في كم فيديو بالتفريغ لحتى يشرحوا الـ method احفروهم كفيد صناح وبسهلو عليكم فهم الـ Method بس الفيديو في موسيقى فرجاءً اكتموا الصوت

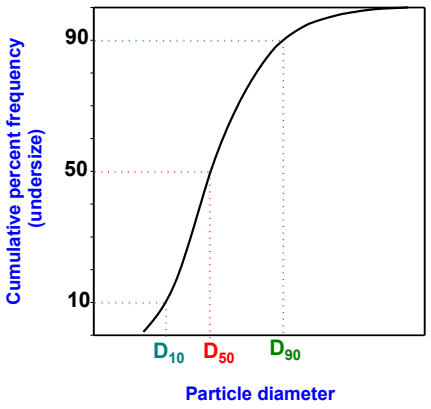
انسخوهم على جوجل ورح انزلهم على التليجرام

لا تنسوا زميلنا ايهم من دعائكم

# Presentation of size distribution

## Evaluation of distribution width

- The size distribution width can be estimated by determining **Span**




$$Span = \frac{D_{90} - D_{10}}{D_{50}}$$

- **Note**: $D_{90}$, $D_{50}$, $D_{10}$ are values corresponding to 90, 50 and 10% in the cumulative undersize curve.

21

# Particle size analysis methods

## Microscope methods

Equivalent diameters

$d_a$, $d_p$, $d_F$ and $d_M$ can be determined

Range of analysis

- Light microscope (1 - 1000 μm)
- Scanning electron microscope ( 0.05 - 1000 μm)
- Transmission electron microscope ( 0.001 - 0.05 μm)

22

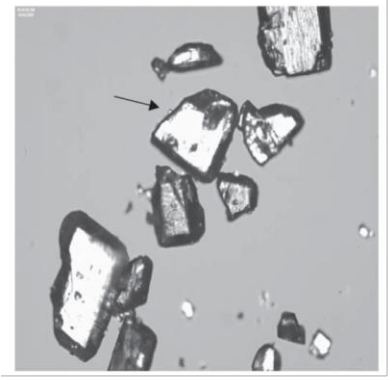


Image by light microscope

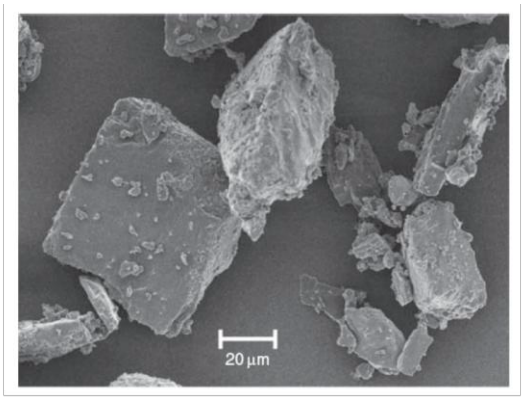



Image by scanning electron microscope(SEM)

23

# Particle size analysis methods

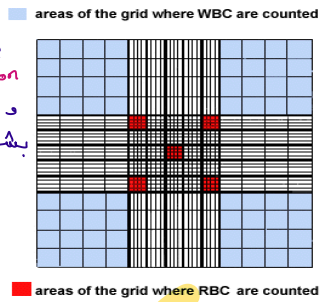
## Microscope methods

Sample preparation

بجيب Particel و عملها Liquid
(Particel ما بدي يركون بنوبال) فيه dispersion
وبعدين بحط نقطه منه على الـ slide وصبك
(Sample preparation عملت) Particel بشوف الـ

Techniques

- manual
- Semiautomatic
  - Particle comparator
  - Image shearing eyepiece (double prism arrangement)
- Automatic
  - A video camera is used to transform the image to a microprocessor where manipulations and calculations are done




كاميرا مركبة على الـ microscope فيها احط
الـ sample رح تعرض الصورة على الـ Computer وهيك بعمل analysis

