

ПРИМЕНЕНИЕ ТЕОРИИ ТАБЛЕТИРОВАНИЯ ПРИ РАЗРАБОТКЕ НОВЕЙШИХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ ПРЕССИНСТРУМЕНТА

Автор, Роб Блэнчард - менеджер по исследованиям, разработкам и системам управления качеством, отвечал за разработку линейки покрытий PharmaCote® компании I Holland с 2004 г.



Текущие разработки линейки покрытий PharmaCote® являлись ключевой частью программы непрерывного совершенствования компании I Holland и получили продолжение в виде последнего научно-исследовательского проекта 'TSAR' (исследование в области теории таблетирования, касающееся способов предотвращения прилипания). Эта программа проводится совместно с лабораторией биофизики и анализа состояния поверхности Ноттингемского университета.

Понимание компанией I Holland теории таблетирования доказало, что при правильной разработке покрытий и соответствии их полезных свойств свойствам состава, они могут помочь улучшить коррозионную стойкость, износостойкость и предотвратить прилипание липких составов к поверхности наконечника пуансона. Компания I Holland использовала многие современные методы, такие как оптическая профилометрия поверхности, растровая электронная микроскопия, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия и (XPS) и оборудование для проверки микроизноса (порядка нанометров), для улучшения характеристик наших покрытий. Движущим фактором всегда являлось производство прессинструмента, предоставляющего заказчику улучшенные рабочие характеристики и рентабельность производства. В данной статье рассматриваются некоторые из этих методов и их преимущества.

УНИВЕРСАЛЬНЫЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ИНСТРУМЕНТОВ

Твердое хромовое покрытие

Твердое хромовое покрытие традиционно является наиболее популярным видом покрытия, используемым во всем мире при изготовлении прессинструмента, благодаря низкой стоимости и универсальным характеристикам в отношении усредненных свойств – способности предотвращать прилипание, коррозионной стойкости и износостойкости. Однако электролитическое твердое хромовое покрытие имеет ряд недостатков. Каких именно недостатков?

Водородное охрупчивание – Когда твердое хромовое покрытие применяется при изготовлении инструментов, некоторое количество водорода проникает в основной металл, что может привести к снижению прочности стали. Это крайне нежелательно для деталей, подверженных высоким циклическим нагрузкам. Для борьбы с этим эффектом пуансоны с нанесенным покрытием проходят процесс обжига, известный, как "противоохрупчивание" который снижает, но полностью не устраняет нежелательные характеристики. В действительности, инструменты с твердым хромовым покрытием могут выдерживать максимум 80% расчетной безопасной рабочей нагрузки.

Образование микротрещин – Микротрещины развиваются в процессе нанесения покрытия, когда внутреннее напряжение превышает предел прочности на разрыв хрома, который является твердым и хрупким материалом. Эти микротрещины представляют собой проблему, поскольку создают пористость, являющуюся прямым путем к основному металлу, позволяя, со временем, агрессивным формулам таблеток или очищающим растворам оказывать воздействие на сталь под покрытием.

Вопросы защиты окружающей среды - Твердый хром, сам по себе, не представляет опасности для окружающей среды, но существуют экологические проблемы, связанные с процессом нанесения покрытия. Основную проблему представляет собой раствор хромовой кислоты, используемый в данном процессе. Она создает отходы, содержащие шестивалентный хром, жестко

контролируемое вещество, которое необходимо правильно утилизировать.

PharmaCote® EC

Чтобы решить эти проблемы, компания I Holland разработала покрытие PharmaCote® EC – покрытие с высоким содержанием хрома, наносимое путем осаждения паров с магнетронным распылением, аналогично электронно-лучевой обработке, описываемой ниже. Однако при магнетронном распылении материал анода испаряется из-за возбуждения атомов хрома облучением частицами аргона. Магниты под материалом анода способствуют выполнению этого процесса. Распыление с помощью аргона создает очень гладкое (предотвращающее прилипание) и плотное покрытие формы, а процесс не имеет недостатков, связанных с применением твердого хрома.

