

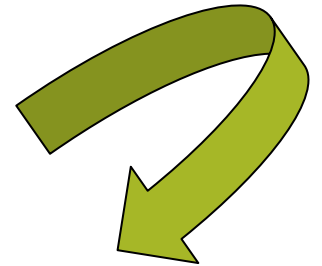
PREPARAZIONE DI FORME DI DOSAGGIO SOLIDE

**Ripartizione volumetrica
di materiale particolato**
(generalmente miscele di polveri,
eventualmente **granulati**)

SOLIDI	Polveri
	Granulati
	Pellets
	Capsule
	Compresse
	Pastiglie
	Gomme da masticare

PREPARAZIONE DI FORME DI DOSAGGIO SOLIDE

**Ripartizione volumetrica
di materiale particolato**
(generalmente miscele di polveri,
eventualmente granulati)



OPERAZIONI UNITARIE

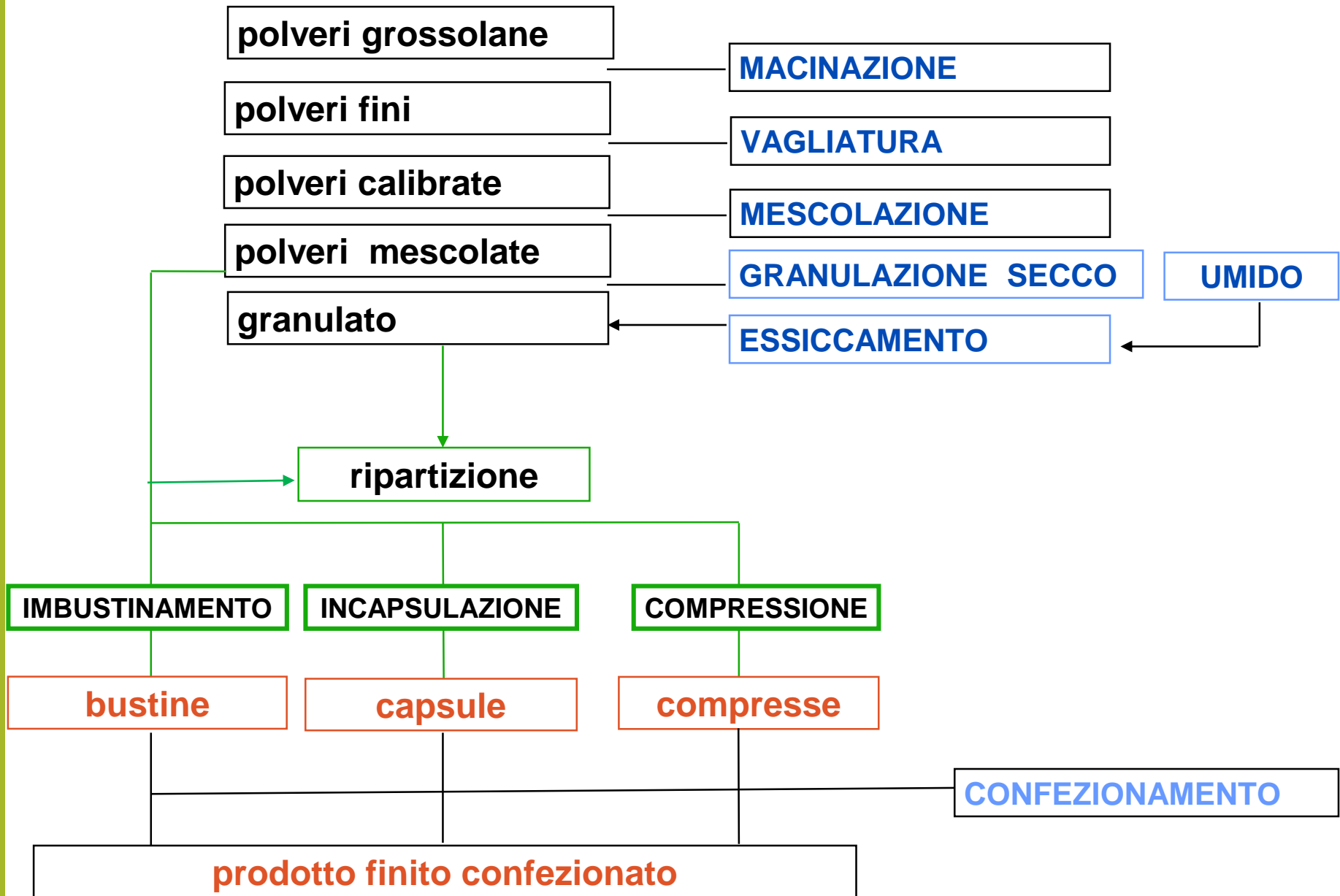
Macinazione

Mescolazione

Granulazione (secco, umido)

Essiccamento

FORME di DOSAGGIO SOLIDE ORALI – SCHEMA di PREPARAZIONE



POLVERI

Sistema eterogeneo composto da particelle individuali casualmente interdisperse con spazi d'aria

- Possono rappresentare come tali una forma di dosaggio
oppure
- Possono essere impiegate per la preparazione di altre forme di dosaggio
 - Solide: granulati, capsule, compresse
 - Liquidi dispersi: sospensioni

Proprietà delle polveri

```
graph TD; A[Proprietà delle polveri] --> B[Fondamentali]; A --> C[Derivate];
```

Fondamentali

particelle individuali

- forma
- dimensione
- porosità
- area superficiale

Derivate

*polvere nel suo insieme
(bulk properties)*

- scorrevolezza
- densità apparente
- impaccamento o assestamento
- area superficiale specifica (ASS)

