



UNIwersYTET JAGIELLOŃSKI
COLLEGIUM MEDICUM

Przemysłowa technologia kosmetyków

Podpis asystenta

Sprawozdanie nr 4:

FORMY STAŁE ORAZ MIKROCZĄSTKI W KOSMETYCE

(Data)

(Grupa)

(Nazwisko i Imię)

Ocena właściwości układów proszkowych

Objętość nasypowa

Badanie objętości nasypowej ma na celu oznaczanie w określonych warunkach objętości pozornych, przed i po ubiciu, zdolności do zmniejszania objętości oraz gęstości pozornych ziarnistych preparatów stałych (np. proszki, granulaty).

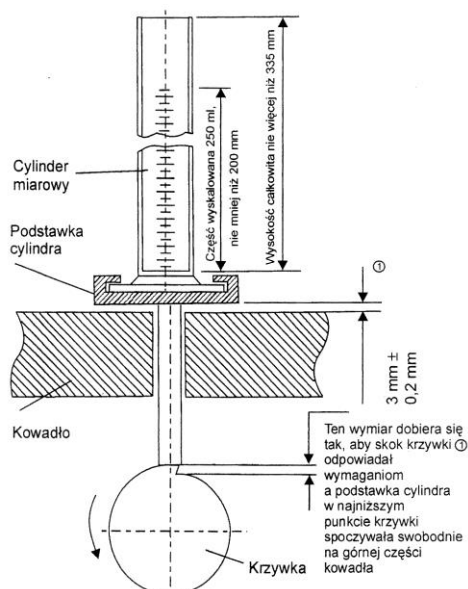
APARATURA

Aparat (Rycina 1) składa się z następujących elementów:

- urządzenie do ubijania umożliwiające wykonanie 250 ± 15 uderzeń na minutę z wysokości $3 \pm 0,2$ mm. Masa podstawki wraz z uchwytem na cylinder miarowy wynosi 450 ± 5 g;
- cylinder miarowy poj. 250 ml (z podziałką co 2 ml) o masie 220 ± 40 g.

METODA

Do suchego cylindra wsypać bez ubijania 100,0 g (m g) badanej substancji. Jeżeli nie jest to możliwe, użyć próbkę o objętości od 50 ml do 250 ml określając jej masę i uwzględnić ją w obliczeniach. Umocować cylinder w uchwycie. Dokonać odczytu objętości pozornej próbki nieubitej V_0 zaokrąglając do najbliższej całkowitej liczby mililitrów. Przeprowadzić badanie wykonując 10, 500 i 1250 uderzeń i odczytać odpowiadające wartości objętości V_{10} , V_{500} , V_{1250} zaokrąglone do najbliższej całkowitej liczby mililitrów. Jeżeli różnica pomiędzy V_{500} a V_{1250} jest większa niż 2 ml, wykonać kolejne 1250 uderzeń.



Rycina 1. Przyrząd do ubijania próbek z cylindrem miarowym.

PRZEDSTAWIENIE WYNIKÓW

a) Objętości pozorne:

- objętość pozorna bez ubijania lub objętość produktu luzem: V_0 ml.
- objętość pozorna po ubiciu lub objętość po ubiciu: V_{1250} ml, V_{2500} ml.

b) Zdolność do zmniejszania objętości: różnica V_{10} ml - V_{500} ml.

c) Gęstości pozorne:

Gęstości pozorne wyraża się w sposób następujący:

- gęstość pozorna przed ubiciem lub gęstość produktu luzem: m/V_0 (gramy na mililitr (gęstość nasypowa)).
- Gęstość pozorna po ubiciu lub gęstość ubitego produktu: m/V_{1250} lub m/V_{2500} (gramy na mililitr) (gęstość po ubiciu).

Gęstość nasypowa

Gęstość nasypową proszków wyraża się stosunkiem masy luźno nasypanej próbki proszku do jej objętości, zajmowanej łącznie z wolnymi przestrzeniami między cząstkami. Z tego powodu gęstość nasypowa zależy zarówno od gęstości cząstek proszku jak i ułożenia przestrzennego cząstek w jego złożu. Ponieważ pomiary wykonuje się przy użyciu cylindrów miarowych, gęstość nasypowa jest wyrażana w gramach na mililitr, chociaż Jednostką Międzynarodową jest kilogram na metr sześcienny ($1 \text{ g/ml} = 1000 \text{ kg/m}^3$). Może być też wyrażana w gramach na centymetr sześcienny (g/cm^3).

Właściwości nasypowe proszku zależą od przygotowania próbki, jej obróbki oraz od warunków przechowywania, tj. od sposobu postępowania z próbką. Cząstki mogą zostać upakowane co daje zakres gęstości nasypowych, a ponadto najmniejsze poruszenie złoża proszku może powodować zmianę gęstości nasypowej. Często z tego powodu jest bardzo trudno oznaczyć gęstość nasypową proszku z dobrą powtarzalnością. Przedstawiając wyniki należy opisać sposób wykonania pomiaru.

Gęstość nasypową proszku określa się mierząc przy pomocy cylindra miarowego objętość zajmowaną przez znaną masę próbki proszku, jeżeli trzeba, przesianego (Metoda 1) lub określając masę znanej objętości proszku przesypanego przez wolumetr do pojemnika (Metoda 2), względnie wprowadzonego do naczynia pomiarowego (Metoda 3). Preferuje się metodę 1 i 3.

