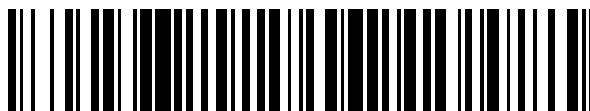


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 421 433**

51 Int. Cl.:

B30B 15/06 (2006.01)

C25D 9/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.09.2010** **E 10305986 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.04.2013** **EP 2431165**

54 Título: **Punzón de compresión de un material pulverulento con superficie antiadhesiva y prensa equipada con un punzón de este tipo**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.09.2013

73 Titular/es:

E.P.M.O. (50.0%)
Zone industrielle Les Gailletrous Rue E. Roux
41260 La Chaussee-Saint-Victor, FR y
UNIVERSITE DE NANTES (50.0%)

72 Inventor/es:

JOLLIVET, VINCENT;
MARCHAND, M. CÉDRIC;
BROUSSE, M. THIERRY;
MARTIN, CÉDRIC;
TCHORELOFF, M. PIERRE y
BUSIGNIES, VIRGINIE

74 Agente/Representante:

SUGRAÑES MOLINÉ, Pedro

ES 2 421 433 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Punzón de compresión de un material pulverulento con superficie antiadhesiva y prensa equipada con un punzón de este tipo

5 La presente invención se refiere a la fabricación de los punzones de compresión de polvo así como a la aplicación de los punzones en las prensas de compresión industriales que sirven para la fabricación de comprimidos en serie, concretamente en el campo de la fabricación de medicamentos.

10 De una manera general el término punzón designa herramientas que son móviles en escariados y que funcionan como pistones para garantizar la compactación de un polvo en una matriz que lo contiene y obtener así un comprimido de polvo aglomerado. La técnica se usa en la producción industrial para cualquier clase de productos que se comercializan por tanto en forma de unidades correctamente dosificadas para el uso previsto.

15 Sin ser en absoluto limitativo, puede mencionarse el caso de los polvos para lavar, el de los comprimidos para disolver en la industria alimentaria, el de las composiciones farmacéuticas administradas en forma de comprimidos o incluso la industria nuclear (retratamiento).

20 Según la aplicación, es más o menos importante respetar un grado de cohesión determinado del polvo en el comprimido. Las exigencias con respecto a esto son particularmente estrictas cuando se trata de comprimidos de uso farmacéutico, que en general no deben dividirse antes de alcanzar el estómago del enfermo.

25 Los materiales usados en el contexto de la fabricación industrial de comprimidos son asimismo muy diversos. Los punzones transmiten las fuerzas de compresión de la prensa de compresión (rodillo de compresión) al polvo de una manera cíclica y repetitiva que permite producir comprimidos idénticos por lote, de manera que dichos punzones se someten a tensiones repetitivas.

30 Para comprender mejor lo que representa la necesidad de resistencia y longevidad en funcionamiento, podrá hacerse referencia a la descripción de una prensa de compresión de tipo particular en la solicitud de patente FR 2 908 683. Se trata entonces de una prensa de torreta rotativa, pero las calidades que deben alcanzar los punzones serían las mismas para otros tipos de prensas, las de funcionamiento alternativo por ejemplo, o de introducción del polvo en el centro de la matriz mediante fuerza centrífuga.

35 Un problema importante encontrado durante la fabricación de comprimidos por compactación de materiales pulverulentos se refiere a la adherencia del polvo puesto en práctica que tiende a acumularse en la superficie de la parte activa del punzón, la que entra en contacto con polvo. Este fenómeno de adherencia, denominado de adhesión, tiene consecuencias negativas sobre el aspecto y la calidad de los comprimidos obtenidos, y sobre la propia viabilidad del procedimiento de compresión.

40 Pueden observarse concretamente defectos de masa, de dimensiones y de uniformidad de superficie de los comprimidos obtenidos. En el campo farmacéutico, esto puede afectar a la estética de los comprimidos así como a su cantidad de principios activos.

45 Durante la aparición de la adhesión, se realiza un desmontaje, una limpieza y un pulido de los punzones lo que constituye una operación molesta y que disminuye la vida útil de los punzones.

50 Para luchar contra este fenómeno de adhesión, una práctica habitualmente usada es aumentar la fuerza de compresión con el fin de reforzar la cohesión interna del comprimido. No obstante, esto presenta varios inconvenientes y genera molestias, concretamente el hecho de obtener comprimidos no conformes en cuanto al grosor, la dureza, el tiempo de disgregación, la secabilidad. Pueden suceder asimismo fenómenos de hendidura y de bloqueo. Finalmente, la prensa de compresión y sobre todo las herramientas se someten a tensiones más importantes que conllevan en el mejor de los casos un desgaste acelerado y en el peor de los casos una rotura de las partes activas.

