(11) Veröffentlichungsnummer:

**0 122 519** Δ2

(12)

# EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 84103408.5

(51) Int. Cl.3: B 30 B 15/00

(22) Anmeldetag: 28.03.84

(30) Priorität: 08.04.83 DE 3312634

- (43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 24.10.84 Patentblatt 84/43
- 84 Benannte Vertragsstaaten: AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE
- Anmelder: Dr. Karl Thomae GmbH Postfach 1755 D-7950 Biberach (Riss)(DE)
- (72) Erfinder: Voss, Gunther M. Ziegelstadel 10 D-8918 Diessen(DE)
- (72) Erfinder: Gläsel, Volker Ingo, Dr. Dipl.-Chem. Hegauweg 7 D-7950 Biberach 1(DE)
- (72) Erfinder: Gruber, Peter, Dr. Dipl.-Chem. Wetterkreuzstrasse 36 D-7950 Biberach 1(DE)
- (72) Erfinder: Bubeck, Walter, Dr. Dipl.-Chem. Ginsterhalde 19 D-7950 Biberach 1(DE)

Verbessertes Verfahren und Vorrichtungen zum Bepunkten von Formwerkzeugen mit Tröpfchen flüssiger oder suspendierter Schmiermittel bei der Herstellung von Formlingen im Pharma-, Lebensmittel- oder Katalysatorbereich.

(57) Beschrieben wird ein Verfahren und dafür konstruierte Vorrichtungen zum Bepunkten von Formwerkzeugen mit Tröpfchen flüssiger oder suspendierter Schmiermittel bei der Herstellung von Formlingen im Pharma-, Lebensmittel- oder Katalysatorenbereich. Es werden über Kapillaren in Verbindung mit Wechsel-Einstoffdüsen alternierend unter Druck stehende Schmiermittellösungen oder -suspensionen und unter Druck stehendes Gas so gleitet, daß sich unter dem Gasstoß an der Düsenoberfläche Tropfen bilden, die dann von dort abgelöst und auf bestimmte Zonen von Preßwerkzeugen geleitet werden. Die Vorrichtung unfaßt schnell arbeitende Ventile für die kurzzeitige Freigabe von unter Druck stehenden Gasen und Schmiermittelflüssigkeiten oder -suspensionen, wobei sich die Ableitungen jeweils eines Gasventils und eines Flüssigkeitsventils vor einer Kapillare vereinigen und am Ende der Kapillaren Einstoffdüsen angebracht sind.

Desweiteren werden sogenannte Bepunktungsschuhe, die mehrere Kapillaren und Düsen. letztere in bestimmten Anordnungen zu einander, enthalten, beschrieben.

519 A2

EP 0

Case 5/881

Dr.Bu/pf

DR. KARL THOMAE GMBH D-7950 Biberach 1

5

10

15

Verbessertes Verfahren und Vorrichtungen zum Bepunkten von Formwerkzeugen mit Tröpfchen flüssiger oder suspendierter Schmiermittel bei der Herstellung von Formlingen im Pharma-, Lebensmittel- oder Katalysatorenbereich

Die Erfindung betrifft ein verbessertes Verfahren und Vorrichtungen zum Bepunkten von Formwerkzeugen mit Tröpfchen flüssiger oder suspendierter Schmiermittel bei der Herstellung von Formlingen im Pharma-, Lebensmittel- oder Katalysatorenbereich.

Durch die US-PS 4.323.530 wird ein Verfahren zur Verpressung von Granulaten zu Tabletten, Dragéekernen und dergleichen beschrieben, bei welchem vor jedem Preßvorgang auf die beanspruchten Zonen der Preßwerkzeuge ein bestimmter Betrag an Schmiermittel in flüssiger oder suspendierter Form mittels eines intermittierend arbeitenden Düsensystems aufgetragen wird. Diese Art der Schmierung erlaubt es, daß dem zu verpressenden Granulat kein Schmiermittel, z.B. Magnesiumstearat, mehr beigegeben werden muß; dies führt beispiels-20 weise zu Arzneimitteln mit einer wesentlich verbesserten Bioverfügbarkeit des darin enthaltenen Wirkstoffes. Im

übrigen kommt man dabei mit wesentlich reduzierten Schmiermittelmengen aus. Nach dem Verfahren dieser Patentschrift gelingt die Auftragung durch ein gerichtetes Besprühen bestimmter Zonen der Preßwerkzeuge mit dem flüssigen oder suspendierten Schmiermittel mit Hilfe von vorzugsweise Einstoff- oder Zweistoff-Düsen. Bei Verwendung dieser Düsen, insbesondere aber bei der Verwendung von Zweistoff-Düsen, bei welchen Luft und Schmiermittelflüssigkeit gleichzeitig austreten, hat es sich aber gezeigt, daß sich Tröpfchen mit 10 einem in seiner Breite von der Luftzufuhr abhängenden Teilchenspektrum bilden; diese Düsen neigen zur Bildung eines unerwünschten Nebels, der zu einer Verschmutzung der Tablettenpresse, insbesondere des Preßtellers, führen kann.

5

Auch die Verwendung von Einstoff-Düsen, durch welche das 15 flüssige Schmiermittel intermittierend und kurzzeitig vor jedem einzelnen Preßvorgang auf die entsprechenden Stellen der Preßwerkzeuge aufgesprüht wird, zeigte wegen Bildung eines Sprühkegels bzw. Auftretens vagabundierender Tropfen verschiedener Durchmesser innerhalb des Sprühkegelmantels 20 noch eine Neigung zur Verschmutzung des Tablettiertellers. Die Ein- und Zweistoffdüsen erzeugen aber darüberhinaus beim Einsatz in schnelllaufenden Tablettenpressen bei Betätigungsintervallen bis 5 msec. keine gleichbleibende Ablösung des flüssigen Schmierstoffes, es entstehen neben Einzel-25 tropfen auch Tropfensequenzen, bestehend aus Tropfen von unterschiedlichen Durchmessern, wobei eine immer gleichbleibende Beaufschlagung der dazu bestimmten Zonen der Preßwerkzeuge nicht durchgehend gewährleistet ist.

