

5-1. めれ性特性評価測定装置「ペネトアナライザ」

笹辺 修司*

1. はじめに

当社が扱う粉体技術は、多くの工業製品に関わりを持っており、昨今の目覚ましい技術革新による高機能製品には、高度な粉体技術が不可欠とされる。そのため、最終製品の特性向上を目的とした超微粉化や粒子設計などの需要は、ますますその傾向が強まり、要求レベルは高くかつ厳しくなりつつある。

この粉体の物性を最終製品の性能向上に繋げるには、さまざまな粉体の特性を把握する必要がある。当社では、粉体技術のひとつとして、機能性粉体の開発を側面からサポートする各種の粉体特性評価装置を開発・製造・販売ならびに受託測定に対応している。

今回は、その中から口腔内崩壊錠 (OD錠: Oral Disintegrating Tablets) の評価を交えて粉体の浸透速度測定装置「ペネトアナライザ」を紹介する。

2. 測定原理

ペネトアナライザは、粉体層に浸透する液体の質量の経時変化から浸透速度を求めることにより、粉体と液体とのめれ性を評価する装置である (図1)。

製品化の工程では、乾式プロセスのみで最終製品となることは少なく、液体中に分散後、成形等の工程を経て、素材化・デバイス化されることが多い。そのため、材料開発や量産

品の品質管理を行う上でも粉体の表面・界面特性を定量的に評価することは非常に重要である。

粉体のめれ性測定では、粉体層内で形成している細孔を一般的な毛管よりなるモデルと仮定し、粉体層を液体に接触させ、毛細管現象によって液体が粉体層の細孔内に浸透するその上昇度合いを計測する。その浸透する速度は、液体と親和性が高いものほど速く浸透し、液体と粉体層の親和性に密接な関係があるとされている。この親和性の関係は、Washburnの式で示される。

ペネトアナライザは、Washburnの式の浸透高さを浸透質量に置き換え、浸透質量をリアルタイムで計測し、その親和性を評価している (式1)。

Washburnの式の右辺に等しい浸透速度係数を求めるために計測グラフ中の直線部分を抽出し、その勾配を求めたものが浸透速度係数となる。

$$\frac{W_L^2}{t} = (S \cdot \varepsilon \cdot \rho_L)^2$$

$$\frac{r \cdot \gamma_L \cos \theta}{2\eta_L} \dots\dots (式 1)$$

ただし、

W_L : 溶媒浸透質量

ε : 空隙率

ρ_L : 溶媒密度

S : セル (粉体層) 断面積

t : 時間

η_L : 溶媒粘度

3. 装置構成と特徴

本装置は、設置した口腔内崩壊錠 (OD錠: Oral Disintegrating Tablets) の底面と水が接触する状態を自動で再現し、錠剤底面から吸水させる (図2)。

この吸水による質量変化を連続的に計測することで、水の吸水速度



図1 ペネトアナライザ PNT-N

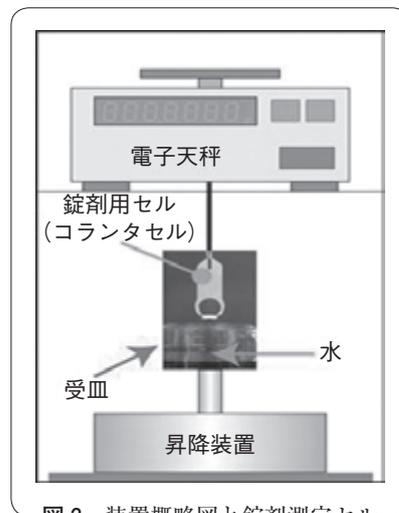


図2 装置概略図と錠剤測定セル

(浸透速度係数) および最大吸水量を評価することができる。言い換えれば、錠剤のみの力で吸水させることから、OD錠の服用時に近い状態での溶媒浸透性の評価が可能である。なお、セル形状を工夫することによって、水の表面張力の影響によるセル側部からの溶媒の侵入による測定の不安定さを抑制している¹⁾。

また、受皿設置箇所にはジャケットを設けており、溶媒の温度を調整、安定的に維持することができる設計となっている。測定試料に関しては、セルの種類を変更することで、シート状試料に、前処理を追加することで粉体状試料に対応可能である。

4. 測定例

本測定装置の評価例として、マンニトールの造粒品を原料とした測定結果を示す。丸型錠剤の打錠圧力を0.6kN、0.8kN、10kNの3種類、溶媒

*1) SASABE Shuji : ホソカワミクロン(株) 粉体工学研究所 測定分析センター 長〒573-1132 大阪市枚方市招提田近 1-9
TEL : 072-855-2386
FAX : 072-855-2730
E-mail : ssasabe@hmc.hosokawa.com

