

制粒工艺对安全气囊气体发生剂颗粒性能的影响

刘 亮, 张 宁, 姚 俊, 张文龙, 范 智

(1. 中国航天科技集团四院四十二所, 湖北 襄阳 441003; 2. 湖北省应急救生与安全防护技术重点实验室, 湖北 襄阳 441003)

摘要:通过研究 4 种制粒工艺的工作原理和存在的优缺点,对制得安全气囊气体发生剂颗粒的粒度分布、松散密度、振实密度以及药片质量差异极值、侧压强度进行测试和分析,对比 4 种工艺颗粒的参数差异。结果表明:喷雾制得的气体发生剂颗粒粒度分布较集中,休止角较小,压缩度也较小,压片后的药片质量差异极值也较小,侧压强度较大;颗粒的休止角越小,压缩度越小,药片的质量差异极值越小,颗粒的压缩度与药片的侧压强度呈线性关系。

关键词:制粒; 气体发生剂; 休止角; 压缩度

中图分类号:TQ565 文献标志码:A

文章编号:1008-5548(2016)01-0067-04

Effect of Granulating Technology on Property of Airbag Gas Generent Particles

LIU Liang, ZHANG Ning,

YAO Jun, ZHANG Wenlong, FAN Zhi

(1. The 42nd Institute of the Fourth Academy of CASC,

Xiangyang 441003, China; 2. Key Laboratory of Emergency Safety and Rescue Technology of Hubei Province, Xiangyang 441003, China)

Abstract: By studying the working principles and disadvantages of four kinds of granulating technologies, the particle size distribution, bulk density, tap density, as well as extreme difference of tablet weigh and compressive strength of the prepared airbag gas generent particles were tested and analyzed. The difference among the parameters of particles in the four kinds of technologies was compared. The results show that the size distribution of the airbag gas generent particles prepared by spray system is more concentrated. The degree of compression and tablet weight variation extreme value of tablets pressed by particles are less, and the lateral pressure strength is greater. The less the angle of repose is, the less the degree of compression is, and the less the extreme difference of tablet weigh is. The particle degree of compression and compressive strength of tablets appear linear relationship.

Keywords: granulate; gas generent; angle of repose; degree of compression

近几年来,随着汽车数量的不断增加,道路交通的车流密度不断增大,同时交通事故发生率也在不断

上升,道路交通问题越来越受到人们的重视。为了保证驾驶员和乘员的安全,目前在汽车上安装的安全气囊能够在一定程度上减少交通事故对人身的伤害。

作为安全气囊发生器的核心组分,气体发生剂直接影响着安全气囊气体发生器起爆后的输出性能。目前安全气囊药剂大部分采用药片状药型,生产工艺主要分为原材料处理、干粉混合、制粒和压制工艺,其中制粒工艺大多采用湿法加水制粒工艺,生产工艺比较复杂和落后,存在较多人工操作过程,增加了生产过程中的危险性,而且对于生产的颗粒性能缺乏表征手段,导致药剂生产过程中片剂质量不稳定,影响安全气囊气体发生器起爆后的压力可靠性。本文中通过对 4 种不同的制粒工艺的研究,考察不同的制粒工艺造得气体发生剂颗粒的粒度分布、松密度、振实密度和休止角,同时探讨各种颗粒压片后片剂的硬度和药片质量的差异。

1 实验

1.1 样品制备

以安全气囊气体发生剂为研究对象,主要以硝酸胍为燃料,碱式硝酸铜为主氧化剂,另外加入其他燃烧催化剂来加快药剂的燃烧,同时添加一些工艺助剂,以解决压制工艺中的粘模等问题。

1.2 4 种制粒工艺

制粒的主要目的如下:1)改善药粉的流动性。药粉中存在许多粒径较小的组分,其黏附性和凝集性较强,对于压制工艺而言,流动性越差,物料填充到模具中的药粉较少。制粒后颗粒流动性能显著优化,改善颗粒的压缩成型性。2)避免一些组分的离析。当药剂中组分间的粒度和密度差异很大时,就容易出现离析现象。3)改善物料的压缩成型,以及压缩过程中压力的均匀传递等。

