтобы в этом убедиться методом графического дифференцирования экспериментальной кривой 5 на рис. 36, была построена зависимость:

$$\frac{\Delta p}{\Delta \delta} h_{\text{ср}} = f(p),$$

где  $\Delta p$  — приращение давления прессования;  $\Delta \delta$  — приращение перемещения верхнего пуансона;  $h_{\text{ср}}$  — средняя высота прессовки в каждом интервале давлений, определяемая по кривой (см. рис. 36).

Эта зависимость оказалась линейной (рис. 38).

$$\frac{\Delta p}{\Delta \delta} \cdot h_{\text{ср}} = E_{\text{пр}} = \alpha_{\text{пр}} p, \quad (67)$$

где  $E_{\text{пр}}$  — модуль упругости прессовки при стесненном сжатии;  $\alpha_{\text{пр}}$  — постоянная, зависящая от свойств порошка.

В табл. 13 приведены значения  $\alpha_{\text{пр}}$  для нескольких порошков в области низких давлений прессования.

Уравнение (67) можно записать в дифференциальной форме, а затем произвести интегрирование:

$$\int \frac{dp}{p} = \int \alpha_{\text{пр}} \frac{d\delta}{h}. \quad (68)$$

Таблица 13

Средние значения измерения высоты прессовки и коэффициента  $\alpha_{\text{пр}}$  в области низких давлений

Порошок	Изменение высоты прессовки (мм) при интервалах		Значение $\alpha_{\text{пр}}$ при давлении МПа	
	4—14	14—25	4—14	14—25
Ревень	1,40	1,00	8,13	6,59
Аминопласт марки Б	1,80	1,15	8,26	6,71
Фенопласт марки К-18-2	1,60	1,10	8,33	8,13

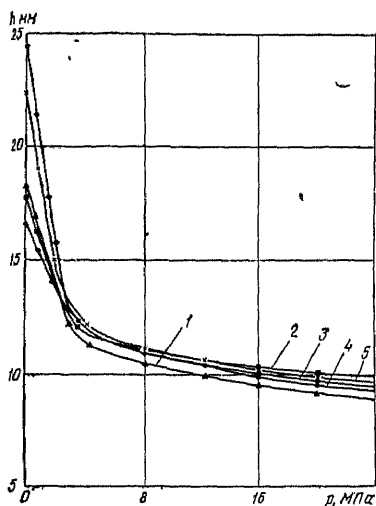


Рис. 36. Зависимость высоты прессовки от давления прессования.

1 — фенопласт марки К-18-22;  
2 — терпингидрат; 3 — ревень;  
4 — пурген, 5 — аминопласт марки Б.

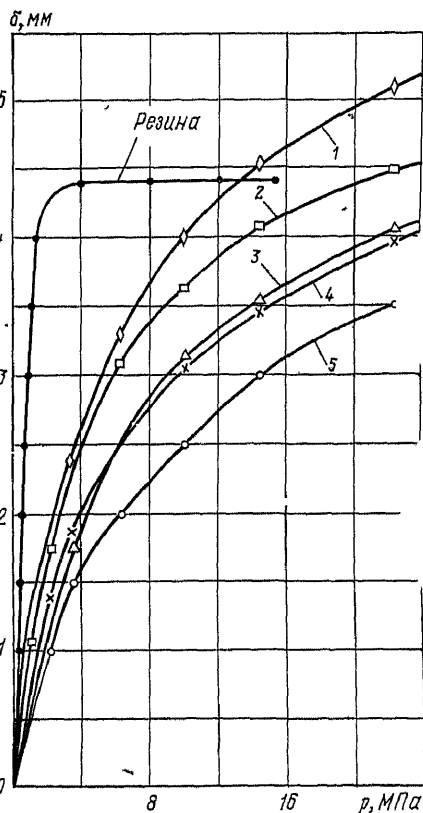


Рис. 37. Зависимость пережатия верхнего пуансона от давления прессования

1 — фенопласт марки К-18-22;  
2 — терпингидрат; 3 — ревень;  
4 — пурген, 5 — аминопласт марки Б.

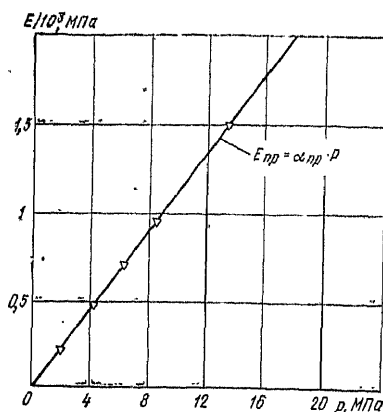


Рис. 38. Зависимость модуля упругости прессовки из аминокласта от давления прессования.

Учитывая, что  $d\sigma = -dh$ , уравнение (68) примет вид:

$$\int \frac{dp}{p} = -\alpha_{np} \int \frac{dh}{h},$$

или

$$\ln p = -\alpha_{np} \ln h + C. \quad (69)$$

В связи с тем что рассматривается зависимость  $h=f(p)$  до давления прессования 25 МПа, постоянную интегрирования определяют из конечных условий в пределах низких давлений; при

$$p = p_{\text{кон}}, \quad h = h_{\text{мин}},$$

тогда

$$C = \ln p_{\text{кон}} + \alpha \ln h_{\text{мин}},$$

где  $p_{\text{кон}}$  — конечное давление прессования в области низких давлений, равное 25 МПа;  $h_{\text{мин}}$  — высота прессовки при конечном давлении прессования, определяемая из графика  $h-p$ ;  $p$  и  $h$  — текущие величины давления прессования и высоты прессовки в пределах от 4 до 25 МПа.

После подстановки значений  $C$  в уравнение (69) и упрощения получим:

$$-\ln p_{\text{кон}} + \ln p = -\alpha_{np} \ln \frac{h}{h_{\text{мин}}}.$$

Если учесть, что  $h$  прямо пропорциональна объему прессовки и обратно пропорциональна плотности, то

$$-\ln p_{\text{кон}} + \ln p = -\alpha_{np} \ln \beta, \quad (70)$$

$$-\ln p_{\text{кон}} + \ln p = \alpha_{np} \ln \gamma, \quad (71)$$

где  $\beta$  и  $\gamma$  — относительные объемы и плотность прессовки, равные отношению объема и плотности прессовки соответственно к объему и плотности прессовки при конечном давлении.

После потенцирования уравнения (70) и (71) принимают вид:

$$p\beta^{\alpha_{\text{пр}}} = \text{const.} \quad (72)$$

$$\frac{p}{v^{\alpha_{\text{пр}}}} = \text{const.} \quad (73)$$

Из исходного уравнения (69) можно получить и другие формы уравнения прессования:

$$p^{\alpha_{\text{пр}}} \beta = \text{const.}$$

$$\frac{p^{\alpha_{\text{пр}}}}{v} = \text{const.},$$

где  $\alpha_{\text{пр}} = \frac{1}{\alpha_{\text{пр}}}$  — постоянная прессования.

Таким образом, для области низких давлений зависимость относительных объема и плотности прессовки от давления прессования описываются вторым уравнением Бальшина. Этот вывод опровергает мнение о том, что уравнение Бальшина  $p\beta^m = \text{const}$  справедливо лишь для области высоких значений давлений и плотности [49]. Видимо, это ошибочное мнение явилось результатом только математического анализа уравнения, которое не имеет физического смысла при  $p=0$ . Действительно, в области малых давлений (до 4 МПа) нами была установлена не логарифмическая, а прямолинейная зависимость между объемом, плотностью и давлением прессования. Для этого интервала давлений уравнение прессования может быть записано в виде

$$\beta = \beta_0 - k_1 p,$$

$$v = v_0 + k_2 p,$$

где  $\beta$  и  $v$  — текущие значения относительного объема и плотности;  $\beta_0$  и  $v_0$  — значение их в состоянии засыпки;  $k_1$  и  $k_2$  — коэффициенты.

#### УРАВНЕНИЯ ПРЕССОВАНИЯ В ОБЛАСТИ РАБОЧИХ ДАВЛЕНИЙ

В этих исследованиях были установлены зависимости плотности прессовки  $v$  и прочность их  $\sigma$  от давления прессования в интервале 25—250 МПа. Изменение плотности прессовки устанавливали по замерам перемещения верхнего пуансона, которое измеряли индикаторной головкой типа ИД с точностью до 2 мкм. Плотность прессовок рассчитывали по формуле:

$$\gamma = \frac{G}{V},$$

где  $G$  — масса прессовки;  $V$  — объем прессовки, равный  $\frac{\pi d^2}{4} h$ , где  $h$  — высота прессовки.

Высоту прессовки находили путем расчета  $h = h_0 - \delta$ , где  $h_0$  — высота прессовки при давлении прессования в 25 МПа;  $\delta$  — перемещение верхнего пуансона при изменении давления от 25 МПа до измеряемого.

Матрица и пуансоны были изготовлены из стали марки ХВГ. Отношение наружного диаметра к внутреннему было равно 3. Точность внутреннего отверстия в матрице и пуансонов было по 7-му качеству (СТ СЭВ 145-75), шероховатость рабочих поверхностей  $R_a$  0,16÷0,08.

Замеры перемещения верхнего пуансона производили непосредственно на разрывной машине при непрерывном повышении давления прессования и поэтому в исследованиях была исключена погрешность в определении плотности из-за упругого расширения таблетки после ее выпрессовки, величина которого благодаря сравнительно большому значению влияет на характер экспериментальных кривых.

Таблица 14

Значения упругого последействия таблеток для некоторых порошков

Материал	Расширение по высоте		Расширение по диаметру	
	мм	%	мм	%
Бикармьнт	0,776	10,8	0,094	0,47
Пиперазин	0,984	11,2	0,146	0,72
Уросал	0,59	7,15	0,07	0,35
Изониазид	1,00	11,3	0,088	0,44
Фенопласт марки К-18-36	1,06	14,3	0,094	0,47
Фенопласт марки К-18-2	1,37	16,5	0,114	0,57
Аминопласт марки Б	1,34	17	0,114	0,57

В табл. 14 приведены величины упругого расширения цилиндрической таблетки диаметром 20 мм и высотой около 9 мм после прессования под давлением 250 МПа.

На рис. 39 и 40 приведены зависимости  $\gamma$ — $p$ , построенные по данным экспериментальных исследований

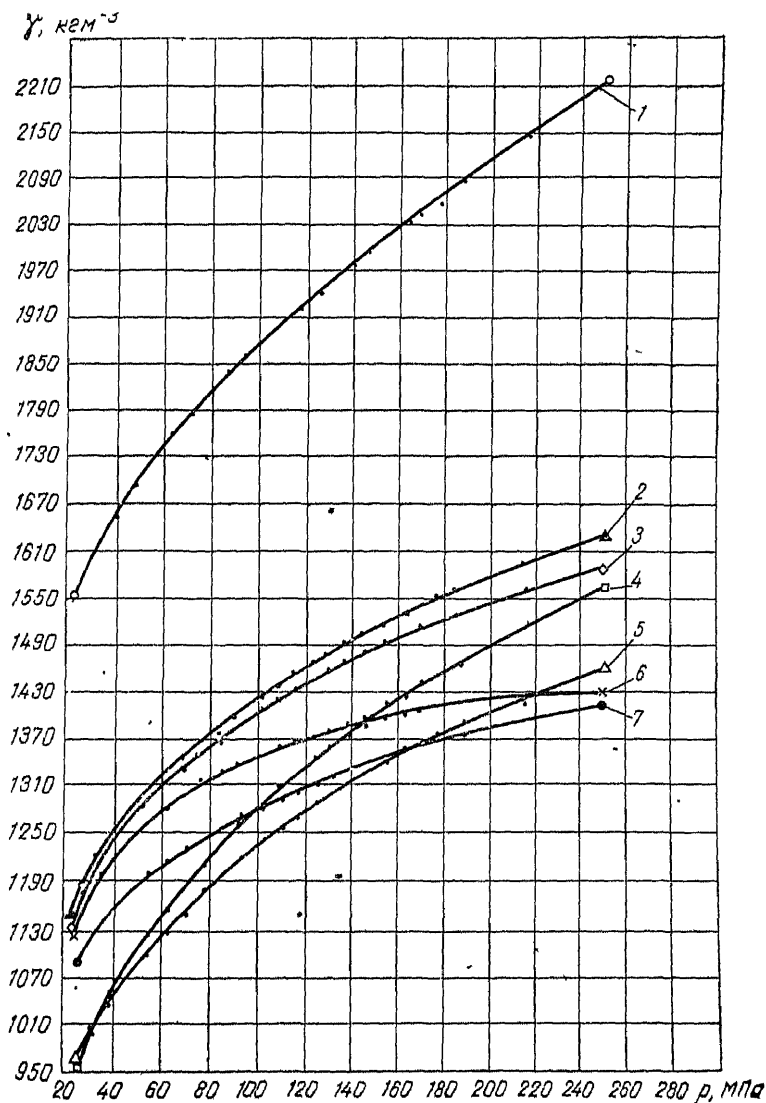


Рис. 39. Зависимость плотности прессовки от давления прессования.

1 — урсал; 2 — фенопласт марки К-18-22; 3 — изониазид; 4 — аминопласт марки Б; 5 — фенопласт черный; 6 — бикарминт; 7 — пиперазин.

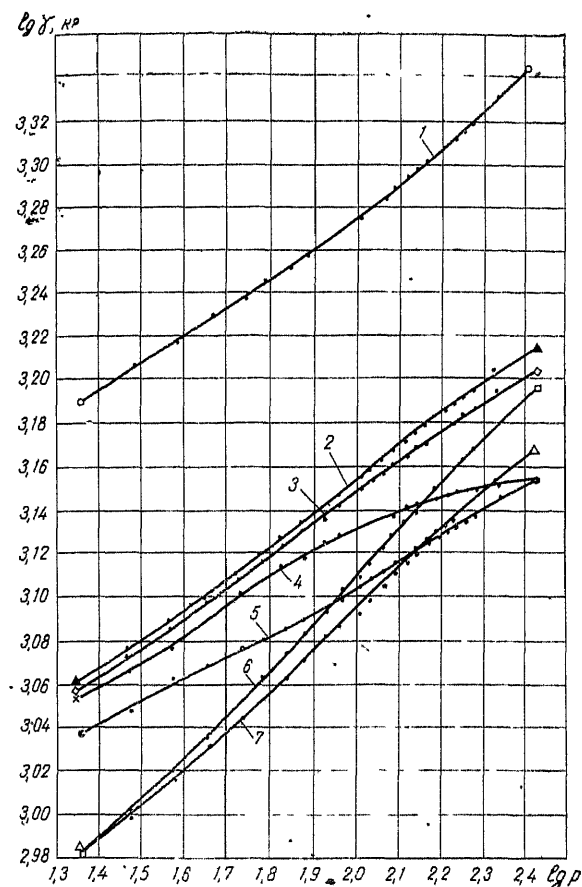


Рис. 40. Зависимость плотности прессовки от давления в логарифмических координатах.

1 — бикарминт; 2 — фенопласт марки К-18-22; 3 — изопиазид; 4 — уросал; 5 — пиперазин; 6 — аминопласт черный, марки Б; 7 — фенопласт черный.

в обычных и логарифмических координатах. Характер кривых прессования в логарифмических координатах близок к прямой и, следовательно, они могут быть математически записаны в виде:

$$\lg \gamma = \alpha_{\text{пр}} \lg \frac{p}{p_0} + \lg \gamma_0,$$

или

$$vp^{-\alpha_{\text{пр}}} = \text{const},$$



где  $\gamma$  и  $\rho$  — текущие значения плотности прессовки и давления прессования;  $\gamma_0$  — плотность прессовки, соответствующая давлению  $p_0 = 25$  МПа;  $\gamma$  — относительная плотность,  $\alpha_{пр}$  — постоянная прессования для каждого порошка, равная

$$\alpha_{пр} = \frac{\lg \frac{\gamma}{\gamma_0}}{\lg \frac{p}{p_0}}.$$

Начальную плотность прессовки  $\gamma_0$  берут при давлении 25 МПа в связи с тем, что изменение высоты прессовки до этого давления происходит весьма интенсивно и значения коэффициента  $\alpha_{пр}$  различаются для одного и того же порошка в области низких и средних давлений.

Обработка экспериментальных данных зависимости  $\gamma$ — $p$  проводилась сглаживанием по методу парных точек. Этот метод дает вполне удовлетворительные результаты, если статистическая масса определяемых величин мало отличается. В наших экспериментах статистическая масса значений тангенса угла наклона была практически одинаковой.

Метод парных точек заключается в определении наилучшего значения тангенса угла наклона прямой, проходящей через центр тяжести всех экспериментальных точек.

Среднеквадратические ошибки в величинах  $\alpha_{пр}$  и  $\lg \gamma_0$  оказались в пределах 3%. При этом нужно учесть, что средняя систематическая ошибка при определении величины давления прессования составляла около 1,2%, а при определении величины  $\gamma$  с учетом погрешности при округлении чисел — не более 0,3%. Таким образом, суммарная погрешность экспериментов только от систематических ошибок была не менее 1,3%. Следовательно, среднеквадратические отклонения вполне соизмеримы с величиной систематических ошибок в экспериментальных исследованиях.

Анализ кривых прессования во всем интервале исследуемых давлений показал, что наиболее удовлетворительная совпадаемость экспериментальных и расчетных результатов наблюдалась до давления прессования, равного 160 МПа. Именно в этих пределах образуется качественная таблетка. При более высоких давлениях отклонения экспериментальных значений плотности от

расчетных увеличиваются и могут для некоторых порошков достигать больших значений (для уросала отклонения превышали 5%).

Следовательно, уравнение прессования (66) не может с достаточной точностью описать процесс прессования не только при малых давлениях (до 4 МПа), но и при давлениях свыше 160 МПа.

С помощью основных положений теоретических исследований Н. Ф. Кунина и Б. Д. Юрченко [33] и экспериментальных данных был определен коэффициент прессования  $k = \frac{\Delta\gamma}{\Delta p}$  и построены зависимости  $k$  и  $\lg k$  от давления прессования. Анализ их показал, что они по характеру полностью соответствовали таким же зависимостям в работе [24] при прессовании металлических и неметаллических порошков. В интервале давлений примерно от 150—160 до 250 МПа между  $\lg k$  и давлением прессования оказалась линейная зависимость, которая, видимо, должна сохраниться при более высоких давлениях. Следовательно, зависимость между плотностью прессовки  $\gamma$  и давлением прессования  $p$  для исследуемых порошков в интервале давлений свыше 150—160 МПа может быть описана уравнением, предложенным Н. Ф. Куниным и Б. Д. Юрченко.

Как отмечалось в главе IV большой практический интерес представляет установление зависимости механической прочности от давления прессования. Механическая прочность прессовки определялась на приборе, описанном в работе [5].

Прочность плоской, цилиндрической таблетки оценивалась напряжением

$$\sigma = \frac{P_{\text{разр}}}{hd} \text{ МПа,} \quad (74)$$

где  $P_{\text{разр}}$  — усилие, при котором разрушается таблетка, МН;  $h$  и  $d$  — высота и диаметр таблетки, м.

Вычисленное по формуле (74) нормальное напряжение в таблетке — величина условная и служит лишь для сравнительной оценки ее прочности, так как, во-первых, таблетка не является упругим телом с однородной и сплошной средой, и, во-вторых, действительные напряжения в таблетке в момент разрушения будут выше найденных по формуле (74).

О последнем свидетельствует решение подобной задачи для диска, сжимаемого сосредоточенной силой. На-

пряженное состояние в таком диске характеризуется величинами двух напряжений  $\sigma_x$  и  $\sigma_y$ , значения которых равны

$$\sigma_x = \frac{2P}{\pi h d} \left[ \frac{d^2 - 4x^2}{d^2 + 4x^2} \right]^2, \quad (75)$$

$$\sigma_y = -\frac{2P}{\pi h d} \left[ \frac{4d^4}{d^2 - 4x^2} - 1 \right]. \quad (76)$$

Максимальные значения  $\sigma_x$  и  $\sigma_y$  будут в сечении, проходящем через ось  $y-y$ , т. е. при  $x=0$ .

$$\sigma_1 = \frac{2P}{\pi h d},$$

$$\sigma_3 = \frac{6P}{\pi h d}.$$

Эквивалентное напряжение в этом сечении таблетки будет равно

$$\sigma_{\text{эв}} = \sigma_1 - \sigma_3 = \frac{8P}{\pi h d}. \quad (77)$$

Нетрудно заметить, что напряжения, подсчитанные по формулам (74) и (77), по величине значительно отличаются.

