

**Procédure de contrôles des comprimés fabriqués à l'atelier.**

Les comprimés représentent une forme galénique administrée par voie orale.

**1 : Contrôles visuels :**

- Prélever au hasard 10 comprimés.
- Décrire la couleur, l'aspect, la forme, la présence éventuelle d'un enrobage et d'une ligne de sécabilité.
- Compléter la fiche de résultats.

**2- Contrôle de la dureté des comprimés.**

**2-1 : Protocole :**

- Prélever au hasard 10 comprimés.
- Effectuer une mesure de dureté sur les 10 comprimés avec le duromètre (**AQ Pr Ma 34**), en prenant bien soin d'éliminer tous débris de comprimés avant chaque détermination. (Bac de récupération).
- Compléter la fiche de résultats.
- Récupérer tous les débris de comprimés du bac et les remettre dans la boîte de poudre auto-compressive.

**2-2 : Résultats et interprétation.**

- Calculer la dureté moyenne constatée **Dmc**. Compléter la fiche de résultats.
- Identifier la dureté maximale obtenue (**Dmax**) et la dureté minimale obtenue (**Dmin**). Compléter la fiche de résultats.
- Calculer la limite de contrôle supérieur : **LCS** = Dmc x 1,1. Compléter la fiche de résultats.
- Calculer la limite de contrôle inférieure : **LCI** = Dmc x 0,9. Compléter la fiche de résultats.

Les comprimés sont conformes si :

- La valeur moyenne de la dureté Dmc est comprise :

| Type de produit testé | Limites de dureté en Newton |
|-----------------------|-----------------------------|
| Comprimés             | 40 à 100                    |

- Aucune des valeurs obtenues n'est :
  - Supérieure à la LCS calculée.
  - Inférieure à la LCI calculée.

Conclure sur la conformité de la dureté et compléter la fiche de contrôle de produit fini.

**3- Contrôle de friabilité.**

**3-1 : Protocole :**

- Prélever 10 comprimés au hasard.
- Dépoussiérer les comprimés à l'aide d'un pinceau (ou d'un essuie-tout) et noter leur aspect. Compléter la fiche de résultats.
- Dans une capsule de pesée, peser la masse de l'ensemble des 10 comprimés, à 0,001 g près. Noter **Mi**. Compléter la fiche de résultats.

- Placer les comprimés dans l'appareil à fiabilité (**AQ Pr Ma 33**).
- Faire subir 100 rotations au cylindre. Vérifier que les comprimés subissent des chutes régulières.
- Sortir les comprimés, les dépoussiérer et noter leur aspect. Compléter la fiche de résultats.
- Dans une capsule de pesée, peser la masse de l'ensemble des 10 comprimés, à 0,001g près. Noter **Mf**. Compléter la fiche de résultats.
- Récupérer les poussières de comprimés de la roue et les remettre dans la boîte de poudre auto-compressive.

### 3-2 : Résultats.

- Calculer la perte de masse en gramme **Pg** =  $M_i - M_f$ .
- Calculer le taux d'effritement. **P%** =  $(P_g \times 100) / M_i$

Les comprimés sont conformes si le taux d'effritement P% est inférieur à 3%.

Conclure sur la conformité de fiabilité et compléter la fiche de contrôle de produit fini.

### 4- Uniformité de masse.

#### 4-1 : Protocole :

- Prélever au hasard 10 comprimés.
- Peser chaque comprimé sur une balance de précision à **0,0001** g près.
- Compléter la fiche de résultats.