由于制粒的方式^[1]较多,主要分为干法制粒、湿法制粒和熔融制粒 3 大类,而湿法制粒又包括挤压制粒、转动制粒、高速搅拌制粒、挤出滚圆制粒、喷雾制粒和流化床制粒等,因此,本文中从以上制粒方式中选择 4 种常用的制粒工艺,针对安全气囊气体发生剂

收稿日期:2015-04-21, 修回日期:2015-06-14。

第一作者简介:刘亮(1988—),男,工程师,研究方向为火工品气体发生器及气体发生剂。电话:15570615560,E-mail:casc_liuliang@126.com。

的制粒工艺展开研究。

1.2.1 干法制粒

干法制粒是将粉体直接压缩成较大片剂后,重新粉碎成所需粒径大小的颗粒的方法。该工艺不加入任何黏合剂,依靠压缩作用使粉体物料压制成颗粒。干法制粒示意图如图 1 所示。干法制粒包括压片法和滚压法,一般使用较多的是滚压法。本实验在江苏省常州市金陵干燥设备有限公司生产的 GZX-60 型干法制粒机上进行,采用双压轮压制、粉碎至所需要的粒径。制得的颗粒粒径分布受压轮间隙大小和压轮压力的影响。

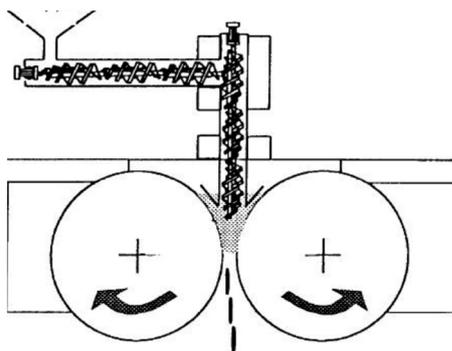


图 1 干法制粒示意图

Fig. 1 Schematic diagram of dry granulating method

1.2.2 湿法制粒

湿法制粒是在湿态黏合剂作用下,使粉体粘结成颗粒的方法。湿法使用的黏合剂主要分为润湿剂和胶黏剂,一般选择黏性较小的物质,如水或者乙醇,作为润湿剂,本文中均选择水作为润湿剂^[2],而胶黏剂则选择具有较高黏性的物质,如淀粉浆、缩甲基纤维素钠或者聚乙烯醇等。

湿法制粒的过程是将多个颗粒粘结而形成颗粒。颗粒间的主要结合力有以下 3 种:固体颗粒间的引力、可流动液体产生的表面张力和毛细管力、不可流动液体产生的黏合力。

1) 摇摆挤压制粒。摇摆挤压制粒属于挤压制粒的一种,其工艺过程是将加水混合后的物料通过一定孔径的筛子。实验过程选择 20 目(孔径为 830 μm) 不锈钢筛网,该方法的特点是手工操作,劳动强度较大,不适合连续生产。摇摆挤压制粒制得的颗粒粒度分布与黏合剂的种类、用量以及筛网的孔径有较大的关系。

2) 篮式叶片挤压制粒。篮式叶片挤压制粒也属于挤压制粒的一种,工艺过程是将加水混合后的物料加入到旋转挤出机中,通过挤出叶片的旋转将物料从筛网中挤出,挤出的物料基本上是圆柱状的,该工艺一般还需要配抛丸设备,在离心力与重力的作用下,将圆柱状的药条切断形成球状颗粒。该方法特点是能够

快速制备球状颗粒,适合批量生产。篮式叶片挤压制粒制得颗粒的粒径分布一般与筛网的孔径有较大的关系。

3) 喷雾干燥制粒。喷雾干燥制粒是将溶解完全的物料通过喷嘴喷入加热到一定温度的干燥室内,喷出的溶液水分很快蒸发,从而形成颗粒的工艺。该工艺的特点是能够在较短时间内完成液态物料的干燥和制粒,并且便于连续式的生产。喷雾干燥制粒制得颗粒的粒径分布受喷嘴直径的影响。

