

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017 年 10 月 19 日(19.10.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/179235 A1

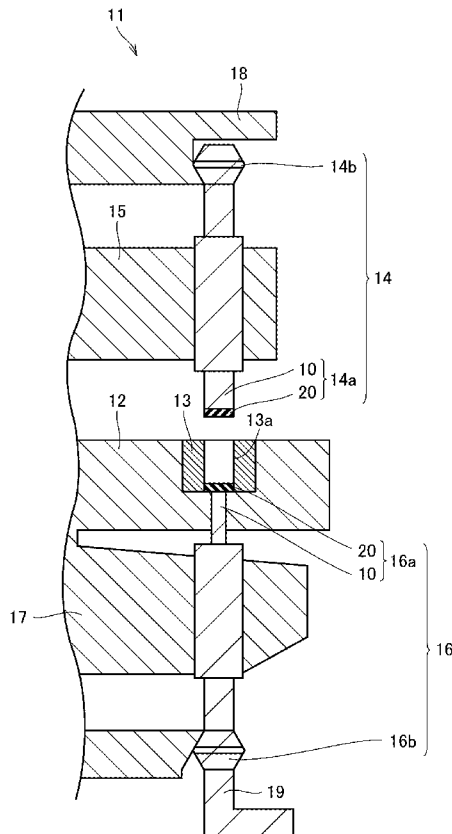
- (51) 国際特許分類:
B30B 11/02 (2006.01) C23C 14/08 (2006.01)
A61J 3/10 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/084238
- (22) 国際出願日: 2016 年 11 月 18 日(18.11.2016)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2016-081926 2016 年 4 月 15 日(15.04.2016) JP
- (71) 出願人: TOWA 株式会社(TOWA CORPORATION) [JP/JP]; 〒6018105 京都府京都市南区上鳥羽上調子町 5 番地 Kyoto (JP).
- (72) 発明者: 緒方 健二(OGATA, Kenji); 〒6018105 京都府京都市南区上鳥羽上調子町 5 番地 TOWA 株式会社内 Kyoto (JP). 東 大助(HIGASHI, Daisuke); 〒6018105 京都府京都市南区上鳥羽上調子町 5 番地 TOWA 株式会社内 Kyoto (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人深見特許事務所(FUKAMI PATENT OFFICE, P.C.); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島二丁目 2 番 7 号 中之島セントラルタワー Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK,

[続葉有]

(54) Title: TABLETING PESTLE AND MORTAR AND TABLETING MACHINE INCLUDING SAME

(54) 発明の名称: 打錠杵又は臼およびそれを含む打錠装置

FIG.1



(57) Abstract: A tableting pestle (14, 16) and mortar (13) are provided with a base material (10) and a tableting surface layer (20) on the base material (10). The tableting surface layer (20) includes crystalline yttrium oxide that contains nitrogen and a Group 4A element.

(57) 要約: 打錠杵 (14, 16) 又は臼 (13) は、基材 (10) と、基材 (10) 上の打錠表面層 (20) とを備えている。打錠表面層 (20) は、窒素と 4A 族元素とを含有する結晶質の酸化イットリウムを含む。



SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユー
ラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨー
ロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,

ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：打錠杵又は臼およびそれを含む打錠装置

技術分野

[0001] 本発明は、打錠杵又は臼およびそれを含む打錠装置に関する。

背景技術

[0002] 特許文献1には、打錠表面層の表面に、窒化クロム、ダイヤモンド状C、窒化チタン、クロームドPPER-N、炭化チタン、硬質クロームメッキ、無電解ニッケルメッキのいずれかのコーティング層を設けた打錠杵又は臼が記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2006-315076号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 粉末材料の打錠に用いられる打錠杵又は臼においては、粉末材料の打錠後に打錠杵又は臼に付着する粉末材料の量を低減することが要望されている。

課題を解決するための手段

[0005] ここで開示された実施形態は、基材と、基材上の打錠表面層と、を備え、打錠表面層は、窒素と4A族元素とを含有する結晶質の酸化イットリウムを含む、打錠杵又は臼である。「結晶質」とは、単結晶、多結晶、微結晶等を含み、非晶質中に結晶質が存在するものも含む。結晶質であることは、たとえば、X線回折法、電子線回折法、ラマン分光法、チャネリング法等の一般的な結晶性評価方法により確認することができる。

[0006] ここで開示された実施形態は、上記の打錠杵又は臼を含む、打錠装置である。

発明の効果

[0007] ここで開示された実施形態によれば、粉末材料の打錠後に打錠杵又は臼に付着する粉末材料の量を低減することができる。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]実施形態の打錠装置の概略断面図である。