24

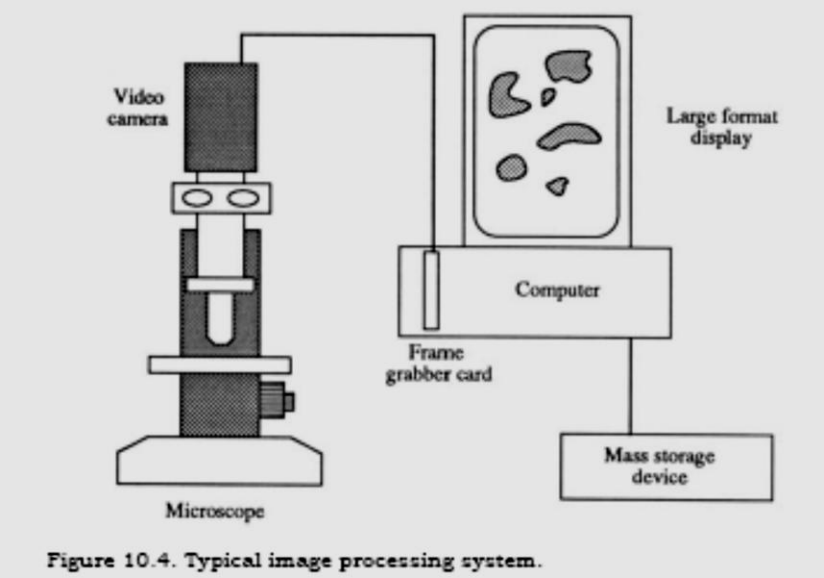
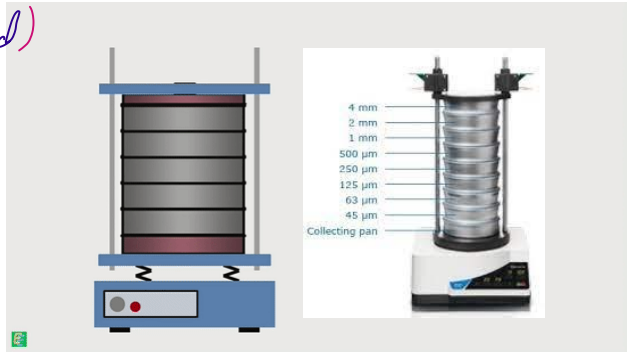


Figure 10.4. Typical image processing system.

25

# Particle size analysis methods

**Sieve methods** (direct method)




Equivalent diameter

Sieve diameter ($d_S$)

Range of analysis

Available range: (5 - 125 000 µm)

ISO range: (45 - 1000 µm)

Sample preparation

Dry sieving: for non cohesive powders

Wet sieving: for suspensions and cohesive powders

26

① لـ الـ Powder يكون مكتمل الـ بعضه

② ومرات يكون بدي اقيس الـ Particel -size لـ Powder موجود suspensions

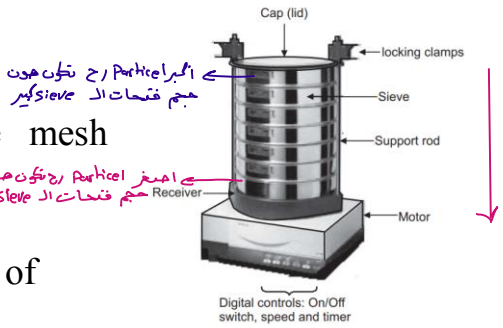
# Particle size analysis methods

## Sieve methods

Techniques

1) Vibrated sieving: مجموعه مناخل

- Uses a sieve stack (usually 6 –8 sieves)
- The Particles are retained on sieve mesh corresponding to the sieve diameter.




2) Air-jet sieving:

- Uses individual sieves starting from that of smallest aperture.
- Vacuum is applied to encourage particles to pass through sieves.

زي مبدأ مكنسة الكهرباء رح تشفط الـ Particel

شو فائدة الـ air-jet والـ vibration؟
إعطاء الـ Particel قوة لتمر بالـ Seive

27

Air-jet sieving:

https://youtu.be/6wmROluoNuo?si=fzWVHaBAiJzfHP5O

Vibrated sieving:

