

01173



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

“EFECTOS DE UN LUBRICANTE EN LA COMPACTACIÓN DE DOS MATERIALES GRANULARES Y EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE SUS COMPRIMIDOS”

T E S I S

Que para obtener el grado académico de MAESTRO EN INGENIERÍA (ÁREA MECÁNICA)

P R E S E N T A :

JULIÁN JAIMES MOJICA



Director de Tesis: Dr. Guillermo Pulos Cárdenas

México, D.F.

2000

281623



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**“EFECTOS DE UN LUBRICANTE EN LA COMPACTACIÓN
DE DOS MATERIALES GRANULARES
Y EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS
DE SUS COMPRIMIDOS”**

AGRADECIMIENTOS

Por su contribución para que este trabajo fuera posible, expreso mi más sincero agradecimiento:

Al **Dr. Guillermo Pulos Cárdenas** por proponer el tema de tesis y brindar la asesoría requerida, pero más que nada por su apoyo como amigo durante el desarrollo del trabajo.

Al **Instituto de Investigaciones en Materiales** de la **UNAM**, por sus instalaciones y todas las prestaciones brindadas.

A **CONACyT** y al convenio **FIES-IMP**, por los apoyos económicos otorgados. Ojalá otorgaran más y no los interrumpieran.

A mis sinodales:

Dra. Florencia Serranía Soto

Dr. Daniel García Gavito

Dr. Gonzalo González

Dr. Roberto Zenit Camacho

Porque con comentarios y sugerencias invaluable, enriquecieron el contenido y estructura de esta tesis.

A I.Q. y muy pronto M.C. **Eréndira Pereyra Perea** por la enorme ayuda en la toma del material fotográfico y en muchos otros aspectos.

A Alfredo Maciel por la asistencia en el manejo del equipo para las pruebas experimentales de compactación.

A **mi familia** y a todas las **personas queridas** que me han compartido de su vida, por su ayuda y comprensión sincera.

RESUMEN

Se presentan los resultados y observaciones de un estudio sobre la mecánica del proceso de compactación de dos materiales granulares. Cada uno de los materiales consta de una arcilla como medio principal y cierta cantidad de un lubricante. Por primera vez con estos materiales, se asignan varios porcentajes de lubricante para estudiar la influencia de este segundo componente. Dentro de las aplicaciones prácticas, las arcillas son prospectas a constituirse como excipientes farmacéuticos para la manufactura de comprimidos por compresión directa, método para el que actualmente, el número de sustancias apropiadas es muy limitado. Se comparan las curvas esfuerzo-deformación del proceso mencionado para observar el cambio inducido por la variación de la composición del material.

Se analiza la variación de las propiedades mecánicas de los comprimidos resultantes. Estas propiedades son: compactibilidad y compresibilidad, recuperación viscoelástica, resistencias axial y radial, y friabilidad (resistencia al desgaste).

Además, por el lado teórico, se presenta el desarrollo de un modelo para el cálculo del módulo de rigidez de un medio granular, basándose en la micromecánica del contacto entre partículas. Se hace la comparación de este módulo teórico con el módulo experimental.

INTRODUCCIÓN	1
Generalidades	1
Planteamiento del problema y objetivo	1
Justificación del estudio	2
Organización del estudio	3
Alcance del estudio	4
I. ANTECEDENTES	5
I.I Los materiales granulares	5
I.II Propiedades mecánicas de arcillas	5
I.II.1 Propiedades de flujo	6
I.II.1.1 Efecto del tamaño de partícula y distribución de tamaños	6
I.II.1.2 Efecto de la forma y estructura de las partículas	7
I.II.1.3 Efecto de la humedad, la temperatura y la carga estática en el flujo	8
I.II.2 Propiedades de empaquetamiento	9
I.II.2.1 Medida de la densidad aparente de un polvo.....	9
I.III Compactación uniaxial de un material	9
I.III.1 Curvas fuerza-desplazamiento y esfuerzo-deformación	10
I.IV Características físicas de la compactación de un material granular en la obtención de comprimidos	11
I.IV.1 Reacomodo de partículas (reempacado transicional)	12
I.IV.2 Deformación en los puntos de contacto	12
I.IV.3 Fragmentación y deformación	12
I.IV.4 Adhesión (unión de partículas)	12
I.IV.5 Deformación del cuerpo rígido	13
I.IV.6 Descompresión	14
I.IV.7 Eyección	14
I.V Comprimidos	15
I.V.1 Uso farmacéutico	15
I.V.2 Propiedades mecánicas	15
I.V.2.1 Densidad y porosidad	15
I.V.2.2 Recuperación viscoelástica	16
I.V.2.3 Dureza y resistencia tensil	17
I.V.2.4 Friabilidad	17

I.VI Lubricantes	18
I.VI.1 Mezclas binarias como sistemas heterogéneos y anisótropos	19
I.VII Velocidad de compactación	19
I.VIII Modelado del medio a partir de la micromecánica entre partículas	20
I.VIII.1 Enfoque micromecánico a tres niveles	21
I.VIII.2 Micromecánica del contacto interparticular	21
I.VIII.3 Relación constitutiva para un empaquetamiento aleatorio	24
I.VIII.3.1 Propiedades geométricas de la estructura del empaquetamiento	24
I.VIII.3.2 Empaquetamientos con interacción lineal en los contactos Interparticulares	24
I.VIII.3.3 Empaquetamientos con interacción no lineal en los contactos interparticulares	26
I.VIII.4 Consideraciones	27
II. OBJETIVOS Y PLAN DE TRABAJO	29
II.I Objetivos	29
II.II Plan de trabajo	29
II.II.1 Diseño experimental	29
II.II.2 Experimentación	30
II.II.3 Manejo y análisis de datos	30
II.II.4 Interpretación de resultados	30
III. MATERIALES Y MÉTODOS	31
III.I Materiales seleccionados	31
III.I.1 Propiedades mecánicas de las arcillas	32
III.I.1.1 Tamaño de grano	32
III.I.1.2 Medición de la capacidad de flujo	32
III.I.1.2.1 Flujo a través de un orificio	32
III.I.1.2.2 Determinación del ángulo de reposo	33
III.I.1.3 Densidad	33
III.I.1.3.1 Densidad real por intrusión de líquido en el sólido	33
III.I.1.3.2 Densidad volumétrica o de asentamiento	34
III.I.1.4 Relación entre la densidad volumétrica y la real	34
III.II Dispositivos y procedimientos experimentales	34
III.II.1 Diseño experimental	34
III.II.2 Mezclado	35
III.II.3 Compactación	35
III.II.4 Medición de las propiedades mecánicas de los comprimidos	38
III.II.4.1 Peso, dimensiones y grado de recuperación	38

III.II.4.2 Resistencias axial y radial	39
III.II.4.3 Friabilidad (desgaste de comprimidos)	39
III.III Manejo y análisis de datos experimentales	40
III.IV Comparación del módulo teórico con el experimental	40
III.IV.1 Módulo teórico	40
III.IV.1.1 Datos empleados para el cálculo	41
III.IV.2 Módulo experimental	42
III.IV.3 Comparación	42
IV. RESULTADOS	43
IV.I Etapa 1 de experimentación	43
IV.II Etapa 2 de experimentación	46
IV.III Correcciones debido a la deformación del pistón superior	46
IV.IV Compactación de los materiales	48
IV.IV.1 Bentonita de Gádor	52
IV.IV.1.1 Comentarios	52
IV.IV.1.2 Curvas esfuerzo – deformación	53
IV.IV.2 Sepiolita de Vicálvaro	55
IV.IV.2.1 Comentarios	57
IV.V Resistencias axial y radial de los comprimidos	57
IV.V.1 Bentonita de Gádor	58
IV.V.1.1 Comentarios	59
IV.V.1.2 Curvas esfuerzo-deformación de la resistencia axial y radial	59
IV.V.2 Sepiolita de Vicálvaro	62
IV.V.2.1 Comentarios	62
IV.V.2.2 Curvas esfuerzo-deformación de la resistencia axial y radial	65
IV.VI Pruebas de friabilidad	68
IV.VII Eyección de comprimidos	70
IV.VIII Comparación del módulo teórico con el módulo experimental	72
IV.VIII.1 Bentonita de Gádor	72
IV.VIII.2 Sepiolita de Vicálvaro	74
IV.IX Discusión	77
IV.IX.1 Aspectos Generales	77
IV.IX.1.1 Sobre el modelo teórico y su comparación con el módulo experimental	79
IV.IX.2 Bentonita de Gádor	80
IV.IX.3 Sepiolita de Vicálvaro	81

CONCLUSIONES	83
Orientación para investigaciones futuras	84
REFERENCIAS Y BIBLIOGRAFÍA	85
ANEXO A: TABLAS DE DATOS DE LAS SERIES DE COMPRESIÓN	
ANEXO B: CURVAS ESFUERZO-DEFORMACIÓN DE LA COMPACTACIÓN	
ANEXO C: CURVAS ESFUERZO-DEFORMACIÓN DE LAS PRUEBAS DE RESISTENCIA TENSIL	
ANEXO D: TABLAS DE DATOS DE LOS COMPRIMIDOS PARA PRUEBAS DE FRIABILIDAD	

INTRODUCCIÓN

GENERALIDADES

La compactación de materiales es un tema de estudio presente en varias disciplinas como las ciencias de la tierra y la ingeniería petrolera y minera. Las mediciones experimentales de propiedades de materiales bajo esfuerzos son fundamentales para las ciencias de materiales, de mecánica de suelos y rocas y la contribución que éstas pueden hacer en la ingeniería de recursos naturales depende en parte de la validación de las propiedades medidas en el laboratorio, ya que estas propiedades se usan en numerosos cálculos de diseño.

Entre los diferentes materiales, encontramos a los materiales granulares, cuyo extraordinario comportamiento los hace diferentes a otras sustancias ya que pueden comportarse como sólidos, como fluidos, o bien combinadamente. La compactación de este tipo de materiales es también muy importante en diversas áreas. Puede mencionarse que la compresión de materiales granulares es de interés técnico en metalurgia de polvos así como en el estudio de la mecánica de la nieve, y la compactación de nieve es comparable al sinterizado a alta temperatura. La compactación de polvos constituye una versátil alternativa de manufactura para metales monolíticos, cerámicos y polímeros, ya que determinados componentes pueden ser obtenidos en su forma final, a partir de diferentes aleaciones.

Pueden citarse algunas otras aplicaciones industriales prácticas en que puede aprovecharse el conocimiento de la compactación de materiales granulares, como por ejemplo selección de pavimentos, elaboración de dulces, de alimentos para animales, de fertilizantes, y entre estos usos, una aplicación muy importante y delicada se presenta en la tecnología farmacéutica. Se estima que más del 80% de todas las dosis medicinales son administradas como tabletas, esto es, en dosis unitarias obtenidas a través de la compactación de polvos. En la creación de medicamentos con drogas de aceptable absorción oral, la tableta compacta es la primera elección como medio de suministro. Los rangos de producción pueden sobrepasar cantidades de 3, 000 kg semanales, requiriéndose estaciones múltiples de prensas de alta velocidad.

La formación de comprimidos consiste en llenar una cámara rígida de forma y tamaño conveniente con cierta cantidad del material, y compactar el polvo hasta un espesor determinado. Para conseguir esto, debe haber buen flujo y compactibilidad, y los materiales deben transportarse y llenar los dados a altas velocidades. Adicionalmente, deben formar una masa compacta estable sin defectos después de la eyección. Aunque algunas sustancias pueden ser comprimidas directamente, la mayoría requiere procesado previo y la adición de excipientes (ingredientes no activos) para compensar su inherente limitada fluidez y/o limitada compactibilidad.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y OBJETIVO

El conocimiento sobre el comportamiento mecánico de los materiales granulares se encuentra aún en un nivel incipiente, dada la complejidad que se puede observar en un sistema granular, y que todavía no se tienen modelos constitutivos generales, sino sólo soluciones aproximadas para

casos muy específicos. En el comportamiento de un sistema granular sometido a compactación, se observan diferentes etapas: por ejemplo, el inicio de la deformación en ocasiones puede considerarse como un flujo no-newtoniano (reológico); conforme la deformación aumenta, el medio tiende a ser un sólido poroso, comportándose cada vez más, por ende, como tal. Si bien ya se han estudiado los mecanismos que ocurren durante la consolidación de los granos, aún no se tiene una explicación totalmente satisfactoria incluyendo, por supuesto, a los sistemas granulares binarios, en los que se pueden presentar fenómenos adicionales durante la consolidación.

Cuando en los usos prácticos (como el sinterizado) se compacta un material granular, es deseable reducir la fricción del material con las paredes de la cámara, la fricción entre partículas y efectuar el proceso aplicando la fuerza y velocidad convenientes. Lo anterior se traduce en ahorro energético, mayor duración de la maquinaria, facilidad en el procesamiento de las piezas, y cambios substanciales en sus propiedades mecánicas. Si el medio granular es lubricado, se reduce la fricción con la pared de la cámara y un mayor porcentaje de la fuerza del punzón superior puede transmitirse al punzón inferior. La diferencia entre los valores de las fuerzas ejercidas por los punzones puede ser una medida de la eficiencia que un lubricante tiene para contrarrestar la fricción.

Como se mencionó, una importante área en la que se aplica este conocimiento, es en la tecnología farmacéutica, ya que los comprimidos constituyen uno de los medios más comunes de suministro y, por su finalidad, éstas dosis sólidas deben presentar propiedades específicas muy controladas. Aunque las tabletas farmacéuticas están compuestas normalmente de varios ingredientes, los estudios sobre las propiedades de compactación y consolidación son frecuentemente enfocados sólo al excipiente. Las pruebas de compactación del material y la determinación de propiedades mecánicas de los comprimidos resultantes, están comprendidas dentro de las pruebas para la caracterización física.

Con esos antecedentes, **uno de los objetivos del presente trabajo** es realizar un estudio experimental, de la mecánica del proceso de compactación de medios granulares agregando un lubricante. En particular, se eligieron dos arcillas españolas como materiales de prueba porque son útiles para dicho propósito, y además, podrían constituirse como nuevos excipientes de uso farmacéutico. El lubricante es una sustancia en polvo, que ha sido usado en la investigación de materiales farmacéuticos.

El segundo objetivo es el de estudiar los cambios en las propiedades mecánicas de los comprimidos resultantes, cambios inducidos por los diversos porcentajes del lubricante.

El tercer objetivo es presentar un modelo teórico para la estimación del módulo de un medio granular, y emplearlo para comparar el módulo teórico con el experimental.

La originalidad del trabajo recae en que por primera vez se estudian varios porcentajes de lubricante en la composición, para conocer la gama de variaciones inducidas en el comportamiento de estos materiales. Anteriormente solo se habían efectuado experimentos sin adición de lubricantes o bien con un único porcentaje (1 %), y no se efectuaron pruebas de

friabilidad (desgaste de comprimidos). Con estas pruebas se contribuye a la caracterización mecánica de las sustancias, determinando hasta que punto resultan convenientes los métodos y composiciones usados.

JUSTIFICACIÓN DEL ESTUDIO

En la formulación de tabletas, además de los activos (i.e., las drogas), los ingredientes esenciales incluyen diluyentes, adhesivos, desintegrantes y sustancias auxiliares en el procesamiento, tales como los lubricantes. Por lo general, la cantidad de ingrediente activo es pequeña en comparación con la cantidad de excipiente. Los lubricantes previenen la adhesión del granulado a las paredes de la cámara y de los pistones, reducen la fricción durante la expulsión, y permiten una distribución más homogénea de fuerzas dentro del medio durante la compactación mediante la reducción de la fricción interparticular. La fuerza de eyección está directamente relacionada con la fuerza perdida en la pared de la cámara durante la etapa final del proceso de compactación.

Aunque cientos de drogas médicas son incorporadas en las formulaciones, el número de excipientes en uso común es muy limitado, ya que su elección es extremadamente crítica para las tabletas por compresión directa. Las propiedades finales de cualquier formulación en particular, aunque dependen en gran medida de las características físico-químicas/físico-técnicas de las drogas y los excipientes usados, son también influenciadas significativamente por los procesos de manufactura. Por ejemplo, la compactación influye determinantemente en varias propiedades de las tabletas como la densidad, porosidad, dureza, resistencia axial y radial, desintegración, disolución, etc.; por consiguiente, el conocimiento de las características de los materiales nuevos puede ser usado en la selección de ingredientes adecuados y en la interpretación del efecto de las variables de proceso.

Por otra parte, la temperatura de los comprimidos es afectada por la fricción y la velocidad en la máquina pastilladora; por tanto, se agregan también lubricantes porque el calentamiento excesivo no es conveniente por su influencia en la posible degradación de los ingredientes, además del desgaste del punzón y dado.

Con todo esto, se puede afirmar que los materiales usados como excipientes tienen que cumplir diversas funciones y juegan un papel muy importante. De aquí la necesidad de estudiar su influencia en las propiedades físicas del comprimido y durante la compactación, que es la parte más crítica del proceso de manufactura.

ORGANIZACIÓN DEL ESTUDIO

Como una base para la comprensión general del tema, en el capítulo I se presentan algunos antecedentes teóricos con la definición de los conceptos usados en el desarrollo de la investigación. Se presenta el desarrollo del modelo teórico para calcular el módulo del material.

En el capítulo II se precisan los objetivos específicos a cubrir, y la organización experimental que para ello se requiere.

La descripción de los materiales y equipo utilizados, así como una explicación detallada de los métodos experimentales para recabar la información (datos), su manejo, y análisis están incluidas en el capítulo III. Se propone el enfoque para la interpretación de los resultados del estudio.

En el capítulo IV se presentan los resultados de la experimentación, junto con una discusión derivada de ellos. Se presentan también los resultados de la comparación entre los módulos experimental y teórico.

Por último, se presentan las conclusiones de esta investigación y algunas ideas para trabajo a futuro.

ALCANCE DEL ESTUDIO

Es un estudio mayormente experimental en el que se hacen observaciones de carácter puramente mecánico. Se busca una relación entre las propiedades medidas durante la compactación y aquellas presentes en los comprimidos, de acuerdo con la composición del material. Evidentemente, no se busca una explicación total del proceso de elaboración de comprimidos farmacéuticos, ya que para ello se requerirían además consideraciones fisico-químicas que quedan fuera del alcance de este trabajo. Por otra parte, para el módulo total (o macroscópico) del material, se busca obtener y emplear un modelo teórico lo suficientemente aceptable y completo, tomando en cuenta la interacción mecánica microscópica de contactos entre partículas. Se compara la curva del módulo teórico con la del módulo experimental (real).

I. ANTECEDENTES

I.I LOS MATERIALES GRANULARES

La arena, los polvos medicinales e industriales, el azúcar y las semillas son algunos ejemplos de materiales granulares.

Los materiales granulares o medios granulados consisten básicamente de un sólido dividido en partículas y un fluido, generalmente aire, llenando los intersticios entre granos (Jaimes et al, 1997). Los granos se consideran rígidos e interactúan principalmente por contacto (fricción y colisiones) y si para el módulo efectivo del material, la contribución del módulo de los granos es mucho mayor que la del fluido intersticial, como el aire, los efectos del fluido pueden despreciarse (Córdova, 1999). El tamaño del grano puede variar considerablemente ya que puede ser de unas cuantas micras hasta de unos centímetros (como en la grava, por ejemplo). Estos materiales presentan comportamientos muy peculiares, ya que bajo determinadas condiciones se comportan como fluidos, o bien como sólidos. Por ejemplo, un montón de granos en reposo tiene una forma y volumen definido, pero si se inclina hasta sobrepasar su ángulo máximo de estabilidad, los granos se mueven y el material “fluye”. Otra situación peculiar se presenta cuando se mide la presión en el fondo de un recipiente que se llena con algún material granular. A diferencia de la presión hidrostática, la presión en el fondo no es constante y puede llegar ser independiente de la altura del material en el recipiente, ya que el fenómeno de arqueado y la fricción entre los granos y con la pared, llegan a contrarrestar el peso de la columna.

El avance en el estudio del comportamiento mecánico de los medios granulados es todavía muy limitado. Esto se debe entre otros factores a la no-homogeneidad en el material, es decir, formas y tamaños irregulares de los granos, zonas de arqueado, diferentes patrones de empaquetamiento, colisiones inelásticas y fricción entre granos.

Los materiales empleados en el desarrollo de esta tesis son materiales granulares, ya que tanto las arcillas como los lubricantes son polvos. Entendemos por polvo al medio cuyas partículas son por lo general de tamaño inferior a 1000 μm y que cumplen con las características descritas. A continuación se hace una revisión de las propiedades mecánicas de las arcillas, como son las propiedades de flujo, de empaquetamiento y cohesividad.

I.II PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS ARCILLAS

Se conoce como “arcilla” al material que muestra propiedades plásticas al interponerse en agua, estando formado por partículas naturales de tamaño inferior a 2 μm (Viseras, 1997). Están constituidas fundamentalmente por silicatos de aluminio hidratados y ocasionalmente, por silicatos de magnesio hidratados. Otros minerales comunes en estos materiales son cuarzos, feldespatos, carbonatos, óxidos, hidróxidos y materia orgánica.

En farmacéutica, los materiales usados como excipientes son no metálicos y generalmente son mezclas de compuestos inorgánicos (Parrott, 1990). Podemos citar a sustancias como la celulosa microcristalina (Avicel®), fosfato dibásico de calcio (Emcompress®), lactosa (Fast-Flo Lactose®), anhídrido de lactosa, azúcar compresible (Di-Pac®), sulfato de calcio dihidratado (Compactrol®) como materiales que se encuentran dentro de los excipientes de uso común para manufactura de comprimidos por *compresión directa*. El relativo significado de cada evento en el proceso de compresión depende de las propiedades mecánicas (fluidez, densidad, comportamiento plástico, resistencia a la trituración) de la mezcla, su naturaleza química y efectos superficiales (fricción, capas de absorción, lubricación).

I.II.1 PROPIEDADES DE FLUJO

Las propiedades de flujo de un material tienen un efecto determinante en su compresión, y en otros procesos (Viseras, 1997). Las propiedades de flujo se derivan de una serie de características como el tamaño y forma de partícula y la distribución de éstos, la carga estática y variables ambientales como humedad temperatura, que aumentan la cohesión disminuyendo la facilidad para el deslizamiento.

I.II.1.1 Efecto del tamaño de partícula y distribución de tamaños

El tamaño de partícula está relacionado con las propiedades de flujo de acuerdo a la relación establecida por Brown-Richards:

$$Q = 15 \pi \rho \sqrt{g} \left(\frac{D}{K} \right)^n \quad (I.1)$$

Donde **D** es el diámetro de partícula, **K** es una constante que depende del material, **Q** es la velocidad de flujo, ρ es la densidad del polvo y **g** es la aceleración gravitacional. Para polvos de alta cohesividad, el coeficiente *n* se aproxima a 2, en tanto que para polvos que fluyen bien lo hace a 1.

Para partículas de tamaño inferior a 100 μm la interacción se da a través de fuerzas eléctricas. Con tamaño superior a 1000 μm lo hacen por fuerzas gravitatorias. El tamaño de partícula se puede determinar de diversas maneras, según el rango de los tamaños. Para tener una noción sobre el tamaño de partículas, se puede mencionar los datos que algunos autores reportan en sus trabajos, por ejemplo, Danjo (1996) reporta un diámetro de grano medio de 246 a 409 μm , Mollan (1996) menciona un tamaño medio de partícula entre 179 y 285 μm , y Duberg y Nyström (1982) un tamaño de 90 a 500 μm .

En la determinación por tamización, el tamaño de partícula se define como el tamaño de las aberturas de la malla que retiene al polvo, aunque las partículas de forma alargada podrían pasar a través de un tamiz cuyas aberturas fuesen menores a su dimensión menor.

En el método de sedimentación o *elutriación*, la velocidad con que ésta sucede separa las partículas de acuerdo a la ley de Stokes:

$$v = \frac{2r^2(\rho_p - \rho_m)g}{9\eta} \quad (I.2)$$

Donde v es la velocidad de la partícula, g es la aceleración gravitatoria, ρ_p y ρ_m son la densidad de la partícula y del medio en que está inmersa, η es la viscosidad del medio y r es el radio de la partícula, supuesta esférica. Si las partículas no son esféricas, r se define como el radio de la esfera de velocidad de sedimentación equivalente.

El método que emplea el contador "Coulter", se basa en medidas del cambio de resistencia eléctrica cuando las partículas suspendidas en un medio conductor atraviesan una pequeña abertura, en la que dos electrodos miden la corriente. El paso de la partícula genera un voltaje proporcional al volumen de ésta. El tamaño se define como la raíz cuadrada de este volumen.

Existen otros métodos como el analizador láser, en el que circula una dispersión de partículas en agua y mediante una lente con rayo láser acoplado se mide el tiempo en que la partícula atraviesa el haz; el análisis de imagen, en donde a partir de imágenes obtenidas por diversos medios (como lupas, microscopios electrónicos, microscopios ópticos, etc.), con un software se estudian todas las variables de la forma y tamaño de las partículas, pero para que los resultados sean representativos se necesita un gran número de determinaciones.

Los tres primeros métodos son los más empleados para determinar el tamaño de partícula de un polvo, pero todos ellos presentan el mismo defecto: consideran que las partículas tienen una forma aproximada a una esfera, porque el tamaño de las partículas esféricas está definido únicamente por su diámetro. Pero si las partículas son irregulares, el tamaño dependerá del método elegido para su determinación, generando resultados que pueden ser significativamente diferentes. En cualquier caso, los resultados se expresan como una distribución de tamaños. Los datos pueden estar dados en frecuencias de pesos o bien de tamaños, dependiendo del método de determinación, pero es posible convertir las frecuencias de tamaño a frecuencias de peso y viceversa. Cuando la distribución se encuentra en un rango pequeño es frecuente hacer una representación lineal o aritmética de éstos. Pero si el rango es amplio, es preferible hacer una representación mediante escalas geométricas.

I.II.1.2 Efecto de la forma y estructura de las partículas

El flujo de un polvo decrece a medida que sus partículas sean más irregulares. La forma de las partículas también afecta al mezclado y a la segregación de la mezcla. La velocidad de flujo de un material aumenta cuando aumenta la esfericidad de sus partículas. La esfericidad puede medirse con el "índice de forma":

$$IF = \frac{4A}{ML^2} \quad (I.3)$$

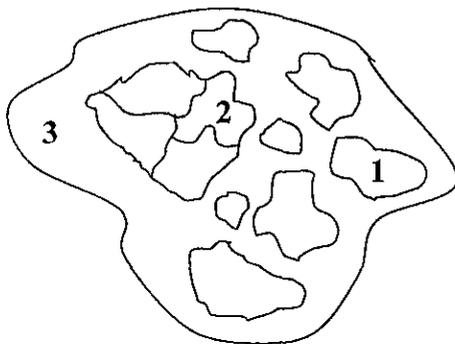
Donde A es el área de la partícula, L es su longitud mayor, y M su longitud menor.

Existen otros criterios de medida de la esfericidad de una partícula, pero en general todos hacen referencia a la relación entre los dos ejes principales de la misma, y se emplea el que mejor se adapte a las partículas en estudio.

Existen algunas formas comunes de partículas como:

- *acicular*: forma de agujas
- *angular*: tendencia a ser poliédrica
- *dendrítica*: con forma de ramas
- *fibrosa*: forma de filamentos regulares o irregulares
- *laminar*: forma de placas
- *granular*: aproximadamente equidimensional pero de forma irregular
- *irregular*: sin ninguna simetría
- *nodular*: forma irregular tendente a redondeada
- *esferoidal*: prácticamente esférica

Las partículas aparecen con frecuencia formando agregados, que deben romperse antes de determinar el tamaño de los constituyentes. Hay tres posibles configuraciones en las que se acomodan las partículas:



- 1- aisladas
- 2- fuertemente unidas formando granos
- 3- débilmente unidas en aglomerados

Fig. I.1 Estados de agregación de las partículas: 1. Partícula más o menos aislada. 2. Partícula fuertemente unida. 3. Agregado débil (aglomerado) de partículas.

I.II.1.3 Efecto de la humedad, la temperatura y la carga estática en el flujo

El agua puede encontrarse como agua de cristalización o adsorbida en la superficie. Ésta última modifica las propiedades superficiales de las partículas afectando a las propiedades de flujo del polvo. En general, en un material poroso y cohesivo, la humedad no afecta en gran medida al flujo ya que es imposible la formación de puentes de agua entre partículas.

Al incrementar la temperatura, la cohesión aumenta y la capacidad de flujo disminuye. Este efecto es apreciable para elevadas temperaturas.

La carga estática de una partícula se debe al procesado previo (molienda, colisiones, mezclado, tamizado, etc.). Los excipientes para compresión adquieren carga negativa en contacto con superficies de vidrio o metálicas, y carga positiva en contacto con superficies plásticas. La carga afecta indirectamente al comportamiento del flujo. Las arcillas son materiales con poca resistividad, tendiendo a perder la carga electrostática rápidamente en contacto con el suelo.

I.II.2 PROPIEDADES DE EMPAQUETAMIENTO

El empaquetamiento depende en gran medida de las interacciones entre partículas y de éstas con el fluido intersticial.

Cuando un material en polvo se deposita en una cavidad cerrada, el reacomodo de las partículas y la consecuente distribución de los huecos entre ellas tiene una influencia definitiva en el comportamiento mecánico de la masa de polvo; en particular, cuando el polvo va a ser sometido a deformación para obtener un comprimido, la densidad inicial del polvo determinará la reducción de volumen necesaria.

Teóricamente, en un arreglo ideal perfectamente ordenado, la densidad máxima de empaquetamiento de esferas es de 0.7404, mientras que simulaciones computacionales concuerdan con la densidad real máxima de esferas empacadas al azar que es de 0.64. La densidad de empaquetamiento menor se presenta cuando cada esfera está en contacto con otras tres. La situación se complica más si las esferas son de diferentes diámetros, y más aún cuando la forma de las partículas es irregular. En general, las partículas más pequeñas rellenan los espacios entre las mayores, reduciendo la porosidad. Sin embargo, la angularidad de las partículas genera puentes que aumentan la porosidad, reduciendo la densidad de empaquetamiento.

I.II.2.1 Medida de la densidad aparente de un polvo

La "densidad aparente" de un polvo se obtiene al dividir su masa entre el volumen que ocupa. La densidad verdadera, que siempre será mayor dado que no incluye los espacios "vacíos" entre las partículas, puede determinarse por medio de un picnómetro u otro mecanismo que mida el volumen real del sólido. La determinación de la densidad aparente dependerá del método escogido. El método usual para polvos farmacéuticos se detalla en el capítulo de materiales y métodos.

Se tiene el "índice de Carr" que define a la compresibilidad como una constante del material:

$$\%C = \frac{\rho - A}{\rho} 100 \quad (I.4)$$

Donde ρ es la densidad del polvo cuando su volumen ha alcanzado un nivel estacionario en el ensayo de densidad aparente, y A es la densidad derivada del volumen inicial, a C se le conoce como "índice de Carr". Anteriormente, Hausner había empleado la relación ρ/A para caracterizar la compactibilidad de un polvo, siendo ésta la forma más empleada en tecnología farmacéutica.

I.III COMPACTACIÓN UNIAXIAL DE UN MATERIAL

La compactación es el proceso de aplicar presión a un material. El proceso de compactación puede dividirse en dos fases, comenzando la primera a partir de un agregado del polvo empacado aleatoriamente. En la segunda fase, resulta conveniente considerar al material como un sólido con una cierta distribución de huecos (sólido poroso).

El arreglo para la prueba de compactación uniaxial es sencillo. Consta de un dado con una cámara (cavidad) cilíndrica en la que se deposita el material granular a ser compactado (ver figura I.2). Se tienen dos pistones cilíndricos, uno superior y uno inferior, mediante los cuales se aplica la carga.

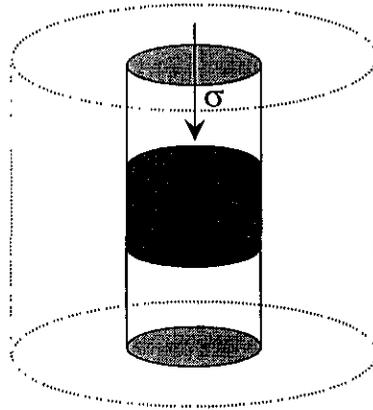


Figura I.2: Compactación uniaxial en un dado

Cuando la masa de granos está sometida a un esfuerzo vertical de compresión σ , el material a su vez aplica un esfuerzo radial τ sobre las paredes de la cámara. Este esfuerzo radial τ será linealmente dependiente de σ dentro de la fase de consolidación. Después de llegar al punto en que se inicia la deformación de las cuentas y casi simultáneamente se empiezan a fusionar por distintos mecanismos, la pendiente de la gráfica de τ respecto de σ se hará más pronunciada. Aún después de que la prensa ha dejado de aplicar compresión, la tensión dentro de la pastilla no se anula abruptamente sino que decrece en el tiempo de manera gradual y sigue una trayectoria muy similar a la historia de como se fue aplicando la compresión inicialmente, pero en sentido contrario (Salazar, 1999).

En algunos casos es necesario emplear la *pre-compresión* para lograr un comprimido aceptable a partir de una relación de componentes dada (Shangraw, 1996). La precompresión facilita el reacomodo de granos y libera aire atrapado (Lordi y Cuitiño, 1997).

I.III.1 CURVAS FUERZA-DESPLAZAMIENTO Y ESFUERZO-DEFORMACIÓN

Las curvas fuerza-desplazamiento son una alternativa para comparar las propiedades de compactación de materiales incipientes, en particular, pueden ser usadas para estimar el trabajo involucrado en el proceso de compactación (Jones, 1981).

La técnica de fuerza-desplazamiento puede arrojar datos adicionales sobre las propiedades físico-técnicas de materiales. Por ejemplo, si la curva se considera como una hipérbola, puede usarse para determinar tanto el límite elástico del material en cuestión y la energía total durante la compresión.

En todos estos estudios se requiere gran atención en la precisión experimental para la medición tanto de la fuerza como del desplazamiento.

Otra forma de presentar el comportamiento del material durante el proceso de compactación es la gráfica esfuerzo contra deformación. En un ensayo de compresión se somete al material a una fuerza creciente, midiéndose la deformación en el eje en que la fuerza es aplicada. Los resultados se presentan en una gráfica de esfuerzo deformante (fuerza por unidad de área) frente a deformación (disminución relativa de la altura del cilindro). La gráfica con determinada forma arroja información importante.

I.IV CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DE LA COMPACTACIÓN DE UN MATERIAL GRANULAR EN LA OBTENCIÓN DE COMPRIMIDOS

Un volumen apropiado de granos en una cámara es comprimido entre un punzón superior y un punzón inferior para consolidar al material en una única matriz sólida, la cuál es subsecuentemente expulsada de la cámara del dado como una tableta. La *compactibilidad* es la “habilidad” de un material para ser comprimido hasta formar una tableta de cierta resistencia (fortaleza); la *compresibilidad* es la habilidad del material para reducir su volumen bajo presión (Wang, 1995).

Hasta finales de los años 50, la vasta mayoría de tabletas producidas en el mundo era manufacturada mediante un proceso que requería *granulación* previa a la compactación de los constituyentes pulverizados (Shangraw, 1996). El propósito primario de la granulación es producir una mezcla de ingredientes y excipientes, compresible y de fácil flujo.

El término “*compresión directa*” fue usado para identificar la compresión de un único compuesto cristalino (usualmente una sal inorgánica) para formar un comprimido sin la adición de otras sustancias. Pocas sustancias químicas poseen el flujo, cohesión y propiedades lubricantes para hacer posibles a estos comprimidos. Además, la dosis efectiva de la mayoría de drogas es tan pequeña que este tipo de compresión directa no es práctica para la mayoría de las sustancias de droga.

El término “compresión directa” se usa ahora para definir el proceso mediante el cuál las tabletas se obtienen directamente a partir de la compresión de mezclas de polvos del ingrediente activo y excipientes adecuados (incluyendo desintegrantes, adhesivos y lubricantes), y no es necesario el tratamiento previo de granulación (húmeda o seca).

Las etapas que se presentan en el proceso de compactación de un material granular son (Parrott, 1990):

- Reacomodo de partículas
- deformación en los puntos de contacto
- fragmentación y/o deformación
- adhesión (fusión de partículas)
- deformación del cuerpo rígido

- descompresión
- eyección

I.IV.1 REACOMODO DE PARTÍCULAS (REEMPACADO TRANSICIONAL)

La distribución del tamaño de partículas y su forma determinan el empaçado inicial (densidad volumétrica) conforme el granulado es vaciado en la cámara del dado (pastilladora). Al inicio, el punzonado y el movimiento de partículas ocurren a baja presión. Los granos fluyen unos con respecto a otros, con las partículas más finas entrando en los espacios entre las partículas más grandes, y la densidad volumétrica de la granulación se incrementa. Las partículas esféricas experimentan menos reacomodo que las partículas irregulares, ya que las partículas esféricas tienden a adoptar un arreglo compacto desde un inicio. Para lograr un flujo rápido requerido para las prensas de alta velocidad, el material es procesado (granulación) para producir partículas esféricas u ovaladas; de modo que el acomodamiento de partículas y la energía gastada en ello sean consideraciones menores en el proceso total de compresión. También es importante que el aire entre partículas pueda escapar fácilmente, de lo contrario quedará atrapado dentro de la tableta y al cesar la compresión hará que ésta tienda a fracturarse o desmoronarse (Salazar, 1999).

I.IV.2 DEFORMACIÓN EN LOS PUNTOS DE CONTACTO

Cuando las partículas del material están empaçadas tan compactamente que ya no puede ocurrir mayor llenado de los espacios, un incremento adicional de la fuerza compresiva causa deformación en los puntos de contacto. Tanto la deformación plástica como la elástica pueden ocurrir aunque una de las dos predomina para un material dado. La deformación incrementa el área de contacto real y la formación de áreas potenciales de adhesión.

I.IV.3 FRAGMENTACIÓN Y DEFORMACIÓN

A una presión más grande, la fractura ocurre cuando los esfuerzos dentro de las partículas se hacen lo suficientemente grandes para propagar grietas. La fragmentación propicia aumento en la densidad, mediante la infiltración de los fragmentos más pequeños dentro de los huecos. La fragmentación incrementa el número de partículas y forma superficies nuevas y limpias que son potenciales áreas de adhesión.

Con algunos materiales la fragmentación no ocurre porque los esfuerzos son liberados por la deformación plástica. La deformación plástica puede considerarse como un cambio en la forma de la partícula y como el deslizamiento de grupos de partículas en un intento por liberar el esfuerzo (flujo viscoelástico).

I.IV.4 ADHESIÓN (UNIÓN DE PARTÍCULAS)

Como resultado de las rupturas y deformaciones se generan puntos de contacto entre superficies adyacentes que sirven como áreas de unión interparticular (Viseras, 1997). La adhesión de las partículas individuales para formar un cuerpo único es un proceso que todavía no se ha entendido satisfactoriamente. Existen principalmente tres teorías que intentan explicar el mecanismo de unión:

La teoría mecánica. Propone que las orillas irregulares de las partículas se entrelazan, formando una unión mecánica. Los contactos son inherentemente un tipo de "puente" sólido, la separación entre partículas se elimina (Hiestand, 1997).

La teoría molecular. Las moléculas (o iones) en la superficie de un sólido presentan una energía libre superficial (fuerzas intermoleculares), que interactúa con otras partículas cuando hay contacto. El contacto interparticular disminuye la energía libre. Esto es la atracción (Hiestand, 1997). De acuerdo con ésta teoría, bajo presión, en los puntos de contacto entre superficies nuevas y limpias de los granos, las moléculas están lo suficientemente cerca, de modo que las fuerzas de Van der Waals interactúan para consolidar las partículas. Esta unión es similar a la que hace crecer a un cristal.

La cementación (teoría de la capa líquida superficial). Atribuye la unión a las propiedades cementantes de una delgada capa superficial producida por la humedad existente en los granos. También considera la fusión del mismo polvo en la interfaz entre las partículas, como consecuencia del calor generado por la fricción entre ellos, lo que da lugar a una cristalización local que forma uniones sólidas (Salazar, 1999). No ocurre una fusión mayor porque la energía suministrada causa únicamente un pequeño aumento de temperatura, que no es suficiente para fundir a todo el material que está siendo compactado.

Ninguna de estas teorías está comprobada totalmente, y existen discrepancias entre ellas. Funcionan muy bien en ciertos casos, pero parecen no tener mucho sentido en otros, por ejemplo, Parrott (1990), menciona que el entrelazamiento mecánico no es un mecanismo principal en la consolidación de polvos y en la unión en las tabletas farmacéuticas. Otros autores (Wang, et al, 1995), opinan que el entrelazamiento mecánico puede ser el mecanismo predominante en la consolidación de partículas más grandes y que la rugosidad superficial e irregularidad son los mayores factores en el fenómeno. Sin embargo, cuando la fuerza compresiva es lo suficientemente fuerte para romper los granos en fragmentos, las interacciones en el nivel molecular son más importantes ya que los fragmentos están tan próximos que permiten que éstas interacciones ocurran. La escasa compresibilidad de la mayoría de los materiales insolubles en agua, y la relativa facilidad de compresión de materiales solubles en agua sugieren que la solubilidad inducida por la presión es importante en la formación de tabletas. Asimismo, las granulaciones que están absolutamente secas tienen características compresivas muy pobres.

Duberg y Nyström (1982), mencionan que los materiales que experimentan deformación plástica, en contraste con la elástica, mejorarían la formación de uniones y producirían tabletas más fuertes. Sin embargo, también es discutido el efecto de la fragmentación de las partículas en las propiedades del comprimido. El grado de fragmentación es también de importancia en lo que concierne al efecto de los aditivos en la formulación para compresión directa.

I.IV.5 DEFORMACIÓN DEL CUERPO RÍGIDO

A medida que la presión se incrementa, se va consolidando un sólido hasta aproximarse a una densidad límite mediante la deformación plástica y/o elástica de la tableta dentro del dado.

I.IV.6 DESCOMPRESIÓN

El éxito o fracaso para obtener una tableta intacta, depende de los esfuerzos inducidos por la recuperación viscoelástica y los procesos de deformación asociados durante la descompresión y eyección.

Idealmente, si solo ocurrió deformación elástica, al quitar repentinamente la presión axial, los granos retornarían a su forma original, rompiendo las uniones que se pudieron haber formado bajo presión. También la presión en la pared de la cámara se haría cero a medida que el material se recuperara axialmente y se contrajera radialmente.

En la realidad, los materiales farmacéuticos experimentan una deformación plástica suficiente, para producir una presión en las paredes que es necesariamente mayor que la que pudiera ser liberada por una recuperación elástica al retirar el pistón superior. Como el movimiento de la tableta es restringido por una presión residual en la pared y por la fricción con la cámara, el esfuerzo de la recuperación elástica y la contracción radial causa agrietamiento o “abombamiento” de la tableta a menos que el esfuerzo cortante sea liberado mediante deformación plástica.

De este modo, el abombamiento se debe al relajamiento uniaxial en la cavidad del dado al liberar la presión producida por el punzón superior, y una parte puede producirse también en la eyección. Si la descompresión ocurre simultáneamente en todas direcciones, el abombamiento es reducido o eliminado.

La relajación de esfuerzos o la deformación plástica es dependiente del tiempo. Durante la descarga, los contactos que se formaron al final de la compactación pueden experimentar ya sea extensión dúctil o bien fractura frágil, mientras otros son reducidos en área (Hiestand, 1997). Los materiales que tienen una relajación lenta, se agrietan en el dado en la descompresión. Si la relajación de esfuerzos es lenta y el agrietamiento es un problema, una velocidad operacional más lenta proporciona más tiempo para la relajación. Una prensa que proporcione precompresión permite alguna relajación de esfuerzos antes de la compresión final. Debido a que el flujo plástico tiene una naturaleza dependiente del tiempo, el funcionamiento de las prensas debe supeditarse a esto y debe permitir varios ajustes en una prensa dada.

I.IV.7 EYECCIÓN

Cuando la tableta ha sido consolidada y se encuentra dentro de la cámara, ejerce aún una presión residual contra la pared y puede gastarse una considerable energía en vencer la fricción durante la expulsión. A medida que la tableta es removida de la cámara, la presión lateral es liberada y la parte de la pastilla que ha salido del dado sufre recuperación elástica con un incremento (2 a 10 %) en volumen; en cambio, la porción de la tableta dentro del dado está todavía bajo presión. Si la diferencia de deformación entre las porciones exterior e interior induce esfuerzos que exceden la resistencia al corte, la tableta se “hincha” en la región adyacente a la zona en la que la presión acaba de ser suprimida, llegando incluso a fracturarse en casos extremos.

I.V COMPRIMIDOS

I.V.1 USO FARMACÉUTICO

Los preparados medicinales sólidos en forma de tabletas han sido usados desde la antigüedad (Çelik, 1996). Uno de los aspectos más importantes del diseño y desarrollo de tabletas ha sido indudablemente la selección de excipientes adecuados, y una formulación conveniente.

Las tabletas farmacéuticas son sistemas complejos en cuanto a composición y requerimientos de proceso. Como estos productos son para consumo humano, su procesamiento es regulado por organizaciones y normas establecidas. Las normas de administración de drogas incluyen datos que definen la seguridad de un producto, eficacia, estabilidad, así como composición, pasos del proceso, y requerimientos de equipo (Lordi y Cuitiño, 1997).

I.V.2 PROPIEDADES MECÁNICAS

Los comprimidos deben poseer una resistencia mecánica adecuada, de manera que puedan resistir esfuerzos e impactos de magnitud moderada al ser empacados, transportados y almacenados. El comprimido debe cumplir también requerimientos en cuanto a su capacidad de desintegración y de disolución. La disolución se refiere al proceso de liberación de la droga, que continúa aún después de que la tableta se ha desintegrado (Salazar, 1999).

La relación entre presión aplicada y peso, espesor, densidad y la fuerza de eyección son relativamente independientes del material que está siendo comprimido. La dureza, fortaleza tensil, desintegrabilidad y disolución son propiedades que dependen predominantemente de la formulación. Sin embargo, se cree que aunque bien en la mayoría de los comprimidos la cantidad de excipiente es mucho mayor que la droga en sí, el procesado y la formulación son disciplinas integradas, y el efecto de una en un producto no puede estar totalmente separado del de la otra.

I.V.2.1 Densidad y porosidad

La densidad aparente de una tableta es el cociente del peso y el volumen geométrico. La densidad aparente de una tableta está relacionada exponencialmente con la presión aplicada (o fuerza compresiva), como se muestra en la figura I.3, hasta que se aproxima a la densidad límite del material.

Como la porosidad y la densidad aparente son inversamente proporcionales, la curva de porosidad contra presión aplicada tiene pendiente negativa y se muestra en la figura I.4. Puede anticiparse que un cambio en la composición porcentual tendrá un efecto en la porosidad y en la densidad aparente.

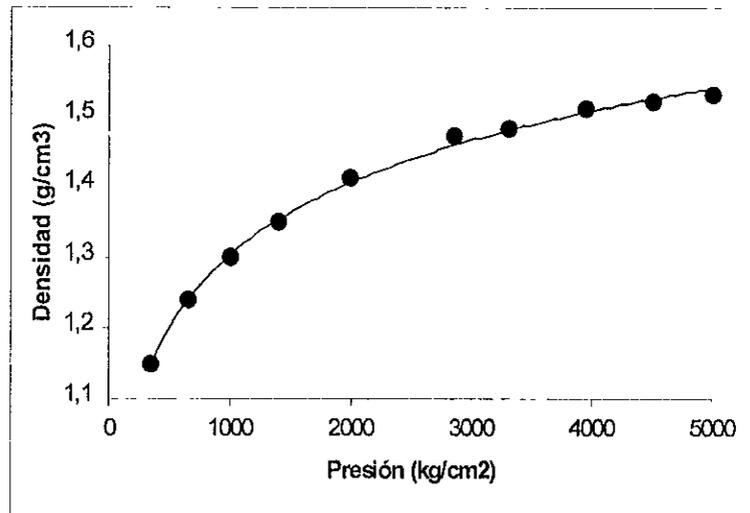


Figura I.3 Efecto de la presión aplicada sobre la densidad aparente en tabletas de sulfatiazol.