Caratterizzazione delle polveri

- Sistema complesso virtualmente impossibile da caratterizzare in termini di proprietà fondamentali.
- Possibilità di disporre di misure semi-quantitative di alcuni fattori (parametri o proprietà) importanti per l'attività formulativa /produttiva

Proprietà delle singole particelle

Dimensione e forma

- Dalle dimensioni delle particelle dipendono l'assestamento, la porosità, la densità e lo scorrimento delle polveri
- Le particelle che costituiscono le polveri sono eterogenee
 - forma e superficie irregolari
 - non hanno una dimensione omogenea



Intervallo dimensionale (*particle size distribution*)



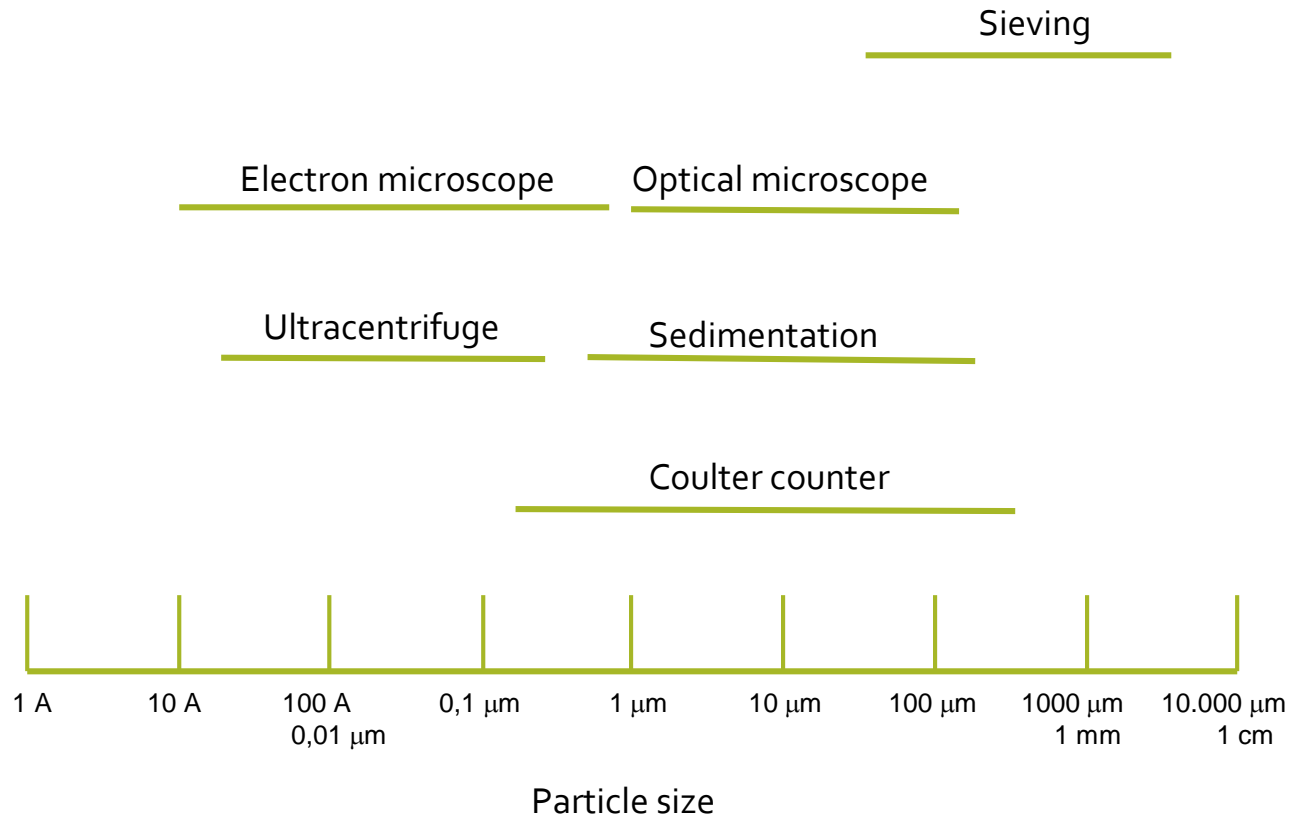
Granulometria (*Micromeritics*)

Granulometria

Metodi per la determinazione della dimensione di una polvere (Analisi granulometrica)

- **Analisi al microscopio ottico**, microscopio elettronico a scansione (SEM), microscopio elettronico a trasmissione (TEM)
- **Setacci**
- Tecniche di sedimentazione
- Sistemi a conducibilità elettrica o a impulsi di resistenza (*Coulter Counter*[®])
- Sistemi che sfruttano la diffrazione della luce laser (*low angle laser light scattering*)
- Sistemi che utilizzano la spettroscopia di correlazione fotonica (*dynamic light scattering*)

