

# Application News

## No. Q122

### 粉末性能分析

## 混悬型滴眼剂中颗粒表征 无定形颗粒最大直径的测量

滴眼剂可分为成分溶解在水（油）里的水性（非水性）滴眼剂与成分不溶解但颗粒呈悬浮状态的水性（非水性）混悬型滴眼液。日本药典规定，悬浮滴眼剂中颗粒的最大粒径一般为  $75\mu\text{m}$  或更小。

由于激光衍射法具有测量时间短和测量范围宽等优点，被广泛应用于颗粒尺寸分布的测量。然而，在需要获得最大长度的情况下，这项技术也存在一些问题，因为很难检测出相对于颗粒总量而言数量很小的粗颗粒；由于非球面颗粒的粒径是以球体的等效直径计算的，因此无法测量非球面颗粒的最大长度。本文介绍了通过使用动态颗粒图像分析系统 iSpec™ DIA-10 (图 1) 获取颗粒图像并分析颗粒形状、粒径分布和浓度来表征混悬滴眼剂产品和含有球形和针状颗粒的混合样品中颗粒最大长度的实例。

H. Maeda

### 样品

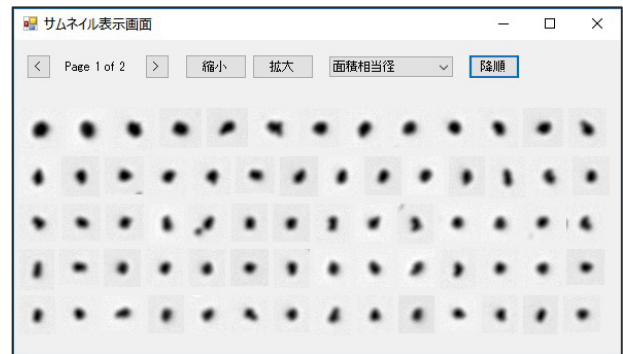
分析样品包括两种类型，第 1 种是已上市的混悬型滴眼剂，第 2 种是含有聚苯乙烯颗粒与玻璃纤维的混合试样分散液作为混有非球形粗大颗粒情况的例子。两种类型样品的分散剂均为水。

### 测定结果

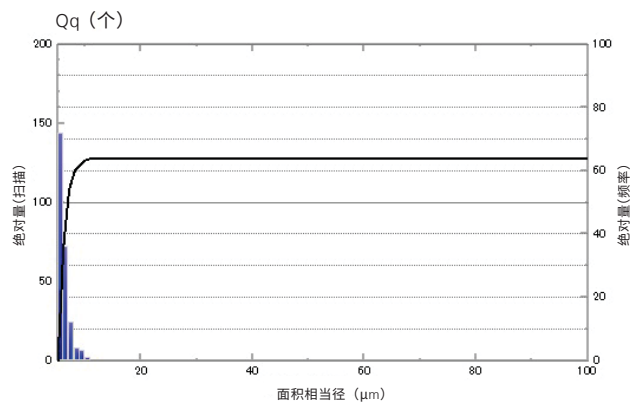
图 2 所示为混悬型滴眼剂的测定结果。从缩略图来看，颗粒形状接近圆形，但每个颗粒形状各不相同。从粒径分布还可以发现，未检测到粒径在  $15\mu\text{m}$  左右及以上的颗粒。粒径大于等于  $5\mu\text{m}$  的颗粒浓度为  $2652$  个/mL。



图 1 动态颗粒图像解析系统 iSpec™ DIA-10



a) 缩略图



b) 粒径分布

图 2 混悬型滴眼液的测定结果

一些粒径分布分析系统可以得到相同体积的球体（基于体积的直径）或相同面积的圆（基于面积的直径）的当量直径的粒径测量结果。当考虑最大直径时，如果颗粒形状是球体，最大直径接近等于面积当量直径的值。但如果是针状颗粒及其它非球形颗粒时，其最大直径一般比面积当量直径大。图 3 所示为粒径的定义。

