

**ОБЩАЯ
ФАРМАКОПЕЙНАЯ
СТАТЬЯ**

Ситовой анализ - это
определение фракционного
состава или распределения
по размерам частиц
порошков и гранул
просеиванием через сита.

Ситовой анализ осуществляют просеиванием проб материала через набор стандартных сит, размер отверстий которых последовательно уменьшается сверху вниз, в результате чего материал разделяется на фракции

Ситовой анализ может использоваться для предварительной характеристики измельченности порошка, а также для определения фракционного состава порошков или гранул.

- для проведения анализа требуется, как правило, достаточно большое количество порошка (обычно - не менее 25 г);
- метод неприменим к несыпучим или забивающим отверстия сита порошкообразным материалам (маслянистым, липким, склонным к комкованию и др.);
- если исследуемые образцы гигроскопичны или, напротив, легко теряют влагу, при проведении анализа следует контролировать влажность и температуру окружающей среды;

Перед проведением анализа сита тщательно проверяют на наличие искривлений и трещин, особенно в местах крепления сетки к раме. Чистку сит рекомендуется проводить струей воздуха или пара. Если после этого некоторые отверстия остаются закупоренными, то допускается осторожно прочистить их с нижней стороны с помощью мягкой кисти или щетки

В зависимости от свойств исследуемого порошка и поставленных задач (технологических целей) ситовой анализ может выполняться следующими методами:

- механическое просеивание;
- воздушоструйное просеивание;
- звуковое просеивание

Ситовой анализ с механическим просеиванием обычно применяют для анализа порошков или гранул, у которых не менее 80 % частиц имеют размер более 75 мкм. Для более мелких частиц, а также для частиц с выраженным свойством слипаться или прилипать к поверхности сита, более подходящим является воздуhostруйное или звуковое просеивание.

Выбор массы пробы

Если в фармакопейной статье не указана масса испытуемой пробы, то испытание проводят для навесок порошка в интервале от 10 до 100 г. При выборе интервала навесок порошка учитывают его насыпную плотность и предварительно определенную измельченность. При анализе мелких и очень мелких порошков - от 10 до 25 г, а в отдельных случаях от 5 г и менее.

Представление результатов

Фракционный состав порошков и гранул и распределение частиц по размерам выражают в виде массовой доли порошка, просеянного через сита, в процентах. При этом следует указать массу испытуемого образца, время просеивания, метод испытания. При необходимости дополнительно указывают условия проведения испытания (влажность, температура, использование антистатиков, оборудование и др)

ЭКСКЛЮЗИОННАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Жидкостная хроматография основанная на различной способности молекул разного размера проникать в поры неионогенного геля, который служит неподвижной фазой.

Различают гель-проникающую хроматографию (элюент - орг. р-ритель) и гель-фильтрацию (элюент - вода)

Для эксклюзивной хроматографии используют макропористые неорг. или полимерные сорбенты.

Эксклюзивной хроматографии полярных полимеров неорг. сорбенты (силикагели и макропористые стекла) модифицируют кремнийорг.

При эксклюзивной хроматографии молекулы, имеющие в р-ре большой размер, или совсем не проникают, или проникают только в часть пор сорбента (геля) и вымываются из колонки раньше, чем небольшие молекулы. Соотношение эффективных размеров макромолекул и пор сорбента определяет коэф. распределения K_d , от которого зависит объем удерживания компонента V_R в колонке:

$$V_R = V_0 + V_p K_d \quad (1)$$

где V_0 - объем пространства между частицами сорбента, V_p - объем пор сорбента.

Эффективным размером макромолекулы при эксклюзивной хроматографии является ее гидродинамический радиус R , который вместе с молекулярной массой полимера M определяет характеристическую вязкость полимера $[\eta]$. Универсальную калибровочную зависимость V_R от произведения $[\eta]M$ (уравнение 2) впервые получил экспериментально Г. Бенуа, она имеет вид (рис. 1):