

AULA PRÁTICA - MICROMERÍTICA

1) Objetivo

Consolidar os conceitos teóricos ministrados nas aulas de pós farmacêuticos e micromerítica através de trabalho experimental e tratamento dos dados obtidos. Serão realizados ensaios de determinação de distribuição granulométrica por duas metodologias diferentes (peneiramento – massa), e microscopia ótica (número); determinação de densidade bruta e compactada e do ângulo de repouso. Os resultados deverão ser tratados durante o período de aula e elaborado um relatório sucinto dos resultados obtidos, e breve discussão dos resultados.

2) Materiais:

Serão avaliados pós e granulados farmacêuticos, que serão caracterizados por vários métodos, apresentados na aula teórica..

3) Procedimento experimental

EXPERIÊNCIA 1: Distribuição de tamanhos. A experiência será realizada em uma série de peneiras padrão Tyler, e agitador de peneiras. Os materiais utilizados serão a mistura o granulado de paracetamol, o granulado com estearato de magnésio, e a celulose microcristalina (2 granulometrias distintas). Será selecionado 1 material por grupo. Procedimento: Pesar as peneiras e anotar os pesos. Montar no aparelho as peneiras em ordem crescente de diâmetro, de baixo para cima, colocar (topo) 70 gramas de pó. Acionar a vibração na intensidade 10 por 20 minutos. Separar as peneiras e pesar a quantidade retida em cada uma. Preparar os gráficos de distribuição diferencial e cumulativa do material, calcular o tamanho médio D_{50} , D_{10} , D_{90} , SPAN. Converter a distribuição em massa para número, empregando os conceitos ministrados, e determinar os diâmetros médios (aritmético, superfície e volume). Discutir os resultados.

EXPERIÊNCIA 2: Tamanho das Partículas e distribuição granulométrica por Microscopia ótica e análise de imagens. Procedimento: Preparar as lâminas com o uso de um espalhador de partículas com a **mistura física a ser granulada**. Em um dos compartimentos do espalhador de partículas ou com o borrifador, colocar uma porção da substância a ser estudada e no outro compartimento a lâmina de vidro, fechar o espalhador de partículas, e através do orifício na parte frontal conectar um jato de ar comprimido espalhando sobre a lâmina uma camada fina e homogênea de partículas para serem observadas no microscópio. Após limpar o espalhador, repetir o procedimento acima para preparar 1 lâmina com a mistura a ser granulada e 1 lâmina com o excipiente Lactose. **Análise das Partículas:** 1) Ligar o computador acoplado ao microscópio (OLYMPUS). 2), acoplado a um analisador de imagens (Image Pró-Plus 7.0). 3) Colocar uma das lâminas preparadas anteriormente na plataforma do microscópio. 4) Ajustar o foco no microscópio com aumento de **50 vezes (objetivas previamente calibradas com uma camara de neubauer)**. 5) Abrir o software, selecionar as medidas a serem obtidas (diâmetro médio, Perímetro e Área Superficial). Ajustar a imagem na tela do computador (ajustando o foco), e capturar a imagem. Salvar a imagem, realizar a contagem e as medidas através do analisador de imagens e exportar para o software Excel. Classificar os resultados por faixas de diâmetros médios determinados, construir a planilha de distribuição granulométrica, e construir o gráfico (diferencial e acumulado). Repetir os cálculos determinando os diâmetros equivalentes, com os dados de superfície e do perímetro. Comparar e discutir os resultados. **EXPERIÊNCIA 3:** Quando um pó ou material granulado corre livremente através de um orifício sobre uma superfície plana, o material depositado forma uma pilha cônica. O ângulo da base do cone denomina-se **ângulo de repouso, α** . O

ângulo de repouso depende, essencialmente, da força de fricção entre as partículas de pó ou granulado e exprime-se pela expressão $\text{tg } \alpha = u$; sendo u o coeficiente de fricção entre as partículas. Existem inúmeros métodos para se determinar o ângulo de repouso de uma amostra, sendo um dos métodos mais simples e fáceis de executar, o que utiliza um funil onde se lança o pó que se deixa, depois, cair sobre uma folha de papel.

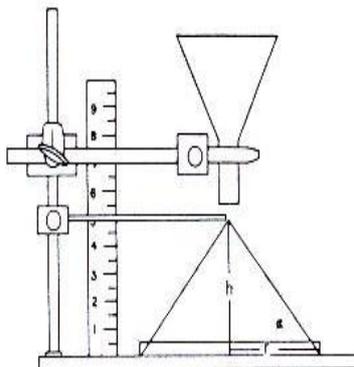


Fig. 96. Determinação do ângulo de repouso

Se proceder à determinação da altura e do diâmetro da base do cone formado, o ângulo de repouso pode definir-se pela expressão: $\text{tg } \alpha = h/r$, em que h é a altura e r o raio da base do cone. $\therefore \alpha = \text{arc tg}(h/r) = \text{tg}^{-1}(h/r)$. Esta avaliação apresenta muito interesse, pois elucida dúvidas quanto à facilidade de manuseio dos pós, como por exemplo, no enchimento de recipientes, cápsulas, ou no escoamento de pós em um distribuidor de uma máquina de compressão. **Procedimento:** Montar o funil a uma altura que deixe sua saída inferior 5 cm acima da base. Colocar, enquanto tampando a saída do funil, cerca de 25-30 g de pó no funil e depois liberar a sua saída. Anotar o diâmetro da base e a altura do monte formado, e calcular o ângulo de repouso. Se necessário aplicar vibrações ao funil. Realizar ensaios em triplicata. Discutir a alteração no ângulo de repouso decorrente do processamento do material. Classificar os materiais avaliados de acordo com os resultados obtidos.

