Artery

Industrial pharmacy

Saef dawwas

parical size analysis

Standards for powders based on sieving

- Standards for pharmaceutical powders are provided in **pharmacopoeiae**, which indicate the degree of coarseness or fineness depending on percentage passing or not passing through certain sieves.
- e.g. BP

Table 12.1 Powder grades specified in British Pharmacopoeia

Description of grade of powder	Coarsest sieve diameter (μm)	Sieve diameter through which no more than 40% of powder must pass (μm)
Coarse	1700	355
Moderately coarse	710	250
Moderately fine	355	180
Fine	180	—
Very fine	125	—

٣١

شو اهمية العامود التاني ليش موجود هون ؟ موجود هون لانه احنا بنحكي عن قيمة صرنا قريبة من السداد

31

عشان اقدر احكي عن ال partical انو coarse لازم كل ال partical تمر من sieve ال 1700 بس 40% منهم يمر من sieve ال 355 يعني بضل 60 % احجمهم اكبر من 355 واقل من 1700 اما ال very fine particals ما الهم هاذ الشرط

Standards for powders based on sieving

- Some Pharmacopoeia define another size fraction, known as 'ultrafine powder'.
- In this case it is required that the maximum diameter of at least 90% of the particles must be no greater than 5 μm and that none of the particles should have diameters greater than 50 μm.

٣٢

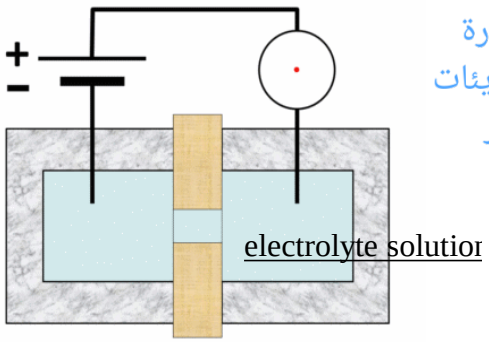
32

Particle size analysis methods

Electric stream sensing zone method (Coulter counter)

Equivalent diameter:

Volume diameter (d_v)



حسب اشارة
مرور الجزيئات
بتكون تيار
بنحولها
لحجم

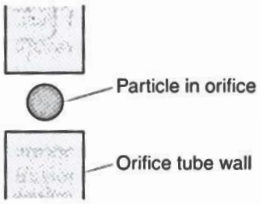


Fig. 10.13 Particle passing through the measuring aperture of an electrical stream sensing zone apparatus.

٣٣

33

Particle size analysis methods

Electric stream sensing zone method (Coulter counter)

Principle of measurement

- Powder samples are dispersed in an electrolyte solution to form a very dilute suspension.
- The particle suspension is drawn through an orifice where electrodes are situated on either side and surrounded by electrolyte solution.
- As the particle travels through the orifice, it displaces its own volume of electrolyte solution.
- The change in electrical resistance between the electrodes is proportional to the volume of the particle (volume of electrolyte displaced)

