参 考 資 料

安息角の測定におけるバラツキについて*

Studies on the Measurement of the Angle of Repose

林 信 一*

Shinichi Hayashi

1. はじめに

安息角の測定において、測定方法が異なると得られる値に差が生じてくる。ことに、測定器の大きさが変わったり、充てん状態に差があると得られる安息角の値にかなりの差が生じてくる。この点については付着・凝集グループ会をまとめられた青木¹⁾の報告にみられる。しかし、粉末の動的な性質をあらわす適当な方法が今のところ安息角以外にあまり考えられない。このため、安息角の測定におけるバラツキについて、ことに測定器の影響や測定者の影響について検討したので報告する。

2. 試 料

主として医薬品粉末を試料とし、Ro-tap 型フルイ振とう機で 100 g 30 分間ずつフルイ分けしたものを集めて測定した。

図 1 ベルト・フィーダーを利用した安息角測定器

炭酸水素ナトリウム (エーザイ) 105/74 μ , 74/64 μ , 63/44 μ .

炭酸水素ナトリウム (旭ガラス) 105/74 μ , 63/44 μ , 44/-.

ホウ酸 (菱山) -/177 μ , 149/105 μ , 74 μ /-.

乳糖 (保栄) /74 μ , 74/46 μ , 46 μ /-.

3. 測 定 器

3.1

ベルト・フィーダーにより、試料粉末を供給する安息角測定器(図1), ベースを直径 10 cm の円板とし, 角度は, 図1に示す分度器で, ベースに近い部分を測定する場合と, 読取望遠鏡によって山の高さを測定する場合の2方法によって測定した。便宜的に, 本法をA法とする。

3.2

安息角を形成させる場としてプラスチックまたはガラス製の透明な箱をえらんだ図2に示すような測定器で, 東大病院杉原の考案になるもので, 少ない試料で, 山の半径の大きな安息角を図のように, 直読できる点の特徴である。便宜的に本法をB法とする。

3.3

前記の青木がまとめた測定器²⁾で, 供給の最終にホッ

図 2 透明な箱の中に安息角を形成させる測定器

* 昭和45年5月15日受理

** 神戸女子薬科大学 (〒657-01 神戸市東灘区本山町中野450)
TEL 078-44-0031

図3 注入安息角測定器

図4 付着性粉体の安息角測定器

パーを使用し、その先端が、安息した山の頂部に 5 mm くらいの間隔をもつ点に固定しようつくられている。自由にながれる粉体と付着性の粉体の場合図3と図4にしめすように、ホッパーへの供給方法と排出方法がちがうのであるが、今回は、ストッパーを使って、かくはんしながら供給した。この方法を便宜的にC法とする。

3.4 Carr に準拠した安息角測定器

細川鉄工所において試作されたものを借用した。この方法を便宜的にD法とする。

4. 測定結果

前記試料粉末を前記4種の測定器を使って、4名の測定者(イ.ロ.ハ.ニ)が測定の繰り返し5回によって得た値の平均値およびその標準偏差を表1に示す。

これらの測定には 50~60% RH で 20~25°C である部屋において行なった。また、測定の順序はできるだけランダムになるよう試料を乱数表に従って配置して測定

した。すなわち、同一試料の繰り返しにより得られた値の記憶による影響を排除しようとした。こうして得られた値と、2重盲検法によって得られた値の間にはバラツキの大きさにおいて有意な差はみとめられなかった。

