

stwierdzane większe różnice pomiędzy gęstością nasypową i gęstością po ubicciu. Te różnice odzwierciedlają się w wartościach wskaźnika zagęszczenia i współczynnika Hausner'a.

Wskaźnik zagęszczenia:

$$\frac{100 (V_0 - V_f)}{V_0}$$

$V_0$  = objętość pozorna próbki nieubitej;

$V_f$  = końcowa objętość po ubicciu.

Współczynnik Hausner'a:

$$\frac{V_0}{V_f}$$

Zależnie od materiału, wskaźnik zagęszczenia może być określany przez  $V_{10}$  zamiast przez  $V_0$ . Jeżeli stosuje się  $V_{10}$ , jest to wyraźnie podane wraz z wynikami.

07/2008:20935

## 2.9.35. STOPIEŃ ROZDROBNIENIA PROSZKU

Rozkład wielkości cząstek oznacza się metodą analizy sitowej (2.9.38) lub, jeżeli dotyczy, innymi odpowiednimi metodami. W tym rozdziale podana jest prosta opisowa klasyfikacja stopnia rozdrobnienia proszku. Z przyczyn praktycznych do pomiaru stopnia rozdrobnienia proszku powszechnie stosowane są sита. Przesiewanie jest najbardziej odpowiednie, gdy przeważają cząstki większe niż ok. 75  $\mu\text{m}$ , choć może być również stosowane w przypadku niektórych proszków o mniejszej wielkości cząstek, jeżeli metoda ta może zostać zwalidowana. Często stosowaną techniką pomiaru w szerokim zakresie wielkości cząstek jest również dyfrakcja światła.

Tam, gdzie rozkład skumulowany został określony metodą analizy sitowej lub inną, wielkość cząstek można scharakteryzować w następujący sposób:

$x_{90}$  = wielkość poniżej której zawiera się 90% cząstek;

$x_{50}$  = mediana wielkości cząstek (tj. 50% cząstek jest mniejszych, a 50% cząstek większych);

$x_{10}$  = wielkość poniżej której zawiera się 10% cząstek.

Uznaje się, że symbol  $d$  jest również szeroko stosowany do oznaczenia tych wartości. Tak więc mogą być stosowane symbole  $d_{90}$ ,  $d_{50}$ ,  $d_{10}$ .

Następujące parametry mogą być zdefiniowane w oparciu o rozkład skumulowany.

$Q_r(x)$  = rozkład skumulowany wielkości cząstek o wymiarze mniejszym lub równym  $x$ , gdzie indeks dolny  $r$  określa typ rozkładu.

$r$	Typ rozkładu
0	Liczba
1	Długość
2	Pole
3	Objętość

Zatem, z definicji:

$Q_0(x) = 0,90$  jeżeli  $x = x_{90}$

$Q_1(x) = 0,50$  jeżeli  $x = x_{50}$

$Q_3(x) = 0,10$  jeżeli  $x = x_{10}$

Alternatywna, ale mniej informatywna metoda klasyfikowania stopnia rozdrobnienia proszku polega na stosowaniu terminów opisowych z tabeli 2.9.35.-1.

Tabela 2.9.35.-1.

Klasyfikacja proszków na podstawie stopnia rozdrobnienia		
Termin opisowy	$x_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	Rozkład skumulowany oparty na objętości, $Q_3(x)$
Grubo rozdrobniony	> 355	$Q_3(355) < 0,50$
Średnio rozdrobniony	180 – 355	$Q_3(180) < 0,50$ i $Q_3(355) \geq 0,50$
Miałko rozdrobniony	125 – 180	$Q_3(125) < 0,50$ i $Q_3(180) \geq 0,50$
Bardzo miałko rozdrobniony	$\leq 125$	$Q_3(125) \geq 0,50$

01/2010:20936

## 2.9.36. PŁYNIĘCIE PROSZKU<sup>(1)</sup>

Powszechne stosowanie proszków w przemyśle farmaceutycznym doprowadziło do powstania wielu metod charakteryzujących płynięcie proszku. Nie dziwi więc fakt, że w piśmiennictwie farmaceutycznym pojawia się duża liczba publikacji, w których podejmowane są próby korelacji różnych wielkości pomiarowych odnoszących się do płynięcia proszku z jego cechami, istotnymi w procesie wytwarzania. Opracowanie tak dużej liczby metod było nieuniknione, ponieważ zachowanie się proszku można rozpatrywać w różnych kategoriach, co utrudnia próby scharakteryzowania jego płynięcia.

Celem tego rozdziału jest dokonanie przeglądu najczęściej występujących w piśmiennictwie metod służących charakterystyce płynięcia proszku. Ponadto w rozdziale proponuje się standaryzację metod przydatnych przy opracowywaniu technologii produktów leczniczych, chociaż jest pewne, że nie istnieje pojedyncza prosta metoda, która charakteryzowałaby wystarczająco płynięcie proszków farmaceutycznych.

Cztery metody najczęściej stosowane do oceny płynięcia proszku to:

- kąt usypu;
- wskaźnik zagęszczenia lub współczynnik Hausner'a;
- szybkość przepływu przez otwór;
- komora ścinania.

Dodatkowo, każda z podstawowych metod posiada liczne warianty. Przy tej liczbie metod i ich wariantów wskazana byłaby standaryzacja, jeżeli to możliwe.

W tym celu poniżej omówiono stosowane najczęściej metody. Określono również istotne praktyczne uwagi oraz zalecenia dotyczące standaryzacji postępowania. Zasadniczo każda metoda pomiaru płynięcia proszku musi być praktyczna, użyteczna, powtarzalna i czuła; musi dostarczać znaczących wyników. Należy ponownie podkreślić, że żadna prosta metoda nie pozwala określić dokładnie i całkowicie szerokiego zakresu cech płynięcia, które mają znaczenie w przemyśle farmaceutycznym. Może się okazać, że najlepszą strategią będzie stosowanie kilku wystandaryzowanych metod w celu określenia różnych aspektów płynięcia proszku, w zależności od potrzeb badającego.

### KĄT USYPU

Badanie kąta usypu stosuje się w wielu dziedzinach nauki dla określenia płynięcia ciał stałych. Kąt usypu jest cechą związaną z tarciem wewnętrznym, czyli z oporem dla ruchu pomiędzy cząstkami. Dowiedziono, że kąt usypu zależy w dużym stopniu od zastosowanej metody. Praktyczne trudności powstają wskutek rozdzielania się materiału oraz zbijania lub napowietrzania proszku w czasie formowania stożka. Pomimo tych trudności metodę kąta usypu nadal stosuje się w przemyśle

<sup>(1)</sup> Rozdział ten został poddany procesowi harmonizacji wymagań farmakopealnych. Patrz rozdział 5.8. Harmonizacja wymagań farmakopealnych.