

## **5. Parte I: Fabbricazione di moduli Dome Matrix<sup>®</sup> a partire da granuli ottenuti in high shear mixer.**

### **5.1 Scopo**

La produzione di moduli Dome Matrix<sup>®</sup> per compressione di polveri granulate contenenti alginato come polimero rigonfiabile è il principale scopo che si intende perseguire.

I granulati sono stati prodotti a partire da una formula contenente sodio alginato quale polimero rigonfiante utilizzando un High Shear Mixer di una. Lo studio di granulazione è stato focalizzato sulla valutazione dell'influenza delle variabili (velocità dell'impeller, velocità del chopper e quantità di acqua aggiunta) sulla resa del processo e sulle caratteristiche tecnologiche dei granulati prodotti:

- Distribuzione dimensionale
- Densità apparente
- Densità allo scuotimento
- Hausner Ratio
- Indice di Carr

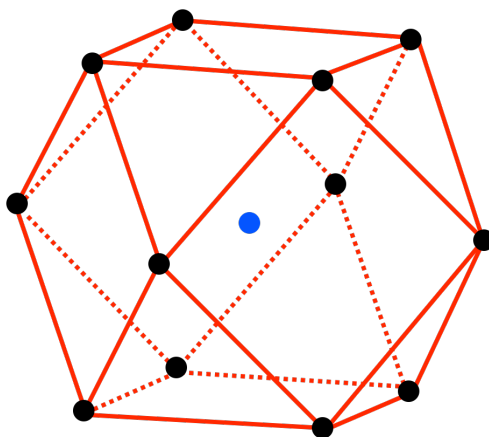
In seguito tre diversi lotti di granuli con differenti caratteristiche di friabilità sono stati utilizzati per la produzione dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup>. I moduli prodotti sono stati

caratterizzati per durezza e friabilità e lo studio fra caratteristiche dei lotti di granulati e le caratteristiche tecnologiche dei moduli sono stati valutati.

## 5.2 Risultati e Discussione

### 5.2.1 Disegno sperimentale

In questo studio un disegno sperimentale è stato utilizzato quale strumento per la valutazione dell'influenza delle variabili studiate sul processo di granulazione in high shear mixer e sulle caratteristiche dei granulati ottenuti. Il disegno sperimentale applicato è stato il Box-Behnken a tre livelli (Figura 28), utilizzato per descrivere risposte di carattere non lineare. Tale disegno è stato applicato in seguito a precedenti studi che dimostravano come tutte le risposte, ad eccezione del consumo di energia, fossero correlate in maniera non lineare con le variabili.



**Figura 25.** Disegno sperimentale Box-Behnken. In nero sono rappresentati i Lotti denominati Cube mentre in blu è rappresentato il campione centrale (Cent) che è stato ripetuto tre volte (lotti denominati Cent-A, Cent-B e Cent-C).

Le variabili studiate e gli intervalli in cui sono state variate sono i seguenti:

- Velocità dell'impeller (500-1500 rpm)
- Velocità del chopper (1500-2500 rpm)
- Acqua aggiunta (50-60 % p/p)

Mentre le risposte studiate furono la resa, la friabilità, la distribuzione dimensionale e il momento di forza (torque) dell'impeller durante la granulazione. Quest'ultimo parametro è abitualmente utilizzato come indice per la valutazione dell'end-point del processo.

In Tabella 3 è presentato il disegno sperimentale utilizzato.

**Tabella 3.** Disegno sperimentale: Box-Behnken. In blu sono rappresentate le variabili indipendenti mentre in arancione le variabili dipendenti

<b>Lotto ID.</b>	<b>Velocità Impeller (rpm)</b>	<b>Velocità Chopper (rpm)</b>	<b>Acqua aggiunta (% p/p)</b>	<b>Friabilità (<math>\partial d_{50}</math>)</b>	<b>Resa % (d&lt;2.0mm)</b>	<b>Torque (%)</b>
<b>Cube 1</b>	500	1500	55	9.1995	86.0650	4.8
<b>Cube 2</b>	1500	1500	55	17.1778	63.6560	9.6
<b>Cube 3</b>	500	2500	55	15.8070	87.4150	4.7
<b>Cube 4</b>	1500	2500	55	18.7163	56.670	9.7
<b>Cube 5</b>	500	2000	50	18.1034	86.4650	4.5
<b>Cube 6</b>	1500	2000	50	41.7513	91.665	8.4
<b>Cube 7</b>	500	2000	60	14.5664	88	5.3
<b>Cube 8</b>	1500	2000	60	11.2358	23.18	10.4
<b>Cube 9</b>	1000	1500	50	20.4966	91.43	5.9
<b>Cube 10</b>	1000	2500	50	15.9250	91.92	6
<b>Cube 11</b>	1000	1500	60	11.8020	92.625	7.8
<b>Cube 12</b>	1000	2500	60	9.1205	91.0150	7.8
<b>Cent-A</b>	1000	2000	55	12.1140	91.375	7.8
<b>Cent-B</b>	1000	2000	55	13.8440	91.9	7.2
<b>Cent-C</b>	1000	2000	55	14.2170	91.46	7.2

### 5.2.2 Resa

La resa del processo di granulazione è stata calcolata come percentuale in peso dei granuli essiccati aventi dimensioni inferiori a 2 mm , rispetto al peso totale della miscela (Tabella 4).

**Tabella 4.** Composizione della miscela utilizzata per la fabbricazione dei granuli

	<b>Quantità (g)</b>	<b>Parti (%)</b>
<b>Lattosio (Pharmatose DCL11)</b>	66	33
<b>Cellulosa microcristallina (Avicel PH102)</b>	68	34
<b>Sodio Alginato Keltone (LVCR)</b>	66	33
<b>Totale</b>	200	100

I differenti lotti di granuli prodotti furono pesati e la resa valutata secondo la seguente equazione:

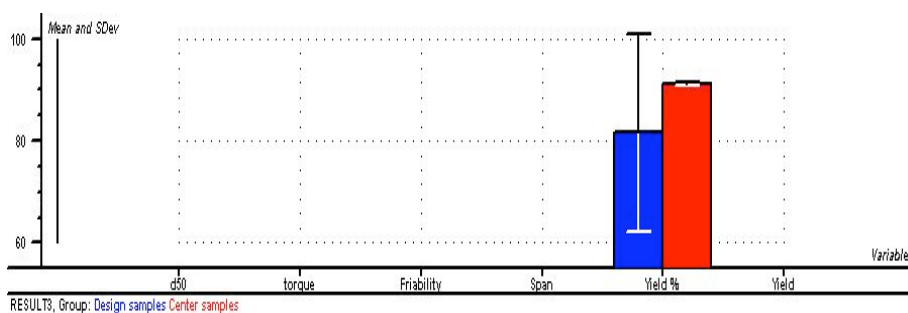
#### Equazione 12

$$resa = \frac{W_M}{W_G} * 100$$

dove  $W_M$  sta per il peso della miscela da granulare e  $W_G$  è il peso del granulato secco pesato dopo essere stato mantenuto a 60°C per 24 ore.

Prima di procedere all'interpolazione dei dati di resa è stata verificata nuovamente la non linearità della risposta misurata (resa) rispetto alle variabili (velocità dell'impeller, velocità del chopper e quantità di acqua aggiunta) tramite il confronto tra le media

calcolata sui campioni centrali (Cent-A,Cent-B, Cent-C) e la media totale calcolata sui restanti campioni (Cube 1-12).



**Figura 26.** Confronto tra la media del campione centrale (colonna in rosso) e le media totale dei restanti campioni (colonna in blu).

Come si può vedere in Figura 29 le due colonne raffiguranti i valori assoluti delle medie non sono uguali indicando come la resa non possa essere descritta con una funzione lineare (26).

Per questo motivo la resa è stata analizzata utilizzando una funzione quadratica corretta tenendo conto delle interazioni di terzo ordine delle variabili.

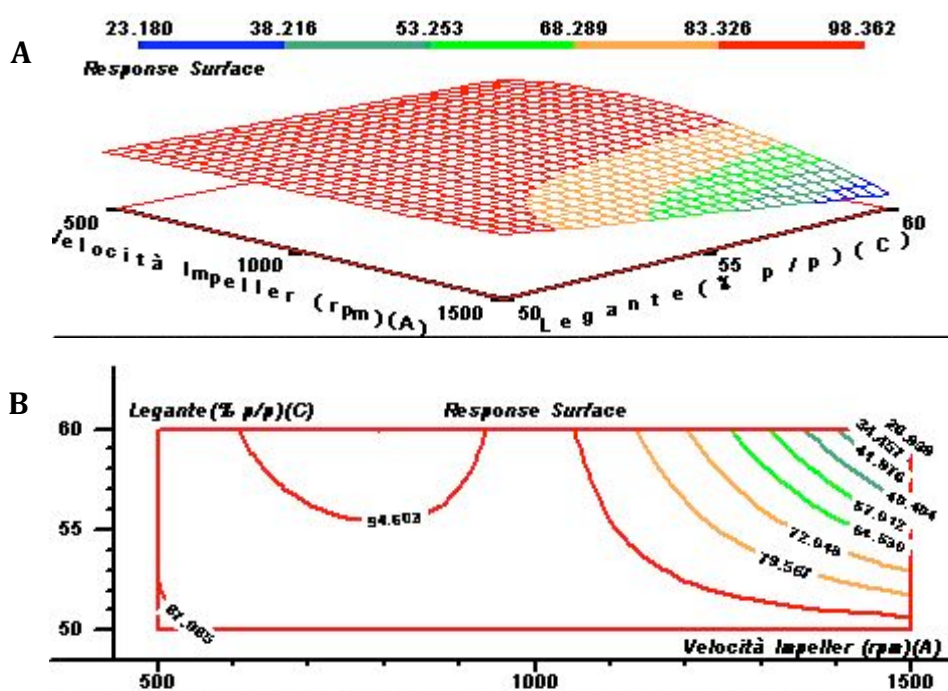
Sul modello elaborato per descrivere il processo è stato condotto un test ANOVA (Tabella 5), che mostra come il modello descrivesse in modo molto accurato il processo (Multiple correlation=1.00,  $R^2=1.00$ ). Il rapporto fra varianza spiegata e la varianza residua ( $F\text{-ratio}=4.82 \cdot 10^3$ ), che spiega come l'effetto predittorio del modello sia molto diverso dal rumore di fondo, e il p-value (p-value=0.0002) ottenuto confrontando F-

ratio con la sua teorica distribuzione (F-distribution), indica come il modello fosse significativo.

**Tabella 5.** Anova test sul modello che descrive la resa

	SS	DF	MS	F-ratio	p-value	B-coefficients	STDerr
<b>Model</b>	5.27E+003	12	439.04	<b>4.82*10<sup>3</sup></b>	<b>0.0002</b>		
<b>Error</b>	0.18	2	9.11*10 <sup>-2</sup>				
<b>Adjusted Total</b>	5.27*10 <sup>3</sup>	14	376.34				
<b>Intercept</b>	233.98	1	233.98	2.57*10 <sup>3</sup>	0.0004	91.25	1.8
<b>Velocità Impeller (A)</b>	888.64	1	888.64	<b>9.76E*10<sup>3</sup></b>	<b>0.0001</b>	-2.98*10 <sup>-2</sup>	3.02*10 <sup>-4</sup>
<b>Velocità Chopper (B)</b>	0.31	1	0.31	3.44	0.2047	-5.60*10 <sup>-4</sup>	3.02*10 <sup>-4</sup>
<b>Legante (C)</b>	2.10*10 <sup>-2</sup>	1	2.10*10 <sup>-2</sup>	0.23	0.6783	1.45*10 <sup>-2</sup>	3.02*10 <sup>-2</sup>
<b>AB</b>	17.37	1	17.37	<b>190.7</b>	<b>0.0052</b>	-1.19	8.62*10 <sup>-2</sup>
<b>AC</b>	1.23*10 <sup>3</sup>	1	1.23*10 <sup>3</sup>	<b>1.35E+004</b>	<b>0.0001</b>	-10	8.62*10 <sup>-2</sup>
<b>BC</b>	1.1	1	1.1	12.11	0.0736	-0.3	8.62*10 <sup>-2</sup>
<b>AA</b>	1.28*10 <sup>3</sup>	1	1.28*10 <sup>3</sup>	1.40*10 <sup>4</sup>	0.0001	-10.63	8.98*10 <sup>-2</sup>
<b>BB</b>	2.44	1	2.44	26.81	0.0353	0.47	8.98*10 <sup>-2</sup>
<b>CC</b>	0.36	1	0.36	3.91	0.1866	-0.18	8.98*10 <sup>-2</sup>
<b>ABB</b>	5.23	1	5.23	57.37	0.0170	0.7	9.22*10 <sup>-2</sup>
<b>ABA</b>	2.55	1	2.55	27.98	0.0339	-0.49	9.22*10 <sup>-2</sup>
<b>ACA</b>	565.15	1	565.15	6.21*10 <sup>3</sup>	0.0002	-7.26	9.22*10 <sup>-2</sup>
<b>Main vs Mean</b>	2.15*10 <sup>3</sup>	3	716.98	7.87*10 <sup>3</sup>	0.0001		
<b>2 Vars Int vs Main</b>	1.24*10 <sup>3</sup>	3	414.72	4.55*10 <sup>3</sup>	0.0002		
<b>Quadratic vs 2 Vars Int</b>	1.30*10 <sup>3</sup>	3	433.5	4.76*10 <sup>3</sup>	0.0002		
<b>3 Vars Int vs 2 Vars Int</b>	0	0	0	0	0.0000		
<b>Cubic vs Quadratic</b>	572.93	3	190.98	2.10*10 <sup>3</sup>	0.0005		
<b>Error</b>	0.18	2	9.11*10 <sup>-2</sup>				
<b>Pure Error</b>	0.18	2	9.11*10 <sup>-2</sup>				
<b>Total Error</b>	0.18	2	9.11*10 <sup>-2</sup>				

