

## Service de pharmacie galénique

TP N° 5

# Le contrôle du granulé

## TP N° 5 : Contrôle du grain

### • Objectifs :

- Enumérer les propriétés des grains à contrôler.
- Connaitre le protocole et l'interprétation de ces différents tests pratiqués sur le grain :
  - a) La vitesse d'écoulement à travers un orifice.
  - b) La mesure de la densité et de la masse volumique.
  - c) La détermination du taux d'humidité résiduelle.
  - d) L'analyse granulométrique par tamisage.
- Savoir interpréter la conformité ou non d'un grain .

### 1. Détermination de la vitesse d'écoulement :

#### **1.1. Principe :**

L'essai d'écoulement est destiné à déterminer, dans des conditions définies, l'aptitude des solides divisés (poudres, granulés...) à s'écouler verticalement.

#### **1.2. Protocole :**

- Dans un bécher en verre peser 100 g (+/- 0,5 g près) de granulé.
- Mesurer le temps d'écoulement de la totalité de l'échantillon à partir d'un entonnoir standardisé.
- Effectuer trois déterminations successives.

#### **1.3. Interprétation des résultats.**

- Calculer le temps moyen  $T_m$  des 3 déterminations (en seconde et en dixièmes de secondes).
- Compléter la fiche de résultats.

Le résultat peut être exprimé par :

- La moyenne  $T_m$  des trois déterminations à condition que les trois déterminations soient comprises entre les limites de contrôle : limite de contrôle supérieure  $LCS = T_m + 10\%$ ,  
et limite de contrôle inférieur  $LCI = T_m - 10\%$ .
- Les deux valeurs extrêmes, si les valeurs individuelles sortent des limites de contrôle.
- Un temps infini si la totalité de l'échantillon ne s'écoule pas.

### 2. Détermination de la masse volumique et de la densité.

#### **2.1. Protocole :**

- Peser une éprouvette vide, propre et sèche (100ml).
- Verser sans tasser 100 mL de granulé dans l'éprouvette.
- Peser l'éprouvette pleine.
- Déterminer la masse de 100 mL de granulé  $M_{100mL}$ .
- Compléter la fiche de résultats.

#### **2.2. Interprétation des résultats.**

- Calculer la masse volumique du granulé  $\hat{\rho}_0$  en g/L.
- Calculer la densité du granulé  $d_0$ .

La densité doit être inférieure à 0,8 pour que le granulé soit conforme.

### **3. Contrôle du taux d'humidité résiduelle :**

#### **3.1. Protocole :**

- \* Mesure du taux d'humidité résiduelle sur un analyseur d'humidité *Sartorius MA45*.
- Poser un plateau d'aluminium dans la chambre de l'analyseur préalablement programmé.
- Tarer, et poser votre échantillon (02 gr de grain) en couche mince sur le plateau.
- Fermer la chambre de l'analyseur et lancer l'analyse pendant 10 min.

#### **3.2. Interprétation des résultats :**

Noter le taux d'humidité résiduelle sur la fiche de résultats.

### **4. Analyse granulométrique :**

#### **4.1. Principe :**

L'**analyse de la granulométrie** permet de classer les poudres ou les grains en fonction de la taille de leurs particules, cette analyse peut être faite par tamisage.

Le **tamisage** est la séparation des particules solides d'après leurs grosseurs, grâce à un jeu de tamis.

Un **tamis** est formé par un tissage de fils métalliques qui laissent libres entre eux des espaces carrés appelés ouvertures ou **mailles**.

La distance entre deux fils ou mailles correspond à une dimension précise, exprimée en millimètres ou en micromètres, qui définit le numéro du tamis correspondant.

La pharmacopée donne une liste des tamis de contrôle dont les numéros vont de 38 à 11 200 (soit 38 µm à 11,2 mm d'ouverture de mailles)

Pour l'analyse granulométrique d'une poudre, on superpose un certain nombre de tamis dont les dimensions des mailles vont en décroissant (du tamis supérieur ayant les mailles les plus larges au tamis inférieur ayant les mailles les plus étroites). L'ensemble est agité pendant environ 05 minutes.

A la fin de l'opération, la fraction de poudre qui se trouve sur chaque tamis est pesée, les résultats sont portés sur un graphique. L'examen de la courbe obtenue (ou histogramme de fréquence ou de répartition) permet de recueillir les renseignements sur la répartition granulométrique et l'homogénéité des différentes particules d'une poudre.