https://youtu.be/FynV8YfaK0o?si=C7rGFoIYCJdEuzZb

28

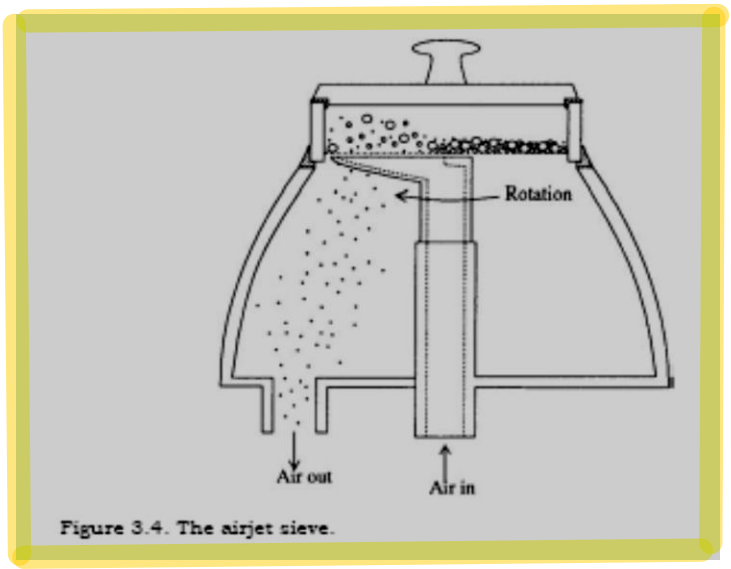


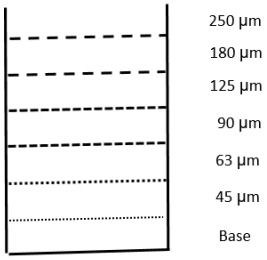

Figure 3.4. The airjet sieve.

29

رح ألحظ بهذا الجدول د Rang بلش من الكبير عشان هيك قيم الـoversize د الـ undersize رح تكون بالعكس بس الرسمة رح تفضل نفسها

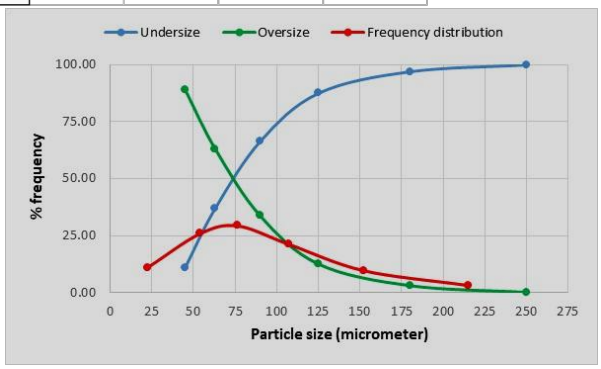
صون الجدول بلش من الـ Rang لـ الـ Particel من الأكبر للأصغر

صون رح يطلع عندي لانه Percent wieght اصلا رح اوزن الـPowder بكل مرة sieve مرة اعد الـParticel




| (1) Sieve size range (µm) | (2) mean of size range | (3) Sieve fractions | | (4) Nominal aperture size (µm) | (5) % Cumulative undersize | (6) % Cumulative oversize |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | wt (g) | wt% | | | |
| >250 | | 0.02 | 0.04 | 250 | 99.96 | 0.04 |
| 180-250 | 215 | 1.32 | 2.96 | 180 | 96.99 | 3.01 |
| 125-180 | 152.5 | 4.23 | 9.50 | 125 | 87.49 | 12.51 |
| 90-125 | 107.5 | 9.44 | 21.19 | 90 | 66.30 | 33.70 |
| 63-90 | 76.5 | 13.1 | 29.41 | 63 | 36.89 | 63.11 |
| 45-63 | 54 | 11.56 | 25.95 | 45 | 10.93 | 89.07 |
| <45 | 22.5 | 4.87 | 10.93 | 0 | 0 | 100 |
| | | Sum=44.54 | | | | |

صون الـ Rang حسب الـ Sieve الـ diameter د




30

# 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 | — |

يعني انه لازم ميت
الأكثر من 40٪ من الـ Particel
يمر بالـ Sieve ويروح لا
اي الـ diameter اقل كمان اختبره
Coarsest

31

# Standards for powders based on sieving

- Some Pharmacopoeia define another size fraction, known as '<u>ultrafine powder</u>'.

5 Mm من اقل حجم Particel من الـ 90٪ لازم يكون
و 10٪ بيت الـ 50Mm

- In this case it is required that the maximum diameter of <u>at least 90%</u> of the particles must be no greater than <u>5 μm</u> and that none of the particles should have diameters greater than <u>50 μm.</u>

32

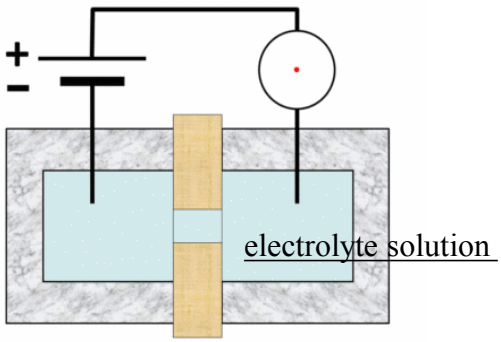
باقي الـ method تعني indirect

# Particle size analysis methods

## Electric stream sensing zone method (Coulter counter)

Equivalent diameter:

