

Etude de la coulabilité des poudres

Cellules de cisaillement et rhéomètres pour poudres

Florence Agnely

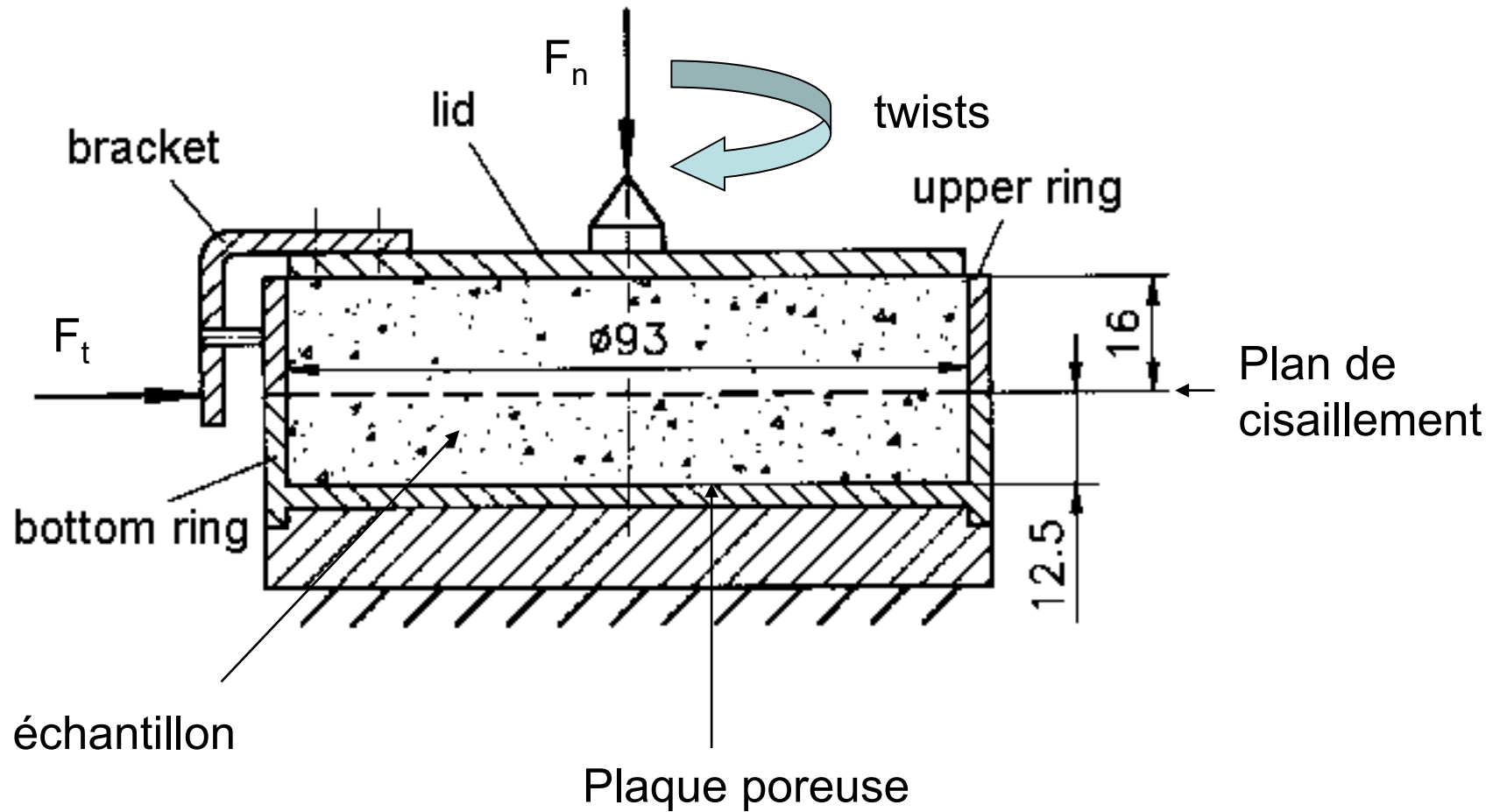
Université Paris-Saclay

Institut Galien Paris-Saclay

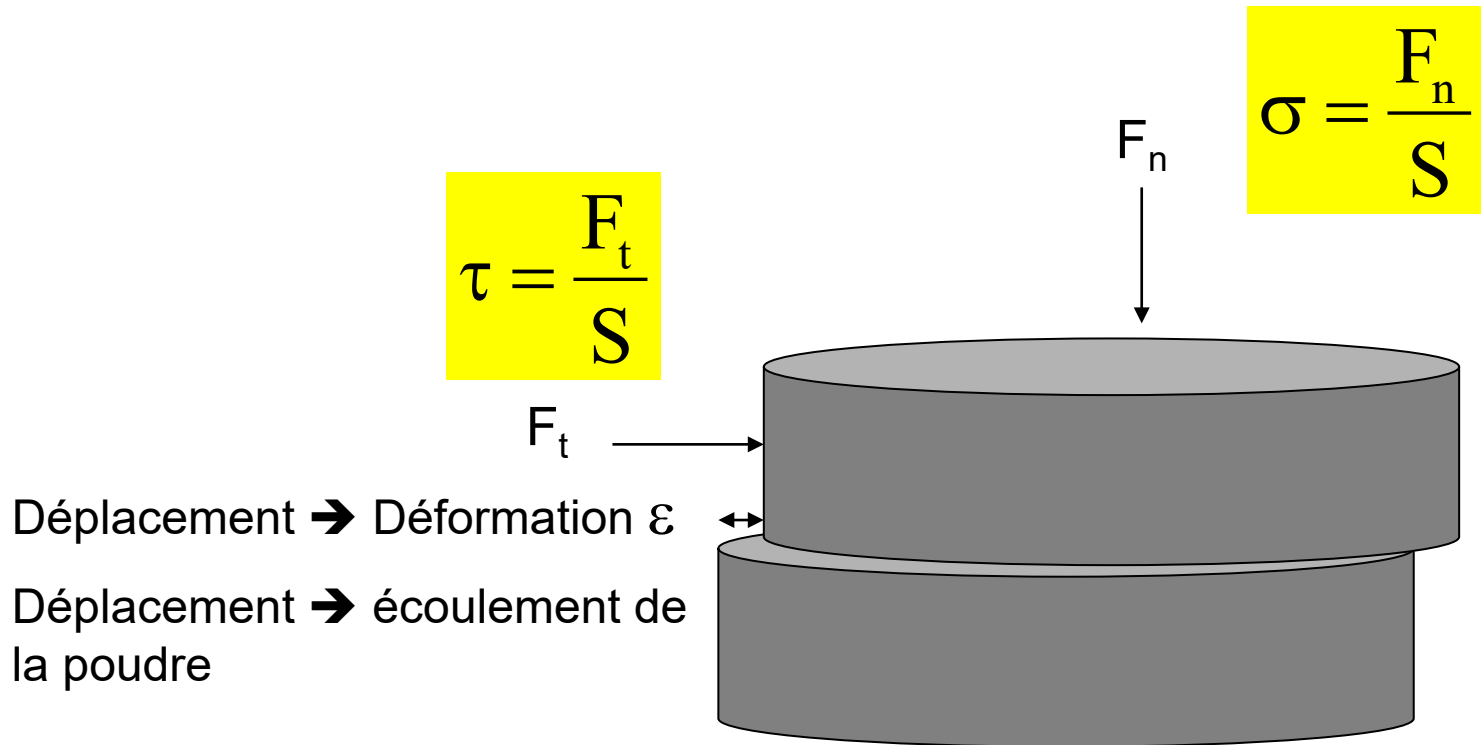
Equipe Physique Pharmaceutique

Cellule de cisaillement de Jenike

Cellule uniaxiale, mouvement de translation



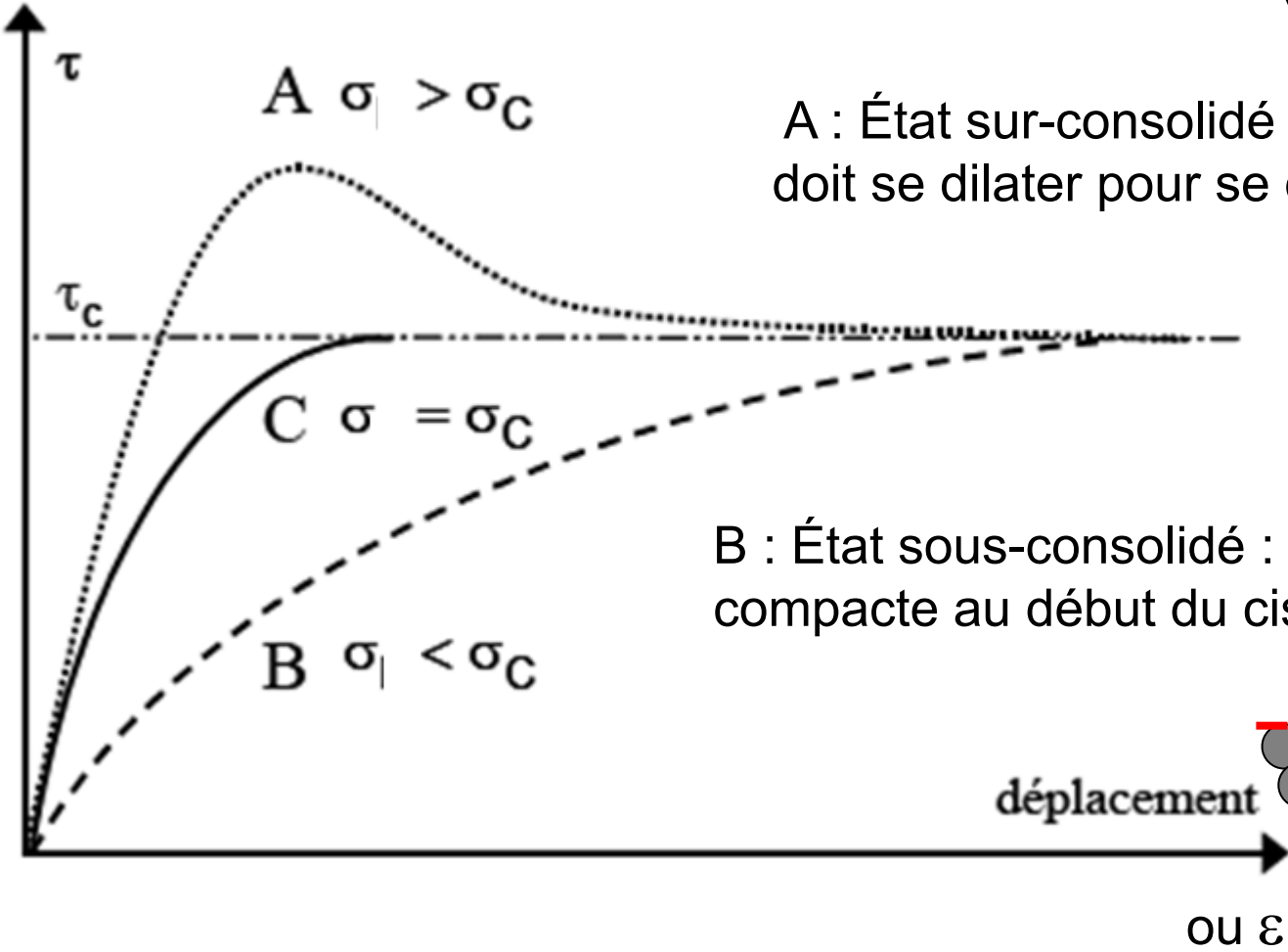
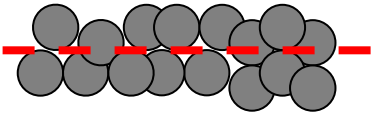
Cellule de cisaillement de Jenike



