

粉末の流動性指数について^{*1)}

東京女子医大病院薬剤部^{*3)} 杉原正泰^{*2)}, 上杉利幸^{*2)}

緒 言

粉末の流動特性は、製剤および調剤において、粉末を取り扱う際重要な因子である。従来、粉末流動性測定法として、安息角、内部摩擦角等を個々に測定し、流動性の目安としていたが、粉末の性質は複雑なため、単にこれらの測定のみでは実用化できる数値を得ることは困難であることが多い。実際には、他に多くの因子が関係してくるものと考えられる。

そこで著者らは、Ralph L. Carr¹⁾の測定法により、安息角、圧縮度、スパチュラ角、均一度、凝集度等を個々に測定し、これらを総合判断し、指数として表現し検討した結果、若干の知見を得たので報告する。

実 験 の 部

1. 実験材料

実験に用いた試料は活性アルミナ 4 種類、熔融アルミナ 3 種類、乳糖、デンプン、二酸化ケイ素、微結晶セルロースである。(表1)

平均粒径は空気透過法により測定した。

表1 各試料の物理的性質

粉 末	平均粒径 (μ)	見掛比重 (g/ml)		
		最疎	最密	動的
活性アルミナ a	29.76	0.70	0.84	0.72
活性アルミナ b	13.12	1.03	1.19	1.05
活性アルミナ c	7.24	0.59	0.69	0.60
活性アルミナ d	4.18	0.62	0.77	0.64
乳 糖	7.07	0.43	0.86	0.64
澱 粉	6.18	0.41	0.70	0.53
二酸化ケイ素	0.38	0.08	0.16	0.12
微結晶セルロース	23.50	0.29	0.46	0.35
熔融アルミナ a	8.23	1.28	2.01	1.55
熔融アルミナ b	4.15	1.12	1.83	1.39
熔融アルミナ c	3.97	1.00	1.78	1.34

*1) 日本薬学会第95回年会で発表、西宮(1975)粉末製剤の物性に関する検討(第1報)。

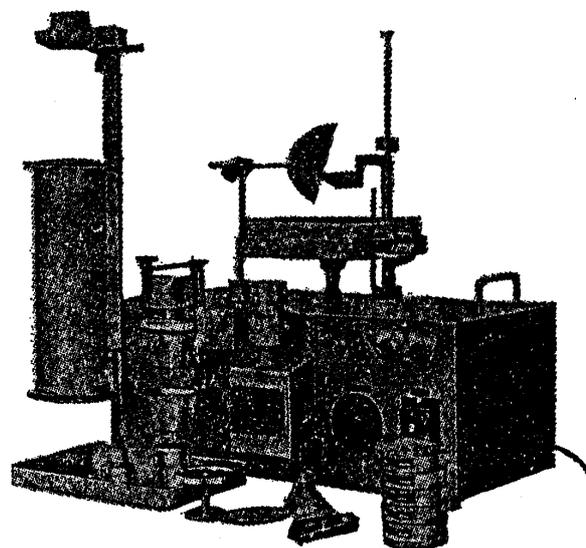
*2) 東京女子医大病院薬剤部

*3) 東京都新宿区市ヶ谷河田町10番地

2. 実験方法

Carrの方法による粉末流動性指数の測定は安息角、圧縮度、スパチュラ角、均一度、凝集度等の測定値を総合して求める。

Carrの流動性指数を表2に示す。すなわち、流動性指数が高くなるほど粉末の流動は良好となる。



粉末流動性測定装置

1) 安息角の測定

安息角の測定法²⁻⁶⁾およびその検討については数多く報告されている。本報では粉末流動性測定装置の注入法により行なった。付着凝集性の大きい微粉末の場合は、24メッシュのふるいをロートの上に取り付け、ロートの中に粉末が溜まらない程度に振幅をスライダックで調節し、金属板の上に堆積させる。角度は付属の分度器を用いて測定する。試料粉末の流動性が良好な場合または24メッシュより大きい場合は、振動は不必要であるからふるいをとりはずし、直接ロート中に静かに注入する。

2) 圧縮度の測定

直径50mm、容積100mlの容器に24メッシュのふるいを通して粉末を疎充填する。測定値の誤差を小さくす

表 2 粉末の流動性指数 (Carr)