٣٤

34

بدنا نجيب ال powder نحطه في محلول الelectrolyte يعني و على سبيل المثال مي منذوب فيها ملح يعني محلول احنا بنعرف انه الو التيار الكهربائي فال powder اللي بدي اجيبه ما بدي يكون بيذوب في المي فهاي الطريقة ممكن استخدمها ل powders ما بتذوب في المي او ذابيتها قليلة جدا في المي هاد الان بده ينسحب ويمر من خلال فتحة
هاي الفتحة في عليها محطوط جهاز عند المنطقة اللي فيها محلول ال electrolyte في عنا هون سالب هون موجب لاحظوا انه هادا ال electrode الموجب موجود داخل تيوب زي test tube هادا فيه widow فيها فتحة صغيرة بمر من خلالها المحلول فأي partical بده يمر من خلال هادي الفتحة لازم يعمل تغيير او يعمل مقاومة لانه ما بمرر التيار الكهربائي فبدأ يعمل فرق مقاومة عندي بيتناسب مع حجم ال partical ليش? لانه ما في مجال يتحرك ال electrolyt الا فقط من خلال هذي الفتحة الصغيرة اللي راح تطلع شحنة الكهربائية فبتروح بتتحول الى قيمة وهاي القيمة بدها تروح بالاخيرجهاز كمبيوتر وبعديها بتتحول في النهاية الى حجم الايونات السالبة بتروح باتجاه القطب الموجب والموجبة باتجاه القطب السالب هيك بتم تمرير التيار الكهربائي لو كان عندي ال partical حجمه صغير دخل من هون الحجم هاذ ما راح يعمل هالتأثير الكبير راح تكون كتير بسيطة
هاذ الwindow كله بتبدل ليش بتبدل في الجهاز? لانه الجزيئات اللي بتعامل معها مرات بتكون ناعم مرات بتكون خشنة اذا كانت خشنة لازم هاي الفتحة تكون كبيرة والا حيسكرها الpowder اذا ما اخترت الwindow المناسب ففي احتمالية انه ال particals رح تدخل مع بعض فالجهاز ما راح يميز هاذ الاشي اذا دخلوا مع بعض فحيظهر وكأنهم واحد او اذا كانو مكتلين على بعض و ما تفككوا عن بعض جوا المحلول

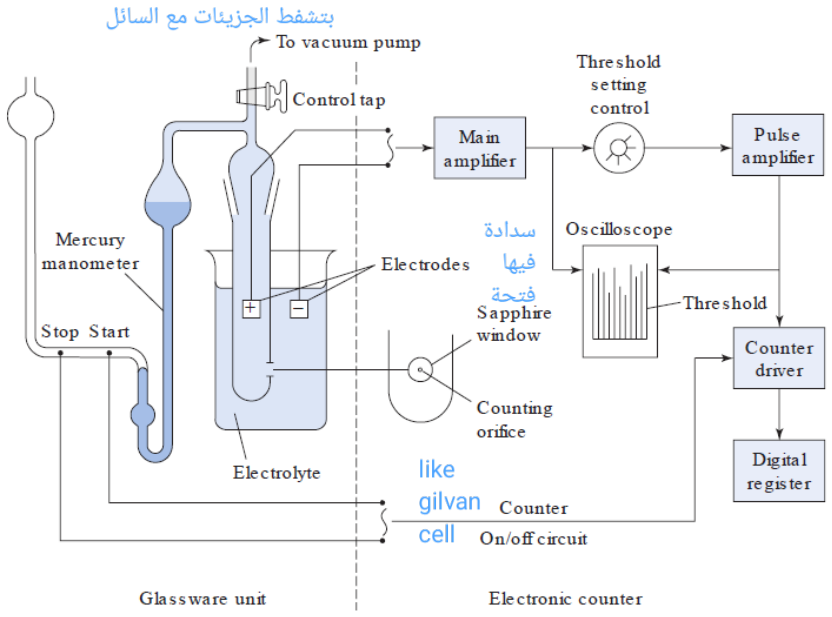


Diagram of electrical sensing zone apparatus ٣٥

35

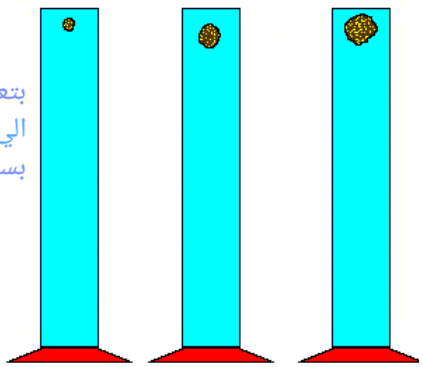
Particle size analysis methods

Sedimentation methods

Range of analysis

- for gravitational ~ 5 - 1000 μm
- for centrifugal ~ 0.5 - 50 μm

Brownian movement بتعتمد على الطرد المركزي بسبب
الي هية الحركة العشوائية للجزيئات الصغيرة
بستخدموا هاي الطريقة لانو الجزيئات بتحتاج قوة جاذبية اكثر