#### 4-2 : Interprétation des résultats.

- Calculer la masse moyenne constatée des 10 comprimés = **Mmc**.
- Dans le tableau ci-dessous à partir de la Mmc, choisir l'écart limite autorisé **ELA** en pourcentage, les limites de contrôles supérieure et inférieure (**LCS** et **LCI**) et les limites de surveillance supérieure et inférieure (**LSS** et **LSI**)

| Masse moyenne constatée Mmc            | Ecart Limites Autorisés (ELA) | LCS                | LCI                | LSS               | LSI               |
|--|-------------------------------|--------------------|--------------------|-------------------|-------------------|
| $Mmc \leq 80 \text{ mg}$               | 10 %                          | $Mmc \times 1,1$   | $Mmc \times 0,9$   | $Mmc \times 1,2$  | $Mmc \times 0,8$  |
| $80 \text{ mg} < Mmc < 250 \text{ mg}$ | 7,5 %                         | $Mmc \times 1,075$ | $Mmc \times 0,925$ | $Mmc \times 1,15$ | $Mmc \times 0,85$ |
| $Mmc \geq 250 \text{ mg}$              | 5 %                           | $Mmc \times 1,05$  | $Mmc \times 0,95$  | $Mmc \times 1,1$  | $Mmc \times 0,9$  |

- Compléter le tableau de répartition sur la fiche de résultats.

Les comprimés sont conformes si :

- Les masses de 2 comprimés au maximum sont comprises entre les limites de contrôles (LC) et les limites de surveillance (LS).
- Aucun comprimé n'a une masse hors des limites de surveillance.

Conclure sur la conformité de l'uniformité de masse et compléter la fiche de contrôle de produit fini.

## 5- Uniformité des dimensions des comprimés.

### 5-1 : Protocole :

- Prélever au hasard 10 comprimés.
- Pour chaque comprimé **rond**, mesurer l'épaisseur et le diamètre à l'aide d'un pied à coulisse ou d'un « Palmer » (**AQ Pr Ma 38**).
- Pour chaque comprimé autre que rond (ovale, ou triangulaire), mesurer l'épaisseur, la grande longueur et la petite longueur (largeur), à l'aide d'un pied à coulisse ou d'un « Palmer » (**AQ Pr Ma 38**).
- Compléter la fiche de résultats.

### 5-2 : Interprétation des résultats.

- Pour chaque grandeur (épaisseur et diamètre ou grande longueur et petite longueur), calculer les valeurs moyennes constatées **V<sub>mc</sub>**. Compléter la fiche de résultats.
- Pour chaque grandeur, identifier la valeur maximale obtenue (**V<sub>max</sub>**) et la valeur minimale obtenue (**V<sub>min</sub>**). Compléter la fiche de résultats.
- Pour chaque grandeur calculer la limite de contrôle supérieur : **LCS** =  $V_{mc} \times 1,1$ . Compléter la fiche de résultats.
- Pour chaque grandeur calculer la limite de contrôle inférieure : **LCI** =  $V_{mc} \times 0,9$ . Compléter la fiche de résultats.

Les comprimés sont conformes si aucune des valeurs obtenues n'est :

- Supérieure à la LCS calculée.
- Inférieure à la LCI calculée.

Conclure sur la conformité de l'uniformité de dimension et compléter la fiche de contrôle de produit fini.

**Fiche de contrôle AQ Pr PF 16 Bis : Contrôle des comprimés fabriqués à l'atelier.**

|                                     |  |                 |
|-------------------------------------|--|-----------------|
| Opérateur de fabrication :<br>..... | Numéro de lot de la fabrication :<br>..... | Date :<br>..... |
|-------------------------------------|--|-----------------|

**1- Contrôles visuels :**

|   |  |
|---|--|
| Couleur :<br>.....<br>.....   | Aspect : brillant, mat.<br>.....<br>.....  |
| Forme : rond, ovale<br>triangulaire, rectangulaire.<br>.....<br>..... | Epaisseur : plat, concave<br>( ou convexe () .<br> |
| Enrobage : oui ou non<br>enrobé, non-enrobé.<br>.....<br>.....        | Ligne de sécabilité : oui<br>ou non.               |

**2- Contrôle de la dureté :**

| Comprimés                        | 1                             | 2 | 3                         | 4           | 5 | 6                             | 7 | 8                         | 9 | 10            |
|----------------------------------|-------------------------------|---|---------------------------|-------------|---|-------------------------------|---|---------------------------|---|---------------|
| Dureté en Newton                 |                               |   |                           |             |   |                               |   |                           |   |               |
| Dureté moyenne constatée         | Dmc = .....                   |   | Dureté maximale constatée |             |   | D max = .....                 |   | Dureté minimale constatée |   | D min = ..... |
|                                  | Limite de contrôle supérieure |   |                           | LCS = ..... |   | Limite de contrôle inférieure |   | LCI = .....               |   |               |
| <b>Conclusion : conformité ?</b> |                               |   |                           |             |   |                               |   |                           |   |               |

