

ファインセラミックスジルコニア (YSZ) 打錠臼の開発

Development of Die of Fine Ceramics Zirconia(YSZ) for Tableting Machinery

黒川 正博 Masahiro KUROKAWA	㈱ビー・エム・プロダクツ B M Products CO., LTD	山岸 英樹 Hideki YAMAGISHI	富山県工業技術センター Toyama Industrial Technology
永井 秀昌 Hidemasa NAGAI	富山県薬事研究所 Toyama Prefectural Institute for Pharmaceutical Research.	真田 和昭 Kazuaki SANADA	富山県立大学 Toyama Prefectural University
江藤 敬太郎 Keitaro ETO	新新薬品工業㈱ Shinshin Pharmaceutical Co., Ltd		

緒言

従来、医薬品の打錠臼に使用されている材料は、SKD11 に代表されるダイス鋼材や超硬材などの金属が使用されている。しかしながら、杵の上下摺動により臼内表面のクロムメッキは、打錠を重ねることで表面が傷つき、酸性や塩基性製剤等によって腐食され易く、錆を発生するなどの問題が生じている。また、超硬材は衝撃によるカケが生じ易いことなどから、取り扱う際に注意が必要である。今回開発したファインセラミックジルコニア(YSZ)打錠臼は、酸、アルカリにも強く耐久性があり、超硬材に比べ取扱性に優れている。また金属ではないことから摩耗による錠剤への黒ズミの防止効果も期待される新素材の打錠臼である。

ファインセラミックスは、軸受やカッターなどに広く利用されているアルミナ系や、耐熱性に優れた窒化珪素系などが工業分野で採用されている。ジルコニア系は其中でも、もっとも高い硬度と靱性値を有し、歯科用素材等にも利用される安全性に優れたセラミックスとして広い分野で使用されている。しかし、難削材でもあることから、金属臼と同等の加工精度で製作することは困難な面があった。そこで、当社は富山県工業技術センター、富山県薬事研究所、富山県立大学と産学官共同研究を行った結果、金属臼に勝る新素材のジルコニア臼を開発した。以下にその性能を紹介する。

実験方法

1. 素材評価

Fig. 1は、開発した打錠臼である。YSZとは、イットリア部分安定化ジルコニアの略称で、数%のイットリアを均一に分散固定させたジルコニア粉末で、低温焼結が可能で、これまでにない優れた焼結特性とエージング特性を示す。この粉末の焼結体は特にきめ細やかな微小結晶粒子で構成され、硬度、破壊靱性、耐摩耗性に加え、耐久性、耐候性が大幅に向上したことで、各種構造材や生活用品などの材料に幅広く採用されている。今回、打錠臼の開発に当たっては、識別の可能なカラー化も要点に加え、白色、青色及び黒色を製作した。作製の際には加工精度、特に内面粗度を重視した。YSZとしては、多くの分野で使用されている東ソー(株)製 ㊄Z-3Y-Eを採用した。

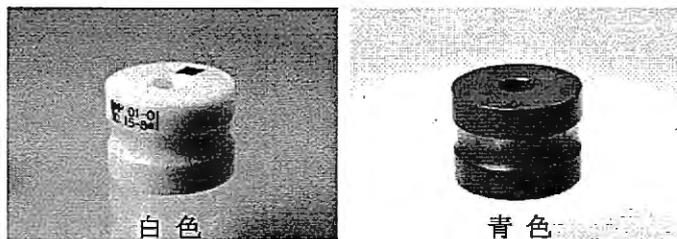


Fig.1 ファインセラミックスジルコニア打錠臼

Table 1, 2 は、素材の成分分析と弾性率の測定結果である。素材成分分析は EPMA（電子線マイクロアナライザー）を使用した。本製品は部分安定化ジルコニウムをベース（約 90%）にイットリア（Y）を均一に分散固定化した製品である。着色成分としては、ベース（白色）に対して、青色は Al の増量に加えて Co が、黒色は Fe と Co が添加されている。

