

2.9.34. POROK TÉRFOGATSÚRÚSÉGE⁽¹⁾

A porok térfogatsűrűségét a porminta tömegének és térfogatának hányadosa fejezi ki, beleértve a részecskék közötti üregek térfogatát is. A térfogatsűrűség tehát az anyag sűrűségétől és elrendezésétől függ a porágyban. A térfogatsűrűséget általában gramm per milliliterben fejezik ki. ($1 \text{ g/ml} = 1 \text{ g/cm}^3 = 1000 \text{ kg/m}^3$).

A porok ömlesztett tulajdonságai függnnek a minta előkészítésétől, a kezeléstől és tárolásától. A részecskék eltérő térfogatsűrűségűek lehetnek. Ezért meg kell különböztetni a tömörítetlen és tömörített térfogatsűrűséget.

A tömörítetlen és tömörített térfogatsűrűséget a poráramlás becslésére használják. A tömörítetlen és tömörített térfogatsűrűség összehasonlítása közvetett mérőszámot adhat a részecskék közötti kölcsönhatások relatív jelentőségéről, amelyek befolyásolják a por tömöríthetőséggel összefüggő tulajdonságait. Az összehasonlítás sajátosságait a *Porok préselhetőségének mérőszámai* című fejezetben kerülnek ismertetésre. További útmutatást a 2.9.36 Porfolyás című általános fejezet ad.

Tömörítetlen térfogatsűrűség

A porok tömörítetlen térfogatsűrűségének meghatározásához vagy ismert tömegű, és esetenként átszitált porminta térfogatát mérjük mérőhenger segítségével (1. módszer), vagy ismert térfogatú, voluméteren keresztül pohárba töltött (2. módszer), vagy mérőedénybe juttatott (3. módszer) por tömegét mérjük.

A por különböző betöltése a tömörítetlen térfogatsűrűség-értékek széles skáláját eredményezheti, és a porágy legkisebb megbolygatása megváltoztathatja a tömörítetlen térfogatsűrűséget. Ebből következik, hogy a tömörítetlen porok térfogatsűrűségét többnyire igen nehéz reprodukálható módon meghatározni, és a vizsgálati jegyzőkönyvben az eredmények mellett elengedhetetlen a meghatározás módjának feltüntetése is.

1. MÓDSZER: MEGHATÁROZÁS MÉRŐHENGERRREL

Vizsgálat. A vizsgálathoz szükséges mennyiségű port szükség esetén átszitáljuk egy legalább 1,0 mm-es fonálközű szitán, hogy a tárolás során esetleg csomóssá vált port fellazítsuk; ezt a műveletet kíméletesen kell végezni, nehogy megváltoztassuk a por tulajdonságait. A 0,1% pontossággal lemért, kb. 100 g (*m*) vizsgálandó mintát kíméletesen egy 250 ml-es (2 ml-es beosztású), száraz mérőhengerbe töltjük. Bármilyen jelentős tömörítési igénybevételt el kell kerülni, például tölcser használatával vagy a mérőhenger megdöntésével. Ha szükséges, óvatosan – a tömörítést kerülve – lesimítjuk a por felszínét, és a mérőhenger beosztása által megengedett pontossággal leolvassuk a tömörítetlen térfogatsűrűséget (V_0). Az m/V_0 képlet alkalmazásával g/ml-ben kiszámoljuk a tömörítetlen por térfogatsűrűségét. A tömörítetlen térfogatsűrűség meghatározásához ajánlatos megismételni a méréseket külön pormintákon.

Ha a por sűrűsége túl kicsi vagy túl nagy, azaz a vizsgálandó minta tömörítetlen össztérfogata nagyobb, mint 250 ml vagy kisebb, mint 150 ml, akkor nem lehet 100 g pormintát használni. Ilyen esetben a vizsgálandó porból annyit mérünk be, hogy a kivett minta tömörítetlen, össztérfogata 150 és 250 ml között legyen (azaz, a tömörítetlen össztérfogata a mérőhenger