Metodi utilizzati per la determinazione delle dimensioni particellari



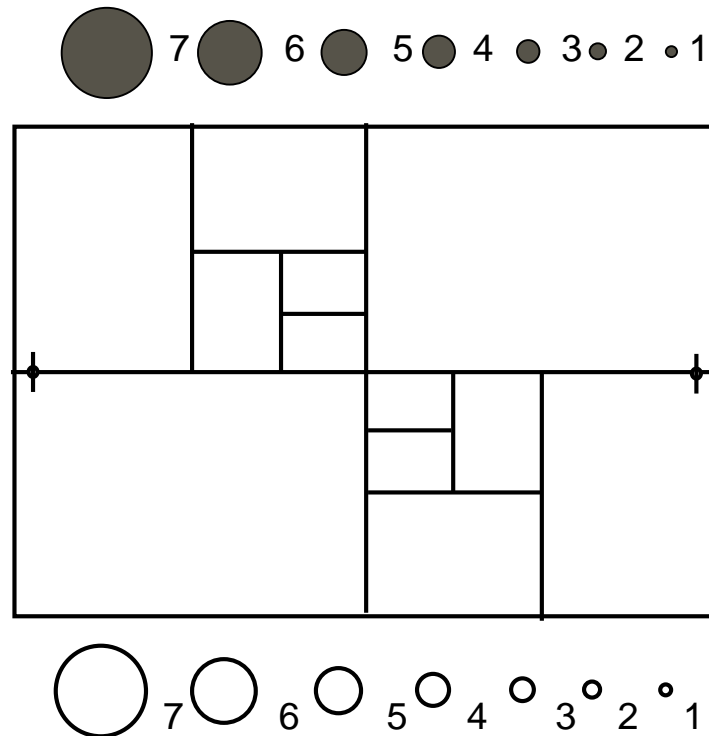
Analisi al microscopio ottico

- *Range*: 0,2- 100 μ
- Campione disperso (sospensione) su di un vetrino.
- Obiettivi muniti di scala micrometrica
- Possibilità di proiettare su uno schermo.
- Possibilità di prendere fotografie.
- Sistemi a lettura automatica e computerizzata (*costosi*).
- Generalmente si indica il *range* entro il quale è compresa la particella.
- Si contano almeno 625 particelle (British Standard)
- Si utilizzano più obiettivi per poter valutare dimensioni anche molto diverse fra loro.
- Esecuzione semplice ma lunga e noiosa
- Valutazione di due sole dimensioni: lunghezza e larghezza, nessuna informazione sullo spessore
- **Distribuzione in numero**



L'analisi al microscopio è generalmente eseguita in via preliminare, es. per la verifica della presenza di aggregati di particelle, ed anche per guidare la scelta del metodo più adatto all'analisi e/o dei parametri operativi dell'analisi stessa.

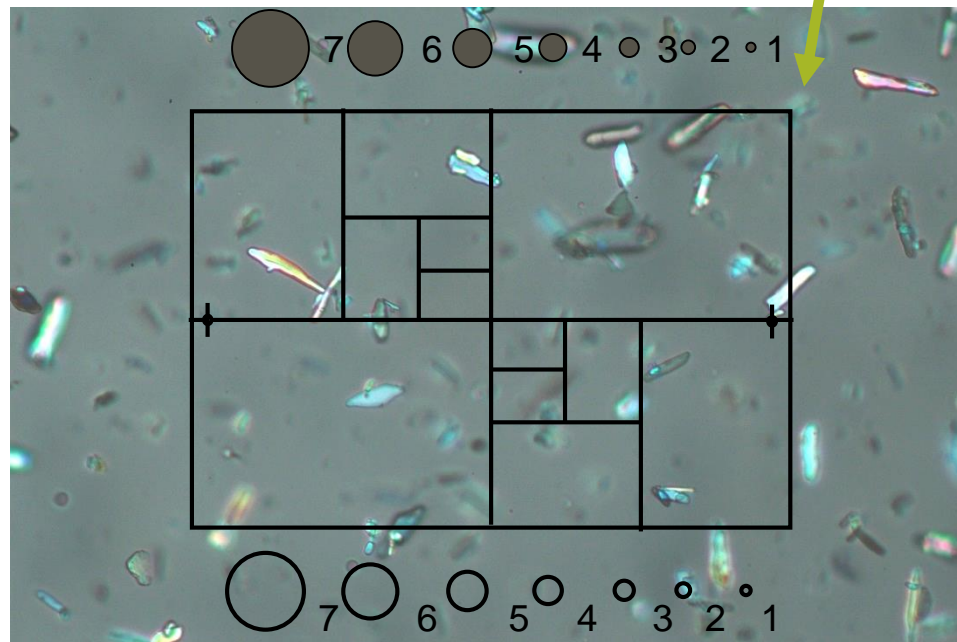
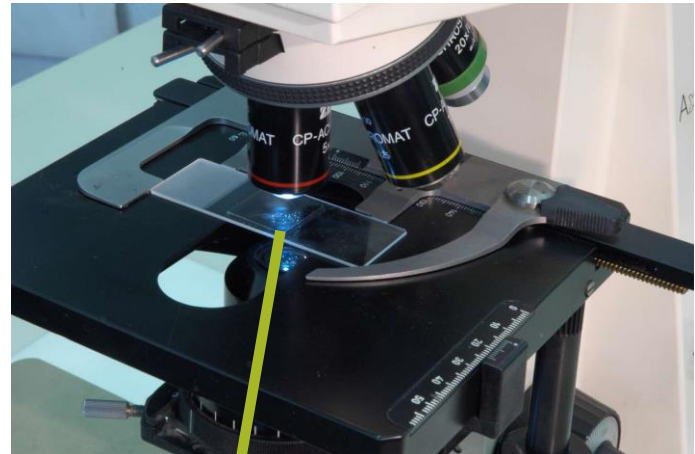
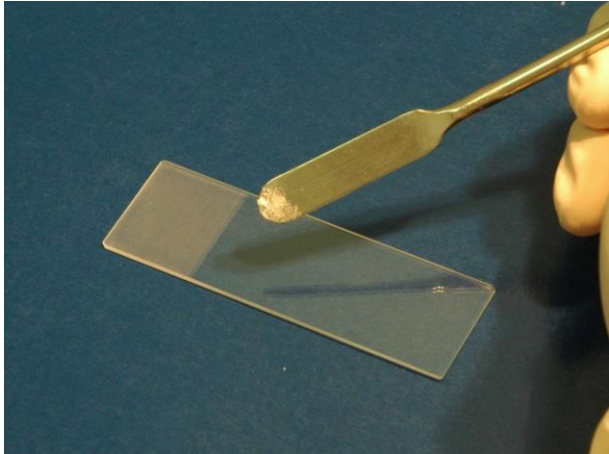
Analisi al microscopio ottico