METODA 1: POMIAR PRZY POMOCY CYLINDRA MIAROWEGO

Postępowanie. Ilość proszku wystarczającą do przeprowadzenia badania przesiał, jeżeli to konieczne, przez sito o otworach równych lub większych od 1,0 mm, w celu rozbicia aglomeratów, które mogły utworzyć się podczas przechowywania; postępować delikatnie, aby nie spowodować zmian właściwości materiału. Do suchego cylindra miarowego poj. 250 ml (możliwość odczytu z dokładnością do 2 ml) wprowadzić delikatnie i bez ubijania ok. 100 g (m) badanej próbki, zważonej z dokładnością do 0,1%. Jeżeli konieczne, ostrożnie i bez ubijania, wyrównać powierzchnię proszku i odczytać objętość pozorną próbki nieubitej (V_0), przyjmując wartość odpowiadającą najbliższej podziałce. Obliczyć gęstość nasypową w gramach na mililitr wg wzoru m/V_0 . Zwykle potrzebne jest wykonanie powtórnych oznaczeń tej właściwości.

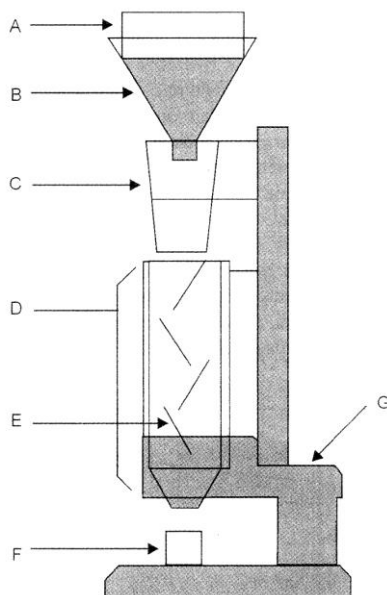
Użycie 100 g próbki nie jest właściwe, jeżeli gęstość proszku jest za wysoka lub za niska tak, że badana próbka posiada swobodną objętość pozorną większą od 250 ml lub mniejszą od 150 ml. W takim przypadku użyć inną objętość proszku tak, aby jego swobodna objętość pozorną wynosiła od 150 ml do 250 ml (objętość pozorną nie mniejsza niż 60% całkowitej objętości cylindra); przedstawiając wyniki należy podać masę badanej próbki.

W przypadku próbek posiadających objętość pozorną pomiędzy 50 ml i 100 ml można użyć cylinder poj. 100 ml z możliwością odczytu z dokładnością do 1 ml; objętość cylindra należy podać przedstawiając wyniki.

METODA 2: POMIAR PRZY POMOCY WOLUMETRU

Aparat. Elementem aparatu (Rycina 2) jest górny lejek, wyposażony w sito o oczkach 1,0 mm zainstalowany nad komorą zawierającą cztery szklane przegrody, po których ześlizguje i odbija się przepływający proszek. W dolnej części komory znajduje się lejek, który zbiera i kieruje proszek do usytuowanego pod nim pojemnika. Pojemnik może mieć kształt cylindryczny (poj. $25,00 \pm 0,05$ ml, średnica wewnętrzna $30,00 \pm 2,00$ mm) lub kwadratowy (poj. $16,39 \pm 2,00$ ml, wymiary wewnętrzne $25,4 \pm 0,076$ mm).

Postępowanie. Umożliwić przepływ proszku przez aparat do pojemnika zbierającego próbkę w takiej ilości, aby jego nadmiar zaczął się przesypywać. W przypadku stosowania pojemnika kwadratowego użyć co najmniej 25 cm^3 proszku, a stosując pojemnik cylindryczny - co najmniej 35 cm^3 proszku. Ostrożnie zgarnąć nadmiar proszku z wierzchu pojemnika, przesuwając krawędź ostrza szpatułki płynnym ruchem prostopadle do górnej płaszczyzny pojemnika, aby nie ubijać proszku i nie usuwać go z pojemnika. Usunąć materiał ze ścianek pojemnika i określić masę (M) proszku zaokrąglając wynik do 0,1%. Obliczyć gęstość nasypową w gramach na mililitr wg wzoru M/V_0 , w którym V_0 jest pojemnością pojemnika. Podać wartość średnią z 3 oznaczeń wykonanych dla 3 różnych próbek proszku.



- | | |
|---------------------|----------------------|
| A. sito 1,0 mm | E. przegroda szklana |
| B. lejek do proszku | F. pojemnik |
| C. lejek zasypowy | G. statyw |
| D. komora | |

Rycina 2. Wolumetr.

Gęstość po ubiciu

Gęstość po ubiciu jest powiększoną gęstością nasypową, osiągniętą po mechanicznym uderzeniu naczyniem zawierającym próbkę proszku.