Sous σ fixe, on impose une vitesse de déplacement et on mesure τ en fonction du déplacement ou de la déformation ε

Cellule de cisaillement de Jenike

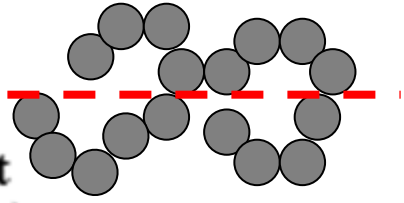
Etude de la consolidation du lit de poudre



A : État sur-consolidé : la poudre doit se dilater pour se déplacer

état de densité critique

B : État sous-consolidé : la poudre se compacte au début du cisaillement

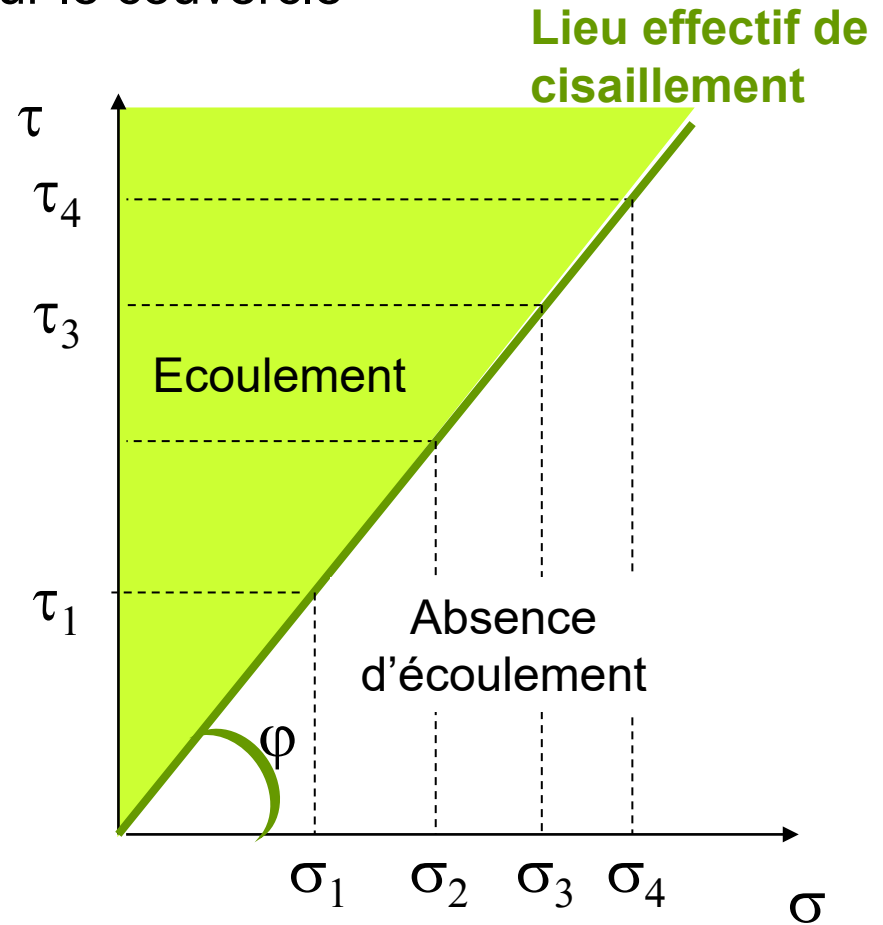
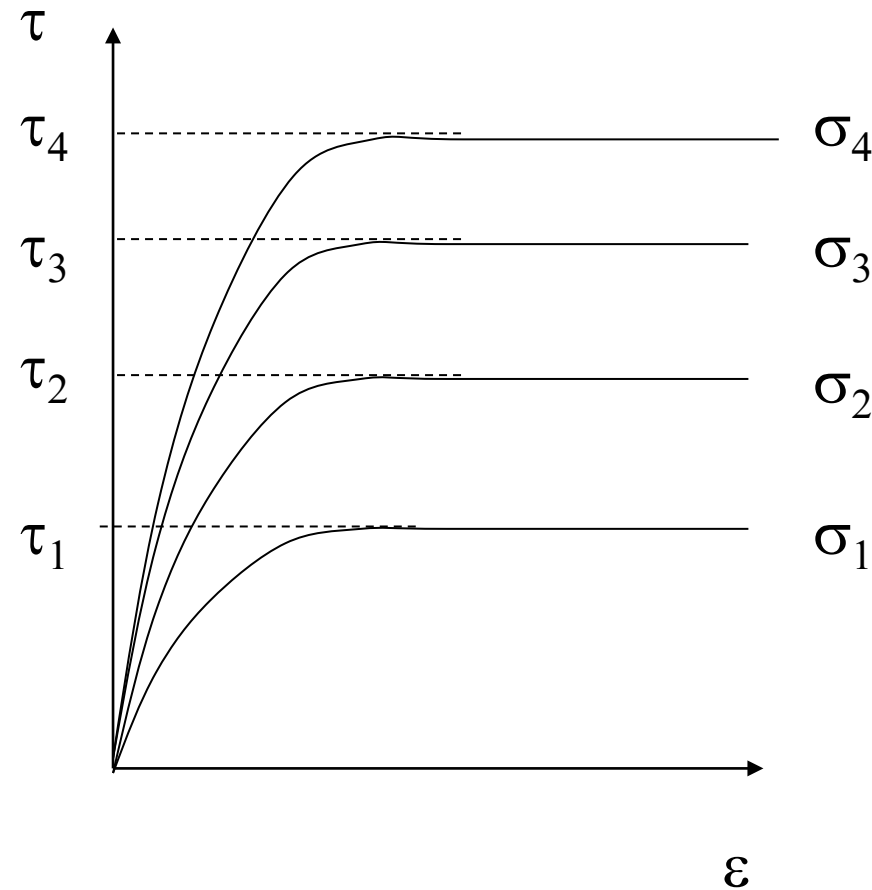


