

2.9.38. ВИЗНАЧЕННЯ ГРАНУЛОМЕТРИЧНОГО СКЛАДУ АНАЛІТИЧНИМ ПРОСІЮВАННЯМ

Просіювання — найбільш старий метод класифікації порошків і гранул за гранулометричним складом (розподілом за розміром частинок). Просіюванням за допомогою плетеного сітчастого полотна, по суті, сортують частинки за величиною їх проміжного розміру (тобто за шириною або товщиною). Якщо розмір більшості частинок перевищує 75 мкм, найбільш підходящим методом є механічне просіювання. У випадку менших частинок під час просіювання їх легка вага не забезпечує достатньої сили, необхідної для подолання поверхневих сил когезії та адгезії, що призводить до прилипання частинок одна до одної і до сита і так вони затримуються на ситі замість очікуваного проходження крізь сито. Для подібних матеріалів можуть бути більш прийнятні інші способи просіювання, такі як повітряно-струминне або ультразвукове просіювання. Проте для деяких порошків або гранул із середнім розміром частинок менше 75 мкм іноді може бути використане просіювання, якщо метод можна валідувати. У фармацевтичній практиці метод просіювання зазвичай вибирають для класифікації більш грубих видів порошків або гранул. Це особливо привабливий метод, оскільки порошки та гранули класифікуються лише на основі розміру частинок і в більшості випадків аналіз можна проводити в сухому стані.

До обмежень методу просіювання належить необхідність використовувати значні кількості зразка (зазвичай не менше 25 г, залежно від густини порошку або гранул і діаметра сит для випробування) і складність просіювання маслянистих або інших когезивних порошків або гранул, що мають тенденцію закупорювати отвори сита. Метод, по суті, є двовимірним визначенням розміру, оскільки проходження крізь отвори сита часто більшою мірою залежить від максимальної ширини та товщини, ніж від довжини частинок.

Цей метод призначений для визначення загального гранулометричного складу окремого матеріалу. Він не призначений для визначення пропорції частинок, що проходять або затримуються на 1 або 2 ситах.

Визначають гранулометричний склад описаним методом сухого просіювання, якщо немає інших зазначень в індивідуальній монографії. У тих випадках, де спостерігаються складності в досягненні кінцевої точки (тобто матеріал не повністю проходить крізь сита) або необхідно використати сита з меншими розмірами отворів (менше 75 мкм), слід серйозно розглянути використання альтернативного методу визначення розміру частинок.

Просіювання проводять в умовах, за яких випробовуваний зразок не вбирає і не втрачає вологи. ▼ Відносна вологість середовища, в якому про-

водять просіювання, має контролюватися, щоб уникнути поглинання або втрати вологи зразком. ▲ Через брак доказів зворотного аналітичне просіювання проводять в умовах вологості навколишнього середовища. Будь-які специфічні умови, які використані для конкретного матеріалу, мають бути наведені в індивідуальній монографії.

Принципи аналітичного просіювання. Аналітичні сита для випробування зроблені з арматурної сітки простого плетіння з майже квадратними отворами, яка запаяна в основу відкритого циліндричного контейнера. Основна аналітична процедура охоплює укладання сит одне на інше в порядку збільшення міри грубості, потім на верхнє сито поміщають випробовуваний порошок. ▼ Протягом стандартизованого періоду часу ▲ струшують набір сит і потім акуратно зважують матеріал, що затримався на кожному ситі. Випробування визначає вагові відсотки порошку в кожному діапазоні розміру сит.

Процес просіювання для визначення гранулометричного складу окремого фармацевтичного порошку зазвичай застосовують, якщо не менше 80 % частинок порошку мають розмір більше 75 мкм. Параметром розміру, який використаний у визначенні гранулометричного складу аналітичним просіюванням, є довжина сторони мінімального квадратного отвору, через який проходить порошок.

СИТА ДЛЯ ВИПРОБУВАННЯ

▼ Сита, придатні для фармацевтичних випробувань, відповідають специфікаціям поточних видань *ISO 3310-1: Сита для випробувань — Технічні вимоги і випробування — Частина 1: Сита для випробувань з металевого плетеного полотна (Test sieves — Technical requirements and testing — Part 1: Test sieves of metal wire cloth)*. Якщо немає інших зазначень в індивідуальній монографії, використовують ISO-сита, перелічені в Табл. 2.9.38.-1, відповідно до рекомендацій для конкретного регіону ▲.

Вибирають сита, що покривають увесь діапазон розмірів частинок, присутніх у випробовуваному зразку. Рекомендується використовувати набір сит, що мають $\sqrt{2}$ прогресію площ отворів сит. Набір сит укладають по мірі зростання розміру отворів: з найбільшими отворами зверху і з найдрібнішими знизу. Розмір отворів сит зазначають у мікрометрах або міліметрах.

▼ **ПРИМІТКА:** номери сит наведено в таблиці лише для конвертації ▲.

Сита для випробування виготовлені з нержавкої сталі або, що менш поширене, з міді або іншого підходячого інертного дроту.

Калібрування і перекалібрування сит проводять відповідно до специфікацій поточного видання ISO 3310-1. Перед використанням сита ретельно