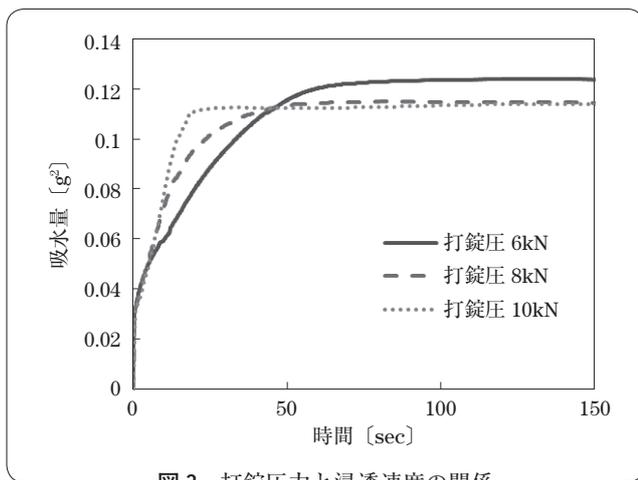


図3 打錠圧力と浸透速度の関係

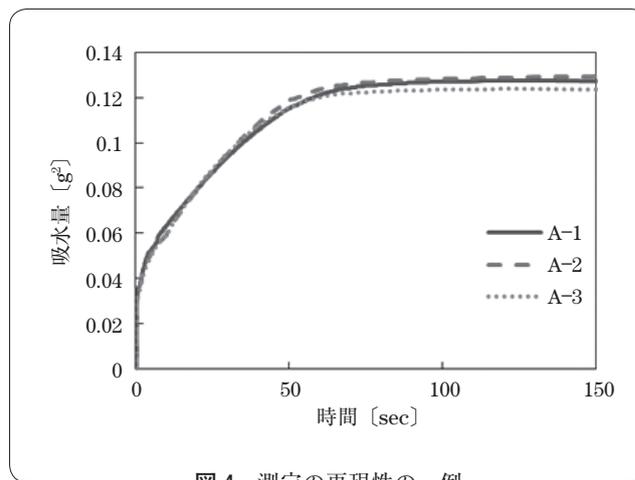


図4 測定再現性の一例

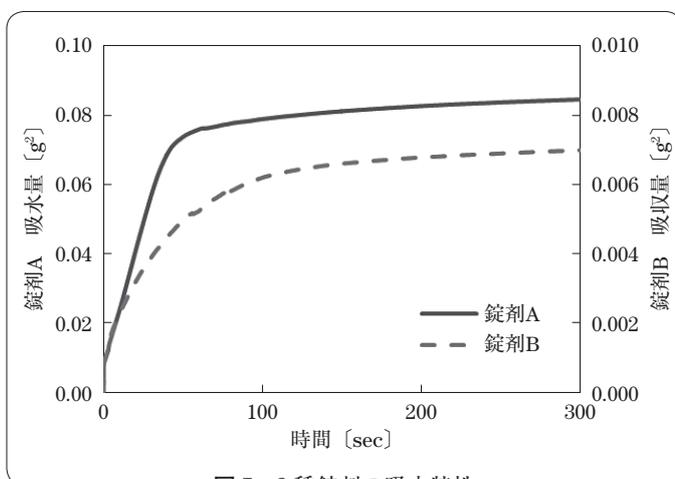


図5 2種錠剤の吸水特性

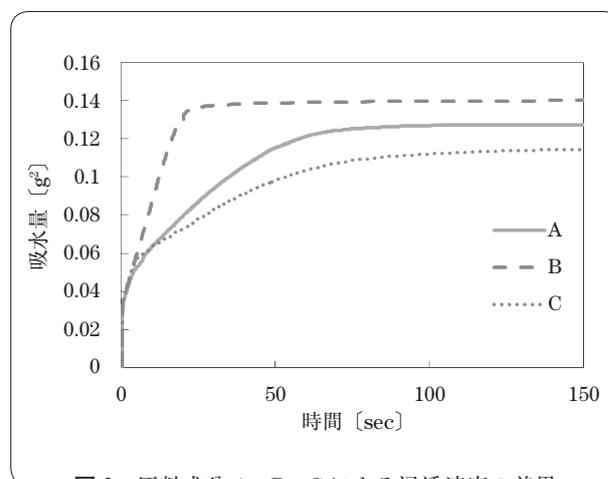


図6 原料成分 A, B, C による浸透速度の差異

は水とし、液温は36℃一定、錠剤測定セルの孔径は $\phi 0.3\text{mm}$ を用いて測定を行った。図3に打錠時の圧力による錠剤の浸透速度の結果を示す。グラフより、打錠圧力が高いと浸透速度が速い結果となった。

上記結果の再現性確認として、打錠圧力0.6kN時の3回の測定結果を図4に示す。勾配は比較的一致しており、良好な再現性を確保できていると考える。

2種類の錠剤における測定結果を図5に示す。浸透速度の差異が顕著に現れており、傾向として、錠剤Aは錠剤Bに比べて浸透速度が速く、吸水量も多いことが分かる。なお、

これらのデータに関しても良好な再現性が得られていることを明記しておく。

図6に原料成分種による浸透速度を比較した結果を示す。各原料成分の種類によって、浸透速度に明確な差異が生じていることがわかる。

5. まとめ

本浸透速度測定装置は、浸透速度係数および最大吸水量と製剤物性ならびに打錠条件の関係を見出すことで、OD錠の開発設計における製剤の評価ならびに製品の品質管理の可能性を測定結果に基づいて示した。

本装置は、粉末、シート形状のサ

ンプルの測定にも対応しており、食品、染料、電池材料、成形体など、多岐にわたる素材と液体の濡れ特性評価にご活用いただいている。

〈参考文献〉

- 1) 高橋, 笹辺: PLCM研究会第12回シンポジウム講演要旨集, p.23 (2018)
- 2) 寺下, 北村, 井上, 落合: PHARM TECH JAPAN, Vol.33, 10号掲載 (2017)
- 3) 石井, 竹内, 田原, 竹内: 日本薬剤学会, 2019ポスター発表 (2019)