C : milieu consolidé à l'état critique : déplacement de la poudre sans variation de volume

Cellule de cisaillement de Jenike

Obtention du lieu effectif de cisaillement

On applique des charges croissantes sur le couvercle



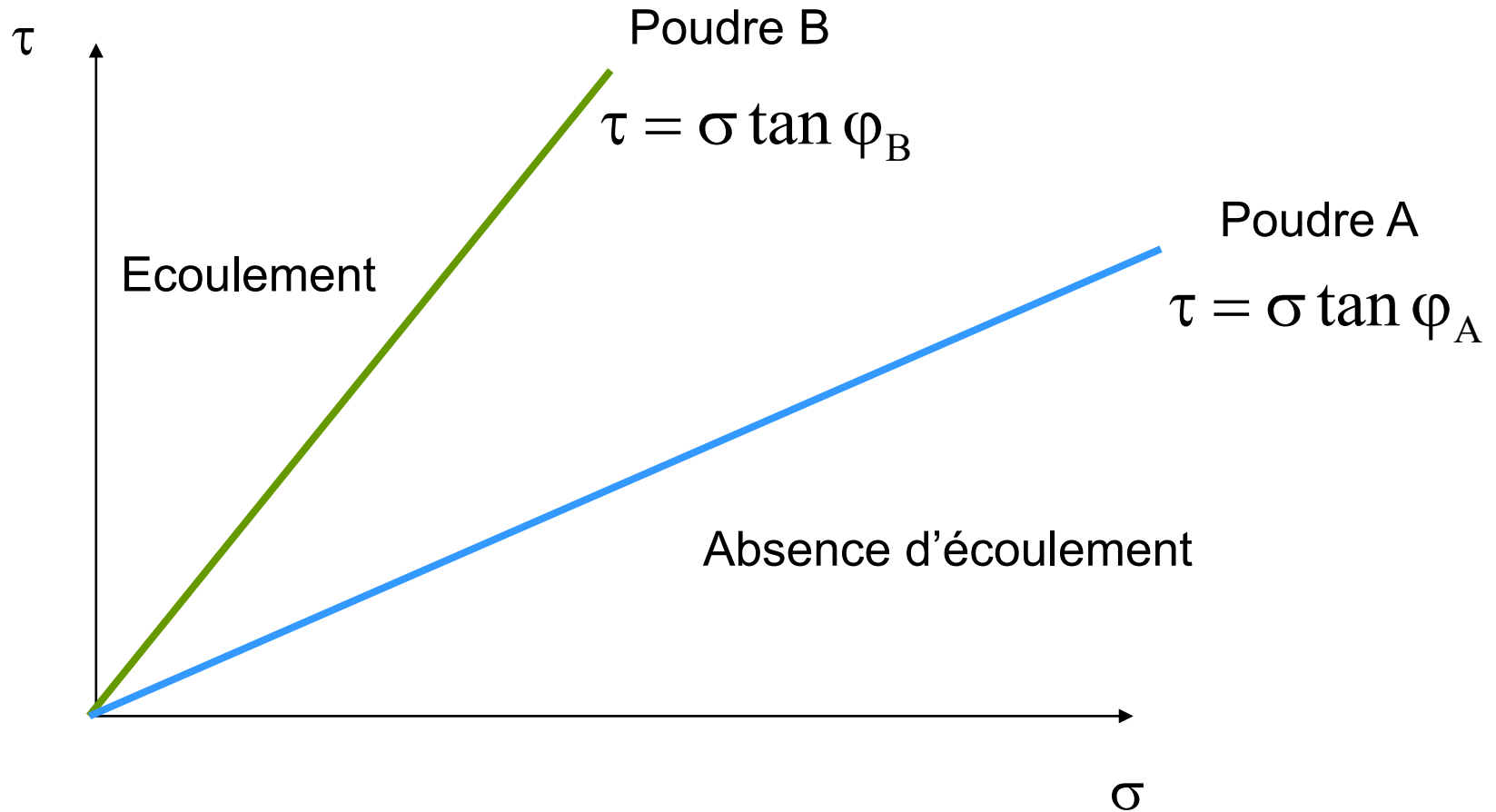
Equation du lieu effectif de cisaillement :

$$\tau = \sigma \tan \varphi$$

φ : angle effectif de frottement interne

Cellule de cisaillement de Jenike

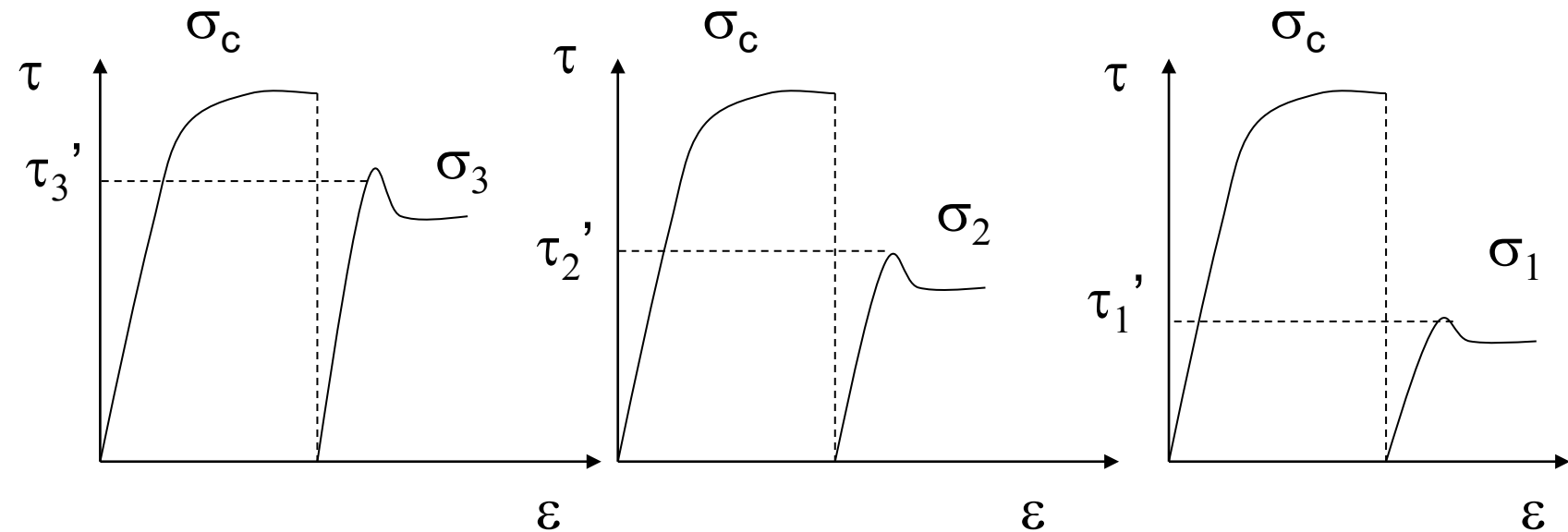
Obtention du lieu effectif de cisaillement



Le domaine d'écoulement de la poudre A est bien plus grand que celui de la poudre B