Reticolo del *British Standard**

**British Standard* è un ente di normazione, certificazione e formazione internazionale che opera a livello globale sotto accreditamento di diversi organi nazionali e internazionali

Analisi al microscopio ottico



Analisi al microscopio ottico

Rappresentazione dei risultati

Numero di particelle in funzione della classe dimensionale

Classe Granulometrica (mm)	Media della Classe granulometrica	Numero particelle contate	% in numero
4-8	6	5	1,92
8-12	10	15	5,75
12-16	14	46	17,62
16-20	18	68	26,05
20-24	22	58	22,22
24-28	26	32	12,26
28-32	30	22	8,43
32-36	34	10	3,83
36-40	38	2	0,77
40-44	42	2	0,77
44-48	46	0	0,00
48-52	50	1	0,38
		261	100

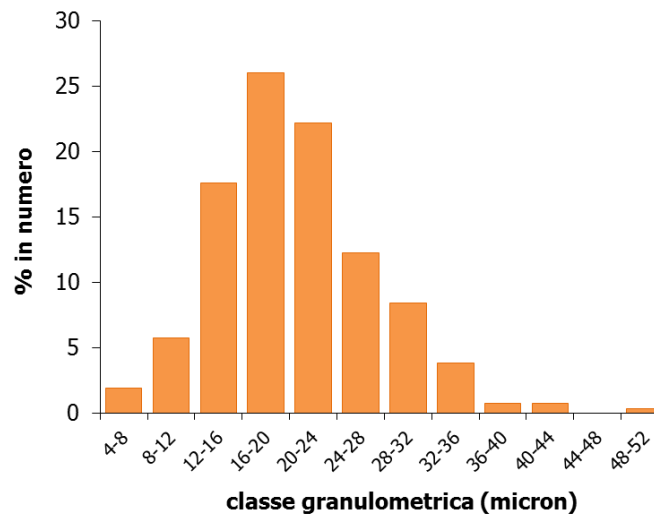
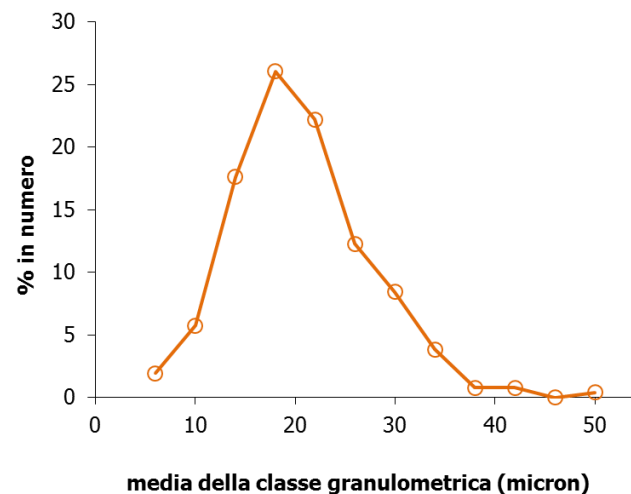


Grafico a barre (istogramma) ottenuto dai dati riportati in tabella



Curva di frequenza ottenuta dai dati riportati in tabella

Analisi con i setacci

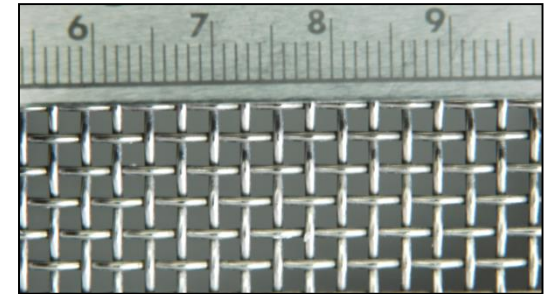
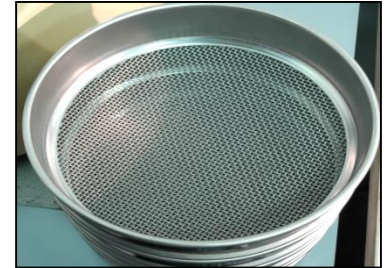


- Si utilizza una serie calibrata di setacci
- Generalmente per polveri grossolane: 0,5 mm-44 μ
- Si scelgono da 5-10 setacci
- Si pesano 100 g di polvere
- setacciatrice vibrante (Vibriovaglio)
- movimento per un tempo definito
- si pesa la polvere rimasta sui setacci
- si ripete fino a quando il peso sui diversi setacci non varia di molto