Для проверки погрешности показаний прибора и воспроизводимости измерений механической прочности были произведены многочисленные испытания прочности таблеток из разных партий, спрессованных при различных давлениях прессования. Результаты замеров показали, что среднее значение прочности таблеток из партии в 10 штук для одних и тех же порошков во всех случаях хорошо совпадали.

Максимальные расхождения средней величины механической прочности таблеток не превышали 5—7%. Кроме этого, были отпрессованы таблетки при постоянном давлении из одних и тех же порошков, но с разной высотой. В табл. 15 приведены значения прочности таблеток для двух порошков.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что прочность таблеток для одного и того же порошка почти не зависит от высоты таблетки. Некоторое снижение механической прочности с увеличением высоты таблетки объясняется увеличением неравномерности плотности из-за внешнего трения. Эти результаты позволили считать механическую прочность таблеток с отношением высоты

Таблица 15

Механическая прочность таблеток, спрессованных  
при давлении прессования 160 МПа

Порошок	Диаметр таблетки, мм	Высота таблетки, мм	Механическая прочность, МПа
Ревень	12,01	4,01	1,63
	12,01	4,95	1,61
	12,01	5,98	1,53
	12,07	3,95	2,41
Аминопласт марки Б	12,07	5,00	2,23
	12,07	5,95	2,07

к диаметру в пределах 0,4—0,5 стабильной характеристикой качества таблетки. На рис. 41 приведены зависимости прочности таблеток от давления прессования, характер которых меняется с изменением величины последнего. В области низких давлений (до 30—40 МПа) прочность прессовок с увеличением давления прессования изменяется мало. Основной рост механической прочности таблеток происходит в интервале от 40 до 160 МПа; при последующем увеличении давления прессования интенсивность прироста механической прочности понижается.

Таким образом, в области низких давлений зависимости  $\gamma-p$  и  $\sigma-p$  имеют различный характер, однако в интервале средних давлений их можно считать одинаковыми. Для проверки этого предположения зависимости  $\sigma-p$  были построены в логарифмических координатах (рис. 42).

Анализ этих кривых показывает, что в интервале давлений прессования от 40 до 140—150 МПа зависимость  $\lg \sigma - \lg p$  близка к прямой и может быть описана уравнением:

$$\lg \sigma = \lg \sigma_0 + \alpha (\lg p - \lg p_0)$$

$$\sigma = p^\alpha = \text{const}, \quad (78)$$

где  $\sigma$  и  $p$  — текущие значения прочности и давления прессования;  $\sigma_0$  — минимальная прочность, начиная с которой кривая имеет логарифмический вид ( $\sim 0,2$  МПа);  $p_0$  — давление прессования, соответствующее 25 МПа.

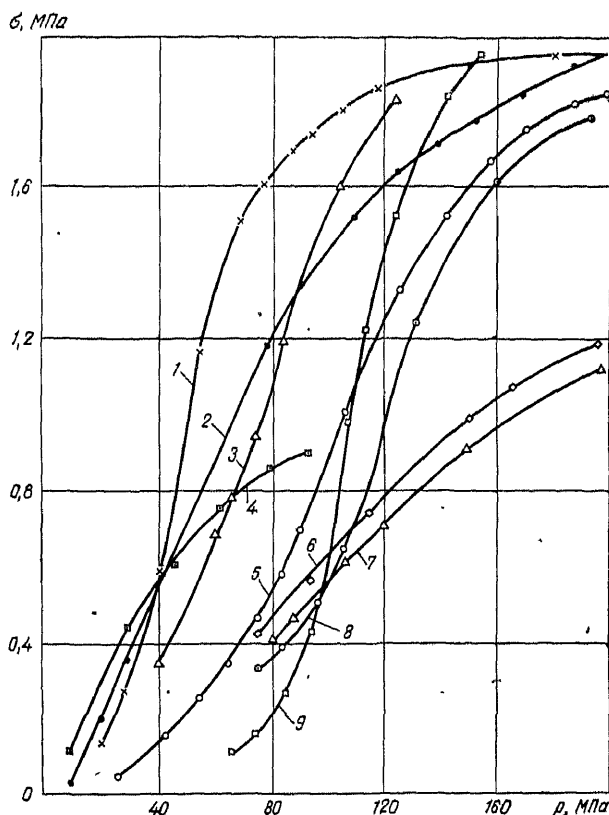


Рис. 41. Зависимость механической прочности таблеток от давления прессования в обычных координатах.

1 — урсал; 2 — ацетилсалициловая кислота; 3 — фенопласт марки К-18-36; 4 — сульфадимезин; 5 — бпкарминт; 6 — глюкоза; 7 — фенопласт марки К-18-36; 8 — ревенц; 9 — аминопласт марки Б.

Рассматриваемые зависимости имеют сложный характер. Например, зависимость  $\sigma$ — $\rho$  на участках до 40 МПа и свыше 150—160 МПа носит, по-видимому, степенной характер, а на участке от 40 до 150—160 МПа — логарифмический. Объяснить это можно различием физико-механических явлений, происходящих во время уплотнения порошка и образования компактного тела [7].

С целью исследования характера поведения гранул и частиц порошков при прессовании были проведены

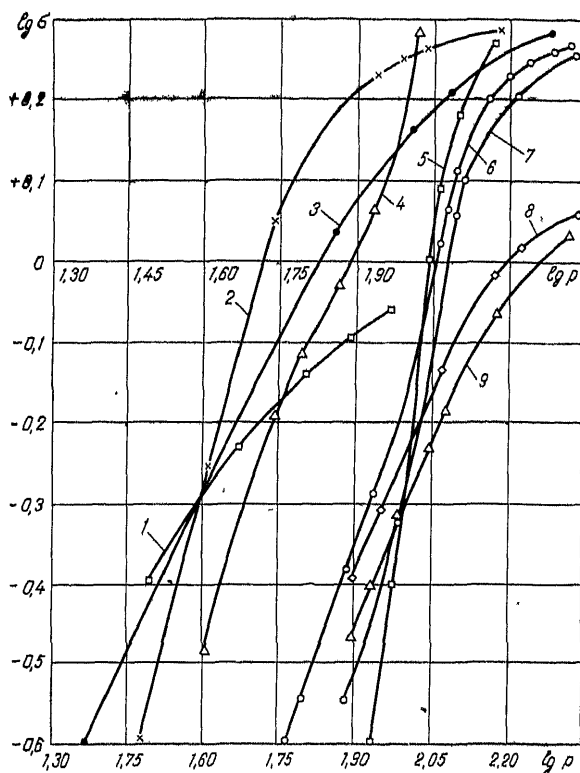


Рис. 42. Зависимость механической прочности таблеток от давления прессования в логарифмических координатах.

1 — сульфадимезин; 2 — уросал; 3 — ацетилсалициловая кислота; 4 — фенопласт марки К-18-22; 5 — аминопласт марки Б; 6 — бикарминт; 7 — ревен; 8 — глюкоза; 9 — фенопласт марки К-18-36.

экспериментальные исследования. Из рассеянных гранулированных порошков сульфадимезина, пиперазина, уросала и фенопласта марки К-18-36 были отобраны гранулы с частицами размером около 1,5 мм. Гранулы по форме у всех порошков были почти одинаковыми и представляли собой округлые, неправильной формы тела. Гранулы фенопласта марки К-18-36 были тоже примерно такой же формы. Порошки подбирали таким образом, чтобы прочность их гранул значительно различалась. Ниже приведены величины разрушающих усилий для гранул нескольких порошков.

Порошок	Разрушающее усилие, Н
Сульфадимезин . . . . .	5,7
Пиперазин . . . . .	13,9
Уросал . . . . .	1,2
Фенопласт марки К-18-36 . . . . .	50,1
Бикарминт . . . . .	5,6

Методика эксперимента состояла в следующем.

Гранулы отобранной фракции методом напыления окрашивали спиртовым лаком фиолетового цвета, после чего отпрессовывали таблетки при разных давлениях. Таблетки испытывали на механическую прочность; одновременно готовили шлифы, с которых снимали фотографии при восьмикратном увеличении. Шлиф готовили следующим образом. Таблетку острозаточенным ножом разрезали по диаметру на две половинки. Затем с торца образовавшегося сечения таблетки лезвием бритвы срезали тонкий слой до образования гладкой поверхности, не нарушая целостности отдельных гранул и зерен. Из-за различия свойств гранул методика опыта зависела от свойств порошков. Гранулы сульфадимезина не впитывали в себя краситель и покрывались тонкой фиолетовой оболочкой. Поэтому таблетки сульфадимезина прессовали только из окрашенных гранул. Гранулы пиперазина, уросала и фенопласта марки К-18-36 впитывали в себя краситель, и на поверхности шлифа трудно было различать четкие границы между гранулами. В связи с этим у этих порошков таблетки прессовали из смеси, состоящей из половины окрашенных и половины неокрашенных гранул и зерен. Во всех случаях диаметр таблетки был 20 мм, а высота около 9 мм.

На рис. 43 показаны фотографии поверхности шлифов, приготовленных из таблеток сульфадимезина при разных давлениях прессования. На снимках окрашенные гранулы имеют вид белых зерен, обрамленных темной оболочкой. При разрушении гранул оболочка нарушалась, и границы между отдельными гранулами размывались. По этим снимкам можно проследить картину уплотнения гранул в момент образования прочной таблетки. При прессовании сульфадимезина таблетка образовывалась уже при давлении около 20 МПа, однако ее механическая прочность не превышала 0,15—0,20 МПа и получить шлиф с четкими границами гранул было трудно из-за разрушения темной лаковой оболочки. Это про-

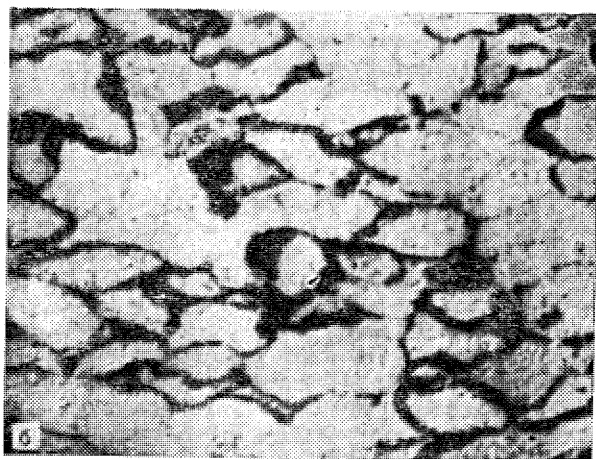
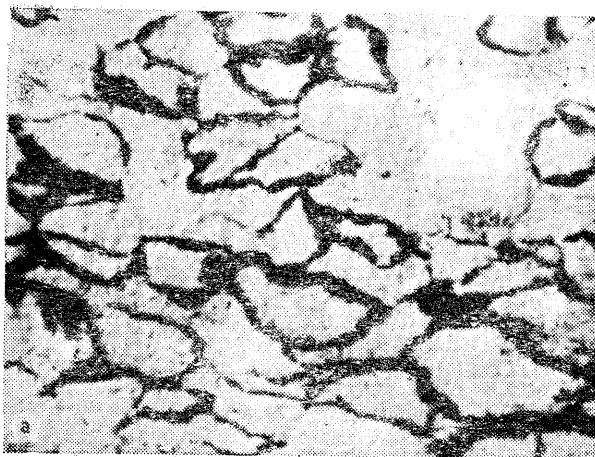


Рис. 43. Поверхность шлифа таблетки сульфадимезина. Увеличение в 8 раз при различных давлениях прессования.

а — 30 МПа; б — 60 МПа; в — 188 МПа; г — 250 МПа.

исходило потому, что при этих давлениях гранулы были еще недостаточно уплотнены; между ними было неплотное прилегание и при изготовлении шлифа края гранул скалывались и нарушалась лаковая оболочка,



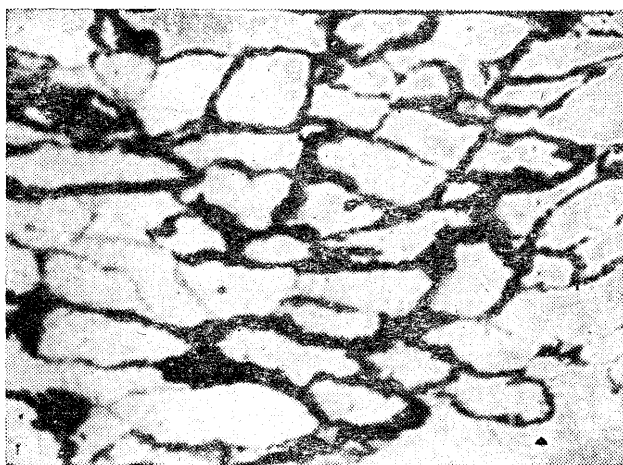
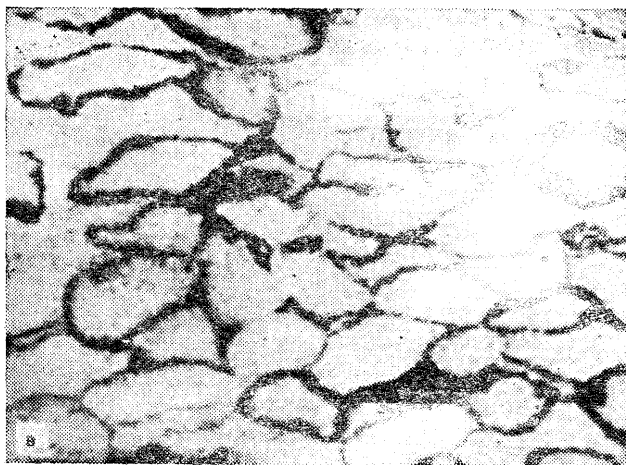


Рис. 43. Продолжение.

Фотографии позволяют представить действительную картину поведения гранул порошка сульфадимезина во время уплотнения. При давлении до 30 МПа происходит интенсивное уплотнение порошка в основном за счет заполнения пустот и упругой деформации (см. рис. 43).

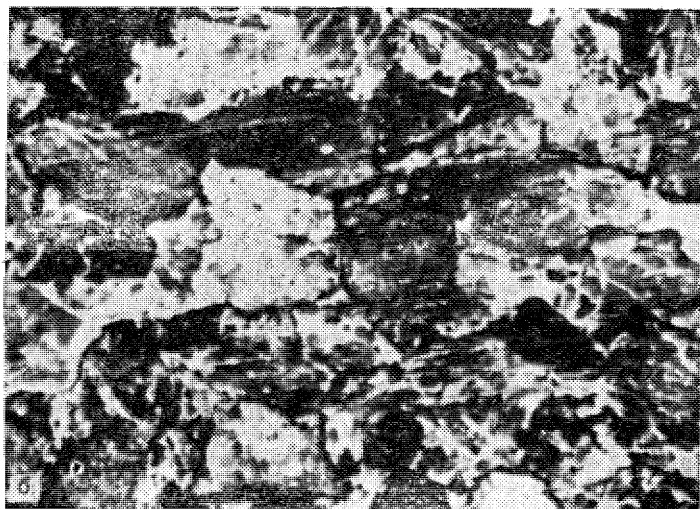


Рис. 44. Фотография поверхности шлифа таблетки фенопласта марки К-18-36. Увеличение в 8 раз при различных давлениях прессования.

а — 120 МПа; б — 188 МПа; в — 250 МПа.



Рис. 44. Продолжение.

С увеличением давления до 60—70 МПа возрастает роль упругой и пластической деформации. Благодаря упругой и пластической деформациям происходит дальнейшее заполнение пустот.

Упругая деформация позволяет гранулам взаимно вклиниваться, что увеличивает контактную поверхность. Это же происходит и вследствие пластической деформации: гранулы изменяют свою форму и плотнее прилегают друг к другу.

Уплотнение гранул порошка при давлении свыше 100 МПа происходит в основном за счет пластической деформации. Гранула, не разрушаясь, заполняет все свободное пространство около себя и образует непрерывную контактную поверхность с соседними гранулами (см. рис. 43).

При давлении прессования свыше 200 МПа происходит объемное сжатие гранул. Форма гранул при этом изменяется уже незначительно, только несколько уменьшаются их размеры, что, по-видимому, можно объяснить дальнейшим сжатием воздуха, заключенного внутри гранул.

Несколько иная картина уплотнения порошка фенопласта марки К-18-36, прочность гранул которого зна-

чительно выше, чем у других порошков (см. табл. 16).

Уплотнение порошка фенопласта марки К-18-36 происходит без разрушения гранул (рис. 44). Невысокая контрастность границ между гранулами объясняется незначительными различиями в тонах окрашенных и неокрашенных гранул. Гранулы фенопласта марки К-18-36 деформируются меньше и даже при давлении 250 МПа не вытягиваются, а приобретают более правильную сферическую форму (см. рис. 44, а, б, в).

Механическая прочность таблеток из фенопласта марки К-18-36 оказалась меньшей, чем у таблеток из сульфадимезина. Это объясняется тем, что прочность связи между гранулами сульфадимезина даже при низких давлениях прессования высокая и при раскалывании таблетки разрушение идет через гранулы, прочность которых непрерывно возрастает по мере увеличения давления прессования.

При раскалывании таблеток фенопласта марки К-18-36, спрессованных при давлении свыше 250 МПа, гранулы почти полностью сохраняются и разлом происходит по границам гранул.

Таким образом, из-за высокой прочности гранул фенопласта марки К-18-36 при давлении прессования даже свыше 250 МПа не образуется непрерывной контактной поверхности между ними. Несмотря на эти различия, процесс уплотнения сульфадимезина и фенопласта марки К-18-36 происходит одинаково: вначале заполнение пустот, затем упругая и пластическая деформация частиц и гранул и, наконец, объемное сжатие. В обоих случаях в процессе уплотнения порошков разрушения гранул почти не наблюдалось.

Иная картина уплотнения гранул при прессовании порошков пиперазина и уросала. До давления 150—160 МПа процесс уплотнения гранул пиперазина идет за счет упругих и пластических деформаций и частичного разрушения гранул. При давлении прессования свыше 160 МПа большинство гранул разрушается и в сечении шлифа целых гранул насчитывается немного.

При прессовании уросала уже при давлении около 60—80 МПа начинается процесс интенсивного разрушения гранул (рис. 45).

Интересно отметить, что характер зависимости  $\gamma$ — $p$  и  $\sigma$ — $p$  для уросала иной, чем у других порошков (см. рис. 39 и 41): в логарифмических координатах зависи-

мости  $\gamma$ — $p$  и  $\sigma$ — $p$  даже в интервале средних давлений имеют нелинейный характер.

С целью более глубокого исследования поведения порошка были построены зависимости коэффициента прессования  $k = \frac{\Delta\gamma}{\Delta p}$  и  $\lg k$  от давления прессования по методике работы [25]. Оказалось, что для уросала линейная зависимость между  $\lg k$  и  $p$  наблюдается уже при давлении 60—80 МПа. Следовательно, для уросала уравнение Кунина и Юрченко справедливо, начиная с давления 60 МПа.

Результаты этих исследований показывают, что если процесс уплотнения частиц порошка происходит без их разрушения, за счет упруго-пластических деформаций, наступающих в результате контактных давлений; передаваемых отдельными, обособленными телами, то уравнение прессования хорошо согласуется с результатами теоретических исследований [2], в основе которых лежит контактная гипотеза, и может быть записано в любой из следующих форм:

$$\begin{aligned} p\beta^m &= \text{const} \\ pv^n &= \text{const} \\ p\sigma^k &= \text{const}, \end{aligned} \quad (79)$$

где  $p$  — давление прессования,  $\beta$  — относительный объем прессовки,  $v$  — относительная плотность прессовки,  $\sigma$  — условная механическая прочность прессовки [4].

Если же процесс уплотнения происходит за счет упруго-пластической деформации с одновременным разрушением частиц порошка, то закономерность прессования должна в большей степени соответствовать теоретическим выводам, полученным на основе гипотезы сплошности сечений прессовки, и уравнение прессования будет:

$$v = 1 - kl^{-\alpha p}.$$

Совершенно ясно, что в области высоких давлений прессования, когда уплотнение происходит за счет разрушения гранул и зерен порошка, зависимости между параметрами прессования лучше всего описываются также уравнением (45).

Решая совместно уравнения (79), можно установить связь между плотностью и прочностью прессовки. Эти уравнения приведены в работе [4].