Inoltre dal test ANOVA si può evincere quali fossero le variabili o le combinazioni di variabili che influenzavano la resa del processo di granulazione. La velocità dell'impeller è influente ai fini dell'ottenimento di una buona resa (F-Ratio=9760, p-value=0.0001), così come la combinazione fra velocità dell'impeller e quantità di acqua aggiunta (F-Ratio=190.7, p-value=0.0052).

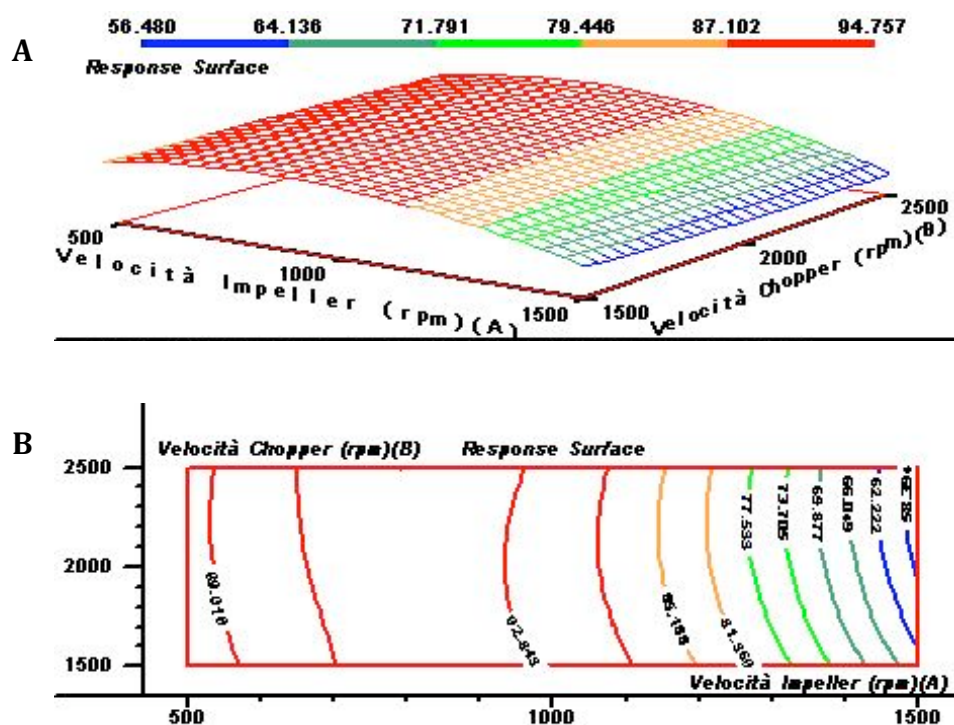


**Figura 27.** Superficie (A) e diagramma di profilo (B) descrittivi la variazione della resa rispetto alle variabili studiate (A), la variazione cromatica dal blu al rosso indica in modo crescente l'incremento della resa.

Dalla figura 30A si può vedere come la regione di migliore resa (rosso) è ottenuta a basse velocità d'impeller; questo è abbastanza logico poiché l'agglomerazione delle

particelle è funzione della velocità di rotazione dell'impeller (27,28); incrementando la velocità si otteneva un aumento delle dimensioni dei granuli.

Osservando il grafico in Figura 30B è più chiara l'azione sinergica delle due variabili (velocità di impeller e acqua aggiunta): in generale affinché si possa raggiungere la resa più alta è necessario ridurre la velocità di impeller in modo da ridurre il fenomeno di agglomerazione delle particelle. A basse velocità di impeller l'influenza della quantità di acqua aggiunta non è critica sulla resa del processo. Invece spingendo ad alte velocità di rotazione l'impeller, la quantità di acqua aggiunta deve essere ridotta per ottenere buone rese (Figura.30B), al fine di prevenire la formazione di grumi con conseguente riduzione della resa.



**Figura 28.** Superficie (A) e diagramma di profilo (B) descrittivi la variazione della resa rispetto alle variabili velocità dell'impeller e de chopper(A), la variazione cromatica dal blu al rosso indica in modo crescente l'incremento della resa.

Da un'attenta lettura del test ANOVA si poteva notare come anche la combinazione della variabili velocità dell'impeller e del chopper influenzassero la resa (F-ratio di 190.7; p-value di 0.0052) (tabella 6). In figura 31A e B si può osservare questa dipendenza che peraltro non è marcata come nel caso precedentemente discusso. A basse velocità d'impeller la resa non variava in modo significativo al variare della velocità del chopper, come si può vedere in figura 31 B (regione di massima resa in rosso). Invece ad alte velocità di rotazione dell'impeller, intorno ai 1500 rpm, incrementando la velocità di rotazione del chopper si riduce la resa. Questo avviene

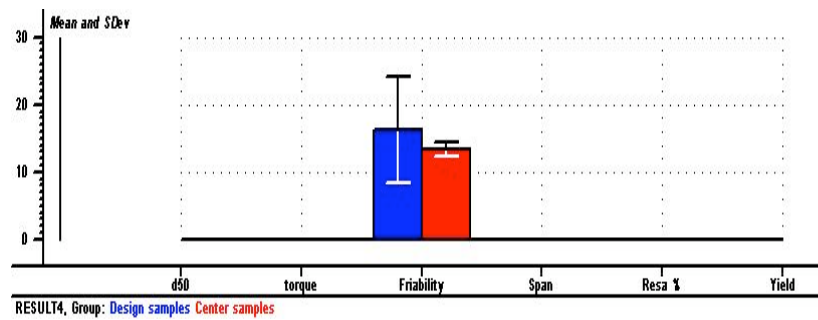
poiché in questa regione il chopper non è in grado di ridurre i granuli e a causa della sua posizione funge da elemento di ostacolo alla muscolazione. Come risultato si ottiene un accumulo dei granuli in corrispondenza del chopper che attaccandosi fra di loro dando origine a grossi grumi, riducendo di fatto la resa del processo di granulazione.

### **5.2.3 Friabilità dei granulati**

I lotti di granulati ottenuti sono stati studiati per le caratteristiche di friabilità che influenzano le proprietà di compressione. E' noto, infatti, come i granuli più friabili diano origine a compatti più duri poiché durante la compressione i granuli tendono a deformarsi per poi rompersi e saldarsi fra di loro dando origine a compatti resistenti alla rottura (29).

Prima di procedere all'interpolazione dei dati di friabilità è stata verificata nuovamente la non linearità della risposta misurata (friabilità) rispetto alle variabili (velocità dell'impeller, velocità del chopper e quantità di acqua aggiunta) tramite il confronto tra la media calcolata sui campioni centrali (Cent-A, Cent-B, Cent-C) e la media totale calcolata sui restanti campioni (Cube 1-12). Anche in questo caso i valori assoluti delle medie non sono uguali (Figura 32) indicando come la friabilità non possa essere descritta con una funzione lineare.

La friabilità dei granuli ottenuti è stata analizzata utilizzando una funzione quadratica corretta tenendo conto delle interazioni di terzo ordine delle variabili.



**Figura 29.** Confronto tra la media del campione centrale (colonna in rosso) e le media dei restanti campioni (colonna in blu).

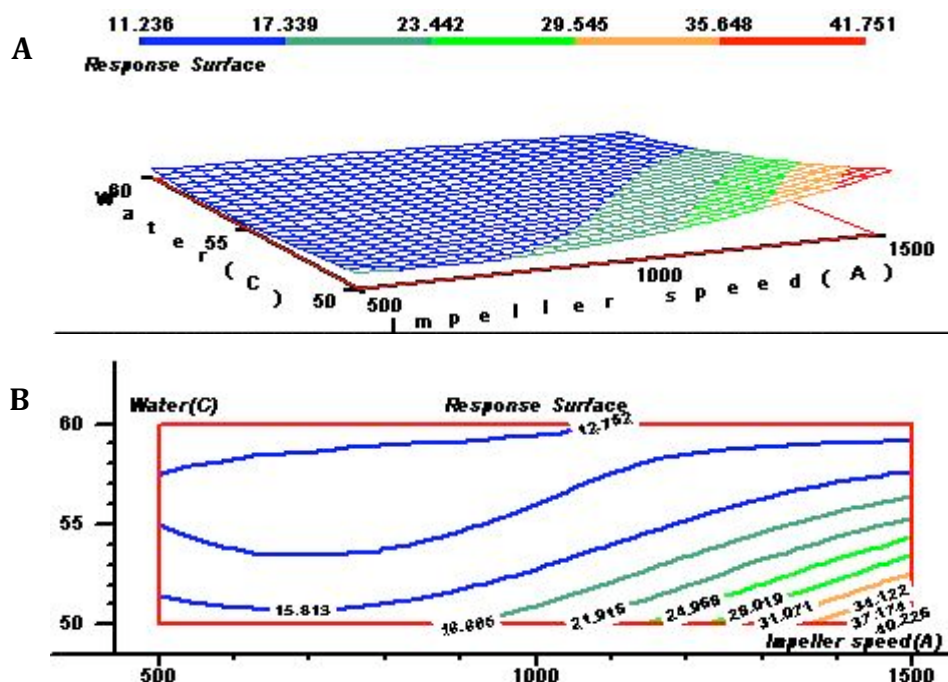
Sul modello elaborato per descrivere la friabilità dei granulati è stato condotto un test ANOVA (Tabella 6), che ha confermato come il modello applicato descriveva in modo accurato la combinazione fra friabilità le variabili indipendenti (Multiple correlation=0.999,  $R^2=0.997$ ); anche il rapporto fra varianza spiegata e la varianza residua (F-ratio=56.38) e il p-value (0.00176) indicano come il modello fosse significativo.

**Tabella 6.** Anova test condotto sul modello che descrive la friabilità dei granuli

	SS	DF	MS	F-ratio	p-value	B-coefficients	STDerr
<b>Model</b>	851.84	12	70.99	56.38	0.0176		
<b>Error</b>	2.52	2	1.26				
<b>Adjusted Total</b>	854.35	14	61.03				
<b>Intercept</b>	5.04	1	5.04	4	0.1834	13.39	6.69
<b>Impeller speed(A)</b>	103.2	1	103.2	81.96	0.0120	1.02*10 <sup>-2</sup>	1.12E-003
<b>Chopper speed(B)</b>	13.15	1	13.15	10.45	0.0839	-3.63E*10 <sup>-3</sup>	1.12E-003
<b>Water(C)</b>	60.06	1	60.06	47.7	0.0203	-0.78	0.11
<b>AB</b>	6.42	1	6.42	5.1	0.1524	-0.72	0.32
<b>AC</b>	181.96	1	181.96	144.52	0.0068	-3.85	0.32
<b>BC</b>	0.89	1	0.89	0.71	0.4883	0.27	0.32
<b>AA</b>	73.31	1	73.31	58.22	0.0167	2.55	0.33
<b>BB</b>	25.39	1	25.39	20.17	0.0462	-1.5	0.33
<b>CC</b>	46.97	1	46.97	37.31	0.0258	2.04	0.33
<b>ABB</b>	11.11	1	11.11	8.83	0.0971	-1.02	0.34
<b>ABA</b>	29.64	1	29.64	23.54	0.0399	1.66	0.34
<b>ACA</b>	43.03	1	43.03	34.17	0.0280	-2	0.34
<b>Main vs Mean</b>	428.74	3	142.91	113.5	0.0087		
<b>2 Vars Int vs Main</b>	189.28	3	63.09	50.11	0.0196		
<b>Quadratic vs 2 Vars Int</b>	150.03	3	50.01	39.72	0.0247		
<b>3 Vars Int vs 2 Vars Int</b>	0	0	0	0	0.0000		
<b>Cubic vs Quadratic</b>	83.79	3	27.93	22.18	0.0434		
<b>Error</b>	2.52	2	1.26				
<b>Pure Error</b>	2.52	2	1.26				
<b>Total Error</b>	2.52	2	1.26				

Dal test ANOVA si è potuto evincere quali erano le variabili e le combinazioni di variabili che influenzano la friabilità dei granuli prodotti. La velocità dell'impeller (F-

Ratio=81.26, p-value=0.0120), la quantità acqua aggiunta (F-Ratio=47.7, p-value=0.0203) e la loro combinazione (F-Ratio=144.52, p-value=0.0068) fossero strettamente correlate alla friabilità.