弾性率の測定には超音波弾性率測定装置を使用した。ベース（白色）に対して、青色、黒色は 5% 程度弾性率が低下している。

Table 3 は破壊靱性値の測定結果である。測定は（財）JFCC において Single Edge Pre-cracked Beam 法（SEPB 法）で行った。結果、ベース（白色）に対して、青色は遜色なかったが、黒色は約 12% 程度破壊靱性値が低下していた。これは、焼結体を製作する際に、焼結温度が低かったか、高かったことにより生じたと推測される。

Table 1 各色ジルコニア白素材の化学成分

	Al	Fe	Co	Y	Zr	Hf
白色	0.33	-	-	5.84	91.66	2.17
青色	2.01	-	2.25	5.08	88.34	2.31
黒色	0.73	1.82	1.01	5.031	88.73	2.4

Table 2 各色ジルコニア白素材の弾性率

	E/GPa	G/GPa	σ	K/GPa
白色	262.3	100.1	0.31	230
青色	249.3	95.1	0.31	219.4
黒色	250.3	95.4	0.31	221.9

Table 3 各色ジルコニア白の破壊靱性値

試料	白色	青色	黒色
MPa \cdot m ^{1/2}	4.8	4.7	4.2

2. 安全性評価

素材の安全性に関しては、東ソー（株）製品安全データシート（MSDS No.A3411000016）から確認した。試作品に対しては、食品衛生法第 18 条に基づき、器具・包装の規格（370 号）の検査方法から、カドミウム、鉛、ヒ素の溶出試験を行った結果、これらの成分は検出されなかった。また金属アレルギーを回避できる歯科用素材（インプラント etc.）にも利用されていることなどから、ジルコニア打錠白は安全性に問題は無いと判断した。

実験結果

1. 加工精度評価

Table 4 は内表面粗さの測定結果である。表面粗さとは、部品を加工したときの加工面の表面の状態を示す値である。ジルコニア焼結体は難削材である為、ダイヤモンドホイールによって研削加工されるが、加工性が悪く、金属製打錠白と同等の精度を保証することは困難な面があった。そこで、加工

精度を上げる為、専用治具を製作し、マシニングセンターや円筒研削盤、ラップ研磨機を用いた結果、内表面粗さ Ra は 0.05 μm 以下が得られており、金属製打錠臼と遜色のない値にすることが出来た。

Table 4 ジルコニア臼（白色）内表面粗さ測定

1. 臼サイズ： 外径 φ 30.15 mm, 高さ 22.22 mm

	内径 7 mm	内径 8 mm	内径 9 mm
Ra (平均粗さ)	0.014 μm	0.034 μm	0.034 μm
Ra MAX	0.029 μm	0.048 μm	0.035 μm
Ry (平均高さ)	0.439 μm	0.556 μm	0.300 μm
Ry MAX	1.093 μm	1.623 μm	0.851 μm

測定位置：入口より 5 mm 下

2. 臼サイズ： 外径 φ 24 mm, 高さ 22.22 mm

	内径 7 mm	内径 8 mm	内径 9 mm
Ra (平均粗さ)	0.011 μm	0.019 μm	0.017 μm
Ra MAX	0.016 μm	0.029 μm	0.019 μm
Ry (平均高さ)	0.249 μm	0.241 μm	0.299 μm
Ry MAX	0.515 μm	0.365 μm	0.735 μm

測定位置：入口より 5 mm 下

2. 打錠性能評価

生薬センナ末を主成分とする摩耗性の高い処方を用い、試作用打錠機（精菊水製作所 VELA5）を用いて下記の打錠条件にて製錠を行い、得られた錠剤の物性（重量、硬度、錠厚、崩壊時間）を評価した。

Table 5 に打錠条件を示す。Fig. 2 は得られた錠剤の物性評価結果である。この結果により、両者の間で得られた試作錠剤の規格に差は認められなかったことから、従来の打錠臼と同品質の錠剤の製造が可能であると考えられる。