5. 4章の測定結果についての考察

5.1 試料の粒径と測定結果

一般にいわれているように、試料の粒径が小さくなればなるほど、安息角が高くなる傾向はホウ酸を除いて、同一測定方法において見受けられた。

5.2 機械間の差

A法とC法は比較的似た値を示し、危険率 25% にとって、はじめて、C法がわずかに大きな値を示す。これは、A法が 10 cm の円板に積みあげられ、C法が 8 cm のリングの上に積みあげた結果である点、実験のスケールが比較的似ていたためと考えられる。安息角の値は、次に示すようにDがもっとも大きく、Bがもっとも小さな値を示した。

$$D > C \geq A > B$$

$$P_r: \quad 1\% \quad 25\% \quad 1\%$$

5.3 測定者間の差

測定器の差より測定者間の差の方が大きく、最高 10° の差が見い出された。

A法においてはイ.ニ間に危険率5%で有意な差がある

	イ.ハ	〃	10〃	〃
	ロ.ニ	〃	25〃	〃
B法	〃	イ.ハ	〃	1〃
	〃	イ.ニ	〃	1〃
	イ.ハ	〃	25〃	〃
	ロ.ハ	〃	25〃	〃
C法	〃	ロ.ハ	〃	25〃

すなわち、B法において、特に人為的な影響が、測定に出てくることを示している。

5.4 測定方法による影響

A法は図1のようにベース・プレートの端に分度器がついて、安息した山のすその角度が測り取られる。一方、C法は高さから測定する。このため図5のような山が形成されるとAの方がCより高い安息角をしめす(これをⅠ形とする)。また図6のような場合はAよりCの方が大きな値をしめすはずである(これをⅡ形とする)。そこでA法で直接角度を測定すると同時に、読取望遠鏡で高さを測定して、各試料ごと20個の測定値から、Ⅰ形かⅡ形であるかを検討した。出現回数から符号検定した

表 1 安息角の測定結果

	イ	ロ	ハ	ニ	イ	ロ	ハ	ニ	イ	ロ	ハ	ニ	イ	ロ	ハ	ニ
炭酸水素ナトリウム (エーザイ)	51.3	49.7	49.5	45.2	48.93	××××	××××	××××	44.9	40.9	46.0	46.3	49.7			
炭酸水素ナトリウム (エーザイ)	48.6	48.8	48.1	48.3	48.45	0.374	0.748	0.583	45.1	42.0	51.4	43.5	0.708			
炭酸水素ナトリウム (エーザイ)	57.0	51.4	52.2	47.8	52.05	0.548	0.678	0.927	54.2	52.6	54.6	52.4	52.5			
炭酸水素ナトリウム (エーザイ)	50.5	48.1	49.2	45.7	48.38	0.707	1.020	0.927	49.8	49.8	51.2	50.27	60.0			
炭酸水素ナトリウム (旭ガラス)	57.3	50.1	52.8	49.6	52.42	0.678	0.583	1.939	46.7	47.0	43.0	45.4	0.173			
炭酸水素ナトリウム (旭ガラス)	65.95	56.0	62.6	56.8	61.46	1.404	0.548	1.327	0.812	1.549	0.707	1.356	0.375			
ホウ酸 (菱山)	35.9	36.4	35.4	37.2	36.23	0.2	0.970	0.374	50.6	41.6	41.4	42.2	3.92			
ホウ酸 (菱山)	35.2	35.2	33.0	36.0	34.85	0.510	1.208	0.510	0.860	1.020	1.356	1.166	0.173			
ホウ酸 (菱山)	37.3	39.5	35.6	34.8	36.8	0.4	0.707	0.583	47.8	42.8	44.5	42.6	0.375			
乳糖 (保栄)	38.6	40.2	38.0	36.8	38.4	0.490	0.927	0.837	65.0	58.2	58.2	60.47	48.3			
乳糖 (保栄)	53.0	52.9	49.4	51.4	51.68	1.140	1.068	0.374	0.910	1.470	1.517	1.960	0.260			
乳糖 (保栄)	61.0	56.0	56.2	58.6	57.95	0.707	1.449	0.510	0.837	0.748	0.245	0.866	0.678			
結晶ラクトース	36.5	37.1	36.0	35.8	36.35	0.316	1.158	0.4	0.837	0.748	0.245	0.866	0.678			
バレイショデンプン (順)	40.43	43.58	40.5	40.2	40.89	0.638	1.205	0.548	0.910	1.470	1.517	1.960	0.260			
バレイショデンプン (保栄)	48.9	54.2	46.6	48.4	49.53	0.374	0.812	1.068	56.6	54.8	57.0	60.2	48.3			
小麦デンプン	52.1	55.9	56.5	55.5	55.25	1.020	1.594	1.183	56.6	40.9	48.4	43.2	46.6			
小麦デンプン	56.3	53.1	56.0	55.8	55.56	0.4	0.663	0.707	55.9	52.1	57.6	58.6	0.374			
	56.6				0.981	0.374	0.980	0.8	51.0	47.5	51.8	51.8	49.6			
	0.970					40.5			51.0	47.5	51.8	51.8	0.374			
						0.548			56.6	56.1	55.1	57.3	0.374			
						46.6			56.6	56.1	55.1	57.3	0.374			
						0.583			55.9	52.1	57.6	58.6	0.374			
						50.4			55.9	52.1	57.6	58.6	0.374			
						0.4			55.9	52.1	57.6	58.6	0.374			