**Figura 30.** Superficie (A) e diagramma di profilo (B) descrittivi la variazione della friabilità rispetto alle variabili indipendenti (A), la variazione cromatica dal blu al rosso indica in modo crescente l'aumento di friabilità.

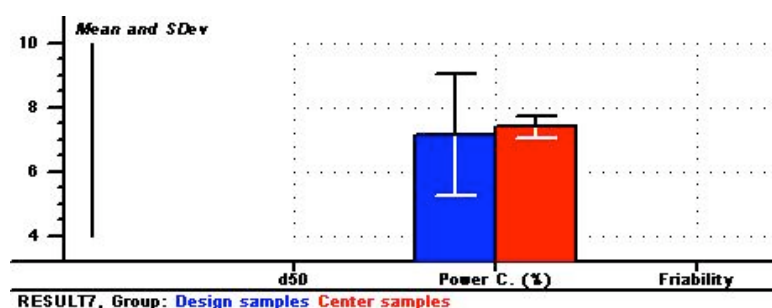
Dalla Figura 33 A si può vedere come la regione in cui si producevano granulati aventi alta friabilità (rosso) si ottiene ad alte velocità d'impeller e a quantità molto basse di acqua aggiunta. La friabilità dei granulati si riduceva all'aumentare della quantità di acqua e al diminuire della velocità di impeller (Figura 33B); è stata individuata una

regione (blu) in cui la variazione dei parametri non influenza le caratteristiche di friabilità dei lotti di granulato prodotti. L'aggiunta di elevate quantità acqua (precisamente fra 55 e 60% p/p) portava alla formazione di granuli particolarmente duri a causa delle proprietà leganti dell'alginato che a quelle quantità di acqua aggiunte erano marcate.

#### 5.2.4 Studio dell'End-Point del processo mediante il parametro di Torque

Un altro aspetto su cui si è posta attenzione è stato quello di valutare l'end-point del processo di granulazione tramite lo studio del valore di torque dell'impeller.

Tramite il confronto tra le media calcolata sui campioni centrali (Cent-A, Cent-B, Cent-C) e la media totale calcolata sui restanti campioni (Cube 1-12) (Figura 34 ) è emerso come i valori di torque fossero correlati in maniera lineare con le variabili studiate (velocità dell'impeller, velocità del chopper e quantità di acqua aggiunta)



**Figura 31.** Confronto tra la media del campione centrale (colonna in rosso) e le media dei restanti campioni (colonna in blu).

Si è deciso quindi di cambiare disegno sperimentale per trovare un modello che potesse descrivere in maniera accurata questo fenomeno. Per questo fu applicato al parametro di torque il disegno sperimentale di tipo lineare: Full Factorial (Tabella 7)

**Tabella 7.** Disegno sperimentale Full Factorial. In blu sono rappresentate le variabili indipendenti mentre in arancione le variabili dipendenti

	Velocità Impeller (rpm)	Velocità Chopper (rpm)	Legante aggiunto (% p/p)	Torque (%)	Resa (%)
<b>Cube A</b>	500	1500	45	4.4	85.8
<b>Cube B</b>	1500	1500	45	7.3	92.45
<b>Cube C</b>	500	2500	45	4.9	88.45
<b>Cube D</b>	1500	2500	45	7.8	91.93
<b>Cube E</b>	500	1500	55	4.8	86.05
<b>Cube F</b>	1500	1500	55	9.3	63.5
<b>Cube G</b>	500	2500	55	4.7	87.1
<b>Cube H</b>	1500	2500	55	9.4	56.5
<b>Cube I</b>	500	1500	62.5	5.4	77.15
<b>Cube L</b>	1500	1500	62.5	9.8	5.7
<b>Cube M</b>	500	2500	62.5	5.2	80.2
<b>Cube N</b>	1500	2500	62.5	10.1	1.5

Le variabili studiate e gli intervalli in cui sono state variate sono i seguenti:

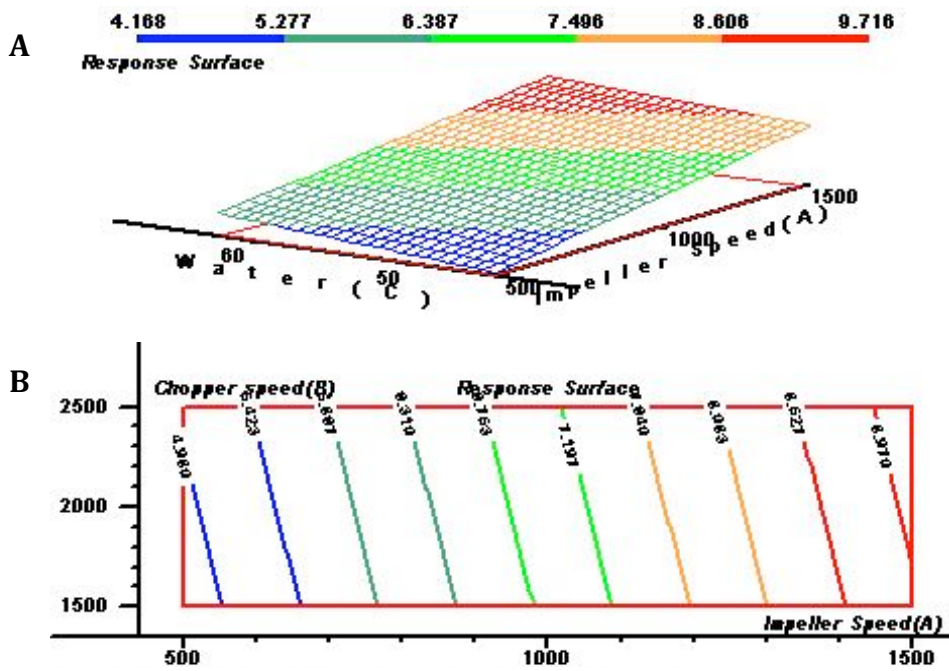
- Velocità dell'impeller (500-1500 rpm)
- Velocità del chopper (1500-2500 rpm)
- Acqua aggiunta (45-62.5 % p/p)

Il valori di torque sono stati interpolati utilizzando una funzione lineare e il modello ottenuto analizzato tramite l' ANOVA test (Tabella 8). Il modello descrive in modo accurato la correlazione fra il torque e le variabili (Multiple correlation=0.979,  $R^2=0.958$ ); i valori di F-ratio=40.172 e di p-value (0.0001) indicano come il modello fosse significativo.

**Tabella 8.** Anova test sul modello che descrivente la variazione di Torque.

	SS	DF	MS	F-ratio	p-value	B-coefficients	STDerr
<b>Model</b>	55.87	4	13.97	40.17	0.0001		
<b>Error</b>	2.43	7	0.35				
<b>Adjusted Total</b>	58.3	11	5.3				
<b>Intercept</b>	7.48	1	7.48	21.5	0.0024	6.98	1.5
<b>Impeller Speed(A)</b>	51.67	1	51.67	148.61	0.0000	$4.15 \cdot 10^{-3}$	$3.40 \cdot 10^{-4}$
<b>Chopper speed(B)</b>	0.24	1	0.24	0.69	0.4327	$2.83 \cdot 10^{-4}$	$3.40 \cdot 10^{-4}$
<b>Water(C)</b>	3.93	1	3.93	11.31	0.0120	$7.99 \cdot 10^{-2}$	$2.37 \cdot 10^{-2}$
<b>ABC</b>	$2.70 \cdot 10^{-2}$	1	$2.70 \cdot 10^{-2}$	$7.78 \cdot 10^{-2}$	0.7884	$5.41 \cdot 10^{-2}$	0.19
<b>Main vs Mean</b>	55.84	3	18.61	53.54	0.0000		
<b>2 Vars Int vs Main</b>	0	0	0	0	0.0000		
<b>Quadratic vs 2 Vars Int</b>	0	0	0	0	0.0000		
<b>3 Vars Int vs 2 Vars Int</b>	0	0	0	0	0.0000		
<b>Cubic vs Quadratic</b>	0	0	0	0	0.0000		
<b>Error</b>	2.43	7	0.35				

Dal test ANOVA (Tabella 8) si è evidenziato come la velocità dell'impeller (F-Ratio=148.61, p-value<0.00001), la quantità di acqua aggiunta (F-Ratio=11.31, p-value=0.0120) fossero le variabili che influenzano il momento di forza (torque).



**Figura 32.** Superficie (A) e diagramma di profilo (B) descrittivi la variazione del consumo di energia rispetto alle variabili indipendenti (A), la variazione cromatica dal blu al rosso indica in modo crescente l'aumento del valore di consumo di energia.

Nella figura 35 A e B si osserva come i valori di torque aumentassero all'aumentare della velocità dell'impeller e della quantità di acqua aggiunta. Questo è abbastanza logico se si pensa che bagnando l'alginato di sodio con acqua si ha un aumento di

viscosità del sistema che rende più difficile la rotazione dell'impeller. Per questo al fine di mantenere la stessa velocità di rotazione l'impeller tendeva ad incrementare la forza di coppia per superare la resistenza opposta dal materiale presente al suo interno. I valori di torque erano quindi tanto più alti quanto più rapida è la rotazione dell'impeller.

Dalla valutazione dei valore di Torque si nota che a valori inferiori a 7.8 si ottengono rese elevate mentre a valori più elevati la resa diminuisce drasticamente. A valori di Torque intorno a 7.3-7.8 si ottengono le migliori rese. Quindi si può utilizzare questo range di valori di Torque come end-point del processo di granulazione.

#### **5.2.5 Caratterizzazione dei granulati**

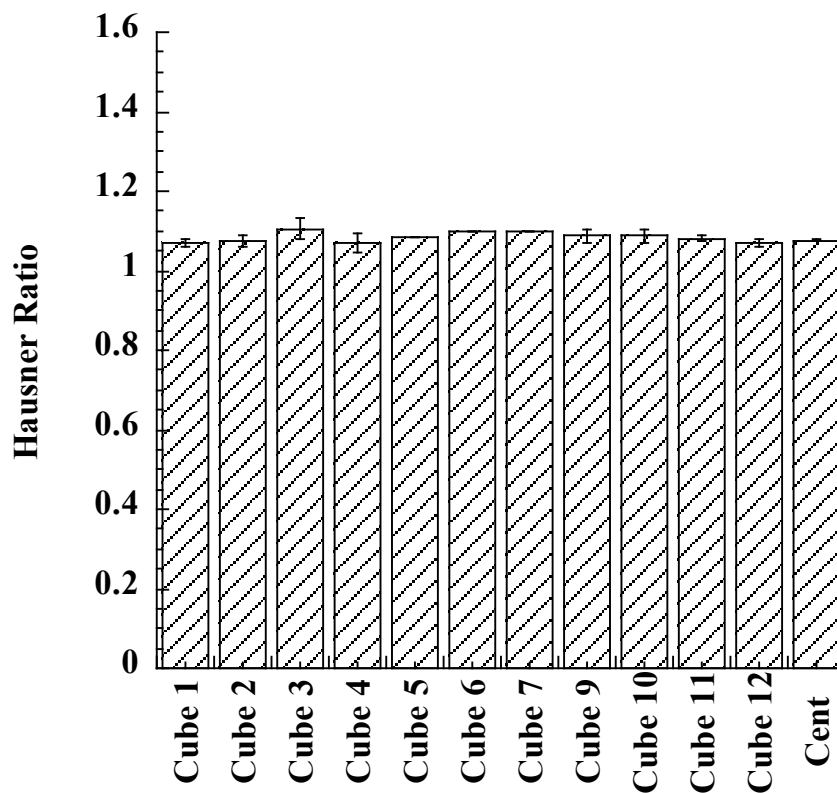
I lotti di granulati prodotti sono stati caratterizzati misurando la densità apparente e allo scuotimento. Nella Tabella 9 si può notare come i lotti Cube 2, Cube 4, Cube 12 mostravano i valore di bulk density più elevati, mentre i valori più alti di tapped density erano ottenuti con i lotti Cube 2, Cube 3, Cube 9, Cube 12. Nella tabella 7 non è presente il lotto Cube 8 in quanto a causa della sua scarsa resa si è deciso di escluderlo dallo studio.

