

Nouvelle méthodologie pour l'étude approfondie des coefficients de frottement statique et dynamique lors de la compression des comprimés pharmaceutiques.

1. Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, I2M, UMR 5295, F-33400, Talence, France
2. Arts et Métiers Institute de Technologies, CNRS, Bordeaux INP, I2M, UMR 5295, F-33400, Talence, France

Objectif. Les comprimés pharmaceutiques sont produits à l'échelle industrielle au moyen d'un procédé de compression en matrice, à la fois à grande vitesse et sous forte charge. Après compression, le comprimé est généralement éjecté par la remontée du poinçon inférieur. En raison de l'existence d'une contrainte résiduelle sur les parois de la matrice entre le comprimé et celle-ci, ainsi que d'un coefficient de frottement non nul entre le comprimé et la matrice, une force est nécessaire pour éjecter le comprimé. Classiquement, la friction est séparée en deux parties : la friction statique, au moment de la mise en mouvement, et la friction dynamique, qui a lieu en cours de mouvement. Il est connu que, dans un certain nombre de cas, la friction statique est supérieure à la friction dynamique. Par contre, les raisons de cette différence ne sont pas toujours évidentes, et il est connu que, dans certains cas, elle est en partie due à des phénomènes d'adhésion. L'objectif de cette étude est de développer une méthodologie expérimentale originale permettant, en utilisant le critère de Mohr-Coulomb, de quantifier l'adhésion entre le comprimé et la matrice au moment de l'éjection et ainsi de comprendre l'influence de l'adhésion sur le coefficient de friction statique. De plus, l'étude de l'adhésion comprimé/outil pourrait aussi permettre d'anticiper les phénomènes de collage en compression.

Méthodes. L'étude a été menée à l'aide d'un simulateur instrumenté de compression Styl'One Evolution (Medelpharm, France). Nous avons utilisé une matrice instrumentée afin de mesurer la pression radiale et la distance entre les poinçons. Cette mesure intervient, lors de l'éjection, juste au moment où le comprimé commence à se déplacer dans la matrice, poussé par le poinçon inférieur, alors que le compact est contraint radialement par la surface de la matrice. La friction statique est étudiée en considérant la force axiale maximale nécessaire pour initier ce mouvement d'éjection. La friction dynamique est estimée en mesurant la force axiale nécessaire pour continuer le mouvement. Le protocole développé a permis, à travers l'utilisation d'un cycle de décompression/éjection original, d'étudier et de quantifier l'évolution de ces forces en fonction de la contrainte normale entre le comprimé et la matrice. Ce protocole a été utilisé sur plusieurs excipients pharmaceutiques classiques, lubrifiés ou non.

Résultats et conclusion. Les résultats obtenus montrent que le formalisme de Mohr-Coulomb ($\tau = c + \sigma\mu$, où τ est le taux de cisaillement, σ la contrainte normale, c l'indice de cohésion et μ le coefficient de friction) est adapté pour la modélisation des phénomènes observés. Dans le cas de la friction dynamique, des droites passant par l'origine ont été obtenues comme attendu (pas d'adhésion pendant le mouvement). Pour le cas de la friction statique, certains produits (cellulose non lubrifiée) ont permis de mesurer des adhésions poudre-outil dont la valeur dépend du grade utilisé. D'autres produits, comme l'amidon, montrent au contraire une adhésion nulle. Deux produits lubrifiés (mannitol et phosphate de calcium anhydre) présentant des niveaux modérés de collage ont aussi été étudiés. Seul le mannitol a montré l'existence d'une adhésion mesurable, bien que plus faible que dans le cas de la cellulose microcristalline. Ces résultats montrent aussi que la mesure de l'adhésion poudre-outil au moment de l'éjection ne permet pas d'anticiper directement l'apparition de collage en cours de compression.