Gęstość po ubiciu uzyskuje się uderzając mechanicznie miarowym cylindrem lub naczyniem zawierającym próbkę proszku. Po zmierzeniu początkowej objętości lub masy, uderza się miarowym cylindrem lub naczyniem i dokonuje odczytów objętości lub masy do chwili stwierdzenia już tylko nieznacznych zmian. Mechaniczne uderzenie jest powodowane podnoszeniem cylindra lub naczynia na określoną wysokość i jego opadaniem pod własnym ciężarem. Wykorzystuje się jedną z opisanych poniżej 3 metod. Preferuje się aparaty obracające cylinder lub naczynie w czasie ubijania, co zmniejsza możliwość rozdziału proszku podczas ruchu w dół.

METODA 1

Aparat. W skład aparatu (Rycina 1) wchodzi następujące części:

- cylinder miarowy poj. 250 ml (możliwość odczytu z dokładnością do 2 ml) o masie 220 ± 44 g;
- urządzenie do ubijania, umożliwiające wykonanie w czasie 1 min albo nominalnie 250 ± 15 uderzeń z wysokości $3 \pm 0,2$ mm lub nominalnie 300 ± 15 uderzeń z wysokości 14 ± 2 mm. Masa podstawki wraz z uchwytem na cylinder miarowy wynosi 450 ± 10 g.

Postępowanie. Postępować jak podano powyżej dla oznaczenia gęstości nasypowej (V_0). Umocować cylinder w podstawce. Wykonać 10, 500 oraz 1250 uderzeń dla tej samej próbki proszku i odczytać odpowiadające im objętości V_{10} , V_{500} , V_{1250} , przyjmując wartość odpowiadającą najbliższej podziałce. Jeżeli różnica pomiędzy V_{500} i V_{1250} jest mniejsza niż 2 ml, V_{1250} stanowi objętość po ubiciu. Jeżeli różnica pomiędzy V_{500} i V_{1250} jest większa niż 2 ml, wykonać powtórzenia dodając po np. 1250 uderzeń, do uzyskania różnicy pomiędzy kolejnymi pomiarami mniejszej niż 2 ml. Dla niektórych proszków może być właściwa mniejsza ilość uderzeń, jeżeli zostało to zwalidowane. Obliczyć gęstość po ubiciu (g/ml) wg wzoru m/V_f , gdzie V_f jest końcową objętością proszku po ubiciu. Zwykle potrzebne jest wykonanie powtórnych oznaczeń tej właściwości. Przedstawiając wyniki podać drogę opadania cylindra.

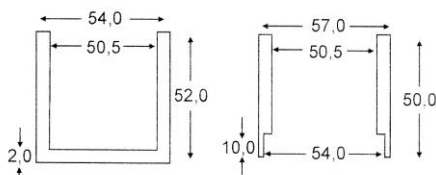
Jeżeli nie jest możliwe użycie 100 g badanej próbki, użyć mniejszą ilość oraz odpowiedni cylinder miarowy poj. 100 ml (możliwość odczytu z dokładnością do 1 ml) i masie 130 ± 16 g, montowany na podstawce o masie 240 ± 12 g. Przedstawiając wyniki opisać zmienione warunki badania.

METODA 2

Postępowanie. Postępować jak podano w Metodzie 1, z wyjątkiem użycia przyrządu mechanicznego, zapewniającego stały spadek cylindra $3 \pm 0,2$ mm i nominalnie 250 uderzeń na minutę.

METODA 3

Postępowanie. Postępować jak podano w Metodzie 3 pomiaru gęstości nasypowej, stosując naczynie pomiarowe wyposażone w nasadkę przedstawioną na rycinie 4 Rycina 3. W odpowiednim przyrządzie do pomiaru gęstości po ubiciu naczynie pomiarowe z nasadką jest podnoszone 50-60 razy na minutę. Wykonać 200 uderzeń, zdjąć nasadkę i ostrożnie zgarnąć nadmiar proszku z wierzchu naczynia pomiarowego jak podano w Metodzie 3 pomiaru gęstości nasypowej. Powtórzyć postępowanie stosując kolejne 200 uderzeń. Jeżeli różnica pomiędzy dwiema masami, otrzymanymi po 200 i 400 uderzeniach, przekracza 2%, kontynuować badanie dodając po 200 uderzeń, do uzyskania różnicy pomiędzy kolejnymi pomiarami mniejszej niż 2%. Obliczyć gęstość po ubiciu (g/ml) wg wzoru $M_f/100$, gdzie M_f jest masą proszku w naczyniu pomiarowym. Zwykle potrzebne jest wykonanie powtórnych oznaczeń tej właściwości.



Rycina 3. Naczynie pomiarowe (z lewej strony) oraz nasadka (z prawej strony).

Wskaźniki zagęszczalności proszków

Ponieważ interakcje pomiędzy cząstkami, wpływające na właściwości nasypowe proszków są także interakcjami wpływającymi na płynięcie proszku, porównanie gęstości nasypowych z gęstościami po ubiciu może służyć ocenie względnego znaczenia tych interakcji dla danego proszku. Takie porównanie jest często stosowane jako miara zdolności płynięcia proszku, jest to np.: wskaźnik zagęszczalności lub współczynnik Hausner'a.