1.3 测试方法

1.3.1 粒度分布

选取不同孔径的标准筛,筛网孔径分别为 830、380、250、180、150、120、109、96、80、75 μm 。称取 100 g 药粒,然后按照孔径由大到小的过程分级过筛,过筛时间为 2 min,分别测试不同筛网筛上药粒含量,计算不同粒度间药粒的质量分数。

1.3.2 松密度和振实密度

取 30 g 药粒,通过短颈漏斗倒入容积为 100 mL 的量筒中,使药粒在量筒内铺平,切忌振荡,测试其在量筒内的体积 V_1 ,松密度 ρ_1 计算公式^[3]如下:

$$\rho_1 = \frac{30}{V_1} \quad (1)$$

将上述量筒以一定的振幅振动 300 次,记录振实后的体积 V_2 ,振实密度 ρ_2 计算公式^[3]如下:

$$\rho_2 = \frac{30}{V_2} \quad (2)$$

颗粒的压缩度 c 公式^[3]为

$$c = \frac{\rho_2 - \rho_1}{\rho_2} \times 100\% \quad (3)$$

1.3.3 休止角

取一个长颈漏斗,放置于水平面上,再将制得的颗粒缓慢倒入漏斗中,直到漏斗下形成圆锥尖端并接触到漏斗的出口为止,测出漏斗下口与平面的距离 d 以及圆锥底的半径 r ,按(4)式^[3]求出休止角 α ,一般测试 3~5 次,取平均值。

$$\tan \alpha = \frac{d}{r} \quad (4)$$

1.3.4 药片质量的差异和药片硬度

将不同工艺制得的颗粒压制成一定规格的药片,各取 100 片药片,测定药片的质量和硬度,统计药片质量以及硬度的最大值和最小值。

2 结果与讨论

2.1 不同制粒工艺制得颗粒的粒度分布

测试 4 种制粒工艺制得颗粒的粒度分布,如图 2 所示。由图可知:摇摆挤压制粒和喷雾制粒制得的颗粒粒度分布较分散,其中摇摆挤压制粒制得的颗粒粒

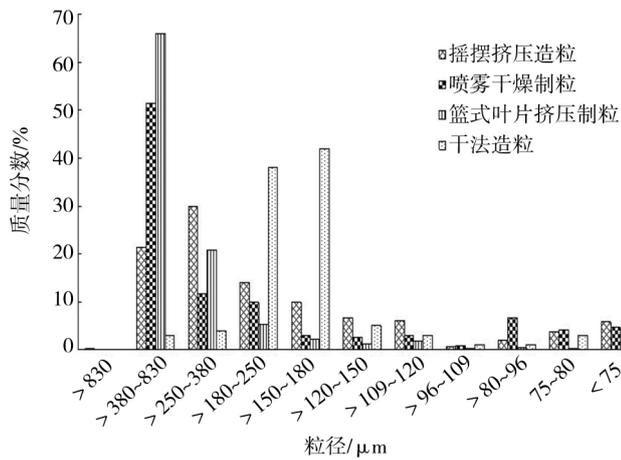


图 2 4 种制粒工艺制得气体发生剂颗粒的粒度分布

Fig. 2 Size distribution of gas generant particles prepared by four granulating technologies

径主要分布在>150~830 μm, 喷雾干燥制得的颗粒粒径主要分布在>180~830 μm; 而篮式叶片挤压制粒和干法制粒制得的颗粒粒径分布则比较集中, 篮式叶片挤压制粒制得的颗粒粒径主要分布在>380~830 μm, 该区间颗粒的质量分数为 66%; 干法制粒制得的颗粒粒径分布基本服从正态分布, 粒径分布集中在>150~250 μm。