**Tabella 9.** Bulk e Tap density dei lotti di granuli prodotti

	Densità apparente (g/ml)	Dev.Standard	Densità allo scuotimento (g/ml)	Dev.Standard	Densità vera (g/ml)
<b>Cube 1</b>	0.578	±0.028	0.618	±0.035	1.54 ±0.019
<b>Cube 2</b>	0.612	±0.030	0.658	±0.022	
<b>Cube 3</b>	0.540	±0.017	0.597	±0.005	
<b>Cube 4</b>	0.589	±0.029	0.631	±0.046	
<b>Cube 5</b>	0.538	±0.004	0.585	±0.005	
<b>Cube 6</b>	0.566	±0.075	0.622	±0.083	
<b>Cube 7</b>	0.545	±0.011	0.599	±0.013	
<b>Cube 9</b>	0.587	±0.080	0.637	±0.077	
<b>Cube 10</b>	0.542	±0.021	0.589	±0.014	
<b>Cube 11</b>	0.574	±0.038	0.620	±0.036	
<b>Cube 12</b>	0.599	±0.005	0.641	±0.010	
<b>Cent (A-B-C)</b>	0.557	±0.002	0.600	±0.001	

I valori di densità apparente e di densità allo scuotimento sono stati utilizzati per determinare le caratteristiche di scorrevolezza e dei lotti prodotti.

Tramite il calcolo dell'Hausner ratio mostrato in Figura 36 si osserva che tutti i lotti erano caratterizzati per un'ottima scorrevolezza. La sostanziale omogeneità dei lotti è da imputare all'elevato contenuto di cellulosa microcristallina presente nella formula.

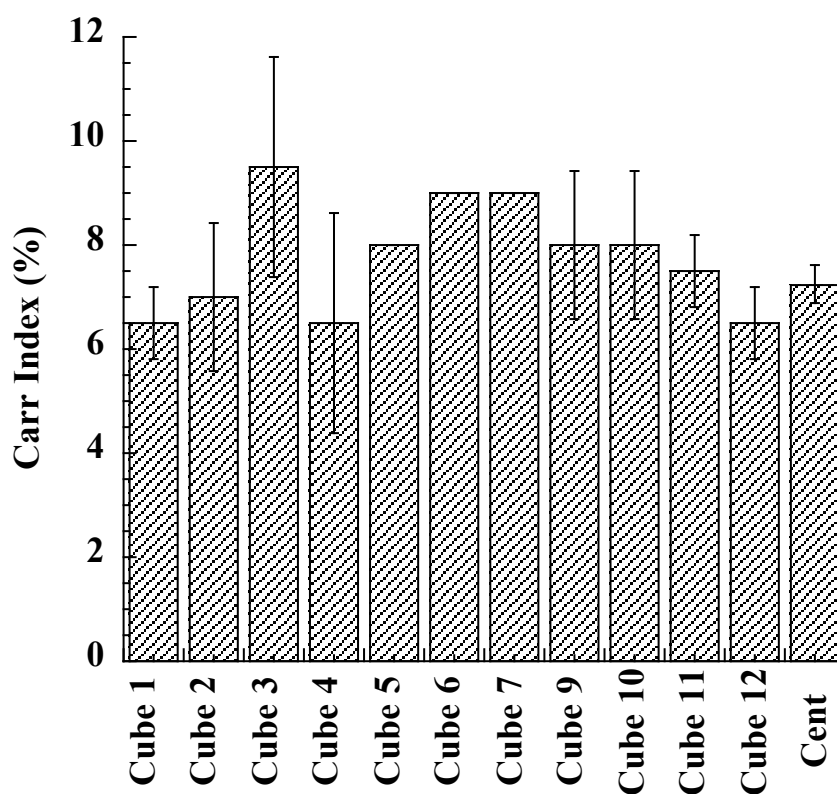


**Figura 33.** Hausner-Ratio dei lotti di granulati prodotti. Le barre indicano la deviazione standard.

Infatti i granuli tendono a sferonizzare durante la produzione dei granulati a causa delle elevate velocità di mescolamento accoppiate alle elevate quantità di acqua aggiunta come legante.(30,31)

Dal valore dell'indice di Carr presentato in Figura 37 si può osservare qualche piccola differenza fra i lotti di granulati: in particolare è stato trovato come i lotti a migliore scorrevolezza fossero i lotti Cube 1, Cube 4, Cube 12, mentre i lotti a scorrevolezza peggiore fossero Cube 3, Cube 6, Cube 7, anche se in generale si può asserire che tali

differenze sono molto piccole e che tutti i lotti possono essere classificati come aventi eccellenti proprietà di scorrevolezza.



**Figura 34.** Carr-Index dei lotti di granulati prodotti. Le barre indicano la deviazione standard.

## 5.2.6 Fabbricazione dei Moduli Dome Matrix®

Al fine di studiare le caratteristiche tecnologiche dei moduli Dome Matrix prodotti a partire da granulati aventi differenti caratteristiche di friabilità, si è deciso di produrre tre differenti lotti di granulati aventi differenti friabilità da impiegare per la fabbricazione dei moduli Dome Matrix®.

Tramite il modello elaborato e descritto nella sezione 5.2.3 vennero individuate le condizioni operative per la produzione dei lotti di granulati a diversa friabilità. In tabella 10 è schematizzato come lo studio è stato organizzato.

**Tabella 10.** Disegno sperimentale applicato per la fabbricazione dei moduli Dome Matrix®. (\*) Forza di compressione applicata esclusivamente per il moduli femmina

	<b>Indice di Friabilità del granulato (F)</b>	<b>Intervallo dimensionale (µm)</b>	<b>Forza di compressione (KN)</b>
<b>Lotto A</b>	37.1	355	15
		355-500	20
		500-710	25
			30*
<b>Lotto B</b>	22.2	355	15
		355-500	20
		500-710	25
			30*
<b>Lotto D</b>	9.1	355	15
		355-500	20
		500-710	25
			30*

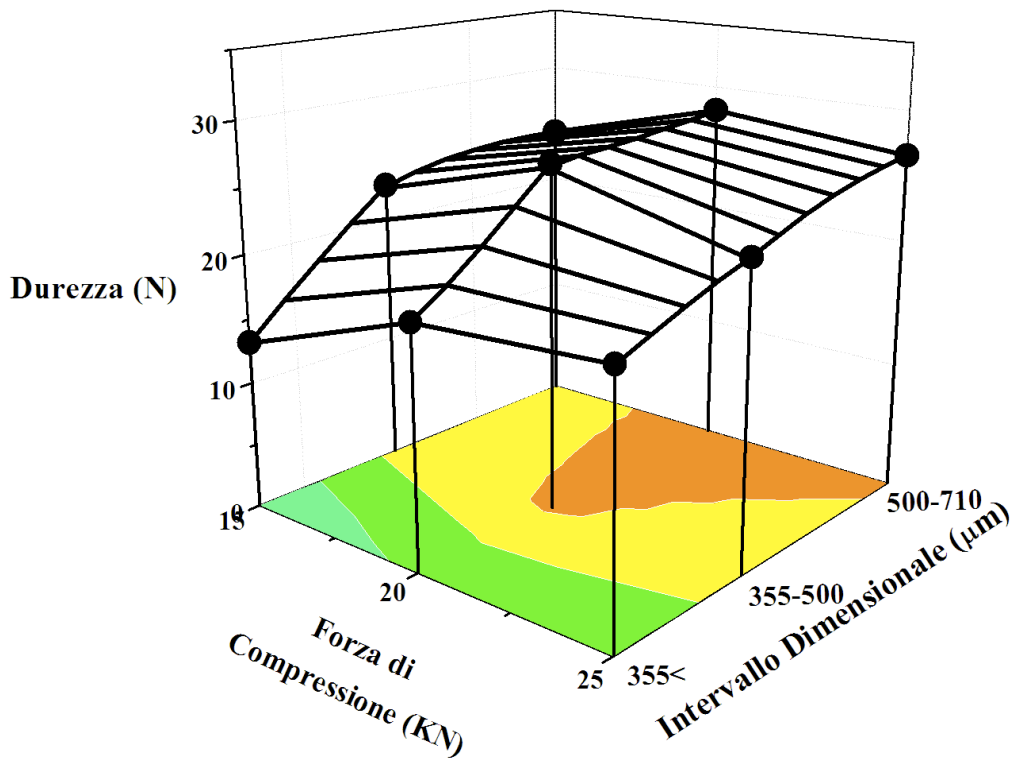
Ogni granulato prodotto è stato diviso in tre intervalli dimensionali ognuno dei quali è stato utilizzato per la produzione di moduli a crescenti forze di compressione che andavano da 15KN a 25KN per i moduli maschi e da 15KN a 30KN per i moduli femmina.

Le variabili di intervallo dimensionale e forza di compressione furono studiate in relazione ai valori di durezza e friabilità dei moduli ottenuti.

### **5.2.7 Durezza e friabilità dei moduli Dome Matrix®**

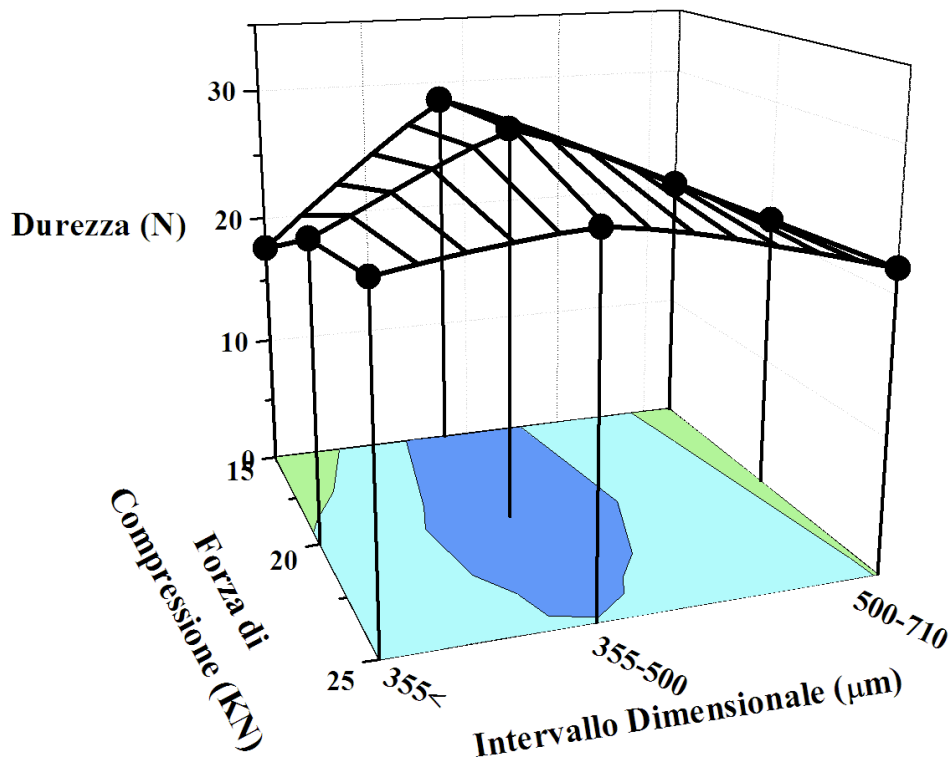
Nella prima parte dello studio è stato valutato l'andamento della durezza in funzione delle variabili (friabilità dei granulati, dimensioni dei granuli e forza di compressione. In generale la durezza dei moduli maschio fabbricati era compresa fra 13.4 KN e 37.9KN.

