

Einfluß der Preßgeschwindigkeit auf das Verdichtungsverhalten und die Festigkeit von Tabletten*

Karl-Heinz Sartor und Helmar Schubert**

In der Praxis der Tablettierung treten häufig bei hohen Preßgeschwindigkeiten und schwankenden Luft- und Materialfeuchten Tablettierstörungen auf. Die systematische Untersuchung der beiden Einflußgrößen Preßgeschwindigkeit und Feuchtigkeit ist daher von grundlegender Bedeutung für die Erkennung der Ursachen von Tablettierfehlern und für ihre Vermeidung.

Für die Tablettierversuche wurde eine Presse mit Preßgeschwindigkeiten bis zu 20 cm/s und Preßkräften bis zu 180 kN entwickelt. Die Preßanlage ist von einer Zelle umgeben, in der beliebige Atmosphären sowohl für die Tablettierung als auch für die anschließenden Festigkeitsprüfungen eingestellt werden können.

Das Verdichtungsverhalten und die Rückdehnung der Tabletten wurden durch Aufzeichnung der Kraft-Weg-Diagramme und die Verdichtungsarbeit durch Planimetrieren dieser Diagramme ermittelt. Die Tablettenfestigkeit wurde mit dem Diametraldrucktest geprüft.

Zur Klärung der Vorgänge bei der Tablettierung und zur Beschreibung der Tabletteneigenschaften muß eine Reihe weiterer Untersuchungsmethoden angewendet werden. Dazu gehören z. B. Partikelgrößenanalysen des Ausgangspulvers und des tablettierten Stoffes (Zerkleinerungsverhalten), BET-Oberflächenmessungen (Oberflächenaktivierung), Quecksilber-Porosimetrie (Hohlraumstruktur) und Rasterelektronenmikroskopie (Oberflächenstruktur).

Abb. 1 zeigt den Einfluß der Preßgeschwindigkeit auf das Verdich-

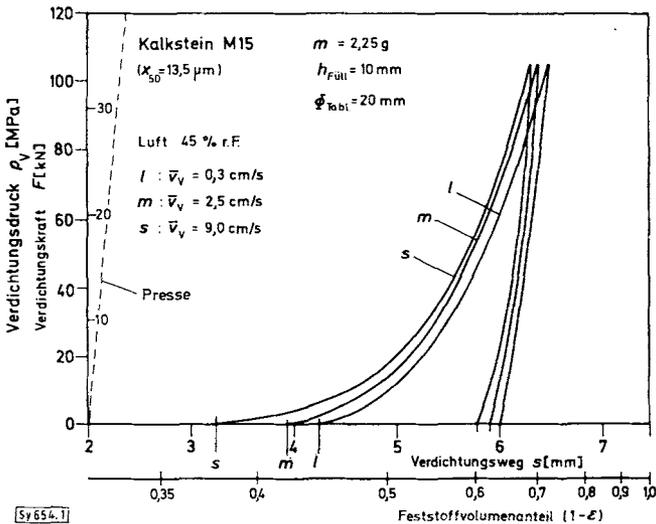


Abb. 1. Verdichtungsdiagramme: Einfluß der Preßgeschwindigkeit auf den Kraft-Weg-Verlauf bei der Tablettierung von Kalkstein-Pulver an feuchter Luft (45% rel. Feuchte).

* Vortrag auf dem Jahrestreffen der Verfahrens-Ingenieure, 28. bis 30. September 1977 in Stuttgart.

** Dipl.-Ing. K.-H. Sartor (Vortragender), Institut für Mechanische Verfahrenstechnik der Universität Karlsruhe (TH), Richard-Willstätter-Allee, 7500 Karlsruhe 1, und Dr.-Ing. H. Schubert, Direktor und Professor, Bundesforschungsanstalt für Ernährung, Institut für Verfahrenstechnik, Engesserstraße 20, 7500 Karlsruhe 1.

tungsverhalten (Kraft-Weg-Kurve) von dünnen Kalksteintabletten bei den im Bild angegebenen Versuchsdaten. Die Energieaufnahme der Tabletten nimmt mit zunehmender Preßgeschwindigkeit ab und die elastische Rückdehnung zu. Die erreichbare Endverdichtung der Tabletten nimmt mit zunehmender Geschwindigkeit stark ab, d. h. gleiche Verdichtung erfordert bei höheren Geschwindigkeiten einen wesentlich größeren Kraftaufwand.