Wskaźnik zagęszczalności i współczynnik Hausner'a określają, jak podano powyżej, podatność proszku na zagęszczanie. Stanowią one miarę zdolności proszku do osiadania i umożliwiają ocenę względnego znaczenia interakcji zachodzących pomiędzy cząstkami. Dla proszków o dobrej sypkości takie interakcje mają mniejsze znaczenie a gęstość nasypowa oraz gęstość po ubiciu mają zbliżone wartości. W przypadku proszków o słabszej sypkości interakcje między cząstkami są często większe i będą stwierdzone większe różnice pomiędzy gęstością nasypową i gęstością po ubiciu. Te różnice odzwierciedlają się w wartościach wskaźnika zagęszczalności i współczynnika Hausner'a.

Wskaźnik zagęszczalności:
$$\frac{100(V_0 - V_f)}{V_0}$$

V_0 = objętość pozorna próbki nieubitej

V_f = końcowa objętość po ubiciu

Współczynnik Hausner'a
$$\frac{V_0}{V_f}$$

Płynięcie proszku (2.9.36)

Celem tego rozdziału jest dokonanie przeglądu najczęściej występujących w piśmiennictwie metod służących charakterystyce płynięcia proszku.

Cztery metody najczęściej stosowane do oceny płynięcia proszku to:

- kąt usypu,
- wskaźnik zagęszczalności lub współczynnik Hausnera,
- 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 tarcie wewnętrzny, 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 farmaceutycznym, a w piśmiennictwie podawane są przykłady świadczące o jej przydatności w przewidywaniach ewentualnych problemów technologicznych, które mogą wystąpić w procesie wytwarzania.

Kąt usypu to stały trójwymiarowy kąt (w odniesieniu do poziomej podstawy) utworzony przez materiał usypany stożkowo przy zastosowaniu jednej z kilku metod, krótko opisanych poniżej.

Podstawowe metody badania kąta usypu

W piśmiennictwie opisano różne metody badania kąta usypu. Najczęściej stosowane metody badania statycznego kąta usypu można sklasyfikować na podstawie dwóch istotnych zmiennych doświadczalnych. Są to:

- odnoszona do podstawy wysokość „lejka”, przez który przepływa proszek, może być stała lub może się zmieniać w trakcie tworzenia stożka,
- podstawa, na której tworzy się stożek; może mieć określoną średnicę lub dopuszcza się aby średnica stożka zmieniała się w trakcie jego tworzenia.

-

Warianty metody badania kąta usypu.

W piśmiennictwie farmaceutycznym opisano w pewnym zakresie także modyfikacje powyższych metod:

- sphywowy kąt usypu: jest wyznaczony gdy nadmiar materiału znajdujący się nad podstawą o określonej średnicy spływa ze zbiornika; tworzenie stożka na podstawie o określonej średnicy pozwala na oznaczenie sphywowego kąta usypu;
- dynamiczny kąt usypu: jest wyznaczony przez napełnienie się cylindra (z przezroczystą płaską pokrywą) i obracanie go z określoną prędkością. Dynamiczny kąt usypu to kąt (w odniesieniu do poziomu) utworzony przez płynący proszek. Wewnętrzny kąt tarcia kinetycznego jest określony przez płaszczyznę oddzielającą cząstki zsuwające się z wierzchołka warstwy proszku od cząstek, które obracają się wraz z cylindrem (o szorstkiej powierzchni).

-

Ogólna skala płynięcia odnosząca się do metody kąta usypu

Chociaż istnieją pewne różnice w jakościowym określaniu płynięcia proszku metodą kąta usypu, w większości piśmiennictwa farmaceutycznego potwierdza się klasyfikację Carra, podaną w tabeli Tabela 1. Piśmiennictwo zawiera przykłady bezproblemowego wytwarzania preparatów przy użyciu materiałów o kącie usypu w zakresie 40-50 stopni. Gdy kąt usypu jest większy od 50 stopni, przepływ rzadko odpowiada wymaganiom procesu produkcyjnego.

Tabela 1. Zdolność płynięcia i odpowiadający jej kąt usypu*

Płynięcie	Kąt usypu (stopnie)
Bardzo dobre	25-30
Dobre	31-35
Dość dobre (nie wymaga wspomaganie)	36-40
Dostateczne (możliwe zawieszanie się)	41-45
Słabe (konieczne wstrząsanie, wibracja)	46-55
Bardzo słabe	56-65
Złe	>66

^(*) Carr RL. Evaluating flow properties of solids. Chem. Eng 1965; 72:163-168

Praktyczne uwagi do metody badania kąta usypu

Kąt usypu nie jest nieodłączną cechą proszku, co oznacza, że w bardzo dużym stopniu zależy od metody zastosowanej do tworzenia stożka. W dostępnym piśmiennictwie zwraca się uwagę na następujące ważne aspekty tej metody:

- wierzchołek stożka może ulec zniekształceniu wskutek uderzania przez spadający z góry proszek. Ostrożne usypywanie stożka pozwala ograniczyć zniekształcanie;
- na kąt usypu ma wpływ rodzaj podstawy, na której tworzony jest stożek. Zaleca się tworzenie stożka na podobnym podłożu, np. na warstwie proszku. Jest to możliwe przy zastosowaniu podstawy o określonej średnicy, z wystającą krawędzią zewnętrzną, zatrzymującą warstwę proszku, na której tworzony jest stożek.