Volume diameter ($d_v$)



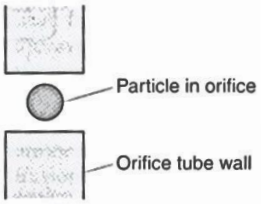




**Fig. 10.13** Particle passing through the measuring aperture of an electrical stream sensing zone apparatus.

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)

34

(Particel ال يذوب ما لازم المحلول) electrolyte فيه محلول ويحطها Powder ال بجيب

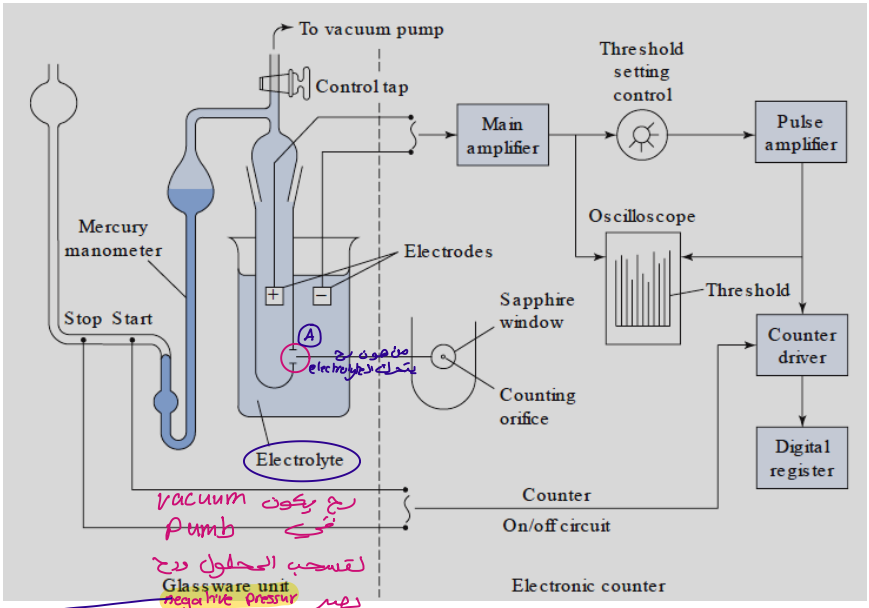



Diagram of electrical sensing zone apparatus

35

Particel يتناسب مع حجم ال
كل Ⓐ اللي رح تمر بالفتحة
signal تم رح تعمل Particel
حسب حجمها

https://youtu.be/rsPQ8G9-GgI?si=UGfc-R7laO3gjufy

**Negative pressure** (الضغط السلبي) يعني أن الضغط في منطقة ما يكون **أقل من الضغط المحيط** بها (مثل ضغط الهواء الخارجي).
ببساطة: الهواء أو السوائل تميل إلى **التحرك نحو المنطقة ذات الضغط الأقل**.

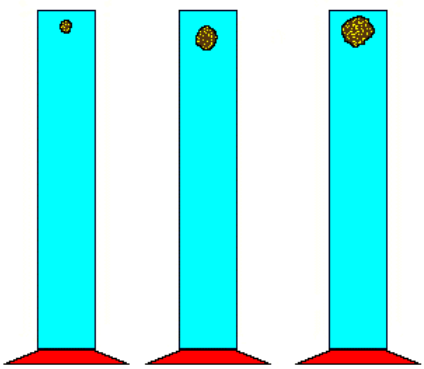
# Particle size analysis methods

## Sedimentation methods

Range of analysis

gravity ال 5Mm تحت ال (توضيح فقط)
ما رح نعمل Sedimentation لهم!

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



36

# Particle size analysis methods

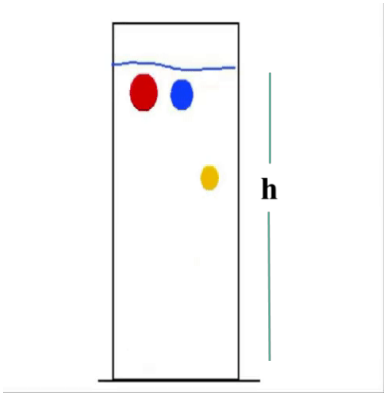
## Sedimentation methods

Equivalent diameter: Stokes diameter ($d_{st}$)

- Stokes equation:

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

- $d_{st}$ = Stokes diameter,
- $\eta$ = viscosity of fluid,
- **h** = height or sedimentation distance,
- $\rho_s$ = density of solid,
- $\rho_f$ = density of fluid,
- **g** = the acceleration due to gravity,
- **t** = time




قطر الخام (Stock diameter) هو **قطر المادة الأصلية** قبل تشغيلها أو تشكيلها.
بمعنى آخر: هو **القطر الابتدائي** لقطعة المعدن أو القضيب قبل أن تُزال منها أجزاء للحصول على الشكل والقياس المطلوب.