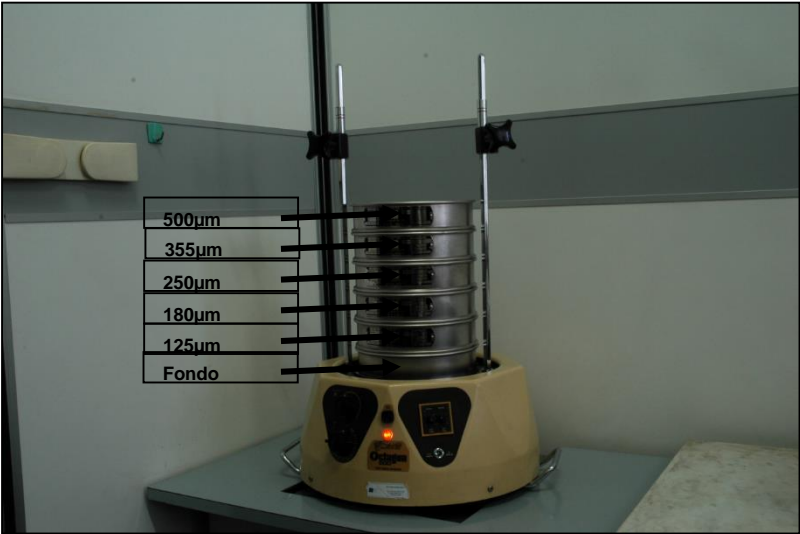
Distribuzione in peso

Variabili

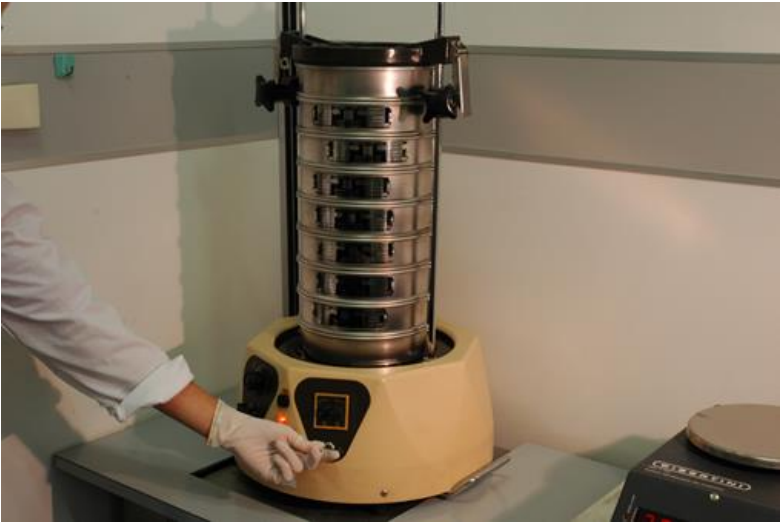
- **quantità di polvere impiegata**
- **tempo di setacciatura**



Analisi con i setacci



Vibrovaglio Endecotts



Analisi con i setacci



Analisi con i setacci

Condizioni dell'analisi:

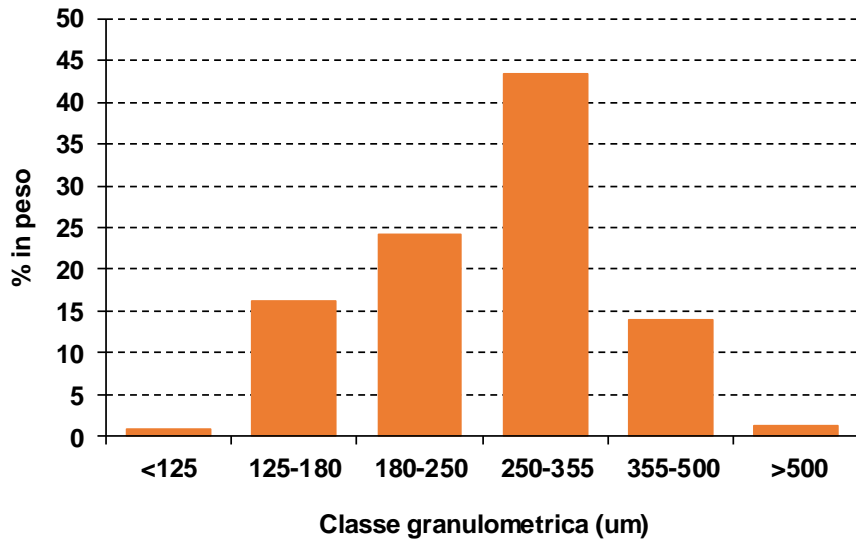
Pesata: 101,1 g

Setacci: 20 cm

Istrumento: Vibrovaglio Endecotts

- Amplitude: 4

- Tempo: 5 min + 2 min



Quantità (g) di polveri in funzione della classe granulometrica

Classe Granulometrica (μm)	Tara (g)	Lordo (g)	Neto (g)	Percentuale in peso (%)
<125	245,4	246,3	0,9	0,9
125-180	276,2	292,5	16,3	16,1
180-250	283,6	308,1	24,5	24,3
250-355	288,7	332,5	43,8	43,4
355-500	288,2	302,4	12,4	14,1
>500	311,3	312,6	1,3	1,3
			101,0	100

Proprietà delle polveri



Fondamentali

particelle individuali

- forma
- dimensione
- porosità
- area superficiale

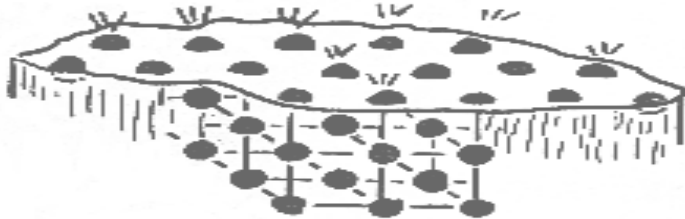
Derivate

*polvere nel suo insieme
(bulk properties)*

- scorrevolezza
- densità apparente
- impaccamento o assestamento
- area superficiale specifica (ASS)

Proprietà della polvere nel suo insieme

Interfaccia solido-aria



- Atomi o ioni localizzati alla superficie delle particelle esposti ad una differente distribuzione delle forze di legame intra intermolecolari rispetto a quelli dentro le particelle