Die mit dem Diametraldrucktest in Abhängigkeit von Preßdruck und Preß- und Testatmosphäre geprüfte Tablettenfestigkeit ist ebenfalls geschwindigkeitsabhängig. In Abb. 2 sind die Diametraldruckfestig-

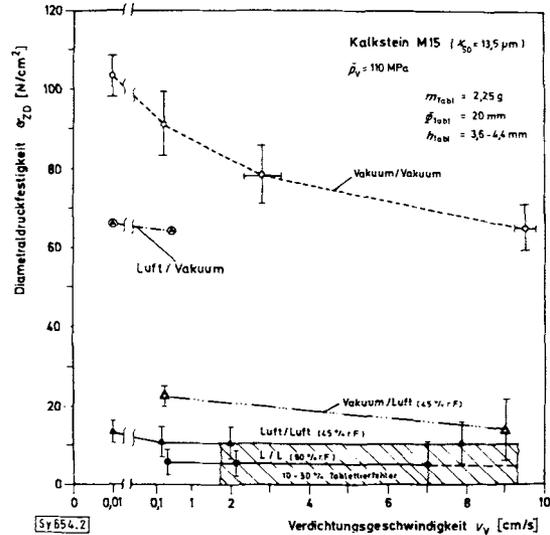


Abb. 2. Diametraldruckfestigkeit von Kalkstein-Tabletten in Abhängigkeit von der Verdichtungsgeschwindigkeit und der Preß- und Testatmosphäre bei konstantem Preßdruck $\bar{p}_v = 110$ MPa.

keiten von Kalksteintabletten aufgetragen, die mit gleichem Preßdruck (110 MPa) verdichtet wurden. Die Festigkeiten werden mit zunehmender Preßgeschwindigkeit und Feuchtigkeit geringer, und es treten vermehrt Tablettierfehler auf (schraffierter Bereich). Durch Vortrocknung des Tablettierstoffes können Tablettierfehler vermieden und höhere Festigkeiten erzielt werden, wie man an der Vakuum/Luft-Kurve (Tablettierung im Vakuum ($6 \cdot 10^{-5}$ bar)/Festigkeitsmessung an Luft (45% rel. Feuchte) erkennt. Der Einfluß der Atmosphäre beim Testen der Tabletten ist bedeutender als der Einfluß der Atmosphäre beim Tablettieren, wie der Vergleich der Festigkeiten der Luft/Luft- mit den Luft/Vakuum-Tabletten bzw. der Vergleich der Luft/Luft- mit den Vakuum/Luft-Tabletten zeigt. Die Ursache des Atmosphären-Einflusses beim Tablettieren kann durch unterschiedliche Energieaufnahme, Rückdehnungsverhalten und Restspannungen erklärt werden. Beim Festigkeitstest hat die Wirkung von Sorptionsschichten einen maßgeblichen Einfluß auf das Verformungsverhalten und auf den bruchauslösenden Spannungszustand der Tabletten.

Im folgenden sollen einige REM-Aufnahmen von Tabletten aus unterschiedlichen Stoffen zeigen, welchen verschiedenen mechanischen Beanspruchungen die Partikeln bei der Tablettierung unterworfen sind.

Abb. 3 zeigt die Partikeln des untersuchten Kalkstein-Pulvers vor der Tablettierung ($x_{50} = 13,5 \mu\text{m}$). Zu erkennen sind die teilweise glatten und teilweise stark zerklüfteten Oberflächen der Partikeln sowie an großen Teilchen haftende kleine Teilchen. Abb. 4 zeigt die Stempelfläche einer Kalkstein-Tablette, die mit 250 MPa verdichtet wurde, in gleicher Vergrößerung. Zu erkennen sind die starken

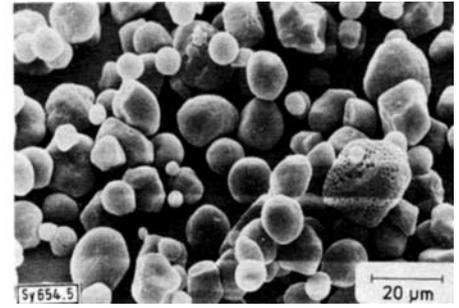
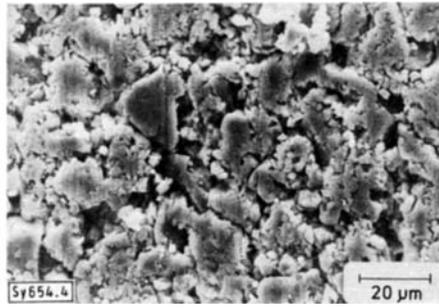
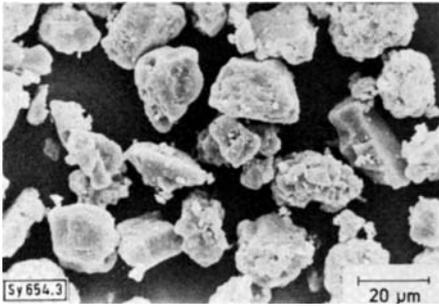


Abb. 3 (links). REM-Foto, Kalkstein-Pulver mit $x_{50} = 13,5 \mu\text{m}$.