Cellule de cisaillement de Jenike

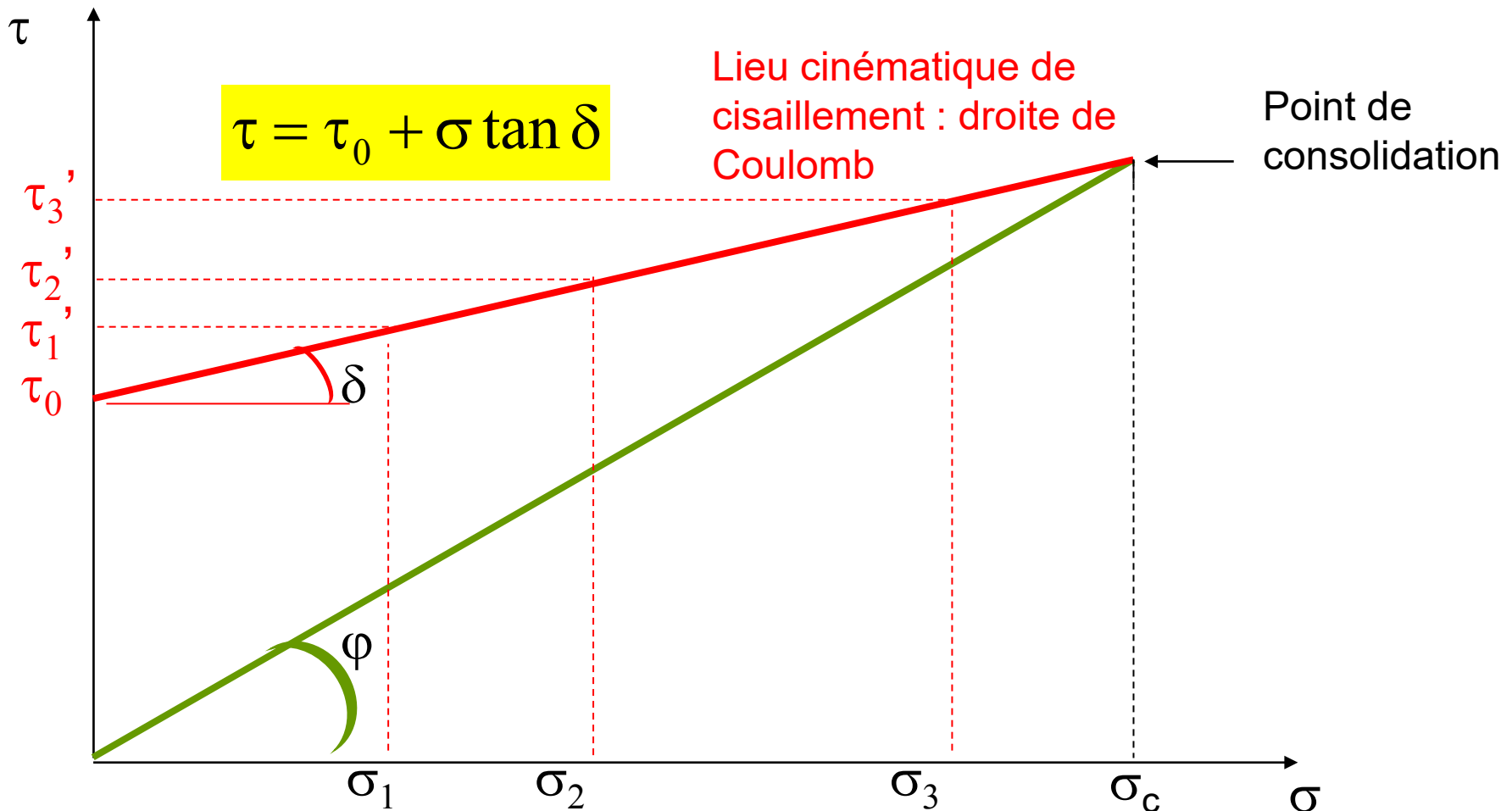
Etude de l'effet mémoire de la poudre : aptitude de la poudre à acquérir de la cohésion



Pendant la moitié du déplacement on applique σ_c pendant l'autre moitié une contrainte normale inférieure

