

○石田裕也，釜谷拓和(日産化学工業(株))

### 【背景】

農薬の固形製剤は液体製剤について使用され、粉剤、粒剤、水和剤、顆粒水和剤、錠剤等様々な剤形があり、それぞれの持つ特徴を生かした処方開発が行われている。一般的に、固体制剤は粉碎、混合、造粒、輸送等の単位工程により製造される。製造条件の最適化は容易でなく、粉の凝集、容器への付着、造粒時の負荷等の粉体物性の制御が、しばしば課題となる。これら課題解決のため、さまざまな方法が特許・学術文献等で報告されている。

原料の粉体物性が製剤化に影響することは元来から知られている。例えば粉の粉体物性を評価するための方法として、Carrの流動性/噴流性指数が用いられており、安息角や嵩密度等から総合的(マクロ的)に評価される。この指数により、経験則から特徴を一言で説明できる利点があるが、粒子間や容器壁に対する付着力や摩擦力を直接評価していない。そのため、見た目の違いが生じた場合、その原因を考察し、課題を解決するためには研究員の感と経験に頼ることになる。一般的には、粒子一つが影響を受けるパラメータが多く、評価方法も簡単ではないため、課題解決は容易ではない。

近年、複雑な粉体特性を自動で解析可能な装置がいくつかのメーカーから販売されており、従来困難であった付着性測定やせん断力測定等多様な評価が可能になっている。

本研究においては、粉体の流動性を粒子間の付着力・せん断力といったミクロ的な観点で、どの程度評価可能なのか検討を行った。

### 【試験内容】

固形製剤のモデルとして、以下の化合物を用いた。植物担体としてコーンスターチ、滑沢剤としてステアリン酸マグネシウム(MgSt)を使用した。あらかじめコーンスターチとス

---

## Evaluation of Powder Flowability with Particle Adhesive Force and Powder Bed Shear Stress Measuring Techniques

Yuya Ishida and Hirokazu Kamatani (Nissan Chemical Industry, Ltd.)

Powder property is important in solid formulation manufacturing. In this study, the powder flowability was evaluated with particle adhesive force (PAF) and powder bed shear stress measuring techniques. Corn starch and magnesium stearate were used as model compounds of the solid formulation. The PAF and shear stress changed by the amount of magnesium stearate added.

ステアリン酸マグネシウムの比率を変えて乳鉢混合し、安息角が異なる粉体を流動性の異なる粉体(K-00, K-02, K-10)として用意した。粒子間付着力測定のため PAF-300N を、粉体層せん断力測定のため NS-S200(それぞれナノシーズ(株)製)を用いた。

【試験結果】

表 1 に、粒子間の付着力測定結果を、図 1 に測定時の様子を示す。ステアリン酸マグネシウムの添加量に応じて付着力は低下し、ばらつきの低下も認められた。図 2 に粉体層せん断力測定結果から得られた破壊崩絡線を示す。この直線の傾きは内部摩擦角(すべりやすさ)を、y 切片は凝集力を意味する。K-02、K-10 の傾きはそれぞれ K-00 より低いため、ステアリン酸マグネシウムにより流動性が改善されていることがわかった。また、K-10 の y 切片は K-02 よりやや低く、粒子間の凝集力は小さいことが示唆された。

Table 1. Influence of MgSt on the particle adhesive force

Sample	K-00	K-02	K-10
MgSt (%)	0	0.2	1.0
Angle of repose (°)	59	53	51
Average (nN)*	168.6	176.4	119.7
Standard deviation (nN)	213.7	140.1	53.1

\*N=10

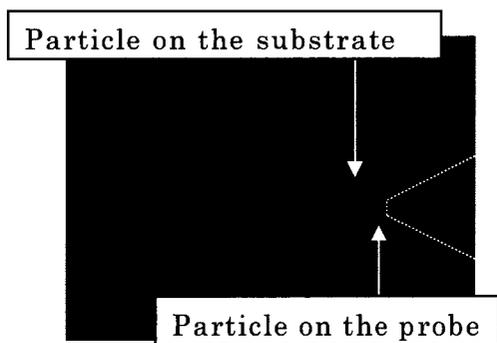


Figure 1. PAF analysis

【結論】

本結果より、微粒子間付着力測定により 1 粒子間に生じる付着力、またせん断力測定により粒子間に生じる摩擦力を定量的に評価できることがわかった。これらの技術を応用することにより、具体的に現象を定量化して確認できるため、科学的なデータに基づいた合理的な処方や製造条件の設定が可能になることが期待される。例えば過剰な助剤の使用抑制や製造時間の短縮等によるコストダウンや、製造工程の深い理解により安定供給に貢献できると考えられる。

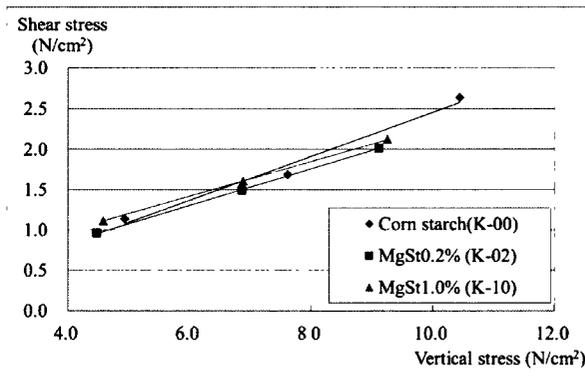


Figure 2. Effect of MgSt on the rupture envelopes