#### **4.2. Protocole :**

- Préparer les tamis suivants
  - Diamètre 4,000 mm,
  - Diamètre 2,000 mm,
  - Diamètre 1,000 mm,
  - Diamètre 0,500 mm,
  - Diamètre 0,250 mm,
  - Diamètre 0,100 mm.
- Sortir le fond récepteur.
- Vérifier les tamis, ils doivent être propres et secs.
- Peser chaque tamis et le fond récepteur sur une balance au 0,1 g près (au moins).
- Peser 100,0 g de granulé à analyser.
- Procéder au tamisage et à l'agitation pendant 5 minutes.
- Peser chaque tamis et le fond récepteur sur une balance au 0,1 g près (au moins).
- Nettoyer à sec (sans mouiller les tamis), ainsi que tout le matériel utilisé.

### 4.3. Résultats et interprétation :

- Compléter les tableaux de masses.
- Compléter le tableau de répartition et conclure sur l'homogénéité du grain (ou de la poudre).
- Sur papier millimétré, faire le diagramme de répartition.
- A l'aide du tableau ci-dessous (tableau .1) conclure sur la classification de la poudre analysée.

*Tableau .1*

<b>Dénomination des poudres</b>	<b>Le résidu sur le tamis N°... ne dépasse pas 5%</b>	<b>Il ne passe à travers le tamis N°... qu'un maximum de 40%</b>
<b>Grossière</b>	<b>2.000</b>	<b>1.000</b>
<b>Modérément fine</b>	<b>1.000</b>	<b>0.500</b>
<b>Fine</b>	<b>0.500</b>	<b>0.250</b>
<b>Très fine</b>	<b>0.250</b>	<b>0.100</b>

NB : ce tableau n'est pas une référence, il a été adapté en fonction des tamis disponibles et de la matière analysée.

## Compte rendu : Contrôle du granulé

**Nom et prénom :**

**Groupe :**

### **1. Vitesse d'écoulement :**

T1 en seconde	T2 en seconde	T3 en seconde
Temps moyen= $T_m = (T1 + T2 + T3)/3$		$T_m = \dots\dots\dots$ secondes
Limite de contrôle supérieur = $LCS = T_m \times 1,1$		$LCS = \dots\dots\dots$ secondes
Limite de contrôle inférieure = $LCI = T_m \times 0,9$		$LCI = \dots\dots\dots$ secondes
<b>Conclusion Temps moyen d'écoulement :</b>		

### **2. Masse volumique et densité :**

Masse de 100 mL de granulé =	$M_{100mL} = \dots\dots\dots$ g
Masse volumique du granulé = $\varphi_0 = M_{100\text{ mL}} / 0,1$	$\varphi_0 = \dots\dots\dots$ g/L
Densité du granulé = $d_0 = \varphi_0 / 1000$	$d_0 = \dots\dots\dots$
<b>Conclusion conformité <math>d_0 &lt; 0,8</math></b>	

### **3. Taux d'humidité résiduelle :**

Valeur obtenue en pourcentages.  $H = \dots\dots\dots\%$

### **4. Analyse granulométrique :**

#### **4.1. Table des pesées :**

<u>Tamis</u>	<u>Masse avant tamisage <math>M_{av}</math></u>	<u>Masse après tamisage <math>M_{ap}</math></u>
<b>Diamètre 4,000 mm.</b>		
<b>Diamètre 2,000 mm.</b>		
<b>Diamètre 1,000 mm.</b>		
<b>Diamètre 0,500 mm.</b>		
<b>Diamètre 0,250 mm.</b>		
<b>Diamètre 0,100 mm.</b>		
<b>Fond récepteur.</b>		