Cellule de cisaillement de Jenike

Obtention du lieu cinématique de cisaillement

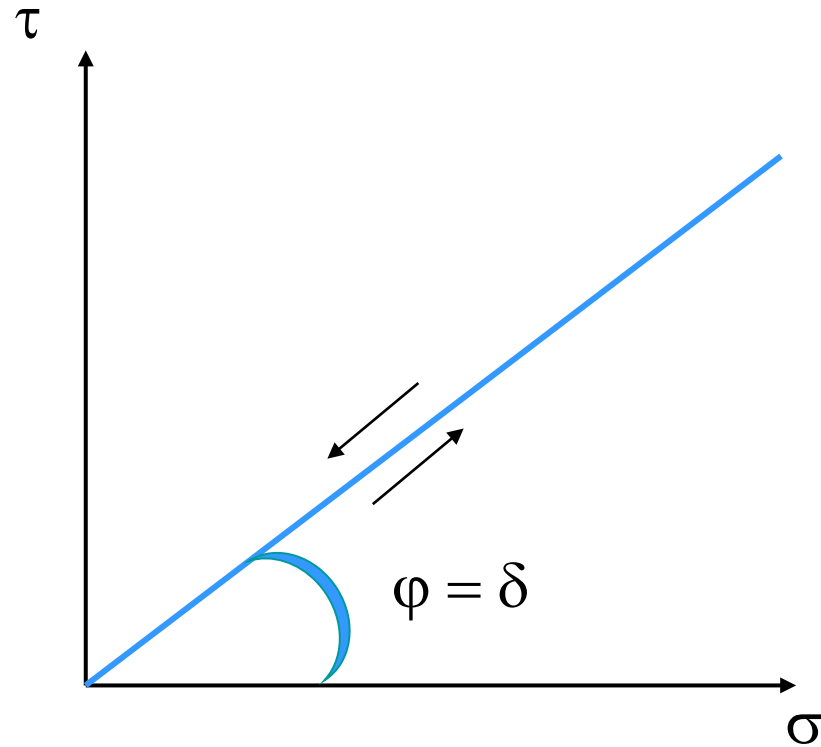


τ_0 : cohésion ou mémoire de la poudre

δ : angle cinématique de frottement interne

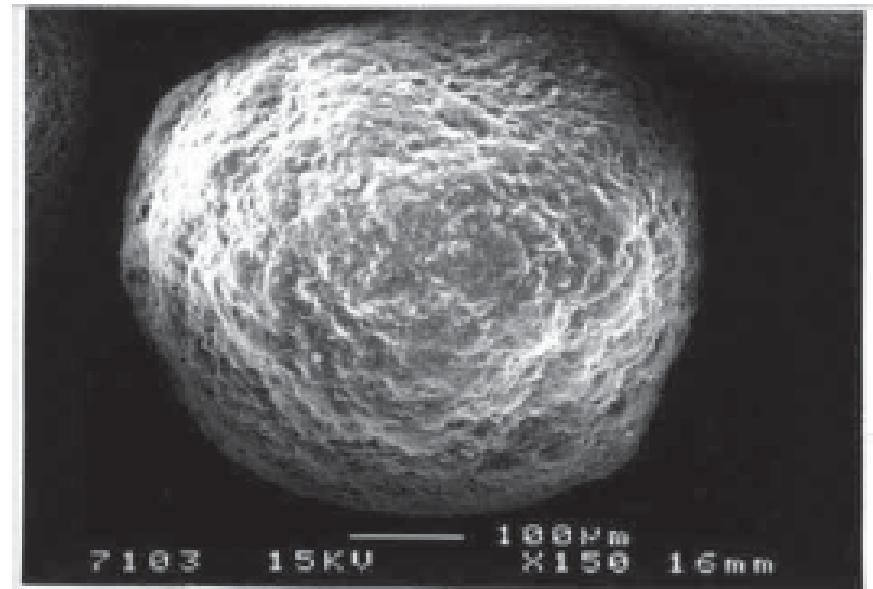
Cellule de cisaillement de Jenike

Poudres à écoulement libre



Exemple

Les Non Pareils (NP) ou neutres



$$\varphi \approx \delta \approx 35^\circ$$

Cellule de cisaillement de Jenike

Interprétation physique des phénomènes

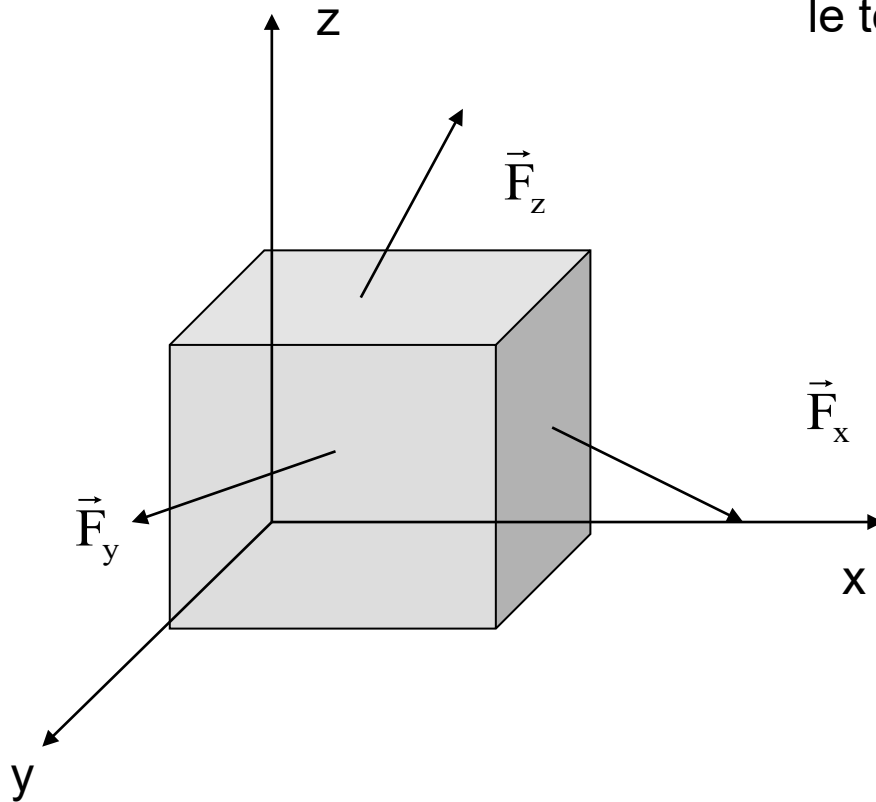
La décomposition des forces permet d'obtenir le tenseur des contraintes :

$$(\sigma) = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{yx} & \tau_{zx} \\ \tau_{xy} & \sigma_{yy} & \tau_{zy} \\ \tau_{xz} & \tau_{yz} & \sigma_{zz} \end{bmatrix}$$

L'élément de volume est en équilibre donc :

La somme des forces est nulle

La somme des moments des forces est nulle

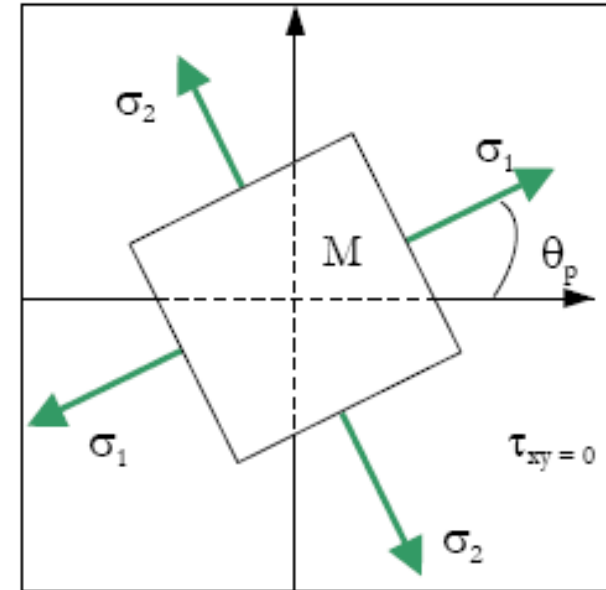
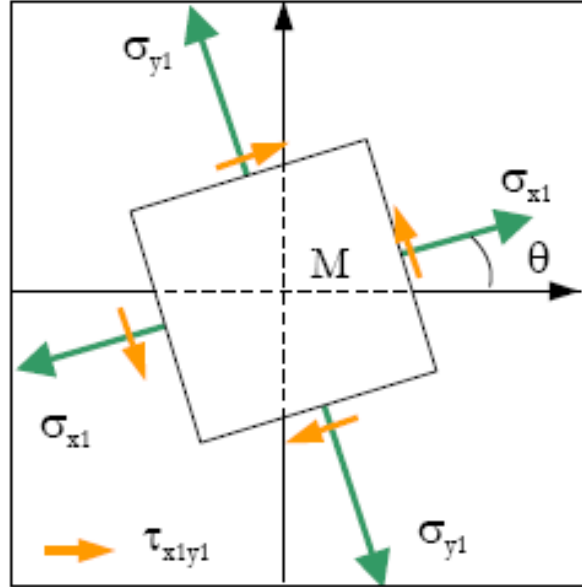
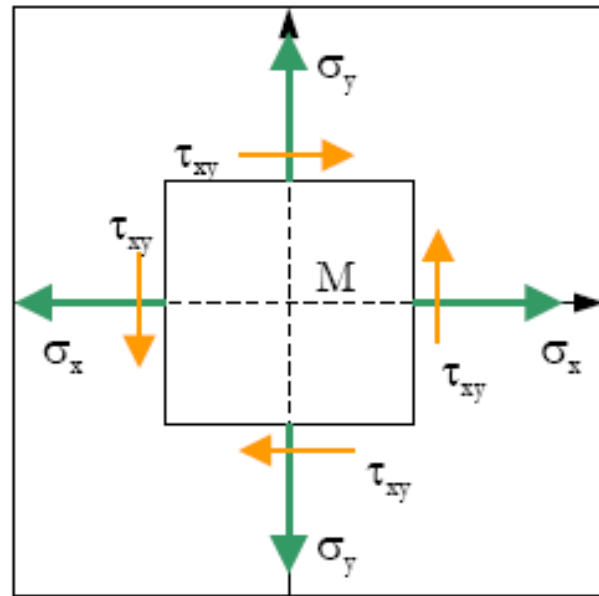


→ Le tenseur est symétrique

$$(\sigma) = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{xy} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{xz} & \tau_{yz} & \sigma_{zz} \end{bmatrix}$$

Cellule de cisaillement de Jenike

Interprétation physique des phénomènes en 2D



$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} \\ \tau_{xy} & \sigma_y \end{bmatrix}$$

$$\sigma_1 = \begin{bmatrix} \sigma_{x_1} & \tau_{x_1 y_1} \\ \tau_{x_1 y_1} & \sigma_{y_1} \end{bmatrix}_{(\tilde{x}_1, \tilde{y}_1)}$$

$$\sigma^{\circ} = \begin{bmatrix} \sigma_1 & 0 \\ 0 & \sigma_2 \end{bmatrix}$$

σ_1 et σ_2 sont les contraintes principales

Cellule de cisaillement de Jenike

Interprétation physique des phénomènes en 2D

Les contraintes dessinées dans un diagramme (σ, τ) en fonction du paramètre 2θ forment un cercle d'équation paramétrique :

$$\sigma = \frac{\sigma_x + \sigma_y}{2} - \frac{\sigma_x - \sigma_y}{2} \cos(2\theta) + \tau_{xy} \sin(2\theta)$$