Es wurde bereits vorgeschlagen (vgl. DE-OS 29 32 069), diese 30 Nachteile dadurch zu vermeiden, daß das flüssige oder suspendierte Schmiermittel vor jedem Preßvorgang in definierten Mengen und in Form diskreter Tröpfchen von definiertem Volumen auf die beanspruchten Zonen der Preßwerkzeuge

mittels piezoelektrischer Wandler in Verbindung mit entsprechenden Düsen gerichtet aufgepunktet wird. Ein gewisser
Nachteil dieses Verfahrens besteht allerdings darin, daß an
die zu versprühende Flüssigkeiten hohe Anforderungen bezüglich der Viskosität und Oberflächenspannung zu stellen
sind. Nur bei Einhaltung gewisser Grenzen bei den Werten für
die Viskosität und die Oberflächenspannung ist ein einwandfreies Bepunkten der dafür vorgesehenen Preßzonen möglich.
Hinzu kommt, daß dieses System staubempfindlich ist und sich
nicht ohne weiteres für die Schmierung der Preßwerkzeuge
beim Verpressen von staubförmigen bzw. nichtgranulierten
Materialien mit hohem Pulveranteil, wie z.B. von Sorbitmassen in der Lebensmittelbranche, eignet.

Bei der praktischen Weiterentwicklung der Methode gemäß der 15 vorstehend genannten US-Patentschrift hat sich nun gezeigt, daß sich alle negativen Begleiterscheinungen weitestgehend ausschalten lassen, wenn durch auf dem elektromagnetischen oder piezomechanischen bzw. piezoelektrischen Effekt beruhende Ventilsysteme, die im Bereich von 50 µsec. bis 5 20 msec. arbeiten, vorzugsweise 1 bis 2 msec., alternierend definierte Mengen an flüssigen, gelösten oder suspendierten Schmiermitteln und definierte Volumina an Gasen, z.B. Luft, über eines oder mehrere Kapillarsysteme, die ihrerseits mit Düsenöffnungen versehen sind, freigesetzt werden. Hierbei 25 bewirkt der nachzeitige Gasstoß, neben dem Aufwölben der Menisken der Schmiermittelflüssigkeit oder -suspension an den Düsenoberflächen, die einwandfreie Tröpfchenablösung an den "Wechsel-Einstoffdüsen" und die Beschleunigung der Tröpfchen auf ihrer Flugbahn in Richtung der zu beauf-30 schlagenden Zonen der Preßwerkzeuge. Der Ausdruck "Wechsel-Einstoffdüsen" wurde gewählt, da im Gegensatz zu bekannten Einstoff- und Zweistoffdüsen hier die zwei Stoffe, Flüssigkeit und Gas, im Wechsel nacheinander die gleiche Düsenöffnung verlassen. Gleichzeitig verursacht der Gasstoß auch

eine gründliche Düsenreinigung; die Düsenöffnung wird also pulsierend und kontinuierlich gereinigt. Um eine gezielte Tröpfchenbildung zu erreichen, ist das Verhältnis zwischen Flüssigkeitsdruck und Flüssigkeitsmenge pro Zeiteinheit so-5 wie Gasdruck und Gasmenge pro Zeiteinheit aber auch die Beschaffenheit des Kapillar- und Düsensystems von großer Bedeutung. Im allgemeinen reicht bei den vorzugsweise angewandten Gasdrucken eine 10- bis 50-fach größere Menge an Gasvolumen, gemessen am Volumen der Flüssigkeit, in der 10 gleichen Zeiteinheit aus. Die alternierende Arbeitsweise des Ventilsystems führt zu einer sauberen Ablösung des Schmiermitteltröpfchens von der Düsenöffnung, ohne daß eine unerwünschte Nebelbildung des Schmiermittels zu beobachten ist. Es werden einzelne Flüssigkeitströpfchen gebildet, von der 15 Düse abgelöst und in Richtung auf die zu beaufschlagenden Zonen geleitet und beschleunigt, die Bildung eines Nebels wird vermieden und damit der Verschmutzung der Tablettiermaschine vorgebeugt. Die Beschleunigung des Tröpfchenfluges zu den Preßwerkzeugen ermöglicht außerdem den Einsatz dieser 20 Vorrichtung bei sehr schnell laufenden Tablettiermaschinen (Stempel-Umlaufgeschwindigkeit bis ca 10 m/s).

Bei der Benutzung mehrerer Düsen können diese reihenartig oder flächenhaft verteilt auf der Oberfläche und, gegebenenfalls, auch auf der Unterfläche eines sogenannten Bepunktungsschuhs angebracht sein. Die Anbringung der Düsen auf einem solchen Bepunktungsschuh hängt von der Form und Größe der Preßlinge ab; der Bepunktungsschuh selbst wird vorzugsweise unmittelbar vor dem Füllschuh zwischen Matrizenteller und Oberstempel angebracht, damit die ausgebrachten Schmiermitteltröpfchen auf möglichst kurzem Weg und richtungsgebunden die aktiven Flächen der Preßwerkzeuge erreichen und schmieren. Unter dem Ausdruck "flüssige Schmiermittel" werden auch Schmiermittelschmelzen verstanden.