ПОКРЫТИЯ, ПРЕДОТВРАЩАЮЩИЕ ПРИЛИПАНИЕ

PharmaCote® CN и CN+

В течение многих лет покрытия ~~на таблетировочные инструменты~~ наносились на пуансоны методом электродугового напыления конденсацией из паровой фазы (ARC PVD). Компания I Holland применяла этот процесс до 2007 г., пока не внедрила новейших электронно-лучевой метод. Однако метод электродуговое напыления конденсацией из паровой фазы по-прежнему используется, и его можно часто увидеть в образцах **прессинструмента** других производителей, использующих этот непригодный устаревший метод. Каковы же недостатки электродугового напыления конденсацией из паровой фазы?

При выполнении электродугового напыления конденсацией из паровой фазы инструмент помещается в вакуумную камеру, в которой также находится анод или "мишень". Это материал, который будет использоваться для нанесения покрытия на штамп. В случае покрытия на основе нитрида хрома (CrN), это почти чистый хром - 99.99%. Кроме твердого анода, в камеру закачивается газ; в случае нитрида хрома, это азот. Затем к заряду прикладывается отрицательный заряд, чтобы притянуть положительно заряженные атомы хрома к инструменту. Сложной частью процесса является обеспечение равномерного распыления твердого анода.

Затем эти частицы с большой скоростью движутся к **пуансону**. При выполнении электродугового напыления конденсацией из паровой фазы это достигается путем использования искры с очень высокой энергией для возбуждения атомов хрома, которое вызывает их отрыв от массива анода. Одним из основных недостатков этого процесса является то, что электрическую дугу очень сложно контролировать, и она вызывает отрыв более крупных капель вместе с более мелкими частицами. Эти капли также притягиваются к **пуансону** и прилипают к основному металлу менее прочно и равномерно. По мере использования, очистки и полировки **прессинструмента**, капли отделяются от **пуансонов**, оставляя отверстия (рисунок 1 ниже), доходящие до основного металла, что приводит к образованию гораздо более пористого покрытия, и инструмент становится подверженным коррозии.

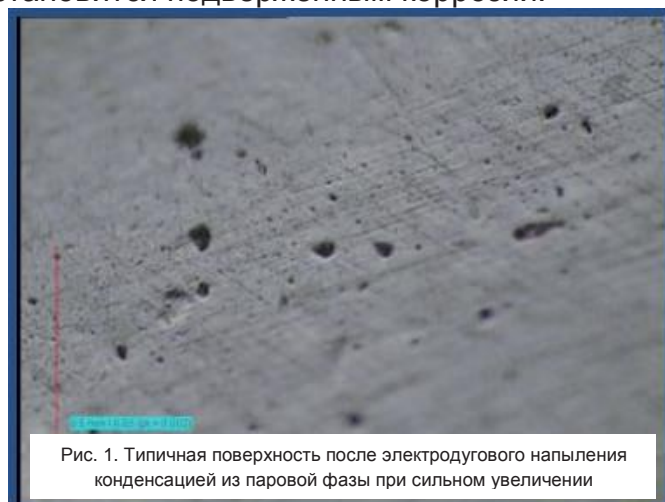


Рис. 1. Типичная поверхность после электродугового напыления конденсацией из паровой фазы при сильном увеличении

Отверстия, оставленные каплями, также могут вызывать механическое прилипание смеси к поверхности наконечника штампа, поскольку они оставляют брешь для попадания гранул смеси.

Эти вопросы рассматривались в рамках текущей программы исследований в области теории таблетирования, проводимой компанией I Holland, и в результате было найдено решение. В 2007 г. было запущено производство покрытия PharmaCote® CN. Это было первое разработанное компанией покрытие из обширного набора покрытий, наносимых электронно-лучевым методом.

Для того чтобы нанести уникальное покрытие PharmaCote® CN, используется электронный луч для испарения материала анода. Электронный луч намного легче контролировать и, таким образом, на анод

подается энергия необходимого уровня. Это один из наиболее гладких и бездефектных методов нанесения покрытия напылением конденсацией из паровой фазы, поскольку в процессе распыления не создаются капли. Атомные частицы притягиваются к инструменту, также как и в процессе электродугового напыления, но эти частицы создают ровную поверхность, которая гораздо меньше подвержена дефектам, связанным с отрывом покрытия.