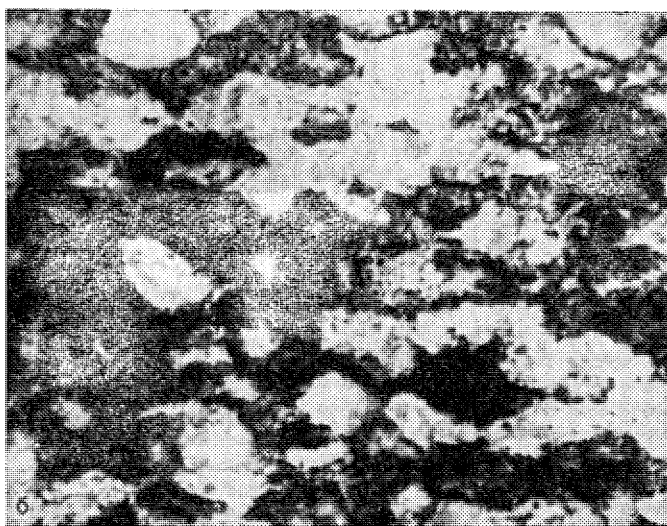
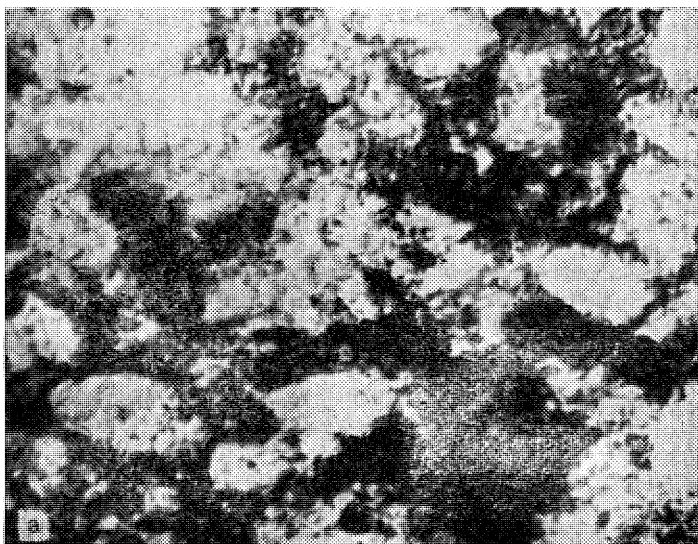


Рис. 45. Поверхность шлифа таблетки уросала. Увеличение в 8 раз при различных давлениях прессования.  
а — 80 МПа; б — 120 МПа; в — 160 МПа.

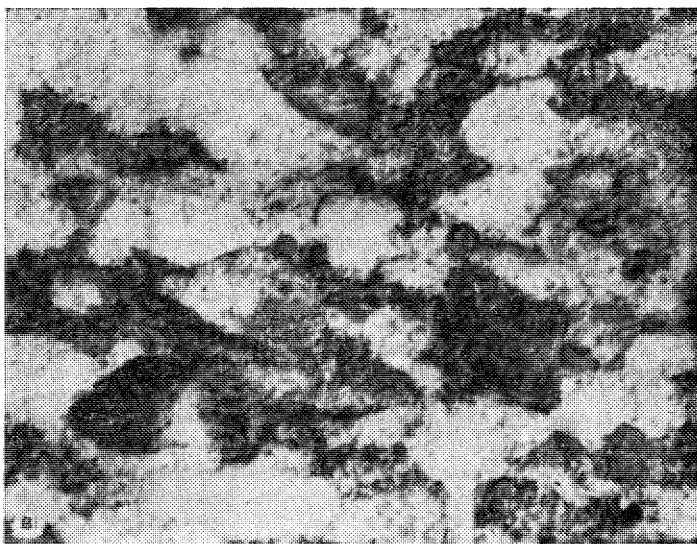


Рис. 45. Продолжение.

Практическое значение уравнений прессования (79) заключается в том, что они позволяют выбрать оптимальное давление прессования для любого порошкового материала. Однако для этого нужно знать величину показателя прочности таблеток, обеспечивающего их сохранность на дальнейших технологических операциях и гарантирующего необходимое время распадаемости и растворимости. С этой целью проводились специальные исследования.

Партии, насчитывавшие не менее 10 таблеток, изготовленных на разных отечественных и зарубежных заводах, подвергали испытанию на механическую прочность. Усилие резания таблетки определяли на приборе ЖЗТО, а прочность рассчитывали по формуле (74) как среднее арифметическое по результатам разрушения всей партии таблеток.

Для определения закона эмпирического распределения величин механической прочности таблеток результаты замеров были обработаны методом математической статистики в предположении соответствия этого распределения нормальному закону. Величина среднего арифметического механической прочности, подсчитанная по

обычной методике, равнялась 0,86 МПа, а среднее квадратическое отклонение — 0,28 МПа.

С вероятностью, равной 90%, границы доверительного интервала будут от 0,45 до 1,2 МПа. Эти результаты очень хорошо согласуются с данными работы [12].

Зная пределы оптимальной механической прочности таблеток, можно сравнительно просто выбрать оптимальные режимы прессования для любого порошкового материала. Для этого достаточно построить зависимость условной механической прочности таблеток  $\sigma$  от давления прессования  $p_{пр}$ . Оптимальные давления прессования будут соответствовать пределу условной механической прочности от 0,45 до 1,2 МПа.

Найденный предел имеет достаточно широкий интервал. Чтобы подобрать для определенного порошка конкретное значение оптимального давления прессования, необходимо получить для этого порошка зависимость времени распадаемости от давления прессования.

#### БОКОВОЕ ДАВЛЕНИЕ ПРИ ПРЕССОВАНИИ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

В процессе прессования частицы порошка вступают во взаимодействие как между собою, так и с рабочими частями пресс-инструмента. Давление на рабочие части пресс-формы и характер его распределения — следствие сложных явлений, происходящих внутри прессуемого порошка. Из-за потерь на межчастичное и внешнее трение на боковые стенки матрицы во время прессования порошковых материалов передается давление значительно меньшее, чем осевое давление. Давление, передаваемое на стенки матрицы, называется боковым давлением  $p_{бок}$ . Не зная величины бокового давления невозможно произвести расчет на прочность деталей пресс-инструмента, определить потери на трение и параметры износа, поэтому вопрос о коэффициенте бокового давления является одним из важнейших в теории и практике прессования порошковых материалов. Связь между осевым давлением прессования и боковым давлением были предметом исследования многих ученых.

В работе [51] было определено усилие, передаваемое через брикет на нижний пуансон, и получены расчетные данные о суммарных потерях на трение. Полученные результаты позволили сделать выводы о том, что практи-



чески все потери относятся к стенкам матрицы и что межчастичным трением можно пренебречь. К. Торкар считает, что величины межчастичного и внешнего трения одного порядка.

Давление на стенки матрицы обычно выражается как функция осевого давления прессования:

$$p_{\text{бок}} = \xi p_x, \quad (80)$$

где  $\xi$  — коэффициент бокового давления.

В табл. 16 приведены основные выражения для коэффициента бокового давления, предлагаемые различными авторами.

М. Ю. Бальшин [2] полагал, что величина  $\xi$  растет по мере уплотнения порошка аналогично коэффициенту Пуассона для материала порошка.

В работе [14] при прессовании железных порошков зависимость  $\xi$  от давления прессования носила линейный характер. В этой работе  $\xi$  был постоянной величиной и равнялся 0,38.

П. П. Баландин [18] и С. Бальгаузен [8] при исследовании сыпучих материалов  $\xi$  также считали величиной постоянной.

Г. А. Меерсон [29] установил, что для беспористого материала  $\xi$  не зависит от величины осевого давления и является величиной постоянной только при таких величинах давлений прессования, которые не выходят за пределы упругих деформаций. В области же напряжений, способных вызвать пластическую деформацию беспористого металла,  $\xi$  не является величиной постоянной и зависит от осевого давления. Однако ряд экспериментов и теоретических исследований подтверждает предположение М. Ю. Бальшина о зависимости  $\xi$  от плотности прессовки или, что одно и то же, зависимости этого коэффициента от давлений прессования.

Г. М. Жданович теоретически вывел зависимость  $\xi$  от угла нормального контактного взаимодействия и коэффициента межчастичного трения [18]. Экспериментальные исследования [18] позволили установить, что величина  $\xi$  — переменная, и с ростом давления прессования имеет тенденцию к уменьшению в области низких и средних давлений.

Э. Э. Кольман-Иванов и К. А. Салазкин [22] при прессовании химических порошков установили, что  $\xi$  является величиной переменной и прямо зависит от дав-

Таблица 16

Основные выражения для коэффициента бокового давления ( $\xi$ )

Формула	Обозначения	Автор, год
$\xi = \xi_m \nu$ (81)	$\xi_m = \frac{\mu}{1 - \mu}$ ; $\mu$ — коэффициент Пуассона для материала порошка $\nu$ — относительная плотность прессовки	Бальшин М. Ю., 1938
$\xi = \operatorname{tg}^2 (45 - \varphi)_2$ (82)	$\varphi$ — угол естественного откоса	Баландин П. П., 1938
$\xi = \operatorname{tg} \varphi$ (83)	$\varphi$ — угол естественного откоса	Бальгаузен С., 1951
$p - p_{\text{ок}} = \sigma_T$ (84)	$\sigma_T$ — предел текучести материала порошка	Меерсон Г. А., 1956
$\xi_z = \operatorname{tg}^2 \left( 45 - \frac{\rho_l}{2} \right)$ (85)	$\rho_l$ — угол межчастичного трения	Торкар К., 1956
$\xi_z = k p_z - a$ (86)	$\xi_z$ — коэффициент бокового давления в рассматриваемой точке $p_z$ — давление прессования в этой точке $k, a$ — коэффициенты	Кольман-Иванов Э. Э., Салазкин К. А., 1966
$\xi = \frac{1}{\sqrt{2}} \frac{(\operatorname{tg} \varphi - f_l)}{(1 + f_l \operatorname{tg} \varphi)}$ (87)	$\varphi$ — угол нормального контактного взаимодействия $f_l$ — коэффициент межчастичного трения	Жданович Г. М., 1969

ления прессования. Авторы этой работы считают, что при низких удельных давлениях прессования, когда в пресс-форме находится зернистый материал, уплотнение

последнего происходит в основном за счет заполнения пустот и упругой деформации зерен, при этом боковое давление пропорционально давлению прессования  $p$ , следовательно,  $\xi$  в этой области прессования — величина постоянная.  $\xi$  становится переменной величиной в момент образования пористой таблетки, когда начинает преобладать пластическая деформация первоначальных зерен.

В работе [18] исследовалась зависимость  $\xi$  от плотности в широком диапазоне давлений прессования (от 50 до 600 МПа). Оказалось, что для пластичных порошков  $\xi$  растет несколько медленнее, чем по прямой пропорциональности к  $p$ , а для малопластичных и хрупких порошков рост  $\xi$  происходит только в области малых значений и соответственно при сравнительно невысоких давлениях прессования (до 200 МПа). В работе, посвященной анализу процесса прессования лекарственных порошков, было установлено, что с увеличением осевого давления прессования повышаются значения  $\xi$ . При оптимальных величинах давления в условиях прямого прессования боковое давление не превышает 38% от осевого. Среднее значение  $\xi$  составляет 0,23. Однако в этой работе не была выведена формула для определения бокового давления.

Экспериментальными исследованиями доказано, что характер изменения бокового давления по высоте прессовки носит сложный характер. Для отношения диаметра прессовки к ее высоте, равного  $1/3,7$ , при одностороннем прессовании боковое давление имеет максимальное значение в зоне воздействия верхнего пуансона. Затем наблюдается уменьшение бокового давления с последующим увеличением на расстоянии примерно  $2/3$  от прессующей плоскости верхнего пуансона и снижение в направлении к нижнему пуансону. При отношении диаметра прессовки к ее высоте, равном  $1/2,5$ , распределение бокового давления по высоте прессовки было также неравномерным: на расстоянии примерно  $1/2$  высоты спрессованного брикета наблюдается увеличение давлений, т. е. эпюра боковых давлений имеет выпуклый характер с максимумом, расположенным в средней плоскости прессовки. Аналогичный S-образный характер распределения бокового давления по высоте прессовки был получен и в работе [18] на основании теоретических исследований.

Почти все рассмотренные нами выражения  $\xi$  не могут быть использованы при прессовании лекарственных порошков (см. табл. 20). Формула (81) и (84) включают характеристики металлов  $\mu$  и  $\sigma_T$ . Относительно коэффициента Пуассона  $\mu$  необходимо отметить, что его величина в процессе прессования не остается постоянной, а изменяется по мере уплотнения прессовки, причем характер этого изменения изучен недостаточно. Кроме того, на коэффициент  $\mu$  оказывают влияние напряженное состояние прессовки и жесткость матрицы.

Формулы (82) и (83) не нашли экспериментального подтверждения и противоречат друг другу. Если по формуле (82)  $\xi$  с увеличением угла естественного откоса уменьшается, то по формуле (83) он увеличивается. Учитывая, что углы естественного откоса для большинства лекарственных порошков лежат в пределах от  $35^\circ$  до  $50^\circ$ , то по формуле (83)  $\xi$  может быть больше единицы. Значение  $\xi$ , рассчитанное по формуле (82), для этих значений угла естественного откоса будет около 0,2, что тоже маловероятно.

Сравнительно простые формулы (81), (86) и (84) включают параметры, методика определения которых сложна. Наряду с этим в опубликованных работах почти отсутствуют данные о величине  $\xi$  для медико-фармацевтических порошковых материалов в интервале рабочих давлений прессования.

На величину  $\xi$  влияет трение частиц таблетлируемого материала между собою (внутреннее трение) и поэтому  $\xi$  может зависеть от скорости прессования и меняется с изменением характера контакта между частицами.

В работе [22] прессовались гранулы стрептоцида и сульфадимезина при разных скоростях (0,002—0,09 м·с<sup>-1</sup>). Эти исследования показали, что значение  $\xi$  практически мало зависит от давления прессования и от скорости прессования.

Кроме того,  $\xi$  зависит от влажности порошковых материалов, количества и качества вспомогательных веществ, степени загрязненности исходного сырья и т. д.

Одним из факторов, влияющих на величину  $\xi$  на стадии монолитной таблетки, является жесткость матрицы.

Если модуль упругости таблетки  $E_T$  приближается к значению модуля упругости материала матрицы  $E_M$ , коэффициент  $\xi$  существенно зависит от жесткости материала матрицы.

В работе [8] для изучения прессования фармацевтических порошков был предложен новый экспериментальный метод определения  $\xi$  на основе использования фотоупругих вклеек. Метод предполагает применение моделей матриц, в которых осуществляется прессование порошков одновременным наблюдением изохром-линий постоянной разности главных напряжений  $\sigma_1 - \sigma_2$ . Боковое давление определяется как среднее по высоте прессовки.

Модели матриц, изготовленные из оптически неактивного оргстекла (ОНС), имели фотоупругие вклейки из оптически активного оргстекла (ОАСО) в виде кольца в зоне контакта с таблеткой, параметры которых приведены в табл. 17.

Таблица 17

Параметры моделей матриц и свойства материалов

Модель матрицы	Параметр			Свойства материалов					
	D	d мм	t	ОАСО			ОНС		
				E	$\mu$	$\sigma_0^{1,0}$	E	$\mu$	$\sigma_0^{1,0}$
				МПа		МПа	МПа		МПа
№ 1	84	24	10						
№ 2	48	24	10						
Кольцо	84	24	3,8	$3,2 \cdot 10^3$	0,37	31,7	$3,1 \cdot 10^3$	0,37	100

Склейка моделей произведена фенольным клеем. Двустороннее прессование порошков в моделях матриц осуществляли в рычажном приспособлении с помощью двух стальных пуансонов и одновременно измеряли усилие прессования. Модели находились в поле полярископа для наблюдения и регистрации изохром; последние имели вид концентрических окружностей (рис. 46 и 47). Счет полос  $n$  производили на экране полярископа в монохроматическом свете ( $\lambda = 546,1$  мкм) в точке вблизи контура таблетки при четырех значениях осевого давления  $p$ . Зависимости  $n = f_p$  оказались линейными при  $p = 3,5 \div 20$  МПа для всех испытанных лекарственных порошков и эластичной резины (рис. 48).

Таблетка из резины была применена в качестве тапировочного образца. Предполагалось, что при высоких

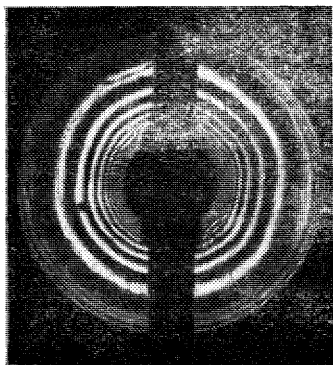


Рис. 46. Картина изохром при гидростатическом прессовании резиновой таблетки ( $p=14,5$  МПа).

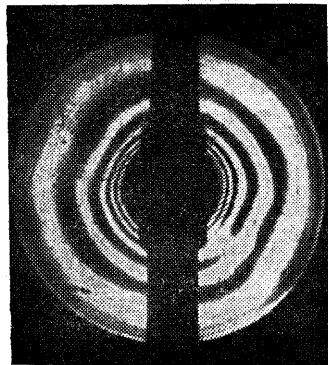


Рис. 47. Картина изохром при прессовании терпингидрата ( $p=14,5$  МПа).

давлениях резина передаст на стенки матрицы давление гидростатически, т. е.  $\mu_p=0,5$  и  $\xi_p=1$ . Это было проверено специальным экспериментом на модели-кольце.

При подстановке экспериментально найденной разности  $\sigma_1 - \sigma_2 = n\sigma_0^1$  в точке на радиусе  $r=18$  мм в уравнение для кольца

$$p_{\text{бок}} = 2(\sigma_1 - \sigma_2) \frac{\alpha^2}{D^2} r^2$$

получили  $p_{\text{бок}} = p$  с точностью 0,3%.

Таким образом, если для резиновой таблетки  $\xi_p=1$ , то для порошков будет справедливо:

$$\xi = \frac{\Delta n}{\Delta n_p},$$

где  $\Delta n$ ,  $\Delta n_p$  — приращение полос для фармацевтического порошка и резиновой таблетки при одном и том же интервале и величине  $\Delta p$  и при равенстве высот прессовки и резиновой таблетки.

Величины  $\xi$  для испытанных порошков приведены в табл. 18.

Как видно из этой таблицы,  $\xi$  мало отличаются у порошков с различными химическими и физическими свойствами.

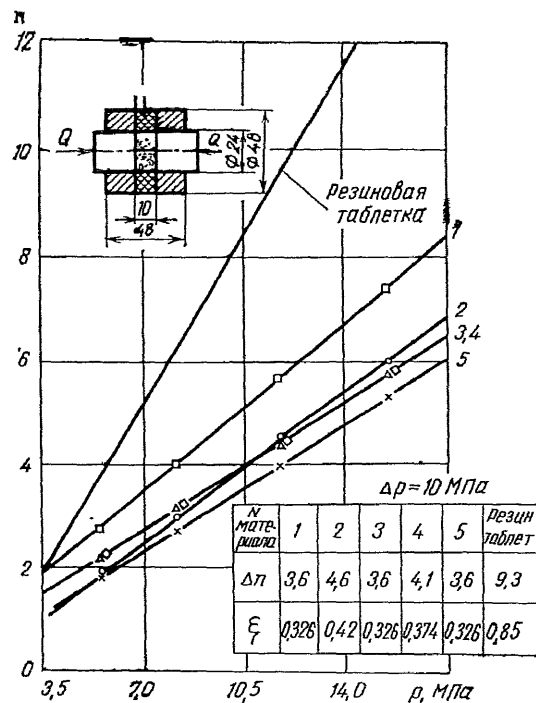
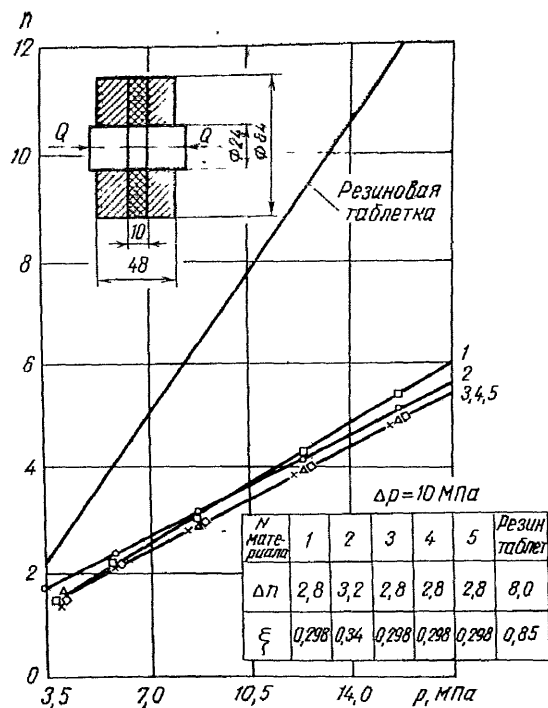


Рис. 48. Зависимость номера полосы изохромы от давления прессования.