Abb. 4 (Mitte). REM-Foto, Kalkstein-Tablette ($p_v = 250 \text{ MPa}$), Blick auf die Stempelfläche. Abb. 5 (rechts). REM-Foto, Maisstärke-Pulver mit $x_{50} = 12 \mu\text{m}$.

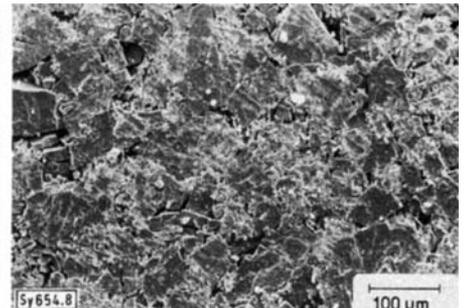
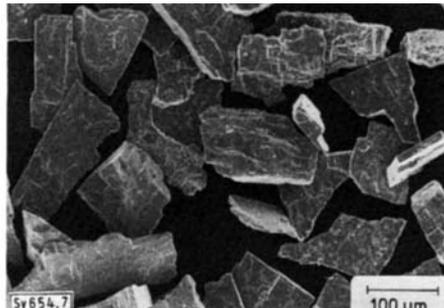
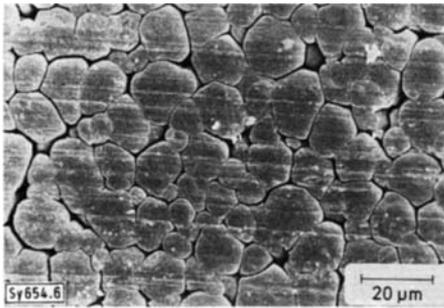


Abb. 6 (links). REM-Foto, Maisstärke-Tablette ($p_v = 290 \text{ MPa}$), Blick auf die Stempelfläche. Abb. 7 (Mitte). REM-Foto, Bariumsulfat-Pulver mit $x_{50} = 60 \mu\text{m}$. Abb. 8 (rechts). REM-Foto, Bariumsulfat-Tablette ($p_v = 260 \text{ MPa}$), Blick auf die Stempelfläche.

inelastischen Verformungen der Kalkstein-Partikeln an den Kontaktstellen mit dem Preßstempel, aber auch die starke Zerkleinerung der Partikeln.

Abb. 5 zeigt die nahezu kugelförmigen Maisstärke-Partikeln ($x_{50} = 12 \mu\text{m}$), die sehr glatte Oberflächen haben. Abb. 6 zeigt die Stempelfläche einer Maisstärke-Tablette nach der Verdichtung mit 290 MPa in gleicher Vergrößerung. Die ursprünglich kugelförmigen Teilchen sind stark abgeplattet und ergeben durch die dichte Zusammenpressung eine mosaikartige Struktur. Weiterhin ist die starke Rückdehnung der Tabletten nach dem Ausstoßen an den Spalten zwischen den Teilchen erkennbar. Trotz dieser starken, elastischen Rückdehnungen der Partikeln ergeben Maisstärke-Tabletten wegen der noch verbleibenden großen Partikelkontaktflächen recht hohe Festigkeiten.

Abb. 7 zeigt die quaderförmigen Kristallplättchen des Bariumsulfat-Pulvers ($x_{50} = 60 \mu\text{m}$). Abb. 8 zeigt die Stempelfläche einer Bariumsulfat-Tablette nach der Verdichtung mit 260 MPa in gleicher Vergrößerung. Bariumsulfat ist ein sehr sprödes Material, das beim Tablettieren stark zerkleinert wird, aber kaum inelastische Verformungen erleidet, die zu engen Partikelkontakten führen. Die

mechanische Beanspruchung der Teilchen bei der Tablettierung erzeugt zusätzlich zahlreiche Risse und Spalte innerhalb der Teilchen, welche die Tabletten-Bindungen schwächen. Die Tabletten ergeben auch bei hohen Drücken sehr geringe Festigkeiten und neigen stark zum Deckeln.

Die Forschungsarbeiten werden von der Deutschen Forschungsgemeinschaft finanziert.
Eingegangen am 5. Juni 1978

Schlüsselworte: Tablettierung, Preßgeschwindigkeit, Feuchtigkeit, Verdichtungsdiagramm, Porosität, Diametraldrucktest, BET-Oberfläche, Rasterelektronenmikroskopie, Zerkleinerung.

Das vollständige Manuskript dieser Arbeit umfaßt 33 Seiten mit 13 Abbildungen und 17 Literaturzitate. Es ist als Fotokopie oder Mikrofiche MS 617/78 erhältlich. Eine Bestellkarte finden Sie am Schluß dieses Heftes.