EXPERIÊNCIA 4: Índice de Carr e Fator de Hausner. Ambas estão baseadas nas Densidade bruta (ρ_b), densidade de compactação (ρ_c), determinadas por uma proveta antes e após um número definido de batidas (Procedimento padronizado USP e EP. As amostras a serem avaliadas serão a mistura de granulação, o paracetamol, e a mistura de granulação. **Procedimento:** Serão realizadas determinações pelo método manual e automático (CALEVA). Adicione aproximadamente 10 g da amostra (m) para proveta de 25 para medição do volume ocupado (V_0) e 20 g para o equipamento em proveta de 100 mL Adicione aproximadamente 20 gramas do pó em uma proveta de 100 ml (pesando em uma balança), e anote a massa e o volume inicial de pó. - A amostra contida na proveta é então submetida a 10, 500 e 1250 quedas (V_{1250}), de uma altura de ~ 3 cm e com a mesma intensidade \rightarrow **densidade compactação:** $\rho_c = m/V_{1250}$ (g/mL). Determine o índice de Carr e o fator de Hausner. Discuta as alterações causadas pelo processamento do material.

$$IC = \frac{\rho_c - \rho_a}{\rho_c} \times 100$$

$$FH = \frac{\rho_c}{\rho_a}$$

Ref. USP 35-NF30 - <616> Bulk and Tapped Density - General Chapter will be incorporated into and become official with the Second Supplement to USP 35–NF 30.

RESULTADOS - CARACTERIZAÇÃO DE PARTÍCULAS

1 – Análise granulométrica por peneiramento

Identificação da amostra: **AMOSTRA 3**

Massa de amostra: **200,11 g**

Tempo de agitação: **20 minutos**

Potência de vibração: **8 (específica do equipamento)**

Tamises (mm)	Tamis vazio (g)	Tamis + amostra após agitação (g)	Massa da amostra	
			(g)	(%)
0,600	403,49	413,33		
0,425	413,30	449,21		
0,300	404,44	448,67		
0,150	386,52	437,55		
0,125	395,10	410,86		
0,106	384,10	393,30		
fundo	358,50	392,36		
		Total =		

2 – Determinação do ângulo de repouso

Medida (n°)	Raio da base cônica (cm)	Altura da pilha (cm)	Ângulo de repouso calculado (°)
1	4,7	2,8	
2	4,6	3,0	
3	4,65	2,7	
		Média =	
		Desvio padrão =	

3 - Determinação das características de fluidez (Manual e Método 2)

Massa de amostra (Manual): 10,23 g

Massa de amostra (3 mm ± 0,2): _____

Número batidas	Volume (ml)	Densidade (g/ml)
0	26	
10	22	
500	20	
1250	19,5	

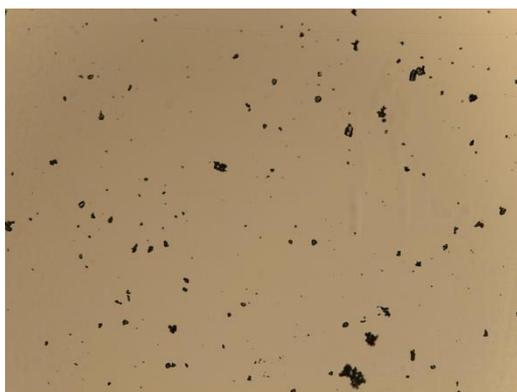
Número batidas	Volume (ml)	Densidade (g/ml)
0 (0 s)	26,0	
10 (6 s)	21,3	
500 (5.0 min)	19,5	
1250 (12.5 min)	18,8	

Propriedades de fluxo da amostra	Manual	Método 2
Densidade aparente (g/ml)		
Densidade compactada (g/ml)		
Índice de compressibilidade (-)		
Razão de Hausner (-)		
Ângulo de repouso (°)		

GRUPO 3:– Microscopia

Construir as curvas de distribuição granulométrica (diferencial e acumulada) empregando o diâmetro médio determinado pelo analisador. Repetir o procedimento determinando os diâmetros médios de perímetro equivalente, superfície equivalente. Converter distribuição de número para distribuição em massa. Comparar os resultados obtidos.

Diâmetro (nm)	Número de medidas
0.0	0
26.5	147
53.0	1182
79.5	3767
106.0	6624
132.5	5646
158.9	5152
185.4	3905
211.9	2919
238.4	2038
264.9	1002
291.4	805
317.9	443
344.4	380
370.9	256
397.4	220
423.8	128
450.3	68
476.8	63
503.3	21





Laboratório de P & D em Processos Farmacêuticos
Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto – FCFRP/USP
Av. do Café s/n Bloco Q B. Monte Alegre 14040-903 Ribeirão Preto-SP ☎ (16) 3315 4437/ 4185
Farmacotécnica e Tecnologia de medicamentos e cosméticos II