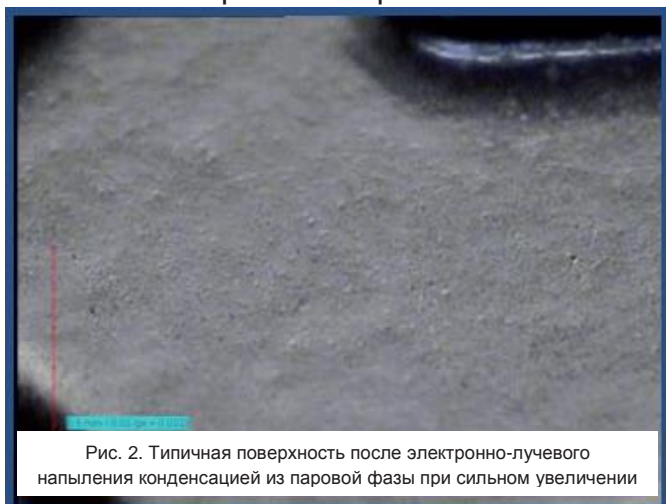


Рис. 2. Типичная поверхность после электронно-лучевого напыления конденсацией из паровой фазы при сильном увеличении

Это показано на рисунке 2, где поверхность **пуансона** не имеет отверстий, как после электродугового напыления.

После разработки покрытия PharmaCote® CN компания I Holland продолжила исследования поверхности **пуансона**. В течение многих десятилетий производители **прессинструмента** вручную полировали поверхность **пуансонов** до зеркального блеска, но компания I Holland решила поставить вопрос: "Является ли гладкая зеркальная обработка поверхности лучшей, и если да, то почему?". В поисках ответа группа специалистов по исследованиям и разработкам начала работы с целью определения характеристик обработки поверхности наконечника **пуансона**.

Принятый допуск на параметр поверхности как в Общеввропейском стандарте, так и в 'ISO 18084:2011' составляет от 0.1 до 0.025 Ra, но что это на самом деле означает? Если взять в качестве примера покрытия PharmaCote® CN и CN+, визуальная проверка может выявить немногие из существенных различий, если они есть. Даже если измерить значения Ra этих двух образцов, они покажут почти одно и то же значение, находящееся

определенно в пределах поля допуска.

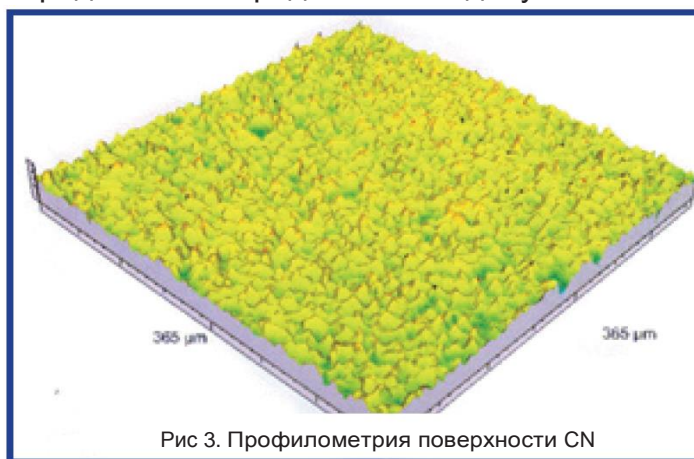


Рис 3. Профилометрия поверхности CN

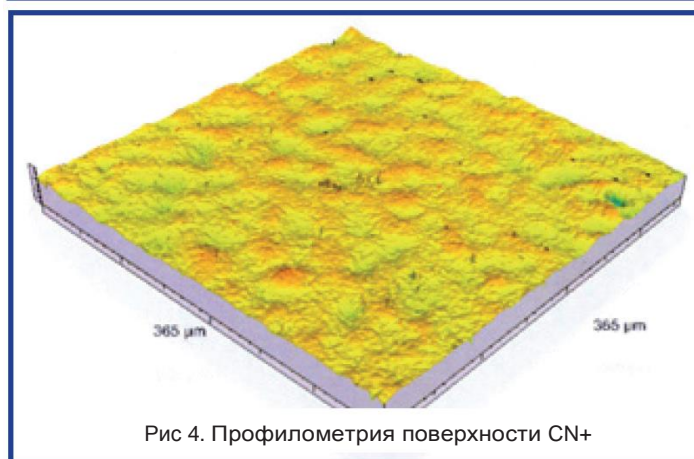


Рис 4. Профилометрия поверхности CN+

Для того чтобы увидеть реальное положение дел, нужно использовать профилометрию поверхности, которая подтверждает, что поверхности определенно существенно отличаются друг от друга. На Рисунке 3 показаны участки, на которых возможно прилипание смеси к поверхности **пуансона**, а на Рисунке 4 поверхность выглядит более гладкой и может демонстрировать улучшенные свойства, предотвращающие прилипание.