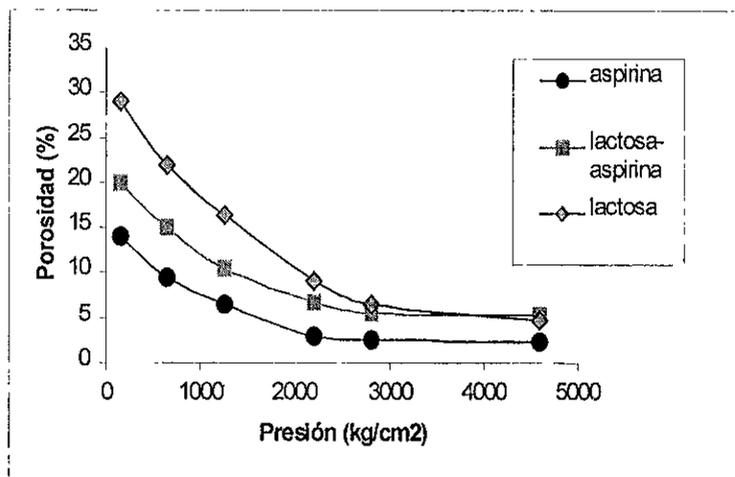


Figura I.4 Efecto de la presión aplicada sobre la porosidad de varias tabletas

I.V.2.2 Recuperación viscoelástica

Aún después de expulsarse el comprimido de la cámara se alcanzará otra fase importante en su caracterización final. En esta etapa se producirá un **relajamiento de los esfuerzos** internos a los que fueron sometidos los gránulos y el comprimido se expandirá paulatinamente recuperando una pequeña parte de su volumen original antes de la compactación (Salazar, 1999). Este efecto puede cuantificarse utilizando un parámetro que se conoce como el porcentaje de recuperación viscoelástica (algunos autores la llaman elástica) y se define como la relación del espesor (o diámetro) de la pastilla después de un determinado tiempo de haberse expulsado del dado al espesor (o diámetro) cuando la carga era máxima. Puede medirse inmediatamente después de la eyección, y también después de varias horas. Puede además medirse el peso del comprimido, y tomando en cuenta las dimensiones calcular la densidad aparente.

I.V.2.3 Dureza y resistencia tensil.

De la compactación de polvos resultan comprimidos anisótropos e inhomogéneos (Nyström et al, 1978). La habilidad de una tableta para soportar el manejo y transporte ha sido evaluado mediante varios tipos de pruebas (abrasión, flexionado, dureza, ruptura diametral); sin embargo, los datos arrojados en estas pruebas rara vez pueden ser correlacionados de manera precisa. Aunque la dureza no es una propiedad fundamental, la ruptura diametral y axial es frecuentemente usada por su simplicidad. Hay una relación lineal entre la dureza de la tableta y el logaritmo de la presión aplicada, excepto a grandes presiones.

Los ensayos de resistencia son un tipo especial de ensayo de compresión, en los que un material se somete a una fuerza compresiva, pero fuera de una cámara cerrada, logrando sobrepasar el límite de elasticidad y fragmentándose (Viseras, 1997).

El esfuerzo en una dirección causará esfuerzos en otras direcciones. Cuando se aplica una fuerza en dirección axial (eje del comprimido cilíndrico), se produce una deformación en esa dirección, pero también en dirección radial. La resistencia de una tableta puede expresarse como una resistencia tensil (esfuerzo de ruptura). Para una tableta isótropa homogénea, los esfuerzos tensiles axial y radial son iguales.

La resistencia tensil radial σ_x está determinada por una prueba de compresión diametral en la que se mide la máxima fuerza F_σ para causar la falla (fractura). Se calcula por:

$$\sigma_x = \frac{2F_\sigma}{Dt\pi} \quad (I.5)$$

En donde **D** es el diámetro y **t** es el espesor de la tableta.

La resistencia tensil axial está determinada por la medición de la fuerza máxima F_σ en compresión axial. Se calcula por:

$$\sigma_z = \frac{4F_\sigma}{D^2\pi} \quad (I.6)$$

I.V.2.4 Friabilidad

La friabilidad es un aspecto importante para evaluar la calidad de una tableta y se relaciona con su resistencia mecánica; básicamente la friabilidad cuantifica la tendencia del comprimido a desmoronarse o a perder peso en forma de polvo en los bordes y superficie al ser manipulado, al golpearse o friccionarse.

En este ensayo, se determina la pérdida de peso por volteo en condiciones controladas. La reproducibilidad de este ensayo es escasa y por lo general requiere de un elevado número de determinaciones. Las especificaciones usualmente se fijan entre 0.5 y 1% de pérdida en peso (Lordi, 1997).

I.VI LUBRICANTES

La fricción interparticular juega un papel crucial en el proceso de partes obtenidas por compactación, y, muy importantes también, son los efectos de la fricción polvo-pared, que causan densidades no uniformes dentro de los comprimidos, que a su vez afectan la calidad y comportamiento de la pieza final (Briscoe, 1998). En el sinterizado, por ejemplo, la pieza final puede presentar desviaciones de la geometría del dado.

En farmacéutica, además de los activos (i.e. las drogas), los ingredientes esenciales en una fórmula incluyen diluyentes, adhesivos, desintegrantes, saborizantes y colorantes (si se requieren) y aditivos de proceso.

Los aditivos de proceso como las sustancias “deslizadoras” (*glidants* en inglés) y lubricantes se agregan a la formulación para asegurar que los estándares de producción se logren durante la etapa de compactación. Los “deslizantes” mejoran el flujo mediante la reducción de la fricción interparticular.

Los lubricantes previenen que la granulación se pegue a las caras de los punzones, reducen la fricción con la pared durante el proceso, y permiten una distribución de fuerzas más homogénea dentro del medio durante la compactación (Lordi y Cuitiño, 1997). La diferencia entre la fuerza del punzón superior y la del punzón inferior es una medida de la fricción con la pared de la cámara. La fricción presente en la compresión, afecta la homogeneidad estructural de un comprimido (Hwang y Parrott, 1993). Algunos lubricantes típicos consisten en combinaciones de estearato de magnesio (0.5 – 1% peso) y sílica coloidal (1 % en peso). Otras sustancias que se usan experimentalmente son el aceite vegetal hidrogenado (Lubritab®, Sterotex®), y polietilen glicol.

En los estudios sobre el efecto de los lubricantes en la resistencia de tabletas se han reportado tanto un decremento en la resistencia a la ruptura, como ningún cambio, o bien un incremento en la resistencia, a medida que la concentración de lubricante es incrementada (Hwang y Parrott, 1993). Parece que el efecto de un lubricante depende del material y del mecanismo de unión de partículas, y que la sensibilidad al lubricante no es únicamente una propiedad material sino que depende, también, del comportamiento en la densificación, del tamaño y forma de partículas y de su textura superficial (Riepma, et al, 1993). Durante el proceso de mezclado de partículas de forma irregular, el lubricante puede formar una capa alrededor de las partículas del excipiente; o bien, puede quedar atrapado en las asperezas y cavidades, y entonces no está totalmente disponible para la formación de una película de lubricante que pudiese influir de alguna manera en las propiedades mecánicas.

Varios autores han sugerido que el comportamiento frágil de los excipientes tiene efectos favorables en la influencia de los lubricantes durante la compactación (Duberg y Nyström, 1982). Sin embargo, esto no está confirmado, i.e., la sensibilidad al lubricante parece no estar relacionada al grado de fragmentación (Riepma, et al, 1993).

I.VI.1 MEZCLAS BINARIAS COMO SISTEMAS HETEROGÉNEOS Y ANISÓTROPAS

Las mezclas granulares binarias son sistemas heterogéneos anisótropos (Wang, et al, 1995). Pueden considerarse como materiales particulados compuestos de dos fases, en las que una cantidad relativamente pequeña de un sólido está dispersa en un segundo material sólido que actúa como la matriz continua. La presencia de la fase dispersa puede alterar las características plásticas o frágiles de la fase continua debido al efecto de los esfuerzos localizados (locales) y las propiedades de la fase dispersa. Las propiedades de compactación de la mezcla, pueden ser dominadas por la fase continua. Sin embargo la integridad de tales sistemas recae en la composición, tamaño de partícula, resistencia, compresibilidad/compactibilidad de ambas fases, la proporción y distribución de una fase en la otra y la compatibilidad de unión entre las dos. El número de parámetros hace impráctica la cuantificación de la contribución individual de cada factor. Para simplificar esta complejidad se asume que los comprimidos son estadísticamente homogéneos, i.e., cualquier pequeña porción extraída del material tiene las mismas propiedades que la muestra entera.

La diferencia en las propiedades de expansión de dos materiales es crítica en las mezclas binarias. Si la fase dispersa experimenta menos expansión, sus partículas quedarán sujetas a tensión isostática, y la matriz estará bajo tensión radial y compresión circunferencial. Contrariamente, si la fase dispersa se expande más que la matriz, las fases dispersas quedarán bajo compresión isostática, y la matriz estará expuesta a compresión radial y tensión circunferencial. Pueden ocurrir fracturas espontáneamente antes de que el sistema alcance el equilibrio si estos esfuerzos son lo suficientemente grandes para romper las uniones interparticulares.

I.VII VELOCIDAD DE COMPACTACIÓN

Los cambios en el tiempo total de compactación tendrán efectos profundos en el comportamiento de muchos sólidos particulados, y esto es particularmente relevante para los materiales de uso incipiente, cuando son *agentes de compresión directa*, o forman la mayor parte del producto. La cantidad de relajamiento de esfuerzo varía con la velocidad de punzonado. Danjo (1996) menciona que la deformación plástica y la fractura plástica de los materiales es relajada más fácilmente.

El ciclo de compactación (ver figura I.5) puede ser dividido en una serie de periodos (Jones, 1981):

- Tiempo de consolidación: tiempo para llegar a la fuerza máxima
- Tiempo de carga máxima: tiempo en la fuerza máxima
- Tiempo de contacto: tiempo para la compresión y descompresión excluyendo la eyección
- Tiempo de eyección: tiempo en que ocurre la expulsión
- Tiempo de residencia: tiempo durante el cuál el comprimido formado está en el dado.

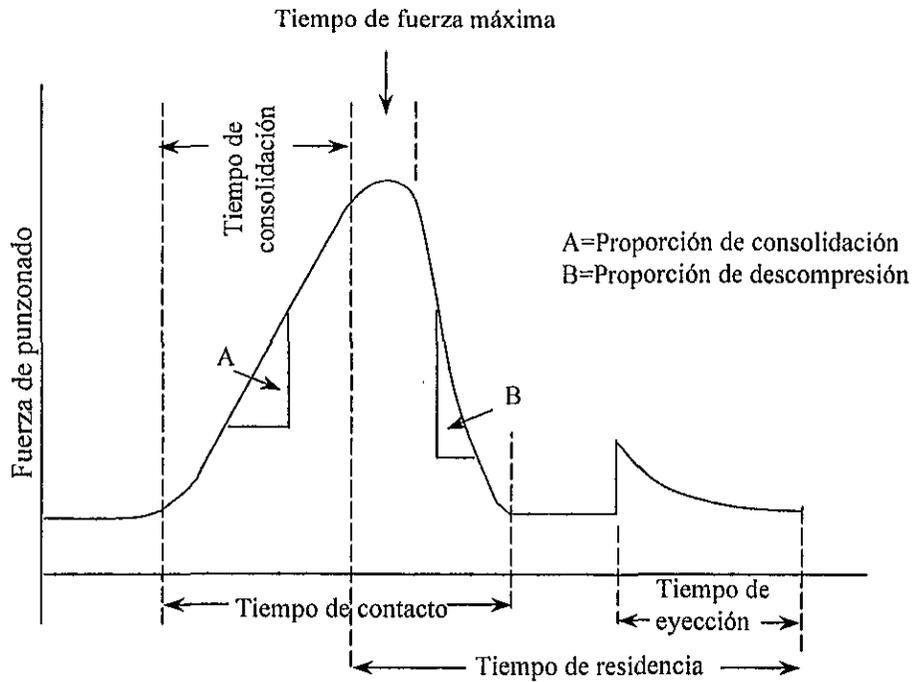


Figura I.5 Eventos durante la compresión

Aunque en la actualidad las simulaciones numéricas de la compactación permiten recopilar extensas bases de datos concernientes al efecto de velocidad, material y características de la formulación en la compresibilidad del material, los efectos reales de la velocidad de la prensa y del lubricante siguen siendo de particular interés en los perfiles de compactación de diferentes materiales (Lordi y Cuitiño, 1997). Los resultados demuestran la importancia de considerar la velocidad de prensado desde que se hace la formulación porque los rangos de producción y/o calidad pueden limitarse por los materiales seleccionados.

I.VIII MODELADO DEL MEDIO A PARTIR DE LA MICROMECAÁNICA ENTRE PARTÍCULAS

El comportamiento mecánico de un ensamble de partículas es afectado por la estructura de su empaquetamiento, y la interacción entre partículas en la microescala controla la respuesta en la macroescala. Los acomodamientos sistemáticos de esferas de igual tamaño, han sido extensamente estudiados, mientras que la estructura y propiedades de arreglos irregulares y aleatorios son aún tema de investigación activa.

Para esas configuraciones de empaquetamientos más complicados, es difícil la elección de un tipo de celda representativa. Además, para una condición general de carga, la derivación de la relación esfuerzo-deformación se vuelve generalmente intratable.

Se han desarrollado modelos para los que la “falla” por deslizamiento es la que predomina. Sin embargo, la influencia del inicio de la fractura de las partículas debido a la carga, muchas veces

no puede ser ignorada. En el caso de materiales como suelos o arenas, tanto los efectos del deslizamiento como los de la fractura tensil se consideran importantes para el entendimiento del comportamiento macroscópico. El problema de contacto sólido de cuerpos deformables es un problema matemático complicado, debido a que el área de contacto es desconocida, al desarrollo local de una zona plástica, así como al deslizamiento relativo de las superficies en contacto (Takeuchi, 1988).

I.VIII.1 ENFOQUE MICROMECAÍNICO A TRES NIVELES

El material puede ser visto a tres niveles, como se muestra en las figuras I.6 y I.7

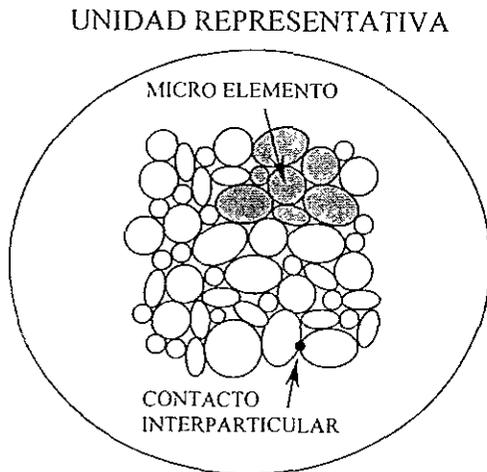


Fig I.6 Representación esquemática de tres niveles del material granular

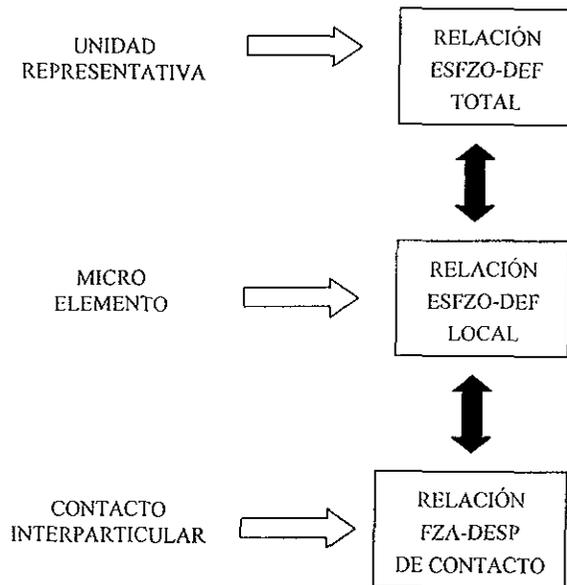


Fig I.7 Enfoque micromecánico para el modelado del material granular

I.VIII.2 MICROMECAÍNICA DEL CONTACTO INTERPARTICULAR

Para materiales como suelo granular, polvo y cerámicos, los granos son relativamente rígidos, y la deformación elástica ocurre mayormente en los contactos. De este modo, el material es visto como un conjunto de partículas rígidas conectadas por resortes elasto-plásticos imaginarios que permiten deslizamiento y separación de las partículas.

De acuerdo con la cinemática de dos esferas rígidas, el desplazamiento relativo $\Delta\delta_i^{ab}$ y la rotación relativa $\Delta\theta_i^{ab}$ entre la partícula a y la partícula b en el punto de contacto c , como se muestra esquemáticamente en la figura I.8, están dados por:

$$\Delta\delta_i^{ab} = \Delta\mathbf{u}_i^b - \Delta\mathbf{u}_i^a + e_{ijk} (\Delta\omega_j^b \mathbf{r}_k^b - \Delta\omega_j^a \mathbf{r}_k^a) \quad (I.7)$$

$$\Delta\theta_i^{ab} = \Delta\omega_i^b - \Delta\omega_i^a \quad (I.8)$$

En donde e_{ijk} es el símbolo de permutación usado en representación tensorial para el producto cruz de vectores.

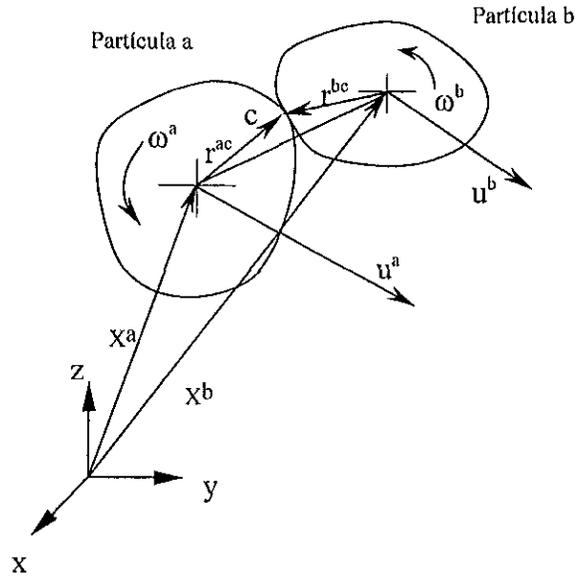


Fig. 1.8 Cinética de dos partículas

La rotación angular relativa, $\Delta\theta^c_j$, representa movimientos rodantes (giratorios) y torsionales de las dos partículas. Por simplicidad, se limita la discusión a partículas rígidas con formas convexas. De este modo, el área de contacto es relativamente pequeña y se desprecian las fuerzas debido a los momentos (pares) en los contactos interparticulares causados por la rotación angular relativa, $\Delta\theta^{nm}_j$. En cambio, el desplazamiento relativo, $\Delta\delta^{nm}_j$, juega un papel importante en la transmisión de la carga.

El desplazamiento relativo representando el ajuste del resorte en el punto de contacto c , $\Delta\delta^c_j$, puede ser relacionado con la fuerza de contacto, Δf^c_i , mediante una expresión general, en una forma incremental

$$\Delta f^c_i = K^c_{ij} \Delta\delta^c_j - \hat{\Delta f}^c_i \quad (I.9)$$

En donde K^c_{ij} es el tensor instantáneo de rigidez ("constantes de los resortes"), y $\hat{\Delta f}^c_i$ es la fuerza de relajación por cuenta del efecto inelástico asociado con el deslizamiento y separación de la partícula (esta fuerza no será considerada por ahora). Si se considera que la rigidez tangencial k^c_t y la rigidez compresiva k^c_n pueden separarse (no están acopladas), el tensor de rigidez K^c_{ij} toma la forma

$$\mathbf{K}^c = k^c_n \mathbf{n}^c \mathbf{n}^c + k^c_t (\mathbf{s}^c \mathbf{s}^c + \mathbf{t}^c \mathbf{t}^c) \quad (I.10)$$

En donde \mathbf{n}^c , \mathbf{s}^c y \mathbf{t}^c , son los vectores unitarios básicos en el sistema coordenado local construido en cada contacto, como se muestra en la figura I.9. El vector \mathbf{n} es normal al plano de contacto, los otros dos vectores ortogonales, \mathbf{s} y \mathbf{t} , están en el plano de contacto, y se eligen arbitrariamente.

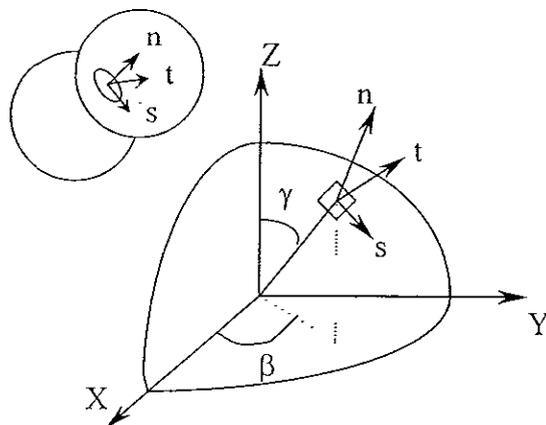


Fig. I.9 Sistema coordenado local en el contacto interparticular

El comportamiento cortante en el contacto interparticular es considerado en este análisis como elasto-perfectamente plástico. El deslizamiento plástico entre partículas está gobernado por la *Ley de fricción de Coulomb*. En la condición de fluencia, la resultante fuerza cortante de contacto está relacionada con el ángulo de fricción superficial entre granos ϕ_μ mediante

$$f_r^c = f_n^c \tan \phi_\mu \quad (\text{I.11})$$

El ángulo ϕ_μ de fricción interparticular es aquel formado por la dirección de la fuerza resultante entre partículas y la normal a la superficie de contacto como se ilustra en la figura I.10.

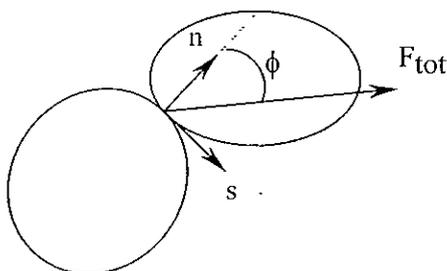


Fig I.10 Ángulo de fricción interparticular

La fuerza tangencial en el contacto origina una deformación causada por deslizamiento sobre una parte de la superficie de contacto. Claramente, cuando la fuerza tangencial excede la resistencia por fricción en el contacto, ocurre el deslizamiento (Chang, 1989).

I.VIII.3 RELACIÓN CONSTITUTIVA PARA UN EMPAQUETAMIENTO ALEATORIO

I.VIII.3.1 Propiedades geométricas de la estructura del empaquetamiento

La investigación sugiere que entre las propiedades geométricas de sistemas granulares, los factores más importantes influenciando el comportamiento mecánico son: la proporción de huecos o porosidad e el número de coordinación n , la distribución direccional de los vectores que unen los centroides de las partículas en contacto, y la distribución direccional de los contactos interparticulares. Para partículas esféricas, las dos distribuciones direccionales son la misma. En el presente análisis, se consideran solo empaquetamientos de partículas esféricas de igual tamaño.

Basándose en tal sistema granular idealizado, la relación entre el esfuerzo incremental $\Delta\sigma_{ij}$ y la deformación incremental $\Delta\varepsilon_{kl}$ puede expresarse en forma general como (Chang, 1990) :

$$\Delta\sigma_{ij} = C_{ijkl} \Delta\varepsilon_{kl} \quad (I.12)$$

I.VIII.3.2 Empaquetamientos con interacción lineal en los contactos interparticulares

Considerando la ecuación (I.10), desarrollando la expresión anterior (I.12), e integrando, se pueden derivar soluciones en forma compacta, de las constantes de rigidez del empaquetamiento, en función de las constantes α_{ij} provenientes del tensor de estructura (*fabric*) del medio y de las constantes K_n y K_s (rigidez normal y tangencial entre partículas) (para revisar el desarrollo completo ver Chang y Misra, 1990). Se considera que todos los contactos en el ensamble tienen las mismas propiedades mecánicas independientemente del estado de esfuerzos. La relación esfuerzo deformación se expresa como:

$$\Delta\sigma_m = C_{mn} \Delta\varepsilon_n \quad (I.13)$$

o bien:

$$\begin{bmatrix} \Delta\sigma_{zz} \\ \Delta\sigma_{yy} \\ \Delta\sigma_{xx} \\ \Delta\sigma_{zy} \\ \Delta\sigma_{zx} \\ \Delta\sigma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & C_{16} \\ & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & C_{26} \\ & & C_{33} & 0 & 0 & C_{36} \\ & & & C_{44} & C_{45} & 0 \\ & sim & & & C_{55} & 0 \\ & & & & & C_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta\varepsilon_{zz} \\ \Delta\varepsilon_{yy} \\ \Delta\varepsilon_{xx} \\ 2\Delta\varepsilon_{zy} \\ 2\Delta\varepsilon_{zx} \\ 2\Delta\varepsilon_{xy} \end{bmatrix} \quad (I.14)$$

En donde C_{mn} son las constantes de rigidez.

Un material transversalmente isotrópico o con simetría material hexagonal, se caracteriza por un eje de simetría. Las propiedades materiales son las mismas en todas las direcciones sobre un plano perpendicular a este eje. Para este caso, se cumplen las siguientes identidades: $C_{11} \neq C_{22} = C_{33}$, $C_{12} = C_{13} \neq C_{23}$, $C_{44} = C_{55} \neq C_{66}$, y $C_{22} = C_{23} + 2C_{66}$, y el material puede ser representado por cinco constantes independientes. Este es el caso de un material sometido a compactación uniaxial (ver figura I.11). Podría ser cuestionable el hecho de que la fricción y confinamiento debidos a la frontera lateral (pared de la cámara), tuvieran algún efecto sobre la isotropía transversal. Esto es válido, pero por ahora en este trabajo, el desarrollo del modelo se continúa considerando que dicha isotropía transversal se cumple.

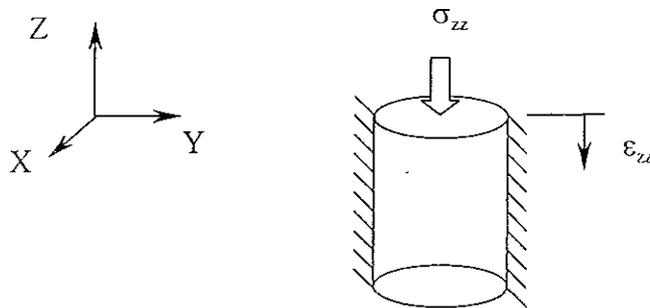


Fig. I.11 Esfuerzo y deformación en un material sometido a compactación uniaxial

En la situación que aquí se estudia las deformaciones en las direcciones x y y son nulas ($\Delta\epsilon_{yy} = \Delta\epsilon_{xx} = 0$), ya que las paredes de la cámara son rígidas. Así, C_{11} es la componente de interés para una relación esfuerzo-deformación en la dirección zz , y está dada por:

$$C_{11} = \frac{2r^2 N}{15V} \left[(3K_n + 2K_s) + \frac{2a_{20}}{7} (6K_n + K_s) \right] \quad (I.15)$$

La relación del número de contactos al volumen del empaquetamiento N/V puede expresarse en términos del número de coordinación n y la proporción de huecos e como sigue:

$$\frac{N}{V} = \frac{3n}{4\pi r^3 (1+e)} \quad (I.16)$$

y r es el radio de las partículas.

Los resultados empíricos muestran que para un material granular dado, existe una relación entre el número de coordinación n y la proporción de huecos. Una expresión útil es (Chang et al, 1989):

$$n = \frac{12}{(1+e)} \quad (I.17)$$

Además, se requiere que la matriz de rigidez sea positiva-definida para satisfacer la condición de energía de deformación para materiales transversalmente isótropos. Para cubrir este requisito, los elementos diagonales de la matriz de rigidez deben ser positivos, restringiendo de este modo el valor (no nulo) del parámetro de estructura α_{20} (ver Chang y Misra, 1990). El rango de valores admisibles del parámetro α_{20} para $0 < \chi < 1$, (donde $\chi = K_s/K_n$ es la proporción de las rigideces de contacto), está dado por:

$$-\frac{7(3+2\chi)}{2(6+\chi)} < \alpha_{20} < \frac{7(3+2\chi)}{(6+\chi)} \quad (I.18)$$

I.VIII.3.3 Empaquetamientos con interacción no lineal en los contactos interparticulares

Si la fuerza cortante no excede la resistencia friccional en un contacto, la ley constitutiva local puede también definirse con base en el contacto friccional de Hertz-Mindlin. Si en lugar de una ley constitutiva local lineal, se considera una ley de contacto de Hertz-Mindlin no lineal, las constantes de rigidez K_n y K_s para contactos friccionales están dadas por:

$$\frac{1}{K_n} = \frac{(1-\nu)}{2GA} \quad (I.19)$$

$$\frac{1}{K_s} = \frac{(2-\nu)}{4GA} \left[1 - \frac{f_s}{f_n \tan(\phi_\mu)} \right]^{1/3} \quad (I.20)$$

En donde:

$$A = \left[\frac{3(1-\nu) f_n r}{8G} \right]^{1/3} \quad (I.21)$$

ν = relación de Poisson de las partículas, G = módulo de corte de las partículas, f_n y f_s son respectivamente la fuerza normal y tangencial en el contacto interparticular, y r es el radio de las partículas.

En este caso las expresiones para C_{mn} (tensor constitutivo general) se vuelven muy complejas y las soluciones en forma compacta pueden obtenerse solamente para empaquetamientos estadísticamente isótropos.

I.VIII.4 CONSIDERACIONES

Con base en las expresiones presentadas en el desarrollo anterior, y tomando en cuenta que algunos valores de las variables (G,e,v,r) pueden ser obtenidos de datos experimentales, es posible estimar algunos parámetros microscópicos del nivel de contacto interparticular como las constantes de rigidez y las fuerzas de contacto. Concretamente, estas últimas se usarían para estimar el esfuerzo máximo normal en el área de contacto y compararlo con el módulo elástico del material. Según McMeeking (1992), el área promedio de un solo contacto está dada aproximadamente por:

$$\alpha = \frac{\pi r^2 (D - D_0)}{3 (1 - D_0)} \quad (I.22)$$

En donde r es el radio de una partícula no deformada, D es la densidad relativa (densidad aparente instantánea dividida entre la densidad real de las partículas) y D_0 es la densidad relativa del empaquetamiento aleatorio antes de compactar (D_0 es aproximadamente igual a 64% en el caso de esferas de igual tamaño). El área de contacto es cero en el empaquetamiento aleatorio antes de compactar, ya que entonces se reduce a un punto, y es 1/12 de la superficie de la partícula esférica no deformada cuando la densidad del medio es aproximadamente igual a la densidad real de las partículas.

II. OBJETIVOS Y PLAN DE TRABAJO

Por primera vez para los materiales en cuestión, se estudia el comportamiento mecánico en función de rangos de composición. Se consideran suficientes porcentajes de lubricación para asegurar que se manifiesten los principales comportamientos y sus tendencias. Lo anterior representa la originalidad de esta investigación cuyos objetivos son establecidos enseguida.

II.I OBJETIVOS

El objetivo global fue el realizar un estudio de la mecánica de la compactación de los materiales seleccionados y de las propiedades mecánicas de sus comprimidos.

Específicamente:

- Efectuar experimentos de compactación con diferentes porcentajes (en peso) de lubricante en la composición del material, manteniendo constante la velocidad de compactación. Incluir experimentos sin lubricante, teniendo así una referencia para la cuantificación de los efectos de éste. Obtener y comparar las curvas esfuerzo–deformación de la compactación, para determinar si la presencia de lubricante induce algún cambio sustancial en la forma general de las curvas.
- Medir y comparar las propiedades mecánicas de los comprimidos de acuerdo al porcentaje del lubricante presente: compactibilidad, recuperación viscoelástica, resistencias axial y radial, y friabilidad. Obtener las curvas esfuerzo-deformación de la ruptura radial y axial de los comprimidos.
- Comparar el módulo experimental del material con el obtenido teóricamente. El modelo teórico se desarrolla a partir de la micromecánica entre partículas.

II.II PLAN DE TRABAJO

II.II.1 DISEÑO EXPERIMENTAL

Enfocado a pruebas de compactación uniaxial. Se tomaron en cuenta los diversos factores que intervienen en el fenómeno, para tener bajo control a los que se considera como los más relevantes por su influencia en el sistema, y que han sido descritos en el capítulo II: propiedades físicas de las arcillas, carga máxima de compactación, velocidad de compactación, y la adición de lubricantes (u otros aditivos). Los tres últimos factores son totalmente regulables, y son precisamente los parámetros de interés en este estudio.

Se tomaron en cuenta también las condiciones que de alguna manera influyen en el proceso como la humedad y temperatura ambientales, intentando así tener una repetibilidad en la experimentación, procurando reproducir en la medida de lo posible las mismas condiciones en cada uno de los experimentos.

II.II.2 EXPERIMENTACIÓN

Se decidió realizar algunos experimentos “preliminares”, verificando la secuencia planeada de los pasos a seguir en cada evento, y para identificar las posibles causas de errores o factores indeseables en los experimentos “definitivos” cuyos datos serían documentados para el análisis.

Una vez que se establecieron los pasos a seguir en un experimento, se hizo un número conveniente de éstos con diferentes porcentajes (en peso) de lubricante, cubriendo un rango en el que puedan notarse variaciones significativas en las características del proceso y en los comprimidos resultantes. A la par de esta primera etapa experimental, se hizo un primer análisis de la información y observaciones recabadas, y con base en éste, se detalló el plan para la segunda etapa experimental con una finalidad de carácter aún más específico.

Mediciones experimentales. Se hizo énfasis en la importancia de efectuar las mediciones de la mejor manera posible, ya que al consistir este trabajo en un reporte experimental, gran parte de su crédito queda determinado por la exactitud y precisión con que se registren las magnitudes de interés en el fenómeno.

II.II.3 MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS

Se propuso hacer un análisis estadístico de la información experimental que arrojaron los parámetros de interés, así como una presentación y comparación gráfica, obteniendo determinadas curvas y tablas para cada material y para cada porcentaje de lubricante.

Se comparan los efectos de las variables de control seleccionadas, para determinar como influyen en el proceso.

II.II.4 INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

Como se mencionó en la introducción, el presente es un estudio experimental en el que se hacen observaciones puramente mecánicas. Se trata de hacer una correlación entre características básicas y derivadas, es decir entre la composición del material, las características de la compactación y las propiedades presentes en los comprimidos.

III. MATERIALES Y MÉTODOS

III.I MATERIALES SELECCIONADOS

Bentonita de Gádor (BG) y Sepiolita de Vicálvaro (SV) (su aspecto puede apreciarse en la figura III.1). Estos materiales son arcillas (silicatos) provenientes de España y son materiales que podrían constituirse como excipientes para comprimidos de uso farmacéutico. En su selección se consideró la diferencia en su morfología, ya que mientras la BG es un silicato laminar, la SV es un silicato fibroso.

De los materiales usados en los trabajos de Víseras (1997) y Salazar (1999), los materiales aquí seleccionados se reportan como los materiales con mejores propiedades durante y posteriormente al proceso de consolidación.

	Cuarzo	Opalo	Feldespato K	Albita	Calcita	Sepiolita	Esmectita Al	Esmectita Mg	Ilita
BG	1			1	1		95		2
SV		2	2			91		3	2

Tabla III.1 Composición mineral de los materiales (datos en porcentaje)

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MnO
BG	53.78	20.09	1.45	4.69	1.79	0.69	0.52	0.41	0.05
SV	56.44	1.28	0.38	23.50	0.21	0.10	0.64	0.06	0.02

Tabla III.2 Análisis químico de elementos mayoritarios (en porcentaje).

La sustancia utilizada como **lubricante** fue el **estearato de magnesio** (ácido estearico o sal de magnesio, de la compañía Sigma-Aldrich) que es un polvo muy fino de color blanco. Su fórmula molecular es C₁₈H₃₆O₂, su peso molecular es de 591.27, y su punto de fusión está entre 200-215 °C. Deben tomarse ciertas precauciones en su manejo, ya que esta sustancia es irritante.

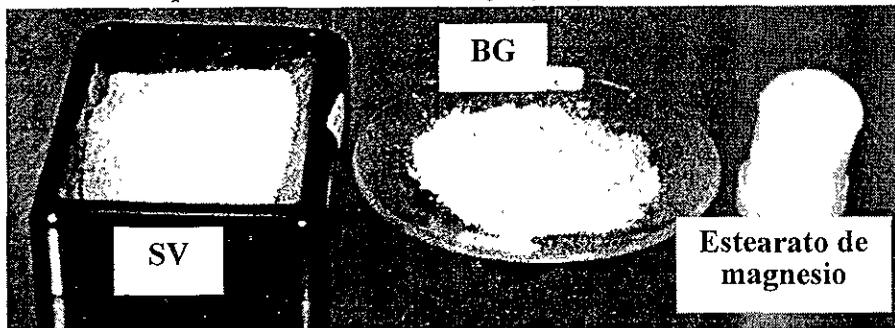


Figura III.1 Materiales seleccionados

III.1.1 PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS ARCILLAS

III.1.1.1 Tamaño de grano

Arcilla	Tamaño de partícula (μm)	Tamaño de agregados (μm)
BG	2-3	6-8
SV	0-2	3-4

Tabla III.3 Tamaño de grano de las arcillas

III.1.1.2 Medición de la capacidad de flujo

Se consideró conveniente incluir una resumida explicación de algunos de los métodos para la medición de la capacidad de flujo de un material granular, con la finalidad de mostrar como se obtuvieron las características de los materiales empleados. A continuación se presentan dos de los métodos.

III.1.1.2.1 flujo a través de un orificio

Durante la elaboración de un comprimido, o el llenado de una cápsula, el polvo debe fluir a través de un orificio, salir de la tolva y fluir de nuevo en el interior de un receptáculo cerrado. Los patrones de flujo son diferentes en cada caso.

En el ensayo para la determinación de flujo de un material, se usan los dispositivos mostrados en la figura III.2.

El dispositivo de la derecha es un embudo sin tubo y en su lugar tiene tres inyectores de diferente diámetro de salida (10, 15 y 25 mm). Se diseñó para polvos con flujo deficiente. Debe fabricarse de acero inoxidable y resistente al ácido (acero al cromo níquel).

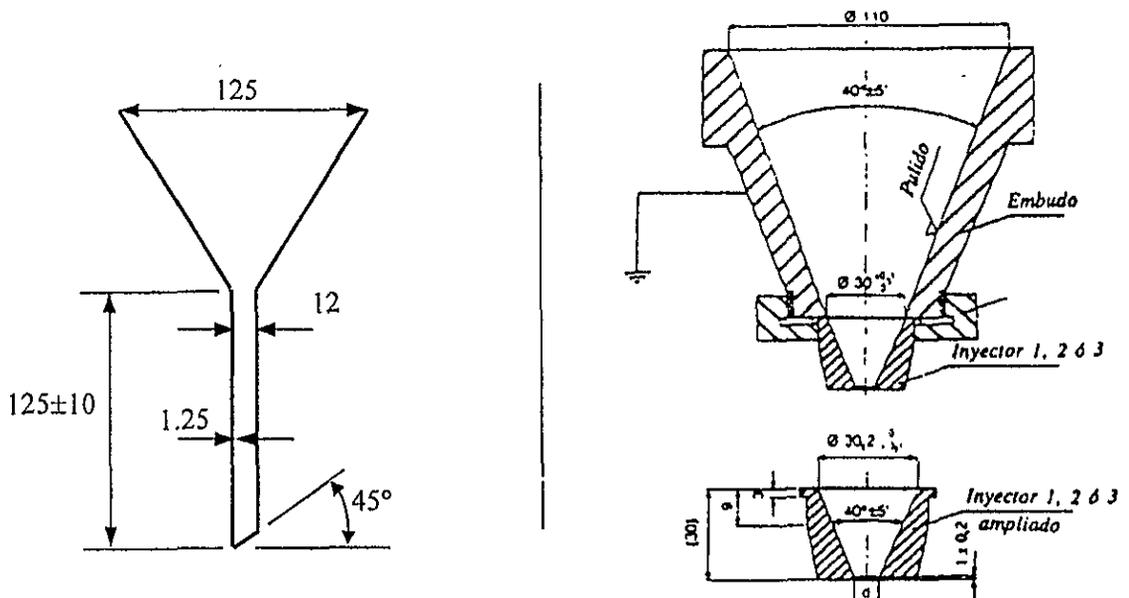


Figura III.2 Embudos para la determinación de la velocidad de deslizamiento. A la derecha el embudo núm. 1 con detalle del inyector y a la izquierda el embudo núm. 2

El segundo método (dispositivo de la izquierda), pensado para materiales con buena fluidez, se hace con un embudo de vidrio de 125 mm de diámetro superior, y que tiene un tubo de 12 mm de diámetro externo con un espesor de 1.25 mm y longitud de 120 mm. El ángulo del cono es de 60°.

En ambos métodos se emplearon 100 g de material, desecado a 40 ° C y mantenido en ambiente de Cl_2Ca hasta su análisis. Se procedía entonces a llenar los embudos, que se colocaban en un soporte protegido de vibraciones, midiendo el tiempo que tardaban en vaciarse totalmente los 100 g depositados en el embudo. Los resultados obtenidos corresponden a la media de tres determinaciones y se expresan en segundos y décimas de segundo por 100 g de muestra.

Arcilla	Velocidad de deslizamiento (s)	ρ_{n-1}	C.V. (%)
BG	7.32	0.12	1.64
SV	6.2	0.15	2.42

Tabla III.4 Velocidad de deslizamiento de las arcillas

III.1.1.2.2 determinación del ángulo de reposo

El "ángulo de reposo" es aquel que forma la superficie libre de una pila cónica de material con el plano horizontal, su determinación es simple, teniendo la ventaja de poder determinarse conjuntamente con el parámetro anterior (flujo a través de un orificio).

La determinación del ángulo de reposo se realizó empleando el embudo número 2 de la figura III.2, situado a 4 cm de una superficie lisa, en la que se coloca un papel milimétrico. Se procedió al llenado del embudo para el cálculo del flujo (100g de muestra), y posteriormente se midió la altura y diámetro del cono que se forma sobre el papel al caer el polvo. El valor del ángulo de reposo (α), será la arcotangente de la relación altura/radio del cono. Se llevaron a cabo tres determinaciones de cada muestra.

Arcillas	α (°)	ρ_{n-1}	C.V. (%)
BG	28.5	0.65	2.28
SV	22.3	0.59	2.65

Tabla III.5 Ángulo de reposo de las arcillas

III.1.1.3 Densidad

III.1.1.3.1 Densidad real por intrusión de líquido en el sólido

La densidad real¹ de una muestra se puede determinar mediante un porosímetro de mercurio, por ejemplo el modelo Quantachrome® Autoscan-60 (Viseras, 1997).

¹ Se considera al valor de densidad obtenido por intrusión de mercurio como la "densidad real", tomando en cuenta lo descrito por acuerdos ya establecidos. Sin embargo, sólo se trata de una medida más precisa de la densidad del material, por lo que no deja de ser una "densidad aparente".

Muestra	Densidad real (g/ml)	Densidad aparente (g/ml)	Porosidad (%)
BG	2.067	1.087	47.42
SV	1.778	0.694	60.93

Tabla III.6 Densidad real de las arcillas

III.I.1.3.2 Densidad volumétrica o de asentamiento

De acuerdo a este ensayo (Viseras, 1997) se introdujeron 50 g de muestra, desecada a 40 ° C y mantenida en ambiente de Cl_2Ca hasta su análisis, en una probeta de 250 ml, colocándose en el soporte de un dispositivo diseñado para este propósito, y midiendo el volumen inicial (V_0). Se iniciaba el golpeteo establecido, deteniendo el dispositivo para tomar el valor de volumen de polvo tras 10, 500 y 1250 golpes (así como 2500 si la diferencia entre V_{1250} y V_{500} era mayor de 2 ml). Con base en estos valores se realizaron los cálculos de la densidad de llenado ($d_{ll} = m/V_0$), densidad por golpeo (m/V_{1250} ó m/V_{2500}) y capacidad de sedimentación ($V_{10} - V_{500}$).

III.I.1.4 Relación entre la densidad volumétrica y la real

La porosidad de las muestras se calculó mediante la siguiente expresión:

$$\%P = (1 - \frac{d_c}{d_r})100 \quad (III.1)$$

donde d_r es la densidad real del material hallada mediante intrusión de mercurio, y d_c es la densidad aparente compactada.

Muestra	BG	SV
Capacidad de sedimentación	8	16
Densidad de llenado (g/ml)	0.833	0.562
Densidad por golpeo (g/ml)	1.087	0.694
Densidad "500" (g/ml)	1.064	0.685
I.H.	1.543	1.219

Tabla III.7 Características de flujo de las arcillas

Los parámetros contenidos en la tabla anterior III.7, proporcionan información tanto de la cantidad de aire entre las partículas del polvo, como de manera indirecta, de la capacidad de flujo. El índice de Hausner (I.H. = d_{500}/d_0), se interpreta según el siguiente criterio:

I.H. > 1.5 = fluidez deficiente

I.H. < 1.5 = fluidez buena

III.II DISPOSITIVOS Y PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

III.II.1 DISEÑO EXPERIMENTAL

El diseño experimental tuvo por objeto observar el comportamiento del material y cuantificar la variación de las magnitudes de interés en el proceso de compactación y en los comprimidos.

Mencionando nuevamente, los factores considerados son: carga máxima, velocidad de compactación, presencia o no de lubricante, además de las propiedades del material como su densidad y fluidez.

Para minimizar los efectos de las variables imponderables² del proceso, se siguió una secuencia aleatoria³ para realizar los experimentos, de manera que la información extraída recayera más confiablemente en las variables de entrada (Montgomery, 1996).

El valor máximo de la carga de compresión fue de cinco mil kilogramos, ya que este valor se encuentra dentro del rango de fuerza para el que los comprimidos de los materiales seleccionados presentan un comportamiento mecánico óptimo. Además este valor de carga, permite hacer una comparación con los experimentos de Viseras, ya que él también utilizó esa carga, pero no realizó experimentos con adición de lubricante. Para todos los experimentos de compactación, la velocidad de deformación fue de 5 mm/min y la adquisición de datos fue de 18.2 datos/seg.

III.II.2 MEZCLADO

El método utilizado para mezclar la arcilla con el lubricante se conoce como *de las diluciones seriadas*, que se explica a continuación. Si se desean obtener, por ejemplo, 100 gramos de producto final con un contenido de 1 por ciento de lubricante, se mezclan partes iguales de lubricante y de arcilla, o sea, se toman 1 gramo de arcilla y un gramo de lubricante y se mezclan, al resultado se le adicionan otros dos gramos de arcilla pura, se mezcla el material para después agregar otros cuatro gramos de arcilla pura, y así sucesivamente hasta juntar los cien gramos de la mezcla.

Las cantidades de material se midieron con una balanza electrónica (Mettler, mod. PM4000, con capacidad para 4100 g y una resolución de 0.01 g).

III.II.3 COMPACTACIÓN

Para la obtención experimental de los comprimidos se fabricaron una cámara de compactación y los pistones con los que se aplicaría la carga (figuras III.3 y III.4).

En la selección del material para el dado de compactación y los pistones (punzones) se tomaron en cuenta las condiciones de uso, ya que debido a las características de los polvos, se puede presentar la corrosión y la oxidación, además del desgaste debido al contacto metal-metal

² En cualquier experimento, la variabilidad que surge a partir de un factor incómodo puede impactar los resultados. Se define un factor incómodo como un factor de diseño que probablemente tiene un efecto en la respuesta, pero ese efecto no es de interés. Algunas veces el factor incómodo es desconocido e incontrolable.

³ La "aleatorización" es la piedra angular fundamental subyacente al uso de métodos estadísticos en el diseño experimental. Por aleatorización se entiende que tanto la distribución del material experimental como el orden en el que las pruebas del experimento serán efectuadas, son determinados al azar. Los métodos estadísticos requieren que las observaciones (o errores) sean variables aleatorias distribuidas independientemente.

(desgaste adhesivo) y al desgaste por abrasión. Además, se consideró el tratamiento térmico que sufriría la pieza, en este caso el templado, para aumentar la dureza superficial.

El material seleccionado fue un acero grado maquinaria, (TX10R (Carpenter), ó 9840 R en clasificación AISI-SAE), cuyos elementos de aleación (C, Si, Mn, Cr, Ni, Mo) le otorgan propiedades antioxidantes, resistencia a la corrosión, además de la dureza conveniente.