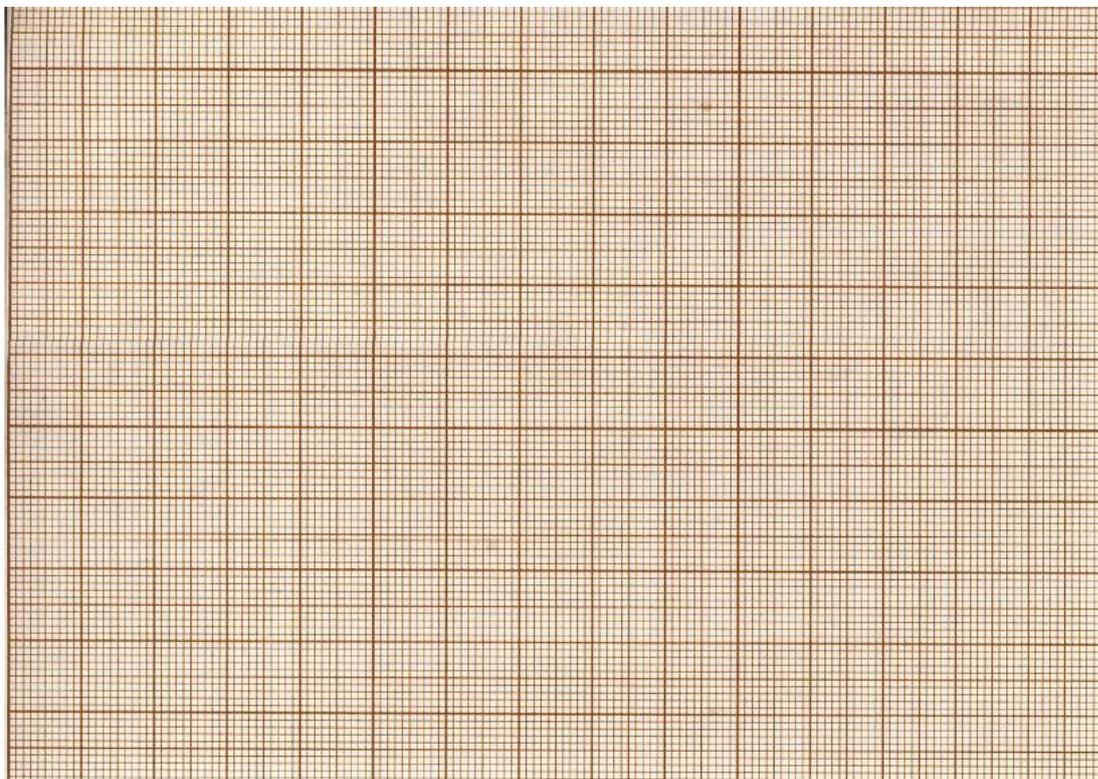
**4.2. Table de répartition des grains :**

Masse de poudre initialement pesée :  $M = \dots\dots\dots\text{gr}$

Tamis	Masse retenue = m $m = M_{ap} - M_{av}$	Pourcentage de grain retenue = P $P = (m \times 100) / M$	Pourcentage cumulé = PC (Pourcentage de grain ayant traversé ce tamis)
Diamètre 4,000 mm.		<b>P1</b>	$PC1 = 100 - P1$ PC1 = .....
Diamètre 2,000 mm.		<b>P2</b>	$PC2 = 100 - (P1+P2)$ PC2 = .....
Diamètre 1,000 mm.		<b>P3</b>	$PC3 = 100 - (P1+P2+P3)$ PC3 = .....
Diamètre 0,500 mm.		<b>P4</b>	$PC4 = 100 - (P1+P2+P3+P4)$ PC4 = .....
Diamètre 0,250 mm.		<b>P5</b>	$PC5 = 100 - (P1+P2+P3+P4+P5)$ PC5 = .....
Diamètre 0,100 mm.		<b>P6</b>	$PC6 = 100 - (P1+P2+P3+P4+P5+P6)$ <b>PC6 = .....</b>
Fond récepteur.		<b><u>P7</u></b>	$PC7 = 100 - (P1+P2+P3+P4+P5+P6+P7)$ <b>PC7 = .....</b>

**4.3. Diagramme de répartition :**

On trace un histogramme : % de grain retenue en fonction du diamètre des mailles du tamis.



**Un granulé est considéré comme homogène si un tamis retient au moins 50% du grain**  
(pourcentage non cumulé).

**Conclusion sur l'homogénéité de la poudre :**

Poudre homogène **OUI** ou **NON**.

**Si oui :**

- Diamètre du tamis ayant retenu au moins 50% de la poudre : .....
- Pourcentage retenu sur ce tamis : .....

**Conclusion sur la dénomination de la poudre :**

- A partir des pourcentages cumulés, déterminer le plus petit tamis qui laisse passer au moins 60 % de la poudre : .....

<b>Dénomination des poudres</b>	<b>Le résidu sur le tamis N°... ne dépasse pas 5%</b>	<b>Il ne passe à travers le tamis N°... qu'un maximum de 40%</b>
<b>Grossière</b>	<b>2.000</b>	<b>1.000</b>
<b>Modérément fine</b>	<b>1.000</b>	<b>0.500</b>
<b>Fine</b>	<b>0.500</b>	<b>0.250</b>
<b>Très fine</b>	<b>0.250</b>	<b>0.100</b>

NB : ce tableau n'est pas une référence, il a été adapté en fonction des tamis disponibles et de la matière analysée.

- Nommer la catégorie de la poudre à analyser.

.....