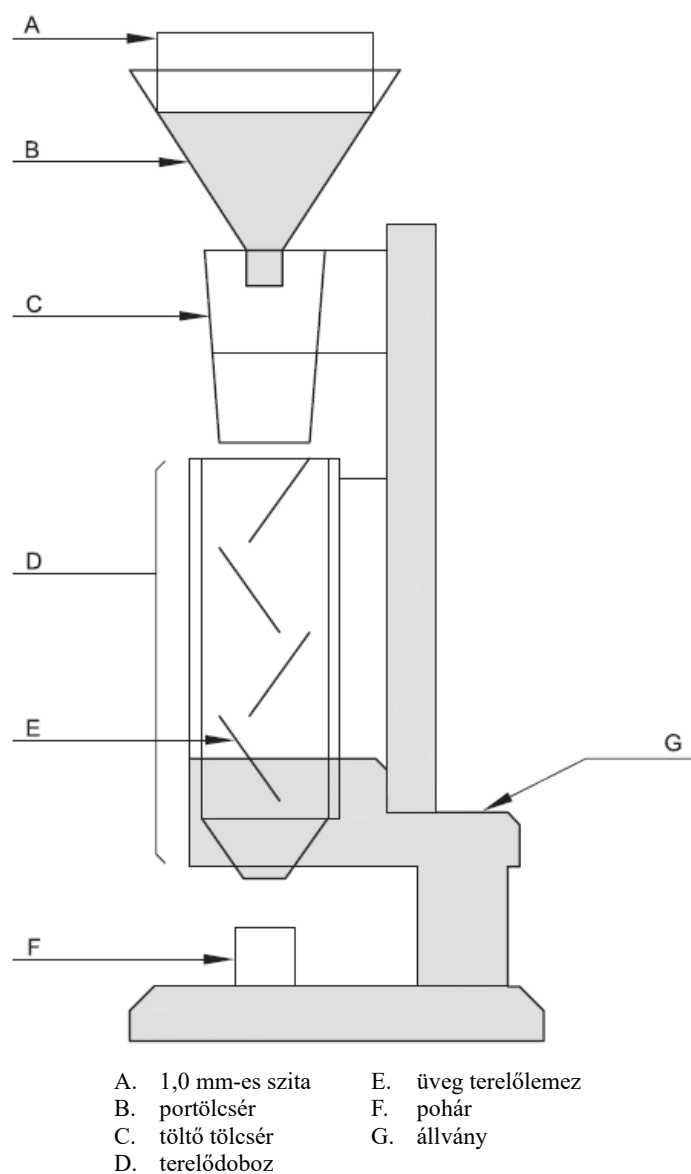
⁽¹⁾ Ez a cikkely gyógyszerkönyvi harmonizáción esett át. Lásd az 5.8. Gyógyszerkönyvi harmonizáció c. általános fejezetet.

térfogatának legalább 60%-a legyen); az eredmények mellett a vizsgálati minta tömegét is fel kell tüntetni.

Az 50–100 ml tömörítetlen össztérfogatú minták vizsgálatához 1 ml pontossággal leolvasható, 100 ml-es mérőhengert használunk; az eredmények mellett a mérőhenger térfogatát is fel kell tüntetni.

2. MÓDSZER: MEGHATÁROZÁS VOLUMÉTERREL

Készülék. A készülék (2.9.34.-1. ábra) részei: egy „terelődoboz” fölé szerelt, 1,0 mm-es szitával ellátott felső tölsér; a terelődobozban 4 db üveg terelőlemez található, az áthaladó por a terelőlemezeken csúszik le, illetve azoknak ütközve esik le. A terelődoboz alján lévő tölsér összegyűjti a port, és a közvetlenül alá illesztett pohárba engedi. A pohár hengerformájú (térfogata $25,00 \pm 0,05$ ml, belső átmérője $29,50 \pm 2,50$ mm) vagy négyzetes alapú (térfogata $16,39 \pm 0,05$ ml).