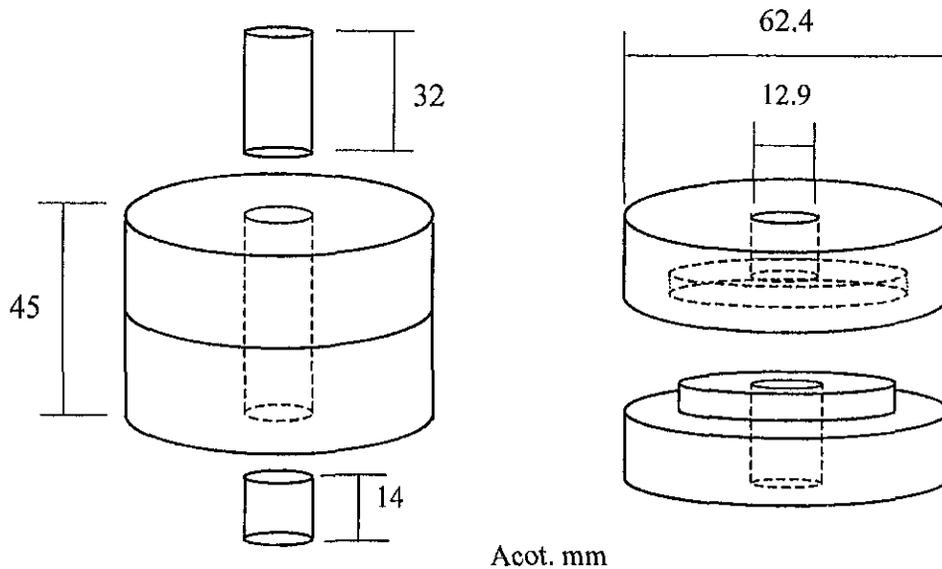


Figura III.3 Esquema del dado (cámara de compactación) y pistones

Se efectuaron pruebas de compactación uniaxial, en una máquina de pruebas universal Instron® modelo 1125 (ilustrada en la figura III.5). Esta máquina es capaz de someter a tensión o compresión las probetas de los materiales en estudio y puede proporcionar la “historia” de cada ensayo de compactación. Está conectada a una computadora que cuenta con un programa (Testing Module 1.07) para seleccionar y registrar la variación y valores máximos de la carga, el régimen de deformación, los intervalos de adquisición de datos, etc.

Los materiales (arcilla y lubricante) se desecaban a 40 °C durante 24 horas y se mantenían en el desecador (Ríos Rocha, S.A., mod. EC-41, serie ECML, con un rango de temperatura de 0 a 60° C). Posteriormente se mezclaban para obtener un material con determinado porcentaje de lubricante, se pesaba (1 gramo para cada comprimido) e inmediatamente se llenaba la cámara de manera manual (con ayuda de un cono de acero, a manera de embudo), procurando que la altura desde la que caía el polvo fuese siempre la misma. Una vez llena la cámara se aplicaba una compresión previa de manera manual con la finalidad de expulsar aire y que el medio no estuviese demasiado poroso, para que durante la siguiente etapa de compactación no se adhiriese demasiado a las paredes.

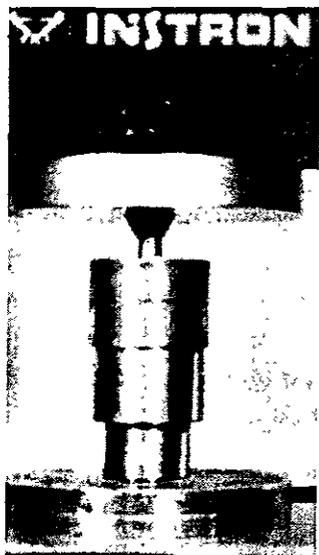


Figura III.4 Pastilladora

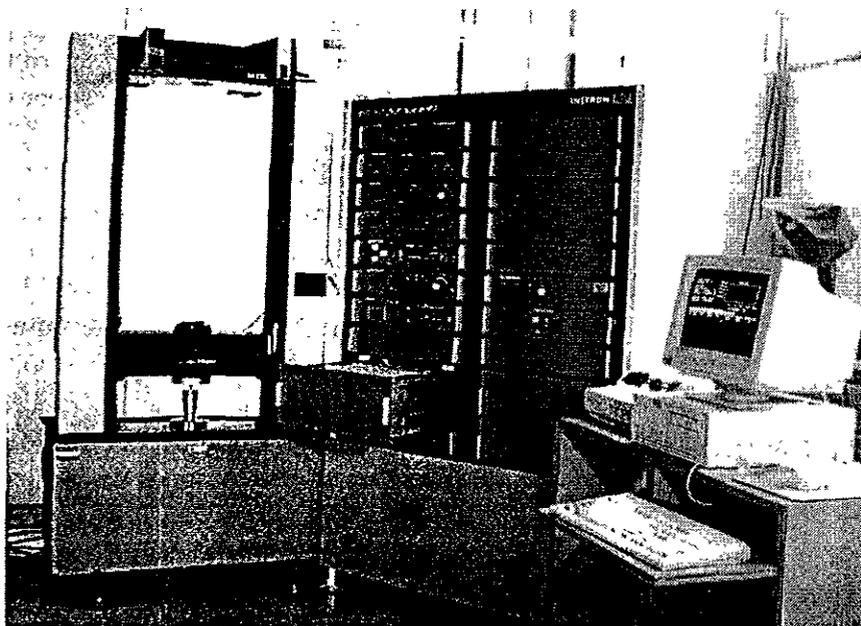


Figura III.5 Maquina universal de pruebas con sistema computarizado de adquisición de datos

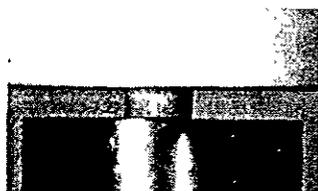


Figura III.6 Prueba axial

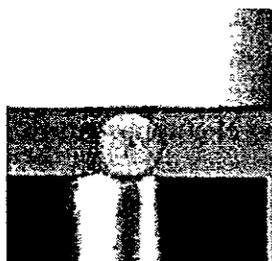


Figura III.7 Prueba radial

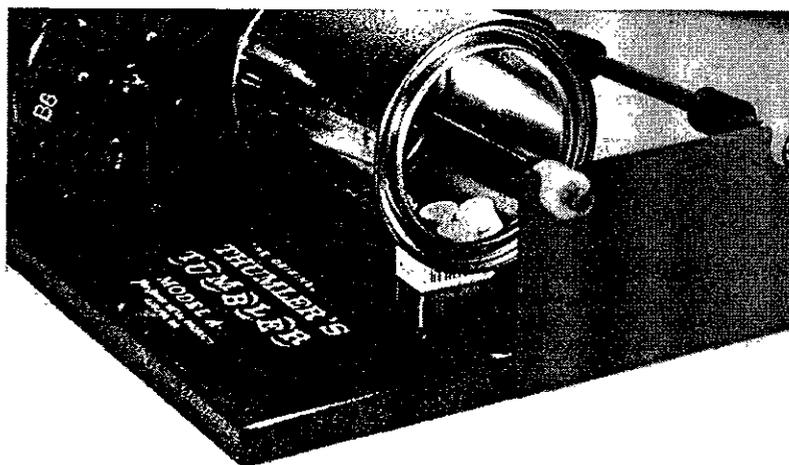


Figura III.8 Maquina para pruebas de friabilidad

La magnitud de la “precarga” era de entre 6 y 8 kilogramos aproximadamente y se puede considerar despreciable con respecto a la posterior carga de compactación. Se ajustaba el pistón superior, se medía la altura de llenado del material (h_0), y se colocaba la cámara de compresión entre los cabezales de la máquina Instron®. El cabezal superior de esta máquina se bajaba manualmente hasta hacerlo coincidir con el pistón superior, ajustándose a cero el desplazamiento antes de comenzar el ensayo.

Se iniciaba entonces la aplicación automática de la carga mediante el desplazamiento del cabezal superior. El pistón inferior, siendo el apoyo firme para el material granular, permanece inmóvil durante la prueba. Como se mencionó, el programa de adquisición de datos registra la variación de la carga y del desplazamiento a lo largo de la compactación. El muestreo de datos se fijó en 18.2 datos/seg. La velocidad de compactación se fijó en 5 mm/min. El final de la compactación se alcanzaba cuando la carga aplicada por la máquina llegaba al valor predeterminado (5000 kg), momento en que la computadora enviaba la señal de paro. El desplazamiento total del pistón superior se relaciona con la altura mínima del volumen dentro de la cámara, y por tanto, con la densidad del polvo en la cámara inmediatamente después de compactar.

A continuación, se procedía a la expulsión del comprimido, a una velocidad de 5 mm/min (para la segunda etapa de experimentos, se registraron los archivos con los valores fuerza-desplazamiento de las expulsiones). La adquisición de datos continuó en 18.2 datos /seg.

La compactación en la cámara se calculó según la siguiente expresión:

$$\%C = \frac{d_c - d_0}{d_c} 100 \quad (\text{III.2})$$

Donde d_c es la densidad aparente en la cámara justo después de comprimir, y d_0 es la densidad aparente de llenado de la cámara.

III.II.4 MEDICIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS COMPRIMIDOS

Se consideraron algunas de las propiedades finales de los comprimidos como las variables respuesta que reflejan las variaciones en la composición del material y en el proceso de compactación, es decir, que manifiestan la influencia de los cambios en las variables de entrada. Estas propiedades son: densidad aparente, fortaleza axial y radial (y sus módulos elásticos), recuperación viscoelástica (relajación de esfuerzo) y su friabilidad (velocidad de desgaste).

Con la medición de éstas propiedades se pueden identificar las tendencias en el comportamiento mecánico.

III.II.4.1 Peso, dimensiones y grado de recuperación

Tras la expulsión del comprimido se procedía a medir su diámetro y altura (mediante un vernier digital electrónico marca Mitutoyo, código no. 500-351, y un rango de 0.01-150 mm), así como su peso, con la finalidad de calcular su densidad aparente al momento de salir de la cámara (d_c).

Los comprimidos se guardaban en un recinto protegido de la humedad y cambios de temperatura, y se medían sus dimensiones (altura y diámetro) pasadas 24 horas, obteniendo así su densidad a las 24 horas después de la expulsión (d_{24}).

Con estos valores se calculó el grado de recuperación (indicador de la memoria viscoelástica del material) del comprimido recién expulsado y a las 24 horas de su expulsión de acuerdo a las siguientes ecuaciones:

$$\%R_0 = \frac{d_c - d_e}{d_c} 100 \quad (\text{III.3})$$

$$\%R_{24} = \frac{d_c - d_{24}}{d_c} 100 \quad (\text{III.4})$$

III.II.4.2 Resistencias axial y radial

Después de 24 horas de la obtención de los comprimidos se determinó su resistencia mecánica tanto en sentido axial (los comprimidos tienen forma cilíndrica), como en sentido radial (o diametral). Esto se lograba sometiendo a la tableta bajo una carga (sin ninguna cámara de compactación, sólo sometida a la acción de los cabezales planos de la máquina, como se muestra en las figuras III.6 y III.7) hasta que fallaba por ruptura. La velocidad de desplazamiento del cabezal de la máquina fue de 5 mm/min. Los ensayos se efectuaron con un promedio de 4 muestras para cada tipo de resistencia. El cálculo de las resistencias se logra con las siguientes expresiones:

$$\sigma_r = \frac{2F_\sigma}{Dt\pi} \quad (\text{III.5})$$

$$\sigma_z = \frac{4F_\sigma}{D^2\pi} \quad (\text{III.6})$$

En donde σ_r es el esfuerzo radial y σ_z es el esfuerzo axial, t es el espesor de la tableta.

III.II.4.3 Friabilidad (desgaste de comprimidos)

Para estas pruebas, se utilizó una máquina (Thumler's Tumbler, mod. A, No. 110) que consiste de un motor (Fasco Industries, tipo U63) de velocidad constante de 1550 rpm, acoplado a un eje mediante una banda y patea con una reducción de 8.3:1 (ver la figura III.8). En el eje giratorio de prueba de la máquina, cuya velocidad es de 187 rpm aproximadamente, se colocaba un bote metálico conteniendo tres comprimidos del mismo material y se hacía funcionar durante determinados lapsos (40, 80 y 120 minutos), lo que se traduce en cierto número de revoluciones. Para determinar la pérdida de masa de los comprimidos al final de cada intervalo, se sacaban, se les limpiaba el polvo adherido y se pesaban.

III.III MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS EXPERIMENTALES

La información se manejó estadísticamente para cada serie de experimentos. Una serie consiste en un número determinado de pruebas de compactación con el mismo tipo de material (excipiente y porcentaje de lubricante), y las pruebas para la medición de las propiedades de los comprimidos resultantes. En cada serie, se hicieron 8 comprimidos destinados a pruebas de resistencia tensil (4 axiales y 4 radiales) y 3 comprimidos destinados a la prueba de friabilidad.

Se usó el paquete de cómputo Excel (office), para presentar la información estadística mediante tablas y para los gráficos más sencillos (aquellos con un número de datos pequeño).

Para la obtención de las gráficas de los experimentos, se usó el paquete de cómputo PV-WAVE (visualización precisa y análisis de datos en estación de trabajo, creado por Visual Numerics), mediante una estación de trabajo Silicon Graphics.

III.IV COMPARACIÓN DEL MÓDULO TEÓRICO CON EL EXPERIMENTAL

III.IV.1 MÓDULO TEÓRICO

Al analizar la ecuación (I.15) para el módulo C_{11} , se nota que se puede considerar, como primera simplificación, que K_s está en función de K_n mediante la relación constante $\chi = K_s/K_n$ ($0 < \chi < 1$), para satisfacer además la ecuación (I.18) para la constante α_{20} .

A continuación, para estimar y sugerir los valores del parámetro K_n , se utilizan las ecuaciones (I.19) y (I.21) (expresiones de Hertz-Mindlin), comparando esos resultados, a manera de verificación, con los utilizados en algunas de las investigaciones citadas. Analizando ahora estas ecuaciones (I.19 y I.21), se nota que finalmente pueden quedar en función únicamente de la fuerza normal entre partículas f_n , ya que los valores para las otras variables (G, v, r) pueden sugerirse de las referencias consultadas (más adelante se presentan los valores empleados). De este modo, pueden generarse para f_n , series de sus valores consecutivos a partir de 0 (inicio de la compactación) hasta llegar a un valor máximo correspondiente a cierta deformación macroscópica del material (en que el modelo funcione, ya que considera deformaciones pequeñas). El valor máximo de f_n será el que represente a cada serie de sus valores.

Por otra parte, volviendo a la expresión (I.15) para C_{11} , es posible simplificar el coeficiente que contiene a la relación N/V , mediante las expresiones (I.16) y (I.17), y ponerlo solo en función de la porosidad e .

La porosidad instantánea puede expresarse como función de la deformación real y de la densidad aparente en cada momento en un experimento de compactación, utilizando además el valor de densidad real. Considerando que la masa de material en un experimento es de 1 gramo, se obtuvo la siguiente expresión:

$$e = 1 - \frac{1_{\text{gramo}}}{\rho_{\text{real}} [V_0 - (def * V_0)]} \quad (\text{III.7})$$

En donde V_0 es el volumen inicial del material y def es la deformación instantánea.

Así, el módulo C_{11} queda finalmente en función de la fuerza normal entre partículas (f_n), y la deformación experimental (def) (esta última representa de alguna manera a la porosidad). Al graficar este módulo teórico, resultará una curva para cada serie de valores de f_n .

III.IV.1.1 Datos empleados para el cálculo

Para ambos materiales se usan los siguientes valores:

$$\chi = 0.6 \text{ y } \alpha_{20} = -(7/4).$$

Por otra parte Chang (1989), presenta en sus experimentos los siguientes datos:

$$G = 3.6 * 10^6 \text{ kN/m}^2 \text{ (módulo de corte de las partículas arena Monterey \# 0)}$$

$$\nu = 0.13 \text{ (coeficiente de Poisson de las partículas)}$$

BENTONITA DE GÁDOR

Sawicki (1998) presenta para la bentonita los siguientes valores macroscópicos promedio del módulo elástico y del coeficiente de Poisson:

$$E = 1.29 * 10^8 \text{ N/m}^2, \text{ y}$$

$$\nu = 0.26$$

Para r , se usa el valor de $8 \mu\text{m}$, que corresponde al valor aproximado de los agregados de bentonita según Viseras (1997), así como $\rho_{\text{real}} = 2.067 \text{ g/ml}$.

En el cálculo de e (expresión III.7), se emplean los datos del experimento 3 de BG sin lubricante de la primera etapa. Para este experimento se obtuvo $V_0 = 0.7254 \text{ ml}$.

Después de introducir los valores en las ecuaciones correspondientes, se obtuvieron para BG las siguientes expresiones:

$$e = 1 - \left[\frac{0.4838}{0.7254 - 0.7254 def} \right] \quad (\text{III.8})$$

$$\frac{2r^2 N}{15V} = COEF = \frac{47746.48}{(1+e)^2} \quad (\text{III.9})$$

$$K_n = 74342.07 \left(f_n^{1/3} \right) \quad (\text{III.10})$$

$$C_{11} = COEF(0.9) * K_n \quad (\text{III.11})$$

SEPIOLITA DE VICÁLVARO

$r = 4 \mu\text{m}$, así como $\rho_{\text{real}} = 1.778 \text{ g/ml}$, Viseras (1997).

Se emplean los datos del experimento 2 de SV sin lubricante de la primera etapa con un volumen inicial $V_0 = 1.444 \text{ ml}$.

Con estos datos, las expresiones para SV son:

$$e = 1 - \left[\frac{0.5624}{1.444 - 1.444 \text{ def}} \right] \quad (\text{III.12})$$

$$\frac{2r^2 N}{15V} = \text{COEF} = \frac{95492.96}{(1+e)^2} \quad (\text{III.13})$$

$$K_n = 59006.9 \left(f_n^{1/3} \right) \quad (\text{III.14})$$

$$C_{11} = \text{COEF}(0.9) * K_n \quad (\text{III.15})$$

Esta última expresión (III.15) es igual a (III.11) y se presenta nuevamente aquí para una mayor claridad.

III.IV.2 MÓDULO EXPERIMENTAL

El módulo experimental se obtiene mediante el paquete PV-WAVE, y es la primera derivada de la curva esfuerzo-deformación de una compactación. Con base en esta última curva, el módulo se obtiene básicamente mediante dos rutinas: BSLSQ, que realiza, por segmentos (ajuste por *splines*), una aproximación por mínimos cuadrados. La segunda rutina es SPVALUE, que calcula valores del ajuste (*spline*) o de alguna de sus derivadas.

Como ya se dijo, se emplearon los datos (archivos) experimentales de una compactación de cada material sin lubricante, para la graficación del módulo real (experimental).

III.IV.3 COMPARACIÓN

Al graficar juntas la curva del módulo teórico y la curva experimental en el paquete PV-WAVE, se elige aquella serie de valores de f_n para la que la curva teórica se haya aproximado mejor a la curva experimental. Con este valor de fuerza normal entre partículas, se calcula el máximo esfuerzo de contacto, considerando que cuando la porosidad alcanza el valor cero (cuando el material llega aproximadamente a la densidad real de las partículas), el área del contacto es 1/12 de la superficie de la partícula no deformada. Este esfuerzo de contacto se compara con el módulo elástico macroscópico.

IV. RESULTADOS

Se cubrieron dos etapas de experimentación. La primera se enfocó principalmente a encontrar los rangos de porcentaje de lubricante significativos (es decir, aquellos en que se manifestaran cambios notables en el comportamiento mecánico del material), así como a obtener los datos del proceso de compactación y consolidación de los materiales, y a la elaboración de las pruebas de resistencia axial y radial de comprimidos.

En la segunda etapa, se diseñaron experimentos más específicos, con el respaldo de las observaciones de la primera etapa (detalles experimentales, composición de los materiales, tipos de pruebas, etc.). Se produjeron los comprimidos para los experimentos de desgaste (friabilidad) y se realizaron pruebas que subsanaban a las de la primera etapa que no resultaron muy confiables. Se tomaron también datos fuerza-desplazamiento de la expulsión de los comprimidos.

En las tablas IV.1 y IV.2 se presentan los tipos y el total de experimentos definitivos efectuados (compactación, resistencia axial y radial y friabilidad). En la figura IV.1 se ilustra el aspecto de los comprimidos.

IV.1 ETAPA 1 DE EXPERIMENTACIÓN

En la etapa 1, se obtenían 8 comprimidos (útiles) con cada tipo de material (arcilla con determinado porcentaje de lubricante), se usaron 4 para la prueba de resistencia radial y 4 para la de resistencia axial. La velocidad de ruptura fue de 5 mm/min. En la figura IV.2 se presentan dos comprimidos después de romperse radialmente; cuando se rompían axialmente se desintegraban por completo.

Para la Sepiolita de Vicálvaro, en esta etapa, se probaron 8 composiciones distintas, a saber: 0, 0.5, 1, 1.2, 1.5, 2, y 4%. Se notó que con porcentajes de lubricante mayores a 1.2 %, los comprimidos ya no se consolidaban completamente, es decir el material era expulsado con la forma de pastilla, pero con grietas visibles y resquebrajado (ver figura IV.3). Con la composición al 1.2 % de lubricante, solo algunas (5 de 8) de las pastillas de esta serie lograron consolidarse completamente.

Se notó también la diferencia en la facilidad para expulsar los comprimidos de la cámara de compactación (pastilladora), ya que cuanto mayor era el porcentaje de lubricante, más fácil era la expulsión, pudiendo incluso expulsarse "manualmente" cuando la composición era al 2 y 4% (con 1.5% esto último todavía no era posible).

En cuanto a la Bentonita de Gádor, el porcentaje de lubricante varió entre 0 y 16 %, pudiendo el material siempre consolidar completamente. No se aumentó más el porcentaje porque se planteó la situación de decidir hasta que proporción puede considerarse a la sustancia lubricante como tal, y no pase de una cantidad pequeña o mínima a una proporción muy grande con respecto al material principal (excipiente), dejando de considerarse lubricante y convirtiéndose en excipiente también. Se decidió entonces que el rango de porcentajes era amplio y más que suficiente.

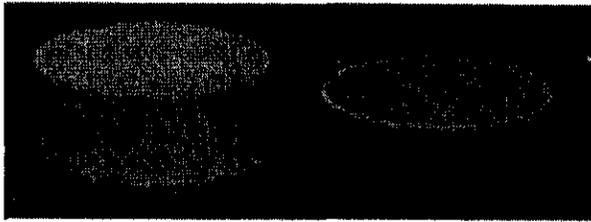


Figura IV.1 Aspecto de los comprimidos



Figura IV.3 Comprimidos no consolidados completamente

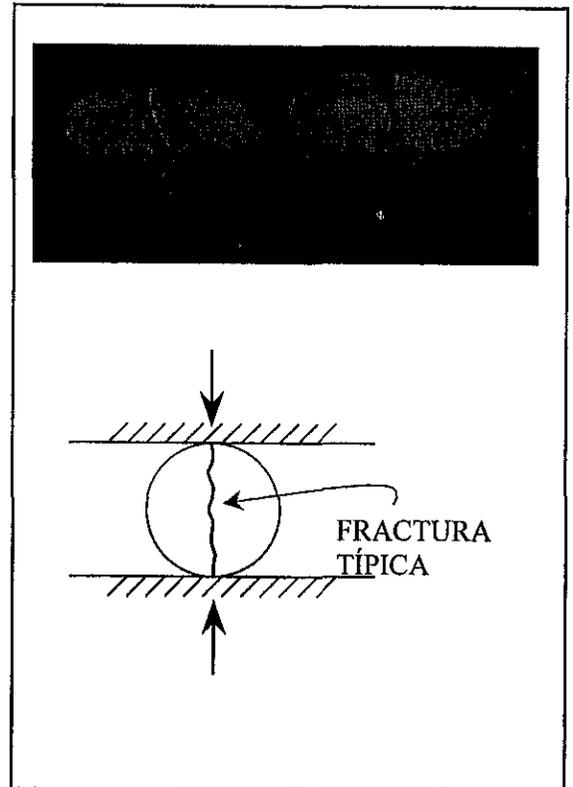


Figura IV.2 Comprimidos después de la prueba de resistencia radial



Figura IV.4 Comprimido con una grieta muy delgada en la mitad de su cara curva



Figura IV.5 Comprimidos después de la prueba de friabilidad

TOTAL DE PRUEBAS DE COMPACTACIÓN Y RESISTENCIAS AXIAL Y RADIAL				
Material	% de lubricante	No. de compresiones (útiles)	No. pruebas resist. Axial	No. pruebas resist. Radial
Bentonita de Gádor (BG)	0	8	4	4
	1	8	4	4
	2	8	4	4
	4	8	4	4
	8	8	4	4
	16	8	4	4
Subtotal	6	48	24	24
Sepiolita de Vicálvaro (SV)	0	8	4	4
	0.5	8	4	4
	1	8	4	4
	1.1	6	3	3
	1.2	9	5	4
	1.3	5	3	2
	1.5	8	0	0
	2	8	0	0
	4	8	0	0
Subtotal	9	68	23	21
TOTAL	15	116	47	45

Tabla IV.1 Tipo y número de experimentos de compactación y de resistencia axial y radial realizados

TOTAL DE PRUEBAS DE FRIABILIDAD		
Material	Porcentajes De lubricante	Numero de comprimidos probados
Bentonita De Gádor	0	3
	2	3
	4	3
	8	3
	16	3
Subtotal	5	15
Sepiolita De Vicálvaro	0	6
	0.4	3
	0.8	3
	1.3	6
Subtotal	4	18
TOTAL	9	33

Tabla IV.2 Tipo y número de pruebas de friabilidad realizadas

Como se mencionó, con los diferentes porcentajes empleados para BG, siempre se obtuvieron comprimidos completos. Lo que era notable, era el cambio en el aspecto de los comprimidos de este material, ya que a partir de 8% eran ya considerablemente más claros (blanquecinos) y más suaves al tacto; y con 16% esto se acentuaba bastante, porque los comprimidos presentaban ciertas "líneas" sumamente delgadas similares a grietas, además de que al limpiarlos con un pequeño escobillón (como a todos los comprimidos antes de medir sus dimensiones), se desprendía mucho "polvo".

Al igual que con SV, un mayor porcentaje de estearato de magnesio facilitaba la expulsión de los comprimidos de BG, y viceversa.

IV.II ETAPA 2 DE EXPERIMENTACIÓN

Como en la etapa 1, para la Sepiolita de Vicálvaro se encontró que el valor de 1.2% de lubricante marcaba una transición (problemas del material para consolidar), se decidió probar las composiciones de 1.1, 1.2 y 1.3 %. Sucedió, que en cada porcentaje, algunas muestras consolidaban y se obtenían comprimidos de regular apariencia, pero que efectivamente, el material seguía presentando problemas en esta consolidación. De hecho, ahora, al observar más detenidamente el aspecto de los comprimidos, aún en los que consolidaban casi bien del todo, se encontraban defectos en mayor o menor grado (grietas en la cara curva y resquebrajamientos de las caras planas). En la figura IV.4 se muestra un comprimido con una grieta muy delgada (aunque no sumamente delgada como otras que apenas eran perceptibles a simple vista).

Para la medición de las propiedades mecánicas de los comprimidos, se eligieron sólo aquellos que se consideraron lo suficientemente consolidados. Se obtuvieron los comprimidos para las pruebas de friabilidad (desgaste de comprimidos, ver figura IV.5) eligiéndose, para SV las composiciones al 0, 0.4, 0.8 y 1.3% de lubricante, ya que no tiene sentido probar porcentajes mayores; mientras que para BG los porcentajes fueron de 0, 2, 4, 8 y 16 %. Los primeros experimentos (no definitivos), se efectuaron introduciendo al bote metálico únicamente a los comprimidos, pero se desgastaban muy poco. Se optó entonces por el empleo de balines de acero (Aldrich®, no. de catálogo Z17186-7) con un diámetro de $\frac{1}{4}$ de pulgada junto con los comprimidos, con el propósito de acelerar el desgaste. Todas las demás pruebas de friabilidad se realizaron con balines. En cada prueba se introducían al bote 3 comprimidos con la misma composición más ocho balines metálicos. Inicialmente, cada comprimido se marcaba (con pequeños puntos de tinta) y su peso era registrado, se ponía a funcionar la máquina para pruebas de desgaste durante 40 minutos, al final de los cuales se sacaban los comprimidos para conocer el peso perdido en ese lapso. Esta secuencia se repetía dos veces más, teniendo así tres registros del peso perdido en intervalos iguales durante 120 minutos de desgaste.

En esta etapa, se tomaron también datos de la eyección de los comprimidos, con la finalidad de presentarlos gráficamente.

IV.III CORRECCIONES DEBIDO A LA DEFORMACIÓN DEL PISTÓN SUPERIOR

Los cálculos del desplazamiento real del material, de la altura del comprimido en la carga máxima y de su porcentaje de compactación fueron corregidos tomando en cuenta la

deformación sufrida por el pistón superior (el que transmitía la carga) en las pruebas de compactación. Se encontró que cuando la carga era máxima (5000 kg) el pistón se comprimía alrededor de 1.9 mm ($def \approx 6\%$). Este factor modifica los resultados de manera muy importante y cabe mencionar que no había sido tomado en cuenta (o al menos no se menciona) en los trabajos previos de Salazar y Viseras. La deformación del pistón inferior es de menor magnitud (esto se comprobó por la posición del comprimido consolidado antes de ser expulsado de la cámara) y se consideró despreciable, ya que soporta una carga mucho menor. debido a que la fricción ocasionada por el material granular al ejercer presión sobre la pared de la cámara, contrarresta la carga ejercida por el pistón superior, sobre todo cuando la carga es relativamente grande y el material comienza a consolidar. En las pruebas de ruptura radial y axial no se consideró corrección, ya que las cargas máximas eran, a lo mucho, aproximadamente de 500 kg.

Se muestra a continuación (fig IV.6) la curva fuerza-desplazamiento para uno de los pistones utilizados hasta la carga máxima de 5000 kg.

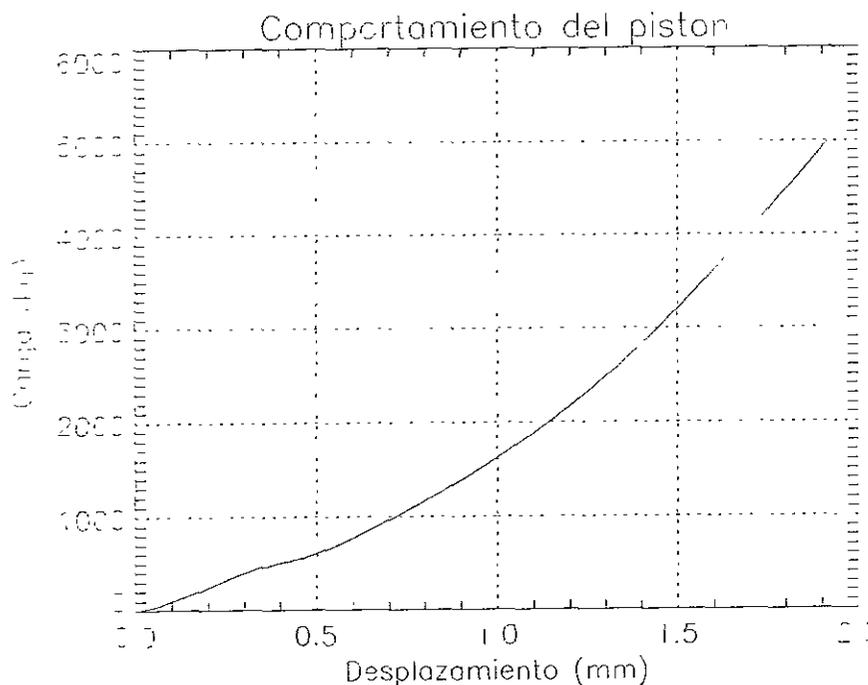


Figura IV.6 Compresión del pistón superior

En las curvas esfuerzo-deformación del material, no se incluye la corrección por la deformación del pistón, considerándose esto como un factor constante en todas las gráficas, que las modifica a todas en la misma forma y en la misma magnitud, sobre todo en el intervalo de cargas relativamente grandes. Se decidió así, porque el incluir los datos de deformación del pistón, representa ciertas complicaciones adicionales en el manejo de los archivos y su presentación gráfica.

Se muestran a continuación las tablas y gráficos que resumen los resultados obtenidos con el trabajo experimental. Se usa C.V. como abreviación de coeficiente de variación. Se comentan las tendencias presentes en las curvas, con la reserva pertinente según la incertidumbre en los valores, representada por las barras de error.

IV.IV COMPACTACIÓN DE LOS MATERIALES

Compactación y recuperación de los materiales				
	% lubricante	% compactación	% R 0h	% R 24 h
BG	0,0	43,1	20,2	21,9
	1,0	41,6	17,1	18,6
	2,0	40,0	13,8	15,0
	4,0	40,9	14,1	15,0
	8,0	40,3	12,3	15,4
	16,0	39,1	14,9	16,7
SV	0,0	58,0	26,2	28,7
	0,5	65,0	28,6	32,4
	1,0	63,0	26,0	29,6
	1,1	62,7	26,4	29,6
	1,2 (etapa 1)	64,5	29,1	32,3
	1,3	63,2	28,2	31,3
	1,5	61,9	****	****
	2,0	61,8	****	****
	4,0	60,5	****	****

Tabla IV.3 Porcentajes de compactación de los materiales y de su recuperación a 0 h (recién expulsados) y a 24 h de su expulsión

En general, la compactibilidad de BG tiende a disminuir ligeramente cuando el porcentaje de lubricante aumenta. Para SV, aunque la compactibilidad aumenta inicialmente cuando el porcentaje pasa de 0 a 0.5% y tiende a descender después, en general no se nota una tendencia muy clara en sus curvas de compactación, es decir éstas se alternan en forma aleatoria. (nota: las tablas con los datos completos de cada serie se encuentran en el anexo A).

BENTONITA DE GÁDOR				
Bg 0%	Media	Desv. Están.	Coef. Variac.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	5,33	0,19	3,64	1,436
Hc (mm)	3,03	0,29	9,59	2,525
He (mm)	3,65	0,06	1,59	
De (mm)	13,03	0,01	0,08	2,015
H24 (mm)	3,69	0,04	1,11	
D24 (mm)	13,09	0,02	0,13	1,972
Peso (g)	0,98	0,01	1,22	
Bg 1%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	5,40	0,10	1,89	1,418
Hc (mm)	3,15	0,12	3,94	2,427
He (mm)	3,68	0,07	2,02	
De (mm)	13,04	0,01	0,10	2,012
H24 (mm)	3,72	0,07	1,98	
D24 (mm)	13,11	0,04	0,33	1,975
Peso (g)	0,99	0,01	1,21	
Bg 2%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	5,47	0,12	2,22	1,400
Hc (mm)	3,28	0,10	3,13	2,333
He (mm)	3,66	0,04	1,06	
De (mm)	13,03	0,02	0,12	2,011
H24 (mm)	3,68	0,05	1,24	
D24 (mm)	13,09	0,02	0,14	1,985
Peso (g)	0,98	0,01	0,90	
Bg 4%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	5,60	0,12	2,06	1,366
Hc (mm)	3,31	0,07	2,08	2,313
He (mm)	3,69	0,06	1,60	
De (mm)	13,03	0,00	0,00	1,987
H24 (mm)	3,72	0,06	1,52	
D24 (mm)	13,07	0,02	0,12	1,965
Peso (g)	0,98	0,01	1,27	
Bg 8%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	5,82	0,10	1,64	1,315
Hc (mm)	3,48	0,13	3,79	2,201
He (mm)	3,84	0,06	1,56	
De (mm)	13,00	0,01	0,04	1,931
H24 (mm)	3,90	0,07	1,80	
D24 (mm)	13,14	0,04	0,30	1,862
Peso (g)	0,99	0,01	1,21	
Bg 16%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	6,02	0,24	3,97	1,272
Hc (mm)	3,67	0,05	1,43	2,087
He (mm)	4,08	0,05	1,31	
De (mm)	12,98	0,01	0,08	1,776
H24 (mm)	4,13	0,04	1,06	
D24 (mm)	13,05	0,02	0,17	1,738
Peso (g)	0,96	0,01	0,79	

Tabla IV.4 Dimensiones y densidades del material BG

SEPIOLITA DE VICALVARO				
SV 0.0%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	10,66	0,33	3,10	0,718
Hc (mm)	4,48	0,53	11,81	1,709
He (mm)	5,58	0,07	1,29	
De (mm)	13,20	0,02	0,16	1,261
H24 (mm)	5,70	0,06	0,98	
D24 (mm)	13,29	0,02	0,14	1,219
Peso (g)	0,96	0,01	1,33	
SV 0.5%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	10,90	0,41	3,74	0,702
Hc (mm)	3,82	0,15	3,95	2,002
He (mm)	5,14	0,08	1,47	
De (mm)	13,19	0,01	0,06	1,429
H24 (mm)	5,33	0,09	1,67	
D24 (mm)	13,30	0,02	0,12	1,354
Peso (g)	1,00	0,01	1,06	
SV 1.0%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	10,92	0,28	2,52	0,701
Hc (mm)	4,04	0,14	3,42	1,892
He (mm)	5,22	0,13	2,48	
De (mm)	13,19	0,02	0,12	1,400
H24 (mm)	5,39	0,15	2,75	
D24 (mm)	13,29	0,02	0,17	1,333
Peso (g)	1,00	0,01	0,71	
SV 1.1% (etapa 2)	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	10,98	0,19	1,70	0,697
Hc (mm)	4,10	0,15	3,72	1,867
He (mm)	5,35	0,08	1,50	
De (mm)	13,21	0,02	0,16	1,374
H24 (mm)	5,50	0,06	1,03	
D24 (mm)	13,31	0,02	0,12	1,315
Peso (g)	1,01	0,01	0,51	
SV 1.2% (etapa 1)	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	10,77	0,27	2,51	0,711
Hc (mm)	3,82	0,10	2,62	2,005
He (mm)	5,16	0,02	0,39	
De (mm)	13,18	0,01	0,08	1,421
H24 (mm)	5,31	0,05	0,94	
D24 (mm)	13,29	0,01	0,08	1,357
Peso (g)	1,00	0,01	1,00	

Tabla IV.5 Dimensiones y densidades del material SV

SV 1.2% (etapa 2)	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	10,85	0,09	0,83	0,705
Hc (mm)	4,04	0,05	1,24	1,892
He (mm)	5,29	0,03	0,57	
De (mm)	13,19	0,02	0,15	1,398
H24 (mm)	5,47	0,03	0,55	
D24 (mm)	13,30	0,01	0,08	1,328
Peso (g)	1,01	0,01	0,99	
SV 1.3% (etapa 2)	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	10,79	0,05	0,46	0,709
Hc (mm)	3,97	0,11	2,77	1,925
He (mm)	5,31	0,02	0,38	
De (mm)	13,20	0,01	0,08	1,380
H24 (mm)	5,46	0,01	0,18	
D24 (mm)	13,30	0,01	0,08	1,321
Peso (g)	1,00	0,01	1,00	
SV 1.5%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	10,74	0,15	1,40	0,713
Hc (mm)	4,09	0,13	3,18	1,871
SV 2.0%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	10,80	0,23	2,13	0,709
Hc (mm)	4,12	0,11	2,67	1,856
SV 4.0%	Media	Desv. Están.	C.V.	Dens x (g/ml)
Ho (mm)	10,25	0,32	3,12	0,747
Hc (mm)	4,05	0,11	2,72	1,889

Tabla IV.5 Dimensiones y densidades del material SV (continuación)

Compactación de los materiales

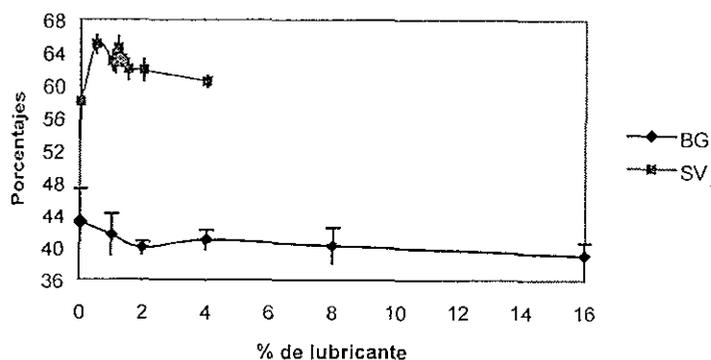


Figura IV.7 Comparación de la compactación de los materiales

IV.IV.1 BENTONITA DE GÁDOR

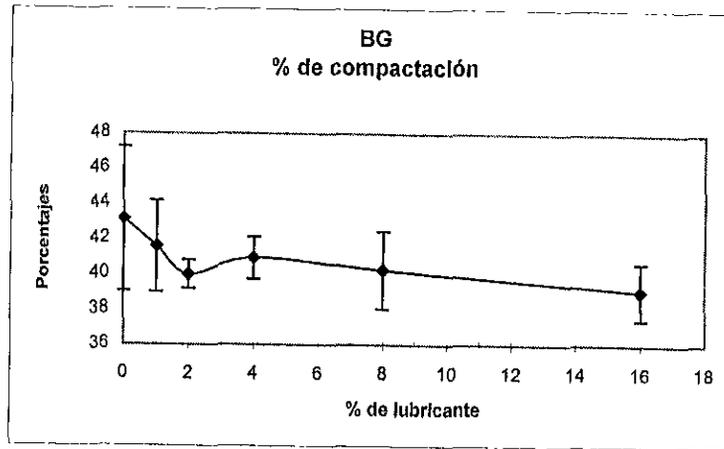


Figura IV.8 Comportamiento de la compactación de BG con respecto al porcentaje de lubricante

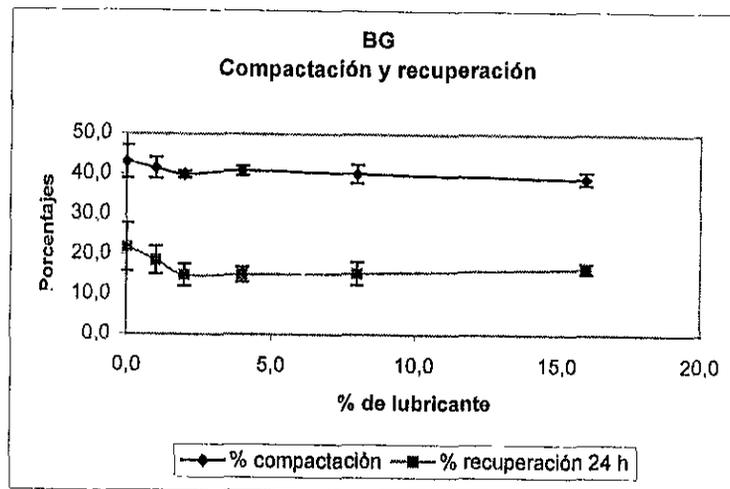


Figura IV.9 Porcentajes de compactación de BG y de su recuperación total

IV.IV.1.1 Comentarios

La mayor compactación (43.1%) se presentó con 0 % de lubricante y la menor (39.1) con 16 % (tabla IV.3 y figura IV.8) aunque esta diferencia es solo representativa (4 puntos porcentuales), ya que puede estar dentro de la incertidumbre.

Para una misma composición, la diferencia entre la recuperación a 0 h y a 24 h fue a lo mucho de 3 puntos porcentuales, lo que refuerza la idea de que prácticamente toda la recuperación se da durante la expulsión del comprimido. La máxima y mínima recuperación a 0 h, es de 20.2 y 12.3 % respectivamente, mientras que a 24 h es de 21.9 y 15 %.

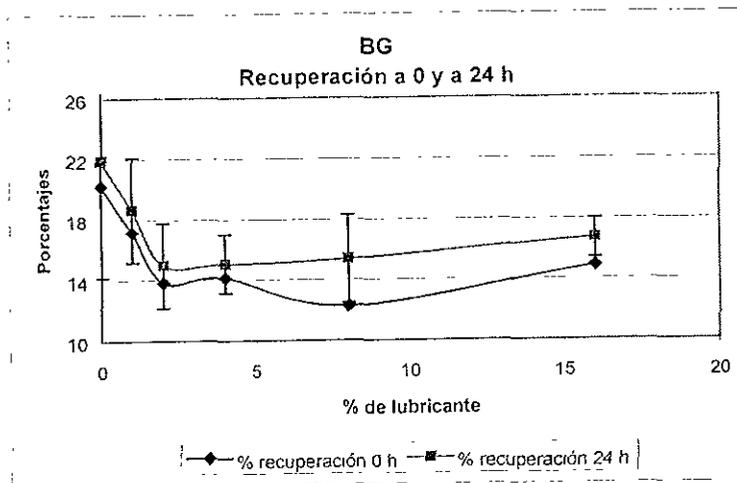


Figura IV.10 Recuperación de BG en la eyección y después de 24 horas

La densidad del material antes de compactar (D_0) se encuentra alrededor de 1.3 a 1.4 g/ml, disminuyendo definitivamente cuando la cantidad de lubricante es mayor, ya que este último es menos denso. Sucede lo mismo con la densidad de los comprimidos recién expulsados (ver tabla IV.4), aunque su valor siempre oscila entre 1.8 y 2 g/ml.

IV.IV.1.2 Curvas esfuerzo - deformación

Con fines comparativos, se reúnen en una sola gráfica las curvas representativas de cada serie (es decir de las ocho curvas esfuerzo deformación en cada composición, se obtiene una curva promedio). Se presentan las figuras IV.11 y IV.15 para los dos materiales respectivamente. Para BG (figura IV.11), se nota una tendencia de disminución en la compactación conforme el porcentaje de lubricante aumenta.

(El total de gráficas se presenta en el anexo B).