Jede Kapillare in dem Bepunktungsschuh ist an einem Ventilsystem entweder für sich oder zusammen mit bestimmten zugeordneten Kapillaren angeschlossen; das Ventilsystem gibt
bei jeder Betätigung eine geringe aber definierte Schmiermittelmenge und Gas- bzw. Luftmenge alternierend frei. Die
Betätigung des Ventilsystems und die Auslösung des Steuerprogramms erfolgt durch eine an der Tablettierpresse angebrachte Lichtschranke, durch einen Bitgeber oder durch einen
kapazitiven oder induktiven Näherungsschalter über elektrische oder magnetische oder mechanische (z.B. pneumatische) Impulse, welche auf die Ventile wirken.

5

10

Das Prinzip gemäß vorliegender Erfindung besteht also aus der Eindosierung einer geringen aber definierten Menge eines flüssigen Schmiermittels in das Kapillarsystem des Bepunktungsschuhs und aus der nachfolgenden Ablösung der Schmiermitteltropfen von der Düsenöffnung und Aufbringung der abgelösten Schmiermitteltropfen auf die dafür vorgesehenen Zonen der Preßwerkzeuge durch ein nachzeitig einströmendes, volumenmäßig dosiertes Gas (z.B. Luft), wobei dieses dosierte Gas gleichzeitig die Tropfen in einem vorbestimmbaren Ausmaß beschleunigt, vorbestimmbar durch die Einstellung bestimmter Impulsgrößen. Die Gasmenge bzw. Menge der Luft wird hierbei so bemessen, daß es nicht zu einem unkontrollierten Zerplatzen und damit zu einer Vernebelung der Tropfen kommt.

Die Impulszeit zur Eindosierung der Schmiermittelflüssigkeit bzw. -suspension wird vorzugsweise gegenüber der Impulszeit zur Nachdosierung der Luft klein gehalten. Es empfiehlt sich aber, den Druck der Schmiermittelflüssigkeit bzw. -suspension niedriger zu halten als der Druck der nachfolgenden Luft. Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, den Impuls zur Luftdosierung im Moment der Beendigung der Schmiermitteldosierung einsetzen zu lassen.

Im allgemeinen arbeitet man bei Düsenaustrittsöffnungen zwischen 0,05 und 0,3 mm mit einem Flüssigkeitsdruck zwischen 0,1 und 2 bar und einem Gasdruck zwischen 0,5 und 8 bar, die Impulszeiten für die Dosierung der Flüssigkeit 5 liegen dann vorzugsweise zwischen 1,0 und 2,5 msec., für das Gas zwischen 1,0 und 2,0 msec. Unter Einhaltung der obigen Kriterien läßt sich dann durch eine Wechsel-Einstoffdüse eine Schmiermittelmenge von ca. 10 bis 500 g/Stunde abgeben. Bei einer Tablettiergeschwindigkeit von 200000 Preßlingen 10 pro Stunde, einem Durchmesser der Preßlinge von 19 mm und einem Gewicht von 2,0 g kommen für das Aufbringen des Schmiermittels an Ober- und Unterstempel z.B. 10 Wechsel-Einstoffdüsen zum Einsatz, die jeweils an den Ober- und Unterstempel 0,5 bis 25 mg Schmiermittelflüssigkeit abgeben.

Bei Kapillaren mit mehreren Düsenaustrittsöffnungen entlang dem Kapillarenverlauf kann es im Bereich der endständigen Düsenaustrittsöffnungen zu einem Druckabfall kommen, der eine verschlechterte Tropfenablösung an diesen Düsenöffnungen zur Folge hat. Um eine solche Störung bei der

Tropfenabgabe zu vermeiden, empfiehlt es sich, die Kapillaren in Richtung auf die endständigen Düsenöffnungen zu verjüngen. Eine solche Verjüngung kann stufenweise oder auch konisch geschehen.

Die Schmiermittelflüssigkeit enthält im allgemeinen 5-50 % Schmiermittel, der Rest ist ein Lösungs- oder Suspensionsmittel. Im Falle von Schmierölen oder Fettschmelzen beträgt die Konzentration 100 % Schmiermittel. Pro Preßling (19 mm Durchmesser, 2,0 g Gewicht) werden somit, je nach Konzentration der Schmiermittelflüssigkeit 0,025 bis 25 mg, bezogen auf das Tablettengewicht 0,001 - 1 % Schmiermittelflüssigkeit, abgegeben. Der bevorzugte Bereich liegt bei 0,1 bis 2 mg (0,005 % bis 0,1 %) Schmiermittelflüssigkeit. Als Schmiermittel kommen neben Stearinsäure, Palmitinsäure, den Alkali- oder Erdalkalisalzen dieser Säuren, wie Magnesium-

25

stearat, Kaliumstearat, Aluminiumstearat, auch Mono-, Di- und Triglyceride und deren Gemische von mittelkettigen bis langkettigen Fettsäuren, wie Glycerinmonostearat oder Glycerinmonolaurat, zum Einsatz. Als Lösungs- bzw. Sus-5 pensionsmittel sind Wasser oder Alkohole, wie Äthanol, Isopropylalkohol oder Gemische davon, ganz besonders geeignet. Die Viskosität der Schmiermittellösungen liegt bevorzugt zwischen 2 und 100 mPa x s (Millipascalsekunde), die Oberflächenspannung zwischen 20 bis 40 mN/m (Millinewton pro Meter). Bei zäheren Schmiermitteln kann die Viskosität durch 10 Erwärmen bis auf 100°C drastisch reduziert werden. Alle die vorstehend angegebenen Werte können natürlich wesentlich unter- oder überschritten werden, je nach den Eigenschaften der anzuwendenden Schmiermittel.