36

Particle size analysis methods

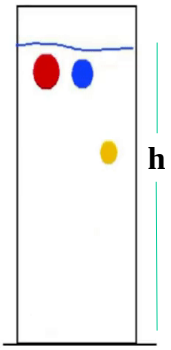
Sedimentation methods

Equivalent diameter: Stokes diameter (d_{st})

- Stokes equation:

$$d_{st} = \sqrt{\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_f) g t}}$$

- **d_{st}** = Stokes diameter,
- **η** = viscosity of fluid,
- **h** = height or sedimentation distance,
- **ρ_s** = density of solid,
- **ρ_f** = density of fluid,
- **g** = the acceleration due to gravity,
- **t** = time



37

Particle size analysis methods

Sedimentation methods

Principles of measurement

- Particle size distribution can be determined by examining the powder as it sediments out.
- The powder is dispersed uniformly or introduced as a thin layer in a fluid. مخلوط مع السائل او طبقة لحال
- Techniques can be divided into two main categories.

٣٨

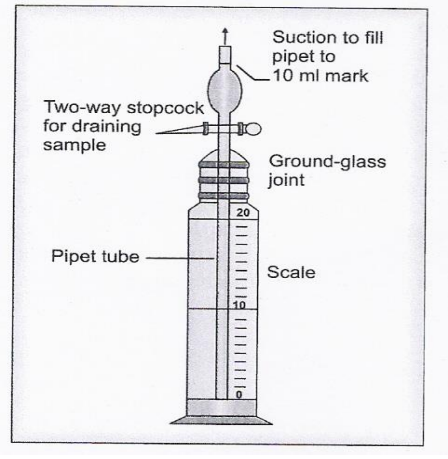
38

Sedimentation methods

Pipette method (Andreasen pipette)

- In this method known volumes of the suspension are withdrawn, at various time intervals, from bottom (lower set limit).
- The amount of solid is determined in each volume.
- The particle diameter corresponding to each time period is calculated from Stokes' law.
- The amount of solid determined for each time interval is the weight fraction having particles of sizes more than the size obtained by the Stokes' law for that time period.

مبدأ العمل ، هي عبارة عن glass ware بسيطة ، بتشبه الـ measuring cylinder بيكون اله غطاية مطاطية ، وداخلها pipette
-بتشبه الـburette بأنه فيها tap - هاي الـ tap بتسمحلي انه اسحب 10ml من الـ suspension و بتفتح بـ 3 اتجاهات " فوق ، تحت ، ع جنب " ، ف المادة اللي بسحبها من تحت باخذها من الجنب وبحللها وبشوف وزن المادة اللي ترسبت خلال فترة زمنية معينة يعني اول شي بسحب المادة من تحت ، بعدين بحرك الـ tap ف بتسكر من تحت وبتفتح من الجنب وبعدين بطلع المادة من الجنب
في عدة طرق احسب فيها وزن الـ particles ، ممكن اذا كان الـ solvent ماء ، بجففه وبعدين بوزن الـ particles



- A suspension of 5 g of ZnO_2, density 5.60 g/cm^3, in 50 ml of water was prepared containing 2.75 g sodium citrate as deflocculating agent was transferred to Andreasen pipette (h = 20 cm) and volume made up to 550 ml using distilled water. The suspension was shaken and allowed to settle under the acceleration of gravity, 981 cm/sec^2, at 25 ◦C. the density of the medium is 1.01 g/cm^3, and its viscosity is 1 centipoise = 0.01 poise or 0.01 g/cm sec.