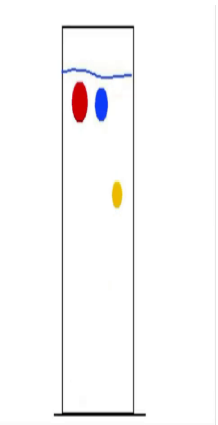
🔹 مثال: إذا أردت صنع عمود قطره النهائي 18 مم، قد تبدأ بمادة خام قطرها 20 مم لتسمح بعملية التشغيل.

# 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.
- Techniques can be divided into two main categories.



**طرق الترسيب (Sedimentation methods):**
تُستخدم هذه الطريقة لقياس **توزيع حجم الجسيمات** في المساحيق، أي لمعرفة هل الجسيمات صغيرة أم كبيرة وما نسبتها.

🔹 **مبدأ القياس:**
تعتمد على أن الجسيمات عندما توضع في **سائل** (مثل الماء)، تبدأ **بالترسيب إلى الأسفل** بفعل الجاذبية.

- **الجسيمات الكبيرة** تترسب بسرعة أكبر.
- **الجسيمات الصغيرة** تترسب ببطء.

من خلال **مراقبة سرعة الترسيب** يمكن حساب **أحجام الجسيمات المختلفة** في العينة.

🔹 **طريقة العمل:**

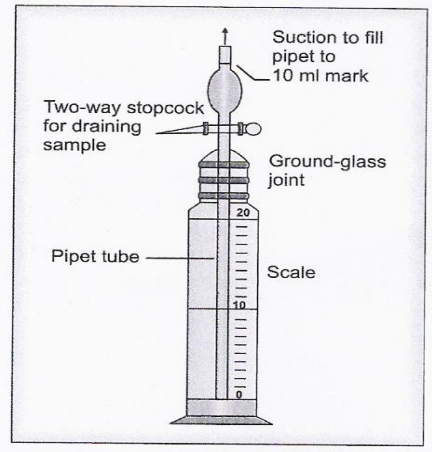
- يُخلط المسحوق جيدًا في السائل حتى تتوزع الجسيمات بشكل **متجانس أو في طبقة رقيقة**.
- بعد ذلك، يُقاس **زمن الترسيب** أو **معدل انخفاض الجسيمات**.

## 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.





https://youtu.be/vmgFjL0GR5A?

يوم الأحد بسأل الدكتورة إذا مطالبين بالحسابات
بس حطيت الحل من الـ Ai بالصفحة الجاية

- 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.

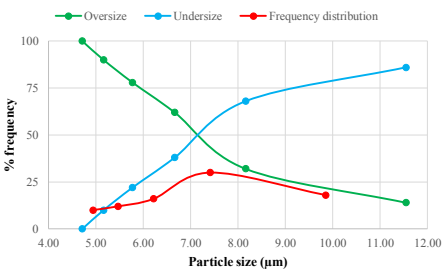
$$d_{st} = \sqrt{\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_f)gt}}$$

| 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 | | | |




42

## 1. فهم المعطيات

- المادة: $ZnO_2$
- كثافة الجسيمات $^3\rho_s = 5.60\ \mathrm{g/cm}$
- كثافة الوسط $^3\rho_f = 1.01\ \mathrm{g/cm}$
- لزوجة الوسط (1 centipoise) $\eta = 0.01\ \mathrm{g/(cms)}$
- ارتفاع عمود السائل في أندرياسن $h = 20\ \mathrm{cm}$
- عجلة الجاذبية $^2g = 981\ \mathrm{cm/s}$
- التركيز: 5 جرام $ZnO_2$ في 550 مل ماء + سترات الصوديوم.