2.2 颗粒平均粒径与压缩度测试

为了表征颗粒的性能参数, 计算和测试 4 种制粒工艺制得颗粒的休止角、松密度、振实密度和压缩度, 结果如表 1 所示。4 种制粒工艺制得颗粒的休止角与压缩度对比如图 3 所示。由图可知, 在 4 种制粒工艺中, 干法制粒和篮式叶片挤压制粒制得颗粒的压缩度较小, 同时休止角也比其他 2 种工艺制得颗粒的小。由图 3 和表 1 可知, 随着颗粒的粒度分布集中, 离散程度减小, 相对应地, 颗粒的休止角也

表 1 4 种制粒工艺制得颗粒的粉体物性指标测定结果

Tab. 1 Determination of powder property of particles prepared by four granulating technologies

工艺类型	休止角/(°)	松密度/(g·mL ⁻¹)	振实密度/(g·mL ⁻¹)	压缩度/%
喷雾干燥制粒	34.44	0.689 2	0.887 1	23.1
摇摆挤压制粒	36.04	0.680 3	0.901 0	24.5
篮式叶片挤压制粒	32.60	0.843 3	1.015 2	16.9
干法制粒	30.71	0.631 0	0.746 0	15.4

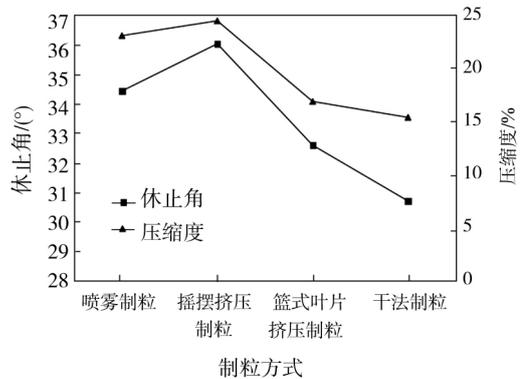


图 3 4 种制粒工艺制得颗粒的休止角与压缩度对比

Fig. 3 Contrast of angle of repose and degree of compression of particles prepared by four granulating technologies

偏小, 这说明颗粒的流动性较好, 因此颗粒的压缩度也就越小。

2.3 不同制粒工艺制得颗粒压片后的药片质量差异及侧压强度

考察 4 种制粒工艺制得的颗粒压片, 通过调整压片机确保压出的药片参数一致, 测试不同颗粒压出的药片的质量差异^[4]和侧压强度, 结果如表 2 所示。

表 2 4 种制粒工艺制得颗粒压片后的药片参数

Fig. 2 Pellet parameters of particles prepared by four granulating technologies

工艺名称	药片质量/mg				侧压强度/N		
	最大值	最小值	平均值	药片质量差异极值	最大值	最小值	平均值
喷雾干燥制粒	490	475	486	15	124.5	106.9	115.4
摇摆挤压制粒	493	471	488	22	115.2	94.1	105.6
篮式叶片挤压制粒	491	480	487	11	155.6	135.2	148.9
干法制粒	488	480	483	8	170.4	155.9	161.8

2.3.1 颗粒休止角对药片质量差异极值的影响

图 4 所示为药片质量差异极值与颗粒休止角的关系。由图可知, 在 4 种制粒工艺中, 干法制粒制得颗粒的休止角最小, 压出的药片质量差异极值也最小, 同时, 随着颗粒休止角的增大, 药片质量差异极值呈

现不断增大的趋势。影响药片质量差异的直接原因是颗粒的流动性, 当颗粒的休止角较小时, 颗粒的粒度分布集中, 离散度小, 颗粒的流动性好, 压片过程中物料的填充性较均匀^[5], 从而药片质量波动性较小, 药片的一致性较好。

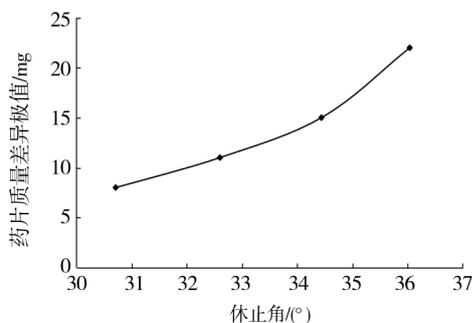


图 4 药片质量差异极值与颗粒休止角的关系

Fig. 4 Relation between extreme difference of tablet weigh and angle of repose of particles

