

Coulabilité des poudres par la méthode A. GIOIA

» Flowdex

|| [Prix](#) | [E-shop](#) | [Brochure](#) | [Location](#)

Coulabilité Intrinsèque: une nouvelle technique de classification de la coulabilité

par ALBERTO GIOIA et ERIC BLANPAIN, Ingénieur Civil des Mines

Sommaire

[Uniformité de masse](#)

[Paramètres affectant la coulabilité](#)

[Affecting Flowability](#)

[Méthode expérimentale](#)

[Conclusions](#)

[Références](#)



La capacité d'écoulement des substances en poudre utilisées en formulation sous forme de comprimés est un paramètre très important pour la production de cette forme populaire de dosage. La capacité d'écoulement peut se définir comme la capacité d'une poudre à s'écouler de façon régulière sous l'effet de la gravité ou de toute autre force, de haut en bas d'une trémie puis jusqu'aux chambres de dosage, de compactage et d'écrasement.

Dans les applications de fabrication de comprimés, les poudres qui ont un haut degré de capacité d'écoulement offrent plusieurs avantages.

1. Un écoulement calme de haut en bas du produit minimise la formation de poches d'air.
2. La chambre de dosage peut être remplie avec grande précision, ce qui non seulement augmente la masse moyenne et réduit la variation du coefficient de masse moyenne mais également génère une pression régulière pendant la compression, d'où une réduction de l'usure sur les pièces mécaniques.
3. Une poudre à fort écoulement augmente la reproductibilité des paramètres d'alimentation, d'où une grande régularité de la dureté, de la friabilité, des taux de dissolution et des niveaux sanguins des comprimés.
4. Pendant la compression, l'air est bien expulsé grâce au haut degré de perméabilité, une qualité qui contribue à l'élimination des défauts dans les comprimés comme les croûtes et les fissures.
5. En définitive, on peut maintenir de grandes vitesses de production.

Si la capacité d'écoulement de la poudre a été obtenue en minimisant le pourcentage de fines, on obtient deux avantages supplémentaires : la surface limitée des particules de la poudre facilite la lubrification, et la réduction de la pulvérisation électrostatique et pneumatique des fines contribue à augmenter les rendements et à maintenir les chambres et les machines propres.

Uniformité de masse

Obtenir une masse uniforme est l'objectif premier du fractionnement des poudres, mais c'est aussi un problème. D'abord, bien que de nombreuses pharmacopées indiquent les limites de variation de masse acceptables en formes monodoses, elles ne définissent pas de procédures pour le fractionnement du produit en gros pour obtenir le respect de ces limites. De plus, la pratique de l'industrie pharmaceutique qui consiste à utiliser le dosage volumétrique pour le fractionnement du produit en gros ne garantit une uniformité satisfaisante que lorsque le produit en gros est liquide et n'est pas thixotropique. Pour les produits liquides, des méthodologies standard de laboratoire existent pour le contrôle quantitatif de la viscosité que ce soit sous conditions virtuellement statiques ou plus ou moins dynamiques.

Les poudres qui doivent être fractionnées doivent aussi avoir de bonnes caractéristiques d'écoulement, mais à ce jour aucune méthodologie de laboratoire n'a permis d'obtenir de bons indices d'écoulement applicables à la production réelle. Augsburg and Shangraw s'en sont peut-être approchés lorsque, en insistant sur le fait que l'objectif principal doit être l'obtention d'une masse uniforme, ils ont expérimenté différents mélanges dans des machines à comprimés et ont pris en considération le coefficient de variation de la masse moyenne comme l'indice d'écoulement ¹. Malheureusement, ce système d'évaluation a le défaut de ne pas être absolu - il dépend des conditions de travail et de l'appareillage utilisé. De plus, la méthode nécessite que les mélanges aient une capacité d'écoulement et une lubrification raisonnables. Pour autant la masse moyenne (CV) obtenue dans les équipements de production peut être utilisée comme point de comparaison pour les tests de laboratoire, tout comme les niveaux sanguins sont utilisés comme points de comparaison dans les tests de dissolution.