55 Por otro lado, el documento DE 296 19 564 U1 describe un punzón de compresión en el que una de las superficies está revestida con una capa antiadherencia, estando formada dicha capa por un material inorgánico tal como un metal, un semimetal, carbono, un carburo, un nitruro, un boruro o incluso un óxido.

60 Por tanto, existe una necesidad de proponer punzones que resuelvan los problemas de adhesión con los polvos en la base de la fabricación de los comprimidos. Este es el objetivo de la presente invención. Al tratar este problema, no resulta inútil tener en cuenta los conocimientos adquiridos referentes a los diferentes motivos en la base de los fenómenos de adhesión.

65 Un primer tipo de adhesión es la adhesión por fijación mecánica del polvo en la superficie del punzón. Esta adhesión física corresponde a una afinidad geométrica entre las partículas de polvos que van a comprimirse y la superficie de las herramientas de compresión. Puede tener lugar a varios niveles: macroscópico a nivel de los grabados o de los salientes de secabilidad o microscópico a nivel del estado de superficie de las herramientas metálicas. En este

último caso, la adhesión depende de la rugosidad de la superficie original o creada por el desgaste. Para evitar esta fijación mecánica, se requiere un determinado nivel de pulido. Por tanto, generalmente se pule la superficie de los punzones a un grado más o menos esmerado según las características de los comprimidos y la naturaleza del polvo usado. Generalmente vuelve a pulirse la superficie durante su uso. Evidentemente, un pulido de este tipo presenta un coste tanto más elevado cuanto que se desea un estado de superficie lo más liso posible y que el punzón es difícil de pulir. Las superficies "simples" son más fáciles de pulir que las superficies complejas, por ejemplo que presentan zonas en relieve y/o en hueco.

Un segundo tipo de adhesión es una adhesión de tipo fisicoquímica entre el polvo y el punzón. Esta adhesión corresponde a una afinidad energética entre las partículas de polvos que van a comprimirse y la superficie de las herramientas. Para luchar contra este tipo de adhesión, en ausencia de solución en cuanto a las herramientas, los fabricantes de comprimidos han propuesto modificar la formulación de sus composiciones para hacer que sean menos adhesivas. Una solución clásicamente usada es concretamente añadir un lubricante tal como estearato de magnesio. Así, determinadas prensas están equipadas para realizar una pulverización de estearato de magnesio en la superficie de los punzones antes de llenar la cámara de compresión. Los ritmos se reducen fuertemente y los comprimidos pueden presentar defectos de superficie. Para determinados productos termosensibles, la prensa puede asimismo estar equipada con un sistema de refrigeración, favoreciendo el aumento de la temperatura la adhesión "fisicoquímica". Esta opción está poco extendida. Para determinados productos que presentan una geometría apropiada (superficie plana, ausencia de grabado), pueden adherirse piezas de inserción de materiales de plástico a la superficie de los punzones en un alojamiento previsto para ello. No obstante, deben sustituirse con mucha regularidad debido a su poca resistencia al desgaste.

Por consiguiente, ninguna de estas soluciones es óptima desde un punto de vista industrial ni permiten alcanzar una calidad de comprimido, ritmos de fabricación elevados, y costes reducidos de fabricación, de mantenimiento y de equipo.

Por tanto, se ha buscado un tratamiento de la superficie del punzón que confiera propiedades antiadhesivas por ausencia de afinidad con respecto a los polvos que van a comprimirse, al tiempo que permite un nivel de rugosidad de superficie que evite la adhesión por fijación mecánica. En el contexto de la invención, se ha puesto en evidencia que la superficie de la parte activa del punzón debe funcionalizarse químicamente mediante moléculas que aporten este efecto antiadhesivo.

La invención propone un punzón de compresión de un material pulverulento para una prensa de compresión, que se caracteriza porque al menos la parte activa del punzón está realizada de un material en cuya superficie se injertan mediante unión covalente radicales que comprenden un grupo molecular fluoro-carbonado con efecto antiadhesivo. Por "un" grupo molecular se entiende que el compuesto comprende uno o varios grupos.

El efecto antiadhesivo de estos injertos es notable en la medida en que tienen un efecto antiadhesivo por afinidad al tiempo que evitan una adhesión del material pulverulento por fijación mecánica ya que no degradan la rugosidad de las superficies en contacto con los sistemas pulverulentos.