Nel caso dei moduli ottenuti utilizzando il Lotto A, avente più elevata friabilità, i valori di durezza variavano nell'intervallo che andava da 13.2N a 28.1N. Incrementando la forza di compressione e l'intervallo dimensionale la durezza dei moduli aumentava. I valori di durezza più alti si ottengono a forze di compressione maggiori di 20KN e a intervalli dimensionali intermedi (Figura 38).



**Figura 35.** Lotto A. Variazione della durezza dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup> maschio. L'aumento della durezza dei moduli maschio può essere visualizzato tramite il diagramma di profilo (in turchese la regione a minore durezza e in arancione la regione di massima durezza); ogni misura è stata condotta su n=10 moduli.

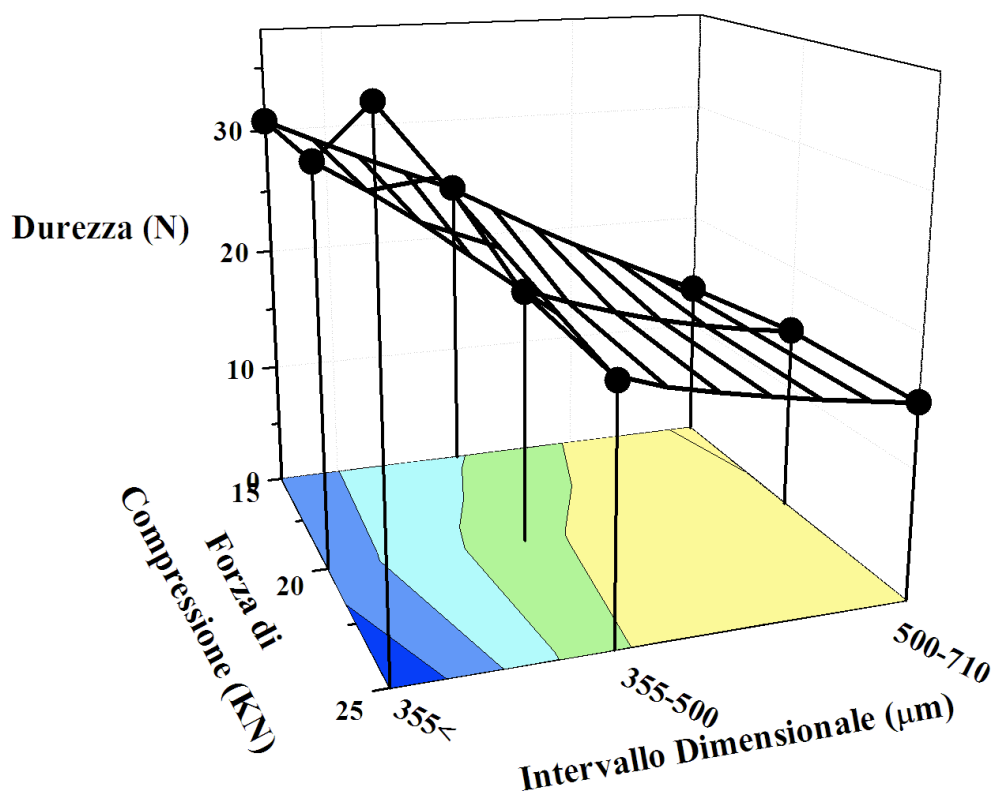
Passando al Lotto B avente friabilità inferiore rispetto al Lotto A i valori di durezza variano nell'intervallo compreso tra  $17.6N \pm 0.9$  a  $29.2N \pm 1.6$ . I valori più alti di resistenza alla rottura si ottengono nell'intervallo dimensionale  $355\mu m - 500\mu m$  (Figura 39). Passando però a frazione dimensionale più alte o più basse si ha una riduzione nei valori di durezza dei moduli.



**Figura 36.** Lotto B. Variazione della durezza dei moduli Dome Matrix® maschio. L'aumento della durezza dei moduli maschio può essere visualizzato tramite il diagramma di profilo (in verde la regione a minore durezza e in blu la regione di massima durezza) ogni misura è stata condotta su n=10 moduli.

Diminuendo ulteriormente la friabilità dei granuli (Lotto C) i valori di durezza variano nell'intervallo compreso tra  $13.4N \pm 0.7$  a  $37.9N \pm 1.9$ . La variazione della durezza dei moduli aveva un andamento opposto a quello osservato nel caso del lotto A a maggiore friabilità. La resistenza alla rottura dei moduli maschio decresceva con l'aumento dell'intervallo dimensionale e della forza di compressione (Figura 40). Possiamo ipotizzare che l'incremento della resistenza dei granuli riducesse la frammentazione con

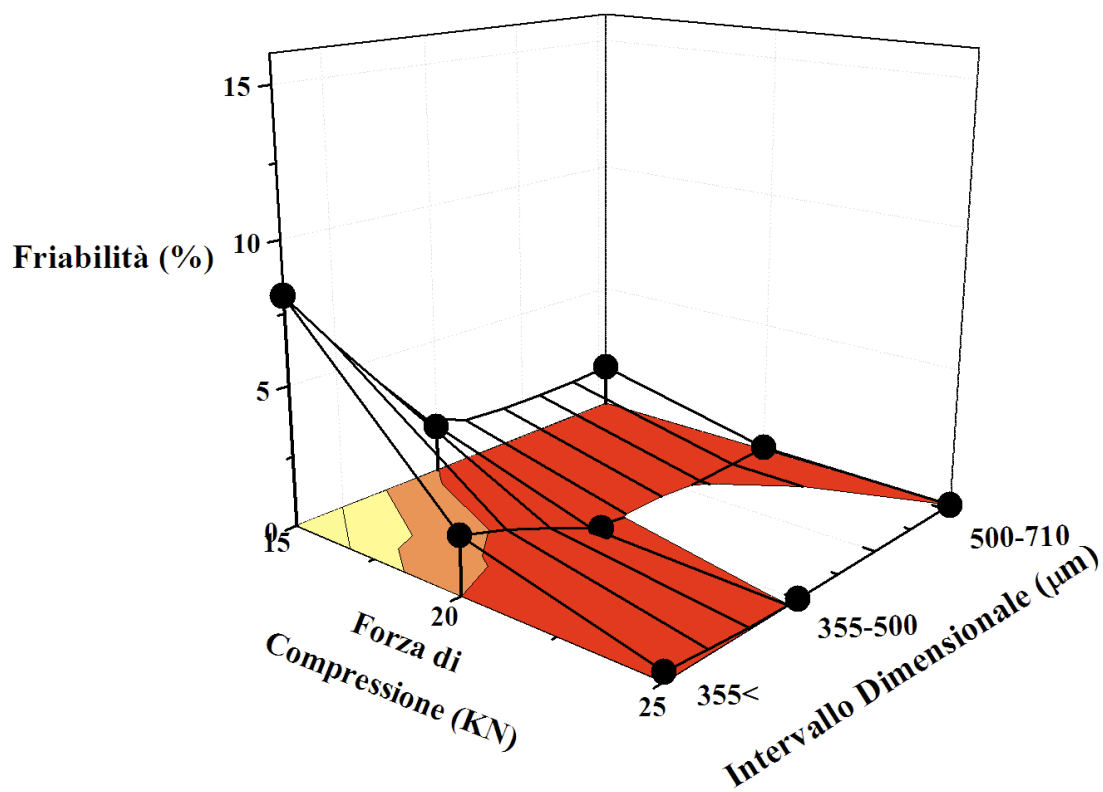
conseguente diminuzione delle superfici solide di contatto alla base del meccanismo di formazione dei compatti.



**Figura 37.** Lotto C. Variazione della durezza dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup> maschio. L'aumento della durezza può essere visualizzato tramite il diagramma di profilo (in giallo la regione a minore durezza e in blu la regione di massima durezza); ogni misura è stata condotta su n=10 moduli.

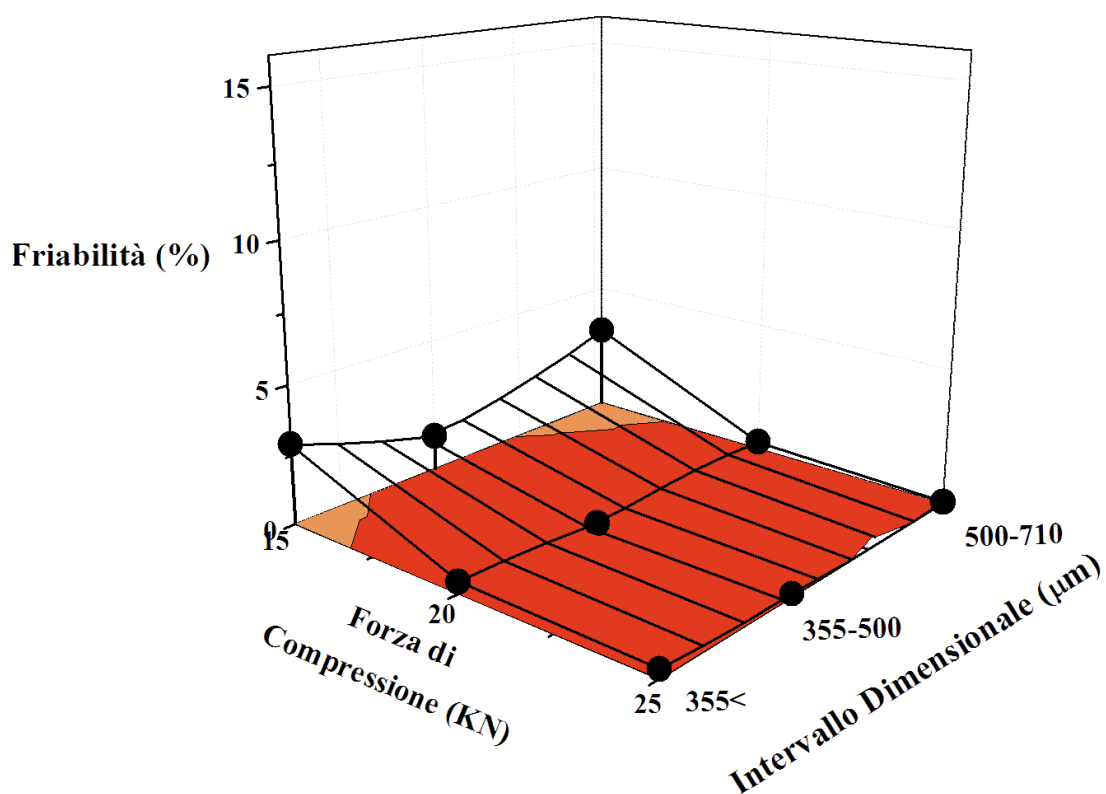
La friabilità dei moduli maschi fabbricati con i Lotti A (Figura 41) tendeva a ridursi con l'aumento della forza di compressione ed era essenzialmente indipendente

dall'intervallo dimensionale. I valori migliori di friabilità dei moduli si ottenevano a forze di compressione tra 20KN e 25 KN.