Während die aktiven Flächen der Preßwerkzeuge oberhalb und 15 unterhalb des Bepunktungsschuhs vorbeigeführt werden, wird der Schmiervorgang, bestehend aus Schmiermittel- und Luftdosierung, ein- oder mehrfach ausgelöst, wobei eine flächenhafte Bepunktung der Preßwerkzeuge mit dem Schmiermittel erreicht wird. In Abhängigkeit von der Form des Preßlings 20 können alle Düsen oder nur ein bestimmter Teil der Düsen zur Tropfenabgabe angeregt werden; prinzipiell kann jede Düse, falls erwünscht, auch gesondert angesteuert werden. Besonders beanspruchte Zonen der Preßwerkzeuge, z.B. Zonen zur Ausbildung von Gravuren im Preßling, können bevorzugt mit 25 Schmiermitteltropfen bepunktet werden; dies geschieht durch eine höhere alternierende Impulsfolge in den dafür vorgesehenen Kapillaren. Es kann der Bepunktungsschuh auch in zwei getrennte Einheiten aufgeteilt sein, die versetzt zu einander in der Presse angebracht sind und Oberstempel und 30 Preßkammer bzw. Unterstempel separat bepunkten. Die Anordnung der Düsen auf den Flächen des Bepunktungsschuhs richtet sich im allgemeinen nach der Geometrie der beim Preßvorgang besonders beanspruchten Zonen der Preßwerkzeuge, wobei die stark beanspruchten Zonen stärker mit dem Schmier-35 mittel bepunktet werden als weniger beanspruchte Zonen.

Um eine saubere Ablösung der Schmiermitteltropfen von der bzw. den Düsenöffnungen des Bepunktungsschuhs zu erreichen, muß sowohl das Steuerprogramm, die Düsen, das Kapillarsystem als auch die physikalische Beschaffenheit der Schmier-5 mittelflüssigkeit und die Luftzufuhr mit der Geschwindigkeit der Tablettierpressen abgestimmt werden. Die Viskosität und Oberflächenspannung der Schmiermittelflüssigkeit trägt zur Stabilisierung der Tropfenbildung und zur Erleichterung bzw. Erschwerung der Tropfenablösung von der Düsenöffnung bei, 10 jedoch lassen sich, was ein besonderer Vorteil dieses erfindungsgemäßen Verfahrens bedeutet, Anpassungen über ein sehr breites Spektrum bezüglich Viskosität und Oberflächenspannung vornehmen, beispielsweise durch Variierung der Dosierung und der Taktfolgen der Flüssigkeit bzw. der Luft 15 oder durch Änderungen im Kapillarsystem bzw. bei den Düsenöffnungen. Eine weitere Möglichkeit stellt das Einbringen von warmer Luft in den Bepunktungsschuh dar. Die Temperatur kann bis zu 100°C betragen. Die warme Luft stellt sicher, daß z.B. bei Verwendung von Schmiermittellösungen das 20 Lösungsmittel der Tröpfchen beim Auftreffen auf die Werkzeuge bereits weitgehend verdunstet ist. Somit wird verhindert, daß Lösungsmittel in das Granulat bzw. in die Tablette eindringt. Die Luft hat also nicht nur die Aufgabe, die Ausdosierung und Beschleunigung der Tröpfchen zu unter-25 stützen, sondern kann auch eine trocknende Funktion haben.

Es war nicht ohne weiteres vorhersehbar, daß es möglich ist, unter Einhaltung bestimmter Verhältnisse beim Flüssigkeitsdruck, der Flüssigkeitsmenge, beim Luftdruck und der Luftmenge und bei der zeitlichen Abfolge der Eindosierung dieser 30 Medien in die Kapillaren des Bepunktungsschuhs eine Nebelbildung zu vermeiden, wobei alle Schmiermitteltröpfchen immer nur in diskreter Form auf die Preßwerkzeuge aufgepunktet werden.

Es hat sich vorteilhaft erwiesen, wenn die Aushebekraft der Preßlinge, die mittels Dehnungsmeßstreifen gemessen wird, als Regulans für die Anzahl der Schmiermitteltröpfchen in der Zeiteinheit (z.B. in der Sekunde) mitherangezogen wird. Zeigen die Dehnungsmeßstreifen unter den Preßlingen eine Erhöhung der Aushebekraft an, so erhöht sich automatisch die Anzahl der Tröpfchen pro Zeiteinheit. Dies geschieht dadurch, daß die ermittelten und z.B. digitalisierten Meßwerte über die elektronische Steuerung die Öffnungszeiten der Schmiermittelventile innerhalb bestimmter Grenzen beeinflussen.

Im Gegensatz zu den bekannten Zweistoff-Düsen, bei denen Luft und Flüssigkeit gleichzeitig austreten, wobei es oft zur Bildung von Nebeln kommt, gelingt es also mit dem erfindungsgemäßen Verfahren, eine bestimmte Anzahl von Tröpfchen gleichen Durchmessers auf eine bestimmte Fläche des Preßwerkzeuges auch bei sehr hohen Geschwindigkeiten der Tablettenpresse aufzubringen (Stempel-Umlaufgeschwindigkeiten bis 10 m/s).

Durch das exakte Aufbringen des Schmiermittels auf die aktive Preßfläche des Unterstempels und durch die Kriechfähigkeit der eingesetzten Schmiermittel gelangt beim Abziehen des Unterstempels offensichtlich genügend Schmiermittel an die Matrizenwand. Der Unterstempel kann also unmittelbar nach dem Auswerfen der Tablette vor dem Untertauchen unter den Füllschuh bepunktet werden. Es ist ein besonderer Vorteil dieses Systems, daß der Unterstempel in der Regel nicht abgesenkt sein muß, damit der Bepunktungsschuh die freie Matrizenwand schmieren kann. Es hat sich außerdem gezeigt, daß die unmittelbare Schmierung der Tablettierwerkzeuge außerordentlich effektiv ist. So genügt bei den üblichen 2-Stationen-Hochleistungspressen, d.h. ein Stempel preßt 2 Tabletten pro Umlauf, in der Regel eine einmalige Schmierung des Werkzeuges je Umlauf.