Según modos de realización preferidos, el conjunto según la presente invención comprende al menos una de las siguientes características:

- dicho grupo molecular fluoro-carbonado es un grupo fluoroalquilo, preferiblemente un grupo alquilo en el que todos los átomos de hidrógeno se han sustituido por un átomo de flúor;

- dicho grupo molecular está unido a la superficie de dicho material mediante un grupo arilo, en particular un grupo fenilo, en el que al menos un sustituyente en el núcleo bencénico está constituido por dicho grupo molecular que presenta un efecto antiadhesivo;

- el grupo fluoroalquilo es la cadena lineal C_nF_{2n+1} , siendo n un entero superior o igual a 1;

- cuando n es igual a 1, el núcleo bencénico comprende uno o varios grupos CF_3 como sustituyente, y cuando n es igual a 8, el núcleo bencénico comprende un único sustituyente C_8F_{17} ;

- los radicales injertados se eligen de entre el trifluorometilfenilo y el perfluorooctilfenilo;

- los radicales se injertan mediante un procedimiento electroquímico con dos y/o tres electrodos tal como la voltametría cíclica, la cronoamperometría o la cronopotenciometría,

- los punzones son generalmente de acero convencional para herramientas, que puede soportar presiones elevadas (de 5 a 50 kN/cm²) y con una determinada capacidad para experimentar flexiones. El acero de base puede ser un acero poco aleado. Un acero denominado "convencional", que presenta las propiedades requeridas para punzones según la invención, puede ser el acero 55 NCD12. Este acero comprende aproximadamente el 0,55% de carbono, el 3% de níquel, así como cromo y molibdeno en contenidos más bajos.

El punzón con este tratamiento de superficie según la invención presenta la ventaja de tener una rugosidad de superficie Ra (rugosidad media aritmética), para la parte activa del punzón, tal como se requiere habitualmente, que es preferiblemente del orden de 0,02 a 0,03 μm .

Además con este tratamiento de superficie según la invención, se logra obtener un punzón que tiene una dureza de superficie al menos igual a 600 Hv (dureza Vickers), preferiblemente al menos igual a 1500 Hv, preferiblemente del orden de 2000 a 3000 Hv. Una dureza de este tipo confiere al punzón una vida útil suficiente en condiciones industriales.

La invención también se refiere a una prensa de compresión que comprende un punzón con compuestos injertados en la superficie de su parte activa, tal como se describió anteriormente.

Según un caso particular de la invención, la prensa de compresión comprende una plataforma de matrices de conformación de los comprimidos, y punzones superiores y punzones inferiores montados a ambos lados de la plataforma de matrices. Los punzones inferiores obturan la base de la matriz para ajustar la cantidad de material pulverulento vertida en exceso por el orificio superior de la matriz, y dichos punzones superiores, mediante su parte activa que sale de la guía de punzón, comprimen dicho material pulverulento en la matriz para conformar los comprimidos. La prensa es tal que al menos dichos punzones superiores o inferiores, y en general los dos, se realizan con una parte activa con efecto antiadhesivo tal como se describió anteriormente.

De manera más general, la invención se aplica a todas las prensas de compresión en las que, en funcionamiento, los comprimidos se producen a partir de un polvo colocado en una matriz (o cámara de compresión) y que se compacta en el interior de esta matriz por la acción de compresión de uno o varios punzones.

La invención se comprenderá mejor con la ayuda de los ejemplos de realización no limitativos descritos a continuación.

Según estos ejemplos, para realizar un punzón de compresión de polvo que va a comprimirse según la invención, se injertan electroquímicamente injertos que comprenden grupos moleculares a base de fluorocarbonos con efecto antiadhesivo en la superficie de la parte activa de un punzón.

Este injerto se realiza en dos etapas.

La primera etapa del tratamiento de superficie consiste en generar *in situ*, en presencia de electrolito, una sal de diazonio mediante reducción de una amina aromática cuyo núcleo bencénico comprende como sustituyente(s) uno o varios grupos fluoroalquilo. Alternativamente, la sal de diazonio puede usarse directamente si está disponible comercialmente.

La segunda etapa se refiere al injerto electroquímico de dicho núcleo bencénico así sustituido, mediante reducción electroquímica del catión aril-diazonio en la superficie del punzón. La reducción electroquímica del catión diazonio aromático conduce a la formación de un radical arilo. Este último reacciona con la superficie electroconductora que va a funcionalizarse mediante intercambio de electrones para formar una unión covalente. Esta segunda etapa puede realizarse por ejemplo mediante voltametría cíclica con variación lineal de potencial o mediante cronoamperometría.