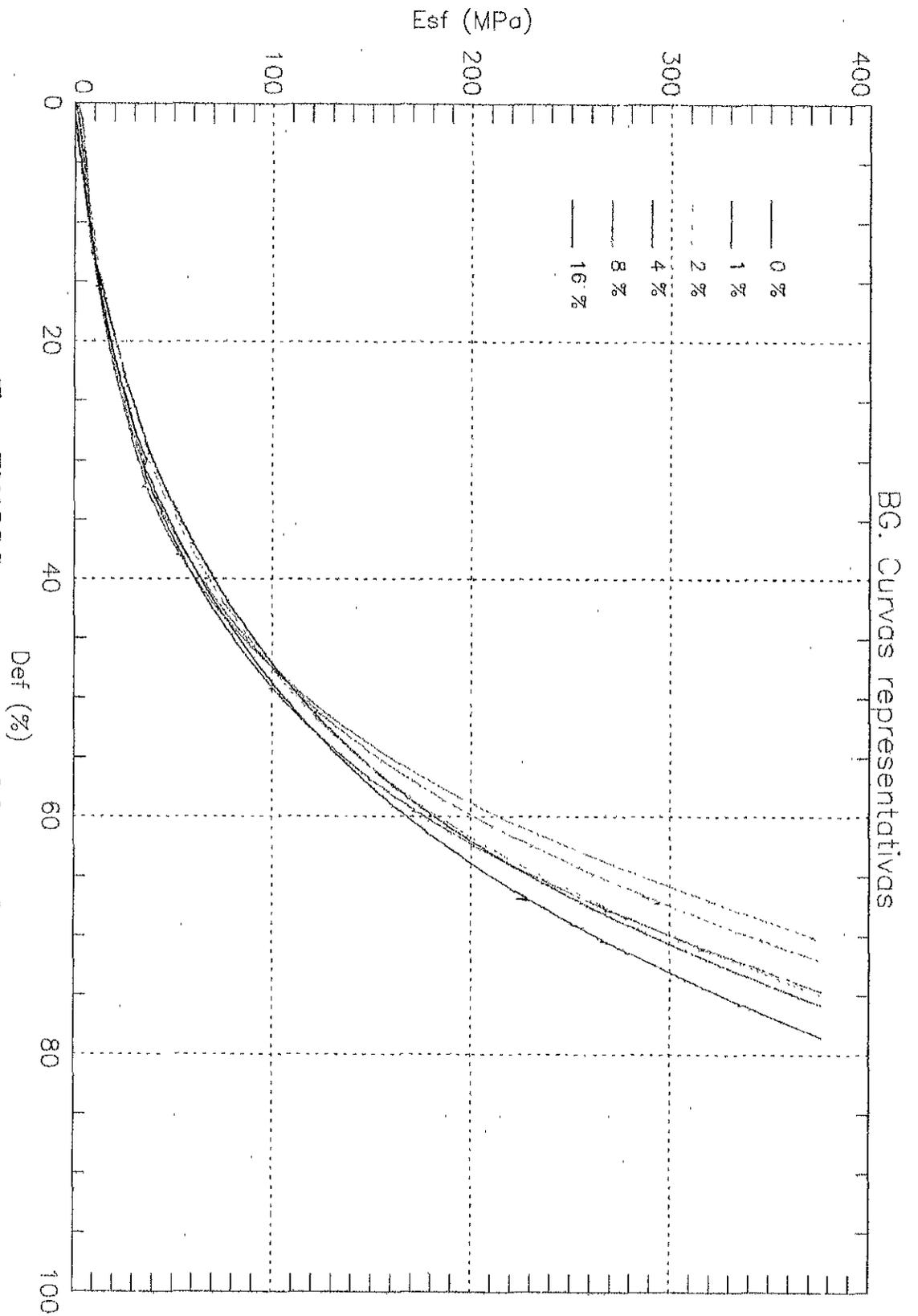


Figura IV.11 BG Curvas representativas de las series de compactación

IV.IV.2 SEPIOLITA DE VICÁLVARO

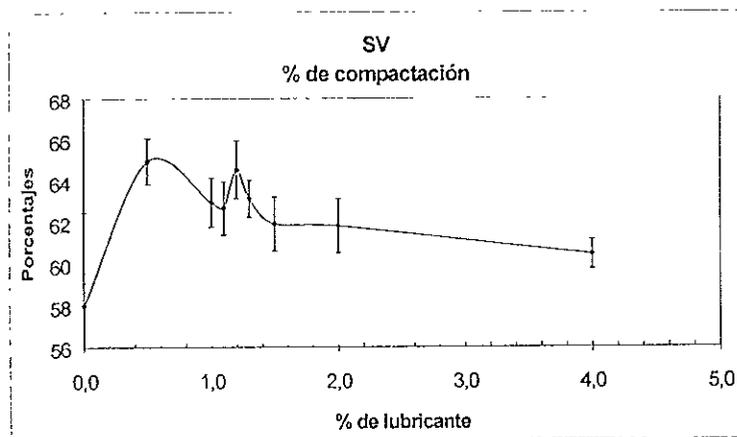


Figura IV.12 Comportamiento de la compactación de SV con respecto al porcentaje de lubricante

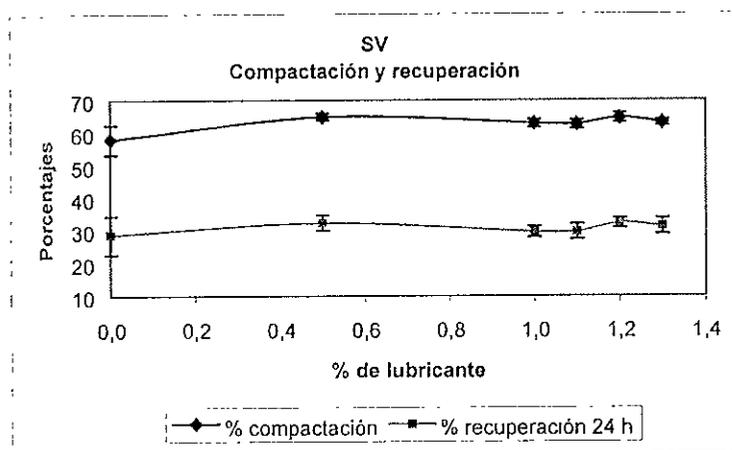


Figura IV.13 Porcentajes de compactación de SV y de su recuperación total

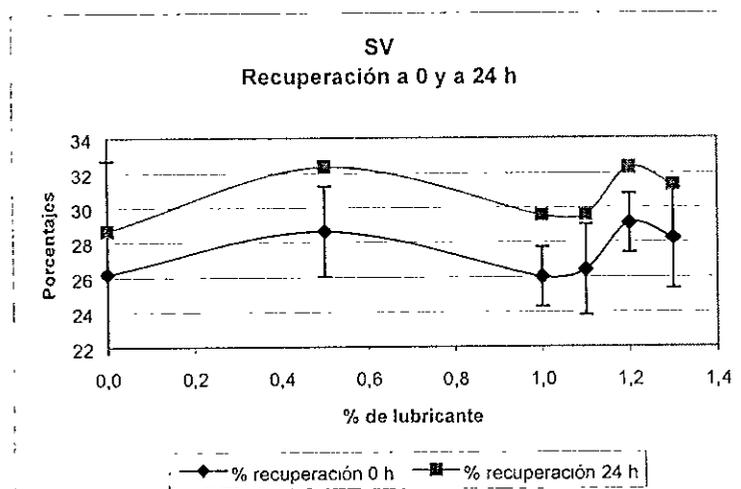


Figura IV.14 Recuperación de SV en la eycción y después de 24 horas

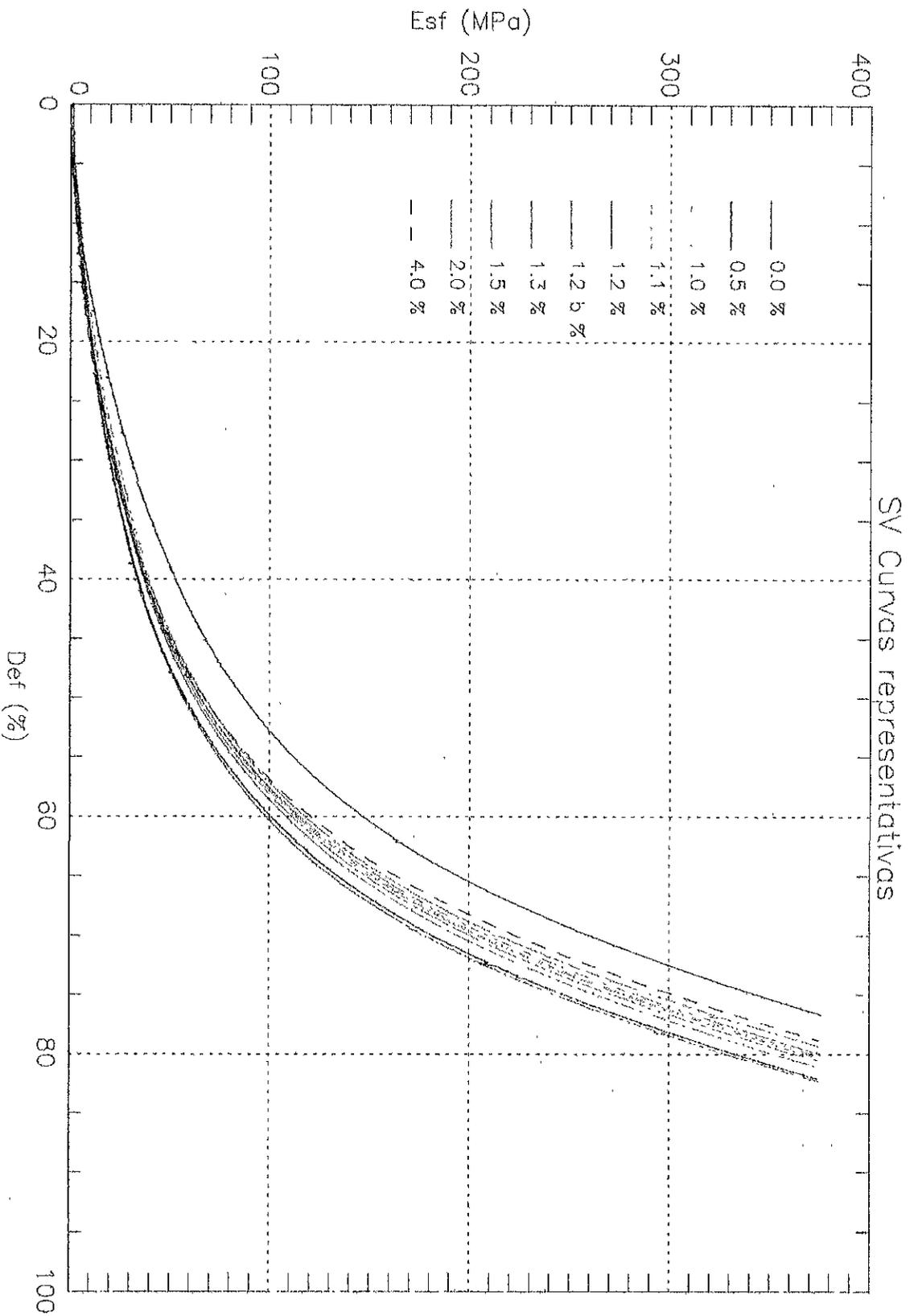


Figura IV.15 SV Curvas representativas de las series de compactación

IV.IV.2.1 Comentarios

No se nota una tendencia muy definida en las curvas de compactación, es decir éstas se alternan en forma aleatoria, pero se puede visualizar un aumento inicial en la compactación (con 0.5% de lubricante), para después apreciar una tendencia de disminución. La mayor compactación (65%) se presentó con 0.5 % de lubricante y la menor (58%) con 0 % (tabla IV.3 y figura IV.12) y también esta diferencia es solo representativa (7 puntos porcentuales).

Para una misma composición, la máxima diferencia entre la recuperación media a 0 h y a 24 h no sobrepasó los 3.8 puntos porcentuales, por lo que aquí también se afirma que prácticamente la totalidad de la recuperación viscoelástica ocurre durante la eyección del comprimido.

La densidad del material antes de compactar (D_0 , tabla IV.5), toma valores de alrededor de 0.71 g/ml, disminuyendo despreciablemente (0.697 g/ml) cuando la composición pasa de 0% a 1.1% volviendo a aumentar hasta 0.75 g/ml cuando la cantidad de lubricante es del 4%.

IV.V RESISTENCIAS AXIAL Y RADIAL DE LOS COMPRIMIDOS

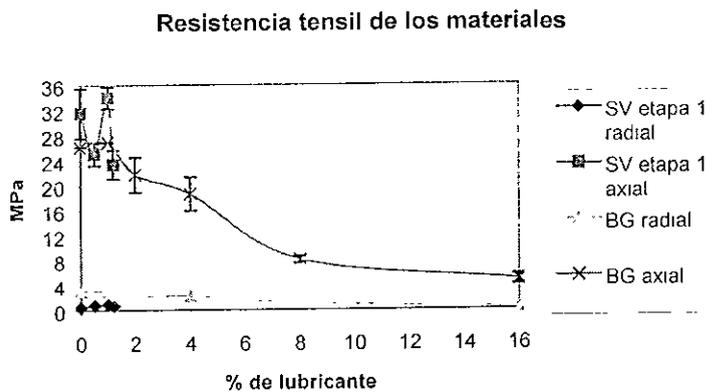


Figura IV.16 Comparación de las resistencias axial y radial de BG y SV

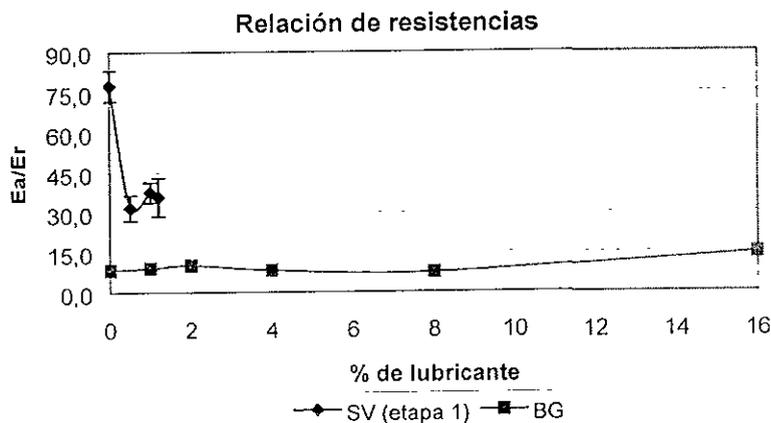


Figura IV.17 Comparación de la relación de resistencias de BG y SV

IV.V.1 BENTONITA DE GÁDOR

Resistencia Tensil BG					
	Carga Radial (kg)	Esf Rad (Mpa)	Carga Axial (kg)	Esf Axi (Mpa)	Ea/Er
BG 0%					
Media	24,25	3,15	358,44	26,10	8,3
Desv. Estan.	2,97	0,38	56,31	4,14	
Coef. Variac.	12,23	12,01	15,71	15,87	
BG 1%					
Media	23,39	3,02	369,61	26,87	8,9
Desv. Estan.	2,43	0,34	39,06	2,82	
Coef. Variac.	10,39	11,20	10,57	10,50	
BG 2%					
Media	16,83	2,16	297,09	21,71	10,0
Desv. Estan.	2,79	0,35	37,17	2,75	
Coef. Variac.	16,56	16,28	12,51	12,68	
BG 4%					
Media	17,51	2,26	253,96	18,61	8,2
Desv. Estan.	1,35	0,14	36,46	2,69	
Coef. Variac.	7,74	6,12	14,36	14,43	
BG 8%					
Media	9,11	1,10	111,57	8,11	7,4
Desv. Estan.	1,35	0,17	7,31	0,54	
Coef. Variac.	14,84	15,27	6,56	6,71	
BG 16%					
Media	2,90	0,33	65,6	4,82	14,5
Desv. Estan.	0,53	0,06	10,3	0,76	
Coef. Variac.	18,28	18,42	15,7	15,85	

Tabla IV.6 Valores promedio de resistencia tensil de BG

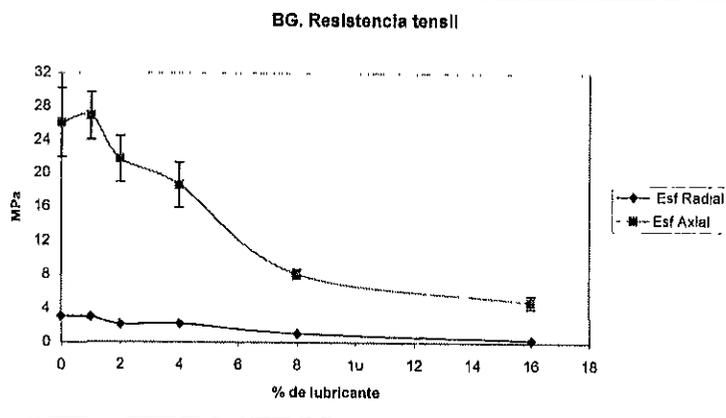


Figura IV.18 Variación de la resistencia de BG con respecto al porcentaje de lubricante

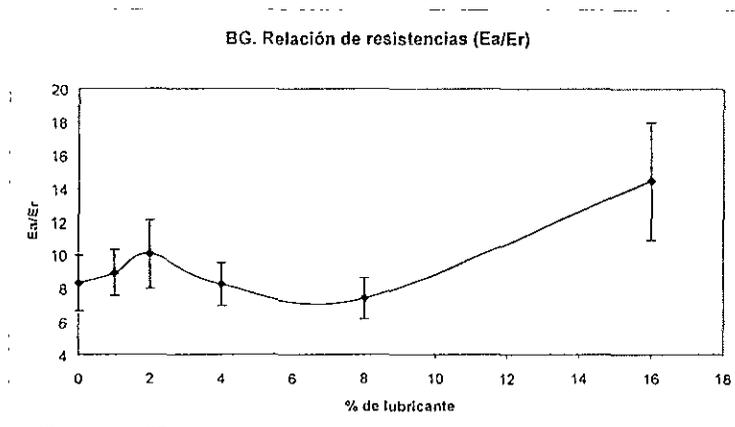


Figura IV.19 Variación de la relación de resistencias de BG

IV.V.1.1 Comentarios

Conforme el porcentaje de lubricante aumenta (ver figura IV.18 y tabla IV.6), la tendencia notable es de una disminución en la resistencia axial y radial.

En cuanto a la relación de resistencias (E_{ax}/E_{rad}), en los porcentajes pequeños (0 a 8%) se presenta una tendencia estable, pero una tendencia negativa cuando el porcentaje de lubricante aumenta a 16 % (recordar que lo ideal es que este parámetro se aproxime a la unidad, ya que de alguna manera, es un indicador de la distribución del esfuerzo (homogeneidad) en la consolidación del material y en la estructura final del comprimido).

IV.V.1.2 Curvas esfuerzo-deformación de la resistencia axial y radial

Se presentan las curvas “promedio” de cada composición, organizadas en dos gráficas, una gráfica de resistencia axial y otra para las pruebas de resistencia radial (figuras IV.20 y IV.21 respectivamente). El total de curvas de cada composición puede verse en el anexo C.

El valor máximo de las curvas corresponde a la máxima resistencia de los comprimidos, es decir, en ese punto máximo la pastilla se rompía y por consecuencia el esfuerzo comenzaba a decaer. Las curvas de resistencia axial presentan principalmente dos etapas de comportamiento lineal, es decir la relación esfuerzo deformación crece linealmente hasta el valor máximo absoluto y después se presenta una caída súbita.

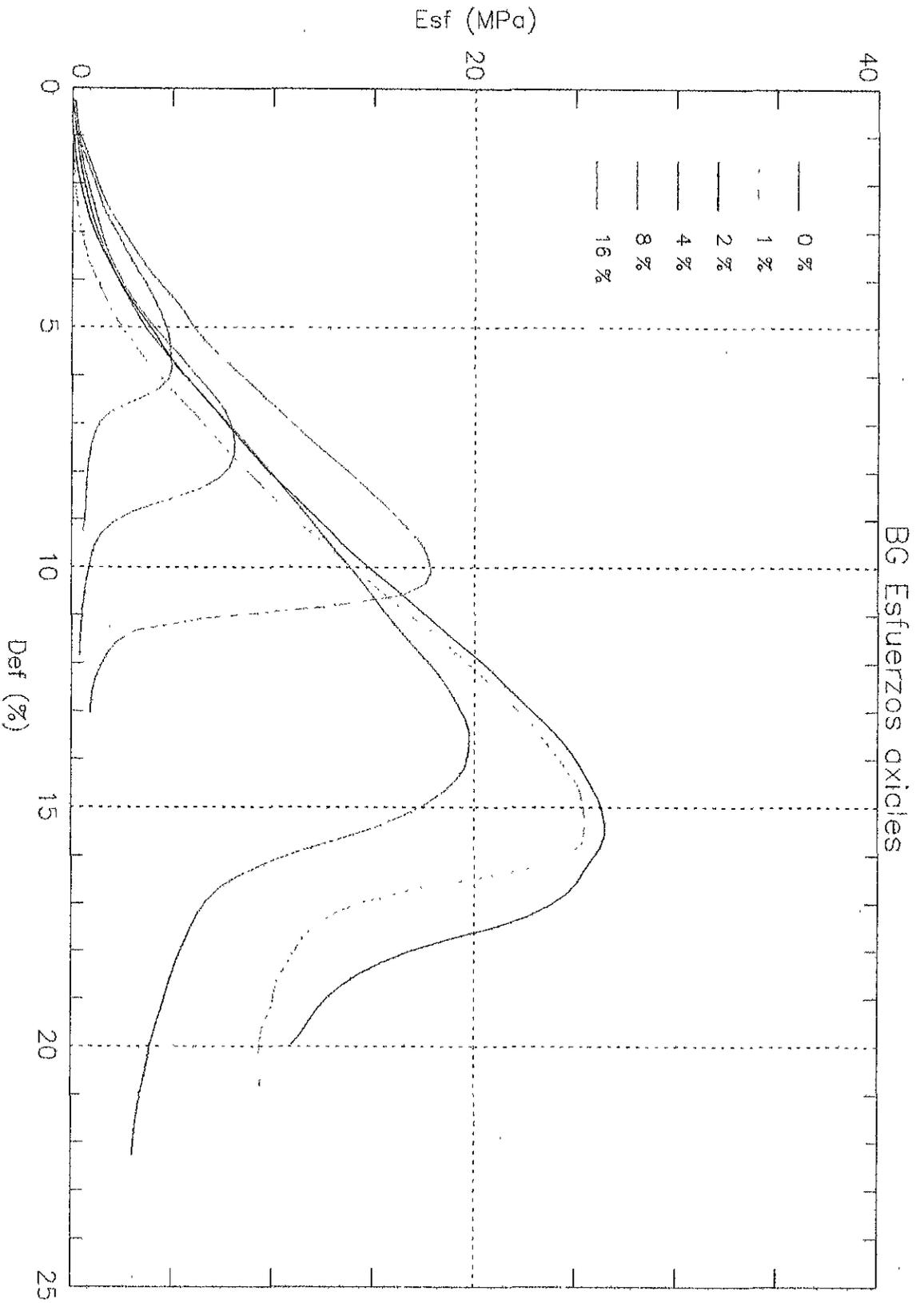


Figura IV.20 BG Curvas representativas de las series de ruptura axial

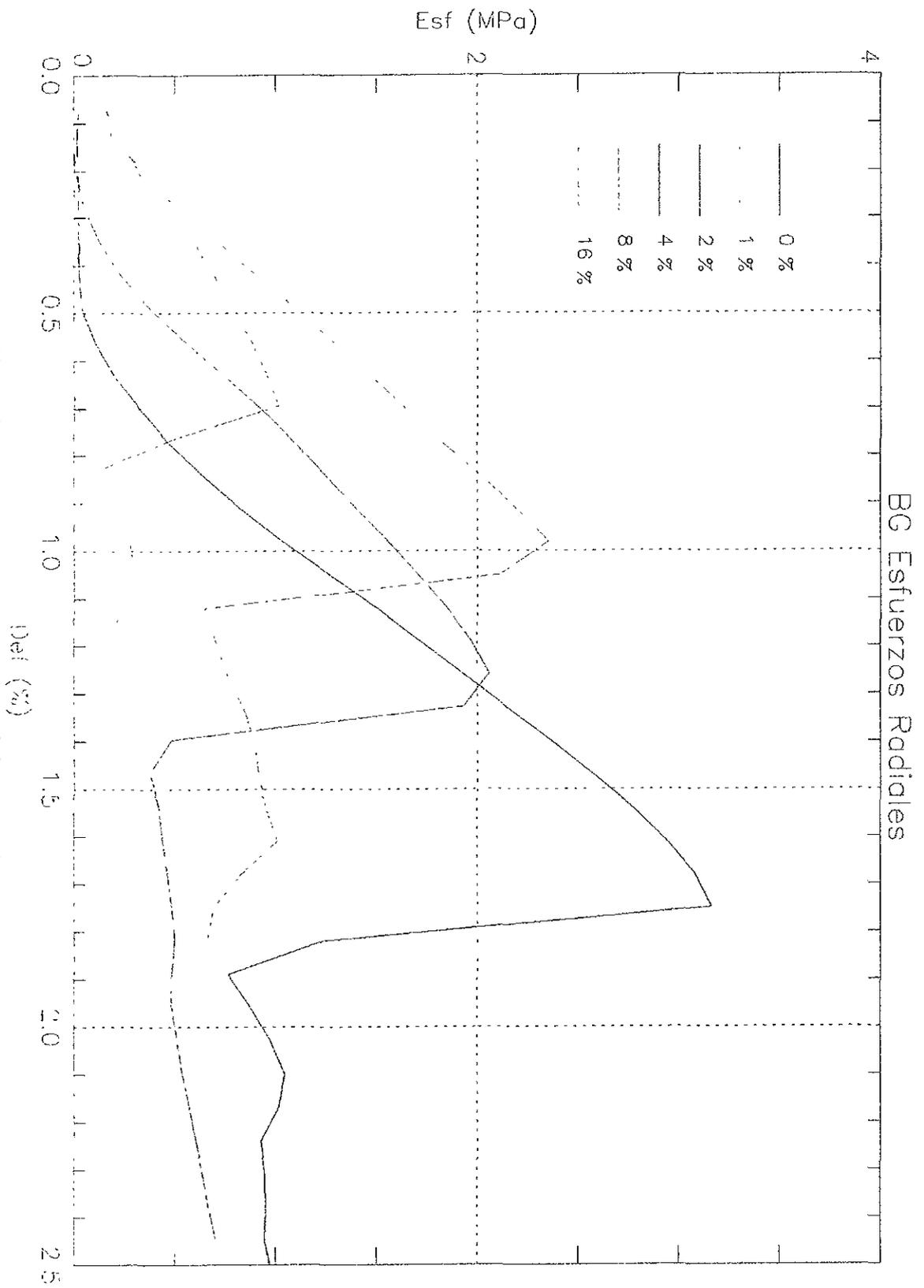


Figura IV.21 BG (curvas representativas de las series de ruptura radial)

De las curvas de resistencia axial para los diferentes porcentajes de lubricante (fig IV.20), se tiene lo siguiente:

Puede calcularse aproximadamente el módulo elástico para cada composición, con base en la región de la curva que se considera lineal (región en la que el esfuerzo aumenta a medida que la deformación crece). Después, se calculan las relaciones de cada uno de los módulos al valor del módulo E_0 (módulo sin lubricante).

Los resultados de lo anterior se reflejan en la tabla IV.7

% lub.	E (MPa)	E/E ₀ %	A=(1-(E/E ₀))/(% lub)
0	270	100	-
1	265	98	2
2	200	74	13
4	265	98	0.5
8	200	74	3.25
16	128	47	3.5

Tabla IV.7 Variación absoluta y relativa del módulo elástico axial de las tabletas de BG

En la discusión de resultados se presenta una hipótesis que explica el parámetro A y la reducción del módulo con el aumento de lubricante, y que se relaciona de manera general con la variación de las propiedades mecánicas de los comprimidos.

IV.V.2 SEPIOLITA DE VICÁLVARO

IV.V.2.1 Comentarios

En la etapa 1, el comportamiento del esfuerzo axial, muestra una tendencia variable y no muy definida, aunque oscila entre valores de 23 a 34 MPa, mientras que el esfuerzo radial muestra un comportamiento muy constante, oscilando entre valores de 0.41 a 0.91 MPa (ver figura IV.22). La relación de resistencias (figura IV.23) inicialmente es muy alta en esta etapa, disminuyendo después para mantenerse más o menos constante a partir de 0.5 % de lubricante.

En la etapa 2 y con respecto a la etapa 1, ocurrió un cambio drástico en los valores de resistencia axial y en los de relación de resistencias (ver figuras IV.24 y IV.25). La resistencia axial mostró una tendencia constante y manifestó valores muy bajos incrementándose así la relación de resistencias. Este hecho es desconcertante y se comenta un tanto más detenidamente en la discusión.

Resistencia Tensil SV					
	Carga Radial (kg)	Esf Rad (Mpa)	Carga Axial (kg)	Esf Axi (Mpa)	Ea/Er
SV 0%					
Media	4,96	0,41	445,36	31,51	77,4
Desv. Estan.	1,69	0,14	55,20	3,97	
Coef. Variac	34,10	33,56	12,39	12,59	
SV 0.5%					
Media	8,89	0,79	354,43	25,04	31,7
Desv. Estan	1,22	0,11	25,40	1,82	
Coef Variac.	13,76	13,38	7,17	7,27	
SV 1%					
Media	10,56	0,91	480,15	34,01	37,6
Desv. Estan	1,03	0,08	23,68	1,76	
Coef Variac.	9,73	8,82	4,93	5,17	
SV 1.1% (etapa 2)					
Media	6,60	0,56	30,79	2,14	3,8
Desv. Estan.	1,29	0,11	4,43	0,45	
Coef. Variac.	19,51	20,56	14,39	20,78	
SV 1.2% (etapa 1)					
Media	7,40	0,65	329,53	23,33	35,8
Desv. Estan.	1,23	0,11	32,47	2,29	
Coef Variac.	16,63	17,49	9,85	9,83	
SV 1.2% (etapa 2)					
Media	8,7	0,74	31,6	2,23	3,0
Desv. Estan.	1,2	0,11	5,4	0,39	
Coef. Variac.	13,5	14,25	17,1	17,29	
SV 1.3% (etapa2)					
Media	9,22	0,79	29,12	2,06	2,6
Desv Estan	1,10	0,09	3,33	0,24	
Coef Variac.	11,88	11,76	11,44	11,60	

Tabla IV.8 Valores promedio de resistencia tensil de SV

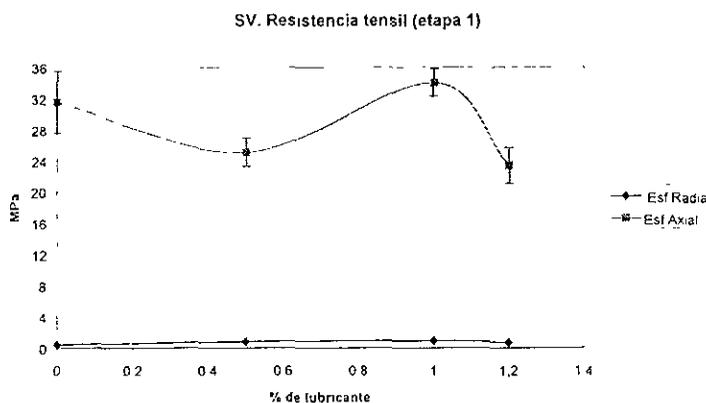


Figura IV.22 Variación de la resistencia de SV con respecto al porcentaje de lubricante

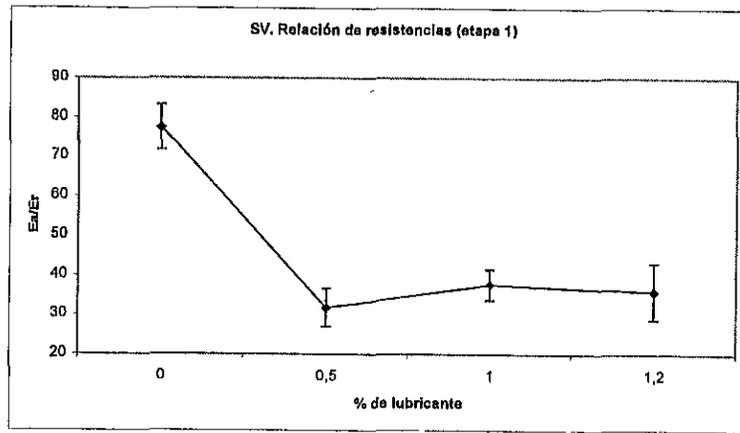


Figura IV.23 Variación de la relación de resistencias de SV

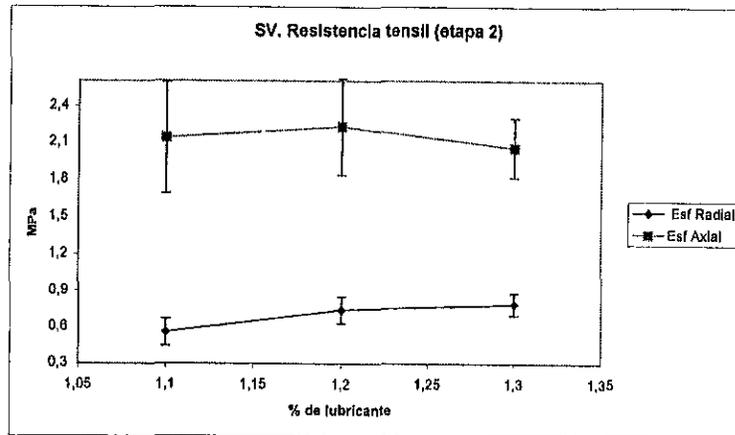


Figura IV.24 Variación de la resistencia de SV con respecto al porcentaje de lubricante (etapa 2)

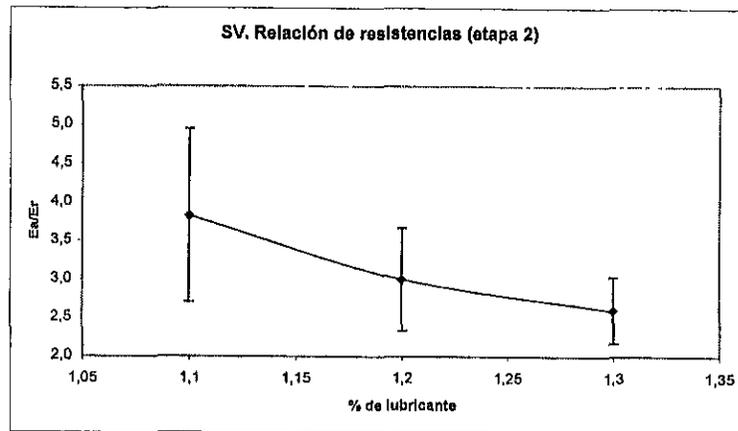


Figura IV.25 Variación de la relación de resistencias de SV (etapa 2)

IV.V.2.2 Curvas esfuerzo-deformación de la resistencia axial y radial

A continuación, se presentan las curvas “promedio” de cada composición, reunidas en una gráfica de resistencia axial (figura IV.26) y otra (figura IV.27) para las pruebas de resistencia radial (o diametral). El total de curvas de cada composición puede verse en el anexo C. También aquí, el punto máximo corresponde al esfuerzo de ruptura del comprimido, y por ende, después de este punto, el esfuerzo decae.

Las curvas esfuerzo deformación de la resistencia radial se comportan de la siguiente manera: para llegar al valor de resistencia máxima, la curva es prácticamente lineal, y de aquí en adelante la curva desciende no abrupta, sino gradualmente pero no necesariamente de forma lineal.

De la misma manera que se hizo con BG, y con relación a las curvas de la figura IV.26, se calculan también los módulos para la resistencia axial de SV (tabla IV.9):

% lub.	E (MPa)	E/E ₀ %	A=(1-(E/E ₀))/(%lub)
0	220	100	-
0.5	220	100	0
1	220	100	0
1.2	220	100	0
1.1	18	8.18	83
1.2b	18	8.18	76
1.3	18	8.18	71

Tabla IV.9 Variación absoluta y relativa del módulo elástico axial de las tabletas de SV

En la discusión de resultados se planteará la hipótesis para la variación del módulo y el significado del parámetro A.

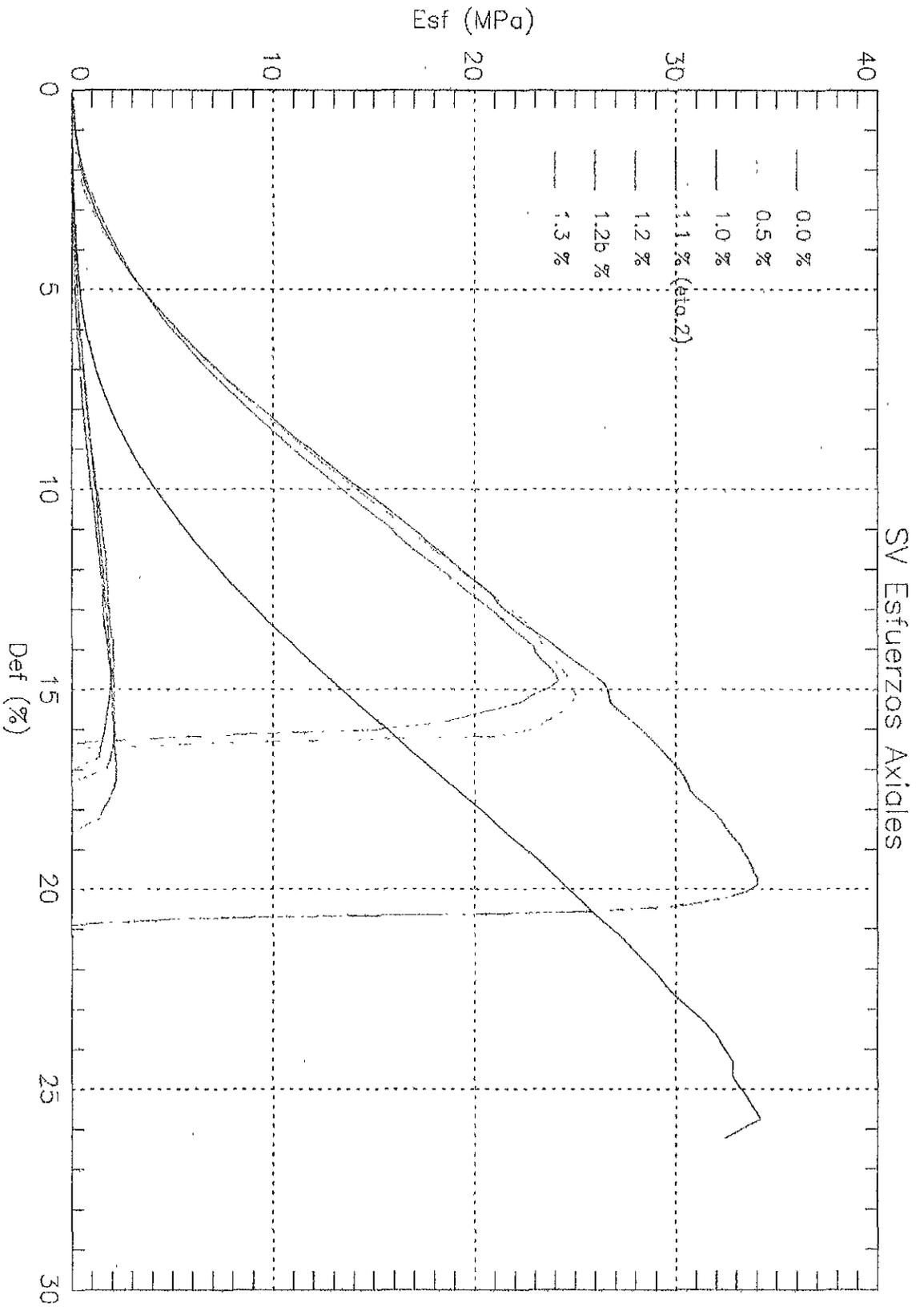


Figura IV.26 SV Curvas representativas de las series de ruptura axial

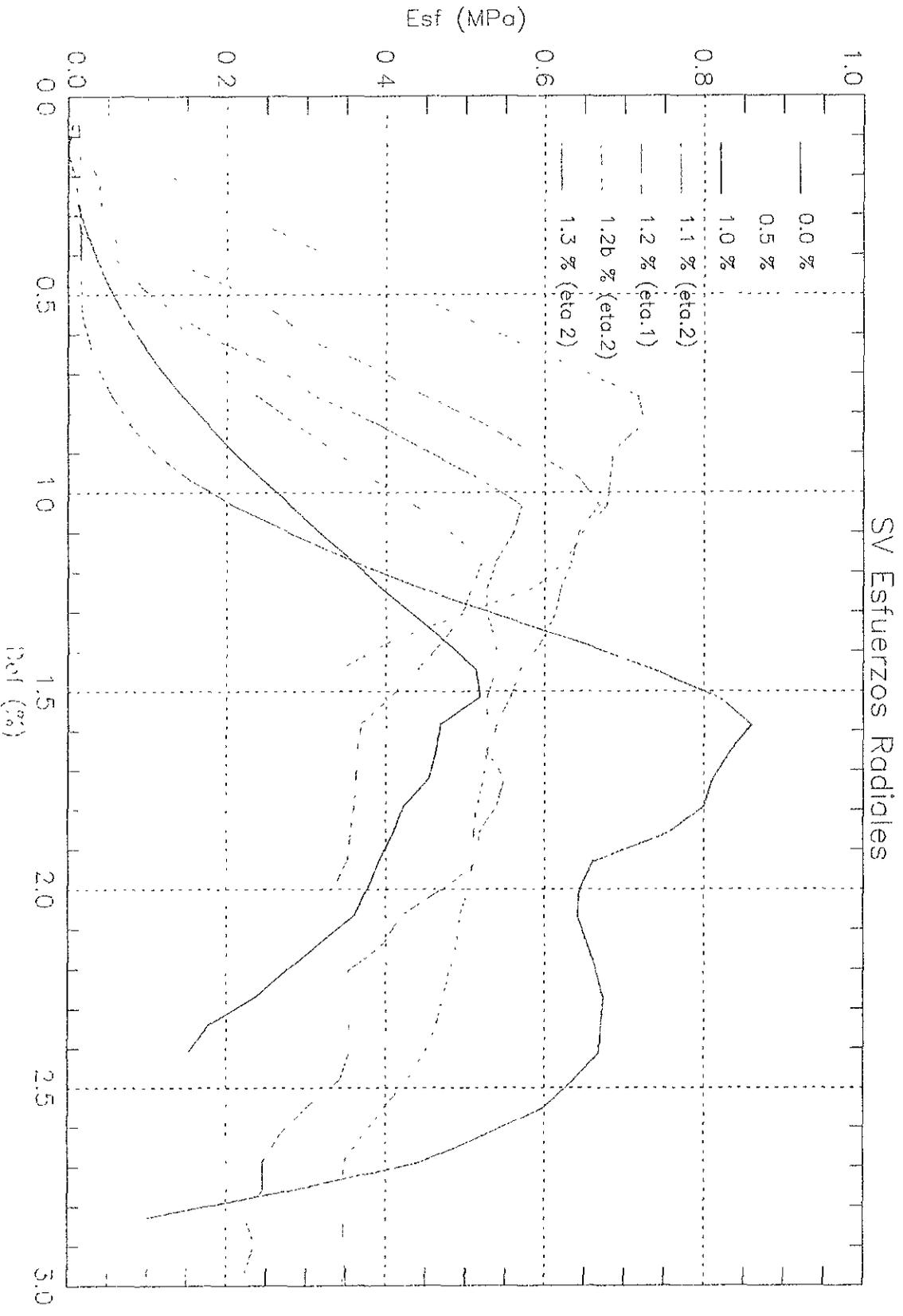


Figura IV.27 SV (curvas representativas de las series de ruptura radial

IV.VI PRUEBAS DE FRIABILIDAD

BENTONITA DE GÁDOR				
	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
BG 0%				
Media	1,00	1,00	0,99	0,97
Des est	0,01	0,01	0,01	0,01
Co. Var	1,00	0,58	0,59	0,59
BG 2%				
Media	1,00	1,00	0,99	0,96
Des est	0,02	0,02	0,02	0,04
Co. Var	1,52	1,52	2,11	4,22
BG 4%				
Media	1,00	1,00	1,00	0,98
Des est	0,01	0,00	0,01	0,01
Co. Var	0,58	0,00	0,58	1,02
BG 8%				
Media	1,00	0,99	0,97	0,95
Des est	0,00	0,01	0,01	0,01
Co. Var	0,00	0,58	1,03	1,22
BG 16%				
Media	0,97	0,95	0,88	0,85
Des est	0,01	0,02	0,03	0,05
Co. Var	1,03	1,61	3,46	5,83

Tabla IV.10 Friabilidad de BG

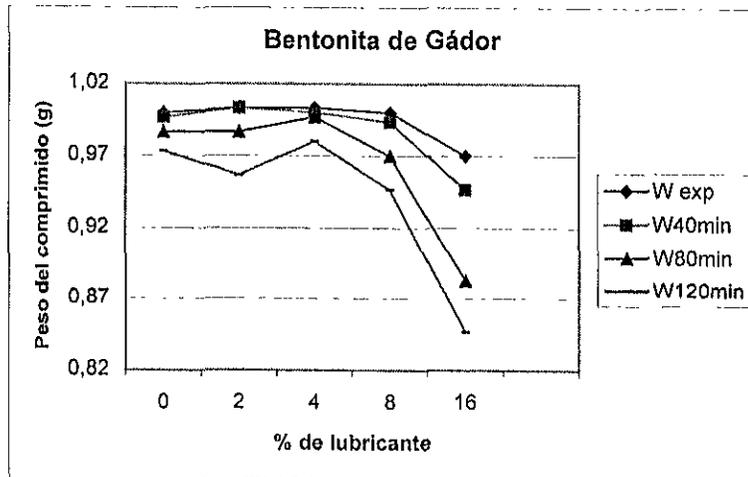


Figura IV.28 Friabilidad de BG

SEPIOLITA DE VICÁLVARO				
	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
SV 0.0 %				
Media	0,99	0,69	0,51	0,43
Des est	0,01	0,19	0,31	0,33
Co. Var	0,58	27,45	60,65	77,92
SV 0.4%				
Media	0,99	0,89	0,80	0,78
Des est	0,01	0,02	0,04	0,05
Co. Var	0,59	1,72	5,18	6,48
SV 0.8 %				
Media	1,00	0,86	0,68	0,50
Des est	0,01	0,02	0,04	0,01
Co. Var	1,00	2,01	5,59	2,29
SV 1.3 %				
Media	1,00	0,87	0,76	0,67
Des est	0,00	0,06	0,08	0,13
Co. Var	0,00	6,56	10,99	18,87

Tabla IV.11 Friabilidad de SV

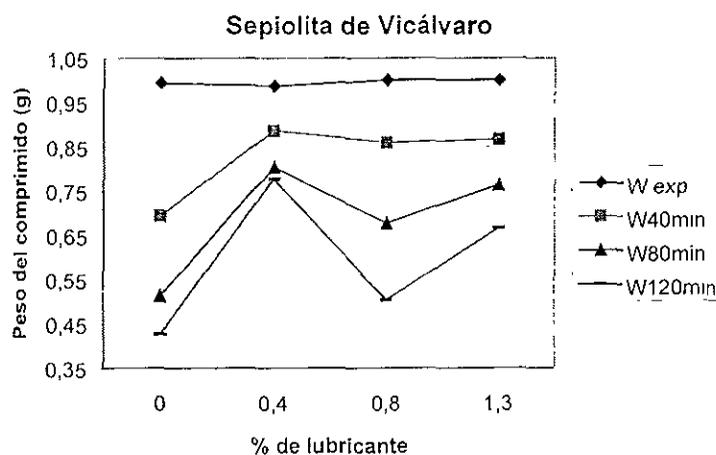


Figura IV.29 Friabilidad de SV

Comentarios

Como se comentó en el capítulo I, esta prueba presenta ciertas dificultades en su control y requiere por lo general de un elevado número de determinaciones, y aún así se llegan a presentar resultados muy variables. Sin embargo, en este trabajo, a pesar de que se probaron 3 comprimidos de cada composición, la mayoría de los experimentos arrojó resultados con una cierta tendencia que se explica más adelante. Las tablas completas con los datos de la obtención de los comprimidos destinados para la prueba de friabilidad, están contenidas en el anexo D.

Para BG, la friabilidad se mantiene mas o menos constante para los porcentajes de 0 a 4% de lubricante (ver figura IV.28), con porcentajes mayores de lubricante, la friabilidad tiende a aumentar (los comprimidos pierden mas peso en los mismos lapsos).

En lo que concierne a SV (figura IV.29), la friabilidad más alta se presentó para los comprimidos sin lubricante, y los comprimidos más resistentes a esta prueba fueron los de composición de 0.4 %.

IV.VII EYECCIÓN DE COMPRIMIDOS

Para cada material, se muestran dos gráficas representativas de la eyección de sus comprimidos (una para tabletas sin lubricante y otra con el porcentaje máximo del mismo). Cada gráfica contiene tres curvas, que corresponden a tres eyecciones distintas. Se presentan solo con la finalidad de ilustrar la forma general de la curva fuerza desplazamiento. Es de notar que la fuerza de expulsión máxima para comprimidos sin lubricante es mucho mayor que las fuerzas de expulsión de tabletas con alto porcentaje de lubricante. Es de notar también,

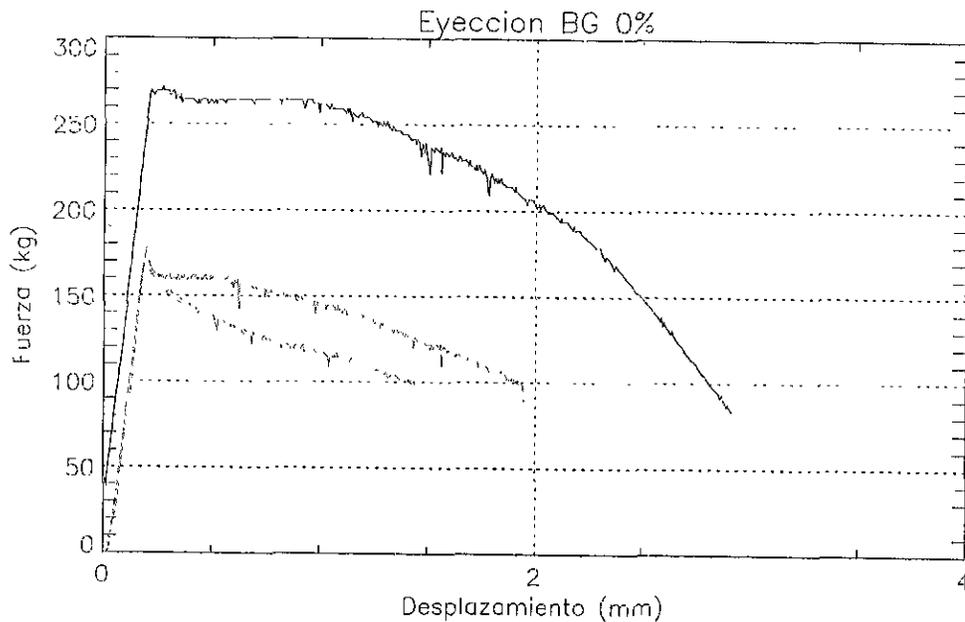


Figura IV.30 Curvas características de la eyección de comprimidos de BG sin lubricante

que en una gráfica de eyección sin lubricante, los máximos de las curvas de fuerza de expulsión tienden a alcanzar diferentes valores, es decir las tres curvas incluidas en la misma gráfica se separan bastante.

Las curvas de la eyección de comprimidos con valores "altos" de porcentaje de lubricante (figuras IV.31 y IV.33), son más irregulares. Esto se debe a que la escala de fuerza es mucho menor que en la expulsión sin lubricante y son mucho más notables las variaciones súbitas

(instantáneas) de la fuerza de expulsión y de la adquisición de datos, pero aún así, se observa que la fuerza máxima requerida varía mucho menos, y con más lubricante el comprimido “salía” con mayor facilidad.