Table 5 打錠条件

打錠機	ロータリー式打錠機 (VELA5 精菊水製作所)
金型 (杵)	φ 10 mm, 14R
金型 (臼)	φ 10 mm,
臼素材	ジルコニア YSZ、ダイス鋼
仕込量	1 kg
回転数	20 rpm
打錠圧	21 kN
錠剤重量	380 mg/錠

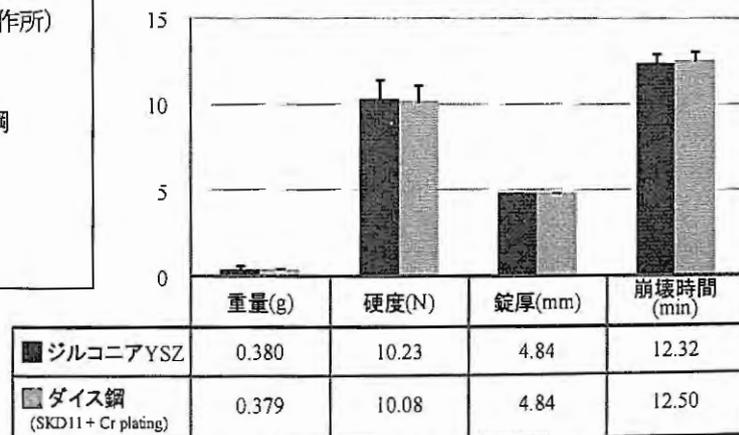


Fig. 2 錠剤の物性評価結果

3. 耐久性評価

テスト打錠の結果を参考にセナナ顆粒を用いて生産機で 62,145 ショットをし、ダイス鋼臼 (SKD11+HCr) 及びジルコニア臼 (YSZ) の耐久性評価を行った。Fig. 3a 及び 3b に打錠前後の臼内表面について共焦点レーザー顕微鏡 (オリンパス株式会社 OLS4000) による観察結果を示す。観察した場所は、臼内表面で最も摩耗する部位である、臼端面から 5 mm の位置にて行った。