Paramètres affectant l'écoulement

De nombreux chercheurs ont identifié la capacité d'écoulement des poudres avec la friction entre particules que l'on peut mesurer par différentes techniques -l'angle du cône d'écoulement², l'angle de la table d'inclinaison³, et la durée d'écoulement sous conditions standard⁴, entre autres. Gold et al. ont obtenu un schéma de variation masse/temps sous conditions standard de vibrations en sacrifiant la clarté des données sur une seule variable⁵.

Les données obtenues par les méthodes de laboratoire mentionnées ci-dessus ne représentent pas une estimation fiable du comportement des poudres dans la machine. Je crois que ces tests échouent parce qu'ils ne sont dirigés vers le vrai noeud du problème. En particulier, il est incorrect d'identifier la capacité d'écoulement avec la friction entre particules, comme si les particules de poudre étaient semblables à des sphères de sable ou de verre.

La vérité est que les paramètres qui déterminent l'écoulement des poudres sont nombreux - taille des particules, fines, surface unitaire, forme des particules, densité réelle, densité du produit en gros, porosité, perméabilité de l'air dans la poudre, charge électrostatique, humidité, effets de tassement et forces de cohésion (ex., forces de London et liaisons hydrogènes) - et ils ont des influences contrastées et interdépendantes. La flocculation à elle seule - qui est causée par des forces cohésives, tous les autres paramètres le permettant - peut empêcher l'écoulement, alors qu'un très bon écoulement peut être obtenu avec des poudres à haute densité brute consistant en granules quasi-sphériques, sans flocculation.

Flocculation et son origine

Les floccules sont des groupes de fines avec faible cohésion ; on ne peut pas les isoler en laboratoire parce qu'ils se désintègrent facilement dans les tamis. Dans l'équipement de production, les poudres qui contiennent des floccules ont tendance à s'adapter au récipient (la trémie), un comportement similaire à celui d'un liquide en court de gélatinisation.

La flocculation se produit lorsqu'une grande surface - de contact - offre des fines favorise les forces cohésives. Ce sont les mêmes forces cohésives qui augmentent fortement pendant la compression pour donner des comprimés durs ; dans la poudre brute, ces forces sont trop faibles pour expulser l'air généré par les propriétés emboliques bien connues dans les capillaires. Par conséquent, les distances entre les granules restent à $100 \text{ \AA} = 0,01 \text{ \mu m}$. Le lactose, les amidons et le carbonate de calcium donnent des exemples classiques de flocculation.

L'humidité favorise la flocculation en augmentant la surface de contact entre les particules de poudre en réduisant la répulsion électrostatique parce que la constante diélectrique de l'eau est 80, et en favorisant la déperdition de charge électrostatique. D'autre part, une légère charge électrostatique - obtenue par exemple par tamisage ou par addition de Cabosil - peut contribuer à l'élimination des floccules.

Une méthode expérimentale

Principe de la méthode

La base de cette méthode est la capacité de la poudre à tomber librement par un trou dans une plaque. Le diamètre du plus petit trou au travers duquel la poudre passe trois fois sur trois constitue l'indice d'écoulabilité. Cette méthode a montré son facilité de reproductibilité. Chaque essai est considéré comme valide quand la poudre qui tombe implique toute la hauteur de la poudre (au moins 60mm).

Description de l'équipement

Très simplement, l'appareil Dow-Lepetit pour le test de la capacité d'écoulement intrinsèque des poudres (Hanson Research Corp., Northridge, California) consiste en un cylindre avec une série de disques amovibles - de différents diamètres - dans le fond ; l'orifice est fermé par un obturateur mobile ([Figure 1](#)). Les composants réels du système sont les suivants :

1. Un cylindre en acier inoxydable avec une capacité d'environ 200 ml.
2. Une série de disques en acier inoxydable. Chaque disque comporte un orifice précis au milieu dont le diamètre varie de 1-2 ml. Il est facile à attacher pour former un fond pour le cylindre.
3. Un obturateur qui couvre l'orifice et qui s'enlève rapidement sans vibration pour permettre à la poudre de s'écouler par l'orifice choisi.
4. Un entonnoir ajustable pour charger le cylindre d'échantillon avec une chute libre de la poudre de test.
5. Un récipient approprié pour collecter la poudre qui s'écoule au travers de l'appareil.