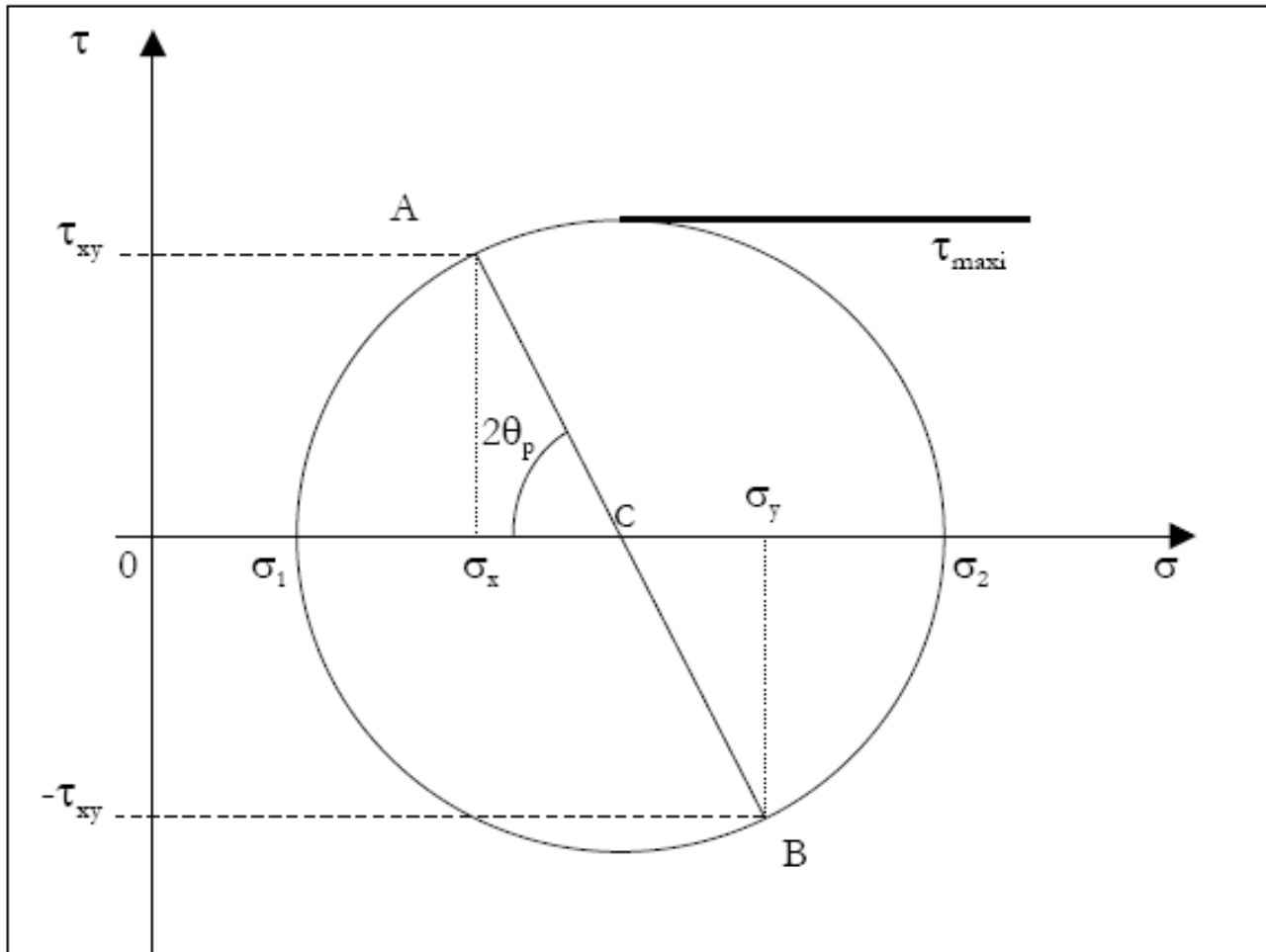
$$\tau = -\frac{\sigma_x - \sigma_y}{2} \sin(2\theta) + \tau_{xy} \cos(2\theta)$$

➔ Cercle de Mohr

Cellule de cisaillement de Jenike

Interprétation physique des phénomènes en 2D

→ Tracé du cercle de Mohr



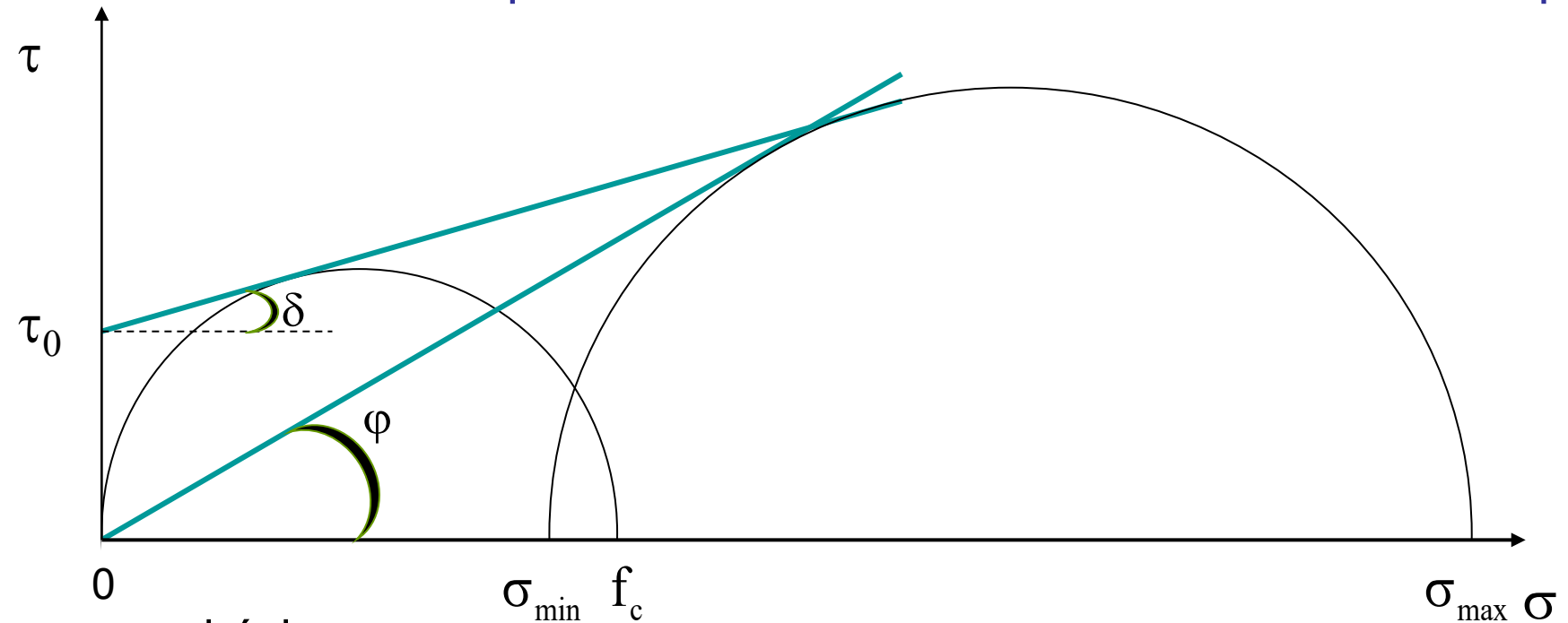
σ_1 et σ_2 sont les contraintes principales