**3- Contrôle de la friabilité :**

|  |            |
|--|------------|
| Aspect des comprimés avant le test : rond, ovale, brillant, mat, bords nets ou arasés .... | .....      |
| Masse de 10 comprimés avant le test : Mi   | Mi = ..... |
| Aspect des comprimés après le test : rond, ovale, brillant, mat, bords nets ou arasés....  | .....      |
| Masse de 10 comprimés après le test : Mf   | Mf = ..... |
| Perte de masse en gramme : Pg = Mi - Mf  | Pg = ..... |
| Taux d'effritement :<br>P% = (Pg x 100) / Mi   | P% = ..... |

**4- Uniformité de masse.**

| Critère :                         | Calculs :   | Résultats : |
|-----------------------------------|---|-------------|
| Masse moyenne constatée           | $Mmc = (m_1 + m_2 + m_3 + \dots + m_{10}) / 10 =$<br>.....<br>..... | Mmc = ..... |
| Ecart limite autorisé             | D'après le tableau de choix   | ELA = ..... |
| Limite de contrôle supérieure     | LCS = .....   | LCS = ..... |
| Limite de contrôle inférieure     | LCI = .....   | LCI = ..... |
| Limite de surveillance supérieure | LSS = .....   | LSS = ..... |
| Limite de surveillance inférieure | LSI = .....   | LSI = ..... |

**Tableau de répartition des masses en fonction des limites.**

| Masses des 10 comprimés | $m_1 =$ | $m_2 =$ | $m_3 =$ | $m_4 =$ | $m_5 =$ | $m_6 =$ | $m_7 =$ | $m_8 =$ | $m_9 =$ | $m_{10} =$ |
|-------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|------------|
| LSS =<br>.....          |         |         |         |         |         |         |         |         |         |            |
| LCS =<br>.....          |         |         |         |         |         |         |         |         |         |            |
| Mmc =<br>.....          |         |         |         |         |         |         |         |         |         |            |
| LCI =<br>.....          |         |         |         |         |         |         |         |         |         |            |
| LSI =<br>.....          |         |         |         |         |         |         |         |         |         |            |

**Conclusion de conformité :** .....

**5- Contrôles des dimensions :**

Forme du comprimé testé : .....

|  | <b>Epaisseur en mm</b>   | <b>Diamètre ou grande longueur en mm</b><br> | <b>Petite longueur ou largeur en mm</b><br> |
|--|--------------------------|--|--|
| 1  |                          |  |  |
| 2  |                          |  |  |
| 3  |                          |  |  |
| 4  |                          |  |  |
| 5  |                          |  |  |
| 6  |                          |  |  |
| 7  |                          |  |  |
| 8  |                          |  |  |
| 9  |                          |  |  |
| 10   |                          |  |  |
| <b>Valeur moyenne constatée V<sub>mc</sub></b>   | V <sub>mc</sub> = .....  | V <sub>mc</sub> = .....  | V <sub>mc</sub> = .....  |
| <b>Valeur maximale constatée V<sub>max</sub></b> | V <sub>max</sub> = ..... | V <sub>max</sub> = .....   | V <sub>max</sub> = .....   |
| <b>Valeur minimale constatée V<sub>min</sub></b> | V <sub>min</sub> = ..... | V <sub>min</sub> = .....   | V <sub>min</sub> = .....   |
| <b>Limite de contrôle supérieure LCS</b>         | LCS = .....              | LCS = .....  | LCS = .....  |
| <b>Limite de contrôle inférieure LCI</b>         | LCI = .....              | LCI = .....  | LCI = .....  |
| <b>Conclusion : conformité ?</b>                 |                          |  |  |