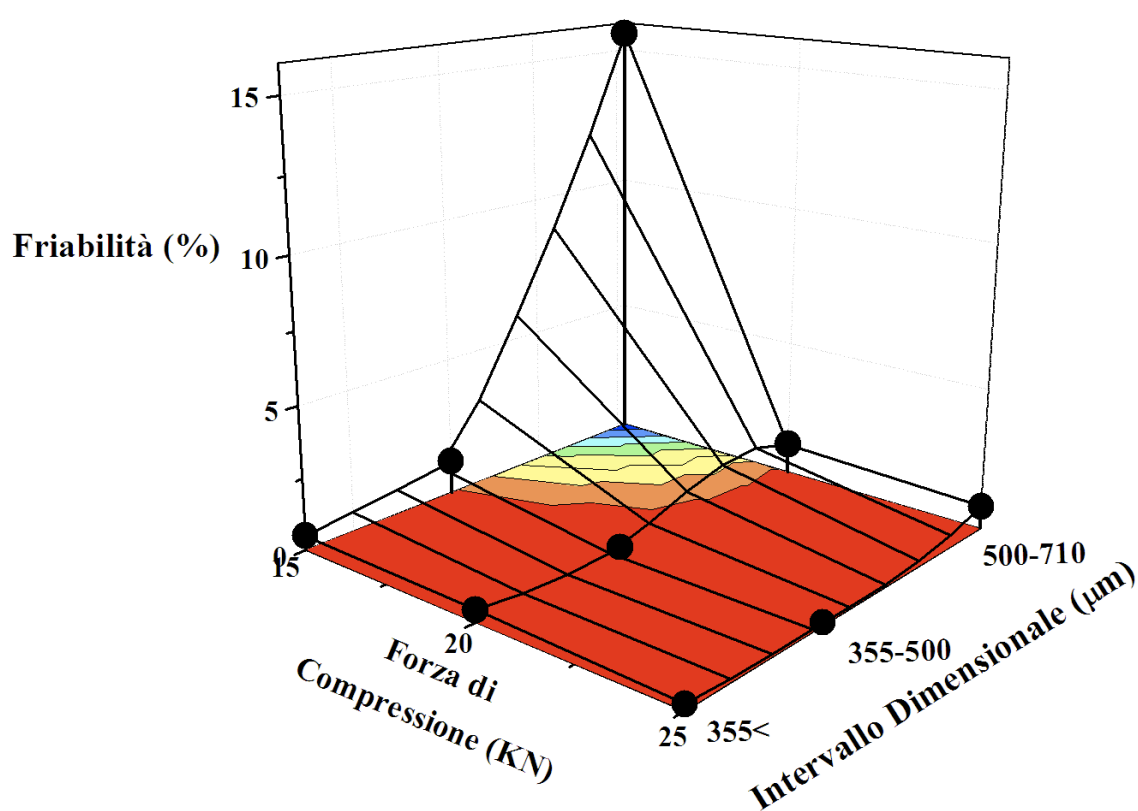
**Figure 38.** Lotto A. Variazione della friabilità dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup> maschio. La riduzione della friabilità può essere visualizzato tramite il diagramma di profilo (in giallo la regione a maggiore friabilità e in rosso la regione di minima di friabilità); ogni misura è stata condotta su n=20 moduli.

Nel caso del Lotto B (Figura 42) la frazione dimensionale dei granuli non influenzava la friabilità dei moduli. Incrementando la forza di compressione si aveva una riduzione nella friabilità di moduli che raggiungevano valori  $\leq 1\%$  tra 20KN E 25KN.



**Figura 39.** Lotto B. Variazione della friabilità dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup> maschio. La riduzione della friabilità può essere visualizzato tramite il diagramma di profilo (in arancione la regione ad maggiore friabilità e in rosso la regione di minima di friabilità); ogni misura è stata condotta su n=20 moduli.

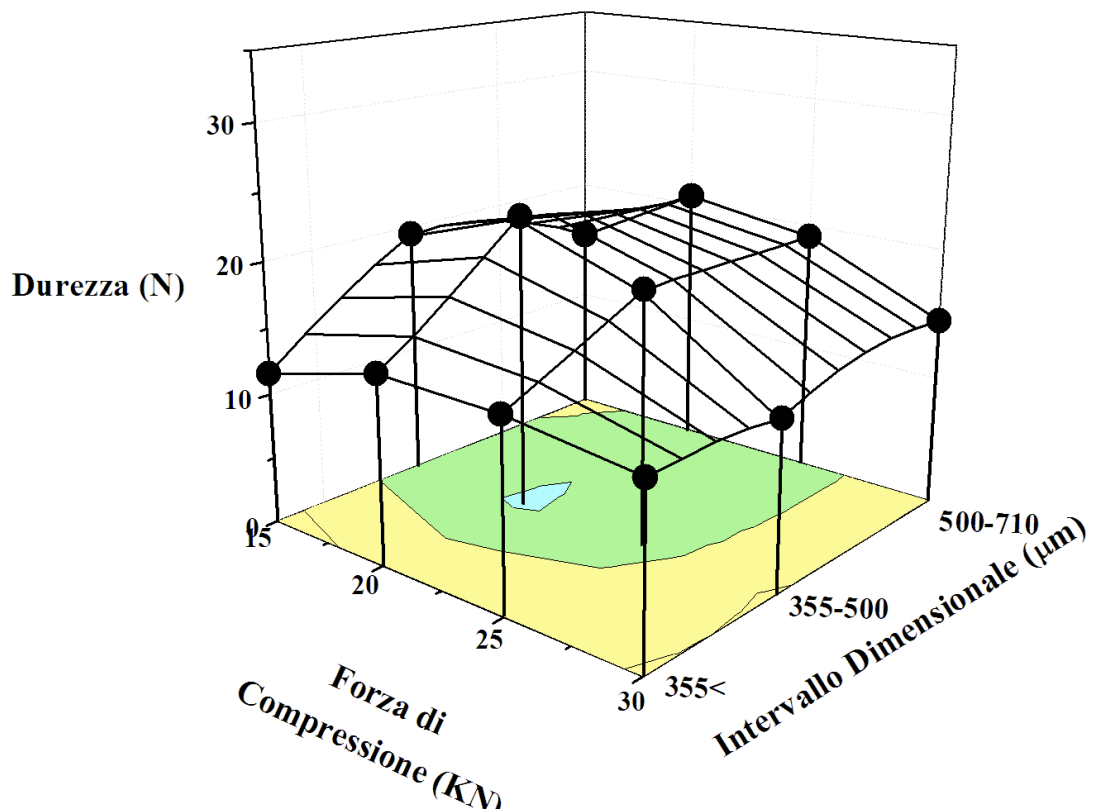
Anche per il Lotto C (Figura 43) la friabilità dei moduli è indipendente dall'intervallo dimensionale dei granuli e si riduceva incrementando la forza di compressione. In particolare in intervalli dimensionali intermedi e a forze di compressione comprese tra 20KN e 25KN la friabilità migliore si otteneva utilizzando l'intervallo dimensionale 355 $\mu$ m-500 $\mu$ m.



**Figure 40.** Lotto C. Variazione della friabilità dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup> maschio. La riduzione della friabilità può essere visualizzato tramite il diagramma di profilo (in giallo la regione ad maggiore friabilità e in rosso la regione di minima di friabilità); ogni misura è stata condotta su n=20 moduli

Gli stessi lotti di granulati preparati sono stati utilizzati per la fabbricazione dei moduli femmina; in questo caso i valori di durezza erano compresi fra  $11.6\text{N} \pm 0.8$  e  $26.8\text{N} \pm 1.4$ , quindi inferiori rispetto ai valori registrati per i moduli maschio probabilmente a causa della forma del modulo femmina che lo espone a fenomeni di frantumazione soprattutto in corrispondenza della base concava.

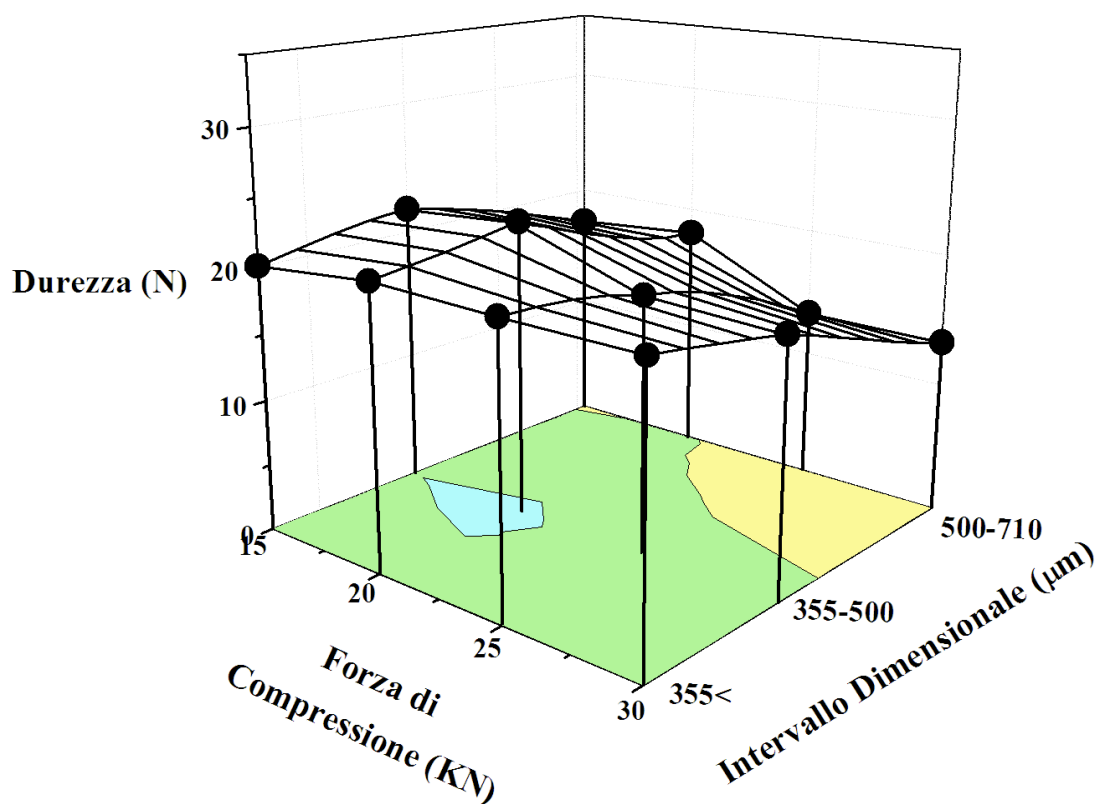
Nel caso dei moduli prodotti utilizzando il Lotto A (Figura 44), i valori di durezza variano nell'intervallo compreso tra  $11.6\text{N} \pm 0.8$  a  $22.6\text{N} \pm 3$ . La durezza dei moduli femmina fabbricati aumentava all'aumentare della forza di compressione passando dall'intervallo dimensionale più basso ( $<355\mu\text{m}$ ) all'intervallo intermedio ( $355\mu\text{m}-500\mu\text{m}$ ). Aumentando ulteriormente la frazione dimensionale non si ottenevano variazioni rilevanti nella durezza dei moduli fabbricati.



**Figura 41.** Lotto A. Variazione della durezza dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup> femmina. L'aumento della durezza può essere visualizzato tramite il diagramma di profilo (in giallo la regione di minima durezza e in azzurro la regione di massima durezza); ogni misura è stata condotta su n=10 moduli.

I valori di durezza dei moduli prodotti utilizzando il Lotto B (Figura 45) variavano nell'intervallo compreso tra  $13.3N \pm 1.6$  a  $22.6N \pm 1$ . La resistenza alla rottura dei moduli femmina ha mostrato un decremento all'aumentare della frazione dimensionale utilizzata indipendente dalla forza di compressione applicata. Con la frazione

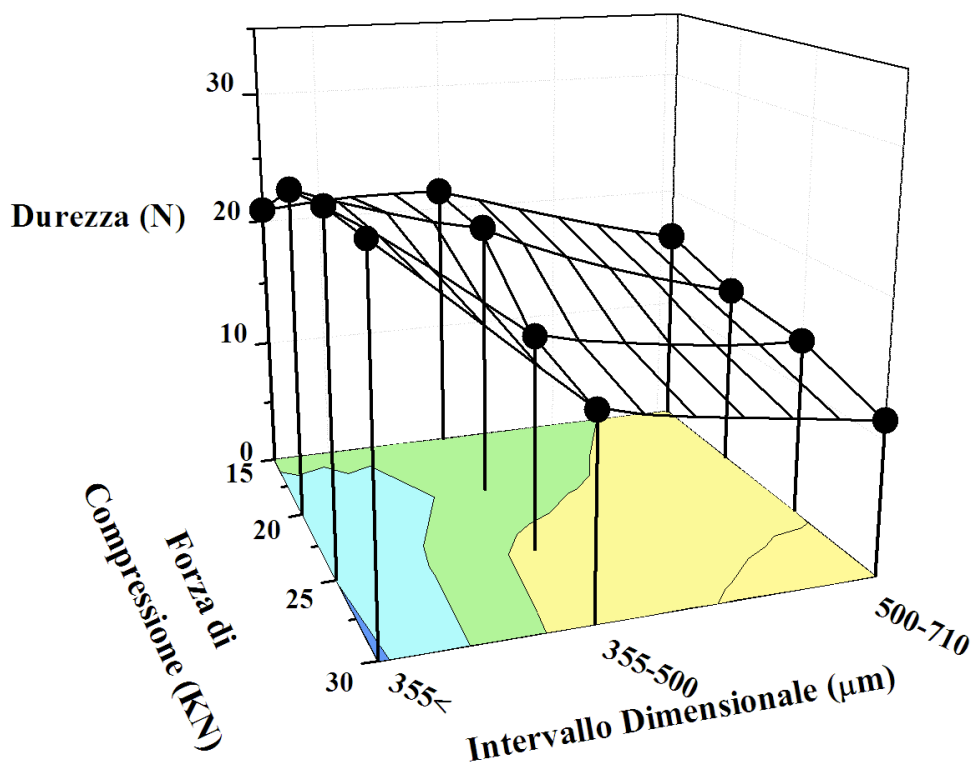
dimensionale 500 $\mu\text{m}$ -710 $\mu\text{m}$  aumentando la forza di compressione, la durezza dei compatti fabbricati diminuiva.



