

Procédure de contrôles des granulés.

Les granulés ou grains sont des poudres agglomérées pouvant être utilisées tels quels ou sous forme de comprimés après compression.

1 : Détermination de la vitesse d'écoulement :**1-1 : Protocole.**

- Dans un bécher en verre peser 100 g (+/- 0,5 g près) de granulé.
- Mesurer le temps d'écoulement de la totalité de l'échantillon selon **AQ Pr Ma 41**.
- Effectuer trois déterminations successives avec la plus petite canule.
- Compléter la fiche de résultats en mettant chacune des valeurs obtenues en seconde et en g/s

1-2 : Interprétation des résultats.

- Calculer le temps moyen T_m des 3 déterminations.
- Compléter la fiche de résultats.

Le résultat peut être exprimé par :

- La moyenne T_m des trois déterminations à condition que les trois déterminations soient comprises entre les limites de contrôle : limite de contrôle supérieure **LCS** = moyenne + 10%, et limite de contrôle inférieure **LCI** = moyenne - 10%.
- Les deux valeurs extrêmes, si les valeurs individuelles ne sont pas comprises entre les limites de contrôle.
- Un temps infini si la totalité de l'échantillon ne s'écoule pas.

1-3 : Conformité :

Le granulé est conforme si la valeur de la vitesse d'écoulement est inférieure à 10 g/s/
Conclure sur la conformité de la vitesse d'écoulement dans le tableau de contrôle de produit fini.

Si la valeur déterminée est supérieure à 10 g/s, ajouter 1% de lubrifiant (talc, stéarate de magnésium ou silice) au granulé. Mélanger au Turbula pendant 10 minutes et refaire une mesure.

2- Détermination de la masse volumique et de la densité.**2-1 : Protocole :**

- Peser une éprouvette propre et sèche.
- Mesurer sans tasser 100 mL de granulé.
- Peser l'éprouvette pleine.
- Déterminer la masse de 100 mL de granulé M_{100mL} .
- Compléter la fiche de résultats.

2-2 : Interprétation des résultats et conformité.

- Calculer la masse volumique du granulé ρ_0 en g/L.
- Calculer la densité du granulé d_0 .

La densité doit être inférieure à 0,8 pour que le granulé soit conforme.

Conclure sur la conformité de la masse volumique dans le tableau de contrôle de produit fini.

3- Détermination du volume apparent.**3-1 : Protocole :**

- Préparer le volumètre de tassement selon **AQ Pr Ma 32**.
- Dans l'éprouvette du volumètre, introduire 100 mL de granulé, c'est le volume apparent du granulé avant tassement : $V_0 = 100$ mL, de granulé.
- Procéder aux cycles de tassement. **Relever** les volumes V_{10} , V_{500} et V_{1250} , c'est-à-dire après 10, 500 et 1250 secousses.
- Compléter la fiche de résultats.

3-2 : Interprétation des résultats.

- Calculer l'aptitude au tassement : $V_{10} - V_{500}$.
- Calculer la masse volumique apparente après tassement ϕ_{1250} en g/L.
- Calculer la densité du granulé après tassement d_{1250} .
- Calculer l'indice de Carr. $IC = (d_{1250} - d_0) \times 100 / d_{1250}$.
- Calculer l'indice d'Hausner. $IA = d_{1250} / d_0$.

3-3 : Conformité :

Pour être conforme le granulé doit avoir une aptitude au tassement supérieure à 20 mL.
Conclure sur la conformité de l'aptitude au tassement dans le tableau de contrôle de produit fini.

Pour être conforme le granulé doit avoir un indice de Carr IC, inférieur à 16.

Valeur de l'indice de Carr	Qualité du granulé	Utilisation du granulé
12 à 16,0	Bonne	Compression
16,1 à 21,0	Moyenne	Ajouter 1% de lubrifiant
21,1 à 28,0	Passable	Formulation du granulé à revoir
28,1 à 35,0	Faible	Formulation du granulé à revoir
35,1 à 40,0	Très faible	Formulation du granulé à revoir
Supérieure à 40,0	Très très faible	Formulation du granulé à revoir

Conclure sur la conformité de l'indice de Carr dans le tableau de contrôle de produit fini.

L'indice d'Hausner IA :

- S'il est inférieur à 1,25 l'écoulement est qualifié de bon, le granulé est conforme.
- S'il est supérieur à 1,50, l'écoulement est qualifié de faible. Le granulé s'il doit être comprimé nécessitera l'ajout d'un lubrifiant à raison de 1% de la masse totale de granulé à transformer.

Conclure sur la conformité de l'indice d'Hausner dans le tableau de contrôle de produit fini.