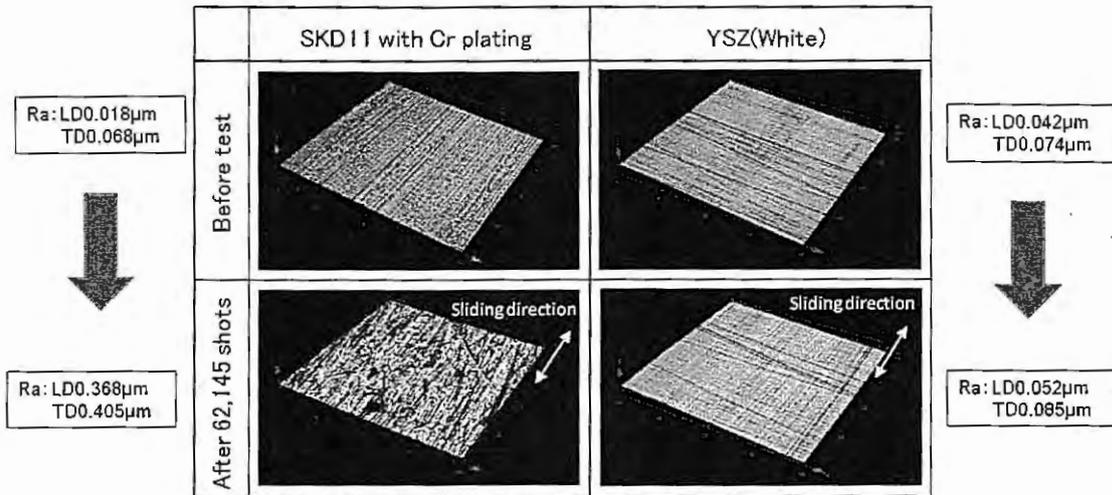


Fig.3a 打錠前後の臼内表面比較

注) LD (軸方向) Longitudinal direction
TD (垂直軸方向) transverse direction

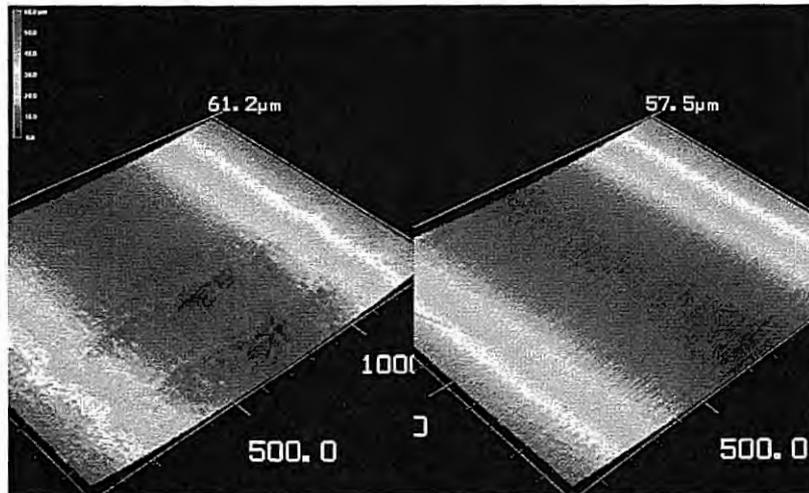


Fig.3b 臼内表面打錠部の 3D 比較

その結果、表面粗さを示す Ra 値は、ダイス鋼臼では大きく変化したが、ジルコニアの臼打錠内表面の Ra 値は変化が少なかった (Fig. 3a)。これによりジルコニア臼はダイス鋼臼と比較して、耐摩耗性が著しく向上していることが確認された。

また、Fig. 4 は各打錠臼の表面粗さを比較した結果である。ジルコニア臼 (YSZ) では、素材の弾性率等の機械的性質の差 (白、青) により、加工後の初期値が若干異なるものの、打錠内表面粗さの変化は少ない。一方、ダイス鋼臼の打錠内表面の Ra 値は大きく変化した。またジルコニア臼はダイス鋼臼 (SKD11+HCr) に比べて表面粗さの変化量は極めて小さいことが明らかとなった。

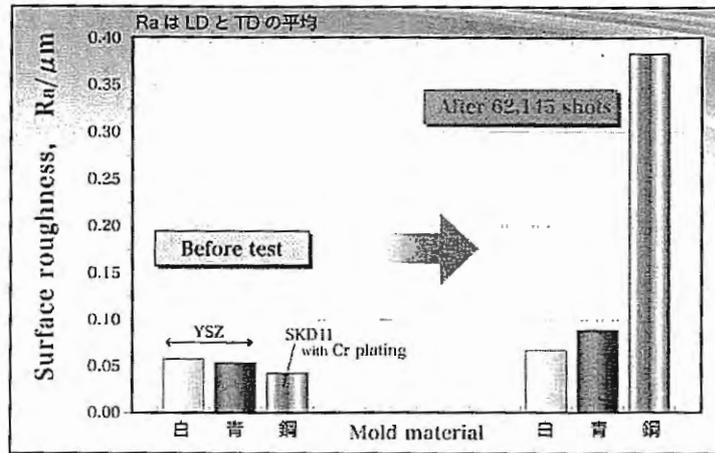


Fig. 4 打錠臼内表面粗さ比較

4. 内径拡大 (ボアアップ) による再利用

ジルコニア材は、ダイス鋼に比べ耐久性があり内面の損傷も少ないことは前述の報告からも判明した。しかし、コスト面においては2倍以上する為、内径拡大による再利用の可能性を考えてみた。そこで内径 6 mm のジルコニア臼を 7 mm に拡大し、拡大後の公差が規定値に収まるかを検証した。