а — для матрицы с  $D/d=3,5$ ; б — для матрицы с  $D/d=2$ ; 1 — терпигидрат; 2 — пурген; 3 — фенопласт марки К-18-22; 4 — ремень; 5 — аминопласт марки Б.

Таблица 18

Значения  $\xi$  для порошков

$\frac{D}{d}$	Порошок					Резиновая таблетка
	фенопласт марки К-18-2	терпин- гидрат	ревень	пурген	ампио- пласт	
2,0	0,385	0,495	0,385	0,400	0,385	—
3,5	0,350	0,400	0,350	0,350	0,350	0,999

Жесткость матрицы для применяемых соотношений  $\frac{D}{d}$  незначительно влияет на величину  $\xi$ .

Были проведены экспериментальные исследования  $\xi$  в интервале средних и высоких давлений прессований с целью установления зависимости величины  $\xi$  от давления прессования  $p$  и определения численного значения  $\xi$  для ряда лекарственных порошков.

Следует отметить, что в исследованиях определяли среднее по высоте таблетки боковое давление. Исследования проводили в разрезной матрице, состоящей из двух половин, соединенных стяжными болтами. Для замера боковых усилий на каждый стяжной болт наклеивали по два тензорезистора с базой 10 мм и сопротивлением  $R=100$  Ом. Соединение всех тензорезисторов, наклеиваемых на отдельных болтах, в одно плечо полумостовой схемой позволило уменьшить чувствительность силоизмерительного устройства к возможным отклонениям точки приложения равнодействующей боковых усилий. Тарировку разрезной матрицы производили с помощью резиновой оболочки, заполненной внутри густым маслом.

Прессование в разрезной матрице проводили на универсальной гидравлической машине УММ-50 с нагружением от 0 до 250 МПа; деформацию стяжных болтов измеряли прибором ИД-70. Точность замеров величины давления прессования с учетом округления чисел в этом эксперименте была около 0,6%. При измерении деформации стяжных болтов возможна большая ошибка, так как приращение показаний прибора при изменении давления прессования в интервале от 0 до 250 МПа составляло в опытах всего несколько делений. Это



объяснялось большой жесткостью разрезной матрицы, что в свою очередь диктовалось стремлением уменьшить раскрытие матрицы. Раскрытие матрицы было нежелательным, так как мог получиться своеобразный клин между половинками матрицы из порошковой смеси, который обязательно исказил бы значение показаний и ввел дополнительную погрешность. В наших исследованиях нас интересовали не абсолютные, а относительные результаты по сравнению с резиновыми таблетками, поэтому можно считать, что точность экспериментальных исследований была достаточно высокой при большом количестве измерений. Количество измерений для каждого порошка в исследованиях было не менее 20. На каждую половинку разрезной матрицы действует усилие  $P_{бок}$ , равное

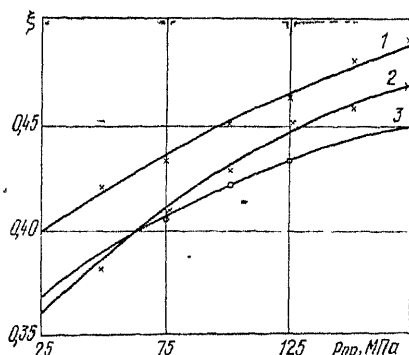


Рис. 49 Зависимость коэффициента бокового давления от давления прессования.

1 — терпингидрат; 2 — аминопласт; 3 — ревель

$$P_{бок} = p_{бок} dh,$$

где  $p_{бок}$  — боковое давление,  $d$  и  $h$  — диаметр и высота прессовки.

Боковое усилие  $P_{бок}$  определяли по деформации стяжных болтов, а боковое давление рассчитывали по формуле:

$$p_{бок} = \frac{P_{бок}}{dh}.$$

Коэффициент бокового давления определяется из отношения:

$$\xi = \frac{p_{бок}}{p},$$

где  $p$  — осевое давление прессования.

В разрезной матрице прессовали цилиндрические таблетки диаметром 12 мм и высотой около 6 мм. Резуль-

таты определения  $\xi$  в разрезной матрице для ряда порошковых материалов приведены на рис 49.

В результате экспериментов была установлена зависимость  $\xi$  от давления прессования  $p_{пр}$  для лекарственных порошков, характер которой такой же, как и для других порошковых материалов [55]. Количественные значения  $\xi$ , полученные в наших исследованиях, хорошо согласуются между собой и с экспериментальными данными, приведенными в работах кафедры конструирования машин химических производств МИХМ, и с результатами исследований в моделях матриц. Установлено, что для области средних давлений прессования  $\xi$  изменяется в пределах от 0,3 до 0,5. Сравнительно небольшие изменения  $\xi$  в большом диапазоне давлений прессования позволяют с достаточной точностью считать  $\xi$  для используемых на практике давлений (100—150 МПа) равным около 0,40—0,45.

Нужно при этом отметить, что чем выше давление прессования и прочность прессовки, тем выше коэффициент Пуассона материала таблетки и, следовательно, может быть выше  $\xi$ . Снизить  $\xi$  можно за счет увеличения модуля упругости материала матрицы  $E_m$ , т. е. за счет использования материалов с более высокими прочностными характеристиками.

## ДАВЛЕНИЕ ВЫТАЛКИВАНИЯ ПРЕССОВКИ

В работах [51, 18, 22] изучался вопрос о давлении выталкивания из матриц спрессованных таблеток. Установлено, что давление выталкивания пропорционально давлению прессования и зависит от коэффициента трения и от коэффициента Пуассона. После снятия давления прессования увеличивается высота таблетки, боковое давление значительно уменьшается, поэтому сила выталкивания меньше возникающих во время прессования сил трения. Однако количественные значения их, приведенные в работах, колеблются в широких пределах.

В Н. Гончарова [14] зафиксировала уменьшение бокового давления после снятия прессования на 35%. В исследовании [22] давление выталкивания не превышало 15% от давления прессования.

При исследовании лекарственных порошков было установлено, что давление выталкивания примерно линейно зависит от величины давления прессования:

$$p_{\text{выт}} = kp,$$

где  $k$  — коэффициент, величина которого лежит в пределах 0,10—0,15.

В исследованиях, проведенных автором на 6 гранулированных лекарственных порошках, величина  $k$  не превышала 0,12. При смазке канала матрицы или при добавке в порошки смазывающих веществ давление выталкивания резко уменьшается.

Таким образом, на основании исследований, изложенных в данной главе, можно сделать следующие выводы:

Зависимость  $\gamma$ — $p$  в области малых давлений (до 3—4 МПа) имеет линейный характер.

В интервале давлений прессования от 4 до 30 МПа зависимость  $\gamma$ — $p$  носит логарифмический характер, такой же характер эта зависимость носит и в интервале от 30 до 160—170 МПа. Однако величина коэффициента  $\alpha_{\text{пр}}$ , характеризующего наклон прямых в координатах  $\lg \gamma$  и  $\lg p$  для областей низкого и среднего давлений, разная.

В области давлений прессования выше 160—180 МПа зависимость  $\gamma$ — $p$  может быть описана уравнением Куница и Юрченко. Эти выводы хорошо согласуются с действительной картиной процесса уплотнения гранул и частиц неметаллических порошков, исследованного с помощью окрашенных гранул.

В интервале давлений от нуля до 30 МПа уплотнение порошка происходит в основном за счет заполнения пустот и упругой деформации гранул и частиц порошковых материалов. При давлении от 30 до 160—180 МПа для большинства химико-фармацевтических порошков уплотнение происходит главным образом за счет упруго-пластических деформаций без заметного разрушения гранул. Такая картина полностью соответствует предположениям, принятым при теоретических исследованиях М. Ю. Бальшина и Г. М. Ждановича. С увеличением давления выше 160—180 МПа для порошков начинается процесс объемного сжатия с заметным разрушением гранул. Такое внутреннее состояние прессовки должно полностью соответствовать гипотезе сплошности прессуемого тела, а зависимость  $\gamma$ — $p$  — уравнению (65).

Для порошков с очень слабыми гранулами или с большим содержанием мелких фракций момент разрушения гранул может наступить при давлении прессования около 80—100 МПа.

Характер зависимости прочности таблеток от давления прессования для порошковых материалов оказался неодинаковым. В интервале рабочих давлений прессования, в котором процесс уплотнения в основном происходит за счет упруго-пластических деформаций, зависимость носит логарифмический характер и может быть математически описана уравнением (78). С увеличением давления характер зависимости  $\sigma$ — $p$  изменяется. Приращение механической прочности с увеличением давления значительно уменьшается. Однако для практических целей давление свыше 150 МПа при прессовании химико-фармацевтических порошков почти не применяется. В некоторых работах предлагаются уравнения прессования, в которых устанавливаются зависимости между приведенной работой и плотностью порошка. Эти зависимости Ю. Г. Дорофеев и Н. Т. Жердицкий называют энергетическими уравнениями уплотнения. Изучение энергетических уравнений прессования стало необходимо после внедрения в производство таких технологических процессов, где непосредственной причиной увеличения плотности является затраченная работа  $A$ . Это взрывное брикетирование, вибрационное пакетирование, брикетирование на электрогидроразрядной установке и т. д. Такие технологические процессы не используются при прессовании химико-фармацевтических порошковых материалов и уравнения типа  $A$ — $\gamma$  пока не представляют особого интереса.

#### ТРЕНИЕ ПРЕССОВКИ О СТЕНКИ МАТРИЦЫ

Внешнее трение прессовки о стенки матрицы влияет на распределение давления и плотности по ее высоте, что в свою очередь приводит к анизотропии механических свойств прессовки.

Распределение давления и плотности по объему прессовки с различными соотношениями диаметра к высоте исследовалось во многих работах. С этой точки зрения заслуживает внимания методика, предложенная Г. М. Ждановичем [18]. При исследовании ряда порошковых материалов автор получил средние значения коэффициента внешнего трения в диапазоне рабочих давлений (100—300 МПа) в пределах 0,3—0,4. С увеличением давления прессования коэффициент трения  $f$  значительно уменьшался (до 0,25).

В литературе мало данных по коэффициенту внешнего трения для лекарственных порошковых материалов. В исследованиях, проведенных нами для ряда химических и лекарственных порошков («фенопласт марки К-18-36, пиперазин, ревеня»), коэффициенты внешнего трения в пределах давлений прессования от 100 до 250 МПа были близкими к 0,35 и мало зависели от давления прессования.

Следует отметить большое влияние внешнего трения на качество прессовок. Чем больше внешнее трение, тем больше неоднородность распределения давления, плотности и прочности. Из-за внешнего трения даже при самых благоприятных условиях одностороннее прессование практически непригодно для получения прессовок с отношением высоты к диаметру свыше 2—3. В работе [51] приведены картины распределения плотности в никелевом брикете, полученным при одностороннем прессовании. Не вызывает сомнения то, что аналогичное распределение плотности будет и в прессовках из лекарственных порошковых материалов. Однако при этом нужно учитывать, что обычно лекарственные порошки таблетуются двусторонним прессованием; абсолютное давление прессования значительно меньше, чем при прессовании металлических порошков и отношение высоты таблетки к диаметру находится в пределах 0,3—0,4. Неоднородная плотность и прочность прессовки приводят к расслоению таблетки во время выталкивания, причем расслоение, как правило, происходит по поверхности, расположенной на границе разной плотности или прочности прессовки. Расслоение чаще всего наступает в момент, когда часть прессовки выходит из матрицы, так как в это время появляются дополнительные деформации за счет упругого последствия освобожденной части таблетки. Имеются случаи образования расслоев и в связи с захватом воздуха прессуемым порошком [51], опытным путем показано, что объем газов, оставшихся в порах прессуемого порошка, значителен и имел порядок 0,1—0,2 мг на 1 г массы прессовки. Давление воздуха в порах уже отпрессованного изделия колебалось в пределах 0,4—1,6 МПа для давления прессования 340—1360 МПа.

По-видимому, запрессованный воздух способствует растрескиванию прессовок, что также связано с неравномерностью распределения их прочности и плотности

по объему [51]. Уменьшить количество запрессованного воздуха пытались, осуществляя дозирование и прессование под вакуумом, но для этого требуется специальное оборудование. Увеличение давления прессования приводит часто к обратным результатам — увеличению количества расслоенных прессовок. Были случаи, когда с увеличением давления прессовки по выходе из матрицы как бы взрывались. Возможно основная причина этого — разнородность свойств таблетки, которая не уменьшается с увеличением давления прессования.

На уменьшение брака прессовок по расслою влияют следующие важнейшие факторы:

1) подбор оптимального фракционного состава порошковых материалов;

2) применение вспомогательных веществ (связывающих и смазывающих);

3) снижение давления прессования;

4) выбор оптимальной скорости прессования;

5) улучшение обработки стенок матриц и торцов пуансонов, подбор оптимальных геометрических размеров и формы пресс-инструмента;

6) использование специальных материалов для изготовления пресс-инструмента с целью увеличения его жесткости, износостойкости, улучшения обрабатываемости;

7) удаление воздуха из порошка во время наполнения канала матриц за счет вакуумирования или предварительной подпрессовки порошка;

8) улучшение времени выдержки прессовки под давлением.

В работе [51] проведены исследования и теоретически объяснено влияние на процесс прессования и качество таблеток гранулометрического состава, связывающих и смазывающих веществ. Исследовались двух- и многокомпонентные порошковые смеси с различными размерами частиц отдельных фракций и их объемными соотношениями. Установлено, что для двухкомпонентных порошковых смесей с более или менее сферическими частицами существуют оптимальные соотношения, обеспечивающие наибольшую насыпную плотность смесей, лучшую сыпучесть и прессуемость. Для многокомпонентных смесей тоже возможно подобрать оптимальные соотношения размеров частиц и объемов фракций [22].

## Глава VI

### ПРЯМОЕ ПРЕССОВАНИЕ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПОРОШКОВ

До настоящего времени за рубежом и на отечественных заводах наиболее широко применяется влажная грануляция. Процесс влажной грануляции состоит из ряда технологических операций: смешивания компонентов, увлажнения, грануляции, сушки гранулятов, сухого гранулирования и опудривания гранулята. На эти операции уходит не менее 50—70% общего времени, затраченного на производство таблеток [36]. По данным одной из американских фирм [48], ликвидация влажной грануляции дает экономию 80% производственной площади, 60% расходов на оборудование, 95% энергии и 75% рабочей силы. Поэтому вполне закономерен тот интерес, который сейчас проявляется во всех странах к прессованию без влажной грануляции и вообще без грануляции порошковых материалов. Процесс прессования негранулированных порошков получил название прямого прессования.

В последние 10—15 лет прямым прессованием в СССР и за рубежом занимался ряд институтов, исследовательских лабораторий, промышленных предприятий, накоплен большой теоретический и экспериментальный опыт. Особенно интересна работа [59], обзорного характера, включающая анализ результатов большого количества исследований.

Несмотря на это, объем порошков, таблетлируемых прямым прессованием, все еще недостаточен. Такое положение объясняется тем, что использование прямого прессования связано с решением нескольких сложных проблем и в первую очередь с: повышением сыпучести мелкодисперсных порошковых материалов; улучшением прессуемости порошковых материалов; получением однородной по объему многокомпонентной смеси.

Имеются и другие вопросы, связанные с прямым прессованием, число которых возрастает по мере расширения номенклатуры прессуемых порошков.

## СПОСОБЫ ПОДГОТОВКИ ПОРОШКА К ПРЕССОВАНИЮ

Первая проблема — повышение сыпучести порошка — наиболее значительная и сложная. Она являлась предметом многих теоретических и экспериментальных исследований. Была установлена связь сыпучести порошков с их физико-химическими свойствами: формой и размерами частиц, плотностью, лиофильностью, межчастичным трением, электропроводностью. Исследования показали, что лучшей сыпучестью обладают порошки с кубической кристаллической системой [22, 51]. В связи с разнообразием физико-химических свойств лекарственных порошков и несовершенной методикой экспериментов были сделаны очень осторожные выводы о возможности широкого применения метода прямого прессования. Так, в большинстве работ отмечалось, что только около 10—20% лекарственных порошков можно прессовать без грануляции.

Такие прогнозы, конечно, не могли не отразиться на темпах внедрения прямого прессования. Этому помогло также совершенно недостаточное количество экспериментальных исследований по прямому прессованию на лекарственных порошках.

Большинство экспериментальных исследований было посвящено изучению влияния на сыпучесть одного какого-то фактора. Это сыграло некоторую положительную роль, позволив наметить следующие основные направления решения первой проблемы: 1) направленное изменение форм и размеров частиц порошков во время кристаллизации; 2) применение специальных дополнительных веществ, улучшающих технологические свойства лекарственных порошков; 3) создание новых дозирующих устройств роторных таблеточных машин, обеспечивающих стандартную массу таблеток.

Направленное изменение форм и размеров частиц порошков во время их кристаллизации на первый взгляд кажется очень перспективным. По данным обширных экспериментальных исследований, порошкообразные вещества являются полидисперсными кристаллическими системами и состоят из частиц разных форм и размеров [18].

Существует шесть типов кристаллических систем: кубическая, гексагональная, тетрагональная, ромбическая, моноклиническая, триклиническая. Лучшей текучестью обладают порошки с частицами кубической систе-



мы. Они могут прессоваться без грануляции, но на их долю приходится всего около 10% общего количества применяемых лекарственных порошков. Остальные порошки, как правило, гранулируются. Однако следует учесть, что текучесть зависит не только от формы частиц, но и от их размеров. Обычно размеры частиц лекарственных порошков колеблются от нескольких микронметров до 1—2 мм. Форма и величина кристаллов зависят от направленности их связи во время кристаллизации.

Заслуживает внимания способ получения кристаллического порошка ацетилсалициловой кислоты [48]. Ее кристаллы, полученные по обычной технологии, имеют вид пластин и отличаются недостаточной сыпучестью. Кристаллы же, полученные по новому способу, напоминают гранулы более или менее равноосной формы и поддаются прямому прессованию.

Американская фирма, освоив новый способ кристаллизации ацетилсалициловой кислоты, начала также производить порошки с кристаллической решеткой, напоминающей кубическую.

В работах этого направления приводится перечень нескольких лекарственных веществ, полученных для прямого прессования. Однако подобных исследований опубликовано пока мало и они затрагивают незначительную часть лекарственных порошков, используемых при таблетировании, в связи с чем по этому вопросу трудно сделать обобщающие выводы [36].

Значительно больше исследований проведено по применению различных вспомогательных веществ для улучшения технологических свойств порошков и возможности прямого прессования.

В некоторых случаях в качестве дополнительных веществ рекомендуются крахмал, молочный сахар, аэросил, кукурузный крахмал, тальк, стеарат магния. Композиции этих вспомогательных веществ позволили получить прямым прессованием таблетки почти 40 наименований. Качество таблеток было хорошим.

Часто использовали натрийкарбоксиметилцеллюлозу, твин-80 и др. Широко применяли лактозу, содержащую не менее 50% В-лактозы, обладающую хорошими связывающими свойствами и растворимостью.

В литературе отмечено, что гранулированный маннит значительно облегчает и ускоряет процесс прямого таб-

летируются, и приведен ряд патентов иностранных фирм на простые и экономически выгодные способы прямого прессования, в которых используются сухая порошкообразная сыворотка, кислый или нормальный трикальцийевый фосфат, полиэтиленгликоль, желатин или полисахариды. Из полисахаридов наиболее пригодны целлюлоза и ее производные — карбоксиметилцеллюлоза, метилцеллюлоза, этилцеллюлоза, гидроксиметилцеллюлоза, алгиновая кислота, галопротаманон, трагант, гуммиарабик. Описываются способы прямого прессования витамина С с пикоренамидом и витамина Е. Кроме этого, в литературе сообщается о применении гидрокарбоната натрия, хлорида натрия, карбоната магния, гидроксид алюминия, сорбита, аэросила, фосфористого кальция [36].

В настоящее время на отечественных заводах более 15 препаратов таблетуются прямым прессованием без изменения прописей, однако этот вопрос в нашей периодической литературе еще недостаточно хорошо освещен.