2.3.2 颗粒压缩度对药片侧压强度的影响

颗粒的压缩度反映了颗粒内部的孔隙状况,压缩度越小,说明颗粒内部的孔隙越小,颗粒的填充密度较大,从而压出药片的侧压强度^[6]较大。按照粉体压缩度的经验,一般当压缩度小于 20%时,物料的流动性较好,当压缩度大于 40%时,流动性就会劣化到不易从容器中自动流出,颗粒流动性较差,很容易引起颗粒粘模、脱片等现象。本实验过程中颗粒流动性均较好,未出现粘模等问题。图 5 所示为药片的侧压强度与颗粒压缩度的关系。由图可知,药片的侧压强度与压缩度近似呈线性关系,根据最小二乘法原则得到线性回归方程,即侧压强度 $s = -593.19c + 251.42$ 。由于样品数量具有局限性,因此该方程只在一定压缩度

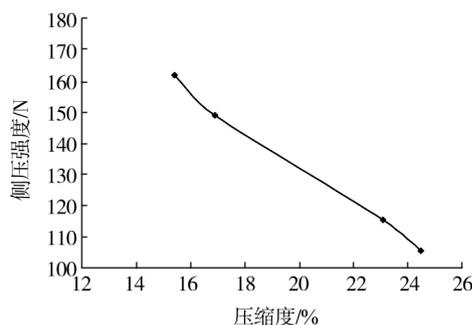


图 5 药片的侧压强度与颗粒压缩度的关系

Fig. 5 Relation between compressive strength of tablets and degree of compression of particles

范围内适用,最佳的适用范围是压缩度为 15%~25%。

3 结论

通过研究 4 种制粒工艺的原理和存在的优缺点,测试和分析了 4 种工艺制得安全气囊气体发生剂颗粒的粒度分布、松密度和振实密度、休止角以及药片质量和侧压强度,得到以下结论:

1)不同制粒工艺制得颗粒的粒度分布差异性较大,在生产过程中,应根据物料特性和所需粒度级配选择不同的制粒工艺;干法制粒制得颗粒的休止角最小,粒度分布最集中,压缩度也最小,压出药片的侧压强度最大。

2)当颗粒的休止角较小时,其流动性越好,从而压缩度越小,压缩性就越好;同时,休止角越小,颗粒的粒度分布越集中,离散程度小,因此物料填充过程中的均匀性好,药片的质量波动性较小,质量差异均值也就越小。

3)颗粒的压缩度与药片的侧压强度有较大关系,通过数据曲线分析得到片剂侧压强度 s 与药粒压缩度 c 的线性方程为 $s = -593.19c + 251.42$;在实际生产过程中,颗粒的控制指标为休止角小于 32° ,压缩度小于 20%,颗粒粒度分布集中,从而能够使压制出的药片压缩度大,满足机械冲击等环境测试要求,并且保证安全气囊气体发生器的性能优异。

参考文献 (References):

- [1] 把挹,徐玲玲, 年华. 中药颗粒剂制粒技术综述[J]. 中国药师, 2010, 13(5): 733-736.
- [2] 姜成义,王铁威,易强海,等. 浅谈水分散粒剂加工工艺及一步制粒设计[J]. 农药科学与管理, 2012, 33(4): 26-30.
- [3] 王艳平,田杰,杨丽英. 升降降浊胶囊成型工艺的研究[J]. 辽宁中医杂志, 2015, 42(3): 571-572.
- [4] 陈秀峰. 高速旋转式压片机片重差异分析及改进措施[J]. 机电信息, 2011(5): 25-28.
- [5] 伍善根,黄文杰. 压片颗粒制备技术的研究[J]. 医药工程设计, 2011, 32(2): 38-41.
- [6] 张毓,钟晓明. 中药颗粒剂成型工艺的研究进展[J]. 海峡药学, 2010, 22(1): 27-28.