Die Erfindung betrifft, wie eingangs erwähnt, ebenfalls Vorrichtungen zum Bepunkten von Formwerkzeugen mit Tröpfchen
flüssiger oder suspendierter Schmiermittel. Die Vorrichtungen bestehen aus einem Bepunktungsschuh mit an

Kapillaren anliegenden Einstoffdüsen und mit an den anderen
Enden der Kapillaren anliegenden getrennten Zuleitungen für
die Schmiermittelflüssigkeit oder -suspension und das Gas.
Schnelllaufende Ventile zur Freigabe definierter Flüssigkeits- bzw. Gasmengen sind in der Flüssigkeits- und Gasleitung angebracht. Der Druck in den Zuleitungssystemen wird
durch Druckregelventile absolut und relativ zueinander
geregelt. Die Regelung aller Ventile erfolgt beispielsweise
durch eine elektronische Regelvorrichtung.

Die Figuren I bis IV sollen die erfindungsgemäßen Vor-15 richtungen näher erläutern; sie beschreiben bevorzugte Ausführungsformen vorliegender Erfindung.

Die Figur Ia stellt einen Querschnitt durch einen Bepunktungsschuh (5) dar, bestehend aus einer Kapillare (1) mit einer Vergabelung, die von einer Druckluftzuleitung (2) und 20 einer Schmiermittelzuleitung (3) gebildet wird. Die Kapillare (1) weist in einer Reihe mehrere Düsen (4) auf, wobei diese Reihe auch auf der entgegengesetzten Seite fortgesetzt ist.

Die Figur Ib zeigt eine Draufsicht auf den Bepunktungsschuh 25 mit einer Reihe von Düsenöffnungen (4a).

Die Figur IIa zeigt eine Draufsicht auf einen runden Bepunktungsschuh (5) mit einer in einer Anzahl von in geometrischer Verteilung angebrachten Düsenöffnungen (4a) und den Zuführungen (2) und (3) für die Schmiermittellösung bzw.-suspension und die Luft.

Die Figur IIb stellt einen Querschnitt durch denselben Bepunktungsschuh dar, wobei mit (4) die Düsen angedeutet sind. Die Zuführung der Schmiermittelflüssigkeit bzw. -suspension und der Luft über die Kanäle (2) bzw. (3) setzt sich entweder über ein nicht eingezeichnetes Kapillarsystem zu den einzelnen Düsen bzw. jeweils zu einer Reihe von Düsen fort, sodaß es möglich wird, aus einzelnen Düsen bzw. aus geometrisch zugeordneten Düsen unabhängig voneinander in individueller Impulsfolge Schmiermittel und Luft auszupunkten oder die Zuführungen (2) und (3) enden in der kapillarartigen Kammer (6), von der aus einzelne Düsen (4) nach der einen oder nach beiden Seiten rechtwinkelig oder in einem bestimmten Winkel zu der Symmetrieebene des Bepunktungsschuhs wegführen.

15 Die Figur III beschreibt einen Querschnitt durch einen besonders an die Matrize und Oberstempel angepaßten Bepunktungsschuh (5). Hierbei sind (1) die Kapillaren, die in einer Vergabelung zusammenlaufenden Zufuhrleitungen von Luft und Schmiermittel sind nicht eingezeichnet. Mit (4) sind die 20 Düsen wiedergegeben, (7) ist der Oberstempel, (8) der Unterstempel und (9) die Matrize. Die Düsen sind in verschiedenen Winkeln zuelnander und zu der Achse des Bepunktungsschuhs angeordnet und ermöglichen somit eine besonders intensive Schmierung der aktiven Preßflächen des Oberstempels und der 25 Matrizenwand.

Die Figur IV zeigt einen Querschnitt durch eine erfindungsgemäße Schmiermittelbepunktungsanlage an einer Tablettiermaschine. Hierbei ist (1) eine Kapillare im Bepunktungsschuh
(5) mit der Gabelung der Druckluftzuführung (2) und Schmier30 mittelzuführung (3) und einer Reihe von Düsen (4). Der Bepunktungsschuh (5) ist außermittig zur Achse des Unterstempels (8) und Oberstempels (7) angebracht; mit (9) ist
die Matrize gekennzeichnet. (10a) und (10b) sind Ventile zur
Freigabe der Druckluft aus dem Drucklufttank (11) und zur
35 Steuerung des Schmiermittels aus dem Schmiermitteltank (12).

Mit (13) werden Druckventile zur Regulierung des Druckes der beiden Medien Luft und Schmiermittelflüssigkeit bezeichnet; diese Druckventile erlauben eine individuelle Einstellung des Drucks sowohl der Flüssigkeit als auch der Luft, aber auch die Abgleichung dieser Drucke zueinander; (14) ist ein Näherungsschalter und (15) ein elektronisches Steuergerät zur Steuerung der Ventile (10a) und (10b).

#### Beispiele zur Herstellung von Preßlingen

#### Beispiel 1

5

10

15

20

25

Mit einem Beschichtungsschuh, wie ihn Abb. la zeigt, und der weiter beschriebenen erfindungsgemäßen Anordnung wurden Sorbitkomprimate (Durchmesser 15 mm) nach dem erfindungsgemäßen Verfahren unter Direktschmierung hergestellt. Es wurde hierbei mit einer Leistung von 180 000 Tabletten/Stunde gearbeitet, wobei ca. 900 g eines aus 4 % Stearinsäure und 20 % Capryl-Caprinsäure-Triglycerid in Äthanol bestehenden Schmiermittels pro Stunde verbraucht werden.

Es wurde mit 1,5 bar Flüssigkeitsdruck und 1,5 msec. in den Bepunktungsschuh eindosiert und danach mit Luft von 3,5 bar und einer Impulsbreite von 2,5 msec. ausdosiert.