Postępowanie zalecane do badania kąta usypu

Kąt usypu tworzyć na określonej podstawie posiadającej krawędź zatrzymującą warstwę proszku. Podstawa nie może drgać. Zmieniać wysokość ustawienia lejka, aby ostrożnie usypać symetryczny stożek. Nie wstrząsać lejkiem podczas zmiany jego położenia. Utrzymywać lejek w odległości ok. 2-4 cm od wierzchołka tworzonego stożka, aby spadający proszek jak najmniej zniekształcał wierzchołek stożka. Metoda nie jest odpowiednia, jeżeli nie udaje się powtarzalnie usypywać symetrycznego stożka. Zmierzyć wysokość stożka i obliczyć kąt usypu α , korzystając z następującego wzoru:

$$\operatorname{tg}(\alpha) = \frac{\text{wysokosc}}{0,5 \times \text{podstawa}}$$

Wskaźnik zagęszczalności oraz ściśle z nim związany współczynnik Hausner'a stosuje się od niedawna jako prostą szybką i powszechną metodę przewidywania cech płynięcia proszku.

Wskaźnik zagęszczalności zaproponowano jako pośrednią miarę gęstości nasypowej, wielkości i kształtu cząstek, powierzchni, wilgotności, a także spistości materiału, ponieważ każdy z tych parametrów może wpływać na oceniany wskaźnik. Wskaźnik zagęszczalności oraz współczynnik Hausner'a oznacza się dla proszku przez pomiar zarówno objętości nasypowej jak i objętości po ubiciu.

Podstawowe metody oznaczania wskaźnika zagęszczalności oraz współczynnika Hausner'a

Istnieje kilka wariantów metod oznaczania wskaźnika zagęszczalności oraz współczynnika Hausnera, ale podstawowym postępowaniem jest pomiar swobodnej objętości pozornej V_0 , oraz objętości po ubiciu (V_f), czyli objętości proszku, która przy ubijaniu nie ulega dalszej zmianie. Wskaźnik zagęszczalności oraz współczynnik Hausner'a oblicza się w następujący sposób:

$$\text{Wskaźnik zagęszczalności} = 100 \times \frac{(V_0 - V_f)}{V_0}$$

$$\text{Współczynnik Hausner'a} = \frac{V_0}{V_f}$$

Wskaźnik zagęszczalności oraz współczynnik Hausner'a można również obliczyć następująco stosując zmierzone wartości gęstości nasypowej (ρ_{swobodna}) oraz gęstości po ubiciu ($\rho_{\text{po ubiciu}}$)

$$\text{Wskaźnik zagęszczalności} = 100 \times \frac{\rho_{\text{po ubiciu}} - \rho_{\text{swobodna}}}{\rho_{\text{po ubiciu}}}$$

$$\text{Współczynnik Hausner'a} = \frac{\rho_{\text{po ubiciu}}}{\rho_{\text{swobodna}}}$$

W modyfikacji tych metod obok zmiany objętości po ubiciu lub zamiast niej, mierzy się niekiedy szybkość zagęszczania. Powszechnie akceptowaną skalę zdolności płynięcia w odniesieniu do wskaźnika zagęszczalności i współczynnika Hausner'a podano w Tabeli 2.

Tabela 2. Skala zdolności płynięcia ^(*)

Wskaźnik zagęszczalności (%)	Płynięcie	Współczynnik Hausner'a
1-10	Bardzo dobra	1,00-1,11
11-15	Dobra	1,12-1,18
16-20	Dość dobra	1,19-1,25
21-25	Dostateczna	1,26-1,34
26-31	Słaba	1,35-1,45
32-37	Bardzo słaba	1,46-1,59
>38	Zła	>1,60

^(*) Carr RL. Evaluating flow properties of solids. Chem. Eng 1965; 72:163-168

Praktyczne uwagi do metody badania wskaźnika zagęszczalności i współczynnika Hausner'a

Wskaźnik zagęszczalności i współczynnik Hausner'a nie są nieodłącznymi właściwościami proszku, co znaczy, że zależą one od stosowanej metody. W istniejącym piśmiennictwie wymienia się kilka istotnych czynników, wpływających na oznaczanie swobodnej objętości pozornej V_0 , objętości po ubiciu V_f , gęstości nasypowej ρ_{swobodna} , a także gęstości po ubiciu

- średnica stosowanego cylindra,
- liczba uderzeń potrzebnych do uzyskania gęstości po ubiciu,
- masa materiału użytego do badania,
- rotacja próbki w czasie ubijania.

Postępowanie zalecane do badania wskaźnika zagęszczalności oraz współczynnika Hausner'a

Stosować cylinder poj. 250 ml i próbkę o masie 100 g. Mogą być stosowane mniejsze ilości i mniejsze objętości, lecz tego rodzaju zmianę w metodzie należy opisać łącznie z wynikami. Zaleca się określenie średniej wartości z trzech oznaczeń.