В последние годы за рубежом рекламируются таблеточные машины, способные осуществлять прямое прессование. Это стало возможным благодаря созданию усовершенствованных питателей-дозаторов.

В работе [12] обращается внимание на возможность значительного повышения производительности питателей-дозаторов при использовании воздействия вибрации на поток порошкового материала и вакуумирования. Экспериментальные сравнительные исследования питателей-дозаторов, различных по конструкции и способу действия, были проведены в Ждановском филиале Проектно-конструкторского бюро медицинской промышленности. Испытывались дисковые, шнековые, вибромеханические, электровибрационные и вакуумные питатели. Испытание приводилось на специально изготовленной установке и показало наибольшую эффективность вакуумного питателя. Для исследований были отобраны малосыпучие гранулированные порошки — аналгин, окситетрациклин и др. Зазор между пуансоном и матрицей колебался от 30 до 50 мкм и не превышал зазора в пресс-инструменте, серийно выпускаемом на ЖЗТО. Вакуум создавался вакуумным насосом типа НВР производительностью 3 л/с. Колебание средней массы таблеток при вакуумировании было в пределах  $\pm 3\%$  при диаметре таблетки 5 мм. Оказалось, что при этом способе заполнения

происходит уплотнение порошка и объем дозы при одной и той же массе порошка по сравнению с дисковым питателем уменьшается на 30—40%, а длина питателя по дуге расположения матриц — на 50—60% при окружной скорости 50 м/мин. Качество таблеток по всем параметрам удовлетворяет требованию стандарта.

На Ленинградском химико-фармацевтическом заводе были проведены эксперименты по прямому прессованию с использованием вакуумного питателя нескольких лекарственных препаратов: цитрамона, аскофена, фурацилина, циклодола. Порошки были составлены без изменения стандартного состава прописи, но без грануляции. Диаметр таблетки 5 мм; заполнение производилось в рамочном питателе в вакууме и без него.

Исследования показали, что использование вакуума при одних и тех же окружных скоростях ротора повышает массу таблеток на 10—70%.

При прессовании цитрамона без вакуума заполнение матриц было неудовлетворительным и таблетки не получались.

Самое большое увеличение массы дозы при вакуумном заполнении было у аскофена (70%), наименьшее — у фурацилина (10%). Разность масс у таблеток, спрессованных в вакууме, не превышала стандарта ( $\pm 5$ ), зато у таблеток, спрессованных при отключенном вакууме, эта разность доходила до  $\pm 15\%$ .

С целью выявления влияния вакуума, создаваемого внутри матрицы во время ее заполнения, на точность массы дозы были проведены исследования на роторном таблеточном прессе РТМ-12 с рамочным питателем. Применение последнего обусловлено желанием исключить влияние лопастных ворошителей, способствующих заполнению. Для исследования были взяты следующие препараты: глибутид в гранулах и порошок, порошок ацетилсалициловой кислоты, грануляты норсульфазола, фуралина, глюкозы и пургена. Окружная скорость прессования была около  $0,24 \text{ м} \cdot \text{с}^{-1}$ . Диаметр таблеток 9 мм. Методика эксперимента следующая. Были спрессованы партии таблеток из каждого препарата, затем у каждой партии определены средняя масса и средняя механическая прочность. Массу определяли взвешиванием на лабораторных весах с точностью до  $1 \cdot 10^{-3} \text{ г}$ . Механическую прочность определяли на приборе ЖЗТО. По замерам таблеток каждой партии устанавливали средние

значения параметра и его отклонения от математического ожидания. Рассеяние величин определяли по величине среднеквадратического отклонения  $\sigma'$ . Считали, что поле рассеяния ограничено величиной  $\pm 3\sigma'$ . Вакуум все время поддерживали постоянным — 0,06—0,07 МПа.

Одновременно прессовали таблетки из тех же порошков, но без вакуума. В табл. 19 приведены результаты

Таблица 19  
Влияние вакуумирования на свойства таблеток

Препарат	Состав препарата	Метод получения	Среднее значение массы, г	Отклонение массы, %	Среднее значение механической прочности, МПа	Отклонение всех прочностей, %
Глибутид	Гранулят »	С вакуумом	0,2391	11,27	0,69	14,75
		Без вакуума	0,2257	17,33	0,58	29,15
Глибутид	Порошок »	С вакуумом	0,1040	43,53	0,16	107,72
		Без вакуума	0,2429	14,37	0,64	32,00
Ацетилсалициловая кислота	Порошок »	С вакуумом	0,2338	23,23	0,32	111,11
		Без вакуума	0,2838	9,28	0,90	51,06
Норсульфазол	Гранулят »	С вакуумом	0,2724	16,58	0,88	52,55
		Без вакуума	0,2352	13,87	0,63	28,92
Фуралин	Гранулят »	С вакуумом	0,2061	19,54	0,50	57,97
		Без вакуума	0,2276	17,98	0,83	51,08
Глюкоза	Гранулят »	С вакуумом	0,2186	23,92	0,81	105,43
		Без вакуума	0,2258	9,86	0,55	42,85
Пурген	Гранулят »	С вакуумом	0,2154	14,27	0,50	93,59
		Без вакуума				

исследований. Нужно отметить, что отклонения средней массы таблеток всех партий различных порошков были большими, чем допускается стандартом. Это объясняется прежде всего тем, что использовался питатель рамочного типа. Однако в рассматриваемом случае это не имело значения, так как представляли интерес лишь результаты сравнения.

У всех исследуемых порошков средняя масса таблеток была больше при вакуумном заполнении, а рассеяние масс партии таблеток меньше. Пределы рассеяния масс при вакуумном наполнении гранулятов были меньше на 30—50%, чем у негранулированных порошков.

При прессовании негранулированных порошков пределы отклонений масс достигали 40%. Во всех случаях гранулированные порошки имели большую среднюю

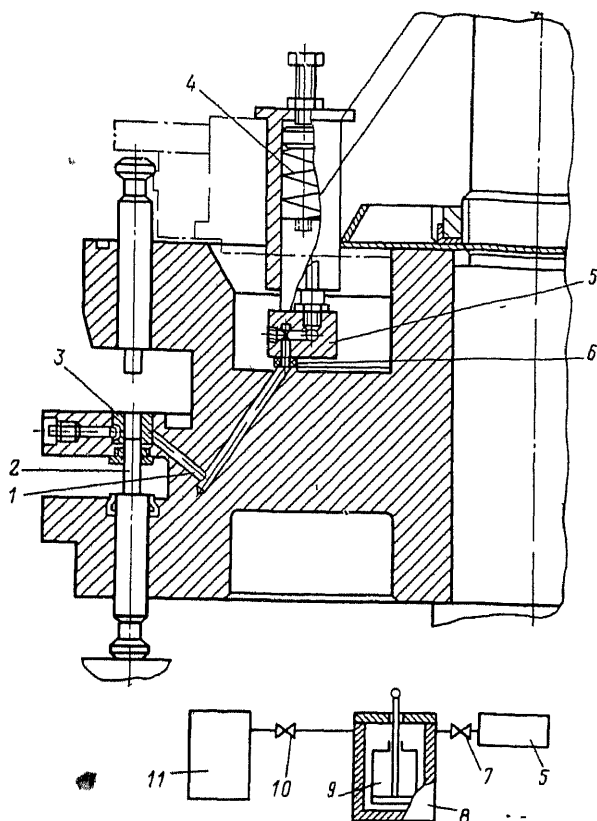


Рис. 50. Узел вакуумной загрузки роторной таблеточной машины.

массу таблеток и меньшие пределы отклонений. Особенно это сказалось на величине средней механической прочности и ее поле рассеяния

Ждановский филиал Ленинградского научно-производственного объединения «Прогресс» Минмедпрома в 1978 г. закончил разработку новой модели промышленного образца высокопроизводительной роторной таблеточной машины для прямого прессования. Максимальная производительность 150 тыс. таблеток в час, наибольший диаметр таблеток 12 мм, усилие прессования 150 кН.

На рис. 50 показан узел прессования этой машины. Воздух из внутренней полости матрицы 3 через боковые

зазоры между нею и нижним пуансоном 2 по каналу 1, просверленному в роторе, отсасывается вакуумным насосом 11 с помощью золотника 5. Так как золотник 5 неподвижен, то с целью уменьшения его износа при вращении ротора и достижения хорошего уплотнения между ротором машины и золотником находится фторопластовая прокладка 6. Золотник прижимается к ротору с помощью спиральной пружины 4. Перед вакуумным насосом 11 установлен фильтр 8 с фильтрующими элементами 9. Порошок, уловленный в фильтре 8, может быть повторно использован. Во время очистки фильтра 8 вентили 7 и 10 закрыты. Конструкция этой машины отличается от ранее описанной необходимостью установки сравнительно сложного золотника. Это явилось следствием размещения большого количества матриц по периметру ротора. Большое количество матриц позволило увеличить производительность, но лишило возможности просверлить радиально сходящиеся к центру ротора каналы для отсоса воздуха, так как в центре ротора каналы слились в сплошное кольцо.

Недостатками этой конструкции являются сравнительно сложный узел золотникового воздухораспределения и наличие трущихся частей, которые в зависимости от абразивности прессуемого порошка могут быстро изнашиваться. Износ золотника 5 или фторопластовой прокладки 6 приведет к увеличению между ними зазора и падению вакуума. Кроме того, расположенные под углом пересекающиеся каналы сложны в изготовлении и требуют специальной технологической оснастки и инструмента. Заслуживают серьезного внимания еще два направления повышения сыпучести порошковых материалов — прессовое гранулирование и гранулирование в псевдокипящем слое.

Прессовое гранулирование заключается в уплотнении порошков и их смесей в специальных грануляторах без увлажнения до получения прочных, примерно одинаковых по форме гранул.

На рис. 51 схематично показана шнековая машина, состоящая из корпуса 1, червяка 2, перфорированного диска 3, ножа 4. В этой машине при вращении червяка 2 порошковая масса перемещается, уплотняется и продавливается через перфорированный диск 3. Нож 4 периодически срезает на установленный размер (длину) гранулы.

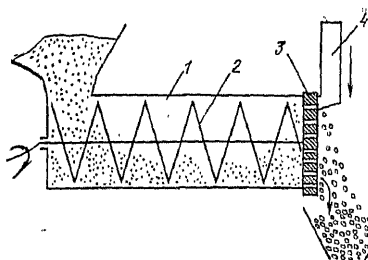


Рис. 51. Шнековая машина для прессового гранулирования.

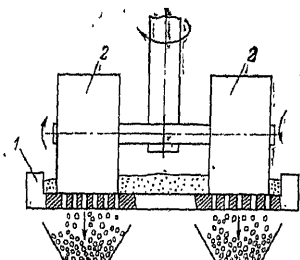


Рис. 52. Машина с двумя бегунами для прессового гранулирования.

Пресс-гранулятор (рис. 52) содержит плоскую неподвижную горизонтальную матрицу 1 с перекатывающимися по ней прессующими роликами 2, имеющими привод от вертикального вала, расположенного в центре матрицы.

На рис. 53 приведены принципиальные схемы валковых грануляторов, в которых рабочими органами являются полые или сплошные валки 1 и 2. Вращаясь в разные стороны, они захватывают порошковую массу и продавливают ее через отверстия в стенке полых валков. Внутри полых валков установлен нож 3, срезающий гранулы. Готовые гранулы из внутренней полости полых валков сыплются в приемный бункер 4.

На рис. 54 схематично показан вариант валкового гранулятора с прессующим валком 1, расположенным внутри полого неподвижного матричного валка 2. Порошковая масса подается во внутрь полого валка 2 и продавливается через радиальные каналы в нем с помощью вращающегося сплошного валка 1.

Наибольший интерес представляет одна из последних моделей гранулоформирующих машин фирмы «Hutt» (рис. 55). Полые, прессующие валки 1 и 2 имеют зубчатую наружную поверхность, а для принудительной подачи порошковой массы установлен вертикальный шнек 3. Фирма выпускает машины и с горизонтальным расположением шнека. Выпускаются машины для сухой грануляции с широким диапазоном часовой производительности (10—1000 кг). Размер и форма гранул зависят от размера и формы отверстий в матрицах и валках. Обычно гранулы имеют размер от 1 мм и более.

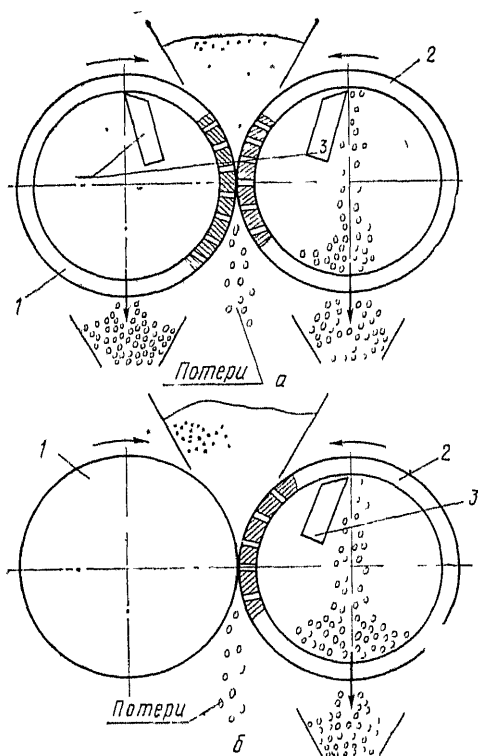


Рис 53 Валковые машины для прессового гранулирования

а — с двумя перфорированными валками, б — с одним перфорированным валком

Рассмотренные гранулоформирующие машины имеют серьезные недостатки. Шнековый гранулятор (см. рис. 51) не обеспечивает высокую производительность при плохосыпучих порошках, одинаковую плотность и прочность гранул. Кроме того, при прессовании абразивных порошков значителен износ рабочих органов гранулятора, в результате чего происходит снижение производительности и загрязнение гранул продуктами износа.

Еще больше затруднены регулировка дозы поступающих порций порошка и усилия прессования в пресс-грануляторе (см. рис. 52).

Такие же недостатки и гранулятора с внутренним прессующим роликом. В этой конструкции тоже невоз-



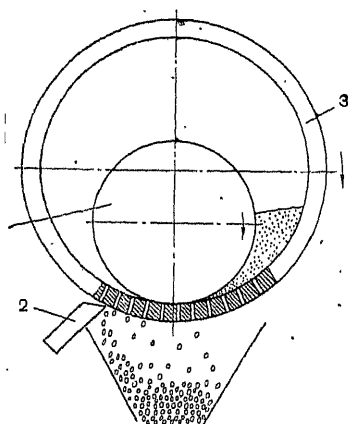


Рис. 54. Валковая машина для прессового гранулирования.

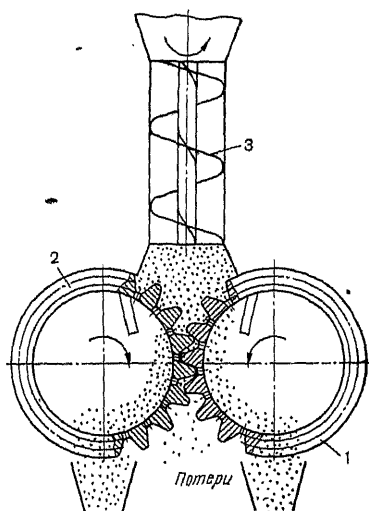


Рис. 55. Пресс-гранулятор фирмы «Hutt».

можно регулировка усилий прессования, неизбежно просыпание порошка через отверстия, что приводит к потерям и ухудшению качества гранулята. Гранулятор с зубчатыми вальцами и шнеком (см. рис. 55) позволяет регулировать дозировку порошка, плотность и прочность гранул. К недостаткам этого гранулятора относится сложная регулировка дозирования порошка для получения заданных по массе гранул, так как требуется взаимосвязанная регулировка числа оборотов шнека и зубчатых валков. При необходимости получения плотных и прочных гранул значительно увеличивается износ рабочих органов гранулятора. Замена изношенных шнека и валков равноценна замене всего устройства и обходится дорого. Помимо того, и в этом грануляторе неизбежно просыпание порошка через отверстия в полых вальцах и между ними.

Описанные конструкции грануляторов служат для так называемого прессового гранулирования. Гранулы, полученные в результате прессового гранулирования, имеют высокую дисперсность, прочную структуру, одинаковую форму и массу. Прессовое гранулирование, не-

смотря на недостаточную изученность, широко применяется в СССР и за границей. По своей сущности прессовое гранулирование относится к типичным процессам, разрабатываемым физико-химической механикой дисперсных структур, поскольку при этом стремятся получить определенную структуру с помощью механического воздействия, которое сводится в основном к сдвигу и объемному сжатию. Один из самых сложных вопросов прессового гранулирования — это оптимизация формы и размеров отверстий, через которые продавливается и уплотняется порошок. Прочность и плотность гранул зависят от формы и размеров отверстия, а также от прикладываемого давления, которое может быть очень большим (1000—2000 МПа). Большое значение при прессовом гранулировании имеет правильный подбор вспомогательных веществ. Нужно отметить, что прессовое гранулирование в настоящее время начинает широко применяться в различных отраслях народного хозяйства [13].

Гранулирование в кипящем слое происходит в аппарате для гранулирования и сушки таблеточных смесей, разработанным и выпускаемом Ленинградским научно-производственным объединением «Прогресс». Процессы смешивания, увлажнения, гранулообразования, сушки гранул и их опудривания скользящими веществами осуществляются в автоматическом режиме в сушилке-грануляторе.

Фактически в этой сушилке производят влажную грануляцию по новой технологии. Принцип действия заключается в следующем. Резервуар с исходными компонентами на тележке закатывается в аппарат, поднимается пневмоцилиндром и уплотняется с обечайкой распылителя. Исходные компоненты псевдоожижаются, перемешиваются и через распылитель-форсунку опрыскиваются гранулирующим раствором; происходит грануляция смеси с одновременной сушкой. Реле времени обеспечивает последовательность и необходимую продолжительность операций, а также цикличность и длительность процесса встряхивания рукавных фильтров и синхронной с ним работы заслонки, закрывающей и открывающей патрубок вентилятора и обеспечивающей качественное смешивание компонентов таблеточной смеси и опудривание гранулята.

Масса загружаемой смеси на один цикл в аппарат модели 503Р-АК 30 кг, продолжительность одного цикла

20÷120 мин (в зависимости от физико-химических и технологических свойств исходных компонентов). Производительность вентилятора не менее 1500 м<sup>3</sup>/ч, давление сжатого воздуха для распыления гранулирующего раствора 0,3—0,4 МПа, температура воздуха, поступающего в резервуар, 20—70°C.

Эта технология получения таблеточных гранулятов имеет ряд преимуществ по сравнению с классической технологией и прежде всего за счет сокращения производственного цикла, производственных площадей, затрат на оборудование, трудоемкости, энергоемкости. По данным Ленинградского химико-фармацевтического завода [35], благодаря применению этой технологии значительно улучшилось качество гранул, примерно в 10 раз сократилась продолжительность производственного цикла приготовления гранул, почти полностью ликвидировалось пылеобразование, уменьшилось тепловыделение, сократилось количество оборудования.

Необходимо отметить, что благодаря применению сухой грануляции и грануляции в кипящем слое создаются условия для полной механизации и автоматизации процесса получения гранул и таблеток.

Однако, безусловно, самым экономичным способом получения таблеток является прямое прессование.

Сухое и тем более влажное гранулирование в сушилках-грануляторах связано с дополнительными затратами и оборудованием. Поэтому все порошки, которые можно прессовать без грануляции с использованием вакуума, должны прессоваться прямым способом.

#### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРЕССОВАНИЯ НЕГРАНУЛИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ

Большой интерес представляет знание характера поведения негранулированных порошков при уплотнении и прежде всего зависимости основных качественных характеристик таблетки (прочности и плотности) от давления прессования. Неоднократно указывалось, что с уменьшением дисперсности системы увеличивается необходимое давление прессования. Однако нет опубликованных работ по этому вопросу для прямого прессования порошковых материалов. В исследованиях [59] не смогли быть получены таблетки прямым прессованием из партии в 25 порошков только 3 из них, наиболее мел-

кодисперсные; хинина сульфат, фенилцинхоновая кислота и животный уголь. Размер их частиц был менее 15—20 мкм. Автор работы делает предположение о необходимости увеличения давления прессования для этих порошков. Результаты исследований последних лет по прессованию негранулированных порошков и их смесей позволили сделать вывод, что практически не существует порошковых материалов, не поддающихся прямому таблетированию. Однако результаты экспериментов, проведенных В. А. Белоусовым в 1977—1978 гг. совместно с Н. Л. Ельчиным и В. Ф. Фединым, показали, что характер прессования и свойства таблеток могут значительно различаться при прямом и обычном прессовании.