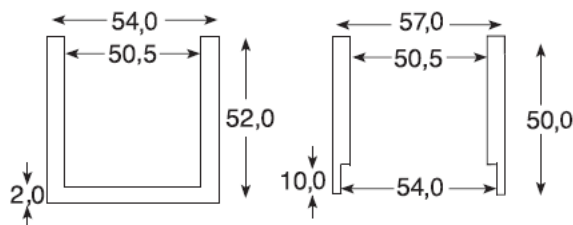


2.9.34.-1. ábra – Voluméter

Vizsgálat. Olyan mennyiségű port engedünk át a készüléken keresztül a mintatartó pohárba, hogy az túlsorduljon a poháron; ha a szögletes poharat használjuk, akkor legalább 25 cm^3 port, ha a hengeralakú poharat, akkor legalább 35 cm^3 port használunk. Egy döntött spatula lapátjának élével a pohár szélét érintve, óvatosan, simító mozdulatokkal eltávolítjuk a pohár széléről a por feleslegét, miközben a spatula hátrafelé döntésének tartásával ügyelünk arra, hogy a por lenyomódását vagy éppen kisodródását a pohárból elkerüljük. A pohár oldaláról mindennemű port eltávolítunk, és $0,1\%$ pontossággal meghatározzuk a por tömegét (m). Az m/V_0 képlet segítségével (ahol V_0 a pohár térfogata) kiszámoljuk a tömörítetlen por g/ml-ben kifejezett térfogatsűrűségét. A tömörítetlen térfogatsűrűség meghatározásához ajánlatos megismételni a méréseket külön pormintákon.

3. MEGHATÁROZÁS MÉRŐEDÉNYBEN

Készülék. A készülék rozsdamentes acélból készült, hengeralakú, 100 ml-es edény. Méreteit a 2.9.34.-2. ábra tünteti fel.



2.9.34.-2. ábra – Mérőedény (baloldalon) és kupak (jobboldalon)
Méretek milliméterben

Vizsgálat. A vizsgálathoz elegendő pormennyiséget szükség esetén 1,0 mm-es szitán átszítáljuk, hogy a tárolás során esetleg keletkezett csomók szétessenek, és az így kapott mintát addig folytatjuk szabadon a mérőedénybe, míg túl nem csordul. A porfelesleget a 2. módszernél leírtak szerint, óvatosan eltávolítjuk az edény szájáról. A por tömegét, az üres mérőedény előzetesen lemerített tömegének levonásával, $0,1\%$ -os pontossággal meghatározzuk (m_0). Az $m_0/100$ képlet segítségével kiszámoljuk a tömörítetlen por g/ml-ben kifejezett térfogatsűrűségét. A tömörítetlen térfogatsűrűség meghatározásához ajánlatos megismételni a méréseket külön pormintákon.

Tömörített térfogatsűrűség

A tömörített térfogatsűrűség – a pormintát tartalmazó edény mechanikus ütogetésével elért – megnövekedett tömörítetlen sűrűség.

A tömörített térfogatsűrűséget a pormintát tartalmazó mérőhenger vagy mérőedény mechanikus ütogetésével nyerjük. Miután feljegyeztük a porminta kezdeti tömörítetlen össztérfogatát (V_0) vagy tömegét (m_0), a mérőhengert vagy mérőedényt mechanikusan ütogetjük, és közben térfogat- illetve tömeg-meghatározásokat végzünk, mindaddig, amíg már csak csekély további térfogat- vagy tömegváltozás figyelhető meg, az alkalmazott módszerben leírtak szerint. A mechanikus ütogetést a mérőhenger vagy mérőedény meghatározott mértékű felemelésével, majd saját súlya alatt történő leejtésével érjük el, az alább leírt három módszer egyikével. Előnyös lehet olyan eszközök alkalmazása, amelyek ütogetés közben forgatják a mérőhengert/mérőedényt, hogy ütogetés után sokkal jobban lesimított felületet kapjon.