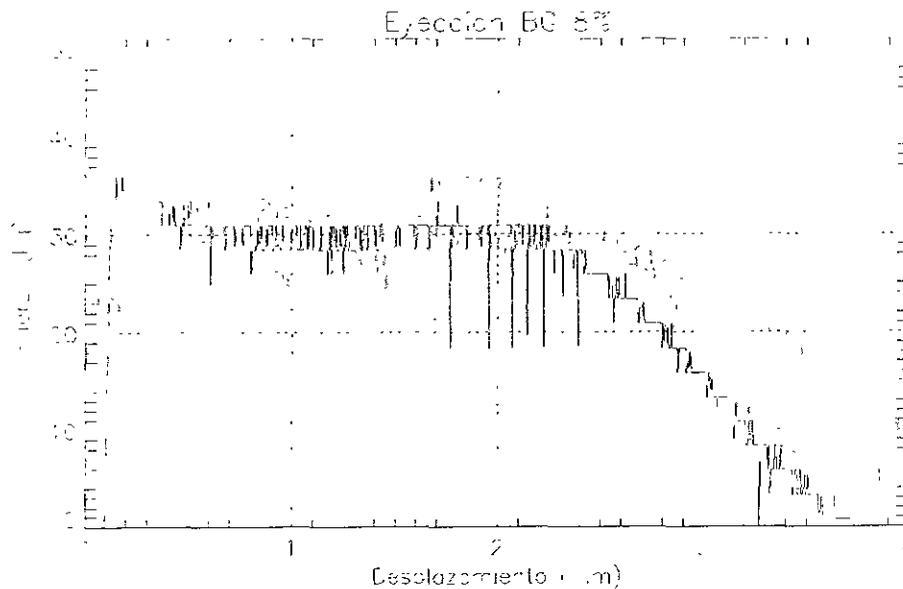


Figura IV.31 Curvas características de la eyección de comprimidos de BG con 8% de lubricante

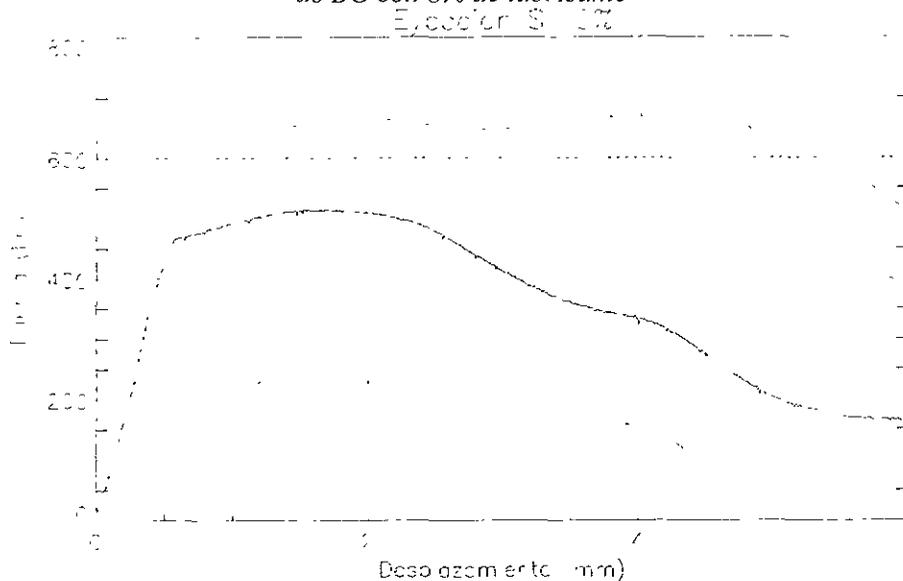


Figura IV.32 Curvas características de la eyección de comprimidos de SV sin lubricante

Al inicio de la eyección, la fuerza se incrementa súbitamente de manera lineal hasta alcanzar un valor máximo (local). Esto sucede antes de que el desplazamiento llegue tan siquiera a 1 mm (por lo general antes de 0.5 mm de desplazamiento), y a partir de aquí, la fuerza va disminuyendo gradualmente. Se llegan a presentar otros máximos locales en el valor de la carga, pero en este incremento interviene ya además la expulsión del pistón, debido a cierta cantidad

residual de arcilla que se introducía entre la cámara y el pistón. Este último tendía a atorarse, sobre todo cuando no había lubricante o su porcentaje era pequeño, y aunque el comprimido ya había sido completamente expulsado, era necesario aplicar cargas muy grandes para expulsar el pistón.

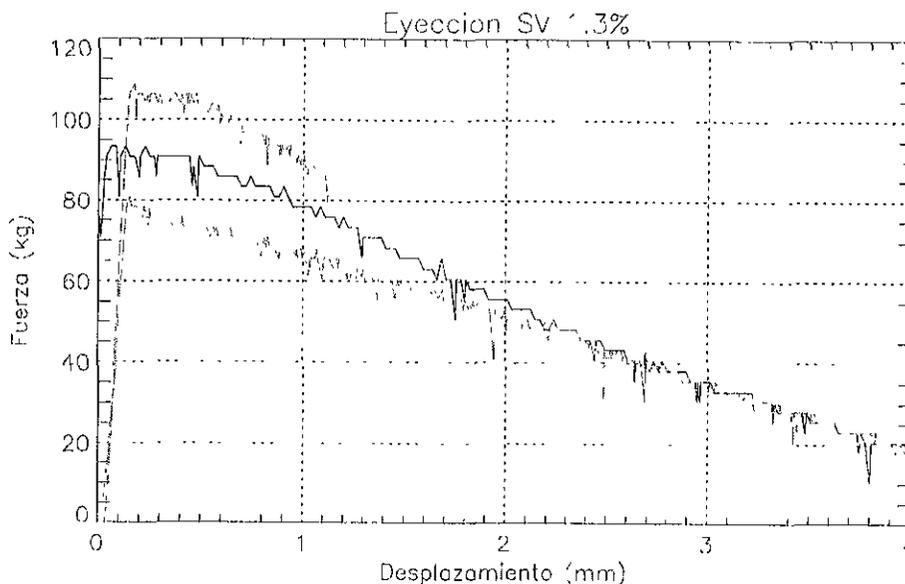


Figura IV.33 Curvas características de la eyección de comprimidos de SV con 1.3% de lubricante

IV.VIII COMPARACIÓN DEL MÓDULO TEÓRICO CON EL MÓDULO EXPERIMENTAL

A continuación se muestra (figuras IV.34 a IV.37) para cada material, la curva del módulo experimental junto con dos curvas de módulo teórico. Las curvas teóricas se obtuvieron al graficar las expresiones (III.11) para BG y (III.15) para SV, y utilizando datos experimentales de la deformación de una muestra de cada material sin lubricante. Como se dijo en el capítulo previo, el módulo experimental, se obtiene derivando la curva esfuerzo-deformación mediante el paquete PV-WAVE.

IV.VIII.1 BENTONITA DE GÁDOR

Se emplearon los datos experimentales de la muestra 3 de BG sin lubricante. Una de las curvas teóricas corresponde a una fuerza f_n máxima de 80 mg y la otra a una f_n de 60 mg. Para los datos usados, las curvas teóricas solo abarcan aproximadamente hasta 32% de deformación. Hay que recordar que el modelo teórico considera solo deformaciones pequeñas, además de que experimentalmente, el pistón también contribuía a los datos de deformación total a medida que la fuerza de compactación crecía.

Si se toma (ver figura IV.35) a 80 mg como el valor máximo de f_n , el esfuerzo normal interparticular se calcula de la siguiente manera:

$$f_n = 80 \text{ mg} = 0.0007848 \text{ N}$$

$$\text{Superficie de la partícula esférica} = 8.0425 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2$$

A medida que los huecos se van reduciendo y la porosidad del medio alcanza (por primera vez) el valor de cero (densidad teórica o real de la arcilla), el área de un contacto es aproximadamente 1/12 de la superficie total inicial:

$$\text{Área de contacto} = 6.7021 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2$$

Entonces el esfuerzo normal de contacto es:

$$\sigma_{n\text{máx}} = 11.71 \text{ MPa}$$

y su relación al módulo elástico macroscópico ($E_{tot} = 1.29 \cdot 10^8 \text{ N/m}^2$) es:

$$\frac{\sigma_{n\text{máx}}}{E_{tot}} = Y = 0.091 \approx 9.1\%$$

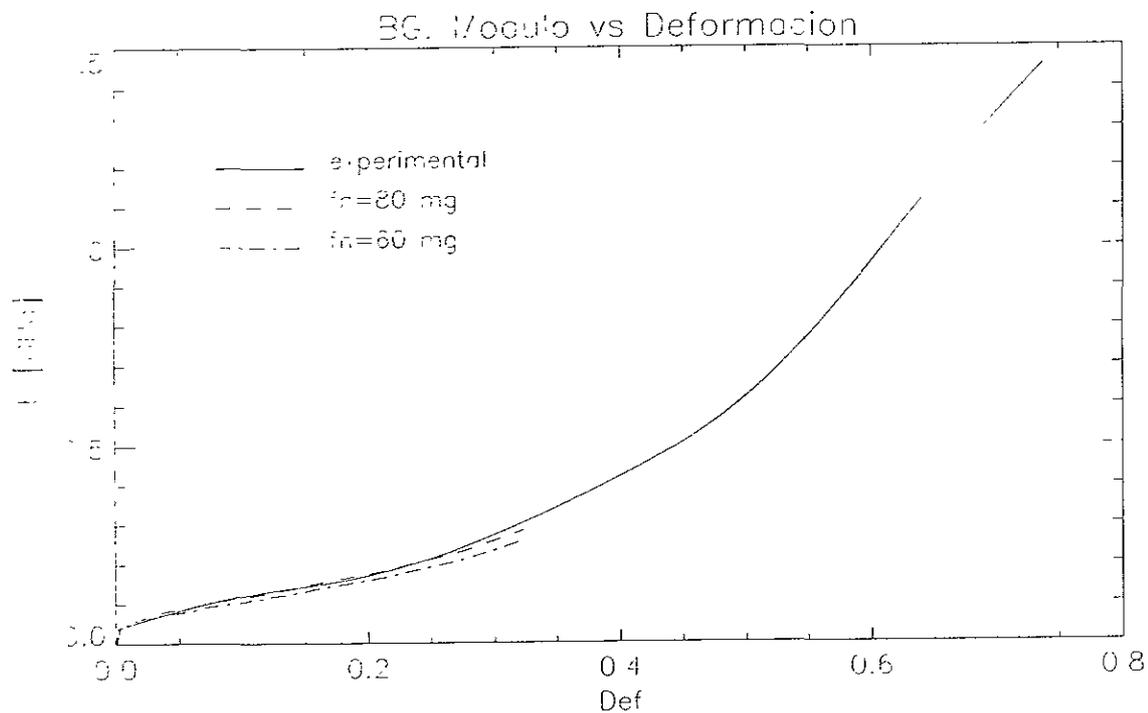


Figura IV.34 Módulo del material BG. Curva experimental (mayor) y dos curvas teóricas.

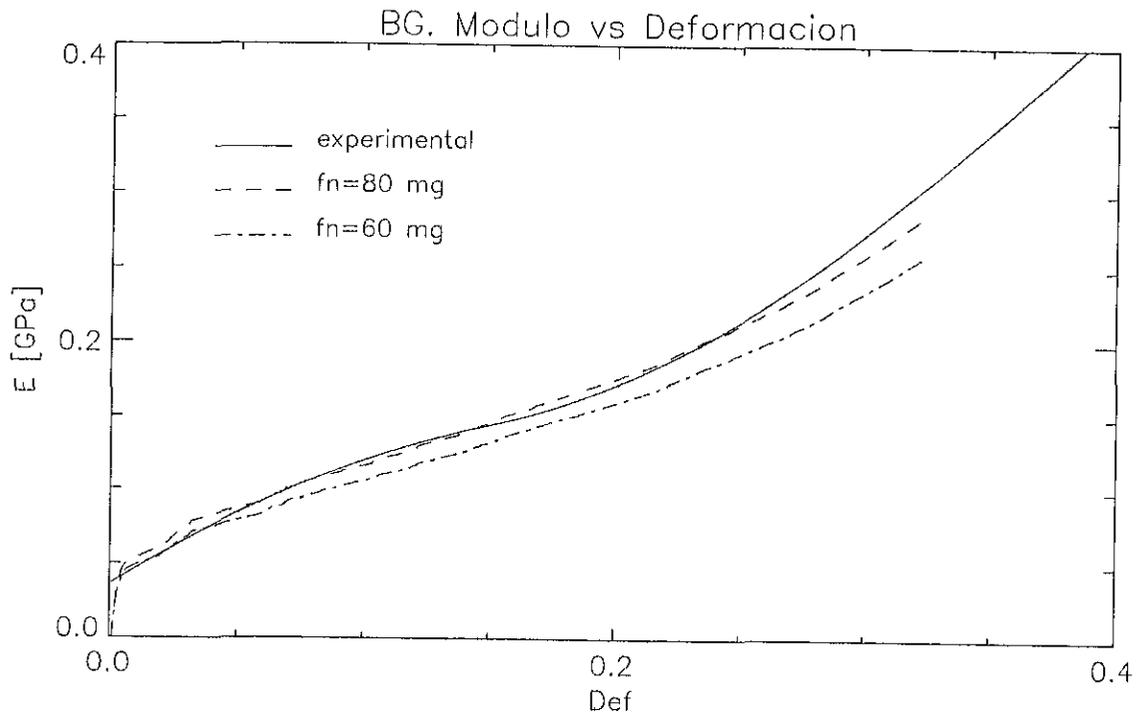


Figura IV.35 Módulo del material BG. Ampliación.

IV.VIII.2 SEPIOLITA DE VICÁLVARO

Se emplearon los datos experimentales de la muestra 2 de SV sin lubricante. Una de las curvas teóricas corresponde a una fuerza f_n máxima de 80 mg y la otra a una f_n de 60 mg, coincidiendo mejor la segunda. Aquí, las curvas teóricas abarcan hasta 61% de deformación. Si se toma (ver figura IV.37) a 60 mg como el valor máximo de f_n , el esfuerzo normal interparticular se calcula como en el caso de BG con los siguientes resultados:

$$f_n = 60 \text{ mg} = 0.0005886 \text{ N}$$

$$\text{Superficie de la partícula esférica} = 2.011 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2$$

$$\text{Área de contacto} = 1.6758 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2$$

Con lo que el esfuerzo normal de contacto es:

$$\sigma_{n\text{máx}} = 35.12 \text{ MPa}$$

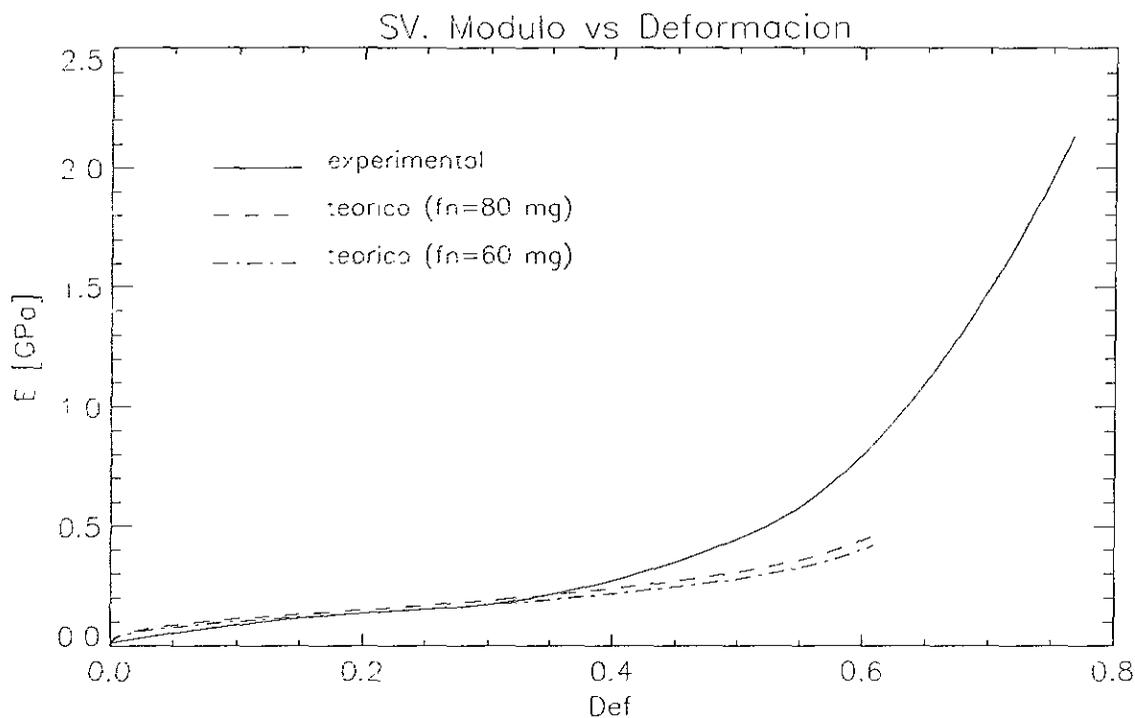


Figura IV.36 Módulo del material SV

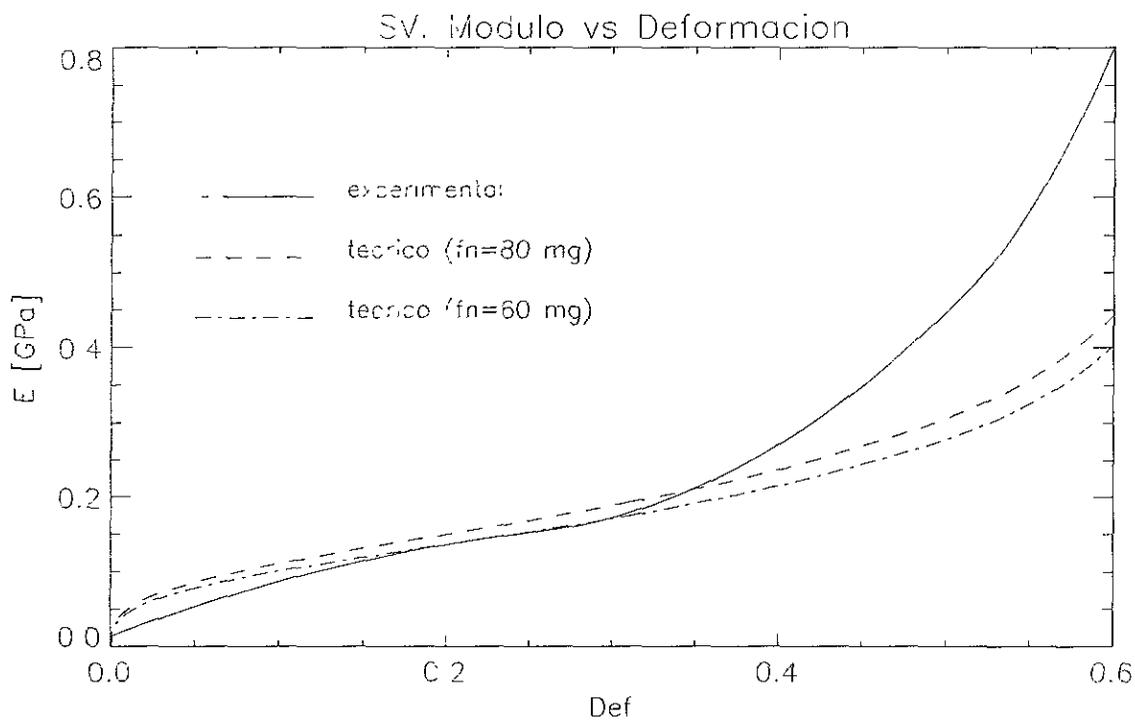


Figura IV.37 Módulo del material SV. Ampliación

IV.IX DISCUSIÓN

IV.IX.1 ASPECTOS GENERALES

Los dos materiales tienen alta capacidad para reducir su volumen bajo presión y consolidarse en tabletas sólidas. Después de hacer la evaluación, el rango de porcentajes de lubricante que se puede considerar conveniente por sus efectos benéficos en algunas de las propiedades mecánicas es muy restringido, ya que su valor máximo es de 1%.

El lubricante influye de diferente manera sobre las diversas propiedades mecánicas, es decir, éstas pueden mostrar tendencias contrarias, algunas poco marcadamente y otras de manera notable, por lo que para definir parámetros de uso práctico, debe efectuarse una evaluación de los aspectos sobre los que más interese su influencia, e investigarse concretamente sobre la composición de los materiales a emplear.

La presencia de lubricante en el rango conveniente (valores menores a 1% para SV, pudiendo ser igual a 1% para BG), mejora la compactibilidad (formado de tabletas), aunque no necesariamente la compresibilidad (reducción de volumen bajo presión).

La recuperación viscoelástica de los comprimidos es grande. Prácticamente la mayor parte (en promedio 90%) de la recuperación total del comprimido ocurre durante el tiempo utilizado para expulsarlo de la cámara de compactación. En ambos materiales, después de 24 horas de la expulsión del comprimido, los valores de recuperación aumentaban, a lo mucho, sólo 3.8 puntos porcentuales con respecto al valor de recuperación a cero horas.

La distribución de esfuerzos en el material no es uniforme, prueba de ello son los valores mucho mayores a la unidad (excepto para SV en la etapa 2) que resultan de la relación Esfuerzo axial/Esfuerzo radial. Es conveniente resaltar la importancia de la velocidad de aplicación de la carga, ya que influye considerablemente en la medición de las resistencias axial y radial (se recuerda que en este trabajo se usó una velocidad de 5 mm/min).

De particular interés resulta la diferencia en la ruptura radial de los comprimidos de uno y otro material, es decir, las forma general de la curva esfuerzo-deformación de la resistencia radial varía de un material a otro (ver figuras IV.21 y IV.27). Para llegar al esfuerzo máximo, en ambos materiales se observa un comportamiento prácticamente lineal, siendo el comportamiento posterior la diferencia sustancial, ya que mientras para BG la curva desciende lineal y abruptamente después del esfuerzo máximo, la curva para SV desciende más gradualmente de una manera no precisamente lineal. Esto indica que la propagación de la fractura ocurre de diferente manera en cada medio.

Se plantea ahora una hipótesis que se relaciona con la variación de las propiedades mecánicas en general. Se explican dos de sus posibles variantes, considerando en particular la disminución del módulo axial con el aumento del lubricante.

Si el porcentaje de lubricante es pequeño, sus partículas tienden a permanecer “aisladas”, distribuidas localmente, facilitando el flujo en sus zonas de influencia. Al aumentar la presión y el esfuerzo de contacto, si las partículas de lubricante son más plásticas o más frágiles, se

difunden o se rompen primero y al desintegrarse, su masa actúa en los contactos entre partículas de arcilla. Si no se rompen o no ceden plásticamente, siguen entonces ahí, actuando puntualmente. Cuando la cantidad de lubricante aumenta y se vuelve relativamente grande, puede ser que siga facilitando el flujo de las partículas de arcilla, pero su efecto se manifieste también ahora en el grado de consolidación, de tal forma que las uniones en el medio sean más débiles. En este punto, es de gran importancia mencionar que el estearato de magnesio no logra formarse en tabletas (se hicieron algunos experimentos que mostraron este hecho) por lo que es muy probable que mecánicamente no contribuye a la consolidación del medio.

Entonces, el lubricante puede quedar ya sea en forma de partículas discretas dispersas, o bien difundirse en el medio formando una especie de red que impide una consolidación adecuada. Esto dependerá de su interacción con el material principal (arcilla). Con base en ésta hipótesis se analiza ahora el comportamiento de cada material.

El efecto del lubricante en **BG** puede tratarse de la siguiente manera:

Las partículas del lubricante quedan dispersas y en contacto con partículas de arcilla a su alrededor. Estos contactos lubricante-arcilla son nulos en el sentido de que en ellos no ocurre la consolidación, es decir aunque la partícula de lubricante está presente, no ejerce acción mecánica (ni de otro tipo) sobre las partículas de arcilla que la rodean. En este sentido, esto equivaldría a quitar partículas (masa) de lubricante del medio, quedando huecos que no ejercen fuerzas. Las partículas de arcilla pueden conservar aún cierta interacción entre ellas, y la fracción de interacción arcilla-arcilla perdida por cada partícula a consecuencia del lubricante, se representa por κ . Si la partícula lubricante está en contacto con m partículas arcilla (m es el número de coordinación del lubricante), se “eliminará” adicionalmente, una fracción κm de masa de partículas de arcilla. En total se eliminarán $1 + \kappa m$ partículas (1 de lubricante más cierta proporción de partículas de arcilla).

Si en un empaquetamiento de esferas iguales, el porcentaje volumétrico de lubricante se representa por:

$$\% \text{ lub} = \frac{1}{m+1} \quad (\text{D1})$$

entonces

$$m+1 = \frac{1}{\% \text{ lub}} \quad (\text{D2})$$

Y después de algunas combinaciones algebraicas, la fracción de partículas perdida es:

$$\frac{\text{vol. perdido}}{\text{vol. total}} = \frac{1 + \kappa m}{m+1} = \% \text{ lub}(1 - \kappa) + \kappa \quad (\text{D3})$$

De aquí, al aumentar el porcentaje de lubricante, aumentan los contactos “nulos” y la proporción de masa de arcilla “inerte”, y entonces el efecto del lubricante no es lineal, sino que se

amplifica. Esto explica el parámetro A presentado en el capítulo de resultados, y que se interpreta como el número de contactos efectivos del lubricante (es decir un número de coordinación efectivo m' , que simboliza los contactos inertes).

En cuanto a SV , las propiedades mecánicas y el módulo en particular, caen abruptamente para la etapa 2 (porcentajes de lubricante mayores a 1%). Se puede entonces pensar en que a partir de 1% en adelante, hay suficiente cantidad de lubricante para la formación de una matriz del mismo a manera de red difusa en el medio, que no permite mayor interacción entre las partículas de arcilla y esto cae en el segundo caso planteado en la hipótesis.

Continuando con los demás aspectos, la presencia de lubricante facilita, definitivamente, la eyección de los comprimidos ayudando con esto a la obtención de tabletas con un mejor aspecto y calidad superficial cuando el porcentaje de lubricante es menor a 1%. Sin lubricante, el comprimido tendía a maltratarse debido a que la fricción con la pared demandaba cargas mucho mayores para expulsarlo.

Se hace patente la necesidad de investigar los mecanismos de densificación (fractura tensil, flujo elasto-plástico) y de consolidación predominantes en los dos materiales, con y sin lubricante, ya que en general, el efecto del lubricante puede depender en gran parte de esos mecanismos. Esto es muy importante ya que por ejemplo, otras investigaciones realizadas con diferentes materiales, han reportado que la formación de una película de lubricante alrededor de las partículas del excipiente, mejora la fluidez, pero contrarresta la formación de enlaces durante la compactación.

En la medición de la magnitud de algunas propiedades consideradas también en estudios previos (Viseras y Salazar), no se tomó en cuenta (o al menos no se menciona) la deformación del pistón (y cojinete) en la aplicación de la carga. En el trabajo presente, se consideró este importante detalle, ya que el pistón se comprimía 1.9 mm aproximadamente, en la carga máxima (al hacer cálculos sin dicha corrección, se llegaba a resultados un tanto exagerados, por ejemplo en la altura del comprimido al final de la compactación y en el porcentaje de deformación).

IV.IX.1.1 Sobre el modelo teórico y su comparación con el módulo experimental

Se trabajó sobre un modelo teórico que toma en cuenta gran parte de los factores que influyen en el comportamiento mecánico del medio granular. Por el alcance inicialmente planteado para este trabajo, se puede decir, con la prudencia pertinente, que el modelo es completo y produjo muy buenos resultados.

Para BG, la curva del módulo teórico abarca la región de 0 a 32 % de deformación y concuerda extremadamente bien con la del módulo experimental del material (figuras IV.34 y IV.35). Para SV, aunque la curva teórica llega a 61% de deformación, la concordancia es menos buena que en el caso de BG, presentando un mejor ajuste en el intervalo de 15 a 30 % de deformación (figuras IV.36 y IV.37). En ambos casos, hay que recordar que la curva teórica representa un modelo basado en deformaciones elásticas pequeñas de las partículas. La curva teórica termina (punto máximo) en donde la deformación implica que la porosidad ha llegado a cero, ya que no tiene sentido tomar en cuenta porosidades negativas, pero esto no significa que en este punto el

medio esté completamente consolidado. Entonces, para que la curva teórica abarcara toda la deformación (que en ambos casos llega a 75%), o al menos un mayor intervalo, se necesitaría otro modelo que incluyera los efectos del flujo plástico y/o fractura de partículas que culminan la consolidación, y que limitara los efectos elásticos hasta cierto rango. Con base en esto, y en relación con la aplicación práctica de los comprimidos, puede decirse que los valores máximos del módulo teórico no serían suficientes para ese propósito, ya que el medio no estaría completamente consolidado y el material no tendría las propiedades adecuadas.

El modelo permite “jugar” con los diferentes parámetros involucrados en las ecuaciones, es decir, permite mantener constantes a algunos para estimar otros. Cabe complementar esto diciendo que el módulo de “rigidez” del material es instantáneo y no lineal, ya que la curva esfuerzo-deformación tampoco es lineal, y no es acertado considerar un módulo total constante o lineal como en mecánica de suelos, ya que varía a cada momento y la suposición de que las constantes elásticas pueden determinarse a partir del estado elasto-plástico es intrínsecamente inconsistente.

IV.IX.2 BENTONITA DE GÁDOR

La densidad de BG sin lubricante antes de compactar mostró valores de alrededor de 1.44 g/ml, y desciende según la cantidad de lubricante presente, siendo de 1.27 g/ml cuando hay un 16 % de lubricante. Sucede lo mismo con la densidad de los comprimidos recién expulsados variando de 2.02 a 1.78 g/ml con 0 y 16 % de lubricante respectivamente.

La deformación en las curvas de compactación (figura IV.11), tiende a disminuir conforme el porcentaje de lubricante aumenta. Para los porcentajes de compactación corregidos, la tendencia con respecto al porcentaje de lubricante también es de disminución, aunque muy ligeramente (de 43 a 39 %).

Aunque la tendencia de disminución es pequeña y podría entrar en el margen de incertidumbre, se plantea la siguiente hipótesis para este fenómeno:

Inicialmente, todas las curvas de compactación coinciden más o menos, es decir desde el principio de la deformación hasta que ésta comienza a dejar la zona elástica. La separación entre curvas se acentúa conforme éstas crecen, y esta separación origina la diferencia entre las deformaciones máximas, es decir, la diferencia recae principalmente en la región plástica final. Entonces, puede ser que en la fase de deformación elástica, el lubricante se manifieste más o menos igual, independientemente de su cantidad. En cambio, tal vez su influencia sea más notable en la fase de consolidación plástica y cuando está presente en mayor proporción de alguna manera fomenta la consolidación (creación de uniones permanentes). Al “soldarse” el material con mayor rapidez, se requeriría un esfuerzo mayor para deformarlo aún más. Por esto, con mayor cantidad de lubricante, para el mismo esfuerzo final aplicado, el material se deforma menos.

Puede pensarse que esta hipótesis se opone a la de “eliminación de masa”, presentada en la sección IV.IX.1, pero se entiende que precisamente esta contraposición de ideas puede abrir líneas de investigación para la certificación de una u otra hipótesis.

La recuperación, con todas las composiciones estudiadas es considerable. Los valores medios de recuperación para después de 24 horas oscilaron entre 15 y 21.9%, por lo que se aproximan siempre al 50 % de la compactación que el material mostró (39 a 43%), y para una misma composición la recuperación nunca es menor al 36.7 % de la compactación.

Tanto la resistencia axial como la radial tienden a disminuir conforme el porcentaje de lubricante aumenta. El módulo elástico axial, presentaría una tendencia de disminución que sería uniforme y gradual (desde 270 MPa sin lubricante, hasta 128 MPa con 16%), a no ser por el valor en la composición de 4%, en la que el módulo se incrementa nuevamente a 268 MPa.

Los valores medios de la relación de resistencias (E_a/E_r) son siempre mayores a 7.4, aunque más o menos estables a excepción del valor correspondiente a 16%. donde aumenta abruptamente a 14.5. Esto puede indicar que el uso del lubricante en grandes porcentajes, no necesariamente mejora la distribución de esfuerzos en el material.

Los comprimidos de BG presentan una muy buena apariencia y consistencia. siendo mejores en este aspecto que los de SV. En cuanto a la prueba de friabilidad, los comprimidos con 0 a 4% de lubricante perdían únicamente un promedio de 0.03 g después de 120 minutos de desgaste, a partir de 4% de lubricante, la tendencia de los comprimidos a perder peso fue mayor, perdiendo 0.12 g con 16% de lubricante.

IV.IX.3 SEPIOLITA DE VICÁLVARO

La densidad de SV sin lubricante antes de compactar mostró en promedio valores de alrededor de 0.71 g/ml. La densidad de los comprimidos (a 24 horas) con respecto a su porcentaje de lubricante, aumenta de la siguiente manera: sin lubricante es de 1.22 g/ml, y con porcentajes de 0.5% a 1.3 % se encuentra entre 1.32 y 1.36 g/ml (recordar que con más lubricante, el material ya no consolidaba).

Hay una transición importante en el intervalo de 1.0 a 1.3 % de lubricante, porque dentro de él, existen notables problemas en la consolidación de comprimidos. Para porcentajes mayores a 1.3 ya no hay tal consolidación.

En cuanto al porcentaje de compactación, éste aumenta ligeramente con la adición de lubricante ya que presenta su valor más bajo (58 %) cuando la arcilla no lo contiene, y la mayor compactación (65%) se dio con un 0.5 %. Con mayores porcentajes de lubricante que éste último la tendencia en la compactación era de disminución con variaciones muy pequeñas, pero nunca por debajo de 60.5 %.

También para este material, la recuperación, con todas las composiciones estudiadas es considerable. Los valores medios de recuperación para después de 24 horas oscilaron entre 28.7 y 32.4%, y similarmente que en BG, se aproximan siempre al 50 % del porcentaje de compactación que SV mostró (58 a 65%).

Los valores de resistencia axial de los comprimidos de la etapa 1 alternan entre valores de 34 MPa (480.2 kg) para 0 y 1% de lubricante y 24 MPa (340 kg) para 0.5 y 1.2 %. Los valores medios de resistencia radial (incluyendo a la etapa 2) fueron muy pequeños, entre 0.41 y 0.91

MPa (5 y 10.6 kg respectivamente), correspondiendo el valor más bajo para la arcilla sin lubricante y el valor más alto para 1%, y el comportamiento es estable.

Para los comprimidos correspondientes a la etapa 2, ocurrió una disminución drástica en los valores de resistencia axial, ya que oscilaron entre 2.06 y 2.23 Mpa (29.1 y 31.6 kg). De hecho se tuvieron problemas para la obtención de los comprimidos sin lubricante, ya que algunos presentaban fallas y era necesario “fabricar” otros. Al buscar una explicación rápida a este fenómeno, las opciones de respuesta son escasas, ya que las condiciones de experimentación trataron de conservarse constantes en la medida de lo posible, a excepción de un detalle que se comenta enseguida. Para la segunda etapa de experimentación, la Sepiolita de Vicálvaro se mantuvo (por descuido) en el desecador durante más tiempo, es decir varios días en lugar de solamente 24 horas. Esto pudo haber influido posiblemente en la cantidad de humedad contenida en el material, y esto a su vez se manifestó en la resistencia axial y en la consolidación y expulsión de los comprimidos, principalmente cuando no contenían lubricante. Asimismo, la friabilidad fue más alta en los comprimidos sin lubricante. La resistencia radial, que es de por sí muy baja, tal vez no alcanza a manifestar algún cambio, ya que es estable. De esta manera, la idea es, que el contenido de humedad podría ser muy importante y se necesita estudiar la influencia de su variación en la consolidación del material.

Los módulos elásticos axiales, presentan valores que bien tienden a 220 MPa (etapa 1), o bien se sitúan alrededor de 18 MPa (etapa 2). Es de notar también aquí el drástico descenso en el comportamiento de los comprimidos de la etapa 2 y su relación con lo explicado en los aspectos generales (IV.IX.1) y en el párrafo anterior.

La relación de resistencias (E_a/E_r), en la etapa 1 presenta su mayor valor (77.4) en los comprimidos sin lubricante, para después descender y mantenerse estable alrededor de 35 cuando hay lubricante presente. Aunque ese segundo valor sigue siendo muy alto, el descenso indica que el uso del lubricante mejoró la distribución de esfuerzos en el material. En cuanto a la etapa 2, el cambio en la resistencia axial indujo una mejoría en esta relación.

Los comprimidos de SV son más “ásperos” (menos lisos al tacto) y tienen una mayor tendencia a desmoronarse, sin que por ello su apariencia y consistencia dejen de ser buenas. En cuanto a la prueba de friabilidad, los comprimidos sin lubricante fueron los más desgastados perdiendo en promedio de 0.56 g después de 120 minutos de prueba, y los que presentaron menor desgaste fueron los de 0.4% de lubricante.

CONCLUSIONES

- Este trabajo incluye aspectos experimentales de uso práctico y aspectos teóricos. Los primeros se relacionan, principalmente, con la manufactura de comprimidos farmacéuticos. Los segundos se orientan al desarrollo de una relación constitutiva para un medio granular, partiendo de la mecánica en el nivel de contacto interparticular.
- Se estudió experimentalmente el comportamiento mecánico de los materiales Bentonita de Gádor y Sepiolita de Vicálvaro con la adición de varios porcentajes de un lubricante. El lubricante usado fue estearato de magnesio. Se efectuaron pruebas de compactación, eyección, resistencia axial, resistencia radial y friabilidad, que arrojaron resultados cualitativos y cuantitativos, enunciados resumidamente enseguida:

Los dos materiales tienen alta capacidad para reducir su volumen bajo presión y consolidarse en tabletas sólidas. En promedio BG se compactó 41% y SV 62%.

El porcentaje máximo de lubricante que puede considerarse conveniente por sus efectos benéficos en algunas de las propiedades mecánicas, es de 1% (valores menores a 1% para SV, pudiendo ser igual a 1% para BG). En ese rango, el lubricante mejora la compactibilidad (formado de tabletas), aunque no necesariamente la compresibilidad (reducción de volumen bajo presión).

En promedio, la recuperación total en BG fue de 17% y en SV de 31%. El 90% de la recuperación total del comprimido ocurre durante su eyección.

El lubricante facilita la eyección de los comprimidos y con una cantidad de lubricante adecuada (menos de 1% para SV y menos de 2% para BG), se obtienen comprimidos con mejor aspecto y calidad superficial. Sin lubricante, el comprimido tiende a maltratarse en la eyección.

Los comprimidos de un mismo material muestran una forma típica de fractura (radial o axial), es decir, la forma de ruptura radial varía de un material a otro, siendo también así en la ruptura axial.

- Se planteó una hipótesis que relaciona la presencia de lubricante con la variación de las propiedades mecánicas de un medio granular en general. La hipótesis considera dos posibilidades: 1) el lubricante vuelve inerte mecánicamente a cierto porcentaje del material, es decir, la adición de lubricante equivale a disminuir el número efectivo de contactos entre partículas, 2) Llega a formarse una red de lubricante difundida en el medio que afecta a la consolidación.
- Se presentó un modelo teórico para el módulo de rigidez del material. El modelo representa la etapa elástica del módulo e integra gran parte de los factores que intervienen en el comportamiento mecánico del medio. La curva del módulo teórico concuerda muy bien con la del módulo experimental en el rango de deformación correspondiente.

ORIENTACIÓN PARA INVESTIGACIONES FUTURAS

Debe estudiarse la estructura del medio a nivel mesoscópico y microscópico, para conocer los mecanismos predominantes que intervienen en la consolidación en cada uno de los materiales (con y sin lubricante) y relacionarlos con el comportamiento macroscópico. En el caso de materiales con lubricante, sería especialmente interesante conocer la forma en que las partículas de esta segunda fase se combinan con el excipiente al ser mezclados y si después de la compactación, el lubricante se consolida en una fase continua (cuando se forma una película alrededor de las partículas del excipiente, mejorando la fluidez) o dispersa, y los efectos de uno u otro caso.

Pueden fabricarse cámaras de compactación (dados) instrumentadas, para medir la deformación que experimentan y conocer indirectamente la presión que el material ejerce en las paredes y en el pistón inferior. Para esto, y para estimar además la variación de la fricción pistón-cámara, se pueden emplear tres celdas de carga: una que mida la fuerza de compactación que ejerce el pistón superior, otra que mida la fuerza que experimenta el pistón inferior y la tercera cargando a la cámara de compactación, para medir la fuerza de que el material y pistón ejercen sobre ella.

La viscoelasticidad de los comprimidos puede depender posiblemente del aire atrapado en el medio. Para investigar al respecto, podría construirse una cámara de vacío dentro de la cuál se guarde la arcilla y ahí mismo se llene la cámara y se compacte el material mediante mecanismos controlados externamente a la cámara.

Obtener G , E y ν (módulo de corte, elástico y relación de poisson) de las pastillas mediante la medición de los esfuerzos y desplazamientos reales durante la ruptura radial y axial, utilizando métodos ópticos para una medición más exacta de los desplazamientos (ensanchamiento y contracción del comprimido).

Otras variantes en la experimentación contemplarían pruebas con otro lubricante y con diferentes velocidades de compactación. Debe pensarse también en la influencia del contenido de humedad en el material, aunque esto implica otras dificultades técnicas relacionadas con el control de esta variable.

Como una alternativa de la compactación uniaxial, existe la compactación triaxial. Experimentos complementarios podrían consistir en pruebas de permeabilidad del medio (inyección de un fluido), así como de solubilidad de comprimidos (desintegración dentro de un líquido).

Colateralmente al trabajo experimental, las áreas de investigación teórica y de simulación numérica evidentemente brindan oportunidades de exploración.

*All that is, was and will be
universe much too big to see
time and space never ending
disturbing thoughts, questions pending
limitations of human understanding
too quick to criticize
obligation to survive
we hunger to be alive*

*All that is, ever
ever was
will be ever
twisting
turning
Through the never*

*In the dark see past our eyes
pursuit of truth no matter where it lies
gazing up to the breeze of the heavens
on a quest, meaning, reason
came to be, how it begun
all alone in the family of the sun
curiosity teasing everyone
on our home, third stone from the sun*

THROUGH THE NEVER

(fragmento)

Letra y música por

METALLICA

REFERENCIAS Y BIBLIOGRAFÍA

1. American Society for Metals, Metals Handbook, Vol. 3, 9a. ed., (1978).
2. Bevington, P.R., Data reduction and error analysis for the physical sciences. McGraw-Hill, USA. 336 p. (1969).
3. Briscoe, B. J., Rough, S. L., The effects of wall friction in powder compaction. *Colloids and Surfaces - A - Physicochemical and Engineering Aspects.*, **137**, 103-116 (1998).
4. Cochran, W. G., Diseños experimentales -2a ed., Trillas, México (1990).
5. Córdova, M.A., Aplicación de velocimetría de partículas por imágenes a medios granulados y a fluidos. Tesis de licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México, México, 59 pág.. (1999).
6. Chang. C.S.. Sundaram, S., and Misra, A., Initial moduli of particulated mass with frictional contacts, *Int. J. Num. Analyt. Meth. Geomech.*, **13**, 629 – 644 (1989).
7. Chang. C.S.. Misra, A., Packing structure and mechanical properties of granulates. *J.Eng. Mech.* **116** (5), 1077- 1093 (1990).
8. Chang, C.S.. Misra, A., and Acheampong, K., Elastoplastic deformation for particulates with frictional contacts, *J.Eng.Mech.*, **118**(8). 1692 – 1707 (1992).
9. Chang, C.S., Micromechanical modelling of deformation and failure for granulates with frictional contacts. *Mechanics of materials*, **16**, 13 –24 (1993).
10. Çelik, M., The past, present, and future of tableting technology. *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **22**(1), 1-10 (1996).
11. Danjo, K., Kimura, H., Otsuka, A., Influence of punch velocity on the compressibility of granules. *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **22**(9&10), 933-942 (1996).
12. DjËran-Maigre, I., Tessier, D., Grunberger, D., Velde, B., Vasseur, G., Evolution of microstructures and of macroscopic properties of some clays during experimental compaction. *Marine and Petroleum Geology.*, **15**, 109-128 (1998).
13. Duberg, M., Nyström, C., Studies on direct compression of tablets. *Acta Pharm. Suec.*, **19**, 421-436 (1982).
14. Fleck, N.A.. On the cold compaction of powders. *J. Mech. Phys. Solids.* **43**(9), 1409-1431 (1995).

15. Hiestand, E.N., Mechanical properties of compacts and particles that control tableting success. *J. Pharm. Sci.*, **86**(9), 985-990 (1997).
16. Hwang, R.C., Parrott, E.L., Effect of binder and geometry of tablet on rate of wear, hardness and tensile strength. *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **19**(5), 507-519 (1993).
17. *Ibid*, Rate of wear of pharmaceutical tablets. *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **19**(11), 1317-1329 (1993).
18. *Ibid*, Effect of a lubricant on wear rate of tablets. *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **19**(12), 1379-1391 (1993).
19. Jaimes, J., Magaña, A., Meza, U., Diseño y construcción de una máquina vibratoria para flujos granulares. Tesis de licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México, México, 62 pág., (1997).
20. Jarosz, P.J., Parrott, E.L., Effect of tablet lubricants on axial and radial work of failure. *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **8**(3), 445-453 (1982).
21. Jones, T.M., The physico technical properties of starting materials used in tablet formulation. *Int. J. Pharm. Tech. & Prod. Mfr.*, **2**(2), 17-24 (1981).
22. Lordi, N.G., Cuitiño, A.M., Compaction of Pharmaceuticals. *MRS Bulletin - Materials Research Society.*, **22**, 34-37 (1997).
23. Mahrenholtz, O., Meussen, B., Experimental investigation of the uniaxial compression of a granular material with bonded grains. *Z. angew. Math. Mech.*, **77**, S201-S202 (1997).
24. McMeeking, R.M., Constitutive laws for sintering and pressing of powders. En: *Mechanics of granular materials and powder systems*. ASME, **37**, 51-60 (1992).
25. Mollan, M.J., Çelik, M., The effects of lubrication on the compaction and post-compaction properties of directly compressible maltodextrins. *Int. J. Pharm.*, **144**, 1-9 (1996).
26. Montgomery, D.C., *Design and analysis of experiments -4th ed.-*, John Wiley & Sons, USA, 704 pág., (1996).
27. Nyström, C., Malmqvist, K., Mazur, J., Measurement of axial and radial tensile strength of tablets and their relation to capping. *Acta Pharm. Suec.*, **15**, 226-232 (1978).
28. Parrott, E.L., Compression. En: *Pharmaceutical dosage forms: tablets*. 2a edición. H.A. Lieberman, L.Lanchman y J.B. Schwartz eds., Marcel Dekker, New York, **2**, 201-244 (1990).

29. Riepma, K.A., Vromans, H., Lerk, C.F., Coherent matrix model for the consolidation and compaction of an excipient with magnesium stearate. *Int. J. Pharm.*, **97**, 195-203 (1993).
30. Salazar, F.A., Estudio sobre la compactación de materiales granulares para la manufactura de comprimidos. Tesis de maestría. Universidad Nacional Autónoma de México, México, 69 pág., (1999).
31. Sawicki, A., Swidzinski, W., Elastic moduli of non-cohesive particulate materials, *Powder technology*, **98**, 24-32 (1998).
32. Schwartz, J.B., Nguyen, N.H., Schnaare, R.L., Compaction studies on beads: compression and consolidation parameters. *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **20**(20), 3105-3129 (1994).
33. Shangraw, R.F., Direct compression tableting. En: Encyclopedia of pharmaceutical technology. J. Swarbrick y J.C.Boylan eds., Marcel-Dekker, New York, **4**, 85-106 (1996).
34. Swartz, C.J., Development of IPT standards for tableting tools. *J. Pharm. Sci.*, **58**(4), 473-477 (1969).
35. Takeuchi, N., Kawai, T., A discrete limit analysis of granular materials including effects of the solid contact. En: Micromechanics of granular materials. M. Satake y J. Jenkins eds., Elsevier Science Publishers, Amsterdam, **20**, 103-112 (1988).
36. Viseras, I.C., Caracterización de distintos materiales de origen mineral para su empleo en la elaboración de medicamentos: esmectitas, paligorskitas, sepiolitas. Tesis Doctoral. Universidad de Granada, España, 250 pág., (1997).
37. Wang, C., Zhang, G., Shah, N.H., Infeld, M.H., Malick, A.W., McGinity, J.W., Compaction Properties of Spheronized Binary Granular Mixtures. *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **21**(7), 753 - 780 (1995).
38. Yliruusi, J.K., Merkkü, P., Hellén, L., Antikainen, O.K., A new method to evaluate the elastic behavior of tablets during compression, *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **23**(1), 63-68 (1997).
39. *Ibid*, New parameters derived from tablet compression curves. Part I. Force-time curve. *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **23**(1), 69-79 (1997).
40. *Ibid*, New parameters derived from tablet compression curves. Part II. Force-displacement curve. *Drug Dev. Ind. Pharm.*, **23**(1), 81-93 (1997).