## 2. قانون ستوكس المستخدم

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

حيث:

- $d_{st}$ = قطر الجسيم (بالسنتيمتر)
- $t$ = زمن الترسيب بالثواني
- $h$ = الارتفاع الذي تسقطه الجسيمات (20 سم)

## 3. حساب الثوابت

$$\rho_s - \rho_f = 5.60 - 1.01 = 4.59\ \mathrm{g/cm^3}$$

$$18\eta h = 18 \times 0.01 \times 20 = 3.6$$

$$(\rho_s - \rho_f)g = 4.59 \times 981 = 4502.79$$

$$\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_f)g} = \frac{3.6}{4502.79} \approx 7.997 \times 10^{-4}\ \mathrm{cm^2}$$

إذن:

$$d_{st}(\mathrm{cm}) = \sqrt{\frac{7.997 \times 10^{-4}}{t}}$$

أو:

$$d_{st}(\mu m) = 10^4 \times \sqrt{\frac{7.997 \times 10^{-4}}{t}}$$

$$d_{st}(\mu m) = 10^4 \times \sqrt{\frac{0.0007997}{t}}$$

$$d_{st}(\mu m) \approx \sqrt{\frac{79.97}{t}}$$

## 4. حساب أقطار الجسيمات في الجدول

- $t = 600\ \mathrm{s}$:

$$d = \sqrt{\frac{79.97}{600}} \approx \sqrt{0.13328} \approx 0.3651\ \mathrm{cm} = 36.51\ \mu m$$

لكن في الجدول مكتوب 11.54 µm، وهذا يعني أن الارتفاع $h$ ليس 20 سم لكل العينات، بل ربما تم أخذ العينة من الارتفاع $h = 2\ \mathrm{cm}$ (مثلاً) في الحسابات الفعلية.

لنفحص: إذا كان $h = 2\ \mathrm{cm}$ بدلاً من 20 سم، فإن:

$$18\eta h = 18 \times 0.01 \times 2 = 0.36$$

$$\frac{0.36}{4502.79} \approx 7.997 \times 10^{-5}$$

$$d(\mu m) = 10^4 \times \sqrt{\frac{7.997 \times 10^{-5}}{t}} = \sqrt{\frac{7.997}{t}}$$

لـ $t = 600$:

$$d = \sqrt{\frac{7.997}{600}} \approx \sqrt{0.013328} \approx 0.11544\ \mathrm{cm} = 11.544\ \mu m$$

وهو ما ينطبق مع الجدول.

إذن الارتفاع $h$ المستخدم في الحساب هو 2 سم، وليس 20 سم (ربما لأن فتحة سحب العينة ليست في القاع بل على ارتفاع 2 سم من القاع).

## 5. حساب توزيع الحجم التراكمي

- الوزن الكلي: 5 جرام
- في كل وقت $t$ يتم سحب عينة من الارتفاع $h$، والجسيمات التي قطرها أكبر من $_{st}d$ قد اختفت من ذلك المستوى، لذا العينة تحتوي على الجسيمات الأصغر من $_{st}d$.
  لكن في طريقة أندرياسن، تؤخذ العينة من الأسفل (على ما أعتقد) وبالتالي الجسيمات التي تستقر أسرع تكون في الأسفل أولاً.

في الجدول:
عند $t = 600$: حجم الجسيمات التي لم تصل بعد = أصغر من 11.54 µm، لكن العينة المسحوبة وزنها 0.7 جرام من أصل 5 جرام، أي 14% من الوزن هي جسيمات أكبر من 11.54 µm (لأنها استقرت بسرعة أكبر من 600 ثانية).
لذلك العمود الأخير Cumulative Oversize = تراكمي أكبر من الحجم = مجموع النسب المئوية للوزن للعينات السابقة (الأكبر حجمًا).

## 6. تفسير الأعمدة

- **Time**: زمن أخذ العينة.
- **Particle size (µm)**: $d_{st}$ المحسوب باستخدام $t$ و $h = 2\ \mathrm{cm}$.
- **Size range**: المدين بين $d(t_i)$ و $d(t_{i-1})$.
- **Mean of size range**: متوسط المدى (لرسم histogram).
- **wt of sample collected (g)**: وزن العينة المسحوبة في ذلك الوقت.
- **wt %**: النسبة المئوية للوزن في ذلك المدى الحجمي.
- **Cumulative undersize %**: تراكمي أصغر من الحجم = 100 - تراكمي أكبر من الحجم.
- **Cumulative Oversize %**: تراكمي أكبر من الحجم.


## 5. حساب توزيع الحجم التراكمي

- الوزن الكلي: 5 جرام
- في كل وقت $t$ يتم سحب عينة من الارتفاع $h$، والجسيمات التي قطرها أكبر من $_{st}d$ قد اختفت من ذلك المستوى، لذا العينة تحتوي على الجسيمات الأصغر من $_{st}d$.
  لكن في طريقة أندرياسن، تؤخذ العينة من الأسفل (على ما أعتقد) وبالتالي الجسيمات التي تستقر أسرع تكون في الأسفل أولاً.