作为一个具体的例子，聚苯乙烯颗粒与玻璃纤维的混合试样测定结果如图 4 所示。从缩略图可以发现球形颗粒与针状颗粒的混合物。

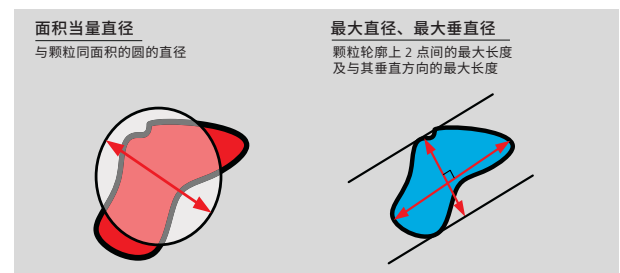
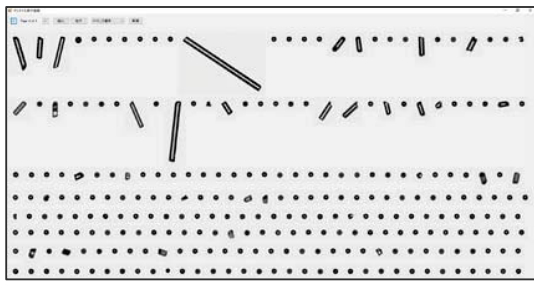
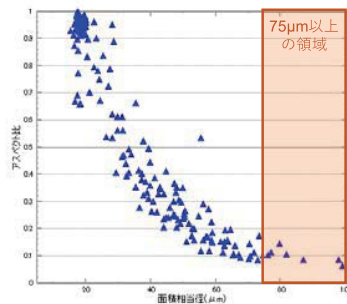


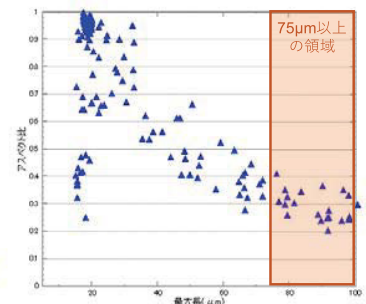
图 3 粒径的定义



a) 缩略图



b) 散点图  
(横轴: 面积等效直径)



c) 散点图  
(横轴: 最大直径)

图4 聚苯乙烯颗粒与玻璃纤维的混合试样测定结果

例如, 图 4b、c 散点图右侧阴影部分是粒径大于等于 75 $\mu\text{m}$  的区域。当按照面积等效直径 (图 4b) 来计算时, 该区域的颗粒浓度为 47 个/mL, 但按照最大直径 (图 4c) 计算颗粒浓度为则变为 420 个/mL。因此, 与最大直径法相比, 当采用面积等效直径法计算时, 大于等于 75 微米的颗粒数量较小。由此可知, 当需要评估最大直径时, 有效的方法是通过颗粒图像求出最大直径而非面积等效直径。

如图 5 所示, 使用不同的参数计算方法可以对具有不同形状参数的颗粒 (图 5 中, 长宽比 = 最大垂长度  $\div$  最大长度) 进行分类, 还可以进一步求出各颗粒的比例 (此处球形颗粒相对比例为 69.4%, 针状颗粒为 30.6%)。

## 结论

使用 iSpect DIA-10 测定了混悬型滴眼剂, 检出的颗粒均小于 75 $\mu\text{m}$  (本次样品测试结果 < 15 $\mu\text{m}$ )。在测定形状参数各异的聚苯乙烯颗粒与玻璃纤维颗粒混合试样时, 也可以根据不同形状参数进行分类, 求出相应颗粒的比例。实验结果表明, 使用 iSpect DIA-10 可以对激光衍射、散射法较难做到的颗粒群最大直径进行评估, 并对颗粒进行分类。