METODA PRZEPŁYWU PRZEZ OTWÓR

Szybkość przepływu materiału zależy od wielu czynników, z których pewne związane są z właściwościami cząstek, a inne z przebiegiem procesu. Jako jeden z lepszych sposobów oceny zdolności płynięcia zaproponowano badanie szybkości przepływu materiału przez otwór. Szczególne znaczenie ma ciągła kontrola przepływu, ponieważ przepływ pulsacyjny stwierdzono nawet w przypadku materiałów o dobrych właściwościach płynięcia. Ponadto zmiany szybkości przepływu występują w miarę opróżniania się pojemnika. Wyznaczono empirycznie równania opisujące zależność szybkości przepływu od średnicy otworu, wielkości cząstek oraz gęstości cząstek. Oznaczanie szybkości przepływu przez otwór jest jednak przydatne tylko dla materiałów swobodnie zsypanych się.

Zasadniczo szybkość przepływu przez otwór jest wyrażana jako masa proszku wypływająca przez określony czas z pojemników różnego rodzaju (cylindry, lejki, podajniki samowyladowcze). Pomiar szybkości przepływu może odbywać się przy podawaniu proszku porcjami lub w sposób ciągły.

Podstawowe metody przepływu przez otwór

W piśmiennictwie opisano różne warianty tych metod. Najczęściej wymieniane warianty oznaczania szybkości przepływu przez otwór można sklasyfikować w oparciu o trzy ważne zmienne doświadczalne:

- rodzaj pojemnika stosowanego do proszku. Najczęściej stosuje się cylindry, lejki, podajniki samowyladowcze stanowiące wyposażenie produkcyjne;
- wielkość i kształt stosowanego otworu. Średnica i kształt otworu są czynnikami krytycznymi w oznaczaniu szybkości przepływu proszku;
- sposób mierzenia szybkości przepływu proszku. Szybkość przepływu można mierzyć w sposób ciągły, stosując wagę elektroniczną z odpowiednim rejestratorem (rejestrator z zapisem na taśmie, komputer). Można też ją mierzyć na porcjach proszku (np. mierząc z dokładnością do dziesiątej części sekundy czas potrzebny do przepłynięcia przez otwór 100 g proszku lub mierząc z dokładnością do dziesiątej części grama ilość proszku przepływającą przez otwór w czasie 10 s).

Warianty metod przepływu przez otwór

Możliwe jest oznaczanie szybkości przepływu masy, albo szybkości przepływu objętości proszku. Pomiar szybkości przepływu masy jest metodą łatwiejszą, lecz jego wyniki są bardziej wiarygodne w przypadku materiałów o wysokiej gęstości. Ponieważ matryce napełnia się objętościowo, bardziej zasadne może być oznaczanie szybkości przepływu objętości proszku. W celu ułatwienia przepływu z pojemnika czasami podłącza się wibrator, co jednak może komplikować interpretację wyników. Dla lepszej symulacji warunków w tabletkarce rotacyjnej zaproponowano ruchome urządzenie z otworem. Można również określić minimalną średnicę otworu, przez który przepływa proszek.

Ogólna skala zdolności płynięcia odnosząca się do metody przepływu przez otwór

Ogólna skala nie istnieje z powodu krytycznej zależności szybkości przepływu od stosowanej metody pomiaru. Występują też trudności przy porównywaniu opublikowanych wyników.

Praktyczne uwagi do metody przepływu przez otwór

Szybkość przepływu przez otwór nie jest nieodłączną cechą proszku. Zależy w dużym stopniu od stosowanej metody. W istniejącym piśmiennictwie wskazuje się na kilka istotnych czynników wpływających na wynik, takich jak:

- średnica i kształt otworu,
- rodzaj materiału pojemnika (metal, szkło, tworzywo sztuczne),
- średnica i wysokość warstwy proszku.

Postępowanie zalecane do badania metodą przepływu przez otwór

Metodę szybkości przepływu przez otwór można stosować tylko do materiałów wykazujących pewną zdolność płynięcia. Nie nadaje się ona do badania materiałów spoistych. Gdy wysokość warstwy proszku („słup” proszku) jest dużo większa niż średnica otworu, szybkość przepływu zasadniczo nie zależy od wysokości. Poleca się stosowanie cylindra jako pojemnika, ponieważ ścianki pojemnika powinny minimalnie wpływać na przepływ. Taki układ powoduje, że szybkość przepływu wyznaczana jest przez ruch proszku nad proszkiem, a nie proszku wzdłuż ścianek pojemnika. Szybkość przepływu często rośnie, gdy wysokość słupa proszku jest mniejsza niż dwukrotność.

Ćwiczenie 1 - Analiza jakości substancji stałych stosowanych do przygotowania produktów kosmetycznych

Dokonaj analizy właściwości następujących substancji:

- Talk
- Stearynian magnezu
- Chlorek sodu
- Tlenek cynku
- Kwas borowy

Ad 1 a) Analiza talku:

Masa [m]	Objętość				
	V_0 [mL]	V_{10} [mL]	V_{500} [mL]	V_{1250} [mL]	V_{2500} [mL]

Objętość nasypowa:

Objętość luzem V_0 [mL] _____ Objętość po ubiciu V_{1250} lub V_{2500} [mL] _____

Zdolność do zmniejszania objętości ($V_{10} - V_{500}$) [mL] _____

Gęstość przed ubiciem m/V_0 [g/mL] _____

Gęstość po ubiciu m/V_{1250} lub V_{2500} [g/mL] _____

Wskaźnik zagęszczalności _____ Współczynnik Hausnera _____

Zdolność płynięcia w zależności od ww. wskaźników _____

Kąt usypu [°] : _____ Zdolność płynięcia w zależności od kąta _____

Zawartość wilgoci [%]: _____

Ad 1 b) Analiza stearynianu magnezu

Masa [m]	Objętość				
	V_0 [mL]	V_{10} [mL]	V_{500} [mL]	V_{1250} [mL]	V_{2500} [mL]