De manera general, la reducción electroquímica se realiza con un sistema con tres electrodos:

- un electrodo de referencia que en este caso es el par Ag/AgCl,
- un contraelectrodo, en el presente caso una rejilla de platino (Pt) con una superficie de 1 cm^2 ,
- el electrodo de trabajo es el propio punzón.

La voltametría cíclica con variación lineal de potencial es un método electroquímico clásico que consiste en aplicar al electrodo de trabajo (en el que se desea realizar una reacción electroquímica) un potencial de tensión que varía lineal y periódicamente, entre dos valores extremos (elegidos en función de la estabilidad del electrolito de soporte y el material de electrodo) y en seguir la corriente de respuesta.

El potencial variable se impone entre el electrodo de referencia y el electrodo de trabajo mientras que la corriente se mide entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo. Se traza la intensidad en función del potencial para obtener los voltamogramas que proporcionan informaciones sobre las reacciones que intervienen en la superficie del electrodo de trabajo tales como la reducción o la oxidación de especies electrorreactivas.

Para los siguientes ejemplos, se emplea un intervalo de potenciales que inducen corrientes negativas que permiten la reducción del catión diazonio en cuestión. Se observa una onda de reducción que traduce la reducción de la sal

de diazonio para dar radical fenilo para injertarse en la superficie del punzón y permite determinar el potencial de reducción de la sal de diazonio usada en las condiciones de empleo. También se observa una disminución de las corrientes de respuesta a lo largo del tiempo lo que pone en evidencia el injerto del radical fenilo en cuestión en la superficie del punzón, limitando los injertos el paso de los electrones en la superficie de contacto electrodo/electrolito.

La cronoamperometría es un método electroquímico que consiste en imponer un potencial fijo al electrodo de trabajo para permitir la reacción de oxidorreducción deseada, habiéndose determinado este potencial mediante el método de voltametría descrito anteriormente. Se mide la corriente de respuesta en función del tiempo entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo.

En los siguientes ejemplos, las corrientes disminuyen a lo largo del tiempo, lo que traduce que hay injerto en la superficie del punzón (electrodo de trabajo) tal como se explicó anteriormente. Cuando la corriente se vuelve constante, la reacción de injerto en la superficie del punzón ha terminado. La reacción se realiza durante el tiempo necesario indicado en los ejemplos.

En el caso de los siguientes ejemplos, se aplica un potencial ligeramente más negativo que el potencial de reducción determinado con el fin de favorecer la reacción de reducción del catión diazonio.

EJEMPLO 1: Tratamiento de superficie fluorada de un punzón con un revestimiento de carbono de diamante amorfo dopado con tungsteno (CDA-W).

Ejemplo 1a: Según este ejemplo 1a, se injerta el radical fenilo que comprende dos grupos trifluorometilo $C_6H_3-(CF_3)_2$ en la superficie de un punzón de acero con un revestimiento de carbono de diamante dopado con tungsteno (CDA-W).

- Primera etapa: Preparación de la sal de diazonio $N_2^+-C_6H_3-(CF_3)_2$.

* En 50 ml de un electrolito de soporte (5,2 g de tetrafluoroborato de tetraetilamonio Et_4NBF_4 a 0,1 M en 250 ml de acetonitrilo ACN desgasificado con nitrógeno), se disuelven 117 mg de 3,5-bis-trifluorometilnilina $[NH_2-C_6H_3-(CF_3)_2]$

* Se añaden 176 mg de reductor nitrito de terc-butilo, es decir 3 equivalentes molares.

* Se desgasifica la disolución así preparada con burbujeo de nitrógeno durante 30 minutos.

- Segunda etapa: Injerto del $C_6H_3-(CF_3)_2$ mediante voltametría cíclica en la superficie del punzón.

* Con potencial abierto, se sumerge el punzón en la disolución de sal de diazonio $N_2^+-C_6H_3-(CF_3)_2$ preparada anteriormente.

* Tras estabilización del potencial de equilibrio, se realiza una voltametría cíclica con variación lineal de potencial a 50 mV.s, durante 10 ciclos, entre -0,5 V y 0,6 V.

* Se determina así el potencial de reducción de la sal de diazonio $N_2^+-C_6H_3-(CF_3)_2$ en la superficie del punzón revestido con CDA-W que es de -0,05 V.

- Alternativa a la segunda etapa: Injerto del $N_2^+-C_6H_3-(CF_3)_2$ mediante cronoamperometría.