Текстура поверхности покрытия PharmaCote® CN+ контролировалась и разрабатывалась с целью улучшения свойств, предотвращающих прилипание. Эта разработка была возможна только потому, что были поняты сложности различных процессов напыления конденсацией из паровой фазы. Если и предпринимались попытки разработать стандартную поверхность **пуансона** с покрытием, нанесенным электродуговым напылением конденсацией из паровой фазы, то все, чего удалось достичь – это отрыв капель от покрытия, что делало его более пористым и подверженным прилипанию.

Практическое применение этих знаний

Исследования и разработки основывались на науке о твердых телах, но в компании I Holland понимают, что они могут быть полезными для заказчиков, когда смогут перейти в стадию реального применения. К счастью, идеальная возможность представилась, когда заказчик попросил помощи в прессовании очень липкой смеси. Компания I Holland предоставила испытательный набор инструментов, которые можно было использовать в прессе одновременно. Испытывались четыре вида покрытий:

- DLC или алмазоподобный углерод
- Твердый хром (наиболее широко

используемое в промышленности универсальное покрытие)

- Изохром
- Нитрид хрома, разработанный для данной поверхности (PharmaCote® CN+)

Изображения, показанные на рисунке 5 были сделаны после нескольких оборотов таблетировочного пресса, и даже на этой стадии продукт приходилось отскабливать с поверхности наконечника штампа, прилагаю большие усилия.