ANEXO A

**TABLAS DE DATOS
DE LAS SERIES DE COMPRESIÓN**

Carga max: 5000 kg (Dcam=12.9 mm, > 375.3 Mpa)

Serie: 5BG2p0

# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	Carga Rad (kg)	Esf Rad (Mpa)	Carga Axi (kg)	Esf Axi (Mpa)	W exp (g)	dc (g/ml)		
1	5,43	4,09	3,23	40,46	376,14	3,67	3,69	14,14	13,03	13,10	1,55	13,33	1,72			0,99	2,3666		
2	5,55	4,08	3,36	39,42	377,13	3,68	3,69	9,76	13,05	13,10	1,55	18,22	2,35			0,97	2,2758		
3	5,40	4,07	3,23	40,28	376,01	3,69	3,73	15,66	13,03	13,09	1,47	19,74	2,52			0,98	2,3725		
4	5,55	4,11	3,33	39,93	376,01	3,69	3,71	11,28	13,05	13,11	1,63	16,03	2,06			0,99	2,2949		
5	5,40	4,05	3,24	40,02	376,89	3,67	3,62	11,76	13,03	13,09	1,47			270,98	19,75	0,99	2,3622		
6	5,38	4,12	3,15	41,52	376,14	3,63	3,69	17,29	13,04	13,08	1,40			259,36	18,94	0,98	2,432		
7	5,32	3,99	3,22	39,42	376,01	3,58	3,60	11,70	13,03	13,08	1,40			330,20	24,11	0,97	2,3739		
8	5,69	4,11	3,47	39,02	377,88	3,69	3,71	6,92	13,00	13,05	1,16			327,82	24,04	0,99	2,205		
Media	5,47		3,28	40,01	376,53	3,66	3,68	12,31	13,03	13,09	1,45	16,83	2,16	297,09	21,71	0,98	2,34		
Des est	0,12		0,10	0,78	0,70	0,04	0,05	3,31	0,02	0,02	0,14	2,79	0,35	37,17	2,75	0,01	0,07		
Co. var	2,22		3,13	1,95	0,19	1,06	1,24	26,89	0,12	0,14	9,77	16,56	16,28	12,51	12,68	0,90	3,08		
												Volumenes (ml)		Densidads (g/ml)		% Compctación=			
												Vo= 0,714		do= 1,400					
												Vc= 0,429		dc= 2,333					
												Ve= 0,489		de= 2,011					
												V ₂₄ = 0,495		d ₂₄ = 1,985					
														% Recup 0 hrs=		19,81		4,45111	
														% Recup 24 hrs=		14,95			

Serie: 5BG8p0																			
Carga max: 5000 kg (Dcam=12.9 mm, > 375.3 Mpa)																			
# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	Carga Rad (kg)	Esf Rad (Mpa)	Carga Axi (kg)	Esf Axi (Mpa)	W exp (g)	dc (g/ml)	Ve (ml)	
1	5,83	4,20	3,52	39,66	376,07	3,91	4,01	13,99	13,00	13,22	2,48	8,52	1,00			1,00	2,17	0,52	
2	5,66	4,06	3,50	38,25	376,45	3,80	3,88	11,02	13,00	13,15	1,94	8,27	1,01			0,97	2,19	0,50	
3	5,87	4,32	3,44	41,41	376,82	3,88	3,96	15,15	13,00	13,15	1,94	8,52	1,02			0,99	2,22	0,52	
4	5,87	4,04	3,72	36,66	376,07	3,88	3,93	5,70	13,00	13,13	1,78	11,13	1,35			0,99	2,06	0,52	
5	5,88	4,21	3,56	39,39	376,45	3,83	3,87	8,59	13,00	13,10	1,55			119,44	8,69	0,98	2,15	0,51	
6	5,94	4,45	3,38	43,16	376,45	3,90	3,94	16,71	13,01	13,13	1,78			111,56	8,08	1,00	2,27	0,52	
7	5,80	4,27	3,42	40,97	376,82	3,78	3,83	11,86	13,01	13,09	1,47			113,44	8,27	0,97	2,23	0,50	
8	5,70	4,31	3,28	42,49	375,73	3,75	3,80	15,92	13,01	13,12	1,71			101,82	7,39	0,98	2,33	0,50	
Media	5,82		3,48	40,25	376,36	3,84	3,90	12,37	13,00	13,14	1,83	9,11	1,10	111,57	8,11	0,99	2,20	0,51	
Des est	0,10		0,13	2,18	0,38	0,06	0,07	3,83	0,01	0,04	0,31	1,35	0,17	7,31	0,54	0,01	0,08	0,01	
Co. var	1,64		3,79	5,42	0,10	1,56	1,80	30,97	0,04	0,30	16,92	14,84	15,27	6,56	6,71	1,21	3,75	1,53	
										Densidads (g/ml)					Compctación=				
										do= 1,315					%				
										dc= 2,201					Recup 0 hrs=				
										de= 1,931					28,99 5,38408				
										d ₂₄ = 1,862					Recup 24 hrs=				
										15,38									

Serie: 5SV0p0																	
Carga max: 5000 kg (Dcam=12.9 mm, > 375.3 Mpa)																	
# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	Carga Rad (kg)	Esf Rad (Mpa)	Carga Axi (kg)	Esf Axi (Mpa)	W exp (g)	dc (g/ml)
1	10,96					5,60	5,75		13,17	13,25	2,71	6,49	0,53			0,96	1,71
2	11,05	8,47	4,47	59,57	375,94	5,63	5,74	28,47	13,20	13,30	3,10	6,34	0,52			0,98	1,55
3	10,60	7,57	4,92	53,55	375,94	5,46	5,60	13,73	13,20	13,30	3,10			401,29	28,34	0,94	1,45
4	10,93	7,55	5,27	51,80	375,94	5,51	5,70	8,20	13,18	13,30	3,10			395,15	27,90	0,96	1,45
5	10,45	8,02	4,32	58,65	374,95	5,55	5,65	30,76	13,18	13,28	2,95			503,27	35,64	0,97	1,77
6	10,70	8,84	3,75	64,98	374,95	5,66	5,76	53,72	13,20	13,27	2,87			481,73	34,17	0,97	2,04
7	10,05	7,98	3,96	60,58	375,32	5,66	5,70	43,87	13,20	13,28	2,95	3,61	0,30			0,95	1,93
8	10,50	7,74	4,65	55,75	375,46	5,56	5,66	21,83	13,24	13,30	3,10	3,38	0,28			0,97	1,65
Media	10,66		4,48	57,84	375,50	5,58	5,70	28,65	13,20	13,29	2,98	4,96	0,41	445,36	31,51	0,96	1,73
Des est	0,33		0,53	4,50	0,45	0,07	0,06	16,08	0,02	0,02	0,14	1,69	0,14	55,20	3,97	0,01	0,21
Co. var	3,10		11,81	7,78	0,12	1,29	0,98	56,13	0,16	0,14	4,81	34,10	33,56	12,39	12,59	1,33	11,91
										Volumenes (ml)		Densidads (g/ml)		Compctación=			
										Vo= 1,393		do= 0,718					
										Vc= 0,585		dc= 1,709		% Recup 0 hrs=		26,19	
										Ve= 0,763		de= 1,261					
										V ₂₄ = 0,789		d ₂₄ = 1,219		Recup 24 hrs=		28,66	

Serie: 5SV0p5																	
Carga max: 5000 kg (Deam=12.9 mm, > 375.3 Mpa)																	
# Pas	Ho (mm)	Displa y (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	Carga Rad (kg)	Esf Rad (Mpa)	Carga Axi (kg)	Esf Axi (Mpa)	W exp (g)	dc (g/ml)
2	10,79	8,86	3,82	64,57	374,78	5,15	5,31	38,90	13,20	13,29	3,02	10,51	0,93			1,01	2,00
2	10,15	8,56	3,49	65,67	375,66	4,98	5,15	47,78	13,20	13,32	3,26	7,77	0,71			0,98	2,20
3	10,93	8,91	3,91	64,25	374,95	5,17	5,39	37,92	13,19	13,32	3,26	8,15	0,71			1,01	1,96
4	10,54	8,53	3,90	62,97	374,95	5,10	5,29	35,54	13,18	13,30	3,10	9,14	0,81			1,00	1,96
5	11,10	9,13	3,86	65,23	374,17	5,17	5,38	39,41	13,19	13,32	3,26			355,31	25,01	1,00	1,98
6	11,45	9,39	3,95	65,52	373,19	5,24	5,45	38,04	13,19	13,30	3,10			340,94	24,07	1,01	1,94
7	11,20	9,35	3,74	66,62	375,66	5,16	5,35	43,09	13,19	13,29	3,02			331,82	23,47	1,01	2,05
8	11,07	9,05	3,91	64,67	374,20	5,16	5,34	36,54	13,18	13,28	2,95			389,66	27,60	1,01	1,96
Media	10,90		3,82	64,94	374,79	5,14	5,33	39,65	13,19	13,30	3,12	8,89	0,79	354,43	25,04	1,00	2,00
Des est	0,41		0,15	1,09	0,83	0,08	0,09	3,98	0,01	0,02	0,12	1,22	0,11	25,40	1,82	0,01	0,08
Coef Var	3,74	#####	3,95	1,68	0,22	1,47	1,67	10,03	0,06	0,12	3,93	13,76	13,38	7,17	7,27	1,06	4,20
Volumenes (ml)																	
Densidads (g/ml)																	
do= 0,702																	
dc= 2,002																	
de= 1,429																	
V ₂₄ = 0,741																	
Compctación=																	
64,95																	
% Recup 0 hrs=																	
28,63																	
%Recup 24 hrs=																	
32,35																	

Serie: 5SV1p1		Carga max: 5000 kg (Dcam=12.93 mm, > 373.6 Mpa)															
# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	Carga Rad (kg)	Esf Rad (Mpa)	Carga Axi (kg)	Esf Axi (Mpa)	W exp (g)	dc (g/ml)
1	11,22	8,80	4,34	61,34	373,14	5,49	5,60	29,09	13,23	13,31	3,18	5,60	0,47			1,01	1,7637104
2	11,03	8,61	4,34	60,65	373,92	5,34	5,54	27,71	13,20	13,31	3,18	6,15	0,52			1,01	1,7627848
3	10,90	8,82	4,00	63,26	373,51	5,27	5,48	36,85	13,19	13,32	3,26	8,05	0,69	26,00	1,83	1,00	1,9106926
4	10,77	8,62	4,07	62,24	373,34	5,29	5,45	34,02	13,24	13,33	3,33			34,74	2,46	1,01	1,8814319
5	10,83	8,69	4,06	62,53	374,63	5,31	5,48	35,05	13,20	13,29	3,02					***	1,8855278
6	11,05	8,97	4,00	63,77	373,88	***	***		***	***						***	1,9112319
7	10,80	8,72	4,00	62,96	373,34	***	***		***	***						***	1,9125973
8	11,25	9,20	3,97	64,71	372,60	5,38	5,47	37,79	13,19	13,29	3,02			31,62		1,01	1,9273243
Méda	10,98		4,10	62,68	373,55	5,35	5,50	33,42	13,21	13,31	3,17	6,60	0,56	30,79	2,14	1,01	1,87
Des est	0,19		0,15	1,30	0,61	0,08	0,06	4,13	0,02	0,02	0,12	1,29	0,11	4,43	0,45	0,01	0,07
Co var	1,70		3,72	2,08	0,16	1,50	1,03	12,36	0,16	0,12	3,92	19,51	20,56	14,39	20,78	0,51	3,60
Volumenes (ml)										Compctación=							
Vo= 1,435										do= 0,697							
Vc= 0,536										dc= 1,867		% Recup 0 hrs=					
Ve= 0,733										de= 1,374							
V ₂₄ = 0,766										d ₂₄ = 1,315		Recup 24 hrs=					
										62,69							
										26,41							
										29,58							

Serie: 5SV1p0																	
Carga max: 5000 kg (Dcam=12.9 mm, > 375.3 Mpa)																	
# Pas	Ho (mm)	Displa y (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	Carga Rad (kg)	Esf Rad (Mpa)	Carga Axi (kg)	Esf Axi (Mpa)	W exp (g)	dc (g/ml)
1	10,75	8,80	3,84	64,30	376,09	5,19	5,34	39,13	13,18	13,28	2,95	9,75	0,86			1,00	1,99
2	10,91	8,65	4,15	61,97	374,51	5,35	5,53	33,29	13,18	13,30	3,10	11,51	0,98			1,00	1,84
3	10,56	8,49	3,96	62,46	374,94	5,06	5,19	30,93	13,18	13,25	2,71			489,35	34,82	1,00	1,93
4	10,60	8,57	3,92	63,00	374,57	5,03	5,16	31,57	13,17	13,27	2,87			502,25	35,63	0,98	1,95
5	10,91	8,57	4,23	61,21	375,20	5,28	5,47	29,25	13,20	13,30	3,10			446,91	31,56	1,00	1,81
6	11,15	9,05	3,99	64,21	376,33	5,25	5,43	36,06	13,18	13,30	3,10			482,07	34,04	1,00	1,92
7	11,10	8,80	4,19	62,27	374,20	5,35	5,52	31,81	13,20	13,31	3,18	11,39	0,97			1,00	1,83
8	11,35	9,17	4,07	64,17	375,33	5,26	5,51	35,48	13,22	13,32	3,26	9,60	0,82			1,00	1,88
Media	10,92		4,04	62,95	375,15	5,22	5,39	33,44	13,19	13,29	3,03	10,56	0,91	480,15	34,01	1,00	1,89
Des est	0,28		0,14	1,17	0,76	0,13	0,15	3,24	0,02	0,02	0,18	1,03	0,08	23,68	1,76	0,01	0,06
Co. var	2,52		3,42	1,86	0,20	2,48	2,75	9,69	0,12	0,17	5,87	9,73	8,82	4,93	5,17	0,71	3,43
					Volumenes (ml)		ensdads (g/ml)			% Compctación=		62,96					
					V ₀ = 1,427		d ₀ = 0,701										
					V _c = 0,529		dc= 1,892			% Recup 0 hrs=		26,01					
					V _e = 0,713		de= 1,400										
					V ₂₄ = 0,748		d ₂₄ = 1,333			%Recup 24 hrs=		29,55					

Serie: 5SV1p2

Carga max: 5000 kg (Dcam=12.9 mm, > 375.3 Mpa)

# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	Carga Rad (kg)	Esf Rad (Mpa)	Carga Axi (kg)	Esf Axi (Mpa)	W exp (g)	dc (g/ml)						
1	10,46	8,49	3,86	63,06	376,44	111	111	111	111	111	111	111	111	111	111	111	1,98						
2	10,49	8,61	3,77	64,06	375,69	111	111	111	111	111	111	111	111	111	111	111	2,03						
3	10,55	8,57	3,87	63,30	376,03	5,16	5,31	37,14	13,19	13,30	3,10	8,27	0,73	111	111	1,00	1,98						
4	10,97	9,23	3,63	66,89	374,53	111	111	111	111	111	111	111	111	111	111	111	2,11						
5	11,10	9,13	3,86	65,23	374,53	5,19	5,38	39,41	13,17	13,29	3,02	6,53	0,57	341,19	24,13	1,00	1,98						
6	11,13	9,17	3,85	65,44	374,19	5,13	5,26	36,73	13,19	13,29	3,02			292,84	20,74	0,99	1,99						
7	10,76	8,91	3,74	65,26	374,94	5,15	5,29	41,52	13,17	13,28	2,95			354,56	25,11	1,00	2,05						
8	10,66	8,60	3,95	62,91	375,32	5,16	5,33	34,80	13,17	13,28	2,95					1,01	1,94						
Media	10,77		3,82	64,52	375,21	5,16	5,31	37,92	13,18	13,29	3,01	7,40	0,65	329,53	23,33	1,00	2,01						
Des est.	0,27		0,10	1,41	0,80	0,02	0,05	2,60	0,01	0,01	0,06	1,23	0,11	32,47	2,29	0,01	0,05						
Co: var	2,52		2,61	2,19	0,21	0,42	0,85	6,85	0,08	0,06	2,16	16,63	17,49	9,85	9,83	0,71	2,65						
												Carga Rad (kg)		Esf Rad (Mpa)		Carga Axi (kg)		Esf Axi (Mpa)		W exp (g)		dc (g/ml)	
												64,54		0,65		329,53		23,33		1,00		2,01	
												Compctación=											
												64,54											
												%		%		%		%		%		%	
												Recup 0 hrs=		Recup 0 hrs=		Recup 0 hrs=		Recup 0 hrs=		Recup 0 hrs=		Recup 0 hrs=	
												29,09		29,09		29,09		29,09		29,09		29,09	
												%		%		%		%		%		%	
												Recup 24 hrs=		Recup 24 hrs=		Recup 24 hrs=		Recup 24 hrs=		Recup 24 hrs=		Recup 24 hrs=	
												32,30		32,30		32,30		32,30		32,30		32,30	
												Densidads (g/ml)		Densidads (g/ml)		Densidads (g/ml)		Densidads (g/ml)		Densidads (g/ml)		Densidads (g/ml)	
												do= 1,407		do= 10,711		do= 10,711		do= 10,711		do= 10,711		do= 10,711	
												Vc= 0,499		dc= 2,005		dc= 2,005		dc= 2,005		dc= 2,005		dc= 2,005	
												Ve= 0,704		de= 1,421		de= 1,421		de= 1,421		de= 1,421		de= 1,421	
												V ₂₄ = 0,737		d ₂₄ = 1,357		d ₂₄ = 1,357		d ₂₄ = 1,357		d ₂₄ = 1,357		d ₂₄ = 1,357	

Serie: 5SV1p3		Carga max 5000 kg (Dcam=12 93 mm, > 373.6 Mpa)															
# Pas	Ho (mm)	Displa y (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	Carga Rad (kg)	Esf Rad (Mpa)	Carga Axi (kg)	Esf Axi (Mpa)	W exp (g)	dc (g/ml)
1	10,84	8,66	4,10	62,22	373,51	5,27	5,47	33,56	13,20	13,31	3,18	8,45	0,72	25,37	1,79	1,00	1,8681778
2	10,77	8,58	4,11	61,86	372,19	5,32	5,48	33,40	13,20	13,31	3,18	9,99	0,86	31,75	2,24	1,02	1,8625858
3	10,77	8,79	3,90	63,77	371,65	5,32	5,45	39,68	13,21	13,31	3,18			30,25	2,14	0,99	1,9609189
4	10,85	8,79	3,98	63,30	372,39	5,31	5,45	36,87	13,21	13,29	3,02			30,25	2,14	1,00	1,9215218
5	10,74	8,83	3,83	64,33	372,02	5,32	5,46	42,53	13,19	13,29	3,02					***	1,9973392
6	10,74	8,73	3,93	63,44	374,09	****	****	****	***	***	***					***	1,9485024
7																1,00	
8																1,00	
Media	10,79		3,97	63,15	372,64	5,31	5,46	37,21	13,20	13,30	3,12	9,22	0,79	29,12	2,06	1,00	1,93
Des est	0,05		0,11	0,94	0,95	0,02	0,01	3,95	0,01	0,01	0,08	1,10	0,09	3,33	0,24	0,01	0,05
Co. var	0,45		2,77	1,49	0,25	0,41	0,24	10,61	0,06	0,08	2,72	11,88	11,76	11,44	11,60	0,95	2,77
Volumenes (ml)												Compctación=					
Vo= 1,410												do= 0,709					
Vc= 0,519												dc= 1,925		% Recup 0 hrs=			
Ve= 0,727												de= 1,380					
V ₂₄ = 0,759												d ₂₄ = 1,321		%Recup 24 hrs=			
												63,15					
												28,31					
												31,38					

Serie: 5SV1p5						Carga max: 5000 kg (Dcam=12.9 mm, > 375.3 Mpa)		
# Pas	Ho (mm)	Displ y (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)			
1	10,60	8,40	4,09	61,45	375,33	Volumenes (ml)		
2	10,93	8,61	4,21	61,48	376,09	Vo= 1,403		
3	10,80	8,45	4,25	60,69	374,96	Vc= 0,534		
4	10,81	8,43	4,27	60,51	376,09			
5	10,70	8,61	3,98	62,80	374,21	Densdads (g/ml)		
6	10,47	8,38	3,98	61,95	376,09	do= 0,713		
7	10,85	8,76	3,98	63,33	374,21	dc= 1,871		
8	10,73	8,66	3,96	63,13	374,21			
Media	10,74		4,09	61,92	375,15			
Des est	0,15		0,13	1,08	0,88			
Co. var	1,37		3,26	1,74	0,23			
Nota: NO lograron consolidarse.						Compctación= 61,92		
Serie: 5SV2p0						Carga max: 5000 kg (Dcam=12.9 mm, > 375.3 Mpa)		
# Pas	Ho (mm)	Displ y (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)			
1	10,95	8,69	4,15	62,12	375,24	Volumenes (ml)		
2	10,43	8,29	4,03	61,40	375,99	Vo= 1,411		
3	10,85	8,46	4,28	60,53	374,48	Vc= 0,539		
4	11,05	8,76	4,18	62,18	375,99			
5	10,99	8,90	3,98	63,77	375,77	Densdads (g/ml)		
6	10,86	8,77	3,98	63,39	374,63	do= 0,709		
7	10,78	8,46	4,21	60,93	376,07	dc= 1,856		
8	10,47	8,18	4,18	60,11	374,12			
Media	10,80		4,12	61,80	375,29			
Des est	0,23		0,11	1,31	0,78			
Co. var	2,14		2,76	2,12	0,21			
						Compctación= 61,82		
Serie: 5SV4p0						Carga max: 5000 kg (Dcam=12.9 mm, > 375.3 Mpa)		
# Pas	Ho (mm)	Displ y (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)			
1	10,45	8,24	4,10	60,76	374,57	Volumenes (ml)		
2	10,59	8,39	4,09	61,38	373,07	Vo= 1,339		
3	10,38	8,06	4,21	59,44	374,19	Vc= 0,529		
4	10,28	8,16	4,01	60,95	374,94			
5	9,55	7,58	3,86	59,58	376,07	Densdads (g/ml)		
6	10,26	8,03	4,12	59,87	374,94	do= 0,747		
7	10,35	8,18	4,06	60,81	375,33	dc= 1,889		
8	10,10	8,03	3,96	60,82	376,46			
Media	10,25		4,06	60,46	374,96			
Des est	0,32		0,11	0,72	1,07			
Co. var	3,08		2,65	1,18	0,28			
						Compctación= 60,46		

ANEXO B

**CURVAS ESFUERZO - DEFORMACIÓN
DE LA COMPACTACIÓN**

BENTONITA DE GÁDOR

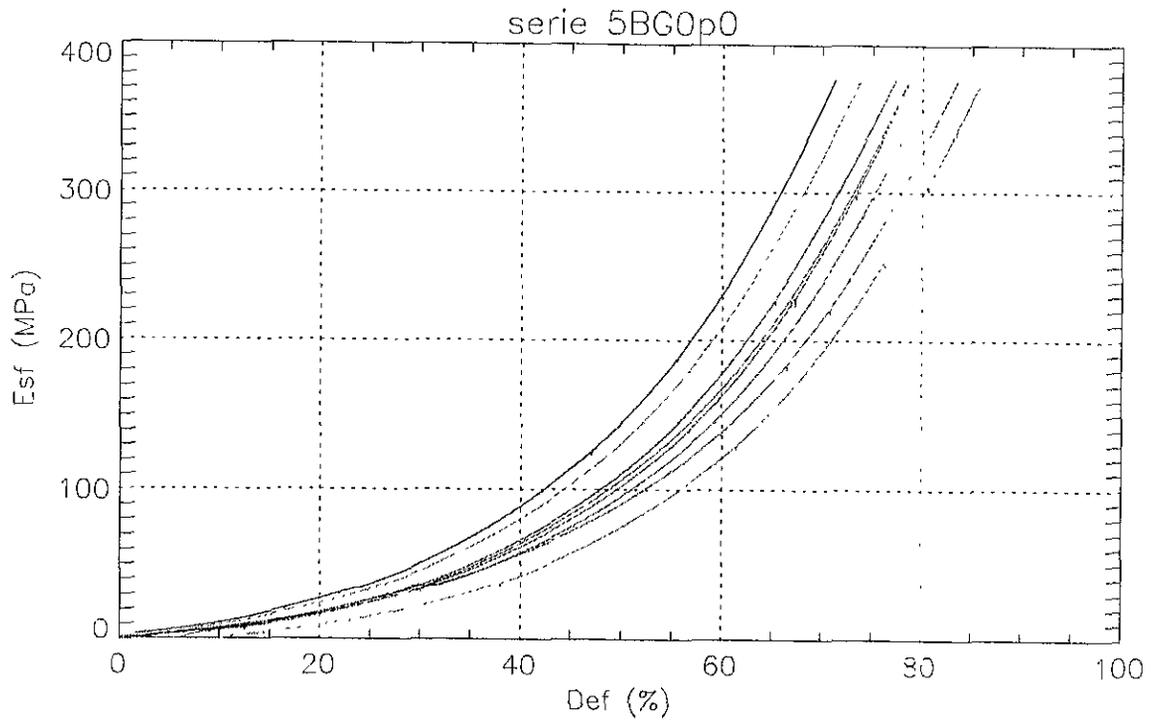


Figura B.1 BG con 0% de lubricante

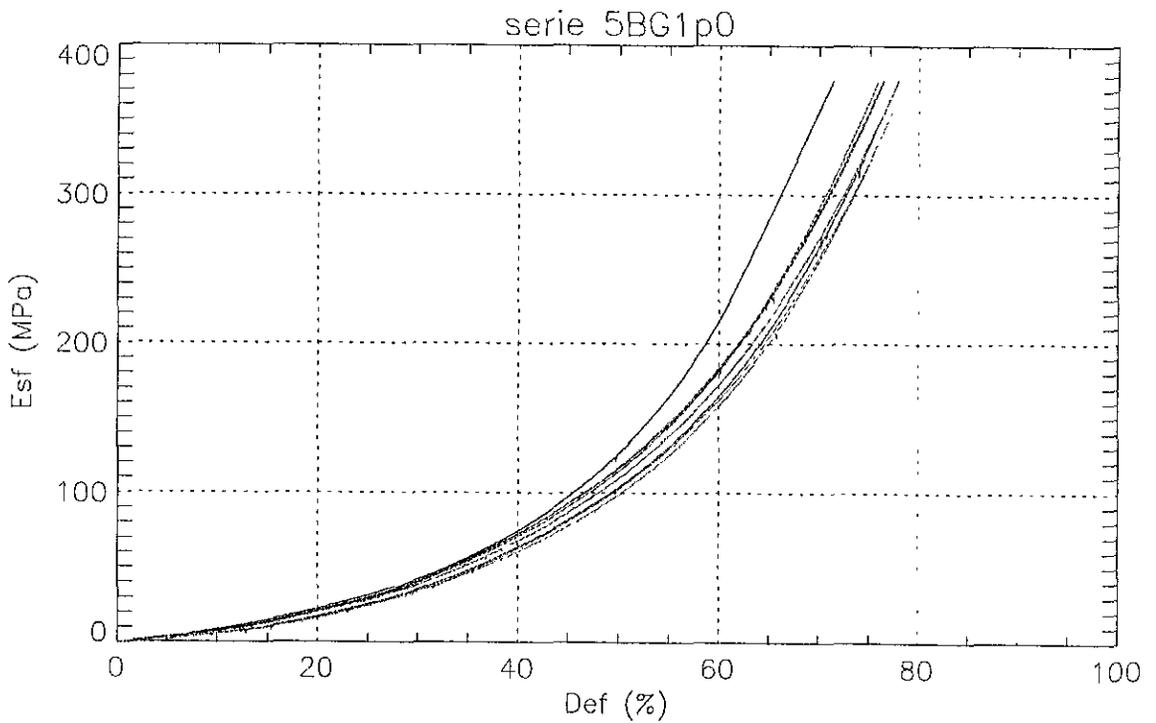


Figura B.2 BG con 1% de lubricante

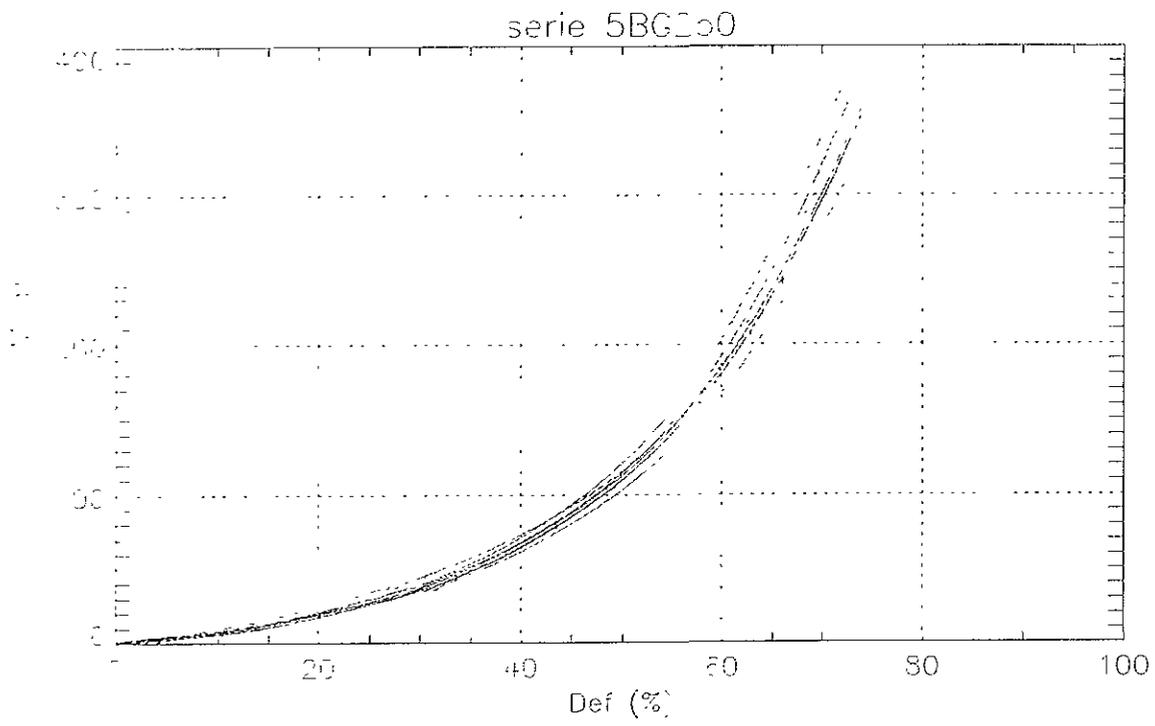


Figura B.3 BG con 2% de lubricante

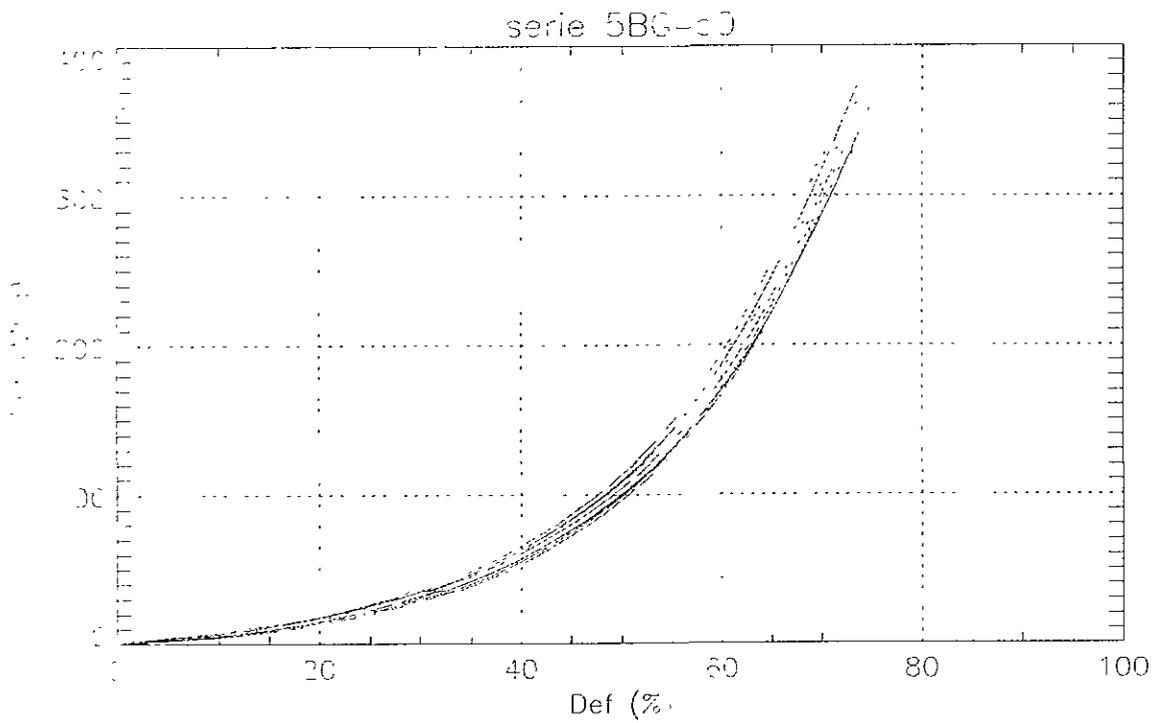


Figura B.4 BG con 4% de lubricante

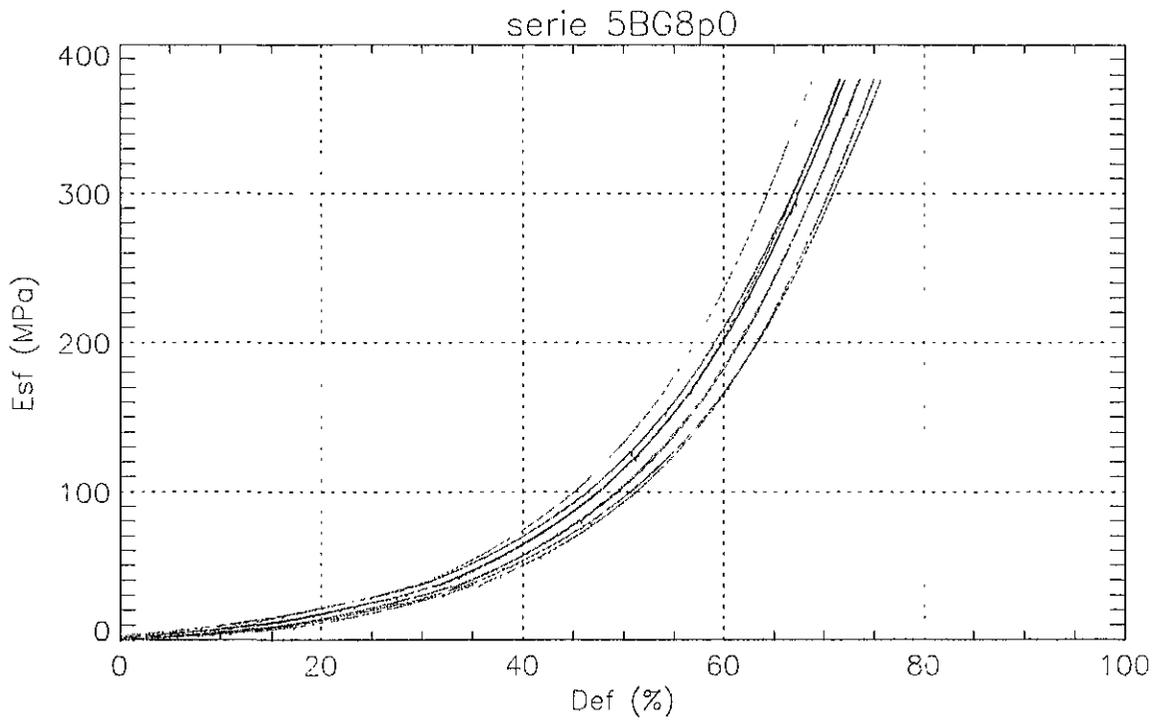


Figura B.5 BG con 8% de lubricante

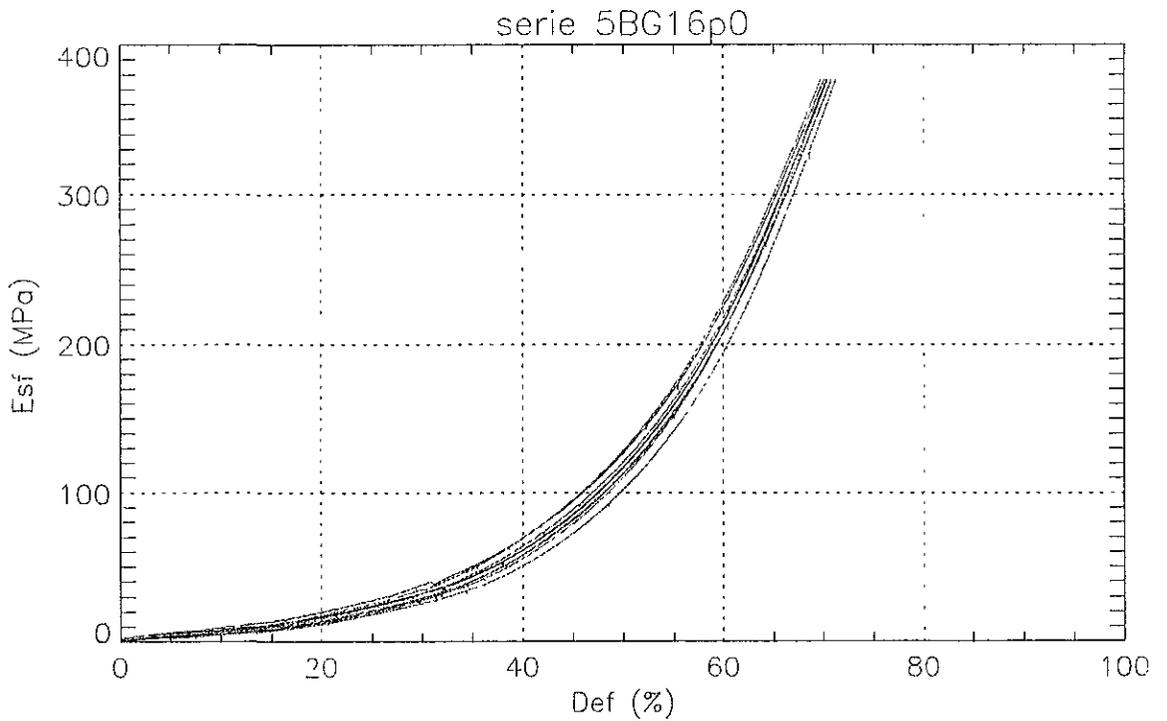


Figura B.6 BG con 16% de lubricante

SEPIOLITA DE VICÁLVARO

serie 5SVCo0

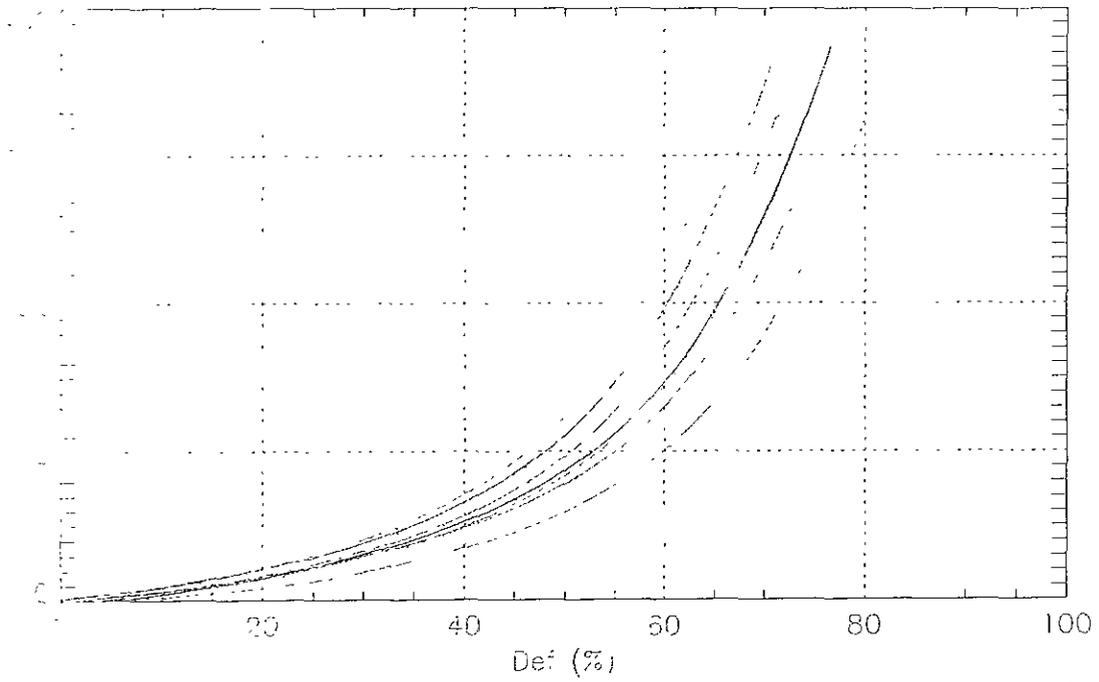


Figura B.7 SV con 0.0% de lubricante

serie 5S.3p5

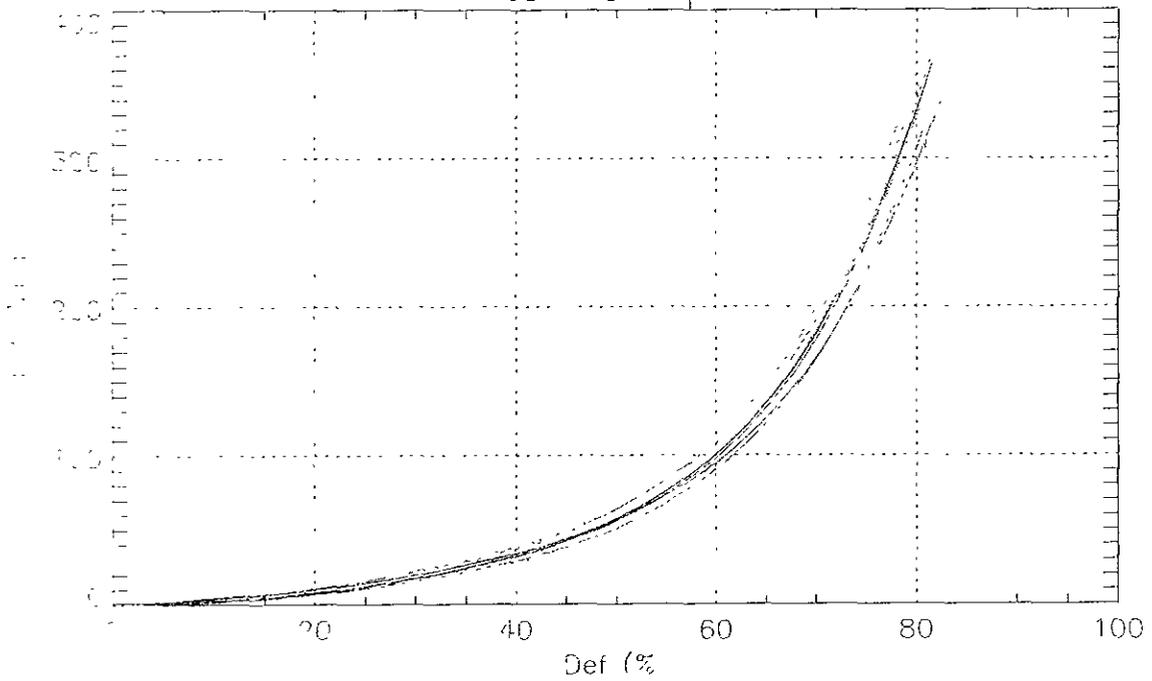


Figura B.8 SV con 0.5% de lubricante

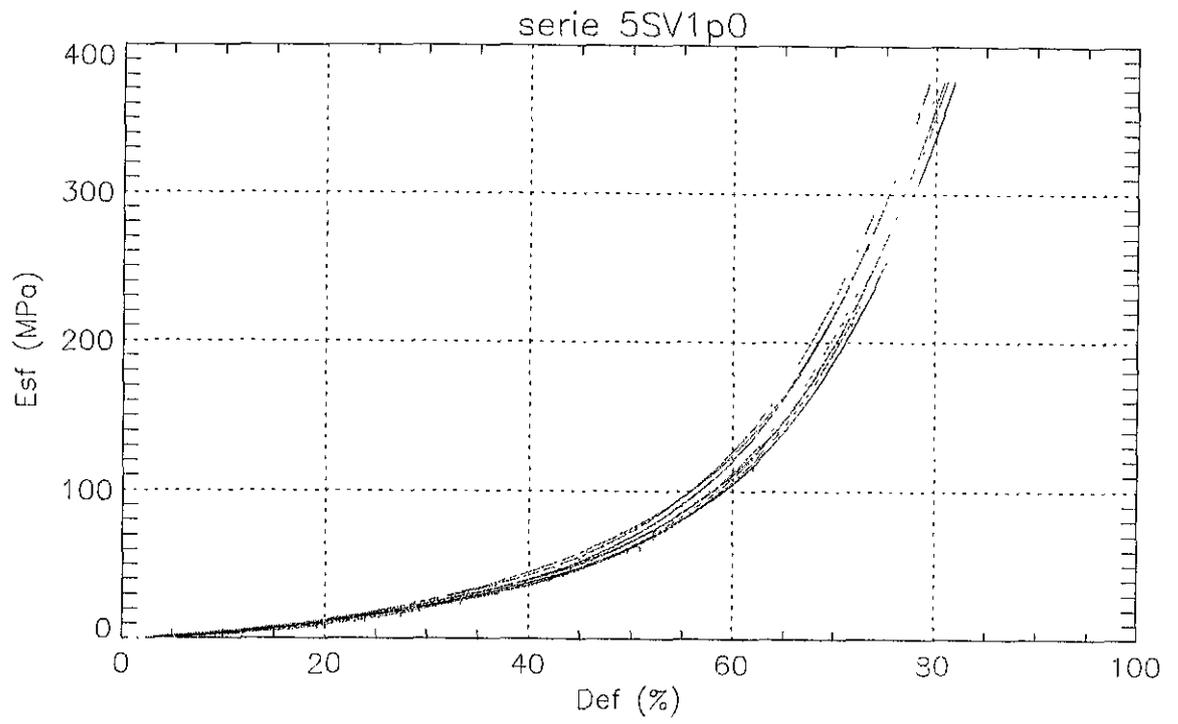


Figura B.9 SV con 1.0% de lubricante

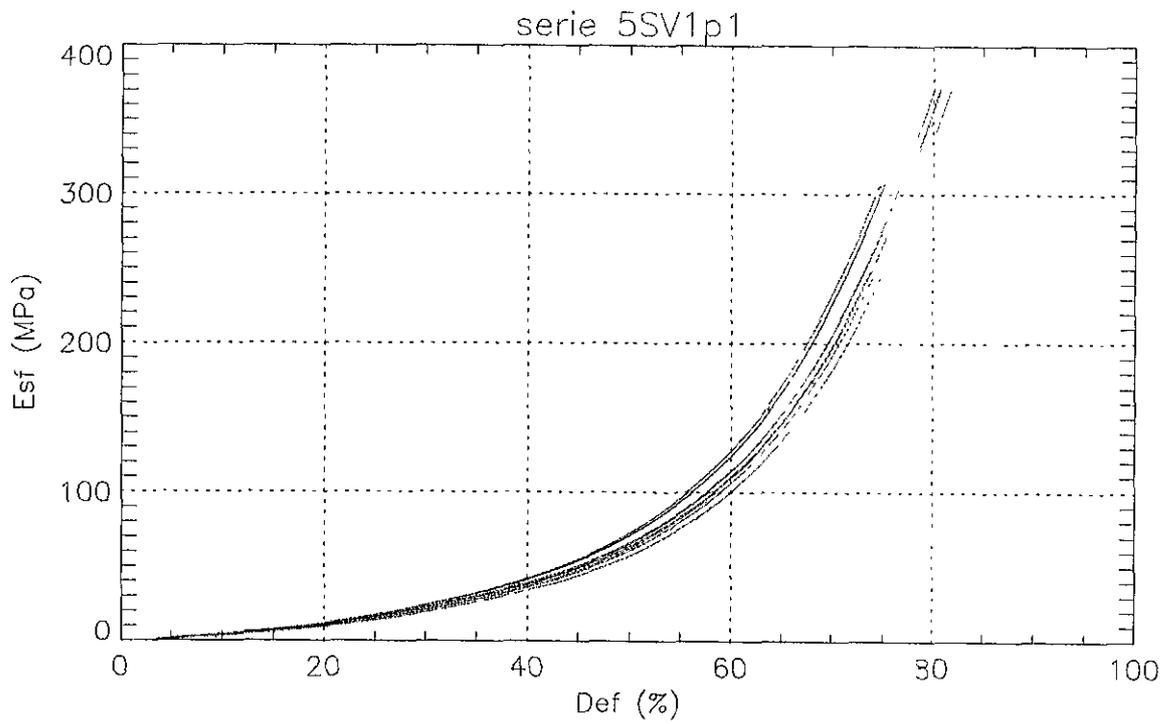


Figura B.10 SV con 1.1% de lubricante

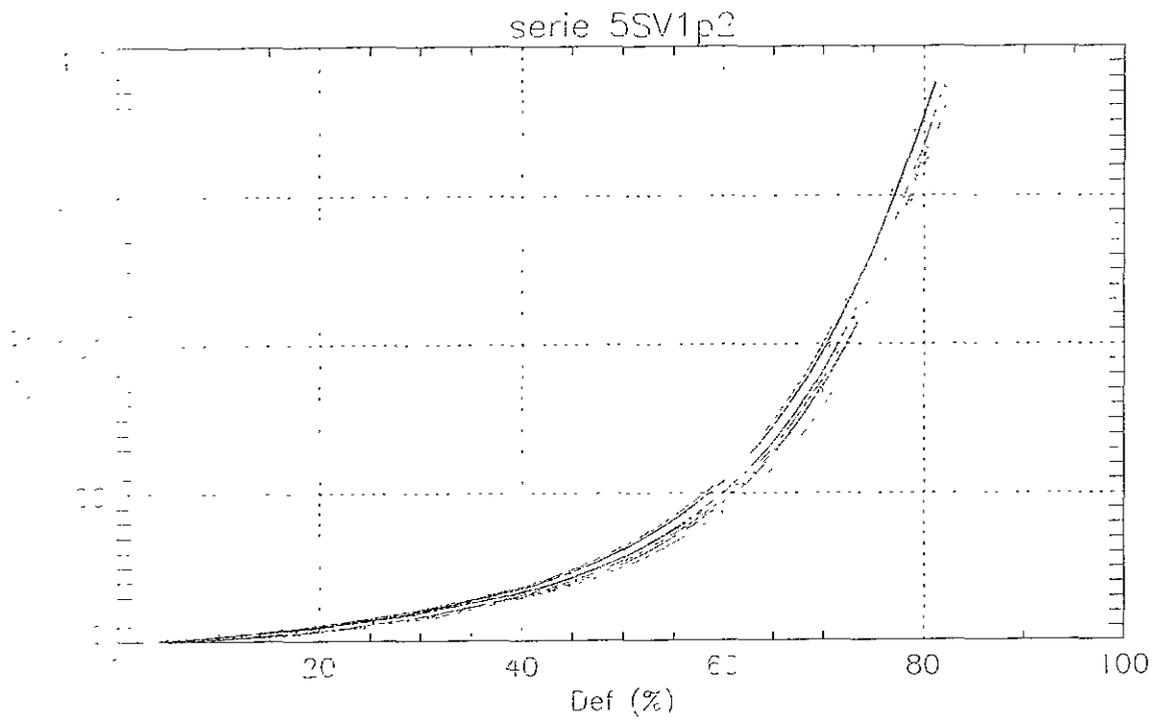


Figura B.11 SV con 1.2% de lubricante (etapa 1)