في الجدول:
عند $t = 600$: حجم الجسيمات التي لم تصل بعد = أصغر من 11.54 µm، لكن العينة المسحوبة وزنها 0.7 جرام من أصل 5 جرام، أي 14% من الوزن هي جسيمات أكبر من 11.54 µm (لأنها استقرت بسرعة أكبر من 600 ثانية).
لذلك العمود الأخير Cumulative Oversize = تراكمي أكبر من الحجم = مجموع النسب المئوية للوزن للعينات السابقة (الأكبر حجمًا).

## 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**

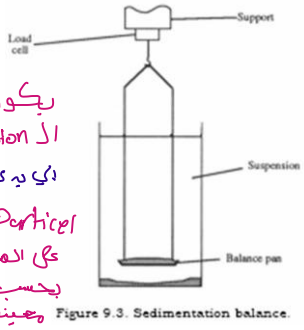
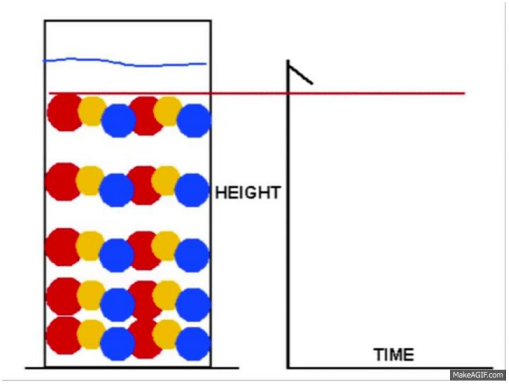



Figure 9.3. Sedimentation balance.

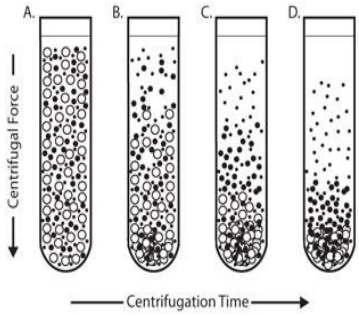



43

## Sedimentation methods

### Alternative technique

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




44

# Particle size analysis methods

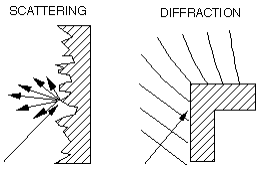
## Laser light scattering methods

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

Principle of measurement: Interaction of laser light with particles

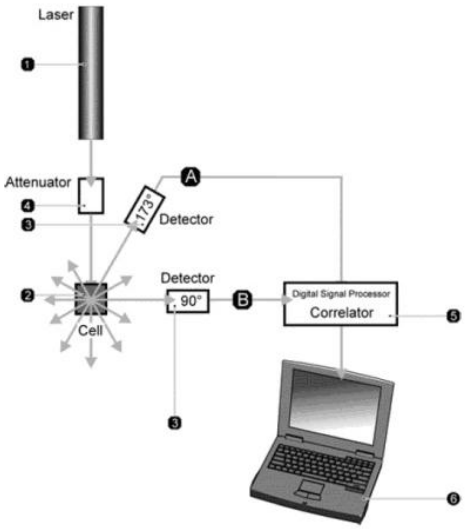
## 1) Fraunhofer diffraction

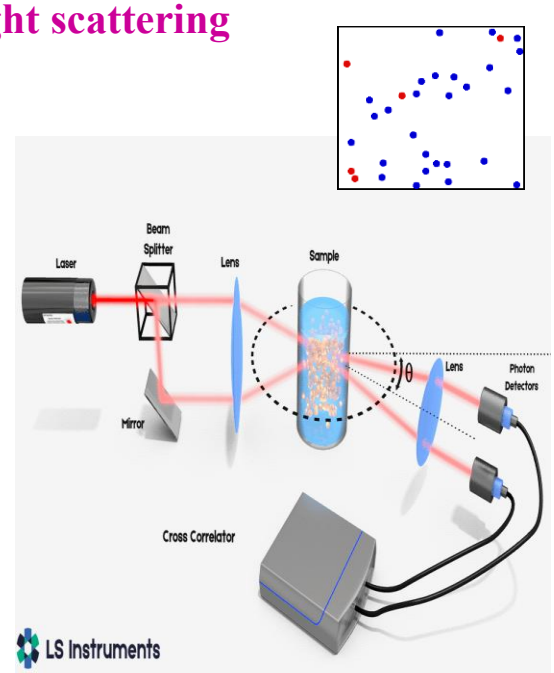
- This is based on forward scatter (small angle change) of laser light by particles, which is detected, amplified and analyzed by microprocessor.
- Range of analysis = 0.5 - 1000 nm
- Sample is liquid orair-suspendedd