بنعمل لل size
نسبة وتناسب
مع ال size الي قبلها

طلعناها
لماسحبنا
العينة من ال
pipette

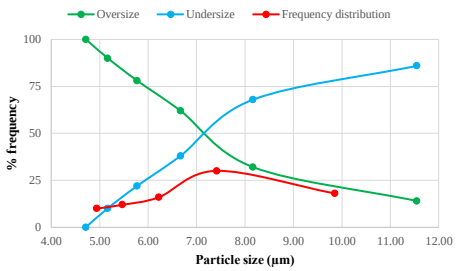
$$d_{st} = \sqrt{\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_f) g t}}$$

Time (sec)	Particle size (µm)	Size range (µm)	Mean of size range (µm)	wt of sample collected (g)	wt (%)	Cumulative undersize (%)	Cumulative Oversize (%)
600	11.54	>11.54		0.7	14	86	14
1200	8.16	8.16-11.54	9.85	0.9	18	68	32
1800	6.66	6.66-8.16	7.41	1.5	30	38	62
2400	5.77	5.77-6.66	6.22	0.8	16	22	78
3000	5.16	5.16-5.77	5.47	0.6	12	10	90
3600	4.71	4.71-5.16	4.94	0.5	10	0	100
				Σ = 5			

41

- A suspension of 5 g of ZnO_2, density 5.60 g/cm^3, in 50 ml of water was prepared containing 2.75 g sodium citrate as deflocculating agent was transferred to Andreasen pipette (h = 20 cm) and volume made up to 550 ml using distilled water. The suspension was shaken and allowed to settle under the acceleration of gravity, 981 cm/sec^2, at 25 ◦C. the density of the medium is 1.01 g/cm^3, and its viscosity is 1 centipoise = 0.01 poise or 0.01 g/cm sec.

Time (sec)	Particle size (µm)	Size range (µm)	Mean of size range (µm)	wt of sample collected (g)	wt (%)	Cumulative undersize (%)	Cumulative Oversize (%)
600	11.54	>11.54		0.7	14	86	14
1200	8.16	8.16-11.54	9.85	0.9	18	68	32
1800	6.66	6.66-8.16	7.41	1.5	30	38	62
2400	5.77	5.77-6.66	6.22	0.8	16	22	78
3000	5.16	5.16-5.77	5.47	0.6	12	10	90
3600	4.71	4.71-5.16	4.94	0.5	10	0	100
				Σ = 5			



٤٢

42

زي الميزان بنحط العينة على الكفة والجهاز بكون جوا suspension بحسب الكمية
الي بتتجمع على كفة الميزان وبكون مشبوك مع كمبيوتر بسجل الوزنه كل وقت
معين وبعطيك القراءة على اكسل و بعدين بحددلوا شو بدي rang

Sedimentation methods

Balance method

The increase in weight of sedimented particles falling onto a balance pan suspended in the fluid is recorded with time. **Gravity**

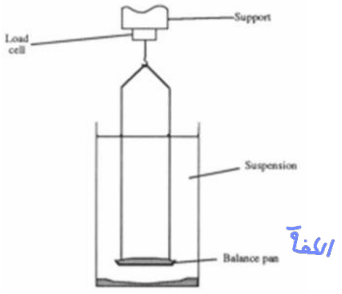
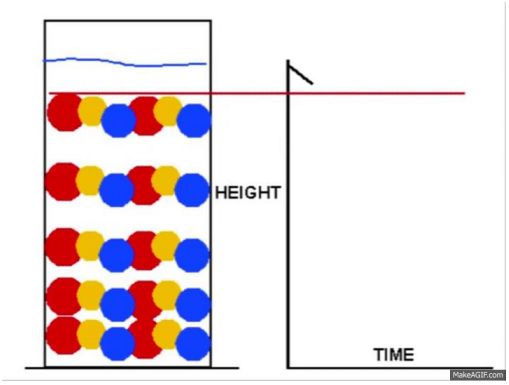


Figure 9.3. Sedimentation balance.



