

## VYUŽITÍ PENETROMETRIE K ODHADU RYCHLOSTI SYPÁNÍ

ZATLOUKAL Z.

Univerzita Karlova v Praze, Farmaceutická fakulta v Hradci Králové, Katedra farmaceutické technologie

SOUHRN

### Využití penetrometrie k odhadu rychlosti sypání

Penetrometrie kuželem je normovanou metodou srovnávání konzistence polotuhých soustav. Pro hodnocení sypnosti práškových látek má toto uspořádání zatím pouze okrajový význam. K tomuto účelu je doporučeno využití penetrometrie kuličkou, která významně souvisí s objemovou rychlostí sypání. Tato původní práce hledá regresní závislost vhodnou k odhadu rychlosti sypání velikostních frakcí práškových pomocných látek. Řešení nahrazuje tradiční penetrometrické stupně (jednotku délky) objemem nebo hmotností volně navrstveného prášku vytlačeného penetrující kuličkou. Optimální je transformace penetrometrických stupňů na hmotnost prášku, která umožňuje odhad hmotnostní rychlosti sypání exponenciální rovnicí objasňující 97,4 % celkového rozptylu. Penetrometrie kuličkou má předpoklady pro zařazení do skupiny testů k hodnocení sypnosti a struktury práškových pomocných látek.

**K l í č o v á s l o v a:** práškové látky – rychlost sypání – penetrometrie

**Čes. slov. Farm., 2005; 54, 184–186**

SUMMARY

### Penetrometry Used for the Estimation of Flow Rate

Penetrometry through a cone is a standardized method of comparing the consistence of semisolid systems. For the time being, this arrangement is only of marginal importance for the evaluation of flow ability of powders. For this purpose it is recommended to use penetrometry by means of a ball, which is significantly connected with the volume flow rate. The present original paper attempts to find the regression dependence suitable for the estimation of the flow rate of size fractions by means of powdered auxiliary substances. This solution replaces the traditional penetrometric degrees (unit of length) with volume or weight of freely layered powder pushed out by the penetrating ball. The optimal method is the transformation of penetrometric degrees to the weight of the powder, which makes it possible to estimate the weight rate of pouring with the use of an exponential equation elucidating 97.4 % of total dispersion. Penetrometry with the use of a ball could be included into the group of tests for the evaluation of flow ability and structure of powdered auxiliary substances.

**K e y w o r d s:** powders – flow rate – penetrometry

**Čes. slov. Farm., 2005; 54, 184–186**

*Má*

### Úvod

Penetrometrie kuželem je lékopisnou metodou měření konzistence polotuhých mastových základů<sup>1)</sup>. Za standardizovaných podmínek je hloubka penetrace vyjádřena počtem stupňů po 0,1 mm s možností srovnávání jejich konzistence.

V práškové technologii je penetrometrie kuželem doplňkovou metodou hodnocení kohezních prášků<sup>2)</sup>. Tlak kovového kužele s vrcholovým úhlem 10° na vrstvu prášku konsolidovaného stlačením je nepřímo úměrný druhé mocnině hloubky penetrace. Tento tlak však přímo nevyjadřuje ani pevnost (strength) ani napětí (stress) práškového vzorku<sup>3)</sup>.

Ve farmaceutické technologii byla penetrometrie kuželem doporučena k hodnocení sypnosti pomocných látek (mikrokrytalická celulóza, laktosa, škroby, mastek a oxid zinečnatý) a jejich směsí. Za srovnatelných podmínek byla prášková vrstva konsolidována dvacetinásobným poklepem z výšky 10 mm s vyjádřením penetrace v rozmezí 195 až 270 penetrometrických stupňů<sup>4)</sup>. Penetrometrie kuželem byla všeobecně doporučena ke srovnávání vlastností kohezních práškových látek, jejichž rychlost sypání nelze měřit přímo.

Význam penetrometrie práškových látek je ovlivněn především její souvislostí s rychlostí sypání otvorem násypky. Setřesená (konsolidovaná) hustota<sup>5)</sup> vyjadřuje více vlastností vrstvy prášku stagnujícího v násypce<sup>6)</sup>.