➤ Energia libera superficiale

- ↪ “non soddisfatta” forza di attrazione molecolare, che tende ad estendersi per piccole distanze verso l'esterno
- ↪ può essere associata ad atomi e ioni che stanno in superficie

le particelle sufficientemente vicine si attraggono e tendono a stare attaccate le une alle altre

↪ **coesione**
↪ **adesione**

Coesione attrazione fra particelle dello **stesso tipo**

Adesione attrazione fra particelle di **tipo diverso**

Entrambi danno luogo ad una proprietà intrinseca della polvere in bulk

↳ resistenza al movimento differenziale delle particelle che la costituiscono (**SCORREVOLEZZA**)

INFLUENZA

↳ **ripartizione** (scorrimento in dispositivi di alimentazione-riempimento)

DIRETTA

↳ **miscelazione**

↳ **compressione**

*La resistenza al movimento relativo delle particelle (**scorrevolezza**) è influenzato anche da:*

↪ **sviluppo di forze elettrostatiche (frizioni interne)**

↪ **strato di umidità assorbita**

↪ dissipazione delle cariche elettrostatiche

↪ formazione di "ponti" liquidi fra una particelle e l'altra (tensione superficiale - capillarità)

↪ **proprietà delle polveri**

↪ **apparecchiature impiegate**

Lo scorrimento delle polveri influenzato da.....

- Equilibrio tra le forze che favoriscono lo scorrimento (F_s) e le forze che lo contrastano (F_c)

$$\Sigma F_s = \Sigma F_c$$

F_s

- forza di gravità (e/o altre forze)
- densità vera delle particelle
- inclinazione del piano

F_c

- forze di coesione ed adesione

Questi contributi non possono essere valutati distintamente, ma esistono tecniche sperimentali per "quantizzare" la resistenza delle particelle al movimento.

Metodi sperimentali per valutare la resistenza delle particelle al movimento

1. metodi statici o indiretti

↪ misurano un determinato parametro quando la polvere ha raggiunto una posizione di stasi

2. metodi dinamici o diretti

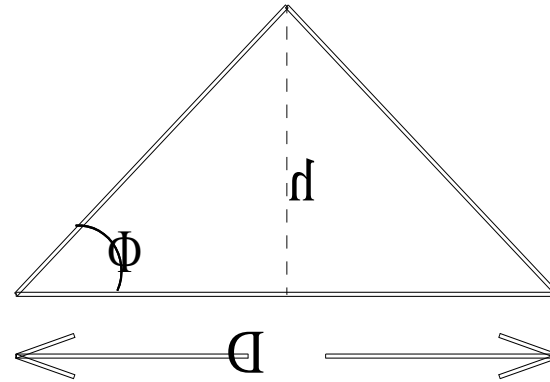
↪ misure ottenute con le polveri in movimento

Metodi indiretti

Angolo di riposo

$$\operatorname{tg}\Phi = \frac{2h}{D}$$

$$25 < \phi < 40$$



è in funzione delle proprietà coesive e frizionali di un letto di polvere sottoposto a piccoli carichi esterni (riempimento capsule, mixing,)

↳ **polveri coesive hanno elevato angolo di riposo**

- metodo attendibile solo per polveri di facile scorrimento
- metodo non riproducibile a causa degli urti tra le particelle che influiscono sulla forma del cono

Metodi indiretti

Indice di compressibilità

(Indice di Carr)

- *indica la facilità con cui un materiale può essere indotto a scorrere*

$$I = \left[1 - \frac{V}{V_o} \right] \times 100$$

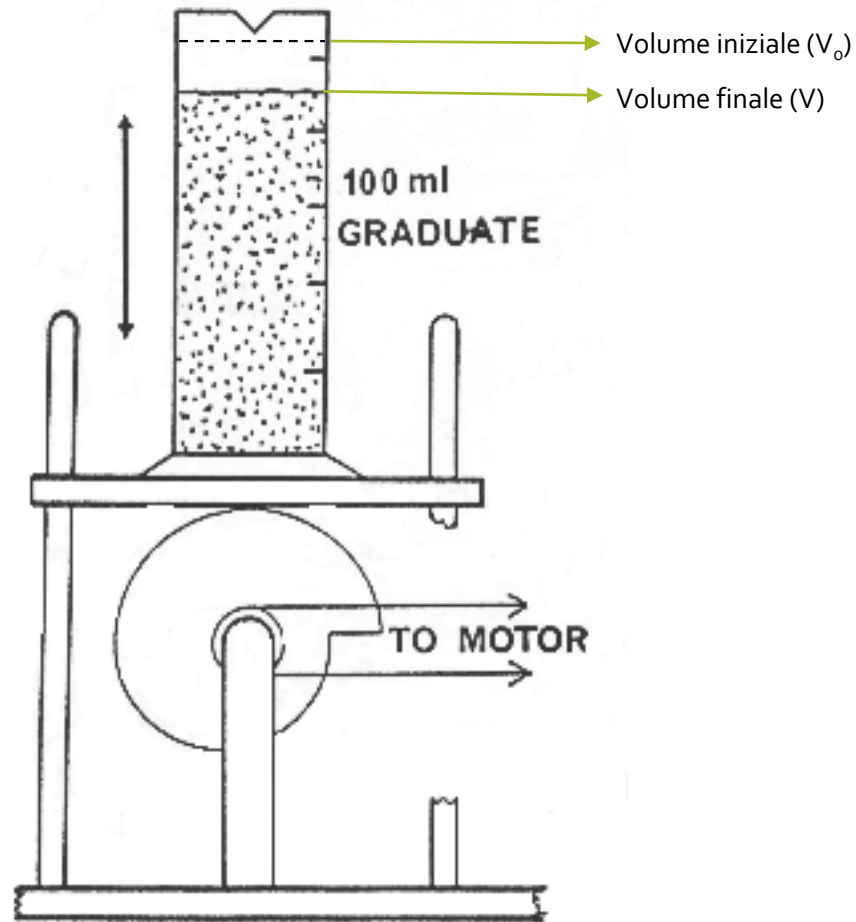
V volume del campione sottoposto a “tapping” standard