4- Contrôle granulométrique.**4-1 : Protocole :**

- Préparer les tamis suivants
 - Diamètre 2,500 mm,
 - Diamètre 1,250 mm,
 - Diamètre 0,800 mm,
 - Diamètre 0,500 mm,
 - Diamètre 0,250 mm.
- Sortir le fond récepteur.
- Vérifier les tamis, ils doivent être propres et secs.

- Peser chaque tamis et le fond récepteur sur une balance au 0,1 g près (au moins).

Compléter la fiche de contrôle.

- Peser 100,0 g de granulé à analyser.
- Procéder au tamisage selon la procédure **AQ Pr Ma 05**.
- Peser chaque tamis et le fond récepteur sur une balance au 0,1 g près (au moins).

Compléter la fiche de contrôle.

- Récupérer les fragments de granulé.
- Nettoyer à sec (sans mouiller les tamis) tout le matériel.

4-2 : Résultats et interprétation.

- Compléter les tableaux de masses.
- Compléter le tableau de répartition et conclure sur l'homogénéité du granulé.

Le granulé est conforme s'il est homogène.

Conclure sur la conformité de la granulométrie du granulé dans le tableau de contrôle de produit fini.

5- Contrôle du taux d'humidité résiduelle :

- Mesurer le taux d'humidité selon **AQ Pr Ma 23** sur 2 g de granulé.
- Compléter la fiche de résultats.

Le granulé est conforme si l'humidité résiduelle est inférieure à 5%. Dans le cas contraire, procéder un séchage (30 minutes à 70°C), puis à une nouvelle mesure après refroidissement. Conclure sur la conformité de l'humidité résiduelle dans le tableau de contrôle de produit fini.

Fiche de contrôle AQ Pr PF 15 : Contrôle sur les granulés.

Opérateur de fabrication :

Numéro de lot de la fabrication :

Date :

1- Vitesse découlement :

T1 en seconde	T2 en seconde	T3 en seconde
.....
Temps moyen= $T_m = (T1 + T2 + T3)/3$		$T_m =$ secondes
Limite de contrôle supérieur = LCS = $T_m \times 1,1$		LCS = secondes
Limite de contrôle inférieure = LCI = $T_m \times 0,9$		LCI = secondes
Conclusion Temps moyen d'écoulement :	

2- Masse volumique et densité.

Masse de 100 mL de granulé =	$M_{100\text{mL}} =$ g
Masse volumique du granulé = $\varphi_0 = M_{100\text{mL}} / 0,1$	$\varphi_0 =$ g/L
Densité du granulé = $d_0 = \varphi_0 / 1000$	$d_0 =$
Conclusion conformité $d_0 < 0,8$

3- Volume apparent :

V_0 en mL	V_{10} en mL	V_{500} en mL	V_{1250} mL
100,0 mL
Aptitude au tassement = $V_{10} - V_{500} =$		 mL
Masse volumique apparente après tassement = $\varphi_{1250} = M_{100\text{mL}} / (V_{1250}/1000)$			$\varphi_{1250} =$ g/L
Densité du granulé après tassement = $d_{1250} = \varphi_{1250} / 1000$			$d_{1250} =$
Indice de Carr. IC = $(d_{1250} - d_0) \times 100 / d_{1250}$.			IC =
Conclusion conformité IC < 16,0		
Calculer l'indice d'Hausner. IA = d_{1250} / d_0			IA =
Conclusion sur la conformité de l'écoulement :		
- si IA < 1,25 = bon écoulement. - si IA > 1,5 = écoulement faible		