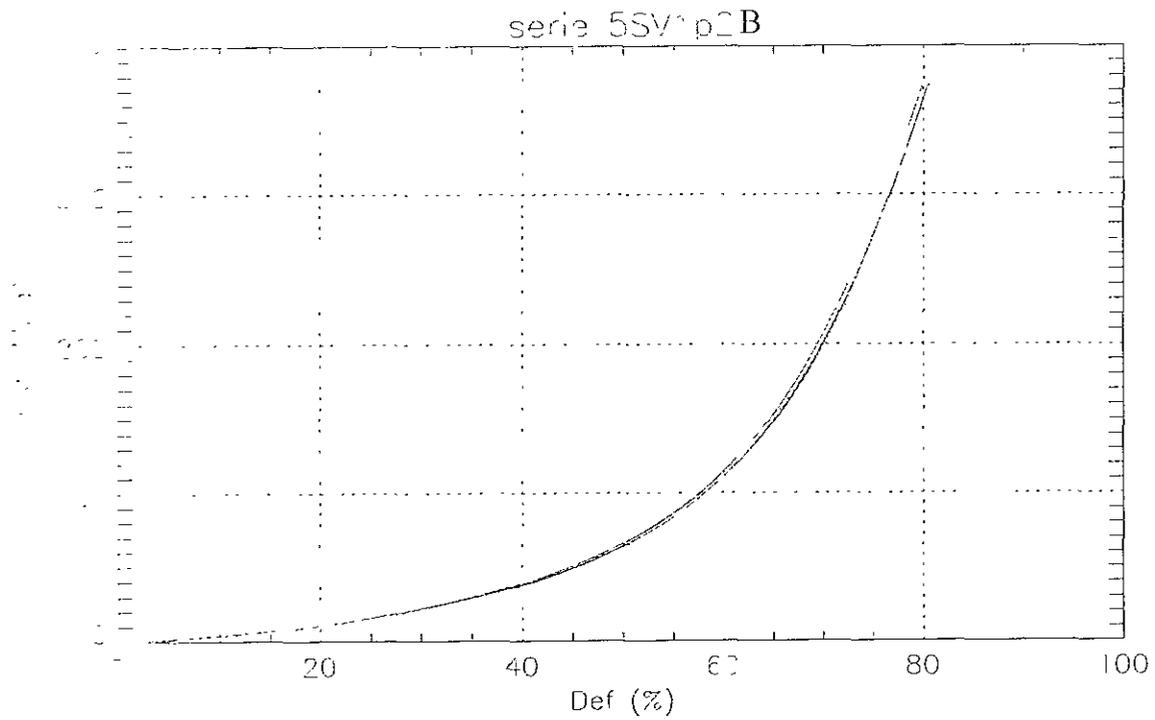


Figura B.12 SV con 1.2% de lubricante (etapa 2)