V_o volume del campione prima del “tapping”

I < 15% buone caratteristiche di flusso

I > 25% cattive caratteristiche di flusso

Diagramma dello strumento per determinare il volume all'assestamento delle polveri (Bulk volume)



Dopo il versamento della polvere nel cilindro graduato questa viene sottoposta a movimenti verticali di intensità, ampiezza e numeri predefiniti

Relazioni Massa-Volume

- **Massa** facilmente determinabile
- **Volume** più difficilmente determinabile

Densità $\rho = \frac{m}{V}$



↪ VUOTI INTERPARTICELLARI

↪ VUOTI INTRAPARTICELLARI (*open/closed*)

Quanti volumi può avere una polvere?

Ci sono almeno tre interpretazioni del volume di una polvere

↪ **True volume (V_t)**

↪ **Granular volume (V_g)**

↪ **Bulk volume (V_b)**

V_t volume totale delle particelle di solido che esclude gli spazi più grandi delle dimensioni molecolari

↳ *valore caratteristico per ogni materiale*

V_g volume cumulativo totale occupato dalle particelle che include i vuoti intraparticellari (ma non quelli interparticellari)

↳ *dipende dal metodo usato per la sua determinazione*

V_b volume occupato dall'intera massa di polvere sottoposta a particolari condizioni di impaccamento

↳ *procedure standard di tapping*

↳ *dipende dal metodo usato*

Di conseguenza...

Densità vera

$$\rho_t = \frac{m}{V_t}$$

Densità granulare

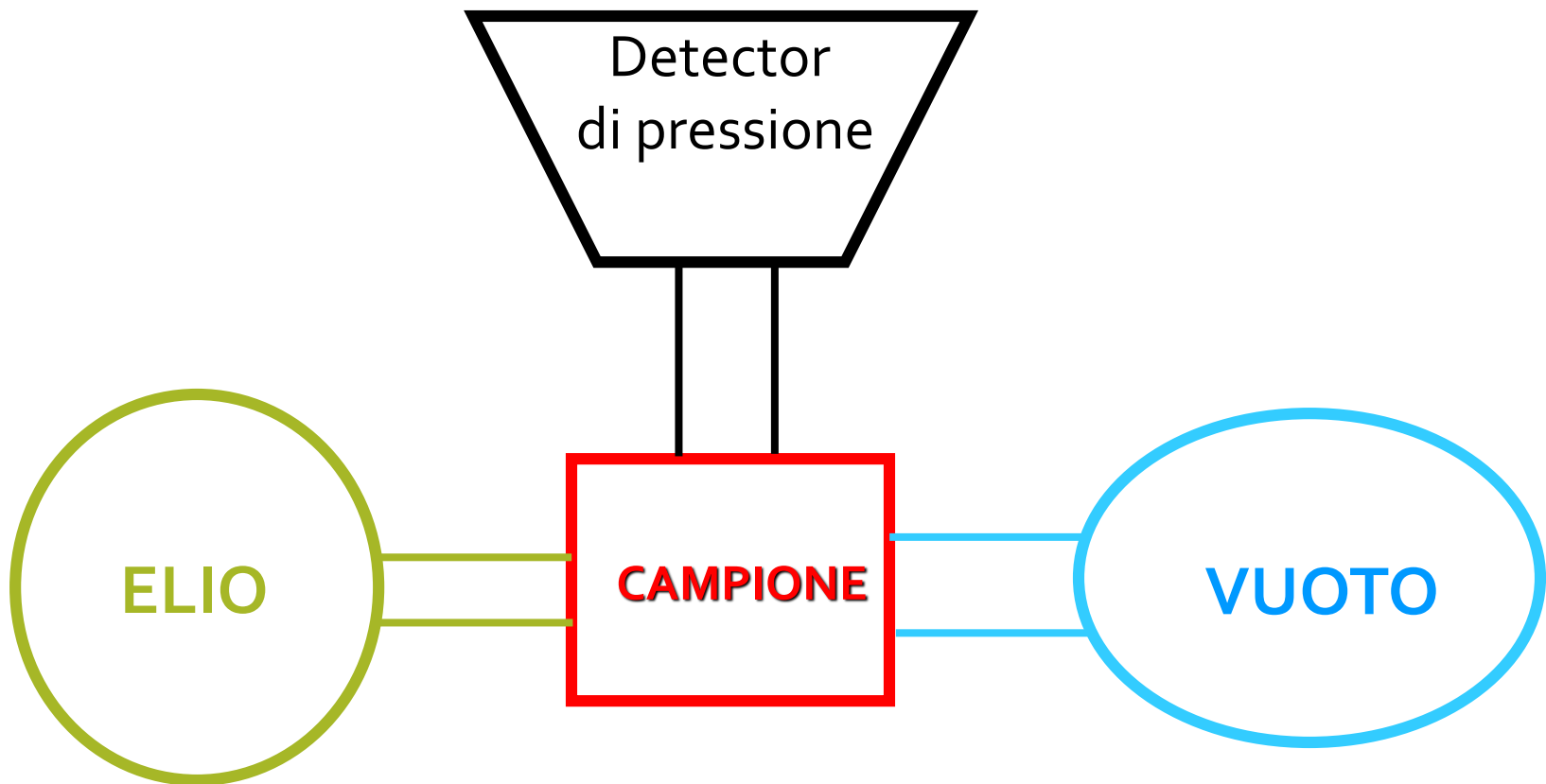
$$\rho_g = \frac{m}{V_g}$$

Densità in «*bulk*»