4- Contrôle granulométrique :**4-1 : Tableau de pesées :**

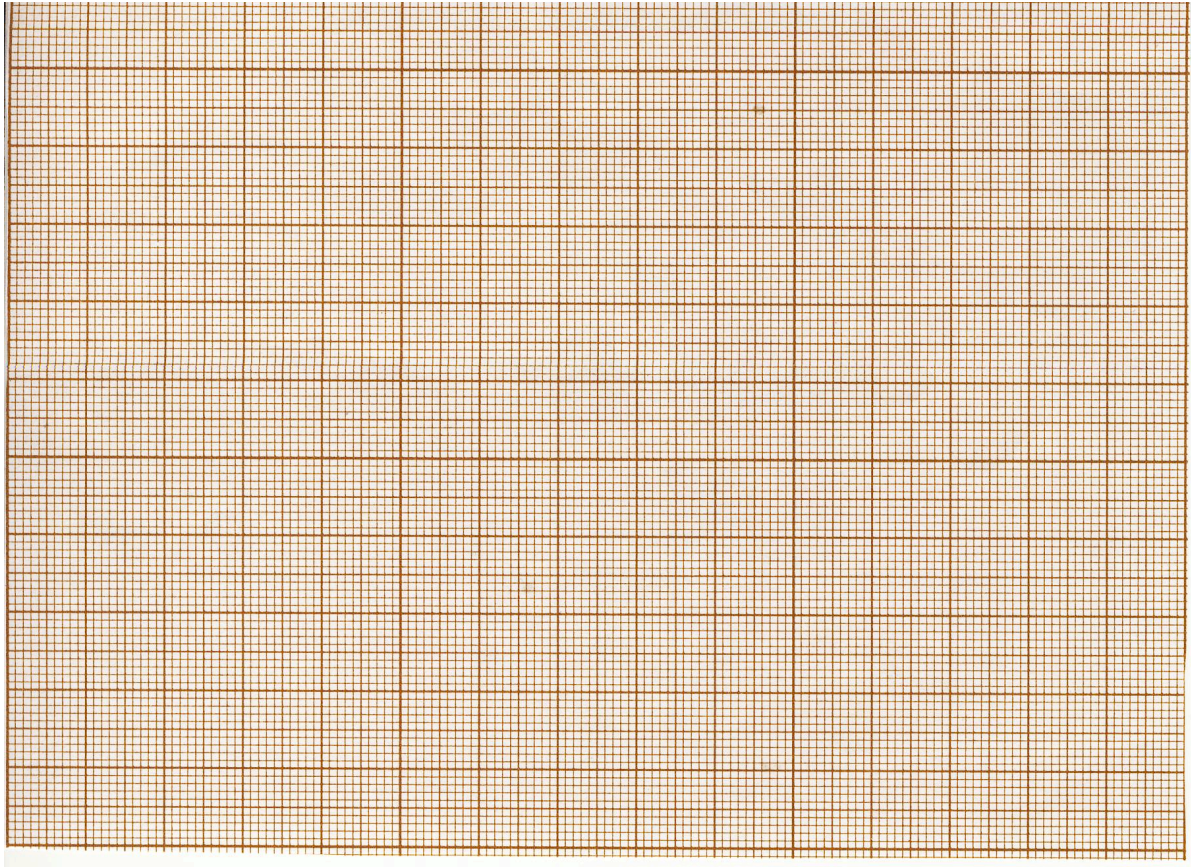
Tamis	Masse avant tamisage = M_{av}	Masse après Tamisage = M_{ap}
Diamètre 2,500 mm.		
Diamètre 1,250 mm.		
Diamètre 0,800 mm.		
Diamètre 0,500 mm.		
Diamètre 0,250 mm.		
Fond récepteur.		

4-2 : Tableau de répartition du granulé :Masse de granulé initialement pesée $M = 100,0$ g

Tamis	Masse retenue = m $m = M_{ap} - M_{av}$	Pourcentage de poudre retenue = P $P = (m \times 100) / M$	Pourcentage cumulé = PC (Pourcentage de poudre ayant traversé ce tamis)
Diamètre 2,500 mm	$P_1 =$	$PC_1 = 100 - P_1$ $PC_1 =$
Diamètre 1,250 mm.	$P_2 =$	$PC_2 = 100 - (P_1 + P_2)$ $PC_2 =$
Diamètre 0,800 mm.	$P_3 =$	$PC_3 = 100 - (P_1 + P_2 + P_3)$ $PC_3 =$
Diamètre 0,500 mm.	$P_4 =$	$PC_4 = 100 - (P_1 + P_2 + P_3 + P_4)$ $PC_4 =$
Diamètre 0,250 mm.	$P_5 =$	$PC_5 = 100 - (P_1 + P_2 + P_3 + P_4 + P_5)$ $PC_5 =$
Fond récepteur.	$P_6 =$	$PC_6 = 100 - (P_1 + P_2 + P_3 + P_4 + P_5 + P_6)$ $PC_6 = 0\%$

4-3 : Diagramme de répartition :

On trace un histogramme Pourcentage de poudre retenue en fonction du diamètre des mailles du tamis.



Un granulé est considéré comme homogène si un tamis retient au moins 70% du granulé (pourcentage non cumulé).

Conclusion sur l'homogénéité du granulé

Granulé homogène **OUI** ou **NON**.

Si **oui** :

- Diamètre du tamis ayant retenu au moins 70% du granulé :
- Pourcentage de granulé retenu sur ce tamis :

5- Taux d'humidité résiduelle :

Masse de granulé testée :

Valeur obtenue en pourcentages. H =