Dieser Vorgang, der durch einen Induktionsschalter ausgelöst wurde, wurde pro Preßwerkzeug und Preßvorgang 2x wiederholt.

Die so erhaltenen Tabletten wiesen keine negativen Veränderungen in ihrer Oberflächen-Beschaffenheit gegenüber herkömmlich hergestellten Komprimaten auf. Dagegen war der Geschmack deutlich besser als der der nach dem herkömmlichen Verfahren unter Zusatz von Magnesiumstearat hergestellten Sorbitkomprimaten. Im Gegensatz zu diesen zeigte eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer Tabletten-Bruchfläche, daß durch die Abwesenheit eines Schmiermittels die Sorbit-Kristalle vollkommen miteinander versintert sind. Auf der Zunge ist keinerlei Rauhigkeit der Komprimate mehr festzustellen.

Weiterhin konnte die gewünschte Härte mit einem um mindestens 30 % verringerten Preßdruck erreicht werden.

## Beispiel 2

5

10

Mit einem Bepunktungsschuh, wie ihn Abb. la zeigt und der weiter beschriebenen erfindungsgemäßen Anordnung wurden Acetvlsalicylsäure-Milchzucker/Stärkekomprimate (Durchmesser 12 mm) nach dem erfindungsgemäßen Verfahren unter Direktschmierung hergestellt. Es wurde hierbei mit einer Leistung von 180 000 Tabletten/Stunde gearbeitet, wobei ca. 100 g eines aus 4 % Stearinsäure und 6 % Polyoxyäthylensorbitanmonooleat in Äthanol bestehenden Schmiermittels verbraucht wurden. Hierbei wurde mit 0,8 bar Flüssigkeitsdruck und 1,0 msec. in den Bepunktungsschuh eindosiert und danach mit 1,5 bar und einer Impulsbreite von 2 msec. ausdosiert.

Dieser Vorgang, der durch einen Induktionsschalter ausgelöst wurde, wurde pro Preßwerkzeug und Preßvorgang 3 x wiederholt.

Die Tablette hat bei gleicher Preßkraft eine um 35 % erhöhte Bruchfestigkeit. Da das Granulat nicht mit einem hydrophoben Schmiermittel gemischt wurde, kann das Sprengmittel voll aktiv werden. Der Zerfall der Tablette veringert sich von 65 auf 10 Sekunden.

# 20 Beispiel 3

25

Mit einem Bepunktungsschuh, wie ihn Abb. IIa zeigt, und der weiter beschriebenen erfindungsgemäßen Anordnung wurden Sorbitkomprimate (Durchmesser 15 mm) nach dem erfindungsgemäßen Verfahren unter Direktschmierung hergestellt. Es wurde hierbei mit einer Leistung von 180 000 Tabletten/Stunde gearbeitet, wobei ca. 700 ml eines aus 4 % Stearinsäure und 20 % Capryl-Caprinsäure-Triglycerid in Ethanol be-

stehenden Schmiermittels verbraucht wurden. Hierbei wurde mit 1,0 bar Flüssigkeitsdruck und 2,0 msec. in den Bepunktungsschuh eindosiert und danach mit 5 bar und einer Impulsbreite von 1,0 msec. Luft ausdosiert.

Dieser Vorgang, der durch einen Induktionsschalter ausgelöst wurde, wurde pro Preßwerkzeug und Preßvorgang 2 x wiederholt.

Für die Eigenschaften der Tabletten gilt das unter Beispiel 1 gesagte.

Ähnliche Ergebnisse wurden auch bei der Verwendung eines Schmiermittels, bestehend aus 5 % Glycerinmonostearat, feinst suspendiert in Wasser, erzielt.

# Beispiel 4

## Ascorbinsäure-Brausetabletten

Ascorbinsäure, Natriumbicarbonat, Zitronensäure, Trockenaroma und Zucker wurden einzeln gesiebt und dann miteinander gemischt.

Auf einer mit einem Bepunktungsschuh ausgerüsteten Tablettenpresse wurden nach dem erfindungsgemäßen Verfahren
unter Direktschmierung der Werkzeuge aus der Mischung 3,5 g
schwere Tabletten hergestellt. Die Schmiermittelflüssigkeit
enthielt in Äthanol 2 % Polyäthylenglykol 6000 und 3 % eines
Glycerin-Polyäthylenglycoloxystearates (Cremophor RH40 (R)),
der Flüssigkeitsdruck betrug 1,5 bar, die Impulsbreite 2,5
ms. Ausdosiert wurde mit Luft bei 3,5 bar und einer Impulsbreite von 3 ms. Die Schmiermittelmenge pro Tablette betrug
0,4 mg.

Gegenüber dem herkömmlichen Verfahren treten für die Herstellung von Brausetabletten viele Vorteile auf:

- 1.) Man kann jede gewöhnliche Tablettenpresse verwenden.
- 2.) Man benötigt keine Unterstempel mit einer Filzpackung, speziell aufgebohrten Matrizen und speziell belegten Ober- und Unterstempeln.
  - Die Standzeit ist wesentlich h\u00f6her und der Reinigungsaufwand an der Maschine stark verringert.
- 4.) Die Tablettiergeschwindigkeit kann wesentlich erhöhtwerden.
  - 5.) Ein Ankleben der Brausetabletten an den Stempeln wird sicher vermieden.