$\sigma_2 = \sigma_{\max}$ Contrainte principale majeure

$\sigma_1 = \sigma_{\min}$ Contrainte principale mineure

Cellule de cisaillement de Jenike

Détermination des paramètres caractérisant la coulabilité de la poudre



τ_0 : cohésion

f_c : résistance à la voute

σ_{max} : contrainte principale majeure

σ_{min} : contrainte principale mineure

δ : angle cinématique de frottement interne

ϕ : angle effectif de frottement interne

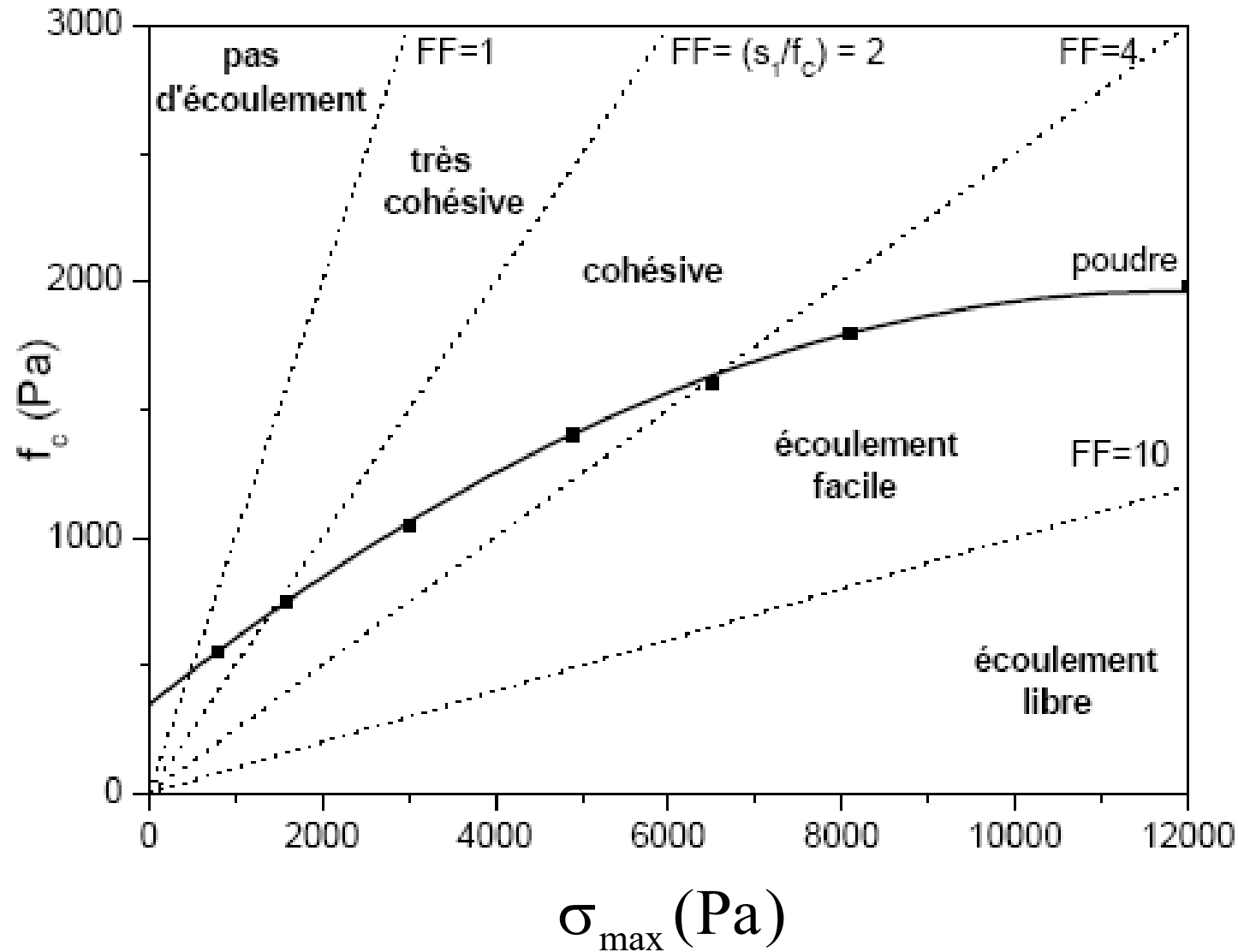
Indice de coulabilité

$$i = \frac{\sigma_{max}}{f_c}$$

FF : fonction d'écoulement $f_c = f(\sigma_{max})$

Cellule de cisaillement de Jenike

Fonction d'écoulement



Cellule de cisaillement de Jenike

Classification des poudres suivant leur indice de coulabilité

$$i = \frac{\sigma_{\max}}{f_c}$$

$i < 2$ pas d'écoulement naturel

$2 < i < 4$ écoulement difficile

$4 < i < 10$ écoulement moyen

$i > 10$ écoulement libre

poudre	d₅₀ (μm)	d_{pic} (μm)	ρ_{particulaire} (g/cm³)	I_c (%)	τ₀ (kPa)	i
EFK	98	134	1,563	21,5	0,5	12,9
Di Tab	32	13,5 /112	2,355	14,0	0,6	9,8
FF	97	112	1,552	13,2	0,8	9,3
FK	51	66	1,575	36,7	2,8	2,8
ACEB	35	33	1,261	38,6	1,6	4,3
CELI	23	11/79	1,231	33,3	3,5	2,3
KETO	29	33	1,275	38,4	2,1	3,3

$$I_c = \frac{\rho_{\text{tassée}} - \rho_{\text{vrac}}}{\rho_{\text{tassée}}} \times 100$$

D'après Guerin et al, International Journal of Pharmaceutics, 1999

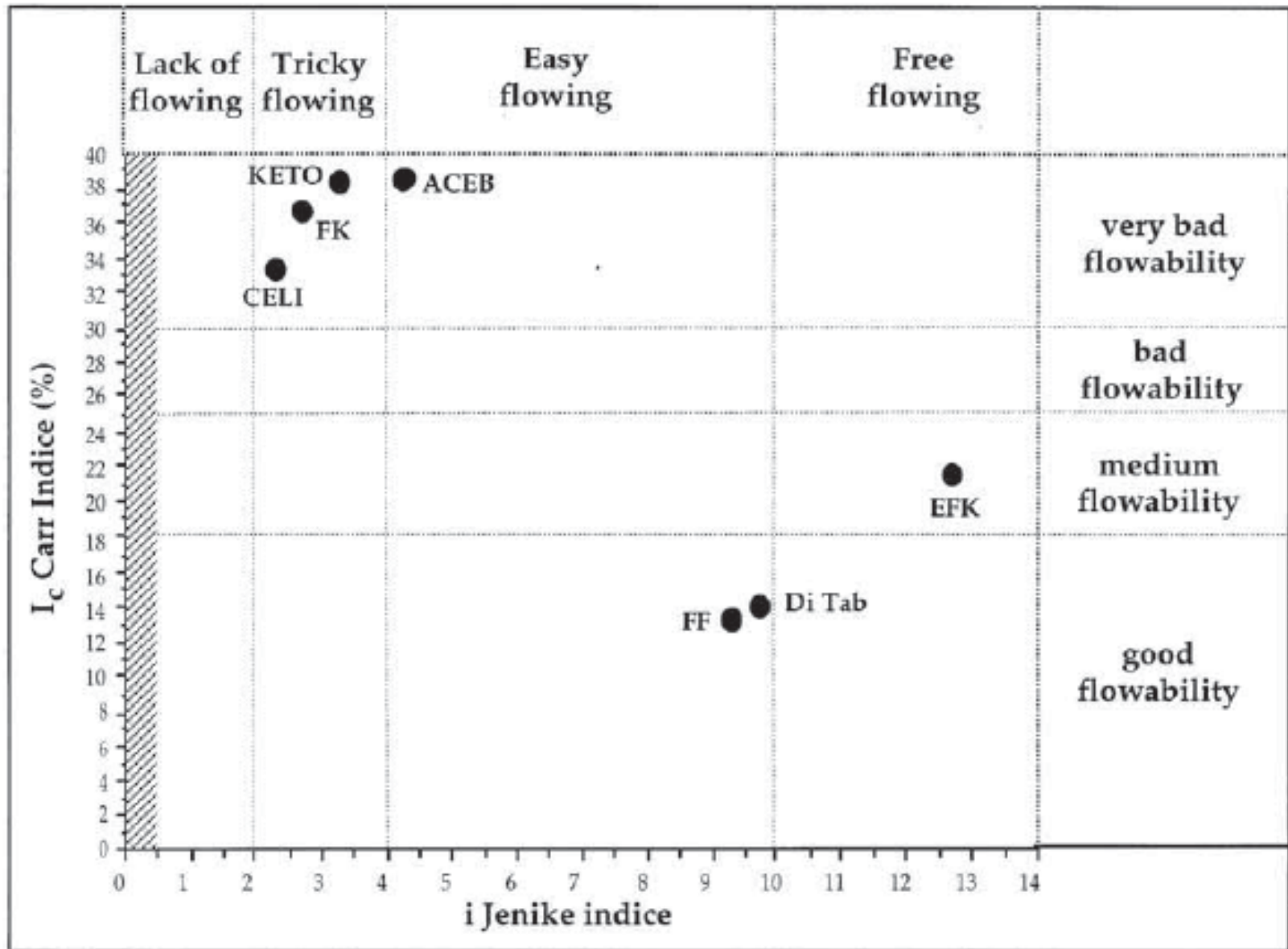


Fig. 3. A comparison between Carr and Jenike indices, respectively I_c and i .

Cellule de cisaillement de Jenike

Intérêt et inconvénient

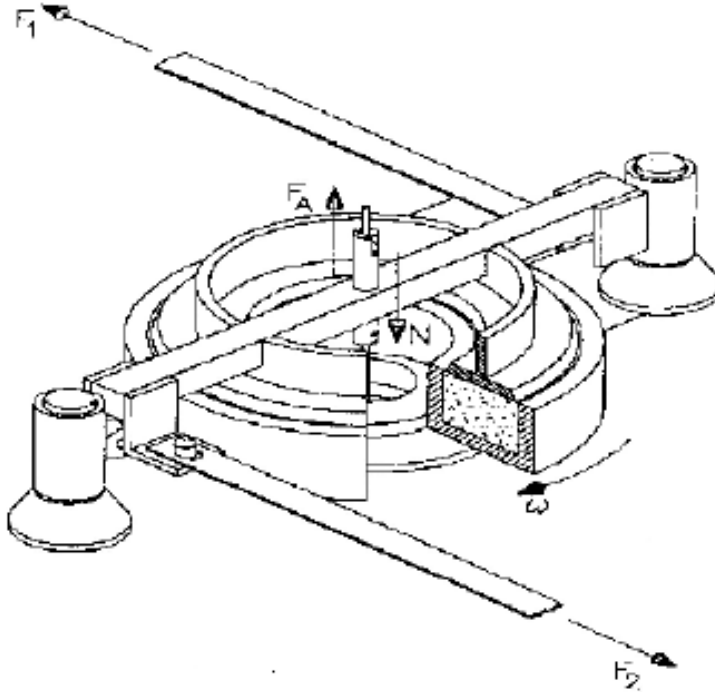
Intérêt

- Définition des conditions de conservation (T, HR, contrainte appliquée), de conditionnement et de transport
- Dimensionnement et remplissage des silos