La procédure

L'anneau est fixé sur le support pour permettre à l'entonnoir d'être tout près de la surface de la poudre sans la toucher. Une charge de poudre de 50 g est ensuite versé par l'entonnoir au milieu du cylindre. Lorsque le chargement est terminé, il faut laisser 30 sec pour permettre la possible formation de floccules



ou de flocculation massive de toute la charge ([Figure 2](#)).

Maintenant, on utilise le levier pour ouvrir l'orifice dans le disque rapidement et sans vibrations. Une poudre à bonnes caractéristiques d'écoulement passera lentement au travers des orifices de petit diamètre en laissant une cavité en forme de cône renversé tronqué ([Figure 3](#)). D'autre part, une poudre qui floccule en masse tombera d'un coup en formant une cavité cylindrique. Si l'expérience est négative - ex., si la poudre tombe juste comme décrit plus haut - la poudre doit être testée à nouveau avec un disque au trou plus large.

interprétation Physico-mathématique

Il est facile de démontrer la relation directe entre le rayon de l'orifice et le coefficient de friction interne -ex., la viscosité - de la poudre. En utilisant K pour le coefficient de friction interne, r le rayon en centimètres du plus petit trou qui laisse la poudre s'écouler librement et d la densité de la poudre non tassée en grammes par millilitre, on obtient facilement :

$$K \leq 490 \cdot r \cdot d$$

Ici, K est exprimé en dynes par cm² ou poises ; et 490 correspond à la moitié de l'accélération gravitationnelle.

La masse du cylindre de poudre qui est forcé à tomber doit être supérieure à la friction sur la surface latérale du cylindre lui-même :

$$\pi \cdot r^2 \cdot h \cdot d \cdot g \geq 2 \cdot \pi \cdot r \cdot h \cdot K$$

où h est la hauteur du cylindre de poudre, $\pi \cdot r^2 \cdot h$ le volume du cylindre de poudre

$$\begin{aligned} h &= \text{height of cylinder of powder} \\ \pi \cdot r^2 \cdot h &= \text{volume of cylinder of powder} \\ g &= 980 \text{ cm/sq sec (acceleration of gravity)} \\ 2 \cdot \pi \cdot r \cdot h &= \text{side surface area of powder cylinder} \\ K &= \text{coefficient of friction per square centimeter} \end{aligned}$$



Figure 2: When loading is completed, 30 sec should be allowed for possible formation of individual flocculi or mass flocculation of the whole load.

Simplified, the equation reads:

$$\begin{aligned} r \cdot d \cdot g &\geq 2 \cdot K \\ K &\leq \frac{1}{2} \cdot r \cdot d \cdot g \\ K &\leq 490 \cdot r \cdot d \end{aligned}$$

It can also be said that a powder having viscosity K and nontapped bulk density d is sure to fall freely if

$$r \geq \frac{K}{490 \cdot d}$$

Par exemple, une poudre de densité de 0,5 g/ml passant par un trou d'un diamètre supérieur à 24 mm (ex. $r = 1,2$ cm) a une viscosité (ou force de cisaillement) de K

$$\leq 294 \text{ poise} = 29,400 \text{ cp.}$$

La force qui initie l'écoulement pour des poudres de bonne capacité d'écoulement est la masse du cylindre de poudre. Ce genre de poudre s'écoule du sommet jusqu'à ce que le plan soit assez incliné pour arrêter l'écoulement.

Test de limites d'acceptabilité

Les limites qui garantissent un bon fractionnement ou une bonne granulation de la poudre - c'est à dire, qui garantissent une bonne faible masse moyenne - dépend du type de machine, des conditions de travail et de la composition de la poudre. Notre expérience, de toute façon, nous autorise les généralisations suivantes :

1. Avec les machines Zanasi (Fratelli Zanasi SpA, Bologne, Italie) et MG 2 (MG2 Macchine Automatiche SpA, Bologne, Italie), on a une bonne gamme avec les disques à orifices 10-24 mm.
2. Avec les machines à comprimés, les limites de l'orifice sont 50%-120% du diamètre du poinçon utilisé.



22	1.20		1.30	
24	1.76			0.87
26	2.24	1.56		
30	3.33			
32				3.69

- *Les capsules sont calculées sur la base de contenus sans enrobage
- !Machine utilisée : Zanasi-Lz-6 (2 poinçons).
- £Machine utilisée : Ronchi Rotary (8 poinçons)
- §Machine utilisée : Manesty Express Rotary (20 poinçons)