* Con potencial abierto, se sumerge el punzón en la disolución de sal de diazonio $N_2^+-C_6H_3-(CF_3)_2$ preparada anteriormente.

* Tras estabilización del potencial de equilibrio, se aplica un potencial de -0,25 V al electrodo de trabajo durante 10 minutos.

Ejemplo 1b: Según este ejemplo 1b, se injerta el radical perfluorooctilfenilo $C_6H_4-C_8F_{17}$ en la superficie de un punzón de acero con un revestimiento de carbono de diamante dopado con tungsteno (CDA-W).

- Primera etapa: Preparación de la sal de diazonio $N_2^+-C_6H_4-C_8F_{17}$ mediante reducción de una anilina.

* En 50 ml de un electrolito de soporte (5,2 g de tetrafluoroborato de tetraetilamonio Et_4NBF_4 a 0,1 M en 250 ml de acetonitrilo ACN desgasificado con nitrógeno), se disuelven 255 mg de 4-perfluorooctilnilina ($NH_2-C_6H_4-C_8F_{17}$).

* Se añaden 176 mg de nitrito de terc-butilo, es decir 3 equivalentes molares.

* Se desgasifica la disolución así preparada con burbujeo de nitrógeno durante 30 minutos.

- Segunda etapa: Injerto del $C_6H_4C_8F_{17}$ mediante voltametría cíclica.

5 * Con potencial abierto, se sumerge el punzón en la disolución de sal de diazonio $N_2^+-C_6H_4-C_8F_{17}$ preparada anteriormente.

10 * Tras estabilización del potencial de equilibrio, se realiza una voltametría cíclica con variación lineal de potencial a 50 mV.s, durante 20 ciclos, entre -0,5 V y 0,2 V.

* Se determina el potencial de reducción de la sal de diazonio $N_2^+-C_6H_4-C_8F_{17}$ en la superficie del punzón revestido con CDA-W que es de 0,05 V.

- Alternativa a la segunda etapa: Injerto del radical $C_6H_4-C_8F_{17}$ mediante cronoamperometría:

15 * Con potencial abierto, se sumerge el punzón de acero en la disolución de la sal de diazonio $N_2^+-C_6H_4C_8F_{17}$ preparada anteriormente.

20 * Tras estabilización del potencial de equilibrio, se aplica un potencial de -0,250 V al electrodo de trabajo durante 4 minutos.

EJEMPLO 2: Tratamiento de superficie fluorada de un punzón con un revestimiento de acero (GRANE).

25 Ejemplo 2a: Según este ejemplo, se injerta el radical que comprende dos grupos trifluorometilo $C_6H_3-(CF_3)_2$ en la superficie de un punzón de acero (GRANE).

- Primera etapa: Preparación de la sal de diazonio $N_2^+-C_6H_3-(CF_3)_2$.

30 * En 50 ml de un electrolito de soporte (5,2 g de tetrafluoroborato de tetraetilamonio Et_4NBF_4 a 0,1 M en 250 ml de acetonitrilo ACN desgasificado con nitrógeno), se disuelven 117 mg de 3,5-bis-trifluorometilnilina $[NH_2-C_6H_3-(CF_3)_2]$

* Se añaden 176 mg de reductor nitrito de terc-butilo, es decir 3 equivalentes molares.

35 * Se desgasifica la disolución así preparada con burbujeo de nitrógeno durante 30 minutos.

- Segunda etapa: Injerto del $C_6H_3-(CF_3)_2$ mediante voltametría cíclica en la superficie del punzón.

40 * Con potencial abierto, se sumerge el punzón de acero GRANE en la disolución de sal de diazonio $N_2^+-C_6H_3-(CF_3)_2$ preparada anteriormente.

* Tras estabilización del potencial de equilibrio, se realiza una voltametría cíclica con variación lineal de potencial a 50 mV.s, durante 10 ciclos, entre -0,5 V y 0,6 V.

45 * Se determina así el potencial de reducción de la sal de diazonio $N_2^+-C_6H_3-(CF_3)_2$ en la superficie del punzón de acero GRANE que es de -0,05 V.

- Alternativa a la segunda etapa: Injerto del $C_6H_3-(CF_3)_2$ mediante cronoamperometría.

50 * Con potencial abierto, se sumerge el punzón de acero GRANE en la disolución de sal de diazonio $N_2^+-C_6H_3-(CF_3)_2$ preparada anteriormente.

* Tras estabilización del potencial de equilibrio, se aplica un potencial de -0,25 V al electrodo de trabajo durante 10 minutos.