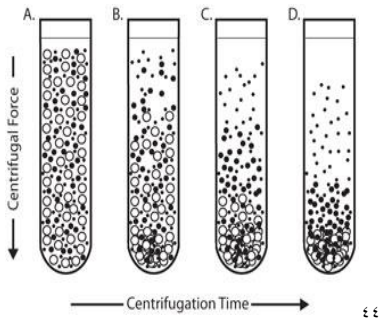
43

Sedimentation methods

تسارع الطرد المركزي اسرع من تسارع الجاذبية
لهيك عندو قدرة يرسب الجزيئات اسرع

Alternative technique

- It is the application of centrifugal sedimentation to make quicker the sedimentation of small particles.



44

بتكون ال particle جوا اشي بشبه مكنسة الكهربا بتضلها بتتحرك جوا ال tube الي بكون زجاجي شفاف وبنسلط laser على العينات
بتعتمد على زاوية انعكاس ال laser عن ال partical

Particle size analysis methods

تشتت

Laser light scattering methods

Equivalent diameters: Area diameter, d_a, volume diameter, d_v.

Principle of measurment: Interaction of laser light with particles

1) Fraunhofer diffraction

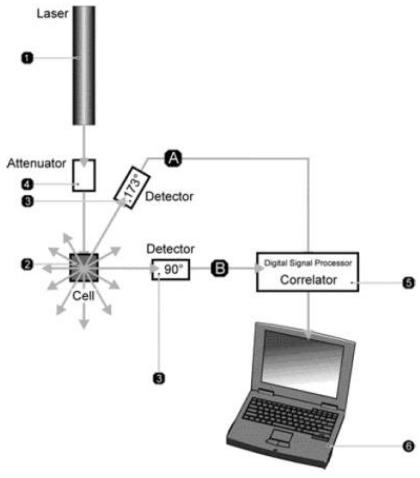
- This is based on forward scatter (small angle change) of laser light by particles, which is detected, amplified and analyzed by microprocessor.
- Range of analysis = 0.5 - 1000 μm
- sample is liquid or air suspended

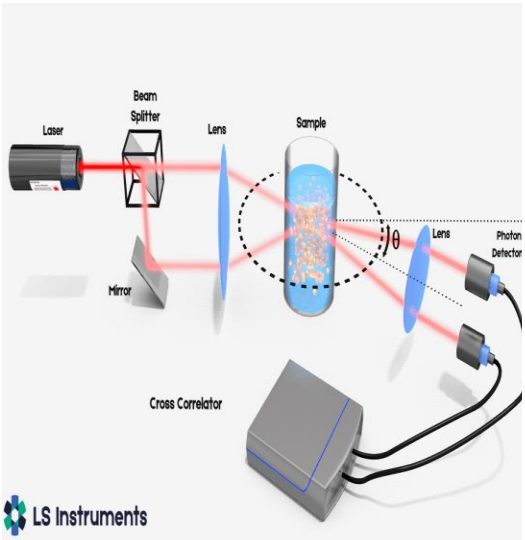
ال partcal مش لازم تكون كتير صغيرة بلاش تكتل على بعض

٤٥

45

Laser light scattering





46

Particle size analysis methods

Laser light scattering methods

بتكون للجزيئات صغيرة الحجم

2) Photon correlation spectroscopy (PCS)

- It is termed also Dynamic light scattering (DLS)
- This is based on the Brownian movement (random motion of small particles or macromolecules caused by the collisions with the smaller molecules of the suspending fluids) .
- Range of analysis ~ 0.001 - 1 μm
- PCS analyses the constantly changing patterns of laser light scattered or diffracted by particles in Brownian movement and monitors the rate

كل ما كان ال diameter اصغر بتأثر بالحركة بشكل اكبر

- Calculation of size is based on Stokes-Einstein equation:

$$D = \frac{1.38\times10^{-12}T}{3\pi\eta d}\, m^2 s^{-1} \qquad d_{st} = \sqrt{\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_f)gt}}$$

بتزيد الطاقة الحركية

- T = absolute temperature, d = diameter, η= viscosity of liquid,
- D = Brownian diffusion.