流動性の程度	流動性指数	安息角		圧縮度		スパチュラ角		均一度		凝集度	
		度	指数	%	指数	度	指数	単位	指数	%	指数
最も良好	90~100	<25	25	<5	25	<25	25	1	25		
		26~29	24	6~9	23	26~30	24	2~4	23		
		30	22.5	10	22.5	31	22.5	5	22.5		
良好	80~89	31	22	11	22	32	22	6	22		
		32~34	21	12~14	21	33~37	21	7	21		
		35	20	15	20	38	20	8	20		
かなり良好	70~79	36	19.5	16	19.5	39	19.5	9	19		
		37~39	18	17~19	18	40~44	18	10~11	18		
		40	17.5	20	17.5	45	17.5	12	17.5		
普通	60~69	41	17	21	17	46	17	13	17		
		42~44	16	22~24	16	47~59	16	14~16	16		
		45	15	25	15	60	15	17	15	<6	15
あまり良くない	40~59	46	14.5	26	14.5	61	14.5	18	14.5	7~9	14.5
		47~54	12	27~30	12	62~74	12	19~21	12	10~29	12
		55	10	31	10	75	10	22	10	30	10
不良	20~39	56	9.5	32	9.5	76	9.5	23	9.5	31	9.5
		57~64	7	33~36	7	77~89	7	24~26	7	32~54	7
		65	5	37	5	90	5	27	5	55	5
非常に悪い	0~19	66	4.5	38	4.5	91	4.5	28	4.5	56	4.5
		67~89	2	39~45	2	92~99	2	29~35	2	57~79	2
		90	0	>45	0	>99	0	>35	0	>79	0

るために、充填時間、流出量はタイマーおよびスライダックで調節する。充填後、ブレードを垂直に立て粉末の表面をすり切って重量を測定し、最疎見掛比重 A を求める。つぎに容器にキャップをはめて粉末を追加し、タッピング装置にかけて落下高さ 18 mm で 180 回タッピングを行なう。余分な粉末は最疎見掛比重と同様にしてすり切り、重量を測定し最密見掛比重 P とする。

圧縮度 C は A および P を測定し(1)式より

$$C = \frac{100(P-A)}{P} (\%) \quad (1)$$

また、平均的なかさ密度である動的見掛比重 W は(2)式より求める。

$$W = \frac{(P-A)C}{100} + A (g/ml) \quad (2)$$

3) スパチュラ角の測定

5 × 7/8 インチのスパチュラを粉末の堆積の底の部分に水平に差し込み、真直ぐに上方へ持ち上げ外に出す。このときスパチュラの上に残った粉末の傾斜角を付属の分度器を用いて測定する。測定誤差をなくすためには粉末の堆積はできるだけ高くする必要がある。つぎにスパチュラに一定の衝撃を与えた後、もう一度、分度器で粉末の側面の傾斜角を測定する。このときの測定値とスパ

チュラに衝撃を与える前の測定値の平均をもってスパチュラ角を求める。

4) 凝集度および均一度の測定

最疎見掛比重が 0.4~0.9/ml, 粒度 200 メッシュ全通の粉末の場合は、下から順に 200, 100, 60 メッシュのふるいを重ね、2 g の粉末をふるいの上に静かに乗せ振動を与える。振幅は 1 mm になるようにスライダックで調節する。

振動時間 T は粉末の動的見掛比重 W によって(3)式より求める。

$$T = 20 + \frac{1.6-W}{0.016} (\text{秒}) \quad (3)$$

振動停止後、上段のふるいに残った粉末重量を w₁, 中段のふるいに残った粉末重量を w₂, 下段のふるいに残った粉末重量を w₃ とすると(4)式より凝集度を求めることができる。

$$\left(\frac{w_1}{2} + \frac{w_2}{2} \times \frac{3}{5} + \frac{w_3}{2} \times \frac{1}{5} \right) \times 100 \quad (4)$$

比較的軽い粉末(最疎見掛比重が 0.16~0.4 g/ml 程度)では 100, 60, 40 メッシュのふるいを使用し、比較的重い粉末(最疎見掛比重が 0.9~1.5 g/ml 程度)では 325, 200, 100 メッシュのふるいを使用する。ただし、いずれの場合も最下段のふるいを全通する必要がある。

表3 流動特性値

粉 末	圧縮度		安息角		スパチュラ角		凝集度・均一度		流動性指数 合計	流動性の程度
	測定値	指数	測定値	指数	測定値	指数	測定値	指数		
活性アルミナ a	16.6	18	37	18	44	(54—34) 18	[△] 1.8	23	77	かなり良好
活性アルミナ b	14.0	21	33	21	36.5	(38—35) 21	[△] 1.6	23	86	良 好
活性アルミナ c	15.5	19.5	38	18	48	(52—44) 16	[△] 1.0	25	78.5	かなり良好
活性アルミナ d	19.6	17.5	36	19.5	55	(61—49) 16	[△] 1.5	23	76	かなり良好
乳 糖	50.7	0	52	12	76	(77—75) 9.5	7.0	14.5	36	不 良
デ ン ブ ン	41.6	2	50	12	64.5	(67—62) 12	8.0	14.5	40.5	あまり良くない
二酸化ケイ素	50.0	0	43	16	66.5	(69—64) 12	14.5	12	40	あまり良くない
微結晶セルロース	38.3	4.5	44	16	79	(84—74) 7	1.8	15	42.5	あまり良くない
熔融アルミナ a	36.4	7	44	16	68	(72—64) 12	15.5	12	47.0	あまり良くない
熔融アルミナ b	38.7	2	49	12	73.5	(76—71) 12	10.5	12	38.5	不 良
熔融アルミナ c	43.8	2	51	12	65.5	(70—61) 12	12.5	12	38.0	あまり良くない