55 Ejemplo 2b: Según este ejemplo 2b, se injerta el radical perfluorooctilfenilo $C_6H_4-C_8F_{17}$ en la superficie de un punzón de acero GRANE.

- Primera etapa: Preparación de la sal de diazonio $N_2^+-C_6H_4-C_8F_{17}$ mediante reducción de una anilina.

60 * En 50 ml de un electrolito de soporte (5,2 g de tetrafluoroborato de tetraetilamonio Et_4NBF_4 a 0,1 M en 250 ml de acetonitrilo ACN desgasificado con nitrógeno), se disuelven 255 mg de 4-perfluorooctilanilina ($NH_2-C_6H_4-C_8F_{17}$).

65 * Se añaden 176 mg de nitrito de terc-butilo, es decir 3 equivalentes molares.

* Se desgasifica la disolución así preparada con burbujeo de nitrógeno durante 30 minutos.

- Segunda etapa: Injerto del $C_6H_4C_8F_{17}$ mediante voltametría cíclica.

5 * Con potencial abierto, se sumerge el punzón de acero GRANE en la disolución de sal de diazonio $N_2^+-C_6H_4-C_8F_{17}$ preparada anteriormente.

10 * Tras estabilización del potencial de equilibrio, se realiza una voltametría cíclica con variación lineal de potencial a 50 mV.s, durante 20 ciclos, entre -0,5 V y 0,2 V.

10 * Se determina el potencial de reducción de la sal de diazonio $N_2^+-C_6H_4-C_8F_{17}$ en la superficie del punzón de acero GRANE que es de -0,1 V.

- Alternativa a la segunda etapa: Injerto del radical $N_2^+-C_6H_4-C_8F_{17}$ mediante cronoamperometría:

15 * Con potencial abierto, se sumerge el punzón de acero en la disolución de la sal de diazonio $N_2^+-C_6H_4-C_8F_{17}$ preparada anteriormente.

20 * Tras estabilización del potencial de equilibrio, se aplica un potencial de -0,4 V al electrodo de trabajo durante 4 minutos.

PRUEBA DE ANTIADHESIVIDAD:

Se somete a prueba el efecto antiadhesivo de los punzones así realizados.

25 En condiciones industriales, la compresión del material pulverulento se realiza en un intervalo de fuerzas comprendido entre una fuerza mínima y una fuerza máxima. Cada una de estas fuerzas se ha determinado según la naturaleza del grano del polvo, las materias primas que constituyen el polvo y las condiciones de entorno (temperatura, humedad) de la compresión así como el grosor, la masa, la dureza, la friabilidad, la capacidad de disgregación deseadas para el comprimido. Si la fuerza de compresión es demasiado elevada, el comprimido tendrá un tiempo de disgregación demasiado elevado y un grosor demasiado bajo. Si la fuerza de compresión no es lo bastante elevada, entonces el comprimido tendrá un tiempo de disgregación demasiado bajo y un grosor demasiado grande. Fuera de este intervalo, se considera que los comprimidos obtenidos no son conformes.

35 Cada polvo presenta sus propias propiedades. La caracterización de la aptitud de los punzones de no dar lugar a adhesión se realizó con dos polvos de formulaciones diferentes. Se realizó una primera prueba con un polvo A comercial considerado muy adhesivo. Se realizó una segunda prueba con otro polvo, denominado polvo B, mucho menos adhesivo que el polvo A.

40 La adhesión del polvo a los punzones depende de la fuerza, es decir que disminuye cuando se aumenta la fuerza de compresión. Es un fenómeno progresivo con un enriquecimiento más o menos importante de la superficie de los punzones por el polvo, y puede determinarse una "fuerza umbral" por debajo de la cual la adhesión obtenida ya no es industrialmente aceptable. Esta fuerza umbral depende de la propensión de las superficies a provocar adhesión. Cuanto menor sea la fuerza umbral, menos adhesión provocarán las superficies.

45 El criterio de apreciación de la adhesión es un criterio visual basado en la aparición o no de una capa residual de polvo en la superficie del punzón tras la compresión del polvo.

Pueden definirse 3 niveles de apreciación:

- 50 - la ausencia de adhesión: sin polvo residual sobre el punzón;
- la adhesión tolerable: presencia de una capa fina de polvo que permanece estable a lo largo del tiempo y que sólo se adhiere muy débilmente a la superficie del punzón; esta capa se elimina muy fácilmente;
- 55 - la adhesión inadmisibile: presencia de una capa gruesa de polvo que aumenta a lo largo de las compresiones; esta capa se adhiere muy fuertemente a la superficie y es difícil de eliminar.

