

評価内容

2種のクリーム製剤の粒子径が変化する様子を、ST-1で比較しました。さらに、粒度分布計での測定を行うことで、経時で粒径が増大していることを確認しました。

装置

装置名：スタビリティテスターST-1

測定条件

サンプル量：約 10 ml
測定温度：室温（25℃）
測定時間：3日間

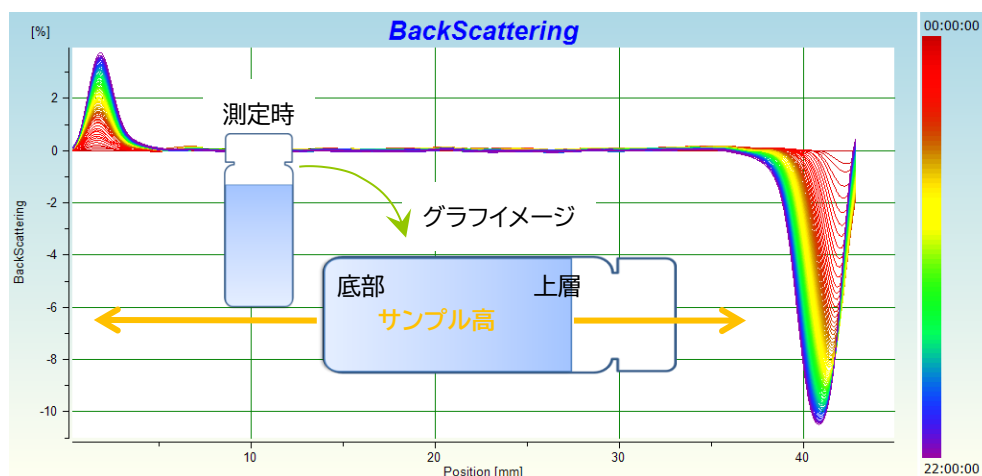


装置紹介

ST-1は870nmの光をガラス瓶入りの試料に当て、試料の高さ位置ごとに透過光、後方散乱光強度を測定します。この測定を時間をおいて繰り返すことで、試料中に含まれる粒子の沈降や凝集といった濃度・粒径の変化が、光強度の変化として得られます。

測定は指定した時間間隔でサンプル管をスキャンします。横軸はサンプル管の高さを示します。右方向がサンプル管の上部、左方向がサンプル管の底部を表します。グラフ縦軸は、任意の時間 T_n を準とした光強度相対値(%)で、グラフ右の数字は、スキャンした時間で、各色がグラフカーブの色に対応しています(赤 → 時間経過 → 紫)。光強度は絶対値での表示も可能です。

粒子の濃度変化が起こると光強度の変化として捉えられ、差分が大きいほどグラフ上でも大きな変化として表れます。



◆沈降：沈降の場合、サンプル管底部(グラフ左側)で粒子濃度が上昇するため後方散乱光強度の上昇が起こり、反対にサンプル管上部(グラフ右側)では粒子濃度の低下により後方散乱光強度が低下します。

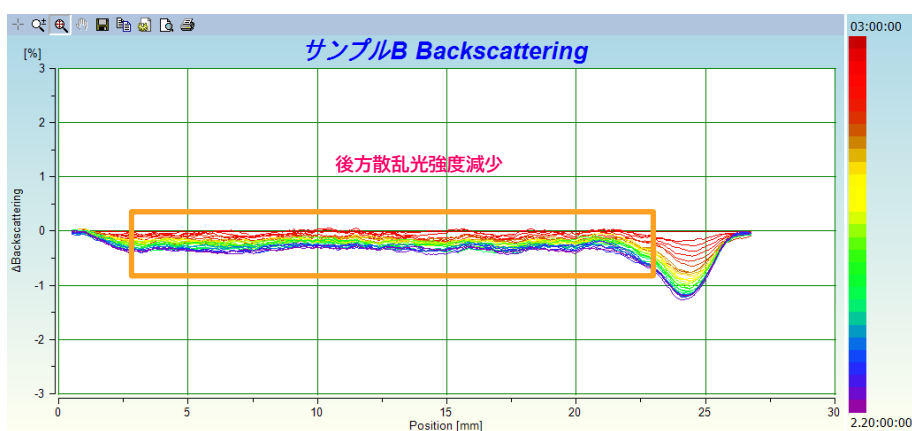
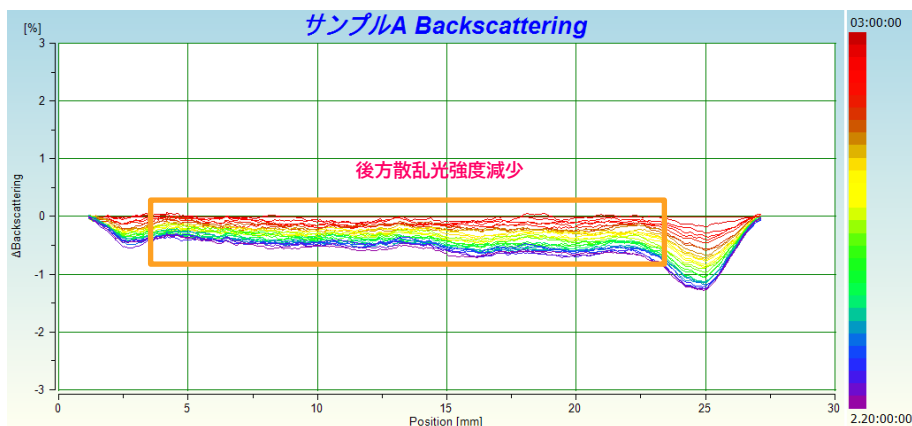
◆浮揚：粒子浮揚の場合は、沈降とは逆の挙動を示します。サンプル管底部で粒子濃度が低下するため後方散乱光強度の低下が起こり、反対にサンプル管上部では粒子濃度の上昇により後方散乱光強度が上昇します。