× 直接角度測定、繰り返し5回の平均値 $\bar{x}$ × × × × × × × × A_2R ○ 径の 8 cm のリングを使った際の安息角高さを測定し、繰り返し5回の平均値 $\bar{h}$ から $R = \tan^{-1}\bar{h}/4$ を算出した。 ○ ○ $\bar{h}$ ○ ○ ○ A_2R

図 5 安息した山の形 (I 形)

図 6 安息した山の形 (II 形)

図 7 ベース・リングの直径をかえて得られる積み上げられた山の高さの測定結果

表 2

危険率 1% I 形		
炭酸水素ナトリウム (エーザイ)	74 μ /63 μ	48.45*
ホウ酸	/177 μ	36.23
結晶乳糖	297 μ /173 μ	36.35
バレイショデンプン (カ粒)	840 μ /500 μ	40.89*
危険率 5% で I 形 (エーザイ)		
炭酸水素ナトリウム	105 μ /74 μ	48.93
" (旭ガラス)	"	48.23
危険率 5% で II 形		
乳糖 (保栄)	46 μ /—	57.95
バレイショデンプン	64 μ /44 μ	49.53
危険率 1% で II 形		
炭酸水素ナトリウム (エーザイ)	63 μ /44 μ	52.05*
" (旭ガラス)	"	52.42*
" (")	44 μ /—	61.46
小麦デンプン	44 μ /—	55.56

* 図 9 で付着力が負になる粉体

結果を表 2 にしめす。表 2 中の安息角は A 法によって得た値の平均値で、I 形は 50° 以下の粉体であり、II 形は 50° 以上の粉体においてみられる。このことは安息角の測定時、流動性のよい粉体と流動しにくい粉体において、供給方法の条件 (たとえば供給速度) をどのようにして

一致させるかに問題を残していることを示している。

6. C 法においてベース・リングをかえた場合の結果と考察

ベース・リングの直径をかえ、測定者 4 名、繰り返し 5 回測定し、各試料ごとそのベース・リングの半径に対し高さの平均値をプロットしたのが図 7 である。斜めにかかっている式はそれぞれのプロットからえられた回帰直線の式である。えられた結果の中に、リングの半径 0 に内挿した点で高さが負になる場合がみられるのは注目に値する。しかし、これらの値、特にその正負を表 2 にしめておいたが、他の要素と、何らの相関を示していないので、未だ明確な推論をおろす段階に至っていないと考えられる。

7. 結 論

今回の実験は、種々な方法で安息角を測定し、統計的な処理を行なったのみで、他の何らの要因に関係させていない。流動する環境の中に、安息角測定の条件をいかにして固定させるか、まだ多くの測定例数を必要とするし、条件設定にかなりの問題点が残されていると考える。