Порошки прессовали со скоростью  $0,001 \text{ м} \cdot \text{с}^{-1}$  при комнатной температуре. Прессование происходило в интервале давлений от 0 до 300 МПа, на универсальной разрывной машине фирмы «MOHR» и «Federhaff» с ценой делений шкалы 10 кгс. Нагружение при определении зависимости плотности от давления прессования носило непрерывный характер, а при исследовании зависимости прочности таблеток от давления прессования — дискретный. Диаметр цилиндрической прессовки равнялся 12 мм, высота — около 0,4 диаметра; массу таблеток определяли их взвешиванием на аналитических весах с точностью до  $\pm 10^{-3}$  г. Таблетки глюкозы, пургена, глибутида, фуралина прессовали как из гранулята, так и из порошковой смеси. Гранулят порошков был изготовлен на Ростовском заводе имени Октябрьской Революции и в объединении «Олайнфарм» (Рига) по общепринятой технологии (влажная грануляция). Порошковые смеси этих материалов были отобраны после смешивания перед увлажнением.

Нужно отметить, что негранулированные порошки, как правило, чрезвычайно мелкодисперсны и имеют самые разнообразные формы кристаллов. В основном именно эти факторы (размеры, форма и прочность отдельных кристаллов) влияют на характер поведения порошков при уплотнении и прессовании. Большое значение имеет также температура плавления порошка.

На рис. 56 приведены зависимости плотности прессовки от давления прессования для ряда негранулированных, однокомпонентных порошковых материалов. В логарифмических координатах эти зависимости в диапазоне рабочих давлений имеют вид прямых (рис. 57).

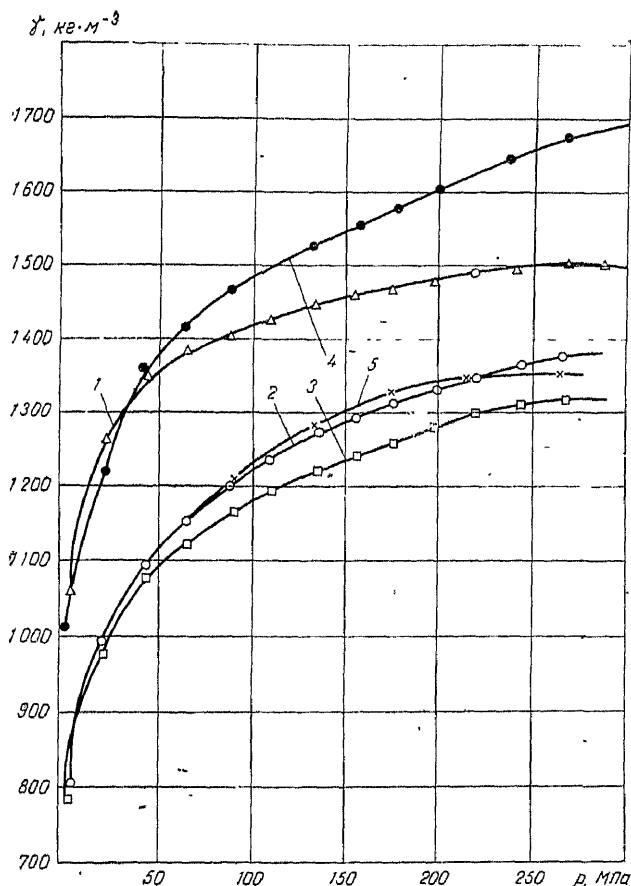


Рис. 56. Зависимости плотности прессовки от давления прессования для негранулированного порошка в обычных координатах.

1 — ацетилсалициловая кислота; 2 — хинина сульфат; 3 — фенолфталеин; 4 —  $MgO$ ,  $5B_2O_3$ ; 5 — крахмал.

Таким образом, зависимость  $\gamma-p$  можно описать уравнением Бальшина:

$$m \lg \gamma = -\lg p + \lg p_{\max}.$$

Представляло большой интерес сравнение зависимости  $\gamma-p$  для многокомпонентных смесей в порошке и гранулированном виде.

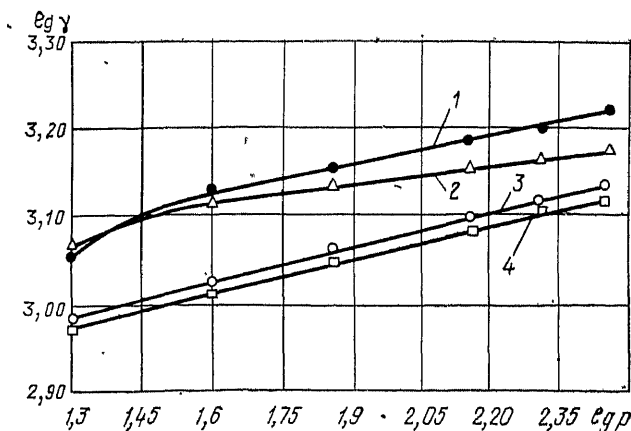


Рис. 57. Зависимости плотности прессовки от давления прессования для негранулированного порошка в логарифмических координатах. 1 — MgO; 5B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 2 — ацетилсалициловая кислота; 3 — хинина сульфат; 4 — фенолфталин.

На рис. 58 приведены зависимости  $\gamma$ — $p$  для фуралина и пургена. Кривая 3 построена для смеси фуралина, подготовленной к таблетированию (гранулированная и опудренная масса), состоящей из фуралина, лактозы, крахмала, стеариновой кислоты, сахара и твина-80. Кривая 1 построена для порошка того же состава, но без грануляции и опудривания, кривая 2 — для гранулированной смеси только из фуралина, лактозы и крахмала. Кристаллический порошок фуралина состоит из мелких кристаллов ромбической и сильно вытянутой ромбической формы с размером отдельных частиц от 6—7 до 60—100 мкм. Частицы лактозы и крахмала состоят из более или менее сферических, мелких (до 80—100 мкм) частиц. Препарат фуралина обладает хорошей сыпучестью. Гранулированный фуралин имеет размер отдельных гранул от 50 до 400 мкм. Видимо-небольшая разница в размерах отдельных частиц и хорошая текучесть всех составов порошковых смесей позволили получить сравнительно компактный пучок кривых. Несмотря на это, разница в давлении прессования для получения одной и той же плотности для разных порошков фуралина значительна и составляет в интервале давлений от 100 до 250 МПа около 50 МПа.

Характерным для этого препарата была более высокая плотность прессовок для самой мелкой фракции.

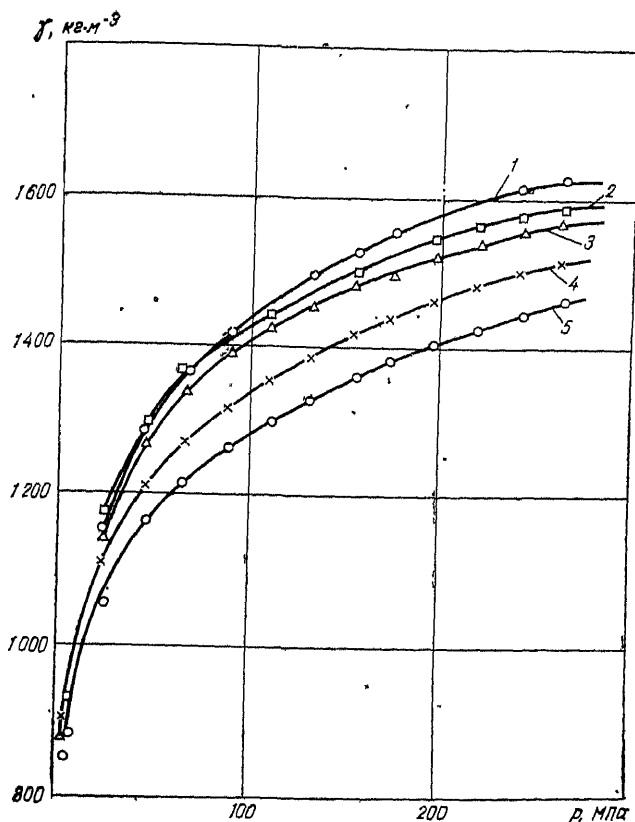


Рис. 58. Влияние состояния порошковых смесей на зависимость  $\gamma$ — $P$ .  
1 — фуралин в порошке; 2 — фуралин гранулированный после опудривания;  
3 — фуралин гранулированный до опудривания; 4 — гранулят пургена; 5 — порошок пургена.

Это вообще несколько расходится с традиционным представлением о влиянии размера частиц на плотность прессовок. Скорее всего здесь сказалось то, что частицы гранулированного препарата фуралина сравнительно невелики, а форма частиц всех фракций почти одинакова. Возможно, в какой-то степени имеет значение разница в составе смесей. Во всяком случае сравнительно значительное снижение плотности трехкомпонентного порошка фуралина (см. рис. 58, кривая 2), безусловно, объясняется отсутствием в нем вспомогательных веществ — стеариновой кислоты и твина-80.

При прессовании препарата пургена характер уплотнения порошковой смеси был иным. Гранулят пургена имел большую плотность, прессовки, чем порошок, и разницы в давлениях прессования для одной и той же плотности была более существенной (см. рис. 58, кривые 4 и 5).

Следует отметить, что отдельные частицы гранулята превышали размеры частиц порошка почти в 10 раз. Порошок пургена состоит из кристаллов самой разнообразной формы и размеров. Размеры отдельных кристаллов были от 10—15 до 120—160 мкм. Гранулят пургена имел значительно больше частиц округлой формы с максимальным размером 150—200 мкм. Кроме того, различие кривых прессования может быть обусловлено влиянием вспомогательных веществ, вносимых во время опудривания гранулята. В связи с этим представляет интерес выявление влияния на характер уплотнения только одного из этих факторов — величины частиц. Для этого гранулят глибутида был рассеян на 9 фракций: 0,05; 0,063; 0,10; 0,16; 0,20; 0,40; 0,63; 1,00 и 1,60 мм. Форма гранул во всех фракциях была овальной, влажность около 3,88%. Часть гранулята глибутида была измельчена растиранием до величины частиц менее 0,05 мм ( $\sim 15$ —20 мкм).

Помимо того, на 8 фракций был рассеян порошок ацетилсалициловой кислоты: 0,05; 0,063; 0,10; 0,20; 0,315; 0,40; 0,63 и 1,00 мм. Девятая фракция состояла из растертых кристаллов ацетилсалициловой кислоты с частицами размером менее 0,05 мм. Влажность порошка была в пределах 2,23%. Форма кристаллов во всех фракциях была вытянутой, в виде палочек, с соотношением длины и диаметра около 3 : 4.

Таким образом, химический состав и форма частиц в каждой фракции этих двух порошков практически были одинаковыми и менялись только их размеры.

В первых исследованиях, описанных в этой главе, характер нагружения при построении кривых  $\gamma$ — $p$  был непрерывным.

Высоту прессовки замеряли непрерывно по перемещению нижнего пуансона с помощью индикаторной головки с цепой деления 0,01 мм.

При прессовании рассеянных на фракции глибутида и ацетилсалициловой кислоты характер нагружения был дискретный, причем одновременно определяли не только



ность прессовки рассчитывали по формуле:

$$\gamma = \frac{4G_{\text{ср.пр}}}{\pi d^2 h_{\text{ср.пр}}},$$

где  $\gamma$  — плотность в  $\text{кгм}^{-3}$ ;  $d$  — диаметр таблетки в м;  $h$  — средняя высота прессовки из партии в  $n$  штук, равная

$$h_{\text{ср.пр.}} = \frac{\sum_{i=1}^n h_i}{n};$$

$G_{\text{ср.пр}}$  — средняя масса прессовок, равная  $\frac{\sum_{i=1}^n G_i}{n}$ .

В опытах  $n$  было не менее 3.

Механическую прочность прессовок определяли по ранее описанной методике. Высоту прессовки замеряли микрометром с ценой деления 0,01 мм с допускаемой погрешностью измерения  $\pm 4$  мкм. Массу прессовки определяли на аналитических весах с погрешностью измерений  $1 \cdot 10^{-3}$  г.

На рис. 59 приведены зависимости  $\gamma$ — $p$  для гранулята глибутида. Оказалось, что самая высокая плотность была у фракции с частицами размером 0,063 мм (см. рис. 59, кривая 3), а самая низкая — у фракции с гранулами размером 0,63 мм (см. рис. 59, кривая 7). Вообще значительная разница плотностей прессовок для различных фракций наблюдалась до сравнительно высокого давления (220 МПа). Видимо, с увеличением давления прессования разница плотностей прессовок должна уменьшаться или совсем исчезнуть, но эти давления прессования выходят за пределы рабочих и нами не исследовались.

Отметим, что различие плотностей прессовок некоторых фракций с ростом давления прессования несколько увеличивалось в исследуемом диапазоне давлений (см. рис. 59, кривые 1 и 3, 6 и 9, 8 и 9). Самая мелкая фракция, состоящая из растертого гранулята, имела одну из наиболее высоких плотностей (см. рис. 59, кривая 1). Это не расходится с данными о пористости порошков с более или менее правильной сферической формой частиц (см. главу IV, табл. 13).

По-видимому, отклонение формы частиц гранулята от сферической с точки зрения наибольшей плотности

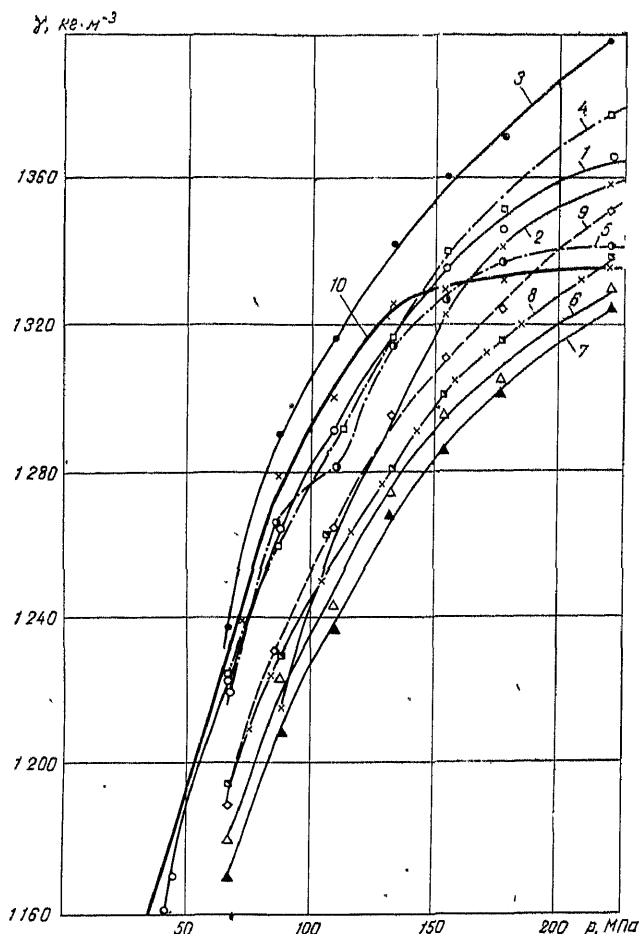


Рис. 59. Влияние размера частиц фракций гранулята глибутида на зависимость  $\gamma$ — $p$ .

1 — размер частиц менее 0,05 мм; 2 — 0,05 мм; 3 — 0,063 мм; 4 — 0,1 мм; 5 — 0,2 мм; 6 — 0,4 мм; 7 — 0,63 мм; 8 — 1 мм; 9 — 1,6 мм; 10 — гранулят глибутида.

упаковки их наиболее благоприятно сказалось для фракции с частицами размером 0,063 мм.

Совершенно иным был характер уплотнения порошка ацетилсалициловой кислоты. Форма кристаллов значительно отличалась от сферической, и самая высокая плотность прессовок при одном и том же давлении была

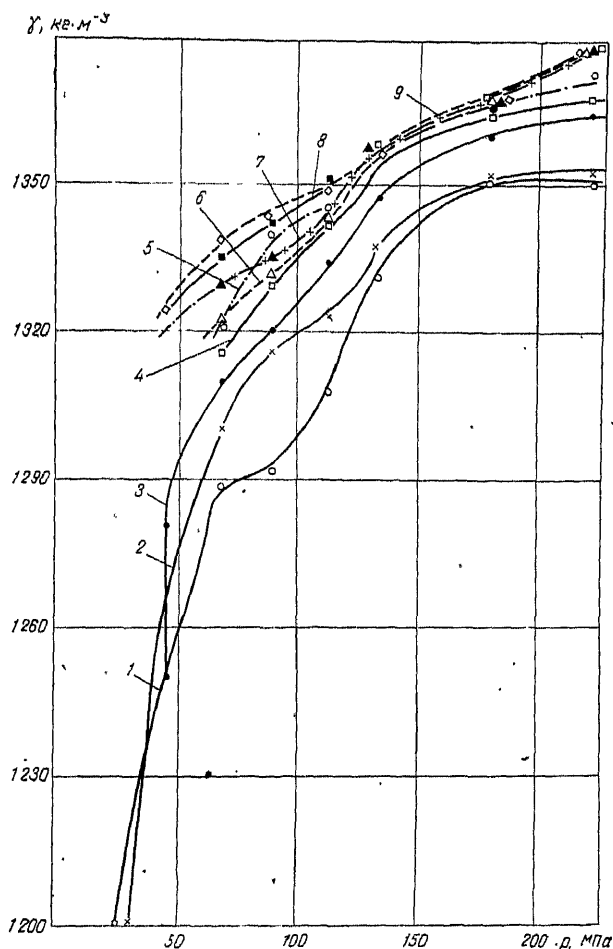


Рис. 60. Влияние размера частиц фракций порошка ацетилсалициловой кислоты на зависимость  $\gamma$ — $p$ .

1 — размер частиц менее 0,05 мм; 2 — 0,05 мм; 3 — 0,063 мм; 4 — 0,1 мм; 5 — 0,2 мм; 6 — 0,315 мм; 7 — 0,4 мм; 8 — 0,63 мм; 9 — 1 мм.

у наиболее крупной фракции (рис. 60, кривая 9), причем плотность прессовок возрастала с увеличением размера кристаллов. Разница плотности прессовок различных по мере увеличения давления прессования уменьшалась, и при 220 МПа плотность прессовок из всех фракций за исключением двух самых мелких почти

сравнялась. Например, плотность фракции с кристаллами размером 1 мм отличалась от плотности фракции с кристаллами размером 0,063 мм в пределах 1% (см. рис. 60, кривые 9 и 3). Нужно отметить, что плотность самой мелкой фракции отличалась, вообще говоря, незначительно (около 2,5%). Плотность прессовок гранулята глибутида различных фракций различалась не сколько больше (6—7%).

Описываемые в этой главе эксперименты проводились с особой тщательностью и точностью, что и позволило получить на кривых прессования участки перегиба. Эти участки при обработке экспериментальных данных наблюдались и ранее. Однако ранее эти перегибы объяснялись погрешностями эксперимента и кривые умышленно выравнивались. Кроме того, как правило, применяемый масштаб при построении кривых прессования не способствовал выявлению участков перегиба. К тому же большинство ранее исследуемых порошков прессовалось в нерассеянном виде. Перегибы при прессовании фракций гранулята глибутида выражены слабо, и кривые прессования фракции по характеру мало отличаются от кривой прессования нерассеянного гранулята (см. рис. 59, кривая 10). При прессовании ацетилсалициловой кислоты перегибы четко выражены. Объяснить участки перегибов кривых прессования можно тем, что в этот момент при уплотнении порошков вся затрачиваемая работа идет на разрушение и измельчение кристаллов. Наиболее ярко выражен участок перегиба у кривой прессования истертого порошка. Он начинается при наименьшем давлении. Истертый порошок состоит из мелких кристаллов продолговатой формы (в виде палочек), прочность которых, вероятно, меньше прочности более крупных кристаллов. У самой крупной фракции порошка ацетилсалициловой кислоты начало разрушения кристаллов начинается при большем давлении прессования. Вполне возможно, что таких перегибов кривых прессования может быть несколько, если расширить пределы давления прессования, а сами уравнения прессования на разных участках могут быть описаны различными математическими выражениями.