◆粒径成長：凝集や合一などの粒径成長をする場合、サンプル管中間層に全体的な変化として表れます。

アプリケーション、デモ、受託分析、セミナーのお問い合わせは以下へお願いします。

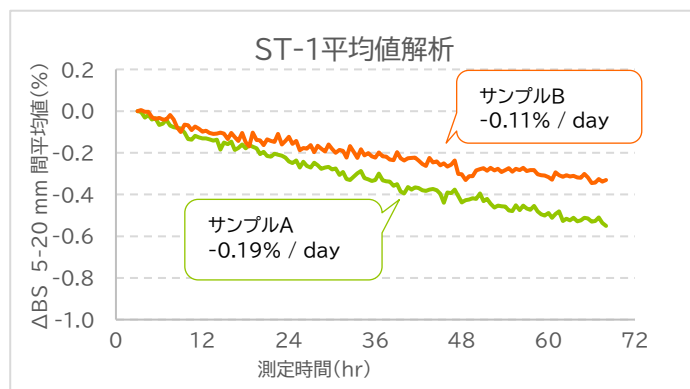
測定結果

今回は、ST-1 で 2 種のクリーム系医薬品の安定性の評価を行いました。



ST-1 で 3 日間の評価を行ったところ、どちらのサンプルもサンプル全体で後方散乱光強度の減少が起こっており、粒径が変化していることが推測されます。

さらに、中間層の光強度を平均値化して経時の傾向を解析したところ、サンプル A はサンプル B よりも変化量が大きくなっており、より大きな粒径変化が起こっていることが予想されました。



アプリケーション、デモ、受託分析、セミナーのお問い合わせは以下へお願いします。

そこで、後日この試料を堀場製作所製 レーザ回折／散乱式粒子径分布測定装置 LA-960V2 と高濃度試料測定セルを用いて原液のまま粒度分布測定を行いました。

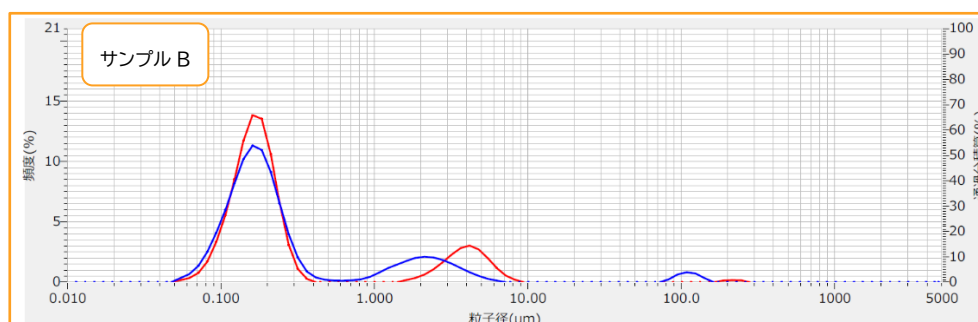
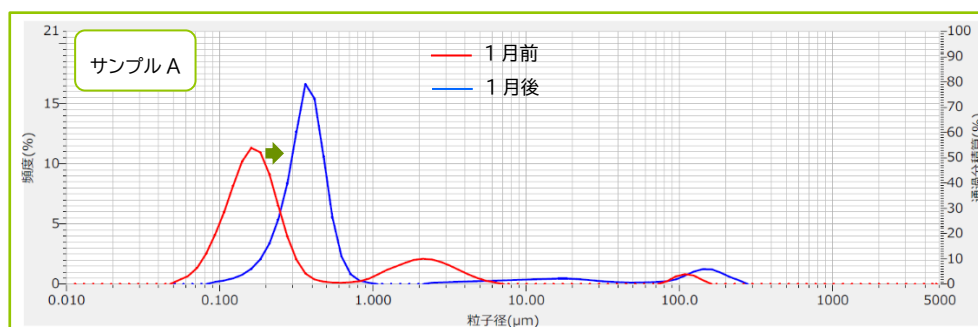
粒度分布測定は1度測定した試料を1か月後に再度測定し、経時での変化が現れるか確認しました。

HORIBA Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer

HORIBA LA-960 for Windows [湿式] Ver.8.50

粒子径基準：体積

<粒子径分布比較>
高濃度試料測定セル



サンプル A は1 か月経過で粒度分布のピークがより大きいほうへシフトしているのに対し、サンプル B ではほとんど変わらない粒度分布ピークとなっていることが分かります。

ST-1 で得られる光強度の変化から沈降などの局所的な濃度変化を予想することは容易ですが、全体的な光強度の変化は粒径変化以外にも色の変化や化学反応による屈折率の変化でも起こります。今回の評価では、ST-1 の測定に加えて粒度分布計での測定を行うことで、ST-1 の測定で得られた凝集傾向のデータの解釈を補完することができました。

最後に

スタビリティータスターは、数時間で粒子の移動速度を検知できます。さらに、光強度のそれぞれのサンプルの比較や現象の定量化を可能にします。つまり、様々な成分がサスペンション、エマルジョンの安定性に与える影響をチェックする必要がある開発者や製造者にとって有効なツールです。

アプリケーション、デモ、受託分析、セミナーのお問い合わせは以下へお願いします。