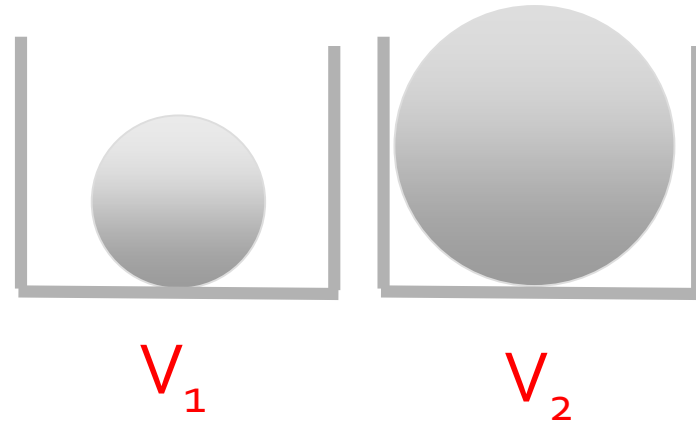
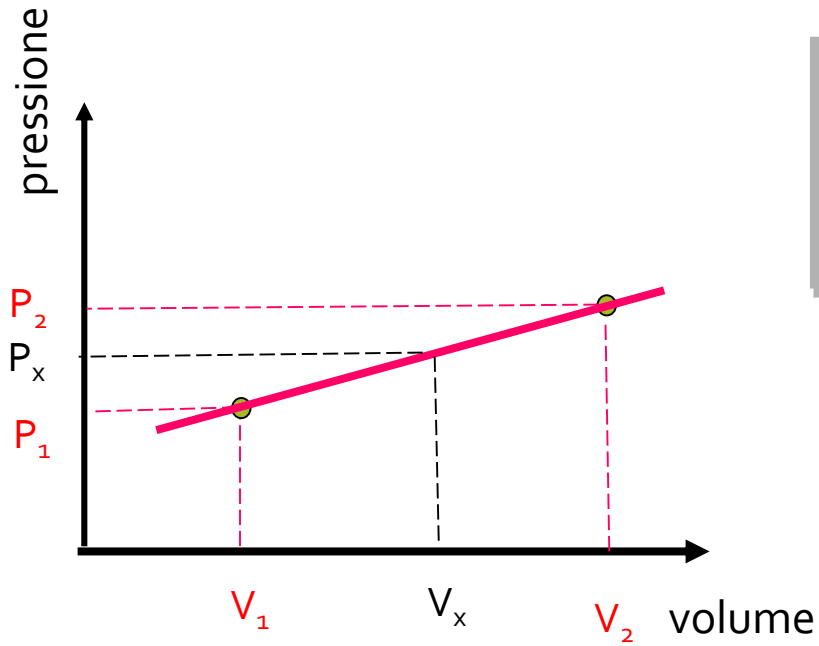
$$\rho_b = \frac{m}{V_b}$$

Determinazione V_t (volume vero)

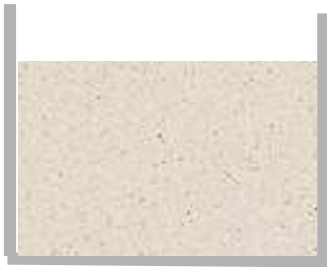
Picnometro a elio



CALIBRAZIONE



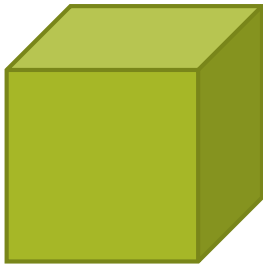
Misura volume vero campione di polvere



V_x ?

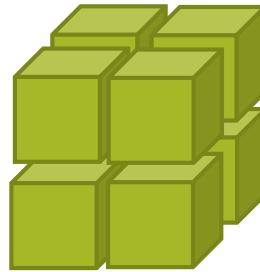
Area superficiale specifica

L'area superficiale specifica è l'area totale delle particelle di materiale contenute nell'unità di massa o di volume



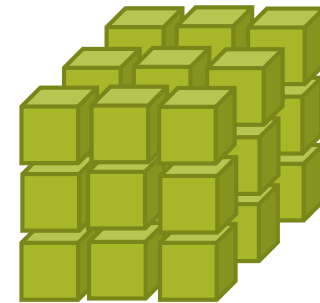
-3cm-

$$A = (3 \times 3) \times 6 = 54 \text{ cm}^2$$



-1,5cm-

$$A = (1,5 \times 1,5) \times 6 \times 8 = 108 \text{ cm}^2$$



-1cm-

$$A = (1 \times 1) \times 6 \times 27 = 162 \text{ cm}^2$$

Area del cubo = $6 \times l^2$

l = lato del quadrato

Determinazione del Area superficiale specifica

Metodo dell'adsorbimento di gas (metodo BET)

Misura il volume di gas (N_2) che la polvere adsorbe per formare uno strato monomolecolare sulla superficie delle particelle

Il campione viene posto in una camera sotto vuoto a basse temperatura e pressione

$$\text{Area superficiale} = V_m / 22,414 \cdot N \cdot A$$

Dove

V_m = volume di gas adsorbito corrispondente ad uno strato molecolare di N_2

N = numero di avogadro

A = area superficiale di una molecola di N_2