Интересно сравнить кривые прессования  $\gamma$ — $p$  для упомянутых препаратов в нерассеянном состоянии (см. рис. 56), которые не имеют перегиба. Скорее всего это связано с тем, что в обычном состоянии у порошков по-

лидисперсный состав. Например, гранулят глибутида имел гранулы размером 0,05 мм — 2,2%; 0,063 мм — 12,5%, 0,10 мм — 12%, 0,16 мм — 5,7%, 0,25 мм — 10%, 0,315 мм — 4,6%, 0,40 мм — 9,5%, 0,63 мм — 10,3%, 1 мм — 10,6%, 1,6 мм — 9,1%, 2,5 мм — 0,5% и менее 0,05 мм — более 12,5%.

Порошок глибутида состоял: 0,05 мм — 1,2%, 0,063 мм — 5,6%, 0,10 мм — 12,8%, 0,16 мм — 8,5%, 0,25 мм — 20%, 0,315 мм — 9,2%, 0,4 мм — 24%, 0,63 мм — 18,2%, 1,0 мм — 0,1% и менее 0,05—0,8%.

Таким образом, благодаря столь неоднородному составу при уплотнении порошка происходит одновременное взаимодействие различных по величине частиц и оглаживание кривых прессования. Это в равной степени относится и к гранулятам, и к порошкам.

На рис. 61 и 62 приведены зависимости механической прочности прессовки от давления прессования. Характер кривых для порошка ацетилсалициловой кислоты и гранулята глибутида значительно различается. Общим для них является то, что наибольшей прочностью обладают прессовки из измельченных частиц (см. рис. 61 и 62, кривые 1). Наименьшей прочности в обоих случаях были прессовки из порошка с частицами размером 0,05 мм, при этом разница в механической прочности прессовок двух соседних фракций с частицами размером 0,05 и 0,015 мм составляла 200—400%. Для объяснения этого факта, видимо, требуется проведение специальных экспериментов. Вобщем прочность прессовок из измельченных порошков или гранулята значительно изменяется в диапазоне давлений прессования.

При прессовании гранулята глибутида почти для всех фракций проявляется следующая закономерность: с увеличением размера гранул увеличивается механическая прочность прессовок. При давлении прессования выше 200 МПа самая высокая прочность была у прессовок из фракции с частицами размером 0,63 мм. Однако эта фракция имела наименьшую плотность. Также заслуживает внимания фракция с частицами размером 0,063 мм. Эта фракция дала таблетки наивысшей плотности, но по прочности они заняли третье место и даже при давлении более 200 МПа прочность прессовок была небольшой. Если внимательно проанализировать кривые, представленные на рис. 59 и 61, то можно заметить, что эта особенность закономерна. Все крупные фракции образу-

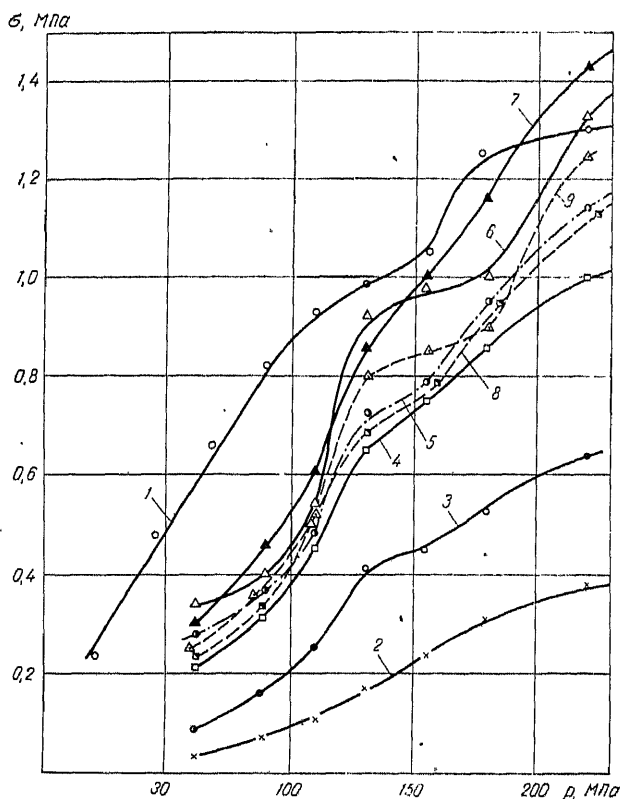


Рис. 61. Влияние размера частиц фракций гранулята глибутида на механическую прочность прессовок.

1 — размер частиц менее 0,05 мм; 2 — 0,05 мм; 3 — 0,063 мм; 4 — 0,1 мм; 5 — 0,2 мм; 6 — 0,4 мм; 7 — 0,63 мм; 8 — 1 мм; 9 — 1,6 мм.

ют таблетки меньшей плотности (кривые 6, 7, 8, 9), но большей механической прочности, а все мелкие фракции — наоборот (см. кривые 2, 3, 4). Правда, при подсчетах плотности и прочности не учитывалось расширение таблеток за счет упругого последействия. Отметим также, что плотность прессовок, вообще говоря, различалась незначительно. Например, разница в плотности прессовок из фракций с частицами размером 1,6, 1, 0,63 и 0,4 мм при давлении 220 МПа составила всего 0,3—0,6%, т. е. практически плотность этих таблеток была

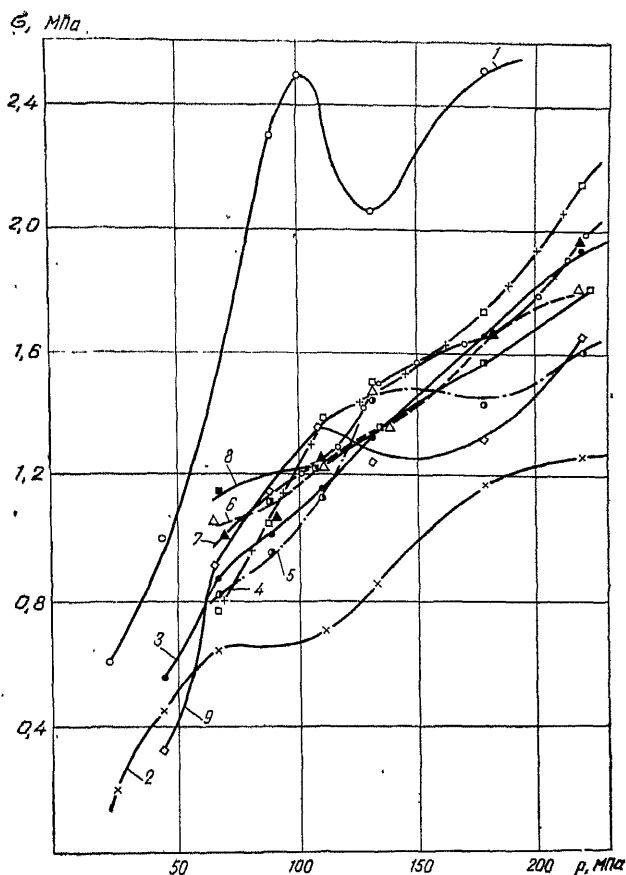


Рис. 62. Влияние размера частиц фракции порошка ацетилсалициловой кислоты на механическую прочность прессовок.

1 — размер частиц менее 0,05 мм; 2 — 0,05 мм; 3 — 0,063 мм; 4 — 0,1 мм; 5 — 0,2 мм; 6 — 0,315 мм; 7 — 0,4 мм; 8 — 0,63 мм; 9 — 1 мм.

одинаковой. Для таблеток из мелких фракций эта разница находилась в пределах 1—1,5%.

Различие механической прочности таблеток из крупных и мелких фракций порошка было большим. Таблетки из фракции гранулята с меньшими частицами имеют большую плотность и меньшую прочность. Это объясняется тем, что у меньших по размерам частиц овальная форма и более плотная упаковка. Такая картина наблюдалась в исследуемом диапазоне давлений прессования.

По мере увеличения давления прессования плотности выравниваются. Наряду с этим, казалось бы, что механическая прочность прессовок должна расти, так как с уменьшением размеров частиц увеличивается суммарная контактная поверхность. Это подтверждается для прессовок из измельченной фракции на значительном интервале давлений (примерно до 180 МПа). Действительно, с увеличением суммарной контактной поверхности увеличиваются силы сцепления и механическая прочность прессовки, но параллельно с этим повышается давление запрессованного внутри прессовки воздуха, который уменьшает механическую прочность прессовок. Для прессовок из измельченной фракции это тоже справедливо: во время измельчения гранул они утратили овальную форму и порошок превратился в смесь с различными по форме частицами, при этом резко возросла контактная поверхность и поэтому при сравнительно небольших давлениях прессования образовывались достаточно прочные таблетки, несмотря на противодействие запрессованного воздуха.

Возможно, что различные по форме частицы, даже несмотря на свою величину, создавали большую сеть внутренних каналов для выхода воздуха, чем при одинаковых овальных частицах. Однако с увеличением давления (свыше 180 МПа) влияние запрессованного воздуха стало сказываться сильнее.

Влиянием запрессованного воздуха можно объяснить очень низкую механическую прочность прессовок из других мелких фракций (кривые 2, 3, 4).

Характерным является увеличение механической прочности с ростом размера гранул, так как с их увеличением улучшаются условия выхода воздуха из прессуемой массы во время уплотнения.

Вполне объяснимо, почему у таблеток из фракции с частицами размером 0,63 мм, имевшей самую малую плотность, была самая высокая механическая прочность при давлении более 180 МПа. Прессовки из этой фракции имели самую низкую плотность или, что то же — самую высокую пористость, создававшую благоприятные условия для выхода воздуха во время уплотнения.

На всех кривых  $\sigma$ — $\rho$  для глибутида были сравнительно четко выражены участки или точки перегиба кривых. На участках перегиба заметно снижается рост механической прочности прессовок с повышением давле-



ния прессования. Несмотря на то что участки перегиба по углу наклона отличались у прессовок из различных фракций, начало перегиба почти всегда было при давлении 125—130 МПа. Нужно отметить, что у всех прессовок, кроме одной (кривая 2), механическая прочность до точки перегиба уже находится в пределах рекомендуемых значений [5], а характер кривых до перегиба был почти одинаковым. Больше других по своему характеру отличается кривая для прессовок из измельченной фракции. В этом нет ничего удивительного, поскольку частицы этой фракции выделялись не только по величине, но и по форме.

Иной характер кривых прессования был при уплотнении ацетилсалициловой кислоты. Кривые  $\sigma$ — $p$  расположились в строгом соответствии с размерами кристаллов (см. рис. 62).

Кривые  $\sigma$ — $p$  имеют более выраженные участки с низкой интенсивностью роста механической прочности при повышении давления прессования. Мало того, у некоторых фракций происходило даже незначительное снижение механической прочности (кривые 1, 5, 9). Точки перегиба находились в интервале давлений 60—100 МПа, меньших, чем для глибутида. Это можно объяснить тем, что прочность кристаллов ацетилсалициловой кислоты несколько меньше прочности гранул глибутида.

Следует сказать, что у этого порошка механическая прочность прессовок уже до точек перегиба была достаточной. Анализ кривых (см. рис. 62) показал, что нужно было бы определить механическую прочность при давлении между 40 и 70 МПа, так как на этом коротком участке происходит образование достаточно прочной таблетки.

Экспериментальные исследования, проведенные с негранулированными порошками, со всею очевидностью показали первостепенное значение для химических лекарственных порошков зависимости механической прочности от давления прессования.

На рис. 63 и 64 приведена зависимость механической прочности таблеток от давления прессования для ряда порошков. Для большинства таблеток, изготовленных из этих порошков, характерна почти линейная зависимость  $\lg \sigma$ — $\lg p$  на участке давления от 30 до 160—180 МПа. Прочность таблеток в этом интервале давлений удовлетворяет требованиям как технологии их производства, так

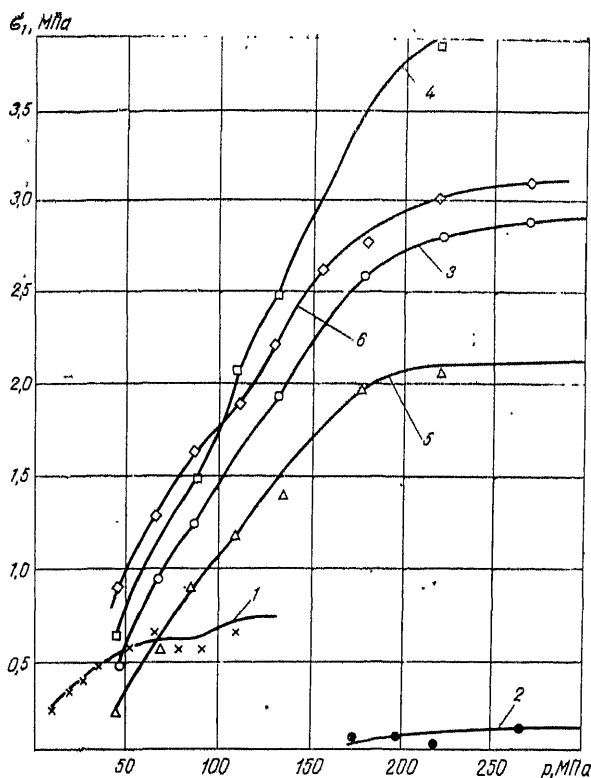


Рис. 63. Зависимость  $\sigma$  —  $p$  для негранулированных порошков.

1 — стеарат кальция; 2 — крахмал; 3 — хлорид сульфат; 4 —  $MgO$ ,  $5B_2O_3$ ; 5 — фенолфталеин; 6 — ацетилсалициловая кислота.

и требования Государственной фармакопеи. Исключением являются только порошки стеарата кальция и крахмала. Крахмал — мелкодисперсный порошок, состоящий из частиц овальной формы; с очень гладкой поверхностью и размером менее 0,07 мм. По-видимому, характер поверхности и определил механическую прочность таблеток. Стеарат кальция тоже очень мелкий порошок с частицами несколько удлиненной формы размером менее 0,02 мм, обладающий низким коэффициентом межчастичного трения.

При сравнении механической прочности таблеток из порошков и гранулятов при одном и том же давлении

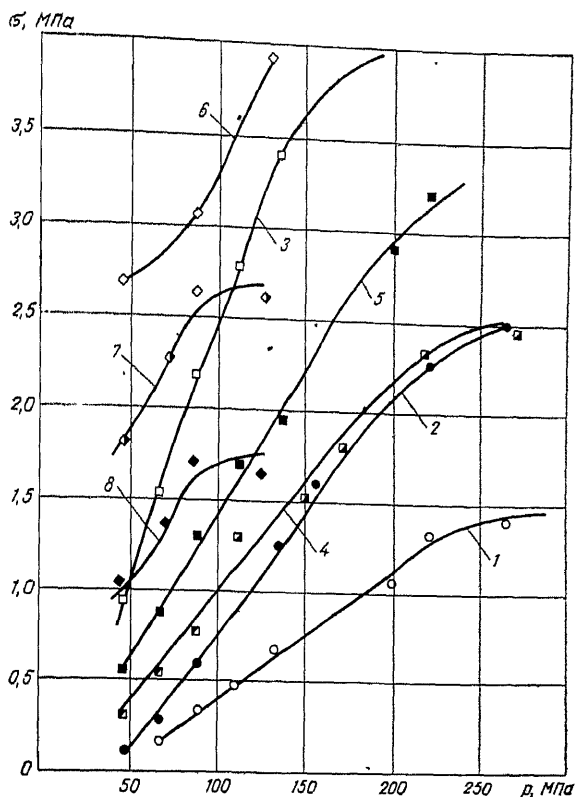


Рис. 64. Влияние гранулометрического состава порошковых смесей на зависимость  $\sigma - p$ .

1 — гранулят пургена; 2 — порошок пургена; 3 — порошок фуралина; 4 — гранулят фуралина после опудривания; 5 — гранулят фуралина до опудривания; 6 — растертый гранулят мочевины с частицами размером менее 0,05 мм; 7 — гранулят мочевины с частицами размером 0,05–0,5 мм; 8 — гранулят мочевины с частицами размером 1,5–2 мм.

прессования во всех случаях механическая прочность таблеток из порошков значительно выше. Для пургена эти значения отличаются почти в 2 раза. Еще большая разница значений прочности таблеток фуралина. Это объясняется несколькими причинами. Прежде всего у порошковых материалов с более мелкими частицами больше развита контактная поверхность и, следовательно, более благоприятны условия для сцепления частиц между собой. Это четко прослеживается при прессова-

нии мочевины с разными размерами частиц (см рис 64) Если при прессовании этих фракций мочевины плотность таблеток практически была одинаковой, то их механическая прочность отличается очень значительно

Кроме того, на снижение прочности гранулированных порошков могут влиять вспомогательные вещества, вносимые во время дополнительного сухого смешивания и опудривания. Дело в том, что стеарат кальция, стеариновая кислота и другие вспомогательные вещества имеют, как правило, низкую механическую прочность. Это видно по кривым прессования порошка фуралина. На рис 64 приведены зависимости для нескольких различных смесей этого препарата. Самая низкая прочность соответствует прессовке из гранулята, прошедшего опудривание стеариновой кислотой, твином-80 и сахаром. Прочность того же гранулята до опудривания (см рис 64, кривая 5) значительно выше.

У негранулированных порошков разброс значений механической прочности был больше, чем у гранулированных. Причиной этого является разный объем запрессованного в таблетке воздуха. При испытании на прочность таблетки, полученные из одного и того же порошка при одном и том же давлении, ведут себя по-разному. Некоторые раскалываются на почти равные половинки, другие расползаются при разрушении, а третьи как бы взрываются. Несмотря на примерно одинаковый состав частиц по размеру и форме в таблетках могут создаваться различные условия для выхода воздуха. Чем больше давление запрессованного воздуха, тем меньше прочность таблетки и больше возможность их расслоения. Для проверки этого был опрессован порошок стеарата кальция при разных скоростях и давлениях прессования. Стеарат кальция — мелкокристаллический порошок с частицами продолговатой формы, размером менее 20 мкм и очень плохой сыпучестью. При прессовании с небольшими скоростями (0,1–1,3 мм с<sup>-1</sup>) прочность таблеток, начиная с давления 70–80 МПа, получалась равной 0,4–0,6 МПа. Таблетки не имели расслоев. При прессовании со скоростью 3 мм с<sup>-1</sup> таблетки расслаивались при всех давлениях (40–400 МПа). При прессовании стеарата кальция наблюдается прилипание таблетки к пуансону. При давлении прессования менее 40 МПа таблетку можно отделить от пуансона; при больших давлениях прочность таблетки оказывается меньше прочнос-

ти ее соединения с металлом пуансона и при отделении таблетка разрушается. Прочность таблетки с увеличением давления прессования не увеличивается. При прессовании гранул стеарата кальция, которые были получены в результате раздробления ранее спрессованных таблеток, при скоростях прессования даже более  $3 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$  были изготовлены удовлетворительные по прочности таблетки при давлении прессования 100—300 МПа.

В работе [59] отмечается, что не удается опрессовать таблетки из порошка хинина сульфата. Этот порошок состоит из мелких, продолговатых кристаллов с частицами размером около 15—40 мкм. Однако в экспериментах на ЖЗТО этот порошок прессовался сравнительно легко и таблетки имели хорошую прочность уже при давлении 50—60 МПа.

Объяснить различные результаты можно скорее всего тем, что скорость прессования была большой и воздух не успевал выходить из порошка во время уплотнения, а запрессованный воздух разрушал таблетку во время выталкивания. Следует также учитывать, что этот порошок во время прессования прилипает к поверхности матрицы и пуансонов. Это в свою очередь создает дополнительные деформации таблетки при выталкивании и при малой прочности таблеток приводит к их расслоению в момент выталкивания.

В результате экспериментальных исследований по прессованию негранулированных порошков можно сделать следующие выводы. Зависимости плотности прессовки от давления прессования для порошков и гранулятов отличаются незначительно и по величине плотности, и по характеру кривых. При прессовании порошков с частицами одного размера на кривых  $\gamma$ — $p$  могут прослеживаться участки слабо выраженных перегибов. Зависимость  $\sigma$ — $p$  более чутки к гранулометрическому составу прессуемых порошковых смесей. Наибольшая прочность отмечается у прессовок из измельченных кристаллов, при этом кривые при полидисперсных составах порошковых смесей не имеют участков или точек перегиба кривых. Кривые  $\sigma$ — $p$  в логарифмических координатах для порошков и гранулятов по характеру мало различаются и имеют прямолинейный участок, на котором образовалась достаточно прочная таблетка (рис. 65). Кривую на этом участке можно описать уравнением (78).