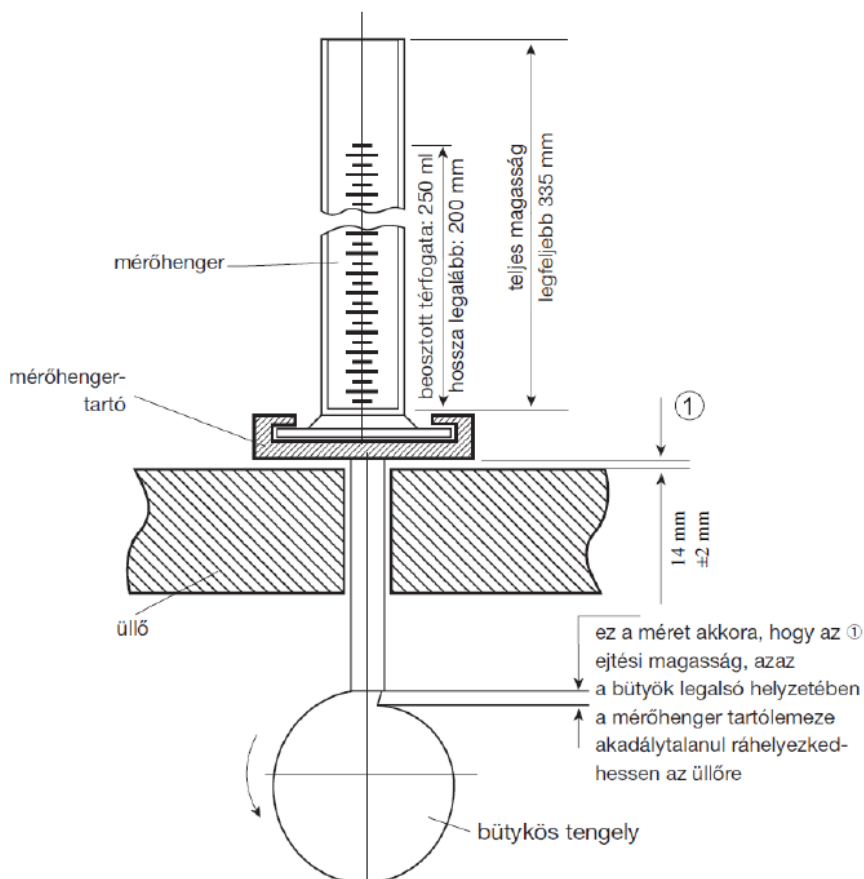
1. MÓDSZER: MEGHATÁROZÁS MÉRŐHENGERRREL – MAGAS EJTÉSI MAGASSÁG

Készülék.

A készülék (2.9.34.-3. ábra) részei:

- 250 ml-es (2 ml-es beosztású) 220 ± 44 g tömegű mérőhenger;
- tömörítő berendezés, amely a következő névleges teljesítményre képes: percenként névlegesen 300 ± 15 ütés 14 ± 2 mm magasságból. A mérőhengertartó tömege a nyelével együtt 450 ± 10 g.

Vizsgálat. A tömörítetlen térfogatsűrűség (V_0) meghatározására fentebb leírtak szerint járunk el. A mérőhengert rögzítjük a tartóban. Egyazon pormintával 10, 500 és 1250 ütégetést végzünk, és a mérőhenger beosztásának megfelelő legnagyobb pontossággal leolvassuk a megfelelő térfogatokat. Ha a V_{500} és a V_{1250} közti különbség kisebb, mint 2 ml, akkor V_{1250} a tömörített össztérfogat. Ha a V_{500} és a V_{1250} közti különbség nagyobb, mint 2 ml, akkor lépcsőzetesen, pl. további 1250-nel növeljük az ütégetések számát, mindaddig, amíg két egymásutáni mérés különbsége kisebb nem lesz, mint 2 ml. Néhány por esetében, ha a validálás ezt megengedi, kevesebb ütégetés is elegendő lehet. Az m/V_f képlet segítségével kiszámoljuk a g/ml-ben kifejezett tömörített térfogatsűrűségét, ahol V_f a végső tömörített össztérfogat. A tömörített térfogatsűrűség meghatározásához ajánlatos megismételni a méréseket külön pormintákon. Az eredmények mellett az ejtési magasságot is fel kell tüntetni.



2.9.34.-3. ábra – Tömörítő berendezés porminták vizsgálatához.