測定値は平均値（前—後測定値）を示す △印は均一度・測定値

粒状または粒状の粉末で均一度 U が測定できる場合には、粒度分布を測定し (5) 式より求める。

$$U = \frac{\text{篩過量が 60 \% における } D_p}{\text{篩過量が 10 \% における } D_p} \quad (5)$$

T : 振 動 時 間 U : 均 一 度

W : 動的見掛比重 Dp : 粒 径

実験結果および考察

粉末流動性測定装置により安息角、圧縮度、スパチュラ角、凝集度、均一度等の各因子について測定した結果を表3に示す。

活性アルミナ b の場合、測定因子のいずれの指数も高く、流動性指数は 86 で本実験に用いた試料中最も高く、流動性の程度も良好となる。活性アルミナ a, c, d においては、各因子の指数が活性アルミナ b に比較して多少低いため、流動性はかなり良好となる。乳糖の場合、圧縮度の指数が 0 であるために、他の因子の指数が影響を受け、流動性指数は 36 と低く、流動性は不良となる。しかし、二酸化ケイ素の場合、圧縮度が 0 であるにもかかわらず、乳糖に比較して他の因子の指数が多少高いため、流動性指数は 40 となり流動性はあまり良くないとなる。また、比較的粒度の揃った活性アルミナ 4 種類の場合、他の試料と比較して高い指数を得ている。

図1は圧縮度と流動性指数の関係を示す。圧縮度が小さいほど流動性指数が高く、大きいほど流動性指数は低くなる。35%以上の圧縮度を示す粉末は、流動性指

数が 35~50 と低く、粉末自動包装機におけるホッパー中の架橋現象がおり、流動性は悪くなるものと思われる。

図2は凝集度と流動性指数の関係を示す。凝集度の大小が粉末の流動性に影響するものと思われるが、本実験より得られた流動性指数から判断した場合、凝集度と流動性指数の関係は認められなかった。

図3は安息角と流動性指数の関係を示す。安息角が小さいほど流動性指数は高く、大きいほど流動性指数は低くなる。従来、粉末の取り扱いには安息角が 30~45° の範囲が好ましい状態であると思われるが、本実験より得られた流動性指数より考察すると、必ずしも一致しないことがわかった。すなわち、安息角が 30~45° の範囲内にある熔融アルミナ a, 二酸化ケイ素, 微結晶セルロース, 活性アルミナ a, b, c, d のうち活性アルミナ a, b, c, d は流動性指数からみると 76~86 と高く、流動性の程度も良好もしくはかなり良好という結果を得た。しかし、熔融アルミナ a, 二酸化ケイ素, 微結晶セルロースにおいては流動性指数が 40~47 と低く、流動性の程度もあまり良くないという結果を得た。

総 括

本実験より流動性を判断した場合、従来の流動性の目安とされていた安息角、内部摩擦角等の測定のみでは、必ずしも満足したものとは云えないことがわかった。すなわち、図3が示すように安息角からみると、熔融アルミナ a 44°, 微結晶セルロース 44°, 二酸化ケイ素 43° 等は好ましい状態であるにもかかわらず、これらを