60 La ausencia de adhesión y la adhesión tolerable permiten la producción industrial en buenas condiciones mientras que la adhesión inadmisibile ya no es aceptable para la producción industrial.

Prueba con el polvo A:

65 Para el polvo A, se determina una fuerza de compresión mínima de 7 kN y una fuerza de compresión máxima de 10 kN, entre las cuales debe realizarse la compresión del polvo para realizar comprimidos que tengan las características requeridas.

Los resultados de las pruebas se indican en la siguiente tabla:

Herramienta	Fuerza umbral	Resultado
Acero convencional	13,7 kN	Adhesión sistemática en condiciones industriales
Acero convencional, revestimiento convencional	16,5 kN	Adhesión sistemática en condiciones industriales
Acero convencional, pulido esmerado	11,2 kN	Adhesión sistemática en condiciones industriales
Acero convencional, revestimiento convencional, pulido esmerado	14,8 kN	Adhesión sistemática en condiciones industriales
Acero convencional con pieza de inserción de material de plástico adherida en la parte activa	6,7 kN	Nunca hay adhesión en laboratorio pero vida útil demasiado corta para uso industrial
Acero convencional, pulido convencional, injerto de $C_6H_3-(CF_3)_2$	8,5 kN	Adhesión aleatoria en función de la fuerza de compresión aplicada
Acero convencional, pulido convencional, injerto de $C_6H_4-C_8F_{17}$	6,9 kN	Nunca hay adhesión en condiciones industriales

5 Por tanto, a modo comparativo, para dos punzones sin el tratamiento de superficie mediante injerto de compuestos con efecto antiadhesivo, que son respectivamente de acero convencional y de acero convencional con un pulido esmerado, se observa una adhesión inadmisibles del polvo en condiciones industriales [7-10 kN]. Para estos punzones, la fuerza umbral para no tener ya adhesión del polvo A es superior a 10 kN, por tanto fuera del intervalo de las fuerzas de compresión requeridas.

10 Asimismo a modo comparativo, se somete a prueba un punzón de acero convencional (acero 55NCD12) en el que se ha adherido una pieza de inserción de material de plástico. Una superficie de este tipo no da lugar a una adhesión (ausencia de adhesión) del polvo A en laboratorio, la fuerza umbral es inferior a 7 kN pero un material de este tipo tiene una vida útil demasiado corta (la dureza de superficie Vickers es de 400 Hv) para un uso industrial.

15 Se somete a prueba el punzón de acero convencional con un pulido convencional, cuya superficie comprende injertos según el ejemplo 1. Una superficie de este tipo no da lugar sistemáticamente a una adhesión del polvo A que sea inadmisibles en condiciones industriales, se observa adhesión tolerable o algunas veces inadmisibles en el intervalo de fuerzas de compresión. No obstante la fuerza umbral para no observar ninguna adhesión inadmisibles se reduce con respecto al punzón no tratado, es de 8,5 kN. Al estar esta fuerza umbral comprendida en el intervalo de
20 fuerzas requerido, el punzón así tratado permite en general la producción industrial en condiciones satisfactorias siempre que la fuerza de compresión permanezca superior a 8,5 kN.

A continuación se somete a prueba el punzón de acero convencional con un pulido convencional, cuya superficie comprende injertos según el ejemplo 2. Una superficie de este tipo no da ninguna adhesión (ausencia de adhesión)
25 con el polvo A en condiciones industriales. La fuerza umbral es inferior a 7 kN. La producción industrial de comprimidos puede realizarse sin problemas de adhesión con este punzón.

Prueba con el polvo B:

30 Para el polvo B, se determina una fuerza de compresión mínima de 14 kN y una fuerza de compresión máxima de 16 kN, entre las cuales debe realizarse la compresión del polvo B para realizar comprimidos que tengan las características requeridas.

Los resultados de las pruebas se indican en la siguiente tabla:

35

Herramienta	Fuerza umbral	Resultado
Acero convencional	12 kN	Nunca hay adhesión en condiciones industriales
Acero convencional, revestimiento convencional	10 kN	Nunca hay adhesión en condiciones industriales
Acero convencional con pieza de inserción de material de plástico adherida en la parte activa	5 kN	Nunca hay adhesión en laboratorio pero vida útil demasiado corta para uso industrial
Acero convencional, pulido convencional, injerto de $C_6H_3-(CF_3)_2$	7 kN	Nunca hay adhesión en condiciones industriales
Acero convencional, pulido convencional, injerto de $C_6H_4-C_8F_{17}$	6,1 kN	Nunca hay adhesión en condiciones industriales