Objętość nasypowa:

Objętość luzem V_0 [mL] _____ Objętość po ubiciu V_{1250} lub V_{2500} [mL] _____

Zdolność do zmniejszania objętości ($V_{10} - V_{500}$) [mL] _____

Gęstość przed ubiciem m/V_0 [g/mL] _____

Gęstość po ubiciu m/V_{1250} lub V_{2500} [g/mL] _____

Wskaźnik zagęszczalności _____ Współczynnik Hausnera _____

Zdolność płynięcia w zależności od ww. wskaźników _____

Kąt usypu [°] : _____ Zdolność płynięcia w zależności od kąta _____

Zawartość wilgoci [%]: _____

Ad 1 c) Analiza chlorku sodu:

Masa [m]	Objętość				
	V_0 [mL]	V_{10} [mL]	V_{500} [mL]	V_{1250} [mL]	V_{2500} [mL]

Objętość nasypowa:

Objętość luzem V_0 [mL] _____ Objętość po ubiciu V_{1250} lub V_{2500} [mL] _____

Zdolność do zmniejszania objętości ($V_{10} - V_{500}$) [mL] _____

Gęstość przed ubiciem m/V_0 [g/mL] _____

Gęstość po ubiciu m/V_{1250} lub V_{2500} [g/mL] _____

Wskaźnik zagęszczalności _____ Współczynnik Hausnera _____

Zdolność płynięcia w zależności od ww. wskaźników _____

Kąt usypu [°] : _____ Zdolność płynięcia w zależności od kąta _____

Zawartość wilgoci [%]: _____

Ad 1 d) Analiza tlenku cynku:

Masa [m]	Objętość				
	V_0 [mL]	V_{10} [mL]	V_{500} [mL]	V_{1250} [mL]	V_{2500} [mL]

Objętość nasypowa:

Objętość luzem V_0 [mL] _____ Objętość po ubiciu V_{1250} lub V_{2500} [mL] _____

Zdolność do zmniejszania objętości ($V_{10} - V_{500}$) [mL] _____

Gęstość przed ubiciem m/V_0 [g/mL] _____

Gęstość po ubiciu m/V_{1250} lub V_{2500} [g/mL] _____

Wskaźnik zagęszczalności _____ Współczynnik Hausnera _____

Zdolność płynięcia w zależności od ww. wskaźników _____

Kąt usypu [°] : _____ Zdolność płynięcia w zależności od kąta _____

Zawartość wilgoci [%]: _____

Ad 1 e) Analiza kwasu borowego:

Masa [m]	Objętość				
	V_0 [mL]	V_{10} [mL]	V_{500} [mL]	V_{1250} [mL]	V_{2500} [mL]

Objętość nasypowa:

Objętość luzem V_0 [mL] _____ Objętość po ubiciu V_{1250} lub V_{2500} [mL] _____

Zdolność do zmniejszania objętości ($V_{10} - V_{500}$) [mL] _____

Gęstość przed ubiciem m/V_0 [g/mL] _____

Gęstość po ubiciu m/V_{1250} lub V_{2500} [g/mL] _____

Wskaźnik zagęszczalności _____ Współczynnik Hausnera _____

Zdolność płynięcia w zależności od ww. wskaźników _____

Kąt usypu [°] : _____ Zdolność płynięcia w zależności od kąta _____

Zawartość wilgoci [%]: _____

WNIOSKI:

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Ćwiczenie 2

Przygotuj po 50 g mieszaniny talku i stearynianu magnezu lub tlenku cynku w następujących proporcjach:

10%+90%, 25%+27%, 50%+50%, 75%+25% lub 90%+10%

Oceń w jaki sposób dodatek stearynianu magnezu wpływa na: objętość nasypową, objętość po ubiciu, wskaźnik zagęszczalności, współczynnik Hausnera oraz zdolność płynięcia w zależności od kąta usypu.

Ad 2 a) Mieszanina 10% talku + 90% stearynianu magnezu/tlenek cynku:

Masa [m]	Objętość				
	V_0 [mL]	V_{10} [mL]	V_{500} [mL]	V_{1250} [mL]	V_{2500} [mL]

Objętość nasypowa:

Objętość luzem V_0 [mL] _____ Objętość po ubiciu V_{1250} lub V_{2500} [mL] _____

Zdolność do zmniejszania objętości ($V_{10} - V_{500}$) [mL] _____

Gęstość przed ubiciem m/V_0 [g/mL] _____

Gęstość po ubiciu m/V_{1250} lub V_{2500} [g/mL] _____

Wskaźnik zagęszczalności _____ Współczynnik Hausnera _____

Zdolność płynięcia w zależności od ww. wskaźników _____

Kąt usypu [°] : _____ Zdolność płynięcia w zależności od kąta _____

Zawartość wilgoci [%]: _____

Ad 2 b) Mieszanina 25% talku + 75% stearynianu magnezu/tlenek cynku:

Masa [m]	Objętość				
	V_0 [mL]	V_{10} [mL]	V_{500} [mL]	V_{1250} [mL]	V_{2500} [mL]

Objętość nasypowa:

Objętość luzem V_0 [mL] _____ Objętość po ubiciu V_{1250} lub V_{2500} [mL] _____

Zdolność do zmniejszania objętości ($V_{10} - V_{500}$) [mL] _____

Gęstość przed ubiciem m/V_0 [g/mL] _____

Gęstość po ubiciu m/V_{1250} lub V_{2500} [g/mL] _____

Wskaźnik zagęszczalności _____ Współczynnik Hausnera _____

Zdolność płynięcia w zależności od ww. wskaźników _____

Kąt usypu [°] : _____ Zdolność płynięcia w zależności od kąta _____

Zawartość wilgoci [%]: _____

Ad 2 c) Mieszanina 50% talku + 50% stearynianu magnezu/tlenek cynku:

Masa [m]	Objętość				
	V_0 [mL]	V_{10} [mL]	V_{500} [mL]	V_{1250} [mL]	V_{2500} [mL]

Objętość nasypowa:

Objętość luzem V_0 [mL] _____ Objętość po ubiciu V_{1250} lub V_{2500} [mL] _____

Zdolność do zmniejszania objętości ($V_{10} - V_{500}$) [mL] _____

Gęstość przed ubiciem m/V_0 [g/mL] _____

Gęstość po ubiciu m/V_{1250} lub V_{2500} [g/mL] _____

Wskaźnik zagęszczalności _____ Współczynnik Hausnera _____

Zdolność płynięcia w zależności od ww. wskaźników _____

Kąt usypu [°] : _____ Zdolność płynięcia w zależności od kąta _____

Zawartość wilgoci [%]: _____

Ad 2 d) Mieszanina 75% talku + 25% stearynianu magnezu/tlenek cynku:

Masa [m]	Objętość				
	V_0 [mL]	V_{10} [mL]	V_{500} [mL]	V_{1250} [mL]	V_{2500} [mL]

Objętość nasypowa:

Objętość luzem V_0 [mL] _____ Objętość po ubiciu V_{1250} lub V_{2500} [mL] _____

Zdolność do zmniejszania objętości ($V_{10} - V_{500}$) [mL] _____

Gęstość przed ubiciem m/V_0 [g/mL] _____

Gęstość po ubiciu m/V_{1250} lub V_{2500} [g/mL] _____

Wskaźnik zagęszczalności _____ Współczynnik Hausnera _____

Zdolność płynięcia w zależności od ww. wskaźników _____

Kąt usypu [°] : _____ Zdolność płynięcia w zależności od kąta _____

Zawartość wilgoci [%]: _____

Sporządzanie tabletek do kąpeli

Tabletki musujące do kąpeli:

Chlorek sodu	510,0
Wodorowęglan sodu	250,0
Kwas winowy	240,0
Olejek jodłowy	20,0
Fluoresceina	0,5

Chlorek sodu (sito 0,5mm) zmieszać z olejkami i umieścić w szczelnie zamkniętym naczyniu na okres 24 godzin, od czasu do czasu mieszając. Następnie dokładnie wymieszać z pozostałymi wysuszonymi składnikami przesianymi przez sito 0,5. Tłoczyć tabletki o średnicy 30 mm i masie 10 g. Gotowe tabletki pakować w folie aluminiową i umieścić w szczelnie zamkniętym słoiku.

Sporządzanie mikrokapsułek metodą suszenia rozpyłowego

Mikrokapsułki z olejem jojoba/makadamia/olejem z orzeszków ziemnych:

10% roztwór żelatyny	50,0
Olej jojoba/makadamia	10,0

Wykonanie:

Do 50 g 10% roztworu żelatyny o temp. 40°C dodać 10 g oleju. Mieszaninę homogenizować (7000 obr./min) przez 3 min. Emulsję suszyć rozpyłowo. Zanotować warunki parametry procesu. Mikrokapsułki obejrzyć pod mikroskopem.

Sporządzanie mikroemulsji

Sporządzić układy samoemulgujące oraz mikroemulsyjne wg przepisów dostępnych na sali ćwiczeń. Przepisy i sposób wykonania zanotować poniżej.

W przypadku układów samoemulgujących dodać 1 mL sporządzonego układu samoemulgującego do 5 ml, 50 ml, 200 ml wody. Powstanie mikroemulsja.

Czym różnią się układy mikroemulsyjne od emulsji (makroemulsji)?

Zagadnienia sprawdzające wiedzę z ćwiczeń

1. Definicja i cel stosowania mikrokapsulek w kosmetyce.
2. Metody wytwarzania mikrokapsulek.
3. Definicja i cel stosowania liposomów.
4. Metody wytwarzania liposomów.
5. Definicje innych nano- i mikrostruktur obecnych w produktach kosmetycznych
6. Metody oceny właściwości układów proszkowych.
7. Sposób oceny objętości nasypowej oraz po ubiciu.
8. Sposoby oceny płynięcia proszku.
9. Sposoby oceny zawartości wody w substancjach stałych.
10. Czym różnią się właściwości makro- i mikroemulsji?