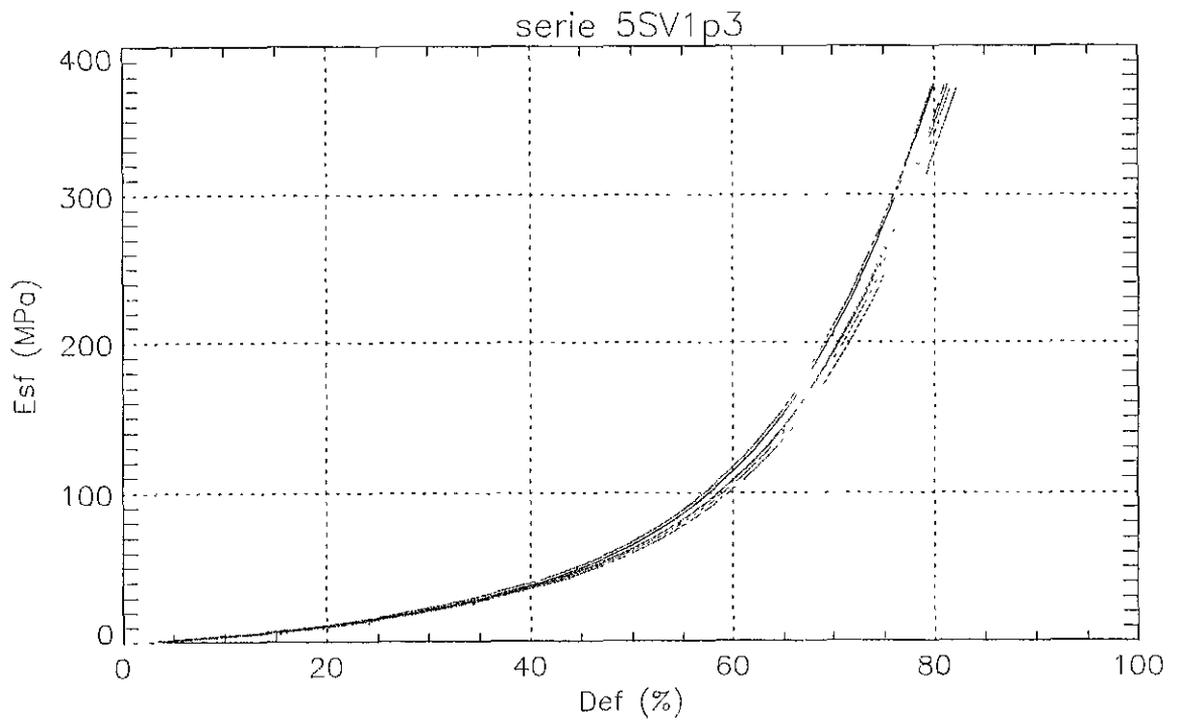


Figura B.13 SV con 1.3% de lubricante

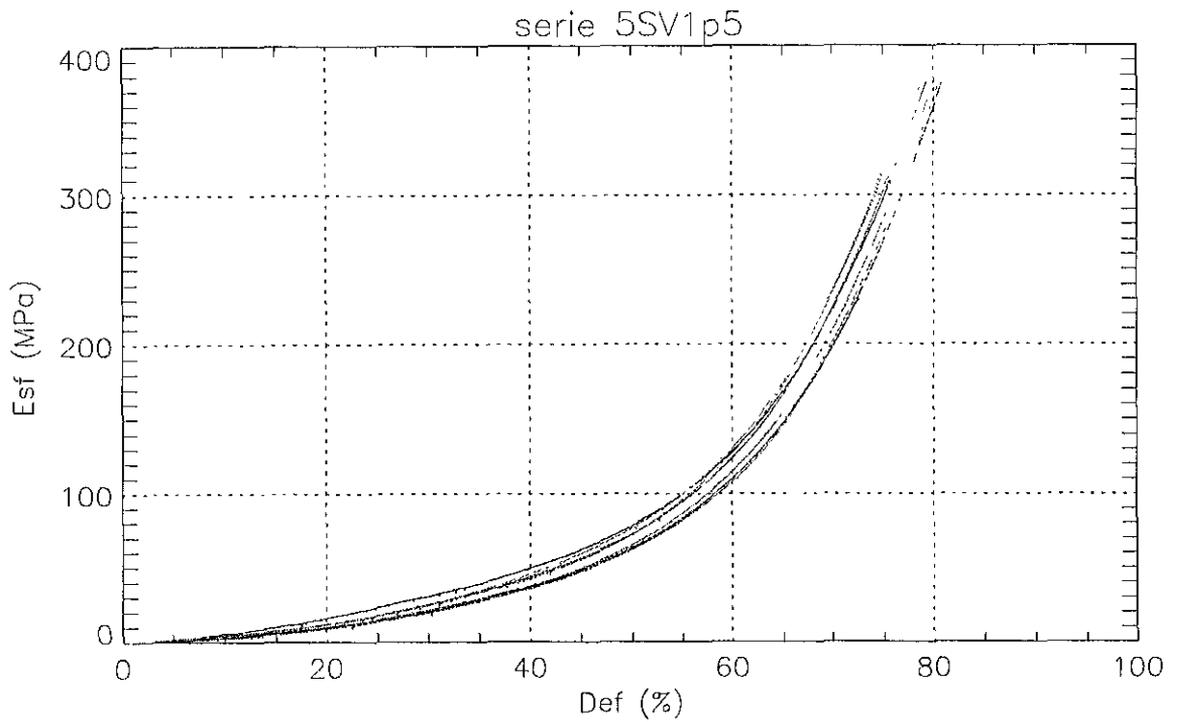


Figura B.14 SV con 1.5% de lubricante

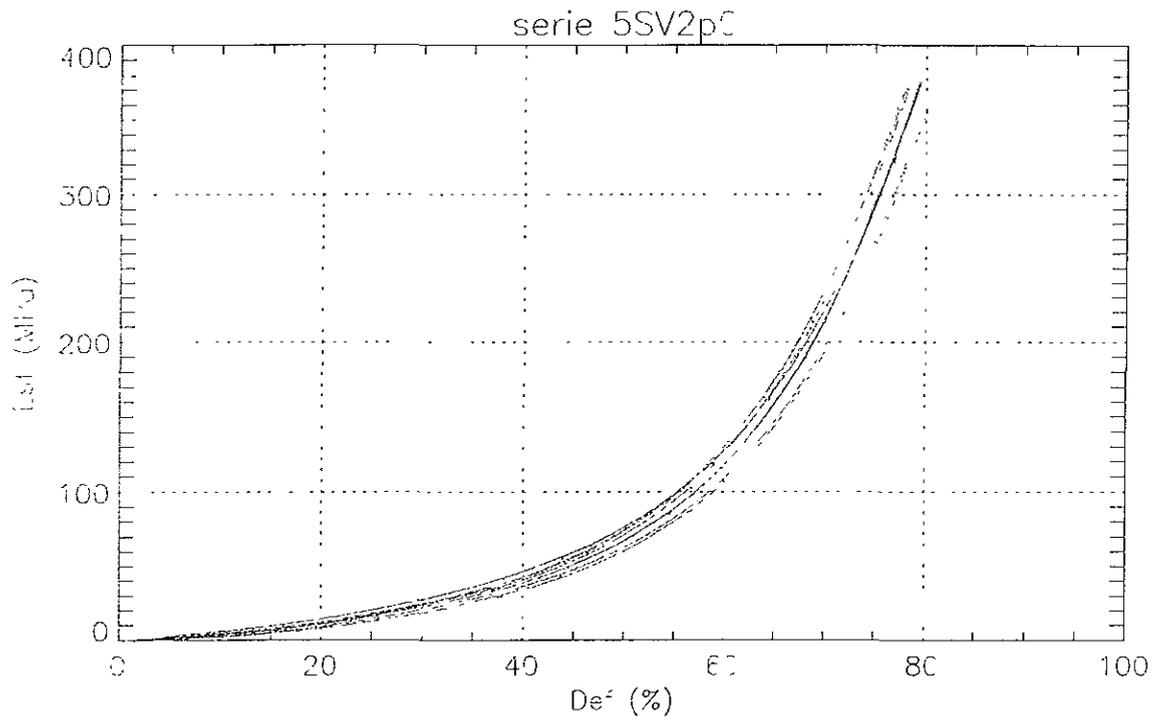


Figura B.15 SV con 2.0% de lubricante

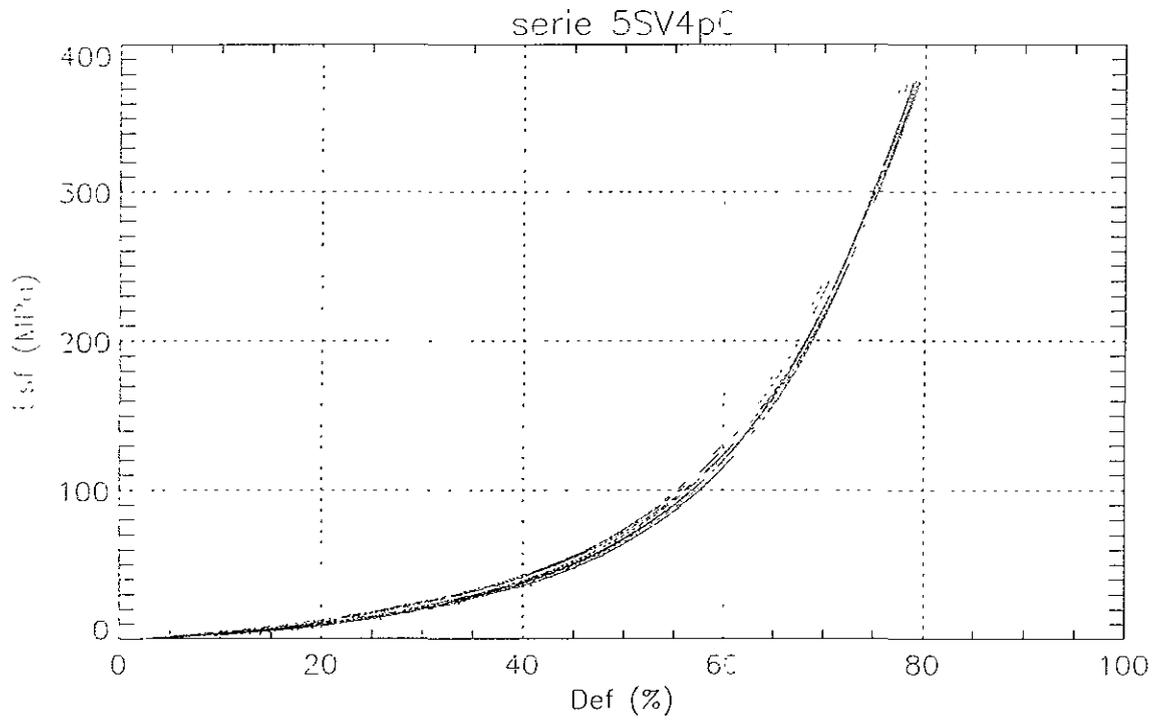


Figura B.16 SV con 4% de lubricante

ANEXO C

**CURVAS ESFUERZO – DEFORMACIÓN
DE LAS PRUEBAS DE RESISTENCIA TENSIL**

BENTONITA DE GÁDOR

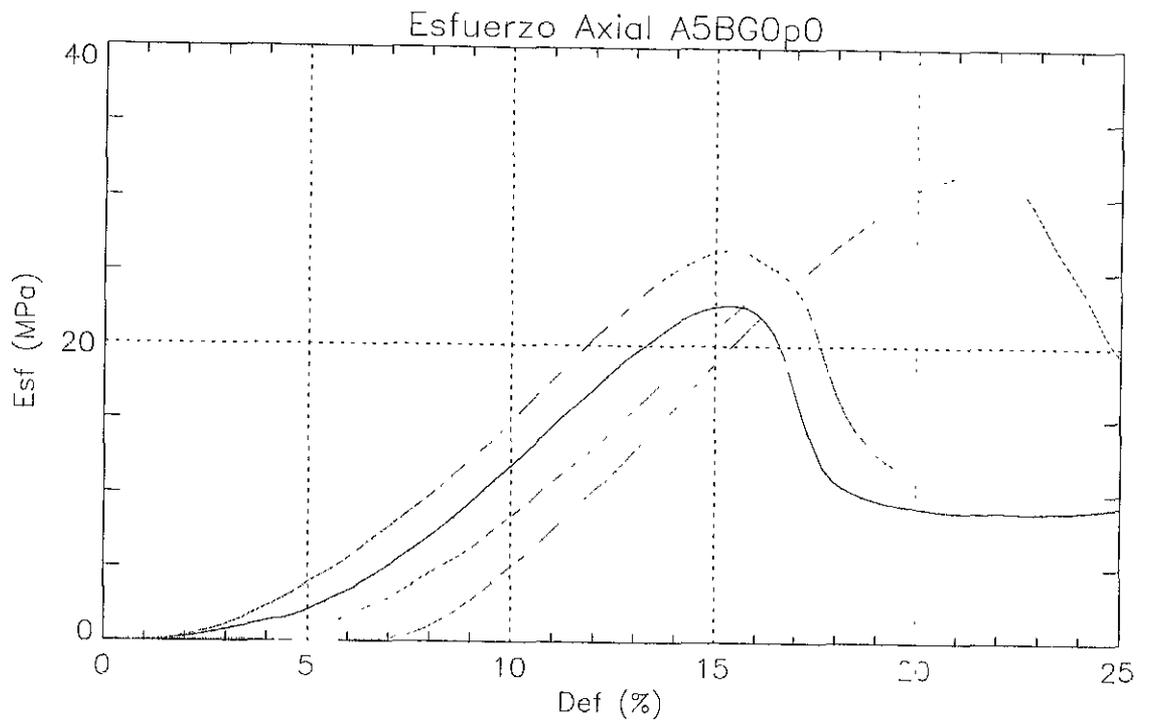


Figura C1. Esfuerzo axial BG 0%

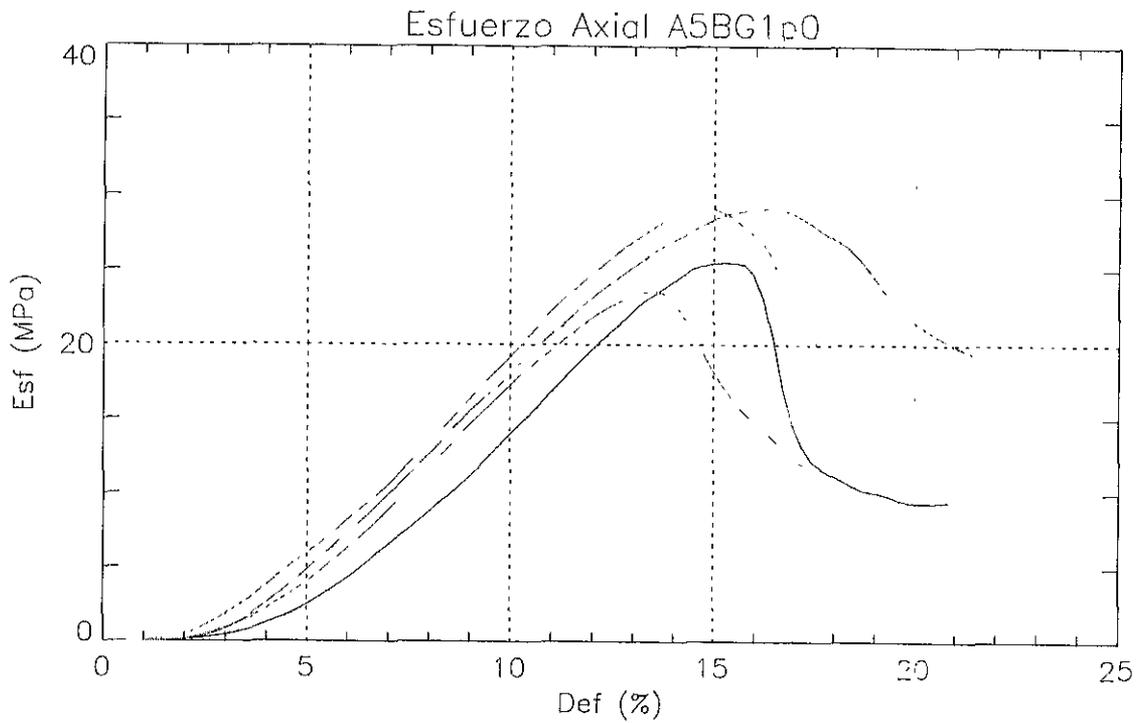


Figura C2. Esfuerzo axial BG 1%

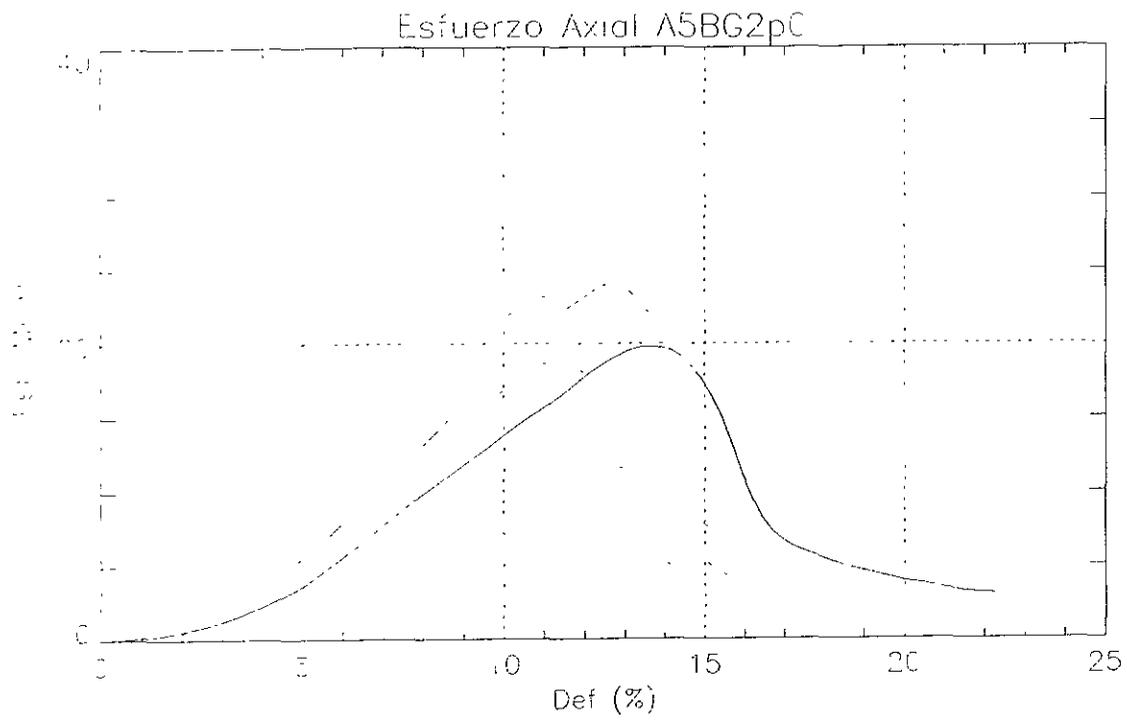


Figura C3. Esfuerzo axial BG 2%

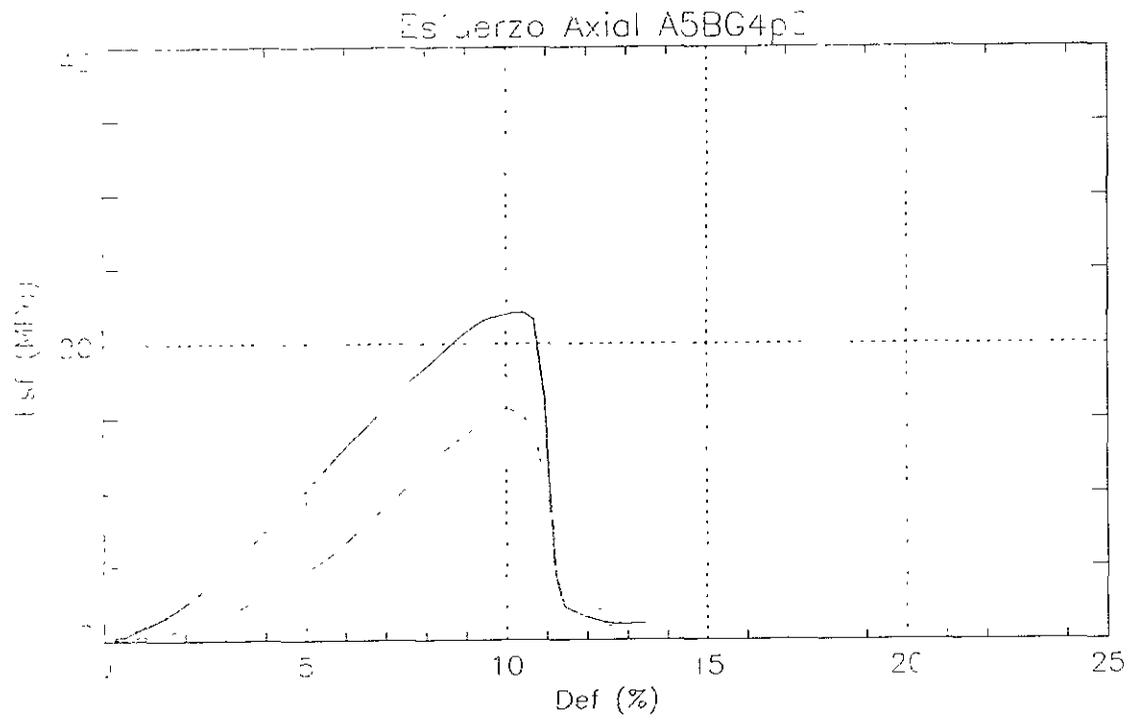


Figura C4. Esfuerzo axial BG 4%

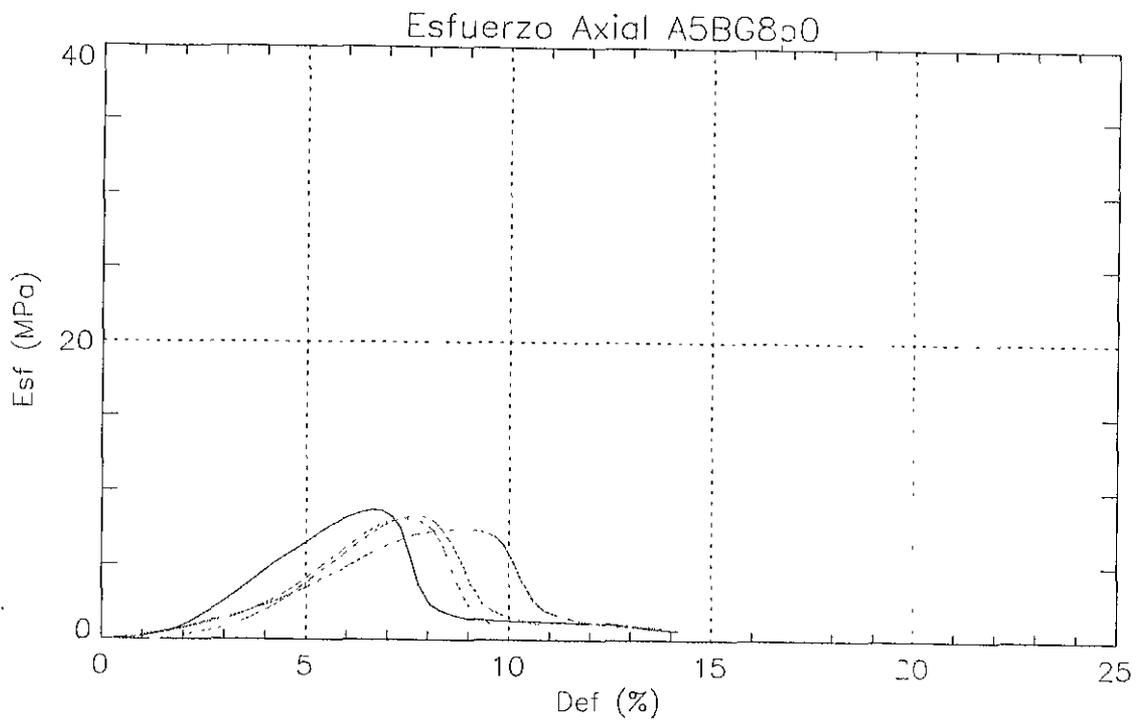


Figura C5. Esfuerzo axial BG 8%

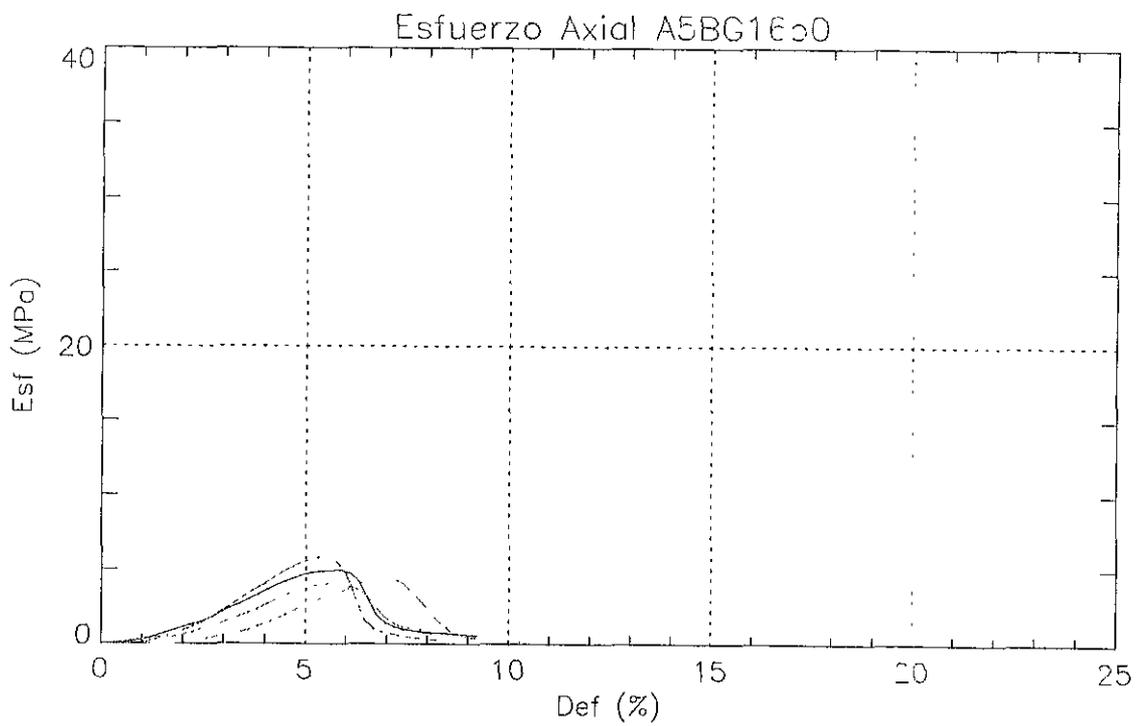


Figura C6. Esfuerzo axial BG 16%

Esfuerzo Radial R5B30p0

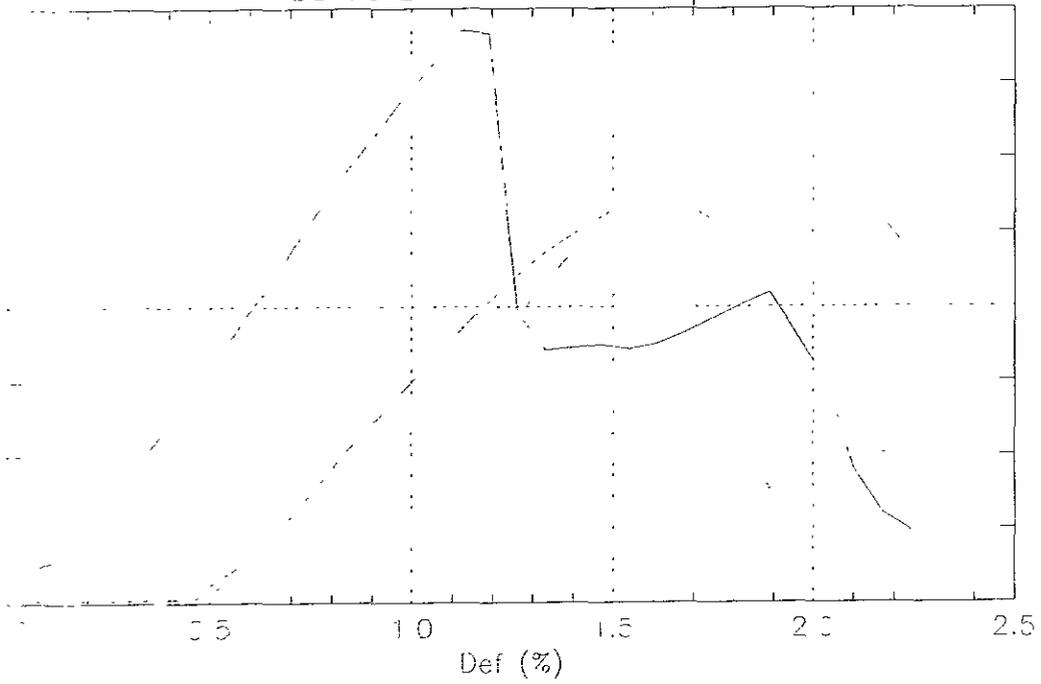


Figura C7 Esfuerzo radial BG 0%

Esfuerzo Radial P5B31p0

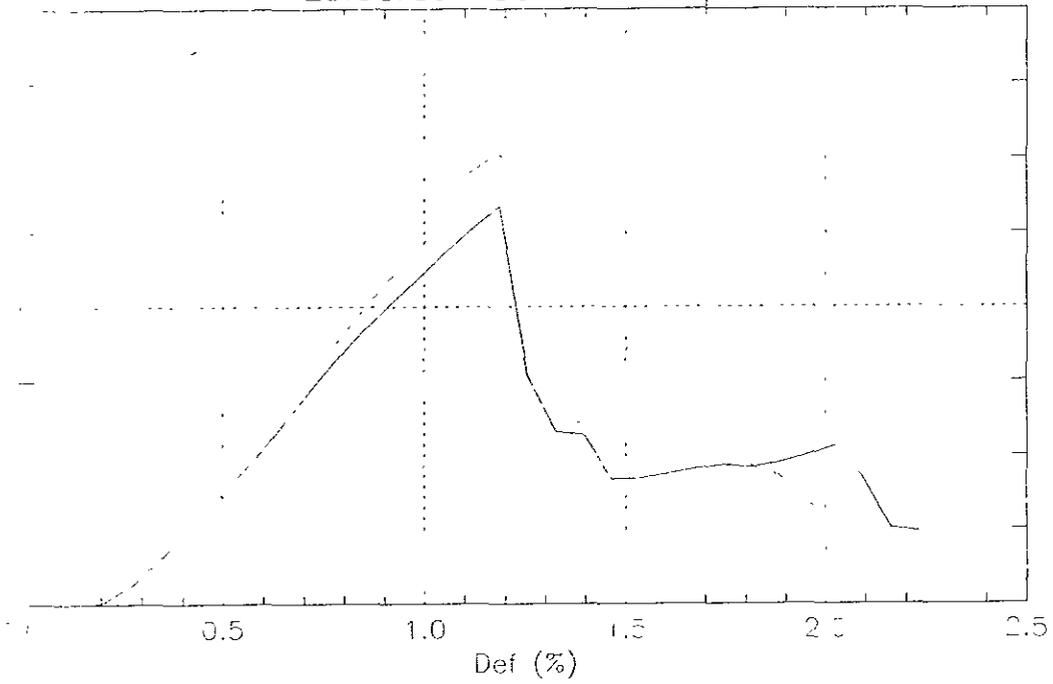


Figura C8. Esfuerzo radial BG 1%

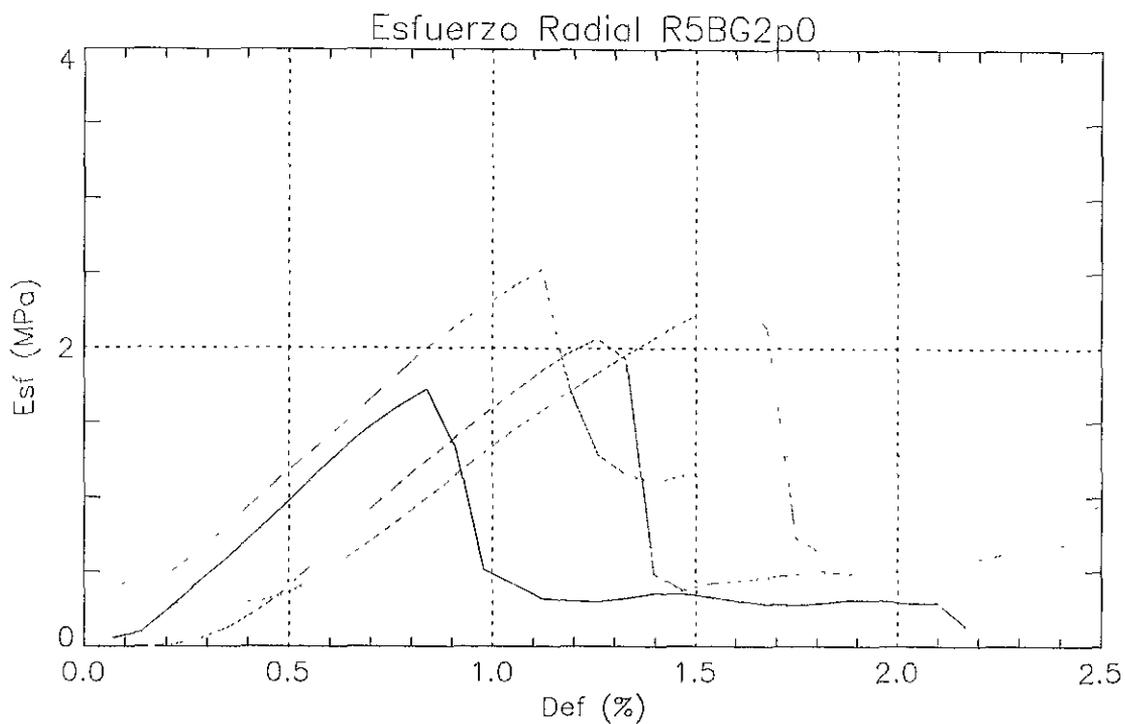


Figura C9. Esfuerzo radial BG 2%

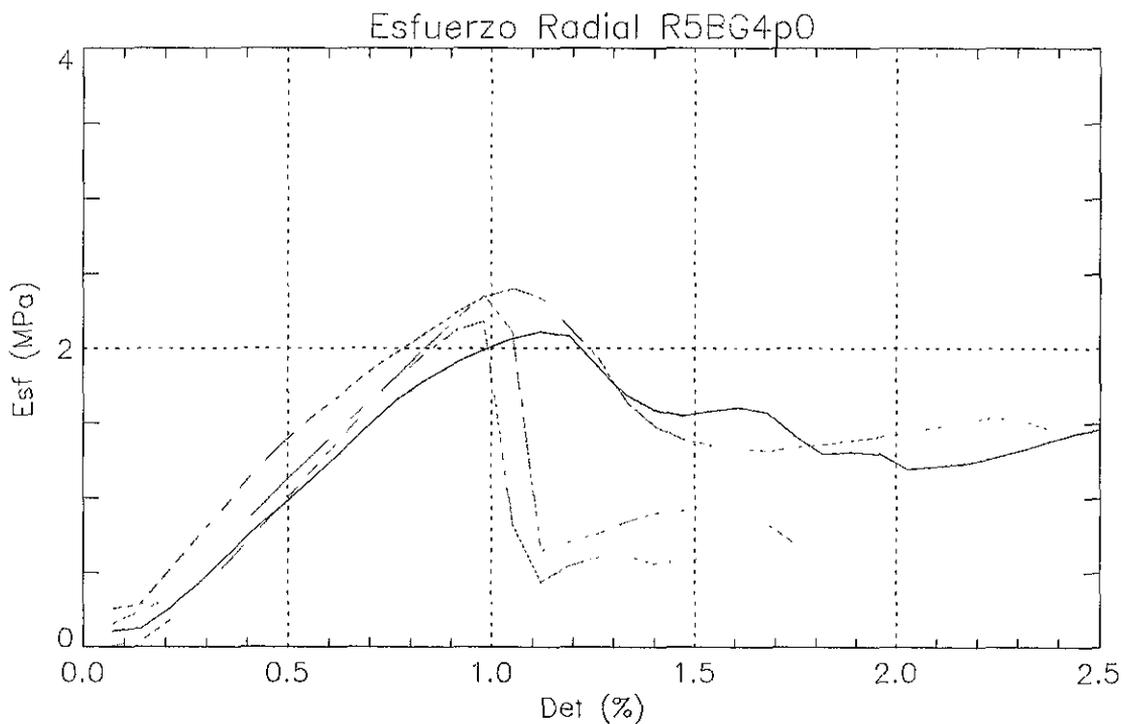


Figura C10. Esfuerzo radial BG 4%

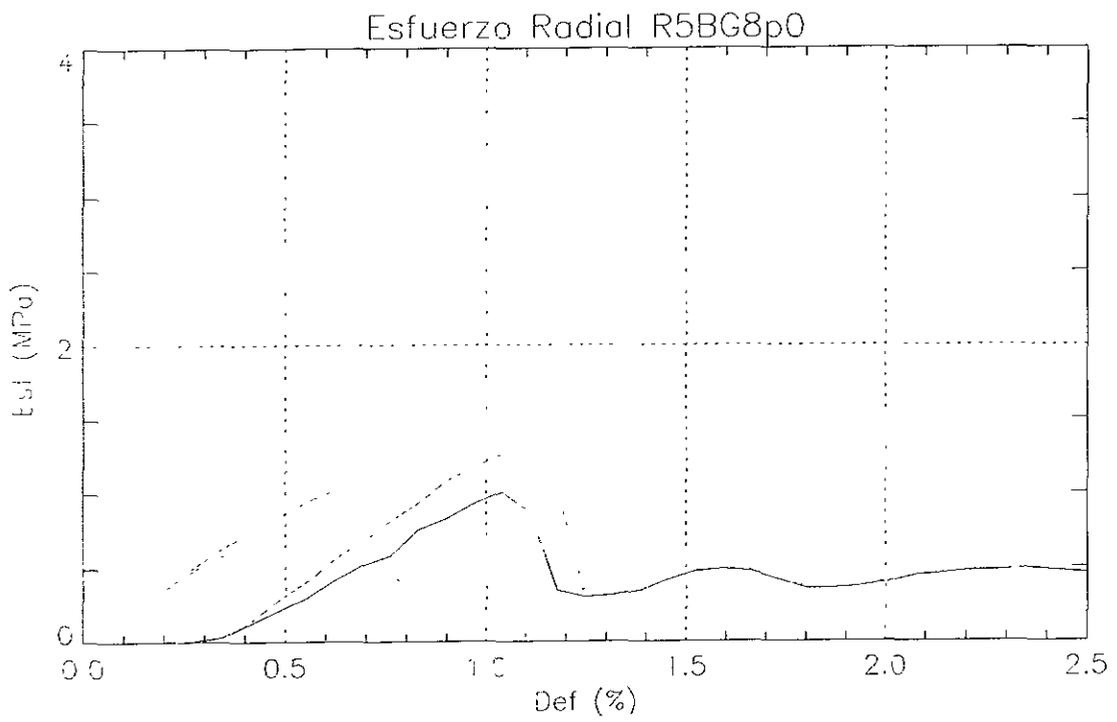


Figura C11 Esfuerzo radial BG 8%

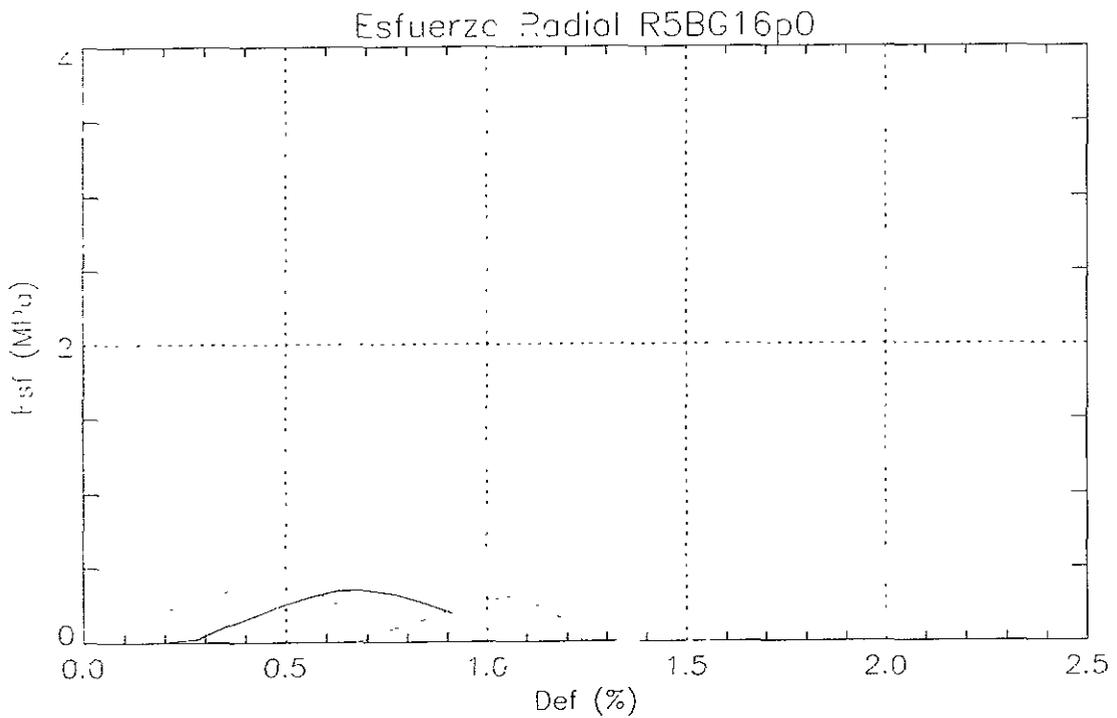


Figura C12. Esfuerzo radial BG 16%

SEPIOLITA DE VICÁLVARO

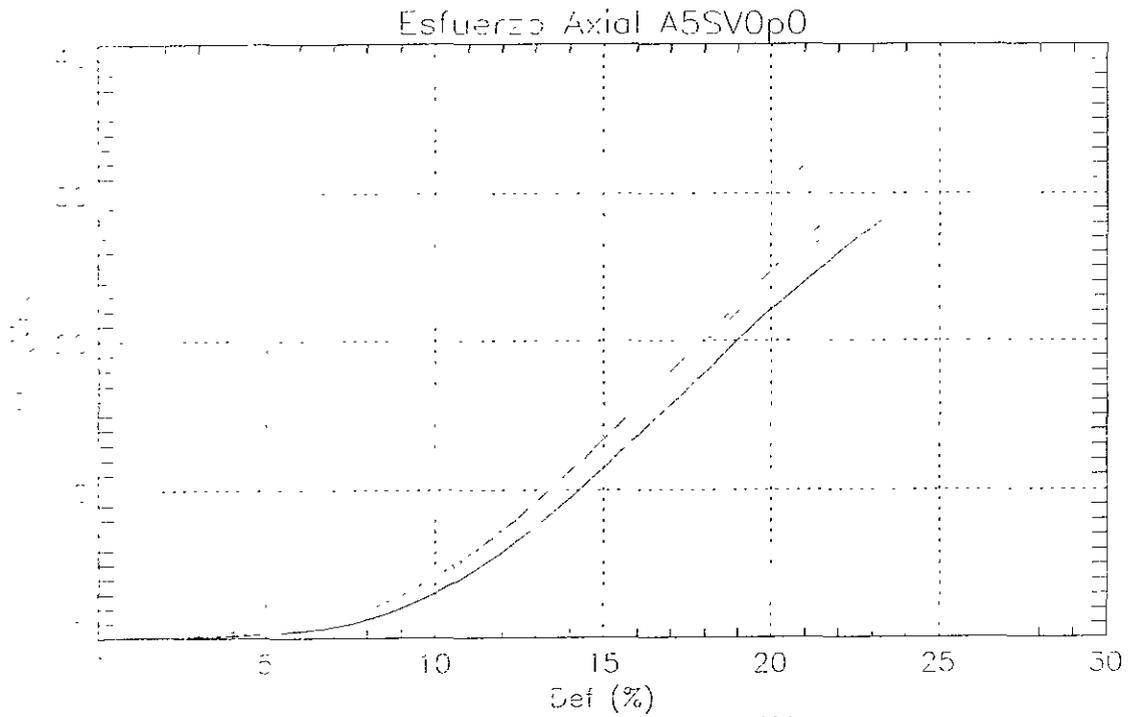


Figura C13. Esfuerzo axial SV 0.0%

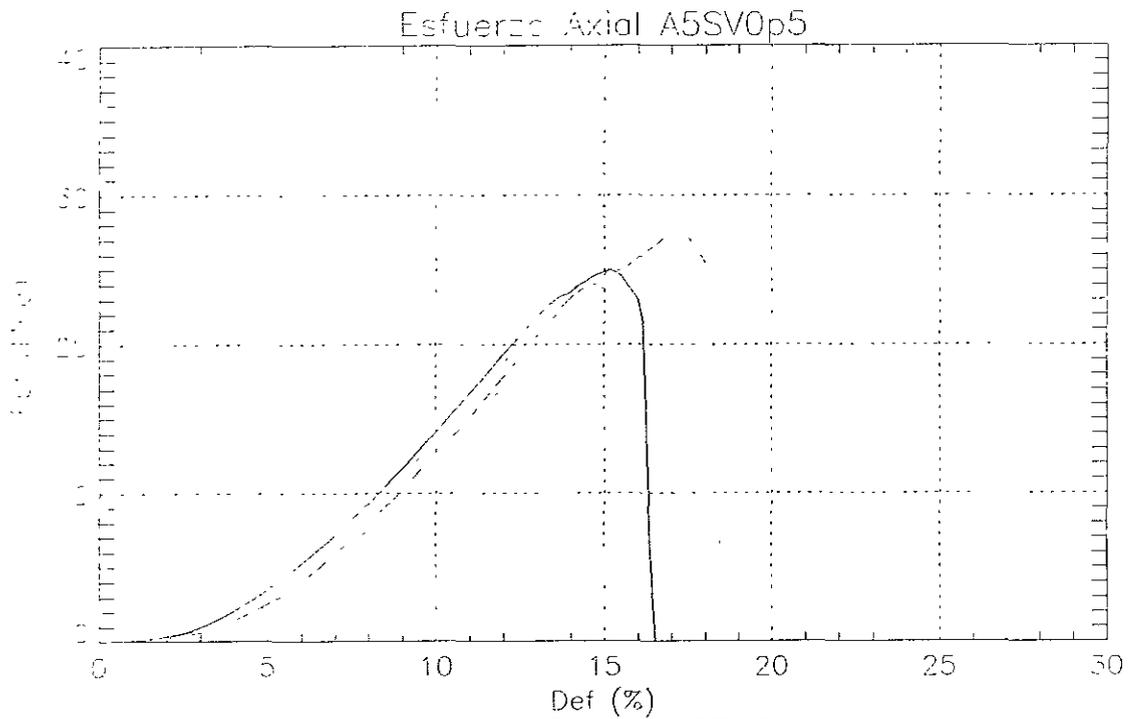


Figura C14. Esfuerzo axial SV 0.5%

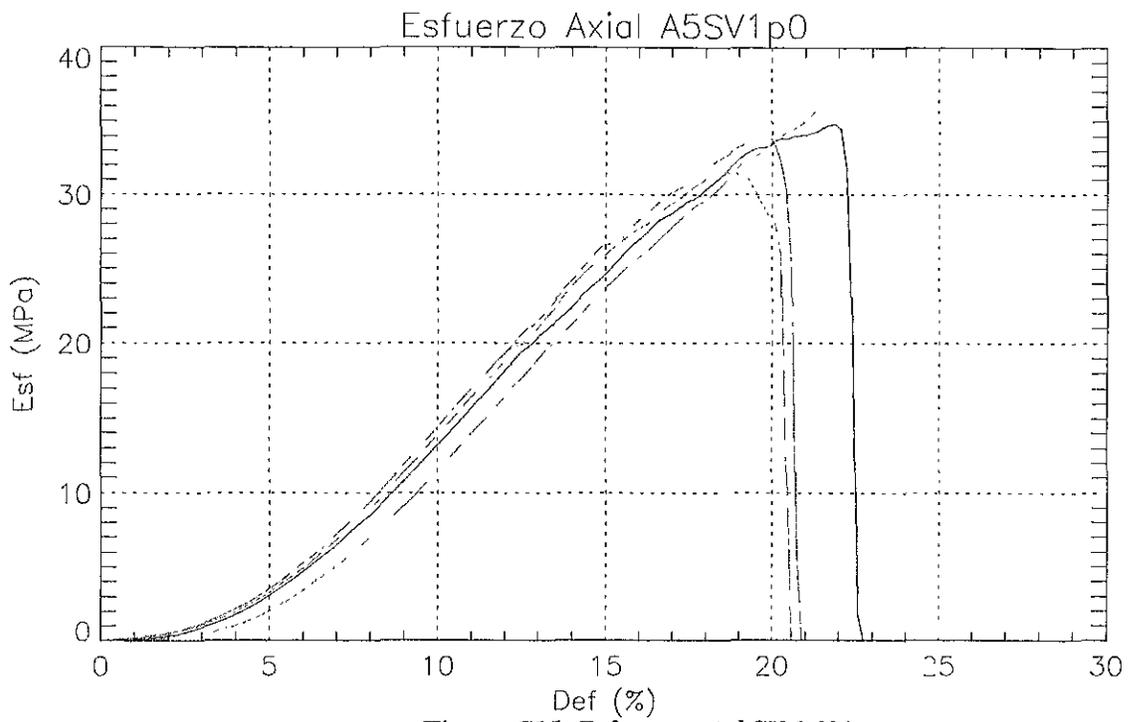


Figura C15. Esfuerzo axial SV 1.0%

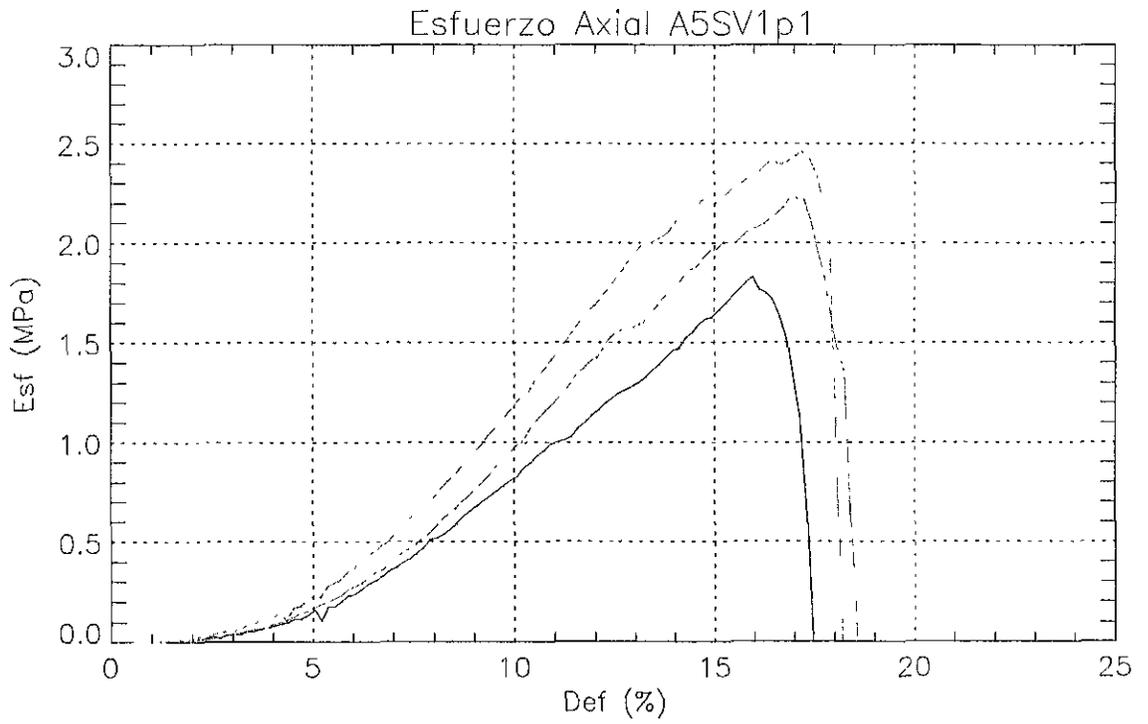


Figura C16. Esfuerzo axial SV 1.1%

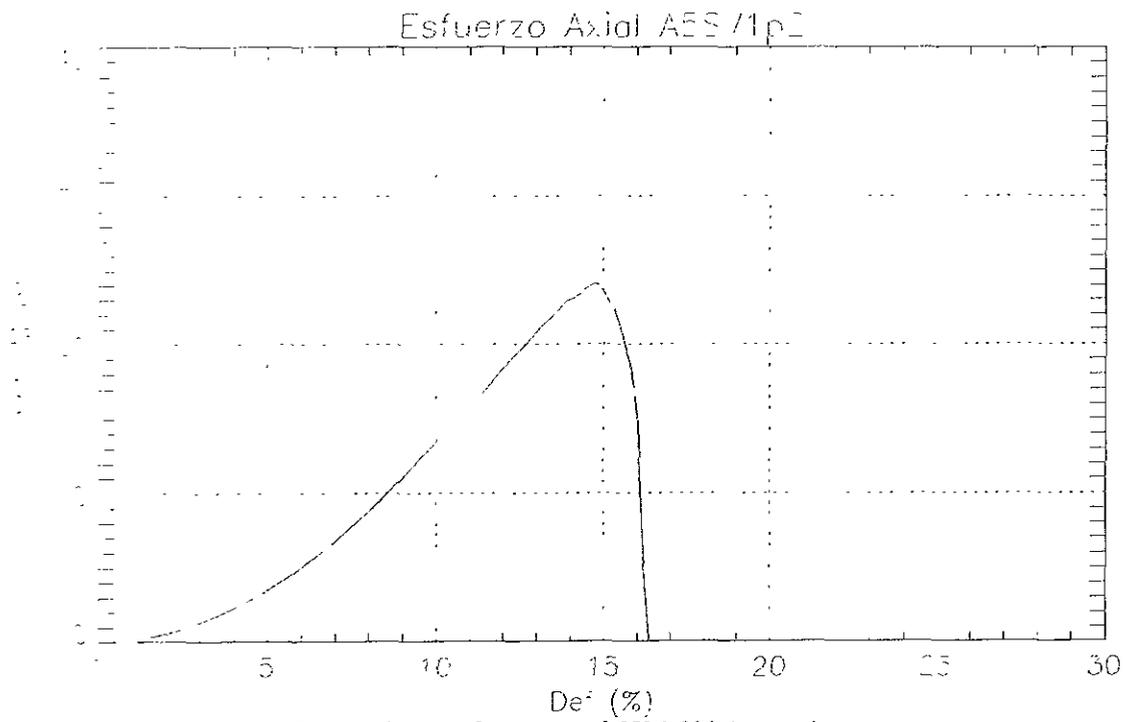


Figura C17. Esfuerzo axial SV 1.2% (etapa 1)

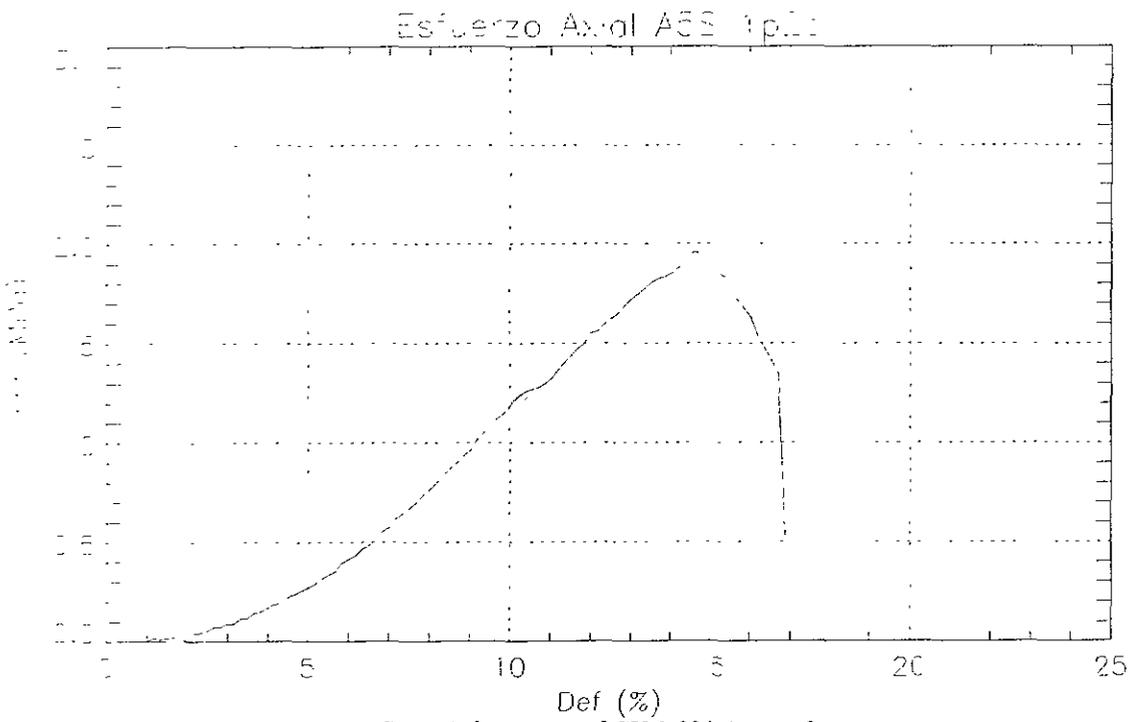


Figura C18. Esfuerzo axial SV 1.2% (etapa 2)

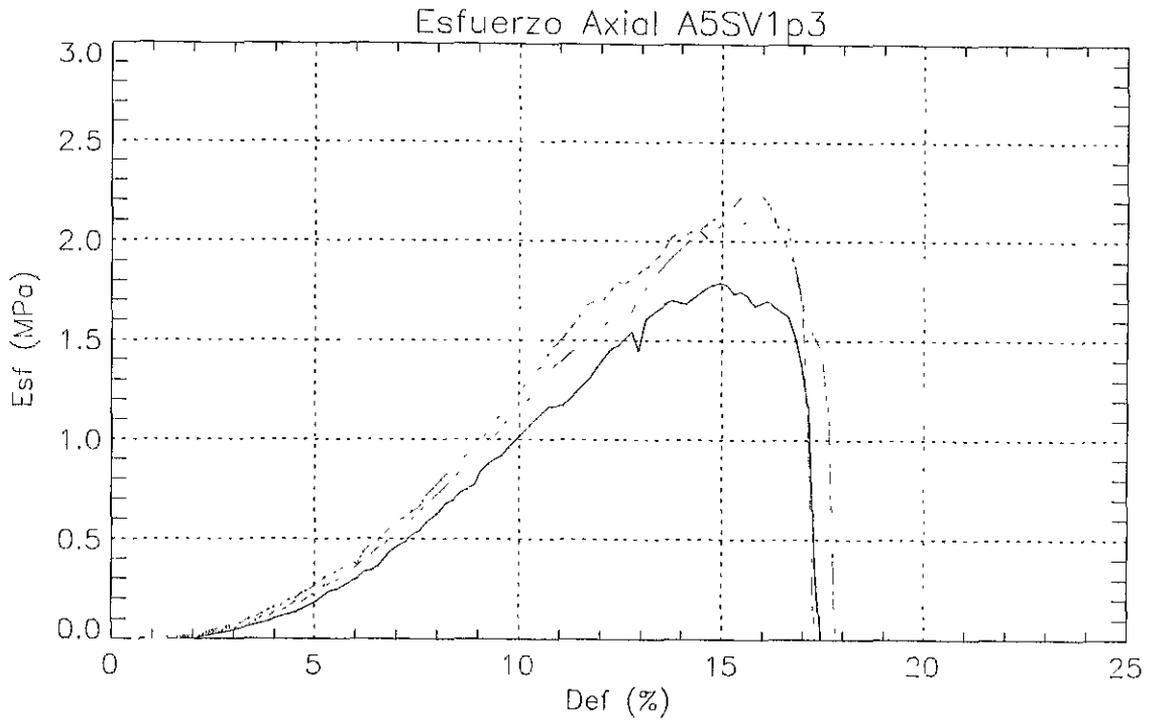


Figura C19. Esfuerzo axial SV 1.3%

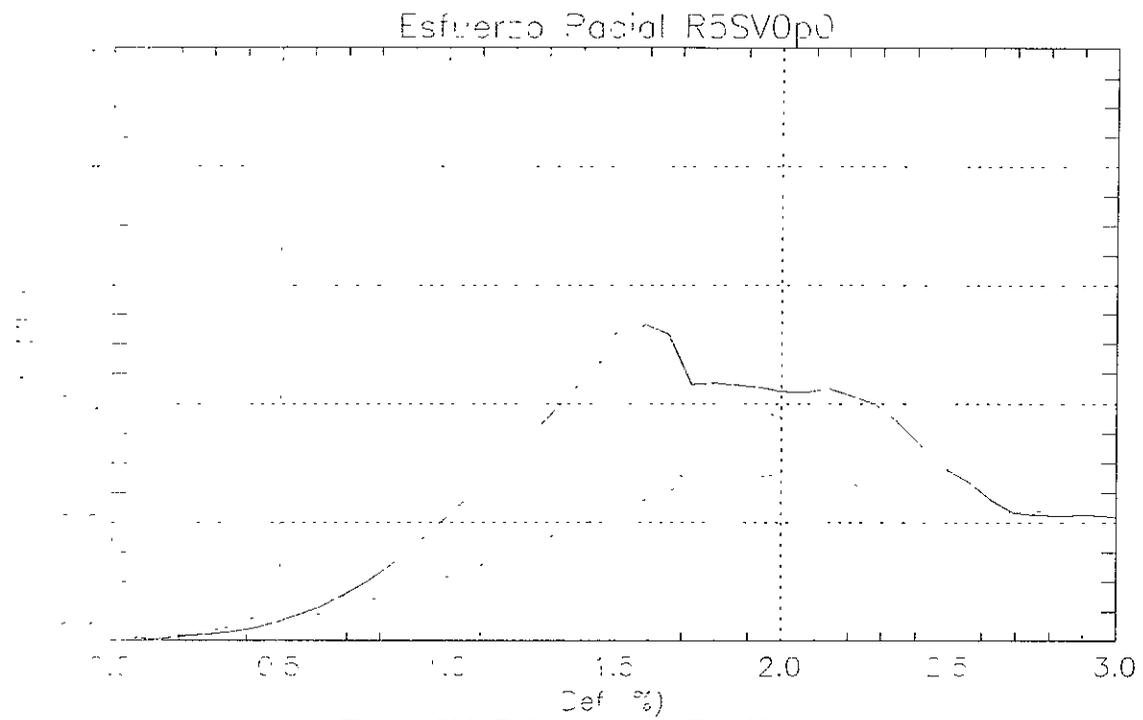


Figura C20. Esfuerzo radial SV 0.0%

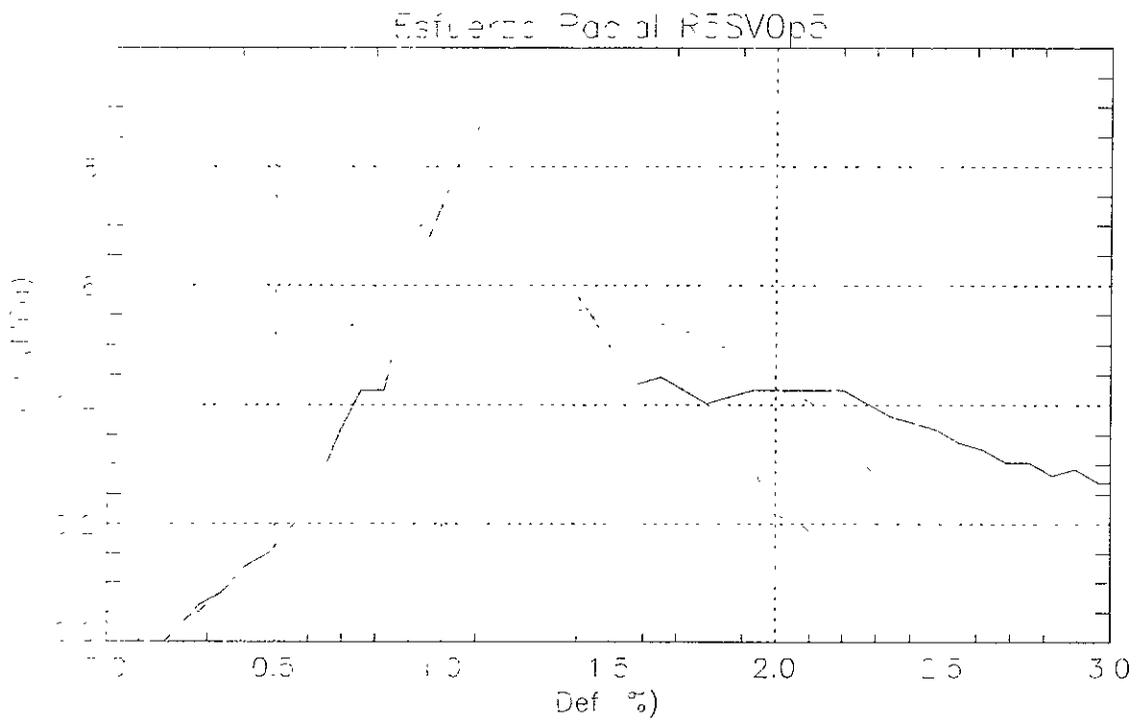


Figura C21. Esfuerzo radial SV 0.5%

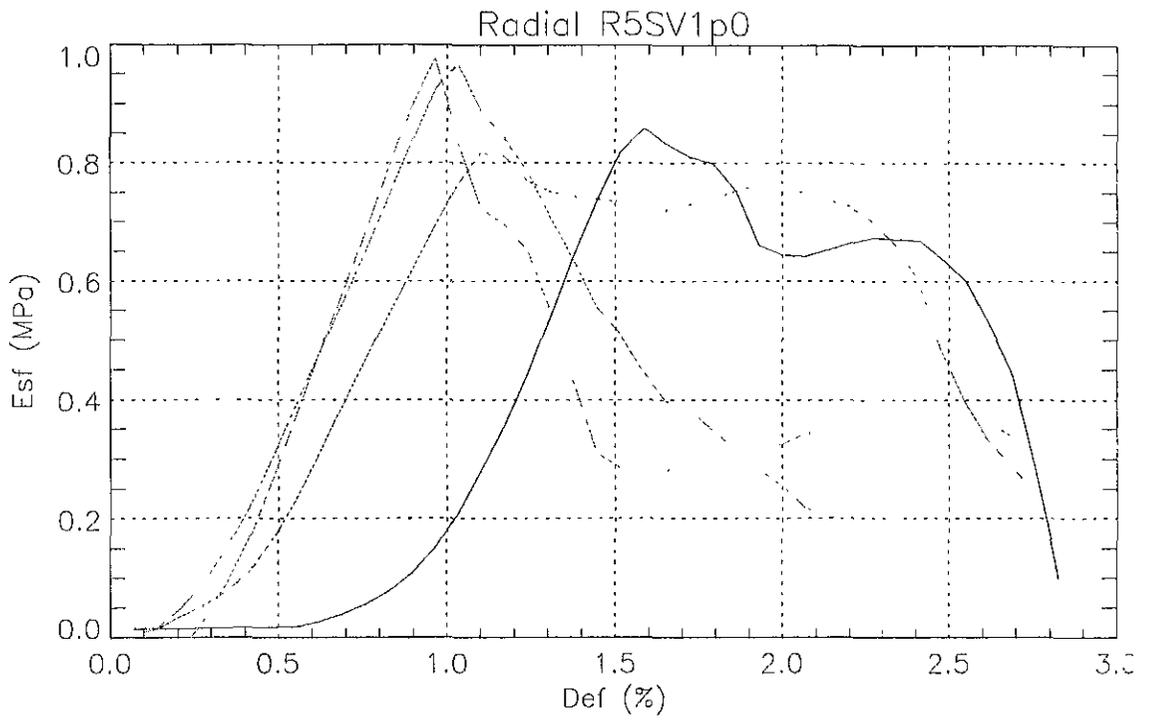


Figura C22. Esfuerzo radial SV 1.0%

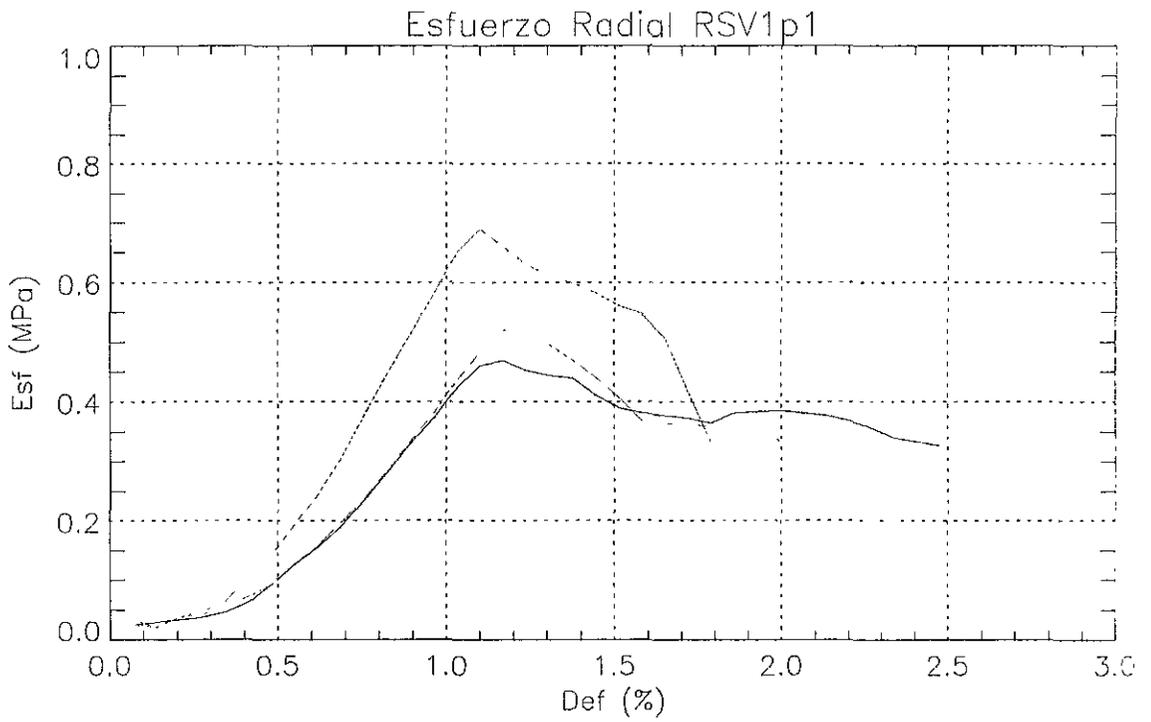


Figura C23. Esfuerzo radial SV 1.1%

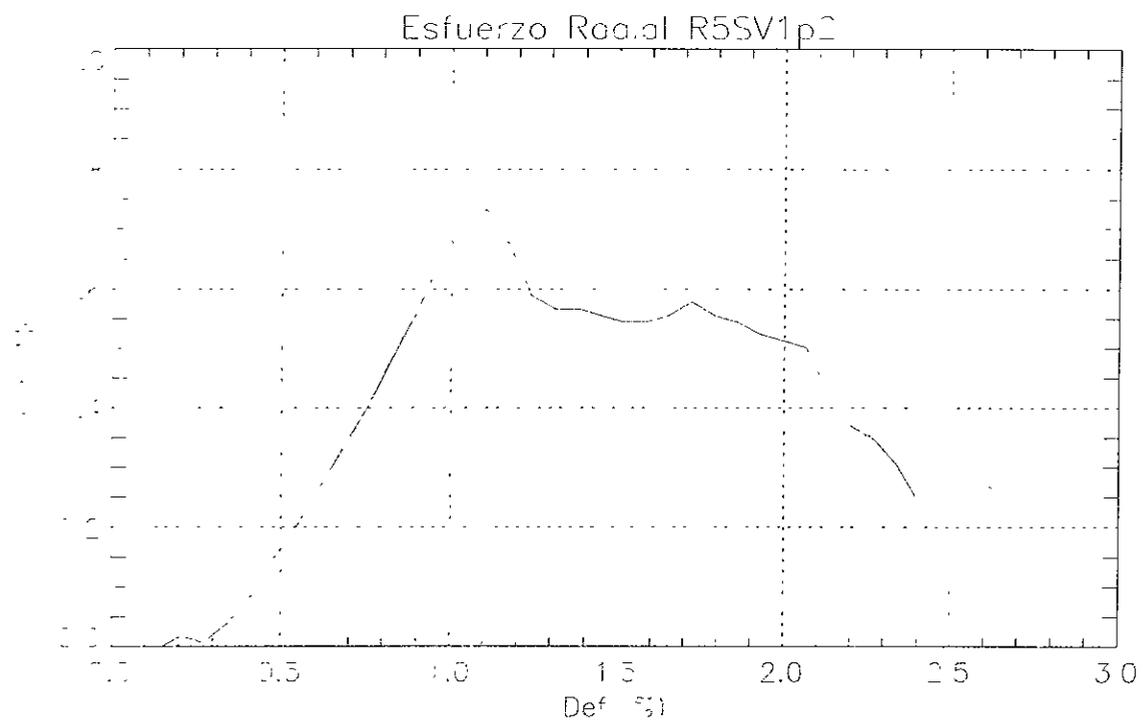


Figura C24. Esfuerzo radial SV 1.2% (etapa 1)

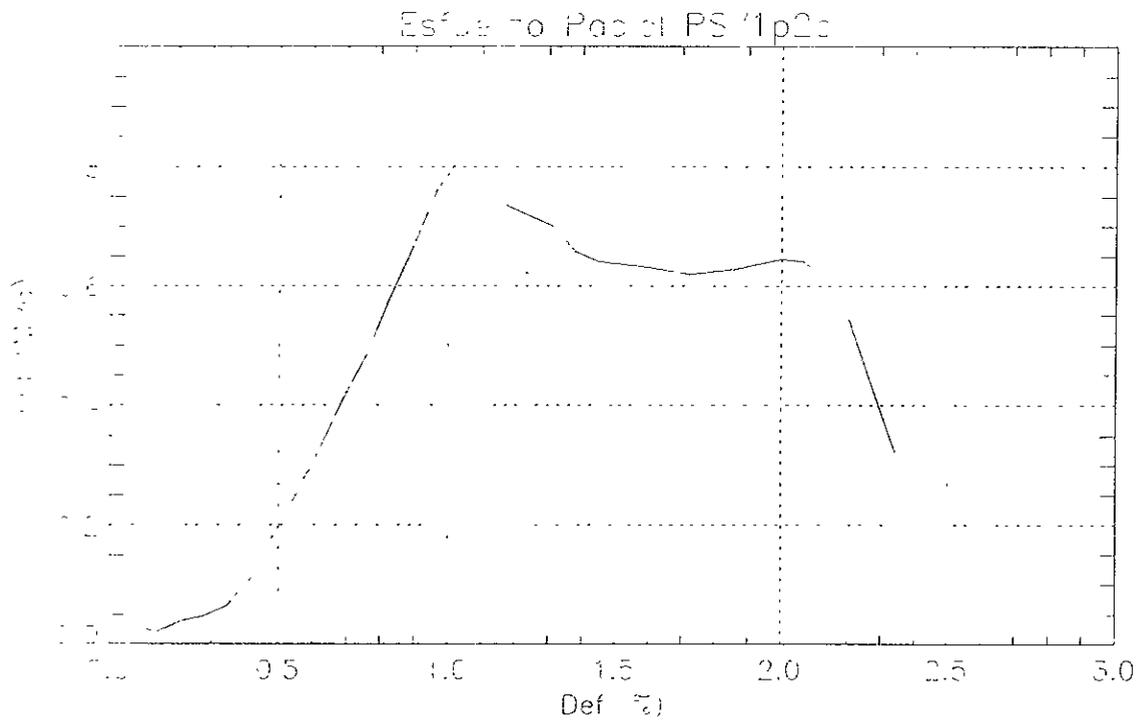


Figura C25. Esfuerzo radial SV 1.2% (etapa 2)

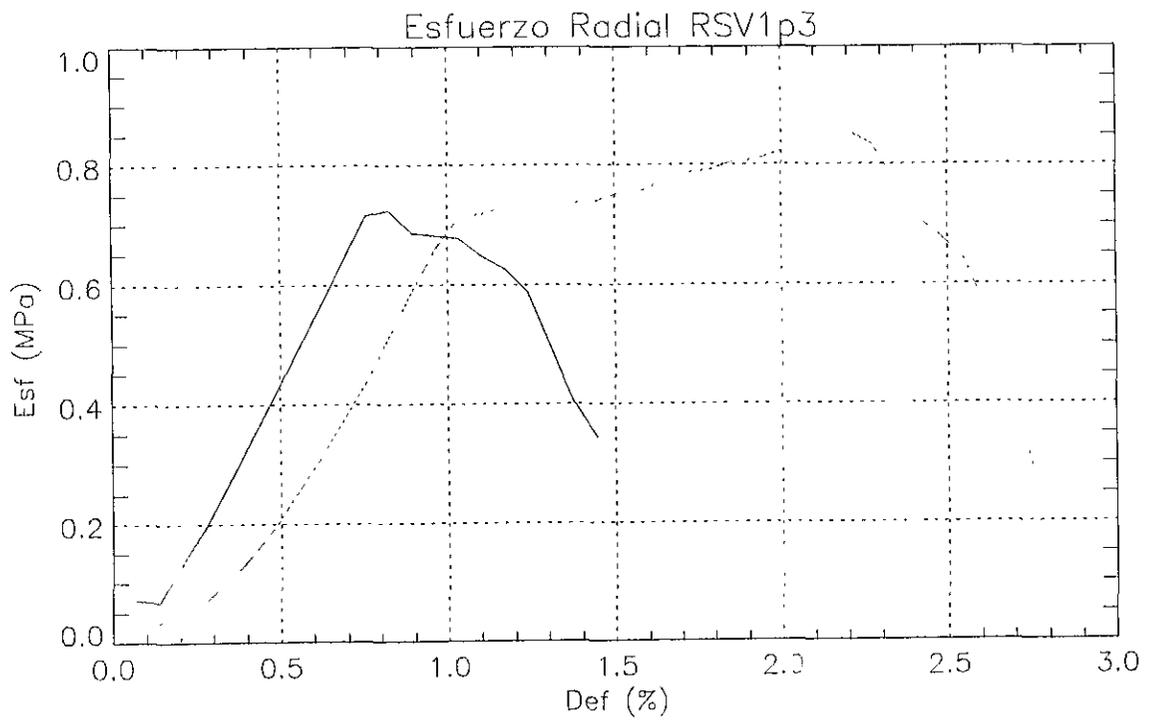


Figura C26. Esfuerzo radial SV 1.3%

ANEXO D

**TABLAS DE DATOS DE LOS COMPRIMIDOS
PARA PRUEBAS DE FRIABILIDAD**

Serie:BG0p0

Carga max: 5000 kg (Dcam=12.93 mm, > 373.55 Mpa)

# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
1	5,29	4,01	3,20	39,51	374,39	3,68	3,70	15,63	13,02	13,07	1,32	1,00	1,00	0,99	0,98
2	5,18	3,91	3,19	38,42	374,29	3,51	3,60	12,85	13,04	13,13	1,78	0,99	0,99	0,98	0,97
3	5,15	4,00	3,07	40,39	374,56	3,63	3,69	20,20	13,04	13,09	1,47	1,01	1,00	0,99	0,97
Media	5,21	3,15	3,15	39,44	374,41	3,61	3,66	16,22	13,03	13,10	1,52	1,00	1,00	0,99	0,97
es est	0,07		0,07	0,99	0,14	0,09	0,06	3,71	0,01	0,03	0,24	0,01	0,01	0,01	0,01
Co. var	1,42	2,29	2,29	2,50	0,04	2,42	1,50	22,85	0,09	0,23	15,53	1,00	0,58	0,59	0,59
Volumenes (ml)												% Compctación=			
Vo= 0,681															
Vc= 0,412															
Ve= 0,481															
V ₂₄ = 0,494															
Densdads (g/ml)												% Recup 0 hrs=			
do= 1,4695															
dc= 2,4264															
de= 2,0782															
d ₂₄ = 2,0263												% Recup 24 hrs=			

Serie:BG2p0

Carga max: 5000 kg (Dcam=12.93 mm, > 373.55 Mpa)

# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
1	5,31	4,05	3,18	40,11	374,94	3,74	3,76	18,24	13,02	13,07	1,32	1,02	1,02	1,01	1,00
2	5,34	4,13	3,13	41,39	373,99	3,60	3,66	16,93	13,03	13,11	1,63	0,99	0,99	0,97	0,95
3	5,48	4,24	3,16	42,34	373,99	3,58	3,68	16,46	13,02	13,15	1,94	1,00	1,00	0,98	0,92
Media	5,38	3,16	3,16	41,28	374,31	3,64	3,70	17,21	13,02	13,11	1,63	1,00	1,00	0,99	0,96
es est	0,09		0,03	1,12	0,55	0,09	0,05	0,92	0,01	0,04	0,31	0,02	0,02	0,02	0,04
Co. var	1,69	0,80	0,80	2,70	0,15	2,39	1,43	5,36	0,04	0,31	19,05	1,52	1,52	2,11	4,22
Volumenes (ml)												% Compctación=			
Vo= 0,703															
Vc= 0,413															
Ve= 0,485															
V ₂₄ = 0,499												% Recup 0 hrs=			
												% Recup 24 hrs=			
Densdads (g/ml)															
do= 1,423															
dc= 2,424															
de= 2,069															
d ₂₄ = 2,009															

Serie:BG4p0															
Carga max: 5000 kg (Dcam=12.93 mm, > 373.55 Mpa)															
# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
1	5,67	4,27	3,32	41,45	373,99	3,74	3,79	14,16	13,01	13,07	1,32	1,00	1,00	1,00	0,99
2	5,53	4,20	3,25	41,23	374,39	3,65	3,72	14,46	13,04	13,12	1,71	1,00	1,00	1,00	0,98
3	5,53	4,20	3,25	41,23	375,14	3,64	3,77	16,00	13,04	13,15	1,94	1,01	1,00	0,99	0,97
Media	5,58		3,27	41,30	374,51	3,68	3,76	14,87	13,03	13,11	1,65	1,00	1,00	1,00	0,98
Des est	0,08		0,04	0,13	0,58	0,06	0,04	0,99	0,02	0,04	0,31	0,01	0,00	0,01	0,01
Co var	1,45		1,23	0,30	0,16	1,50	0,96	6,64	0,13	0,31	18,94	0,58	0,00	0,58	1,02
				Volumenes (ml)			Densdads (g/ml)				% Compctación=	41,30			
				Vo= 0,729			do= 1,372								
				Vc= 0,428			dc= 2,337				% Recup 0 hrs=	12,45			
				Ve= 0,490			de= 2,047								
				V ₂₄ = 0,508			d ₂₄ = 1,976				%Recup 24 hrs=	15,47			
Serie:BG8p0															
Carga max: 5000 kg (Dcam=12.93 mm, > 373.55 Mpa)															
# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
1	5,92	4,34	3,50	40,88	374,12	3,83	3,90	11,43	13,00	13,08	1,40	1,00	0,99	0,98	0,96
2	5,67	4,24	3,35	40,92	374,77	3,80	3,85	14,93	13,01	13,06	1,24	1,00	1,00	0,97	0,94
3	5,62	4,21	3,33	40,75	374,94	3,76	3,83	15,02	13,01	13,14	1,86	1,00	0,99	0,96	0,94
Media	5,74		3,39	40,85	374,61	3,80	3,86	13,79	13,01	13,09	1,50	1,00	0,99	0,97	0,95
Des est	0,16		0,09	0,09	0,43	0,04	0,04	2,05	0,01	0,04	0,32	0,00	0,01	0,01	0,01
Co var	2,80		2,74	0,22	0,12	0,92	0,93	14,83	0,04	0,32	21,53	0,00	0,58	1,03	1,22
				Volumenes (ml)			Densdads (g/ml)				% Compctación=	40,85			
				Vo= 0,750			do= 1,334								
				Vc= 0,444			dc= 2,255				% Recup 0 hrs=	12,08			
				Ve= 0,504			de= 1,982								
				V ₂₄ = 0,520			d ₂₄ = 1,924				%Recup 24 hrs=	14,67			

Serie: BG16p0															
Carga max: 5000 kg (Dcam=12.93 mm, > 373.55 Mpa)															
# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
1	5,53	4,53	2,92	47,20	375,28	4,13	4,11	40,75	12,98	13,02	0,93	0,96	0,93	0,89	0,87
2	5,89	4,44	3,37	42,78	374,26	4,05	4,09	21,36	12,98	13,02	0,93	0,97	0,95	0,91	0,88
3	6,16	4,43	3,65	40,75	375,31	4,10	4,12	12,88	12,98	13,03	1,01	0,98	0,96	0,85	0,79
Media	5,86		3,31	43,58	374,95	4,09	4,11	25,00	12,98	13,02	0,96	0,97	0,95	0,88	0,85
Des est	0,32		0,37	3,30	0,60	0,04	0,02	14,29	0,00	0,01	0,04	0,01	0,02	0,03	0,05
Co var	5,39		11,12	7,57	0,16	0,99	0,37	57,16	0,00	0,04	4,68	1,03	1,61	3,46	5,83
					Volumenes (ml)			Densidads (g/ml)			% Compctación=	43,46			
					V ₀ = 0,766			do= 1,306							
					V _c = 0,433			dc= 2,309			% Recup 0 hrs=	22,45			
					V _e = 0,542			de= 1,791							
					V ₂₄ = 0,547			d ₂₄ = 1,773			%Recup 24 hrs=	23,21			

Serie:SV0p0

Carga max: 5000 kg (Dcam=12.93 mm, > 373.55 Mpa)

# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
1	10,45	8,24	4,13	60,48	372,97	5,35	5,50	33,17	13,25	13,36	3,57	1,00	0,89	0,84	0,78
2	10,93	8,57	4,28	60,84	373,17	5,36	5,57	30,14	13,21	13,35	3,49	0,99	0,68	0,48	0,38
3	10,97	8,60	4,29	60,89	372,66	5,34	5,53	28,90	13,20	13,31	3,18	0,99	0,51	0,22	0,12
Media	10,78		4,23	60,74	372,93	5,35	5,53	30,74	13,22	13,34	3,41	0,99	0,69	0,51	0,43
Des est	0,29		0,09	0,23	0,26	0,01	0,04	2,20	0,03	0,03	0,21	0,01	0,19	0,31	0,33
Co. var	2,68		2,12	0,37	0,07	0,19	0,63	7,14	0,20	0,20	6,01	0,58	27,45	60,65	77,92

Volumenes (ml)		Densdads (g/ml)		% Compctación=
Vo=	1,409	do=	0,710	60,74
Vc=	0,553	dc=	1,807	25,16
Ve=	0,734	de=	1,353	
V ₂₄ =	0,773	d ₂₄ =	1,284	28,93

Serie:SV0p4

Carga max: 5000 kg (Dcam=12.93 mm, > 373.55 Mpa)

# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
1	10,64	8,60	3,96	62,78	372,77	5,16	5,28	33,33	13,22	13,30	3,10	0,99	0,90	0,85	0,83
2	10,74	8,76	3,90	63,69	373,34	5,19	5,29	35,64	13,22	13,30	3,10	0,99	0,89	0,79	0,77
3	10,41	8,38	3,95	62,06	373,14	5,14	5,26	33,16	13,22	13,30	3,10	0,98	0,87	0,77	0,73
Media	10,60		3,94	62,84	373,08	5,16	5,28	34,05	13,22	13,30	3,10	0,99	0,89	0,80	0,78
Des est	0,17		0,03	0,82	0,29	0,03	0,02	1,38	0,00	0,00	0,00	0,01	0,02	0,04	0,05
Co. var	1,60		0,82	1,30	0,08	0,49	0,29	4,06	0,00	0,00	0,00	0,59	1,72	5,18	6,48

Volumenes (ml)		Densdads (g/ml)		% Compctación=
Vo=	1,385	do=	0,722	62,85
Vc=	0,515	dc=	1,944	28,37
Ve=	0,709	de=	1,392	
V ₂₄ =	0,733	d ₂₄ =	1,346	30,75

Serie:SV0p8															
Carga max: 5000 kg (Dcam=12.93 mm, > 373.55 Mpa)															
# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
1	10,82	8,75	3,99	63,12	372,77	5,29	5,39	35,09	13,19	13,30	3,10	1,00	0,88	0,72	0,51
2	10,76	8,76	3,92	63,57	373,51	5,20	5,34	36,22	13,19	13,30	3,10	0,99	0,85	0,66	0,51
3b	10,85	8,88	3,89	64,15	373,72	5,25	5,41	39,07	13,20	13,26	2,79	1,01	0,85	0,65	0,49
Media	10,81		3,93	63,61	373,33	5,25	5,38	36,80	13,19	13,29	3,00	1,00	0,86	0,68	0,50
Des est	0,05		0,05	0,51	0,50	0,05	0,04	2,05	0,01	0,02	0,18	0,01	0,02	0,04	0,01
Co var	0,42		1,30	0,81	0,13	0,86	0,67	5,58	0,04	0,17	5,97	1,00	2,01	5,59	2,29
Volumenes (ml)															
Densdads (g/ml)															
% Compctación= 63,61															
do= 0,708															
dc= 1,945															
de= 1,394															
d ₂₄ = 1,341															
Recup 24 hrs= 31,08															
Serie:SV1p3															
Carga max: 5000 kg (Dcam=12.93 mm, > 373.55 Mpa)															
# Pas	Ho (mm)	Display (mm)	Hc (mm)	% Def max	Esf max (MPa)	He (mm)	H ₂₄ (mm)	% Rec axial ₂₄	De (mm)	D ₂₄ (mm)	% Rec Rad ₂₄	W exp (g)	W40min (g)	W80min (g)	W120min (g)
1	10,81	8,46	4,27	60,50	372,60	5,39	5,54	29,74	13,22	13,31	3,18	1,00	0,82	0,71	0,55
2	10,70	8,43	4,19	60,84	373,34	5,21	5,33	27,21	13,18	13,27	2,87	1,00	0,93	0,86	0,80
3	10,68	8,43	4,17	60,96	374,12	5,24	5,46	30,94	13,18	13,32	3,26	1,00	0,85	0,72	0,65
Media	10,73		4,21	60,77	373,35	5,28	5,44	29,30	13,19	13,30	3,10	1,00	0,87	0,76	0,67
Des est	0,07		0,05	0,24	0,76	0,10	0,11	1,90	0,02	0,03	0,21	0,00	0,06	0,08	0,13
Co var	0,65		1,26	0,39	0,20	1,83	1,95	6,50	0,18	0,20	6,61	0,00	6,56	10,99	18,87
Volumenes (ml)															
Densdads (g/ml)															
% Compctación= 60,76															
do= 0,713															
dc= 1,817															
de= 1,385															
d ₂₄ = 1,322															
Recup 24 hrs= 27,24															