iSpect 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

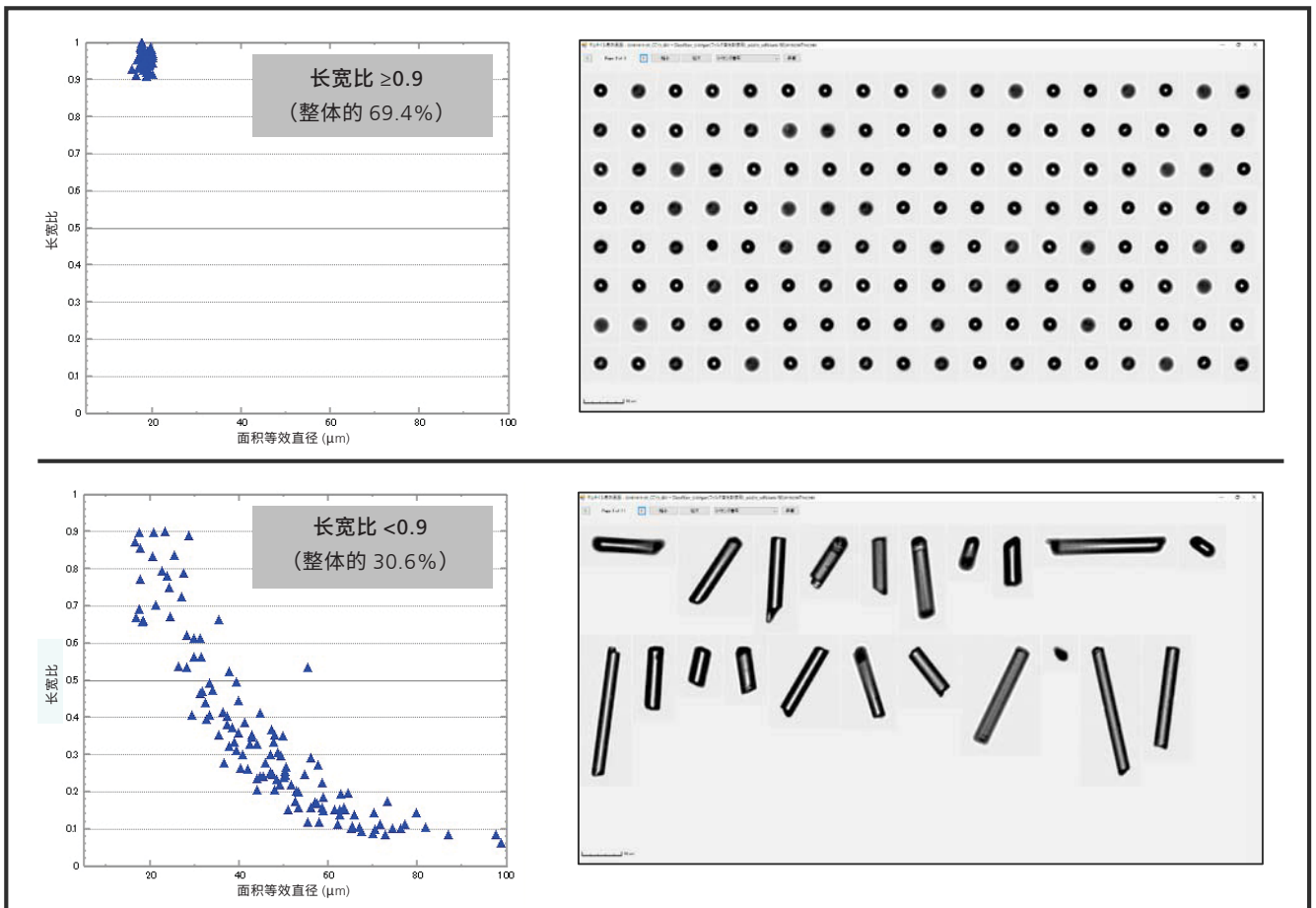


图5 颗粒分类示例

岛津应用云



岛津企业管理 (中国) 有限公司  
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2019 年 9 月