Table 6 は、内径拡大前後の形状測定結果である。これにより、内径拡大により再利用した場合でも、精度に問題がないことが確認された。また、この加工に要したコストは、当社で新しく臼を製作する時に要する経費より 40% 近く削減できたことから十分再利用の価値があると思える。

Table 6 内径拡大前後の測定結果

サイズ	内径 6mm	内径 7mm (ボアアップ後)	サイズ	内径 6mm	内径 7mm (ボアアップ後)
	内径 D (公差: -0.01~ +0.03mm)	内径 D (公差: -0.01~ +0.03mm)		内面粗さ (公差: 0.5s)	内面粗さ (公差: 0.5s)
No1	6.015	7.013	No1	0.43	0.47
No2	6.022	7.014	No2	0.44	0.47
No3	6.016	7.021	No3	0.49	0.34
	内径直角度 (公差: 0.01mm)	内径直角度 (公差: 0.01mm)		平行度 (公差: 0.01mm)	平行度 (公差: 0.01mm)
No1	0.007	0.005	No1	0.010	0.010
No2	0.005	0.006	No2	0.006	0.006
No3	0.002	0.004	No3	0.009	0.009

(ジルコニア打錠臼サイズ: 外径 φ30.15 mm - 高さ 22.22 mm)

注) 公差は、金属臼に一般的に用いられている数値

5. 二次元コード (QR コード) のマーキング

QR コードは縦横 (二次元) の情報を持つことが可能なことから格納可能な情報量が多く、数字や漢字、英字等の多くのデータを格納できる。このことから、工場での生産管理に使用されることが多くなってきており、ジルコニア打錠臼にレーザーマーキングを採用した。レーザーは光源に CO₂ レーザーを使用し、打錠臼に影響の少ない臼の側面にマーキングを入れた。

Fig.5 a、5b、5c は、製作した QR コードとその読み取り結果である。印字サイズは約 5 mm × 5 mm の小ささであるが、携帯電話のバーコード読み取り機能でも曲面の QR コードは簡単に読み取りができ、臼の品質管理の上でも有効であるといえる。

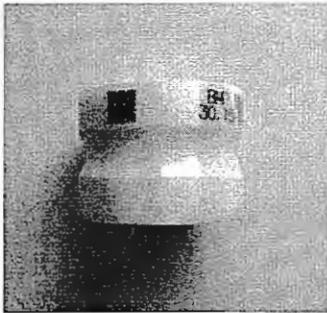


Fig. 5a QR コード印字臼

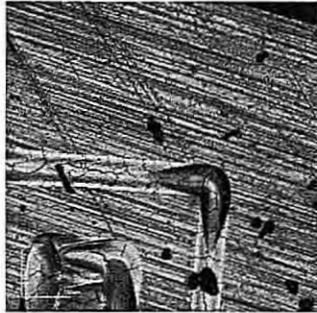


Fig. 5b 印字部拡大写真

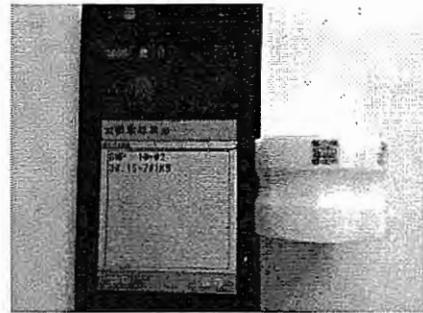


Fig. 5c QR コード読み取り

謝 辞

本稿で紹介した共同研究開発は (公財) 富山新世紀産業機構の平成 23 年度新商品・新事業創出公募事業で行われた成果であり、山岸英樹博士 (富山県工業技術センター)、永井秀昌博士 (富山県薬事研究所)、真田和昭准教授 (富山県立大学)、及び江藤敬太郎氏 (新新薬品工業株) に感謝の意を表す。