Inconvénient

Nécessité d'une grande quantité de poudre (environ 1kg)

Cellule de cisaillement annulaire de Schulze



Même formalisme que pour la cellule de cisaillement de Jenike

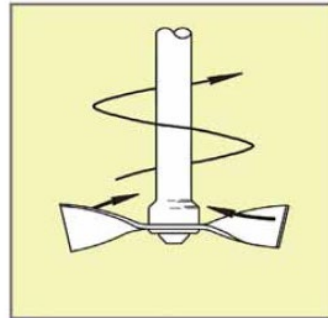
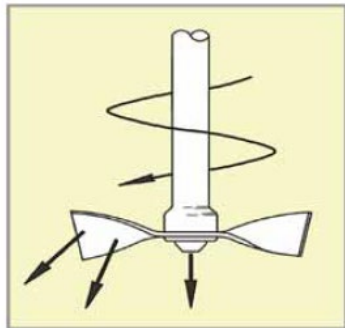
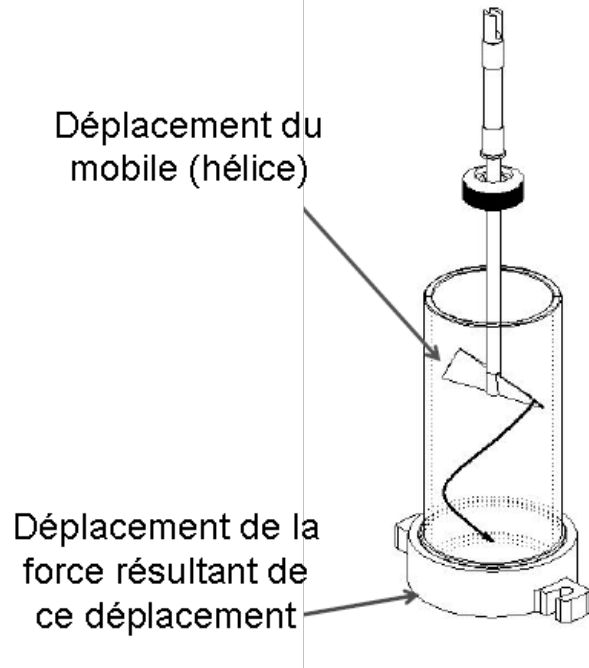
Avantage : Permet de cisailier la poudre indéfiniment, permet plusieurs mesures avec le même échantillon

Minitesteur de cisaillement annulaire automatique (3,5 ml)

Inconvénient : la vitesse de cisaillement varie légèrement dans le milieu car la vitesse linéaire dépend du rayon de l'anneau

Rhéomètres pour poudres

Mesures dynamiques d'écoulement



Cellule de cisaillement

détermination des lieux de cisaillement



Rhéomètres pour poudres

Détermination de différents paramètres caractérisant l'écoulement en mode dynamique

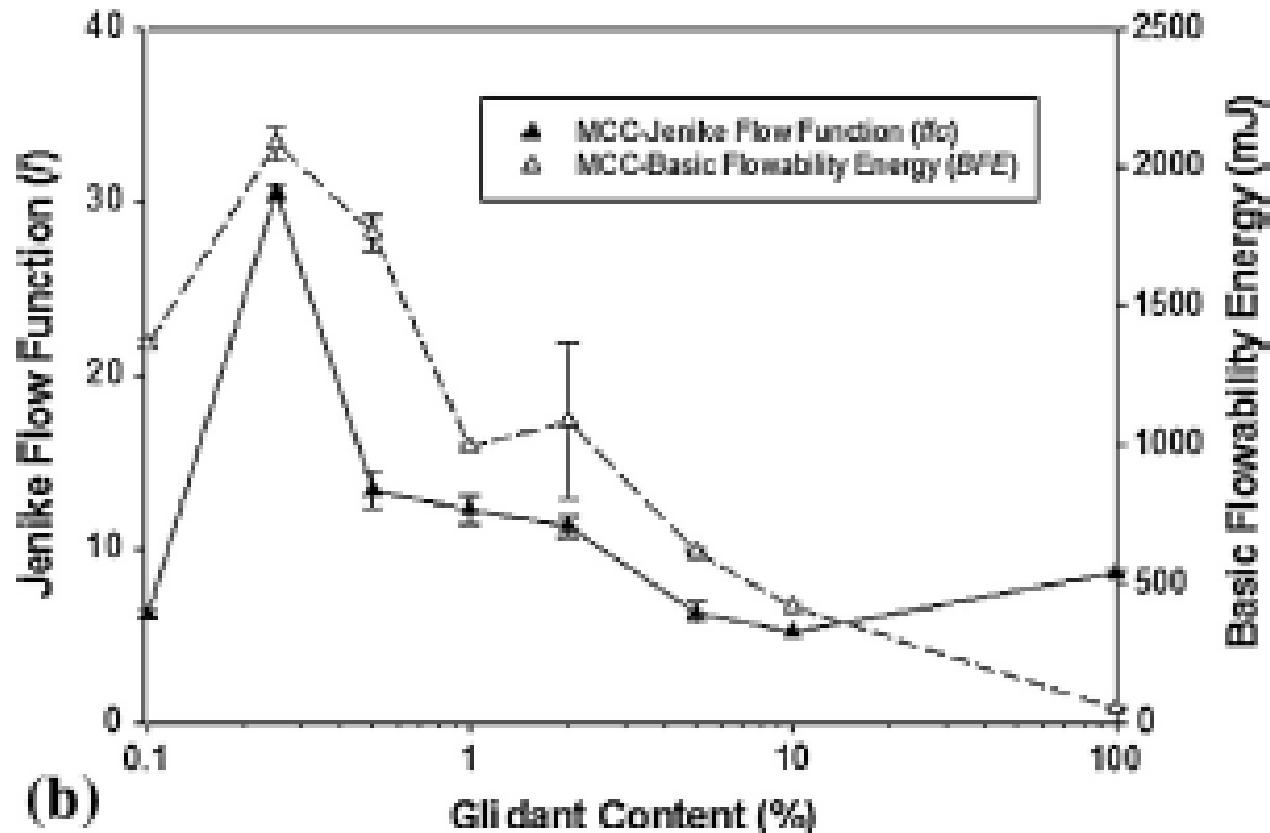
BFE : Basic Flowability Energy : énergie nécessaire pour déplacer un échantillon de poudre conditionné pendant un test en descente de l'hélice sous des conditions spécifiques de consolidation

SE : Specific Energy : énergie par gramme de poudre pour déplacer un échantillon de poudre conditionné pendant un test en remonté de l'hélice avec une hélice permettant de cisailer l'échantillon mais sans le consolider

FRI : Flow Rate Index : facteur par lequel l'énergie d'écoulement est multipliée lorsque la vitesse de rotation est diminuée par 10.

SI : Stability Index : facteur par lequel l'énergie d'écoulement est multipliée lors de tests répétés

Etude de mélanges cellulose microcristalline : silice colloïdale avec un rhéomètre pour poudre FT4



Cellules de cisaillement et rhéomètres pour poudre

Conclusion

➤ Intérêt :

Acquérir différents paramètres permettant de prévoir l'écoulement des poudres et de dimensionner les trémies et les silos

➤ Inconvénients :

- Contrairement à la rhéologie des liquides : multiplicité des techniques et des paramètres descriptifs

➔ Peu de recommandations méthodologique à la pharmacopée européenne

➔ Nécessité de préciser dans le rendu des résultats une description complète des équipements utilisés et du protocole

-Nécessité d'une grande quantité de poudre

↳ méthode alternative miniaturisée pour étudier la coulabilité des poudres

L'exemple de la porosimétrie au mercure (Cf cours Sandrine Geiger)

Conclusion

Optimisation de la coulabilité des poudres

➤ **Modification des propriétés d'écoulement de la poudre**

- granulométrie (taille et proportion de fines)
- ajout de glidants (silice colloïdale)
- contrôle de la cohésion

➤ **Contrôle de l'environnement**

- humidité contrôlée et faible

➤ **Matériels (silos et trémies)**

- dimensions, angles
- nature des parois
- degré de remplissage

➤ **Application de forces extérieures**

- mécaniques
- pneumatiques