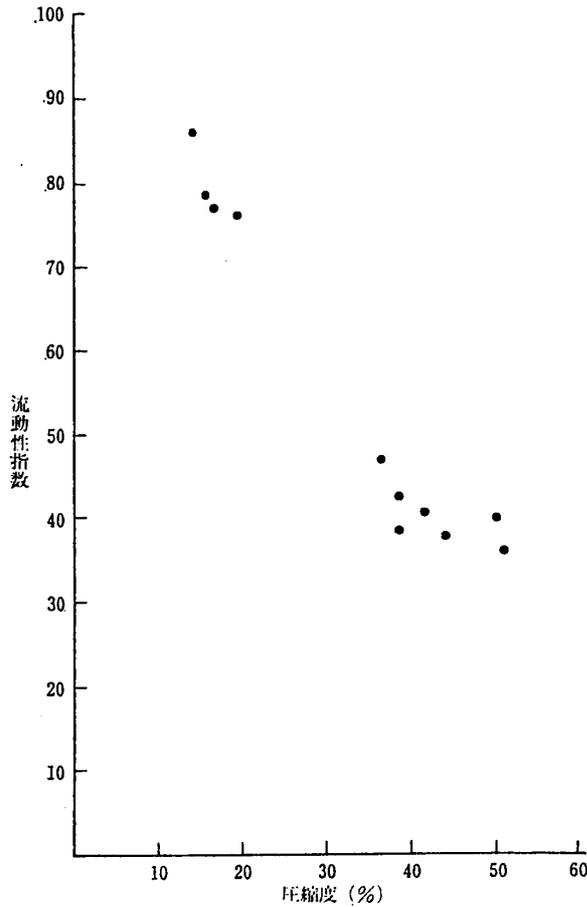


図1 圧縮度と流動性指数の関係

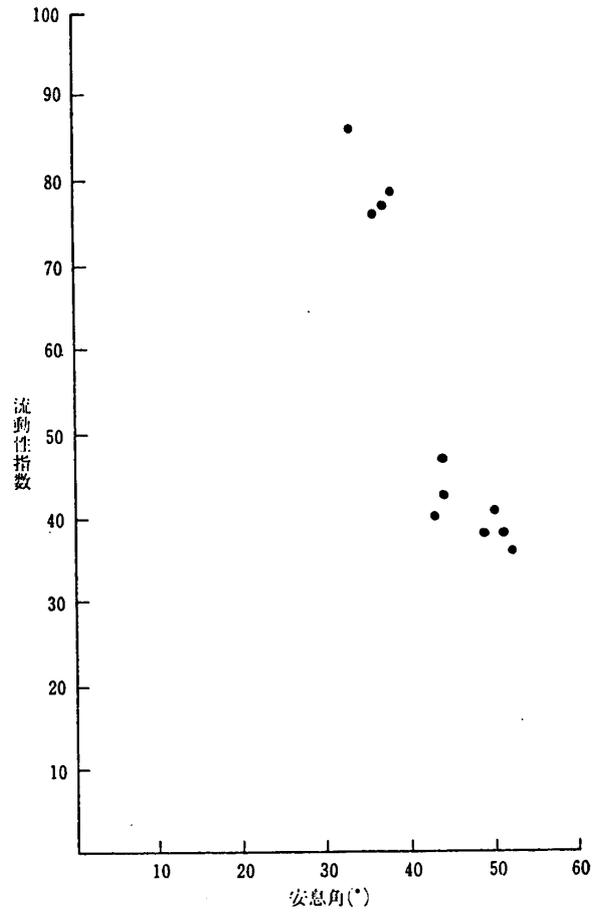


図3 安息角と流動性指数の関係

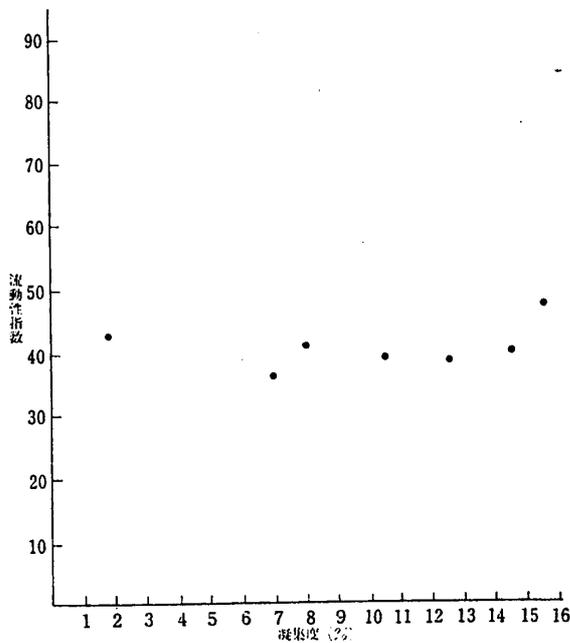


図2 凝集度と流動性指数の関係

流動性指数より考察した場合、流動性の程度はあまり良くないという結果を得た。従って実際に粉末を取り扱う際に流動性を測定する場合、1つの因子だけでなくより多くの因子を測定し、これらを指数として総合的に表現した方が良いものと思われる。

終りに本研究にあたり粉末流動性測定装置についてご協力下さいました昭和大学薬学部金庭教授および細川粉体工学研究所に深謝いたします。

文 献

- 1) R. L. Carr : Chem. Engin. Jan., 18 (1965).
- 2) A. Zenz : Petroleum Refiner, 36, 173 (1957).
- 3) 青木隆一 : 化学工学, 25, 199 (1961).
- 4) 野上 寿, 杉原正泰, 木村真太郎 : 薬剤学, 24, 103 (1964).
- 5) Craik : J. P. P., 10, 73 (1958).
- 6) 金庭延慶, 池上陽子 : 薬剤学, 27, 245 (1967).