Tab. 1. Vlastnosti velikostních frakcí pomocných látek

Prášková látka	frakce (µm)	objemová hustota (g.cm <sup>-3</sup> )	rychlost sypání penetrometrie				P (cm)	V (cm <sup>3</sup> )	M (g)
			Q <sub>m</sub> (g.s <sup>-1</sup> )	odhad [3]	Q <sub>v</sub> (cm <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> )				
chlorid sodný	250–315	1,20	21,5	22,6	17,9	0,60	0,68	0,82	
	315–400	1,19	21,0	20,1	17,6	0,58	0,64	0,76	
	400–500	1,18	20,2	18,9	17,1	0,57	0,62	0,73	
	500–630	1,16	19,1	17,9	16,5	0,56	0,60	0,70	
citronan sodný	250–315	0,90	16,8	16,9	18,7	0,63	0,74	0,67	
	315–400	0,90	16,1	16,2	17,9	0,62	0,72	0,65	
	400–500	0,90	15,3	15,6	17,0	0,61	0,70	0,63	
	500–630	0,90	14,4	15,0	16,0	0,60	0,68	0,61	
kyselina boritá	250–315	0,72	12,0	13,1	16,7	0,64	0,75	0,54	
	315–400	0,72	11,6	11,9	16,1	0,60	0,68	0,49	
	400–500	0,71	10,8	11,0	15,2	0,58	0,64	0,45	
	500–630	0,69	9,8	10,6	14,2	0,57	0,62	0,43	
sorbitol	250–315	0,63	10,0	9,4	15,9	0,55	0,59	0,37	
	315–400	0,64	9,8	9,2	15,3	0,54	0,57	0,36	
	400–500	0,65	9,5	9,2	14,6	0,53	0,55	0,36	
	500–630	0,66	9,0	9,1	13,6	0,52	0,53	0,35	

Objemová hustota pohyblivé vrstvy prášku v blízkosti otvoru násypky je srovnatelná s objemovou hustotou. Proto je účelné volně navrstvení vzorku a měření penetrace kuličkou. Za těchto podmínek byla faktorovou analýzou zjištěna významná souvislost mezi penetrometrií a objemovou rychlostí sypání <sup>7)</sup>.

Rozvoj penetrometrie práškových látek je limitován především vyjadřováním penetrometrických stupňů jako délkové jednotky. V návaznosti na dřívější poznatky <sup>7)</sup> je tato práce zaměřena k hodnocení penetrace objemem a hmotností prášku, vytlačeného penetrující kuličkou, v návaznosti na odhad rychlosti sypání velikostních frakcí práškových pomocných látek.

Tab. 2. Koefficienty korelace mezi rychlostí sypání a penetrometrií

		Rychlost sypání	
		Q <sub>m</sub> (g.s <sup>-1</sup> )	Q <sub>v</sub> (cm <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> )
penetrometrie	P (cm)	0,39	0,73
	V (cm <sup>3</sup> )	0,38	0,74
	M (g)	0,97	0,84

Q<sub>m</sub> – hmotnostní rychlost sypání, Q<sub>v</sub> – objemová rychlost sypání, P – hloubka penetrace, V – objem vytlačeného prášku, M – hmotnost vytlačeného prášku

## POKUSNÁ ČÁST

Velikostní frakce chloridu sodného, dihydrátu citronanu sodného, kyseliny borité a sorbitolu lékopisné kvality byly získány vibračním síťováním pomocných látek pomocí Pulverisette® 0 (Alfred Fritsch, Laborgerätebau, Idar Oberstein, Deutschland).

Rychlost sypání v hmotnostním vyjádření Q<sub>m</sub> (g.s<sup>-1</sup>) je vyjádřena průměrnou hodnotou z pěti měření (variační koeficient <1 %) 100 g vzorku vysypaného kruhovým otvorem (průměr 10 mm) válcové násypky (vnitřní průměr 40 mm). Rychlost sypání v objemovém vyjádření Q<sub>v</sub> (cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>) je podílem rychlosti sypání v hmotnostním vyjádření (Q<sub>m</sub>) a objemové hustoty (g.cm<sup>-3</sup>). Podmínky penetrometrie popsal autor článku dříve <sup>7)</sup>. Podstatná je celková hmotnost kuličky o průměru D = 0,016 m a držáku m = 41 g. Objemová hustota velikostních frakcí práškových pomocných látek byla měřena přímo v plastové nádobce (objem 33,3 cm<sup>3</sup>) použité k penetrometrii.

## VÝSLEDKY

V úvodu tabulky 1 jsou charakterizovány velikostní frakce a jejich sypné vlastnosti: hmotnostní rychlost sypání (Q<sub>m</sub>), objemová hustota (h), objemová rychlost sypání (Q<sub>v</sub>) a hloubka penetrace (P).

V závěru tabulky 1 jsou uvedeny nově navržené penetrometrické charakteristiky: objem prášku vytlačený kuličkou V (cm<sup>3</sup>) a jeho hmotnost M (g). Vytlačený objem (cm<sup>3</sup>) geometricky odpovídá objemu kulové úseče,

$$V = \frac{\pi}{3} \cdot P^2 \cdot (1,5 \cdot D - P) \quad [1]$$

jestliže P je hloubka penetrace (cm) a D = 1,6 cm je průměrem penetrující kuličky. Hmotnost M (g) dostaneme násobením objemu odpovídající objemovou hustotou.