Ha nincs lehetőségünk arra, hogy a vizsgálatához 150 ml térfogatú tömörítetlen port használjunk fel, akkor csökkentett mennyiséget vizsgálunk, és ehhez megfelelő, 100 ml-es (1 ml-es beosztású) mérőhengert használunk, amelynek tömege 130 ± 16 g, tartójának tömege 240 ± 12 g. A porminta tömörítetlen térfogatának 50 ml és 100 ml között kellene lennie. Ha a V_{500} és a V_{1250} közti különbség kisebb vagy egyenlő, mint 1 ml, akkor V_{1250} a tömörített össztérfogat. Ha a V_{500}

2.9.34. Porok térfogatsűrűsége

és a V_{1250} közti különbség nagyobb, mint 1 ml, akkor lépcsőzetesen, pl. további 1250-nel növeljük az ütégetések számát, mindaddig, amíg két egymásutáni mérés különbsége kisebb vagy egyenlő lesz, mint 1 ml. Az eredmények mellett fel kell tüntetni a módosított vizsgálati körülményeket is.

2. MÓDSZER: MEGHATÁROZÁS MÉRŐHENGERRREL – ALACSONY EJTÉSI MAGASSÁG

Vizsgálat. Az 1. módszer előírásai szerint járunk el, azzal a különbséggel, hogy e vizsgálatához $3,0 \pm 0,2$ mm-es ejtési magasságra és 250 ± 15 ütés/perc névleges sebességre állítjuk be a mechanikus tömörítő berendezést.

3. MÓDSZER: MEGHATÁROZÁS MÉRŐEDÉNYBEN

Vizsgálat. A tömörítetlen sűrűség meghatározására leírt 3. módszer szerint járunk el, azzal a különbséggel, hogy kupakkal ellátott mérőedényt használunk (lásd a 2.9.34.-2. ábrát). A kupakkal lefedett mérőedényt az erre alkalmas vizsgálati berendezésben percenként 50–60-szor rázatjuk függőleges irányban. 200 ütés után levesszük a kupakot, és a por feleslegét óvatosan kaparjuk le a mérőedény tetejéről egy döntött spatula élének mozgatásával a csésze felső felületén, ügyelve arra, hogy a spatula hátrafelé legyen döntve megakadályozva ezzel a por tömörödését vagy eltávolítását a mérőedényből. Határozzuk meg a por tömegét (m) 0,1%-os pontossággal az üres mérőedény előzőleg meghatározott tömegének a kivonásával. Az eljárást, további 400 ütéssel alkalmazva, megismételjük. Ha a 200 és a 400 ütés utáni tömegmérés eredménye közti eltérés nagyobb, mint 2%, akkor újabb 200 ütéssel mindaddig ismételjük a vizsgálatot, amíg két egymásutáni mérés különbsége kisebb nem lesz, mint 2%. Az $m_f/100$ képlet segítségével kiszámoljuk a g/ml-ben kifejezett tömörített térfogatsűrűségét, ahol m_f a mérőedényben lévő végső tömörített por tömege. A tömörített térfogatsűrűség meghatározásához ajánlatos megismételni a méréseket külön pormintákon. Az eredmények mellett fel kell tüntetni a vizsgálati körülményeket, beleértve a tömörítési magasságot.

A porok préselhetőségének mérőszámai

Mivel azok a részecskék közötti kölcsönhatások, amelyek valamely pornak a tömöríthetőséggel összefüggő tulajdonságait befolyásolják, a porfolyást is befolyásolják, a tömörítetlen és tömörített térfogatsűrűség arányával jellemezni lehet az ilyen közvetett kölcsönhatások mértékét. A kétféle sűrűség arányát gyakran alkalmazzuk a porok folyási képességének mennyiségi jellemzésére; példa erre a préselhetőségi index (Carr-index) vagy a Hausner-arány.

A fentiek értelmében a préselhetőségi index, és a Hausner-arány valamely por összenyomhatóságának mérőszámai.

Préselhetőségi index:

$$\frac{100 (V_0 - V_f)}{V_0}$$

ahol

V_0 = a tömörítetlen por látszólagos össztérfogata;

2.9.34. Porok térfogatsűrűsége

V_f = a végső tömörített össztérfogat.

Hausner-arány:

$$\frac{V_0}{V_f}$$

A préselhetőségi index – a vizsgálandó portól függően – V_0 helyett V_{10} alkalmazásával is meghatározható.