### Beispiel 5

#### Katalysatorentablette

- Ein Gemenge aus Siliciumdioxid, Aluminiumoxidhydrat und Chromoxid (Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) einer Teilchengröße zwischen O,l und l mm wird gemischt und auf einer Tablettenpresse zu Zylindern von 8 mm Durchmesser und 5 mm Höhe verpreßt. Die Maschine ist mit einem Bepunktungsschuh ausgerüstet. Die Schmier-
- mittelflüssigkeit besteht aus dünnflüssigem Paraffinöl. Die Impulsbreite des Dosierventils ist gekoppelt mit den Meß-werten für die Ausstoßkraft. Dazu wurde die Ausstoßschiene mit Dehnungsmeßstreifen versehen, sodaß die Kraft zum Ausstoßen jeder Tablette aus der Matrize gemessen werden kann.
- Bei einer Zunahme der Ausstoßkraft erhöht sich auch die abgegebene Menge an Schmiermittelflüssigkeit. Im Normalfall benötigt man 0,5 mg Paraffinöl je Tablette.

Diese Katalysator-Tablette hat eine Reihe von Vorteilen gegenüber herkömmlich hergestellten Katalysator-Tabletten. Da sich im Inneren kein hydrophobes Schmiermittel befindet, werden die Tabletten um ca. 50 % härter. Das ist von großer Bedeutung, da das Befüllen von meterhohen Reaktoren und die Temperaturbedingungen während des Prozesses höchste Druckfestigkeit, Abreibfestigkeit und innere Kohäsion der Tabletten verlangen. Die Härte der neuen Tabletten ist so gut, daß auf den üblichen Zusatz eines Binders, wie Calciumaluminatzement, verzichtet werden kann. Dies wiederum erhöht die Reinheit des Katalysators, was einen positiven Einfluß auf den Nutzungsgrad und die Standzeit des Katalysators hat.

. ....

5

### Patentansprüche

1.) Verfahren zum Bepunkten von Formwerkzeugen mit Tröpfchen flüssiger oder suspendierter Schmiermittel bei der Herstellung von Formlingen im Pharma-, Lebensmittel- oder Katalysatorenbereich, wobei vor dem Preßvorgang eine definierte Menge einer Schmiermittelflüssigkeit oder -suspension an Einstoffdüsen freigesetzt wird, dadurch gekennzeichnet, daß alternierend zu dieser definierten unter Druck stehenden Schmiermittelmenge ein bestimmtes Volumen eines Gases unter Druck nachzeitig durch dieselbe Kapillare bzw. dieselben Kapillaren in Verbindung mit Wechsel-Einstoffdüsen freigegeben wird, wobei sich an den Düsenöffnungen Tröpfchen der Schmiermittelflüssigkeit oder -suspension bilden, die nach ihrer Ablösung durch den Gasstoß gerichtet auf bestimmte Zonen von Preßwerkzeugen aufgepunktet werden.

5

10

15

- 2.) Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Luft als Gas verwendet wird, das in der gleichen Zeit-einheit angewandte Gasvolumen 10- bis 50-mal so groß ist wie das entsprechende Volumen der Flüssigkeit oder Suspension und die Temperatur des Gases bis 100°C beträgt.
- 3.) Verfahren gemäß Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß ein Flüssigkeitsdruck von 0,1 bis 2 bar und ein Gasdruck von 0,5 bis 8 bar angewandt wird.
- 25 4.) Verfahren gemäß Anspruch 1, 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Impulszeit zur Eindosierung der
  Schmiermittelflüssigkeit oder -suspension kleiner ist
  als die Impulszeit zur Nachdosierung des Gases bzw. der
  Luft.

5.) Verfahren gemäß Anspruch 1, 2, 3 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Druck der Schmiermittelflüssigkeit bzw. -suspenion kleiner ist als der Druck des Gases bzw. der Luft und die Öffnungszeiten der Schmiermittelventile durch die Meßwerte von die Aushebekraft der Preßlinge messenden Dehnungsmeßstreifen mitbeeinflußt werden.

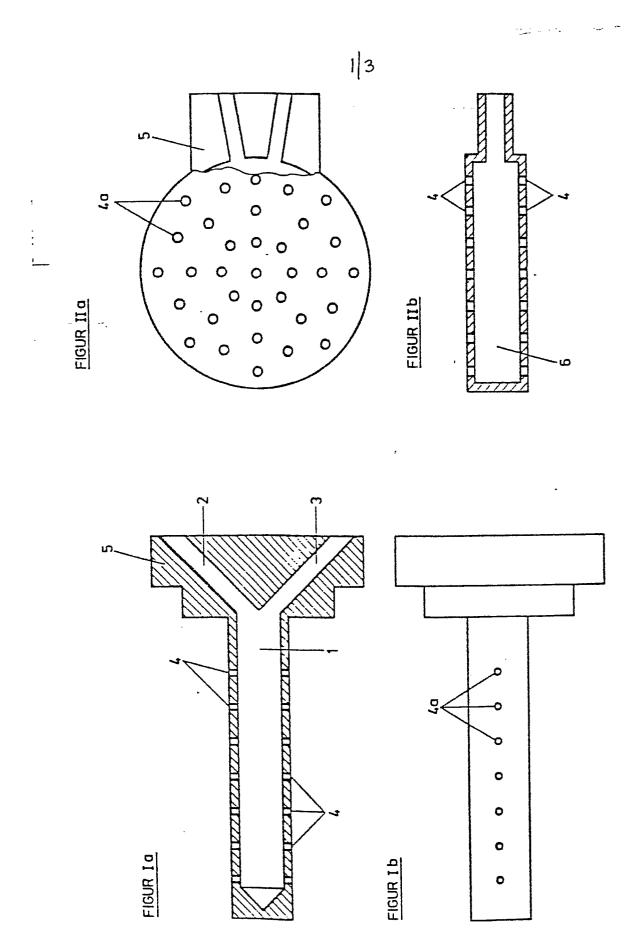
- 6.) Vorrichtungen zum Bepunkten von Formwerkzeugen mit Tröpfchen flüssiger oder suspendierter Schmiermittel im 10 Pharma-, Lebensmittel- oder Katalysatorenbereich zur Durchführung des Verfahrens gemäß Anspruch 1, bestehend aus einem Bepunktungsschuh (5) mit einer oder mehreren Kapillaren (1) und Düse bzw. Düsen (4), einer getrennten Gaszuführung (2) und Schmiermittelzuleitung (3) mit 15 schnelllaufenden Ventilen (10a) und (10b), die im Bereich von 50 usec. bis 5 msec. öffnen und schließen, aus einer mit der Gasführung (2) verbundenen Druckgasquelle (11) und einem mit der Schmiermittelzuleitung (3) verbundenen Vorratsdruckbehälter (12) für die Schmier-20 mittelflüssigkeit oder -suspension und aus Druckregelventilen (13) in und/oder zwischen den Leitungen (2) und (3) und aus einem Gerät (15) zur periodischen Steuerung der Ventile (10a) und (10b).
- 7.) Vorrichtung gemäß Anspruch 6, bestehend aus einem Bepunktungsschuh (5) mit einer oder mehreren Kapillaren (1) in Verbindung mit Düsen (4), deren Düsenöffnungen (4a) einseitig oder zweiseitig und in einer Reihe oder in einer an die Ausgestaltung der zu verpressenden Formlinge angepaßten geometrischen Verteilung auf der Oberfläche des Bepunktungsschuhs angebracht sind, wobei die Kapillaren (1) jeweils an einer eigenen Gabelung oder zusammen an einer gemeinsamen Gabelung, bestehend aus einer Druckgaszuleitung (2) und einer Schmiermittel-