٤٧

47

Selection of particle size analysis method

Factors to be taken into consideration:

1. Size range of powder
2. Amount of sample

   If sample is very small we can use microscopy but we can not use sieving
3. Speed of analysis حسب الآلة وشكل ال partical
4. Accuracy of results اذا كانت ال particle اقرب للـ sphere بتكون ادق
5. Cost
6. Physical nature of material (like Agglomeration and cohesiveness)

٤٨

48

بتأثر على الـ accuracy للقياس

Influence of particle shape

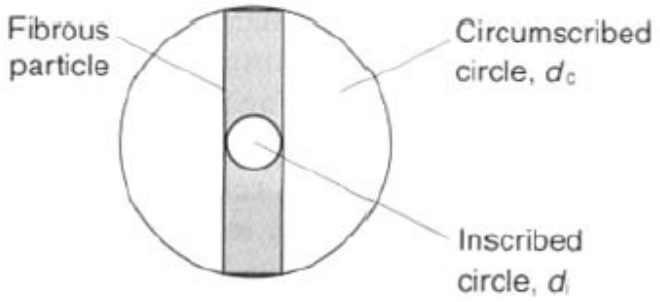


Fig. 10.6 A simple shape factor is shown which can be used to quantify circularity. The ratio of two different diameters (d_i/d_c) is unity for a circle and falls for acicular particles.

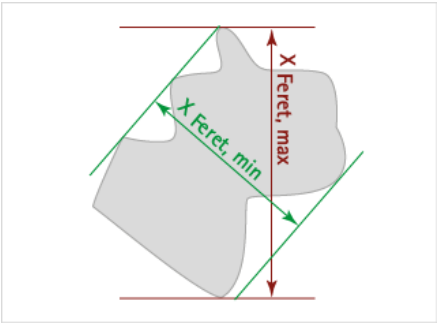
٤٩

هاي القيمة بتعبر عن استطالة الشكل اذا كان الشكل اقرب لل needle بتكون القيمة اقرب للواحد

Particle shape descriptors

Aspect ratio

- The ratio of the minimum to the maximum Feret diameter is another measure for the particle shape.



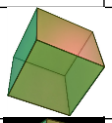
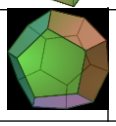
٥٠

يقيس مساحة مساحة لهاد الشكل
وبدي اقيس حجمه
الحجم تبعه بدي افترض انه هو حجم كرة

Particle shape descriptors

Sphericity

- The sphericity S is the ratio of the surface area of a sphere (with the same volume as the given particle) to the surface area of the particle:

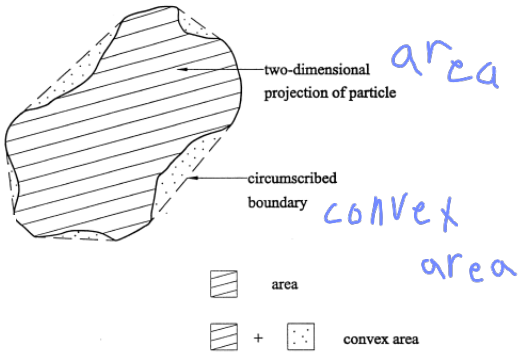
Shape	Spherecity
Tetrahedron	**0.671**
Cube 	**0.806**
Dodeca-hedron 	**0.910**

كل ما بكون الشكل اقرب للكروي
كل ما بكون هذا الرقم اقرب للواحد

ايمتى بتكون اعلى من اكتر شو الفرق؟ هو الفرق الناتج عن وجود حفر او نتوءات
يعني الارتفاع بقابله حفرة فهدا بيعمل عندي مساحة زيادة هاذ مقياس عن شكل الباتيكل مش مقياس انه قريب من الدائرة

Particle shape descriptors

Convexity and fullness ratio



$$\text{convexity ratio} = \frac{\text{area}}{\text{convex area}}$$

$$\text{fullness ratio} = \sqrt{\frac{\text{area}}{\text{convex area}}}$$

٥٢

آخر سلايد بالمحاضرة

بالتوفيق للجميع

لاتنسوا الدعاء لاخواننا في غزة

Artery Academy