- 5 A modo comparativo, para un punzón respectivamente de acero convencional o con un revestimiento (sin tratamiento de superficie mediante injerto de compuestos con efecto antiadhesivo), no se observa ninguna adhesión (ausencia de adhesión) del polvo B en el intervalo de fuerzas de compresión requerido (14-16 kN). Para este punzón, la fuerza umbral para no tener ninguna adhesión del polvo B es de 14 kN, por tanto en el intervalo de fuerzas de compresión requerido.
- 10 Asimismo a modo comparativo, se somete a prueba un punzón de acero convencional en el que se ha adherido una pieza de inserción de material de plástico. Una superficie de este tipo no da lugar a una adhesión por afinidad (ausencia de adhesión) del polvo A en laboratorio, la fuerza umbral es de aproximadamente 5 kN. No obstante, tal como se indicó para el polvo A, una material de este tipo tiene una vida útil demasiado corta para un uso industrial.
- 15 También se somete a prueba el punzón de acero convencional con un pulido convencional, cuya superficie comprende injertos según el ejemplo 1. Una superficie de este tipo no da ninguna adhesión con el polvo B en condiciones industriales y la fuerza umbral es de aproximadamente 7 kN.
- 20 Finalmente se somete a prueba el punzón de acero convencional con un pulido convencional, cuya superficie comprende injertos según el ejemplo 2. Una superficie de este tipo no da ninguna adhesión del polvo B en condiciones industriales y la fuerza umbral es de aproximadamente 6 kN.
- Aunque incluso sin tratamiento de superficie, el punzón no da ninguna adhesión, en el punzón una vez tratado en superficie se reduce la fuerza umbral.
- 25 En todos los casos, el injerto de la superficie del punzón mediante un compuesto que comprende dos grupos $-CF_3$ o la cadena $-C_8F_{17}$ disminuye la fuerza umbral por debajo de la cual la adhesión es inadmisibles.
- Los punzones obtenidos según la presente invención presentan por tanto características antiadhesivas combinadas con una resistencia a la abrasión nunca antes obtenida. Pruebas *in situ* han permitido asimismo validar los resultados obtenidos y verificar su vida útil netamente prolongada con respecto a la técnica anterior.
- 30 Pueden considerarse otras técnicas de injerto. Por ejemplo el injerto puede realizarse mediante reacción química entre el radical con grupo molecular antiadhesivo y la superficie del punzón que va a tratarse. Según otro ejemplo, el injerto puede realizarse por vía fotoquímica tal como una irradiación que produce electrones en la superficie del punzón que va a tratarse.

REIVINDICACIONES

1. Punzón de compresión de un material pulverulento para una prensa de compresión que comprende una parte activa preformada destinada a estar en contacto con dicho material con vistas a comprimirlo, **caracterizado porque** dicha parte activa está realizada de un material en cuya superficie se injertan mediante unión covalente radicales que comprenden un grupo molecular fluoro-carbonado con efecto antiadhesivo.
2. Punzón según la reivindicación 1, **caracterizado porque** dicho grupo molecular es un grupo fluoroalquilo, preferiblemente un grupo alquilo en el que todos los átomos de hidrógeno se han sustituido por un átomo de flúor.
3. Punzón según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** dicho grupo molecular está unido a la superficie de dicho material mediante un grupo arilo, en particular un grupo fenilo, en el que al menos un sustituyente en el núcleo bencénico está constituido por dicho grupo molecular que presenta efecto antiadhesivo.
4. Punzón según la reivindicación 2 o la reivindicación 3, **caracterizado porque** el grupo fluoroalquilo es la cadena lineal C_nF_{2n+1} , siendo n un entero superior o igual a 1.
5. Punzón según la reivindicación 4, **caracterizado porque**, cuando n es igual a 1, el núcleo bencénico comprende uno o varios grupos CF_3 como sustituyente, y cuando n es igual a 8, el núcleo bencénico comprende un único sustituyente C_8F_{17} .
6. Punzón según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** los radicales injertados se eligen del trifluorometilfenilo y el perfluorooctilfenilo.
7. Punzón según una de las reivindicaciones 3 a 6, **caracterizado por el hecho de que** los radicales se injertan mediante un procedimiento electroquímico con dos y/o tres electrodos tal como la voltametría cíclica, la cronoamperometría o la cronopotenciometría.
8. Punzón según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** dichos punzones son de acero.
9. Prensa de compresión que comprende matrices de conformación de los comprimidos y punzones que comprimen el material pulverulento que forma los comprimidos, siendo dichos punzones según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.