**Figura 42.** Lotto B. Variazione della durezza dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup> femmina. L'aumento della durezza può essere visualizzato tramite il diagramma di profilo (in giallo la regione di minima durezza e in azzurro la regione di massima durezza); ogni misura è stata condotta su n=10 moduli.

Nel caso dei moduli femmina fabbricati con il Lotto C (Figura 46), i valori di durezza variano nell'intervallo compreso tra 11.4N $\pm$  0.8 a 26.8N $\pm$  1.4. La variazione dei valori

di durezza dei compatti mostrava un andamento del tutto simile a quello riscontrato per i moduli maschi prodotti con il medesimo lotto di granulato. Anche in questo caso la resistenza alla rottura tendeva a decrescere con l'aumento dell'intervallo dimensionale e della forza di compressione.



**Figura 43.** Lotto C. Variazione della durezza dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup> femmina. L'aumento della durezza può essere visualizzato tramite il diagramma di profilo (in giallo la regione di minima durezza e in blu la regione di massima durezza) ogni misura è stata condotta su n=10 moduli.

Lo studio della friabilità dei moduli femmina (Tabella 11) ha messo in evidenza come a differenza dei moduli maschio solo in precise condizioni è possibile ottenere dei compatti con friabilità accettabili. La maggior parte dei moduli femmina prodotti mostravano una elevatissima friabilità fatta eccezione per i Lotti B e C, intervallo dimensionale  $<355\mu\text{m}$  e  $355-500\mu\text{m}$ , cui incrementando la forza di compressione fino a 30 KN si otteneva una riduzione significativa della friabilità. La differente forma dei moduli è critica per l'ottenimento di compatti che possano avere caratteristiche meccaniche accettabili. Probabilmente nel caso dei moduli femmina, aventi la concavità più ampia e di conseguenza le pareti laterali meno spesse rispetto agli omologhi maschi, l'incremento della durezza dei granuli riduce la possibilità che le pareti laterali cedano rompendosi a causa degli urti a cui sono sottoposti nel friabilometro.

**Tabella 11.** Friabilità dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup> femmina

	Indice di Friabilità	Intervallo dimensionale	Forza di compressione	Friabilità
	$\partial D50$	( $\mu m$ )	(KN)	(%)
Lotto A	37.1	<355	15	50.6
			20	49.9
			25	49.6
			30	48.6
		355-500	15	44.8
			20	44
			25	44
			30	57
		500-710	15	43
			20	41
			25	42
			30	47
Lotto B	22.2	<355	15	52
			20	46
			25	17
			30	<b>1.7</b>
		355-500	15	45.5
			20	42.9
			25	51.7
			30	<b>1.3</b>
		500-710	15	45.2
			20	44.9
			25	51.9
			30	43.9
Lotto C	9.12	<355	15	45.9
			20	18.3
			25	3.4
			30	<b>1</b>
		355-500	15	46.3
			20	43.4
			25	52.4
			30	<b>0.4</b>
		500-710	15	46.8
			20	46.8
			25	50
			30	55.9

### 5.3 Conclusioni

Lo studio del processo di granulazione di con high shear mixer di una polvere contenente sodio alginato, quale polimero rigonfiabile, mostra come la resa e la friabilità dei granuli dipenda fortemente dalla velocità di rotazione dell'impeller e dalla quantità di acqua aggiunta. I due parametri agiscono con un meccanismo di tipo sinergico sulle risposte misurate.

L'incremento dei parametri produttivi (velocità dell'impeller, velocità del chopper e quantità di acqua aggiunta) porta ad un incremento del fenomeno di agglomerazione che si ripercuote sulla dimensione dei granuli prodotti. Aumentando la velocità di impeller e la quantità di acqua aggiunta si ottiene una elevata agglomerazione delle particelle con conseguente aumento delle dimensioni dei granuli che tendono a trasformarsi in grumi portando ad una riduzione della resa.

La presenza di cellulosa microcristallina conferisce ottime caratteristiche di scorrevolezza ai granuli in quanto ad alte velocità di rotazione dell'impeller si realizza un fenomeno di sferonizzazione che comporta la produzione di granuli aventi forma arrotondata.

Lo studio di compressione di granulati di alginato ha mostrato come la diversa forma dei moduli influenzi la durezza e la friabilità dei compatti ottenuti. Nel caso dei moduli maschio era possibile nella maggior parte dei casi ottenere compresse dure e poco friabili; di contro dei moduli femmina questo avveniva solo per granulati aventi

dimensioni inferiori a  $500\mu\text{m}$  con bassa friabilità e quando suddetti granuli venivano compressi con una forza di  $30\text{KN}$ .

Sia per i moduli maschio che per i moduli femmina sono stati ottenuti valori alti di durezza con il granulato a più bassa friabilità e a intervalli dimensionali  $<355\mu\text{m}$  indipendenti dalla forza di compressione.

## **6. Parte II: Ricopertura in letto fluido di moduli Dome Matrix®**

### **6.1 Scopo**

Lo scopo è quello di studiare il processo di ricopertura dei moduli Dome Matrix®. La ricopertura dei moduli è stata ottenuta utilizzando un letto fluido di ultima generazione (Supercell, GEA Niro, Soeborg, Danimarca) utilizzato abitualmente per il rivestimento di precisione.

I moduli ricoperti sono stati caratterizzati valutando:

- la quantità di polimero utilizzato per la ricopertura presente sulle superfici dei moduli
- caratterizzazione del grado di rugosità della superficie di rivestimento

In seguito è stata valutata l'influenza dello strato di rivestimento sulle proprietà d'incastro all'aumentare della quantità di soluzione ricoprente utilizzata per il rivestimento. La misura della forza necessaria ad incastrare due moduli, uno maschio e uno femmina in configurazione a camera vuota, ha permesso tale valutazione.

## **6.2 Risultati e Discussione**

In questo studio il disegno sperimentale è stato utilizzato quale strumento per la valutazione delle migliori condizioni in cui operare al fine di ottenere un buon rivestimento dei moduli riducendo al minimo fenomeni di rottura dei moduli stessi. Il disegno sperimentale applicato è stato il "Central Composite Design" a tre livelli (Tabella 12).

**Tabella 12.** Disegno sperimentale: Central Composite Design. In azzurro le variabili indipendenti in arancione la variabile dipendente

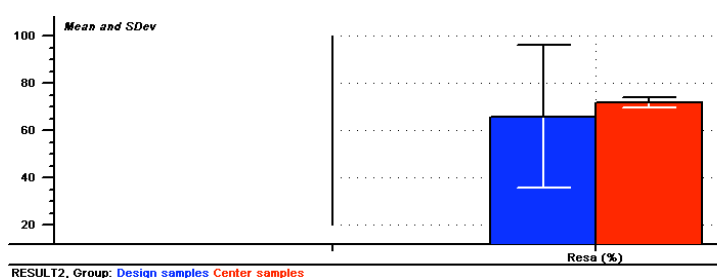
	Pressione di esercizio (cm WC)	Pressione di Atomizzazione (bar)	Spray Rate (ml/min)	Soluzione di rivestimento(ml)	Caricamento (g)	Resa (%)
<i>LAa</i>	400	2.4	5.5	4	20	98.7
<i>HAa</i>	1100	2.4	5.5	4	20	52
<i>LBa</i>	750	1	5.5	4	20	93.7
<i>HBa</i>	750	3.8	5.5	4	20	56.3
<i>LCa</i>	750	2.4	2	4	20	0
<i>HCa</i>	750	2.4	9	4	20	89.9
<i>Cube 1</i>	500	1.4	3	4	20	100
<i>Cube 2</i>	1000	1.4	3	4	20	34.2
<i>Cube 3</i>	500	3.4	3	4	20	26.6
<i>Cube 4</i>	1000	3.4	3	4	20	0.7
<i>Cube 5</i>	500	1.4	8	4	20	98.7
<i>Cube 6</i>	1000	1.4	8	4	20	91.2
<i>Cube 7</i>	500	3.4	8	4	20	83
<i>Cube 8</i>	1000	3.4	8	4	20	61.4
<i>Cent-a</i>	750	2.4	5	4	20	71.5
<i>Cent-b</i>	750	2.4	5	4	20	75.4
<i>Cent-c</i>	750	2.4	5	4	20	69
<i>Cent-d</i>	750	2.4	5	4	20	71
<i>Cent-e</i>	750	2.4	5	4	20	72.2
<i>Cent-f</i>	750	2.4	5	4	20	72

I moduli utilizzati per questo studio presentavano la seguente formulazione:

**Tabella 13.** Formulazione dei moduli Dome Matrix<sup>®</sup>

	Parti (%)	Durezza (KN)	Friabilità (%)
<b>Methocel K100M/ Methocel K 15M</b>	48.48	15	>0.1
<b>Lactose</b>	48.48		
<b>Compritol 888 ATO</b>	13.70		
<b>Plasdone K29-32</b>	5.08		
<b>Ossido di ferro giallo</b>	0.25		

I moduli sono stati rivestiti utilizzando una soluzione acquosa di Opadry Rosso 15% p/p.



**Figura 44.** Confronto tra la media del campione centrale (colonna in rosso) e le media dei restanti campioni (colonna in blu).

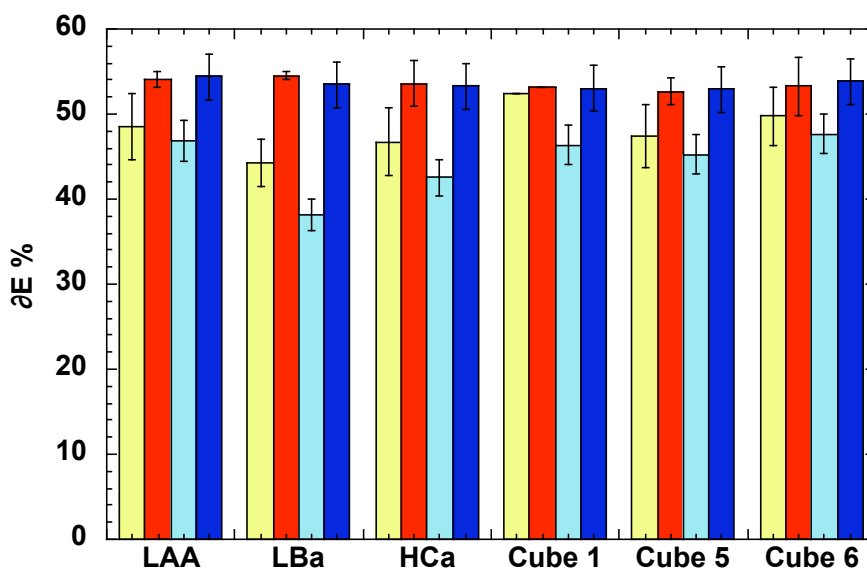
Come si può vedere in Figura 44 le due colonne raffiguranti i valori assoluti delle medie non sono uguali indicando come la resa non possa essere descritta con una funzione lineare (26). Le funzioni quadratiche e cubiche non sono state in grado di creare un modello sufficientemente descrittivo del processo. Nonostante questo grazie all'utilizzo

del disegno sperimentale è stato possibile individuare e caratterizzare i lotti migliori andando a valutare la resa del processo espressa come percentuale dei moduli interi presenti nella camera di rivestimento alla fine del processo. I lotti migliori sono risultati Cube1, Cube 5, Cube 6, LAa e LBa, i quali sono stati selezionati per la loro caratterizzazione. Dalla tabella 14 si può notare come tali lotti si ottenevano a velocità elevate di spray rate, ciò indica che per ottenere rese alte bisogna ridurre il tempo di permanenza nel letto fluido delle compresse oppure procedere rapidamente alla deposizione di un primo spessore di film. Esplicativo in tal senso è il confronto diretto fra i lotti denominati Lca e Hca in cui l'aumentata velocità di spray rate incrementa sensibilmente la resa del processo. Anche la pressione di esercizio risulta influenzare la resa del processo in quanto a parità di condizioni l'incremento del suo valore porta ad un incremento dei moduli rotti e una riduzione nella resa. Questo può facilmente essere riscontrato confrontando i lotti denominati Cube 1 e Cube 2 oppure i lotti LAa e HAa. Quindi per poter avere una resa elevata è necessario ridurre la pressione di esercizio a parità del resto delle condizioni. In generale si può asserire che le rese migliori sono state ottenute a bassi valori di pressione di esercizio, pressione di atomizzazione e ad alti spray rate.