45

## Laser light scattering




46

# Particle size analysis methods

## Laser light scattering methods

### 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 (Nano Particel)
- PCS analyses the constantly changing patterns of laser light scattered or diffracted by particles in Brownian movement and monitors the rate
- Calculation of size is based on Stokes-Einstein equation:

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

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

47

T inc → D inc
d inc → D dec
η inc → D dec

# 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
4. Accuracy of results
5. Cost
6. Physical nature of material (like Agglomeration and cohesiveness)

48

# Influence of particle shape

**Circularity = di/dc**

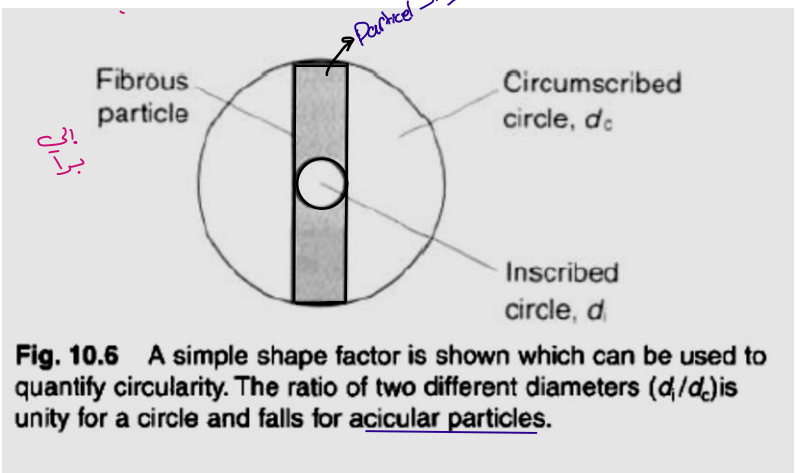
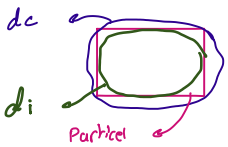



**Fig. 10.6** A simple shape factor is shown which can be used to quantify circularity. The ratio of two different diameters ($d_i/d_c$) is unity for a circle and falls for acicular particles.

Particel الshap كلما كان ال di/dc الneedle اقرب لشكل اد
ح تكون أقرب لل zero

Particel الshap اما اذا كان ال di/dc اقرب لشكل الدائرة ال
ح تكون أقرب لل 1
لـ زي هيك

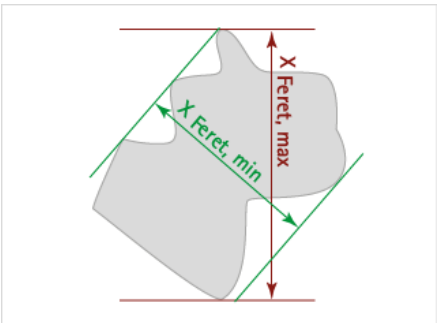





# Particle shape descriptors

## Aspect ratio

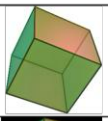
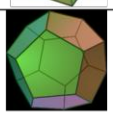
- The ratio of the minimum to the maximum Feret diameter is another measure for the particle shape.
- = $df_{min}/df_{max}$



# 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** |

الكرَويّة (Sphericity) هي نسبة مساحة سطح كرة تملك نفس حجم الجسيم إلى مساحة سطح الجسيم نفسه، وتُستخدم لقياس مدى انتظام شكل الجسيم.
قيمة الكروية تكون 1 للجسيم الكروي تمامًا، وتقل عن 1 كلما ابتعد الشكل عن الكرة.

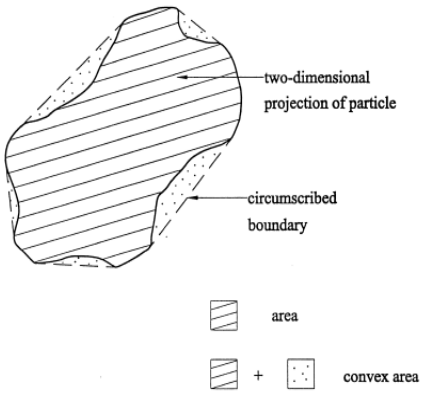
1

# Particle shape descriptors

## Convexity and fullness ratio

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

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




**Example:**
**Convexity ratio =4/2=2**

**fullness ratio= √4/2=1.414**

52