Souvislost mezi penetrometrií a rychlostí sypaní vyjadřují koeficienty korelace pro dvojice vlastností v tabulce 2. K odhadu hmotnostní rychlosti sypaní ( $Q_m$ ) je vhodná lineární regrese s koeficientem korelace  $r = 0,97$ :

$$Q_m = (27,48.M) - 1,14 \quad [2]$$

K odhadu hmotnostní rychlosti sypaní velikostních frakcí pomocných látek je doporučena exponenciální rovnice s koeficientem korelace  $r = 0,987$ , která objasňuje 97,4 % celkového rozptylu:

$$Q_m = 4,59 \cdot 6,97^M \quad [3]$$

Relativně vyjádřená průměrná odchylka odhadu  $\pm 4,1$  % je vztažena k měřeným hodnotám rychlosti sypaní. Pro větší názornost jsou jednotlivé odhady hmotnostní rychlosti sypaní  $Q_m$  dodatečně zařazeny do pátého sloupce tabulky 1 označeného jako odhad [3].

---

## DISKUZE

---

Uspořádání penetrometrie, normované pro srovnávání konzistence polotuhých masťových základů <sup>1)</sup>, nelze doporučit k měření volně sypaných práškových látek, protože pronikání kužele vzorek odstředivě odsunuje a těžký kužel většinou volně proniká měřenou vrstvou. V technické penetrometrii kužele s malým vrcholovým úhlem <sup>2)</sup> se proto vzorek před měřením konsoliduje stlačením převážně kohezních prášků. V této práci je sledována penetrace kuličky do volně sypaných prášků, která práškovou vrstvu bez konsolidace především stlačuje s omezením rušivého posunu vzorku. Omezením je pouze hloubka penetrace kuličky do jejího poloměru (aktuálně do 0,8 cm) jako předpoklad získání vzájemně srovnatelných hodnot. Penetrometrie kuličky do volně nasypané vrstvy prášku se osvědčila při průkazu statisticky významné souvislosti mezi počtem penetračních stupňů a objemově vyjádřenou rychlostí sypaní práškových pomocných látek <sup>7)</sup>.

Tato práce však hledá především výraznější souvislost mezi penetrometrií a rychlostí sypaní velikostních frakcí volně sypaných práškových pomocných látek vhodnou k odhadu jejich rychlosti sypaní pomocí vhodné regresní rovnice. Nový přístup využívá hodnocení penetrace nikoliv hloubkou (délkou), ale objemem (třetí mocnina

délky), resp. hmotností objemu práškového vzorku vytlačeného kuličkou. Na rozdíl od objemu totiž není hodnocení penetrometrických stupňů v různých hloubkách srovnatelné. Vyjádření objemu penetrující části kuličky je řešením v případě velikostních frakcí jedné pomocné látky. V heterogenním souboru čtyř hodnocených pomocných látek rozdílné hustoty (pravá hustota v rozmezí 1,49 až 2,17 g·cm<sup>-3</sup>, resp. objemová hustota 0,63 až 1,20 g·cm<sup>-3</sup>) a tvaru částic (izometrický, anizometrický a sférické shluky částic sorbitolu) je vhodné objem vytlačeného prášku převést na příslušnou hmotnost násobením objemovou hustotou.

Při srovnání koeficientů korelace pro lineární regresi v tabulce 2 je zřejmé, že modifikované hodnocení penetrace hmotností práškového vzorku  $M$  (g) vede ke značnému zvýšení koeficientu korelace s hmotnostní rychlostí sypaní  $Q_m$  (g·s<sup>-1</sup>). Hodnotu koeficientu korelace  $r = 0,97$  lze následně zvýšit vyjádřením exponenciální rovnice [4] na  $r = 0,987$  k odhadu rychlosti sypaní s průměrnou odchylkou  $\pm 4,1$  %. Přes zvýšení variability při vyjadřování součinu vytlačeného objemu a objemové hustoty lze popsáný způsob penetrometrie doporučit k odhadu rychlosti sypaní velikostních frakcí chloridu sodného, citronanu sodného, kyseliny borité a sorbitolu pomocí závěrečné exponenciální rovnice [3].

Práce je součástí grantového výzkumu MSM 0021620822.

---

## LITERATURA

---

1. Český lékopis 2002, 1. vyd. Praha, Grada Publishing, 2002, s. 419-422.
2. **Knight, P. C., Johnson, S. H.:** Powder Technol., 1988; 54, 279-283.
3. **Schwedes, J.:** Granular Matter, 2003; 5, 1-43.
4. **Bogs, U.:** Pharmazie, 1978; 33, 541-542.
5. **Hancock, B. C. et al.:** Pharm. Technol., 2003 (Apr); 27, 64-80.
6. **Prescott, J. K., Barnum, R. A.:** Pharm. Technol., 2000 (Oct); 24, 60-84.
7. **Zatloukal, Z.:** Čes. Slov. Farm., 2003; 52, 88-92.

Došlo 3. 12. 2004.

Přijato ke zveřejnění 14. 2. 2005.

doc. RNDr. Zdenek Zatloukal, CSc.  
Heyrovského 1203, 500 05 Hradec Králové  
e-mail: zdenek.zatloukal@faf.cuni.cz