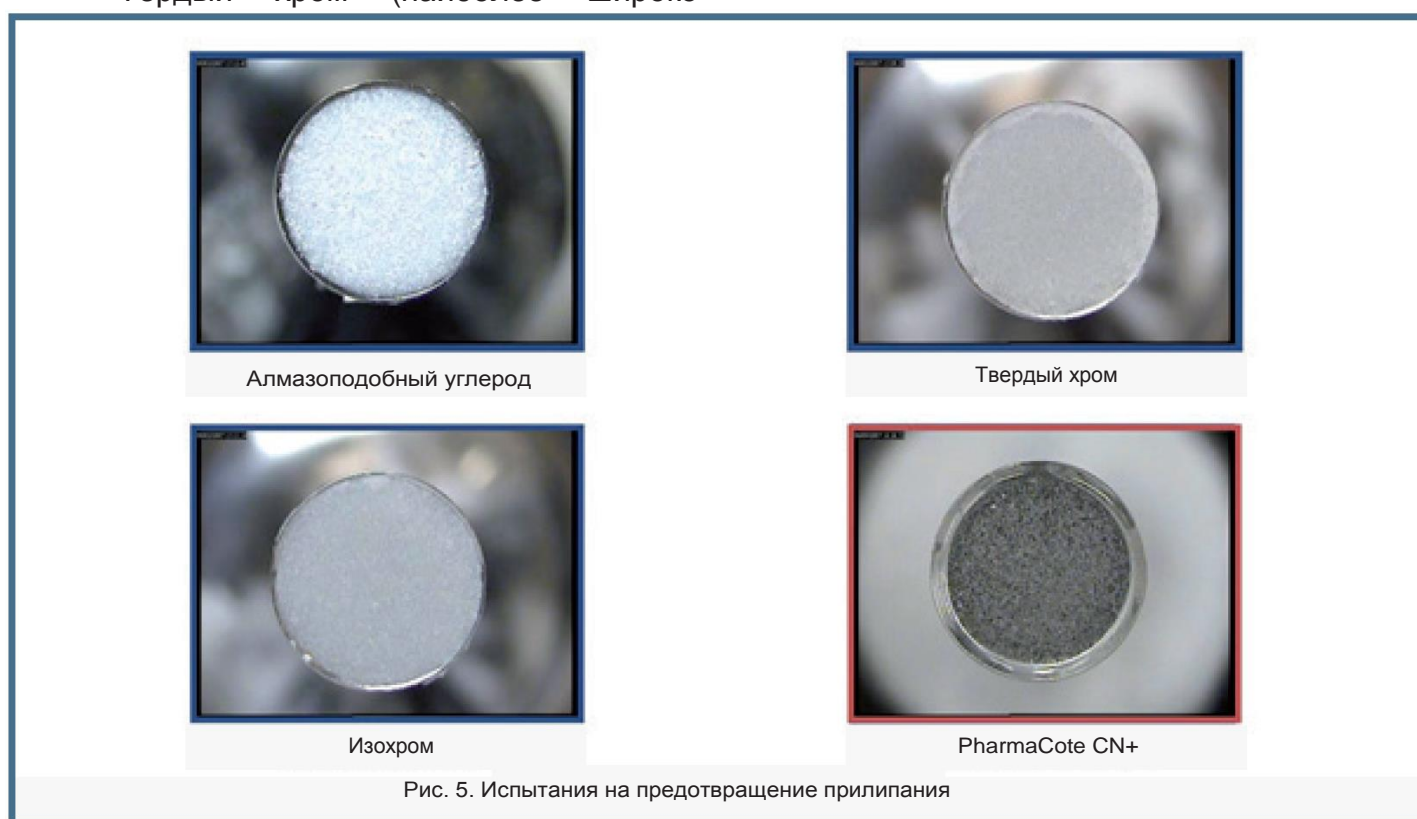


Рис. 5. Испытания на предотвращение прилипания

Как можно увидеть на рисунке, покрытие PharmaCote® CN+, разработанное под данную поверхность, противостоит прилипанию намного эффективнее, чем другие испытываемые покрытия. Оно не только решило проблему к большому удовольствию заказчика, но и стало реальным доказательством того, что покрытие, разработанное под данную поверхность, ведет себя предсказуемо при соприкосновении с очень липкой смесью.

Вскоре после этих успешных испытаний компания I Holland заключила контракт с отделом исследований и разработок одного из мировых фармацевтических гигантов.

Компании потребовалась помощь в решении проблем с другой очень липкой смесью. Этот новый продукт имел очень высокое процентное содержание активного фармацевтического ингредиента, что, по-видимому, и вызывало прилипание смеси к поверхности пуансона во время прессования. Производитель таблетировочного пресса также был привлечен к решению проблемы путем модернизации системы распыления стеарата магния.

Компанию I Holland попросили решить эту проблему, и специалисты компании сначала выяснили, какие преимущества может принести производителю таблеток система

распыления стеарата магния. Хотя **таблетировочный** пресс можно использовать с существующими **пуансонами**, возникают серьезные вопросы, связанные с производительностью. Излишки смеси, обычно собираемые с **турели** и используемые повторно, могут загрязняться из-за избыточной смазки, что делает их непригодными из-за большого количества смазки, препятствующей действию связующего вещества. Также возникают дополнительные требования к настройке и очистке пресса, подразумевающие дополнительные временные затраты. И наконец, требуются большие капиталовложения на приобретение и установку распыляющего оборудования и текущие затраты на стеарат магния, являющийся расходным материалом.

Во время испытаний, и покрытие PharmaCote® CN+, и система распыления стеарата магния, но система распыления не была внедрена в производство, что объяснялось, главным образом, вышеуказанными недостатками. Покрытие CN+ не только помогло решить проблему прилипания, но также увеличило срок эксплуатации инструмента, благодаря повышению сопротивления абразивному изнашиванию. Заказчик также получил возможность внедрения более быстродействующей и агрессивной системы очистки, поскольку инструменты также стали более коррозионностойкими.

С момента начала разработок, покрытия PharmaCote® CN и CN+ были внедрены во всем мире, как решение для смесей, представляющих проблемы, связанные с прилипанием или коррозией, или тем и другим. Эти покрытия имеют значительные преимущества по сравнению с твердым хромом, традиционно наносимым электролитическим способом.

ИЗНОСОСТОЙКИЕ ПОКРЫТИЯ

PharmaCote® RS

Абразивный износ может стать главной проблемой при производстве таблеток, особенно при прессовании некоторых пищевых смесей. Эти продукты могут содержать большие количества твердых, абразивных минералов с острыми кромками (см. рис. 6), которые при многократном прессовании могут соскребать или проникать

в поверхность **пуансона**. Этот абразивный износ может привести к эрозии деталей наконечника **пуансона**, например, **чеканного** логотипа или других элементов идентификации. Со временем этот абразивный износ может привести к изменению массы, прилипанию и другим проблемам, приводящим к выскабливанию **рабочей поверхности пуансонов**.