### **6.2.1 Misura del colore**

La misurazione del colore ( $\Delta E\%$ ) è stata condotta in modo da valutare la quantità di Opadry rosso presente sulla superficie di ogni modulo, i lotti selezionati sono stati analizzati sulla parte concava e sulla parte convessa. Dai risultati ottenuti si è notato che

la colorazione sulle facce concave e convesse di ogni lotto non fosse omogenea con eccezione per il Cube 1 in cui il modulo maschio mostrava una colorazione più omogenea su entrambe le facce (Figura 45).



**Figura 45.**  $\Delta E\%$  dei moduli maschio (faccia concava in giallo, faccia convessa in rosso) e femmina (faccia concava in azzurro, faccia convessa in blu)

Dallo stesso esperimento si è potuto notare come la faccia concava dei moduli maschio avesse una quantità di opadry maggiore rispetto alla stessa faccia del modulo femmina. Questo risultato è molto interessante; infatti ci saremmo aspettati che la faccia concava del modulo femmina fosse più rivestita rispetto alla faccia concava del modulo maschio, a causa della sua maggiore ampiezza (Figura 45).

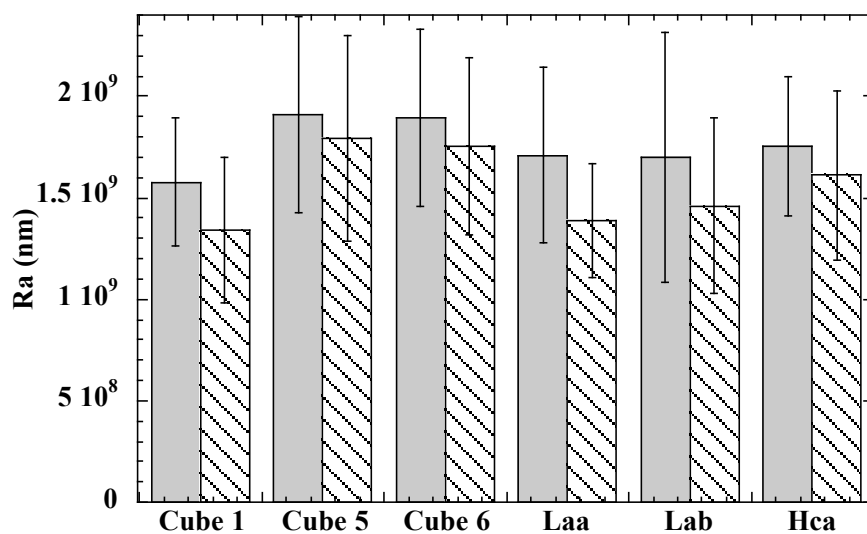
Per spiegare l'incongruenza di questo risultato, si è filmato il processo di rivestimento con una camera ad alta velocità. Guardando il filmato a rallentatore si è notato che a

differenza dei moduli maschio i moduli femmina espongono per maggior tempo la faccia convessa alla zona in cui il polimero di rivestimento veniva spruzzato. Quindi il risultato ottenuto è da attribuirsi alla diversa forma dei moduli che influenza la mobilità di questi ultimi all'interno della camera di rivestimento.

### **6.2.2 Misura della rugosità**

Una superficie liscia è sintomo di un rivestimento omogeneo (32) per questo un'altra misura che è stata condotta per caratterizzare lo strato di rivestimento dei moduli è stata quella del grado di asperità della superficie di rivestimento.

Come nel caso della misurazione del colore, anche nel caso della rugosità (Ra) è stata notata una sostanziale differenza fra i moduli maschi e i moduli femmina (Figura 46). Il lotto che mostrava il valore più basso di Ra per entrambi i moduli era Cube1. Per questo motivo tale lotto è stato utilizzato al fine di determinare come le proprietà di incastro potessero essere influenzate dallo strato di rivestimento.



**Figura 46.** Misura della rugosità (Ra) dei moduli maschio (in grigio) e femmina (in bianco)

### 6.2.3 Influenza dello strato di rivestimento sulle proprietà d'incastro dei moduli maschio e femmina

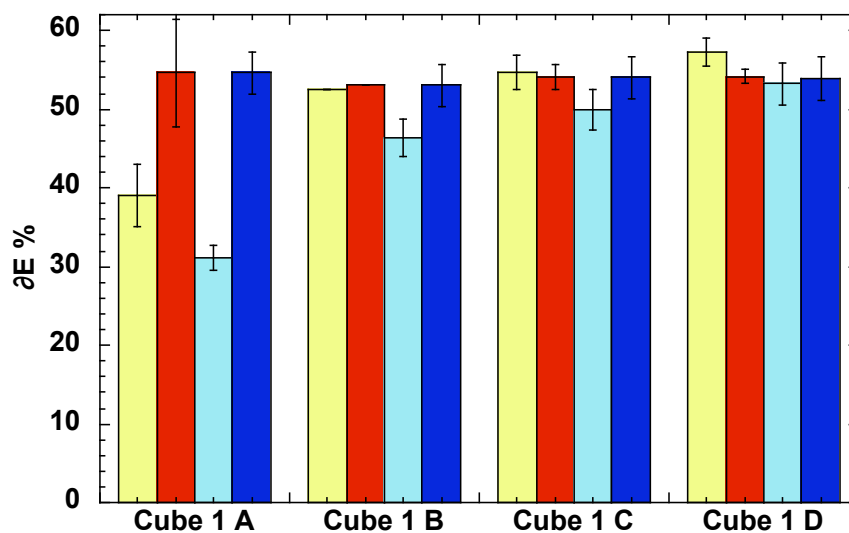
Al fine di valutare l'influenza dello strato di rivestimento sulle proprietà d'incastro si è deciso di utilizzare lotti prodotti con le condizioni sperimentali utilizzate per il lotto Cube 1 variando solo la quantità di Opadry in modo da ottenere spessori di rivestimento diverso (Tabella 14).

**Tabella 14.** Condizioni sperimentali per la produzione di lotti con diversi spessori di rivestimento.

	Pressioni di esercizio (cm WC)	Pressione di esercizio (bar)	Spray Rate (ml/min)	Soluzione di rivestimento (ml)	Caricamento (g)	Resa (%)
<i>Cube 1 A</i>	500	1.4	3	2	20	66
<i>Cube 1 B</i>	500	1.4	3	4	20	100
<i>Cube 1 C</i>	500	1.4	3	6	20	100
<i>Cube 1 D</i>	500	1.4	3	8	20	100

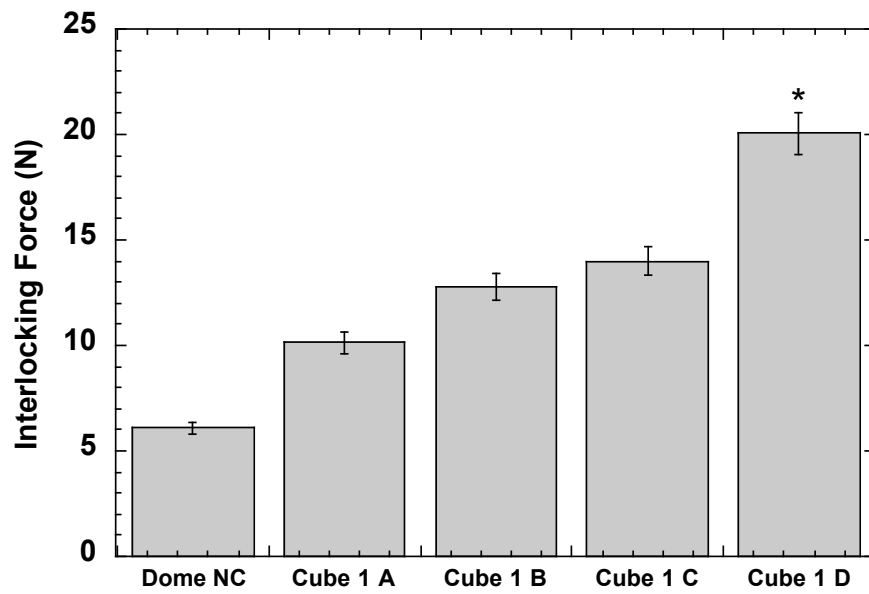
Anche in questo caso è stato valutato il colore dei lotti fabbricati osservando una differenza di colore fra le facce concave e le facce convesse dei moduli maschio e femmina. Tale differenza diminuiva all'aumentare della quantità di opadry usato per la ricopertura. In particolare la faccia concava del modulo maschio raggiunge lo stesso grado di colore della sua faccia convessa dopo uno spruzzo di 4 ml di soluzione ricoprente mentre nel caso del modulo femmina questo avveniva dopo aver spruzzato a volumi pari a 8 ml (Figura 47). Tali risultati hanno dimostrato che prolungando il tempo

di permanenza dei moduli femmina nella camera di rivestimento, si possono ottenere rivestimenti omogenei su entrambe le facce del modulo femmina.



**Figura 47.**  $\partial E\%$  dei moduli maschio (faccia concava in giallo, faccia convessa in rosso) e femmina (faccia concava in azzurro, faccia convessa in blu)

In seguito sei moduli di ogni lotto (3 maschi e 3 femmine) sono stati incastrati in configurazione a camera vuota e la forza necessaria per realizzare questa operazione è stata misurata tramite un EZ tester. Si è osservato come la forza necessaria ad ottenere l'incastratura fra i due moduli aumentava all'aumentare della quantità di opadry utilizzata per il rivestimento (figura 48); nel caso del lotto Cube 1 D si è notato come i moduli tendessero a rompersi durante l'operazione di assemblaggio probabilmente a causa di uno strato di rivestimento troppo spesso.



**Figura 48.** Misura della forza di incastro su i moduli maschio e femmina assemblati in configurazione a camera vuota; (NC) moduli non rivestiti; (\*) gli assemblati mostravano delle fratture.

### 6.3 Conclusioni

I moduli Dome Matrix<sup>®</sup> possono essere rivestiti applicando la tecnica di ricopertura in un letto fluido per il rivestimento di precisione. Al fine di ridurre al minimo il numero di compatti danneggiati all'interno della camera di rivestimento è necessario operare in tempi molto brevi, utilizzando velocità di spray molto elevate e pressioni di esercizio relativamente basse. Incrementando il tempo di permanenza dei moduli all'interno della camera di rivestimento, aumentano gli urti a cui i moduli sono esposti e quindi aumentano le probabilità di rottura dei moduli stessi ottenendo registrando rese basse di processo. Incrementando le pressioni di esercizio, i moduli sono fluidizzati più energicamente; questo si ripercuote in un aumento della energia cinetica dei moduli e quindi in un maggiore forza di impatto fra i moduli e le pareti della camera di rivestimento e tra i moduli stessi, riducendo la resa del processo di rivestimento.

La ricopertura dei moduli non è uguale su tutta la superficie: a causa della sua forma a cupola entrambi in moduli mostrano una differente ricopertura nella parte concava e convessa. La misura del colore ha evidenziato anche che il polimero usato per il rivestimento era presente in quantità maggiori sulla parte convessa dei moduli rispetto alla parte concava. Inoltre anche la faccia concava dei moduli maschio viene rivestita maggiormente rispetto a quella dei moduli femmina. Tale risultato è probabilmente da attribuire alla differente forma dei moduli che influenza il modo con cui i moduli si muovono all'interno della camera di rivestimento del letto fluido.

Lo strato di rivestimento presente sui moduli Dome Matrix<sup>®</sup> influenza la forza con cui i moduli sono assemblati in configurazione a camera vuota mediante incastro delle

reciproche facce concave di un modulo Dome Matrix<sup>®</sup> maschio e uno femmina. In particolare, aumentando la quantità di polimero spruzzato la forza necessaria ad assemblare i due moduli incrementa in maniera lineare indicando come lo strato di rivestimento possa migliorare l'unione fra i due moduli. Nel caso in cui la quantità di polimero spruzzata sia eccessiva, lo strato di rivestimento diventa un ostacolo all'assemblaggio portando alla rottura del modulo femmina (Figura 48).