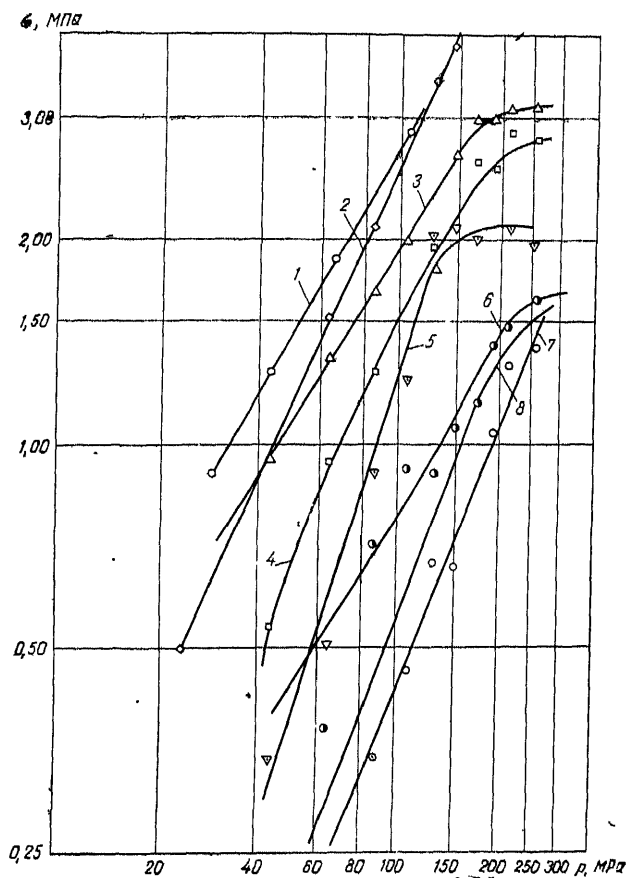


Рис. 65. Зависимость  $\sigma - p$  в логарифмических координатах.

1 — гlibутид в порошке; 2 — фуралин в порошке; 3 — ацетилсалициловая кислота в порошке; 4 — хинина сульфат в порошке; 5 — фенолфталеин в порошке; 6 — гранулят гlibутида; 7 — гранулят пургена; 8 — гранулят глюкозы.

Зависимость  $\sigma - p$  при прессовании монодисперсных порошков отличаются по своему характеру и имеют участки и точки перегибов. Для некоторых фракций наблюдалось понижение прочности даже при некотором увеличении давления. Однако почти во всех случаях при давлениях, соответствующих точкам перегиба, уже была получена таблетка с достаточной механической прочностью.

Кривые  $\sigma$ — $p$  до участка перегиба могут быть описаны уравнением (78). Для снижения необходимого давления прессования с целью получения прочной таблетки нужно порошки измельчать до размера 15—10 мкм. Однако у порошков с такой дисперсностью значительно ухудшается сыпучесть. Пределы давлений прессования, обеспечивающие прочную таблетку при скоростях прессования 0,1—1 мм·с<sup>-1</sup> несколько ниже у негранулированных порошков. При более высоких скоростях прессования (3—6 мм·с<sup>-1</sup>) прочной таблетки можно не получить даже при очень высоких давлениях прессования (100 МПа) из-за их разрушения запрессованным в таблетке воздухом.

#### ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ ПРЕССОВАНИЯ НА ПАРАМЕТРЫ ПРЕССОВАНИЯ

Скорость прессования, под которой понимают скорость движения прессующего пуансона, существенно влияет на величину давления прессования. Физическая природа явлений, происходящих при прессовании сыпучего материала с высокими скоростями, очень сложна. При этом могут изменяться физические свойства частиц материалов: пределы прочности и текучести материалов, коэффициенты внешнего и внутреннего трения частиц, характер деформаций. Помимо этого, на процесс прессования оказывает влияние воздух, запрессованный между частицами порошка таблетки.

С увеличением скорости прессования возрастает сопротивление материала таблетки деформации, т. е. увеличивается доля упругих деформаций контактов. Доля пластических деформаций контактов, развитие которых происходит во времени, уменьшается. Таким образом, давление прессования должно быть выше, чем при статическом прессовании, но увеличение скорости прессования уменьшает величину коэффициента внешнего трения и тем самым способствует более равномерному распределению давления и плотности по объему прессовки.

В наших исследованиях скорость прессования была постоянной и равнялась 0,16 мм·с<sup>-1</sup>. Скорость прессования в роторных таблеточных машинах изменяется от 5 до 20 мм·с<sup>-1</sup>. Вполне закономерно предположить, что с увеличением скорости прессования для мелкодисперсных порошков могут быть различия в плотности прессо-

вок. Влияние скорости прессования на процесс уплотнения сыпучих материалов изучалось в работе [21]. Было установлено, что это влияние не однозначно. Для достижения заданной плотности или прочности таблетки с увеличением скорости прессования необходимое давление может повышаться, понижаться или иметь экстремум. Проведенные в этой работе эксперименты позволили определить динамические коэффициенты давления (отношение давлений, необходимых для достижения данной плотности при скоростном и статическом прессовании).

Значение динамического коэффициента давления при скорости прессования, равной  $40 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$  для некоторых порошковых материалов было равно:

катализатор марки ГИАП-16 . . . . .	0,89
железный порошок марки ПЖ-2М2 . . . . .	0,85
сульфадимезин . . . . .	1,04
стрептоцид . . . . .	1,08
пресс-порошок марки К-18-2 . . . . .	1,12

Неоднозначность влияния скорости прессования на процесс уплотнения порошков зависит от характера деформирования микронеровностей контактируемых тел. Для исследования влияния скорости прессования на получаемую плотность прессовки в зависимости от величины частиц были проведены эксперименты с мочевиной. Гранулированная мочевина состояла из почти сферических частиц размером  $1,5\text{--}2 \text{ мм}$ . Часть гранул мочевины была раздроблена и растерта. Благодаря этому были получены три фракции препарата: гранулированная размером  $1,5\text{--}2 \text{ мм}$ , с размером  $0,05\text{--}0,5 \text{ мм}$  и размером менее  $0,05 \text{ мм}$ . Все фракции таблетировались со скоростью прессования от  $0,16$  до  $3 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$ .

На рис. 66 приведены зависимости  $\gamma$ — $p$  для трех фракций мочевины при скорости прессования  $0,16 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$ . Анализ этих зависимостей показывает, что изменение плотности различных фракций было в пределах погрешности проведения эксперимента ( $1\text{--}3\%$ ). Плотности прессовок из трех фракций мочевины при давлении  $50, 100, 200$  и  $300 \text{ МПа}$  при скорости прессования  $0,16, 1,6$  и  $3 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$  между собой различались незначительно. Например, плотность прессовок из измельченной фракции при давлении  $300 \text{ МПа}$  и скорости  $0,16 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$  была  $1360 \text{ кг} \cdot \text{м}^{-3}$ ; при том же давлении и



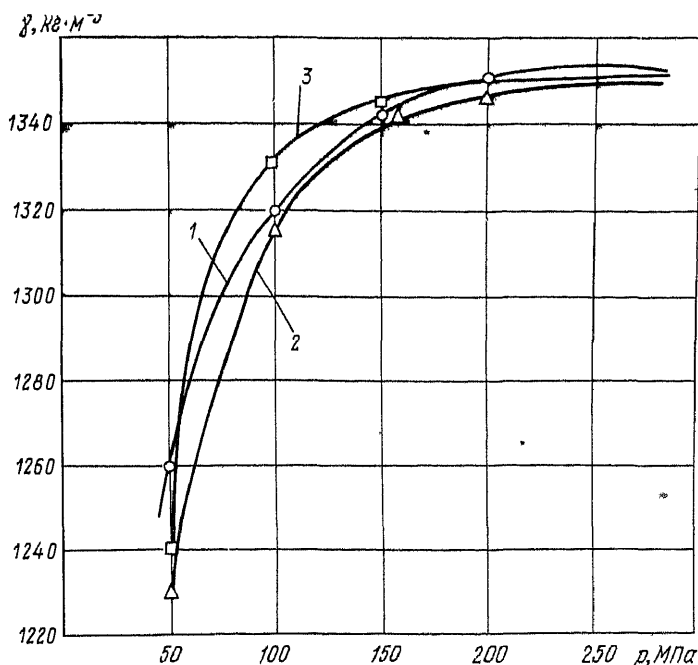


Рис 66 Зависимость для фракций мочевины с частицами размером 1 — менее 0,05 мм, 2 — 0,05–0,5 мм, 3 — 1,5–2 мм

скорости  $1,6 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$  плотность составила  $1340 \text{ кг} \cdot \text{м}^{-3}$  и при скорости  $3 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$  —  $1330 \text{ кг} \cdot \text{м}^{-3}$ .

Разница плотностей при различных скоростях прессования находилась в пределах 2–3%. Плотности различных фракций при одних и тех же параметрах прессования различались не более чем на 1–1,5%. Такая же незначительная разница отмечалась и при других давлениях. Плотности прессовок из самой крупной фракции, например при давлении прессования 50 МПа и скоростях 0,16, 1,6 и  $3 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$  различались между собой также незначительно ( $1240$ ,  $1230$  и  $1227 \text{ кг} \cdot \text{м}^{-3}$ ). Например, при давлении прессования 50 МПа и скорости  $0,16 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$  прочность прессовок измельченной фракции была около 2,8 МПа, а при давлении 300 МПа и скорости  $3 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$  — 2,3 МПа. Следовательно, при увеличении давления прессования в 6 раз, а скорости прессования почти в 20 раз механическая прочность прессовки несколько уменьши-

лась. При давлении 200 МПа и скоростях прессования 0,16; 1 и 1,6 мм·с<sup>-1</sup> соответственно механическая прочность прессовок равнялась для измельченной фракции 4; 2,9 и 3,05 МПа, для фракции размером 0,05÷0,5 мм 2,3; 2,6 и 1,34 МПа, для фракции 1,5÷20 мм 1,63; 1,31 и 1,34 МПа. При давлении 300 МПа и скоростях прессования 0,16, 1,6 и 3 мм·с<sup>-1</sup> механическая прочность прессовок составила: для размельченной фракции свыше 4; 2,41 и 2,4 МПа, для фракции 0,05÷0,5 мм 2,06; 2,16 и 1,81 МПа, для фракции 1,5÷2 мм 1,6; 1,16 и 1,22 МПа.

Анализ экспериментальных результатов показывает, что скорость прессования влияет на величину механической прочности прессовок. Увеличение скорости с 0,16 до 1,6 мм·с<sup>-1</sup> при давлении 200 МПа снизило механическую прочность прессовок измельченной фракции на 30%, а при давлении прессования 300 МПа — на 40%.

Однако для других фракций это снижение было меньшим — 10—20%, причем еще меньше колебались значения механической прочности при изменении скоростей прессования в интервале 1—3 мм·с<sup>-1</sup> (до 10%). Препарат мочевины имеет непрочные гранулы, при разрушении которых образуется большое количество мелких кристаллов. Видимо, это обстоятельство и приводит к выравниванию гранулометрического состава у всех фракций и сближению кривых прессования. Кроме того, возможно, что в случае преобладающей роли упругой деформации контактируемых частиц деформационная составляющая сила трения практически не зависит от скорости прессования. При увеличении роли пластической деформации, но при скоростях приложения нагрузки, меньших релаксаций напряжений в прессовке, деформация успевает следовать за изменением давления и гистерезисные потери при объемном деформировании практически отсутствуют. С увеличением скорости прессования гистерезисные потери возрастают, однако при скоростях, значительно превышающих скорость релаксации напряжений, упругопластическое тело может вести себя как упругое и силы трения могут уменьшаться.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Адлер Ю. П., Маркова Е. В., Грановский Ю. В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий.— М.: Наука 1976.— 282 с.
2. Большин М. Ю. Научные основы порошковой металлургии и металлургии волокна.— М.: Металлургия, 1972.— 335 с.
3. Белов С. В. Пористые металлы в машиностроении.— М.: Машиностроение, 1976.— 184 с.
4. Белоусов В. А. Основные закономерности прессования химико-фармацевтических порошков.— Хим.-фарм. журн., 1974, № 5, с. 49—55.
5. Белоусов В. А. К вопросу о выборе оптимального давления прессования при таблетировании лекарственных порошков.— Хим.-фарм. журн., 1976, № 3, с. 105—111.
6. Белоусов В. А., Федин В. Ф. Прессование порошковых материалов (обзор).— Хим.-фарм. журн., 1978, № 2, с. 129—139.
7. Белоусов В. А., Федин В. Ф., Поддубная Н. П. Характер уплотнения порошковых материалов при прессовании.— Хим.-фарм. журн., 1978, № 3, с. 133—139.
8. Белоусов В. А., Кольман-Иванов Э. Э., Семенов-Ежов И. Е. Экспериментальное определение коэффициента бокового давления в матрице таблеточного пресса методом оптически активных вклеек.— Хим.-фарм. журн., 1974, № 8, с. 41—44.
9. Бусев С. А., Ларионов О. Г. Современные адсорбционные методы определения удельных поверхностей.— М., ВНИИКИ, 1975.— 35 с.
10. Вальтер М. Б. Классификация и параметрический ряд роторных таблеточных машин.— Хим.-фарм. журн., 1976, № 8, с. 120—129.
11. Вальтер М. Б., Зарубишвили Г. Г. Исследование сыпучести и прессуемости растворимого кофе. Вып. 4.— М., ЦНИИТЭИПищепром, 1974.— с. 16—18.
12. Вальтер М. Б., Кольман-Иванов Э. Э. Точность дозирования роторных таблеточных машин.— Хим.-фарм. журн., 1977, № 11, с. 129—135.
13. Вилесов Н. Г., Скрипко В. Л., Ломазов В. Л., Танченко И. М. Процессы гранулирования в промышленности.— Киев: Техника, 1976.— 191 с.
14. Гончарова В. Н. О методе замера бокового давления.— Заводск. лабор., 1948, № 5, с. 575—577.
15. Дука А. Н. Расчеты размерных цепей машин и механизмов.— Киев: Техника, 1969.— 122 с.
16. Дунаев П. Ф. Размерные цепи.— М.: Машгиз, 1963.— 308 с.
17. Дунин-Барковский И. В., Смирнов Н. В. Теория вероятностей и математической статистики для технических приложений.— М.: Наука, 1969.— 541 с.

18. Жданович Г. М. Теория прессования металлических порошков.— М.: Металлургия, 1969.— 260 с.
19. Зенков Р. Л. Механика насыпных грузов.— М.: Машиностроение, 1964.— 251 с.
20. Иткин Ю. А., Худякова Э. Н. Прибор для экспресс-анализа дисперсного состава порошков.— Завод. лабор., 1975, № 2, с. 204—206.
21. Кольман-Иванов Э. Э. Таблетирование в химической промышленности.— М.: Химия, 1976.— 199 с.
22. Белоусов В. А., Борзунов Е. Е., Вальтер М. Б., Кольман-Иванов Э. Э. Таблеточные машины в медицинской промышленности.— М.: Медицина, 1975.— 180 с.
23. Коузов П. А. Основы анализа дисперсного состава промышленных пылей и измельченных материалов.— Л.: Химия, 1971.— 279 с.
24. Кунин Н. Ф., Юрченко Б. Д. Научные основы порошковой металлургий.— Порошковая металлургия, 1963, № 6, с. 3—10.
25. Либенсон Г. А. Основы порошковой металлургии.— М.: Металлургия, 1975.— 200 с.
26. Лукьянов П. Н. Аппараты с движущимся зернистым слоем.— М.: Машиностроение, 1974.— 181.
27. Макаров Ю. И. Аппараты для смешения сыпучих материалов.— М.: Машиностроение, 1973.— 215 с.
28. Махкамов С. М. Основы таблеточного производства.— Ташкент: Медицина, 1974.— 153 с.
29. Налимов В. В. Применение математической статистики при анализе вещества.— М.: Физматгиз, 1960.— 304 с.
30. Налимов В. В., Чернова М. А. Статистические методы планирования экстремальных экспериментов.— М.: Наука, 1965.— 340 с.
31. Программы по математической статистике для ЭВМ «Минск-22». / Под ред. Г. Н. Веселой. — М., 1969. — 162 с.
32. Смолдырев А. Е. Гидро- и пневмотранспорт.— М.: Металлургия, 1975.— 383 с.
33. Справочник фармацевта. / Под ред. А. И. Тенцовой. — М.: Медицина, 1973. — 584 с.
34. Талис Н. С., Юрсаков А. И. Прибор для сравнения сыпучести порошков.— Заводск. лабор., 1971, № 10, с. 1268—1270.
35. Тезисы докл. 3-й Всесоюзн. конф. по комплексной механизации и автоматизации процессов в химико-фармацевтической промышленности.— М.: ЦИРИИмедпром, 1977.
36. Белоусов В. А., Сырляченко А. Р., Федин В. Ф. Прямое прессование.— Хим.-фарм. журн., 1978, № 5, с. 128—136.
37. Agte C., Peiralik M. Kurs praskove metallurgie. — Praha, 1951, — 113 p.
38. Alex W., Koglin B., Zeschonski K. Teilchengrößenanalyse. 4. Zählverfahren. — Chem.-Ing.-Techn., 1974, Bd 46, S. 477—480.
39. (Beer St.) Бур Ст. Кибернетика и управление производством. / Пер. с англ. М.: Наука, 1963. — 208 с.
40. Brunauer S., Emmet P. H., Teller E. I. — J. Am. Chem. Soc., 1938, v. 60, p. 309—311.
41. Carr R. L. Evaluating flow properties of solids. — Cem. Jeng., 1965, v. 72, p. 163—168.
42. Carr R. L. Classification of flow properties of solids. — Cem. Jeng., 1965, v. 72, p. 69—72.

43. Carr R. L. Properties of solids — Cem. Jeng., 1969, v. 76, p. 7—16.
44. Carr R. L. Classification of flow properties of solids. — Cem. Jeng., 1969, v. 76, p. 69—76.
45. Cornuault J., Evard P. The laser granulometer. — Cem. Technol., 1975, v. 6, p. 178—179.
46. Eckhoff R. K., Leversen P. G. A further contribution to the evaluation of the Jenike method for desing of mass flow hoppers. — Powder Technol., 1974, v. 10, p. 51—58.
47. Faudot D. Deux recentes ameliorations dans letude de la finesse des Pouders. — Frait surface., 1974, v. 15, p. 37—42.
48. Geruser L. Tabletovani bez granulace. — Csl. farm., 1968, 1968, v. 17, p. 42—45.
49. Hersey I. A., Cole E. T., Rees I. E. Powder consolidation during compaction. — In: Proccedings of the first International conference on the compaction and consolidation of particulate matter. — Switzerland: 1974, p. 165—172.
50. Holl A. Das Kornhaufwerk. — Strassenbahn. Techn., 1967, Bd 20.
51. (Jones W. D.) Джонс В. Д. Основы порошковой металлургии. Прессование и спекание. / Пер. с англ. М.: Мир. — 122 с.
52. Kaneniwa N., Water N. Dissolution of slightly soluble drugs. Influence of particle size on dissolution behavior. — Chem. Pharm., 1974, v. 22, p. 1699—1705.
53. Kolglin B., Leschonski K., Alex W. Teilchengrößenanalyse. — Chem. — Ing. Techn., 1974, Bd 46, S. 984—987.
54. Kvapil R. Probleme des Gravitationsflusses von Schüttgütern. — Aufbereitung-Techn., 1964, Bd 5, S. 139—144.
55. Ramler E., Bahr A. Zur Ermittlung der spezifischer Oberfläche von Korngrößenverteilungen. — Verfahrenstechnik, 1971, Bd 5, S. 483—498.
56. Staffar K. H., Jahn J., Claussen N. Flowality of Powders unter the influence of vibrations. — Powder Metallurgy International, 1977, v. 9, p. 20—23.
57. (Strek F.) Стренк Ф. Перемешивание и аппараты с мешалками. / Пер. с польск. — Л.: Химия, 1975. — 384 с.
58. Sutton H. M., Richmond R. A. Now to improve powder storage and discharge in hoppers bei aeraction. — Proc. Eng., 1973, Sept. p. 82—83.
59. Tawachi R. On the process of the direct pressing. — Pharm. Ing., 1964, v. 26, p. 682—690.
60. Zacek H., Zatloukal Z. Eine Schnellmethode zur mikroskopischen Granulometrie von Arzneipräparaten. — Pharmazie, 1974, Bd 29, S. 541—542.