zuleitung (3), angeschlossen sind und, gegebenenfalls, die Kapillaren in Richtung auf die endständigen Düsen-austrittsöffnungen stufenweise oder konisch verjüngt sind.

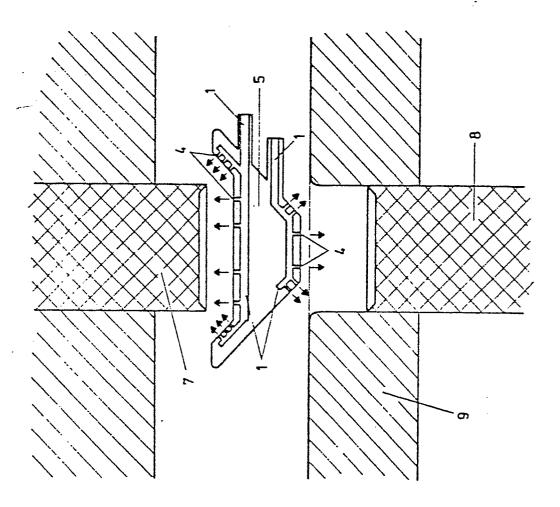
- 8.) Vorrichtung gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Bepunktungsschuh (5) eine runde Form aufweist und die Düsen (4) in einer geometrischen Verteilung auf einer oder auf mehreren Flächen oder Kanten des Bepunktungsschuhs angebracht und die Düsen über Kapillaren (1) oder über einer kapillarartigen Kammer (6) mit den Zuleitungen (2) und (3) verbunden sind.
  - 9.) Vorrichtung gemäß Anspruch 6, 7 und 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen (4) auf dem Beschichtungsschuh
    so angeordnet sind, daß sie auf bestimmte Zonen des
    Oberstempels (7), des Unterstempels (8) und der Matrize
    (9) zeigen.

15

10.) Vorrichtung gemäß Anspruch 6, 7, 8 und 9, dadurch gekennzeichnet, daß pneumatisch, elektromagnetisch, piezomechanisch bzw. piezoelektrisch betriebene Ventile (10a) und (10b) an eine elektronische Steuerung (15) mit einem Näherungsschalter (14) angeschlossen und, gewünschtenfalls, bestimmte Ventile (10a) und (10b) in Verbindung mit bestimmten Düsen (4) unabhängig von anderen Ventilen in Verbindung mit anderen Düsen getrennt ansteuerbar gestaltet sind.

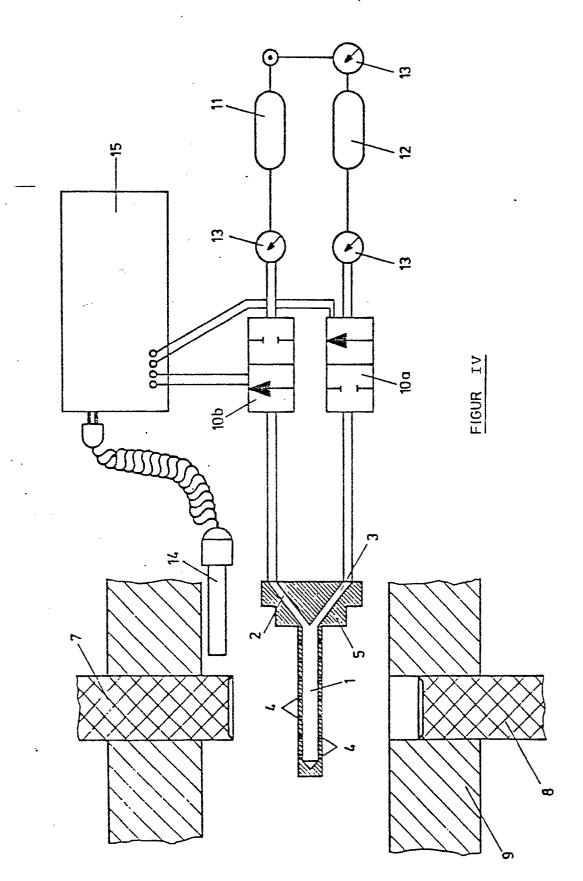


2/3



FIGUR III





. . .