Рис. 6. Абразивные частицы в пищевой таблетке

Для борьбы с абразивным износом компания I Holland разработала покрытие PharmaCote® RS, демпфирующее защитное покрытие, наносимое с помощью электронно-лучевой технологии, как PharmaCote® CN, но с применением другой смеси материалов покрытия. Эта технология позволяет наносить очень твердое покрытие, сохраняя при этом очень гладкую поверхность (см. рис. 7).



Рис. 7. Гладкая поверхность демпфирующего покрытия

Одной из причин такой фантастической износостойкости этого покрытия является очень высокое значение твердости (3000 HV). Это покрытие наносится только на наконечник **пуансона**, поскольку может вызвать повреждение или износ таблетировочного пресса, если нанести покрытие на весь **пуансон**. **Прессующие** ролики имеют намного меньшую твердость, чем покрытие

PharmaCote® RS.

Сравнение инструментальной стали с покрытием PharmaCote RS при прессовании абразивных продуктов.



Рис. 8. Высококачественная инструментальная сталь - 10 партий



Рис. 9. PharmaCote RS - 10 партий

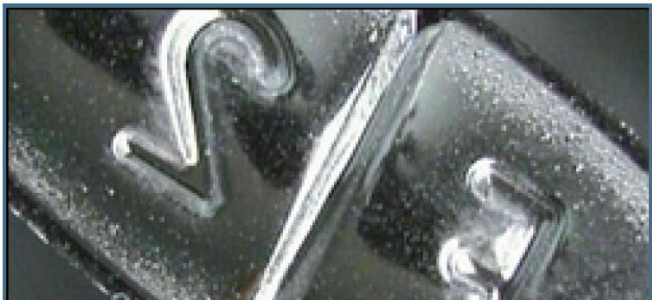


Рис. 10. PharmaCote RS - 18 партий



Рис. 11. PharmaCote RS - 27 партий

После подробной исследовательской работы это покрытие было испытано в условиях эксплуатации, на производстве пищевого продукта, который привел к разрушению **прессинструмента** у некоторых конкурирующих компаний.

О масштабах проблемы можно судить по рисунку 8. Эта фотография была сделана после производства 10 партий или 16,300,000 таблеток. На рисунке видно, что штампы начинают демонстрировать очень сильный износ высококачественной инструментальной стали. С другой стороны, покрытие PharmaCote® RS на рисунке 9 по-прежнему выглядит новым, следы на поверхности – это мельчайшие частицы ворса с протирочной ткани. После производства 14 партий таблеток инструмент из высококачественной стали пришлось отбраковать, поскольку поверхность штампа сильно изнашивалась. Демпфирующее защитное покрытие (RS) начало демонстрировать признаки износа примерно после 18 партий (рис. 10), но штамп продолжал производить таблетки приемлемого качества до партии 27 и далее (рис.11).

До окончания испытаний с помощью инструмента с покрытием RS было произведено более 44 млн. таблеток, что соответствует повышению производительности на 93% по сравнению со сталью без покрытия, которая использовалась в прошлом. Это, очевидно,

огромный скачок в плане производительности, но при этом не принята в расчет экономия времени, связанной с отсутствием необходимости замены инструмента или перенастройки пресса, это тоже нужно иметь в виду при сравнении достоинств различных покрытий.

Компания I Holland продолжает задавать вопросы от имени своих заказчиков и проводит несколько исследовательских программ совместно со своими партнерами в научном сообществе, специалистами в области моделирования процессов прессования и в области покрытий. Если у Вас есть конкретные проблемы, и Вы хотите, чтобы компания I Holland исследовала их в рамках своей программы исследований в области теории таблетирования, а также если хотите быть в курсе последних разработок компании, пишите нам по электронной почте:

info@ift.ru

info@iholland.co.uk



*I Holland Limited, Meadow Lane, Long Eaton,
Nottingham, NG10 2GD Великобритания.*

Web: www.iholland.co.uk Тел.: +44 115 972 6153