[図2]実施形態の打錠装置に用いられる杵先の一例の模式的な拡大断面図である。

[図3]実施形態の打錠装置に用いられる杵先の他の一例の模式的な拡大断面図である。

[図4]実施形態の打錠装置に用いられる杵先の他の一例の模式的な拡大断面図である。

[図5]実施形態の打錠装置に用いられる杵先の他の一例の模式的な拡大断面図である。

[図6]実施形態の打錠装置に用いられる杵先の他の一例の模式的な拡大断面図である。

[図7]実施例および比較例のそれぞれの上杵および下杵を用いて、粉末材料N o. 1～N o. 3の打錠前と100ショット打錠後の打錠表面層の表面状態を示す図である。

[図8]実施例および比較例のそれぞれの上杵および下杵を用いて、粉末材料N o. 4の1ショット後、3ショット後および連続打錠後の錠剤表面の画像とそれを2値化処理した画像を示す図である。

[図9]連続打錠のそれぞれのショット後に錠剤を取り出す際にスクレーパにかかる荷重の最大値[N]とショット数との関係を示す図である。

発明を実施するための形態

[0009] 以下、実施形態について説明する。なお、実施形態の説明に用いられる図面において、同一の参照符号は、同一部分または相当部分を表わすものとする。

[0010] 図1に、本発明の打錠装置の一例である実施形態の打錠装置の概略断面図を示す。実施形態の打錠装置11は、上杵14と、下杵16と、上杵14と

下杵 16 との間の臼孔 13 a を有する臼 13 と、上杵 14 を保持するための上杵保持盤 15 と、下杵 16 を保持するための下杵保持盤 17 と、上杵 14 を案内するための上杵ガイドレール 18 と、下杵 16 を案内するための下杵ガイドレール 19 と、複数の臼 13 が周方向に所定の間隔を空けて設けられた回転盤 12 とを備えている。

[0011] 上杵ガイドレール 18 は、上杵 14 の上端の頭部 14 b と接続されて、上杵 14 を臼孔 13 a に対して上下動可能に保持している。たとえば、上杵 14 の下方向への移動により、上杵 14 の杵先 14 a は、臼孔 13 a に近づいていき、臼孔 13 a 内に挿入することができる。また、上杵 14 の上方向への移動により、上杵 14 の杵先 14 a は、臼孔 13 a から離れていき、臼孔 13 a から取り出すことができる。

[0012] 下杵ガイドレール 19 は、下杵 16 の下端の頭部 16 b と接続されて、下杵 16 を臼孔 13 a に対して上下動可能に保持している。下杵 16 は、下杵 16 の上端の杵先 16 a の打錠表面層 20 の少なくとも一部が臼孔 13 a 内に存在する範囲で上下動可能であるように配置されている。下杵 16 が最下端に位置するときには下杵 16 の杵先 16 a の少なくとも一部が臼孔 13 a 内に存在しており、下杵 16 の上方向への移動に伴って臼孔 13 a 内の空間の容積が下杵 16 の杵先 16 a の上昇に伴って減少していき、下杵 16 が最上端に位置したときには下杵 16 の杵先 16 a を臼孔 13 a の上端から突出させることができる。

[0013] 実施形態の打錠装置においては、たとえば以下のようにして、錠剤を打錠することができる。まず、回転盤 12 と上杵保持盤 15 と下杵保持盤 17 との同軸回転駆動によって、上杵 14 の頭部 14 b が上杵ガイドレール 18 に接続されるとともに、下杵 16 の頭部 16 b が下杵ガイドレール 19 に接続される。次に、下杵ガイドレール 19 によって、下杵 16 が所定の高さに位置決めされ、下杵 16 の杵先 16 a によって臼孔 13 a 内の空間の容積が、打錠に用いられる粉末材料の量に対応した容積となるように設定される。

[0014] 次に、打錠に用いられる粉末材料の量に対応した容積に設定された臼孔 1

3 a内の空間内に、打錠のための粉末材料が充填される。次に、上杵ガイドレール18によって、上杵14が下方向に案内されて上杵14の杵先14aが臼孔13aの上端から挿入され、上杵14の杵先14aと下杵16の杵先16aとの間で粉末材料が圧縮されて錠剤が打錠される。

[0015] また、打錠後の錠剤は、たとえば以下のようにして、実施形態の打錠装置から取り出すことができる。まず、上杵ガイドレール18によって上杵14が上方向に移動して、上杵14の杵先14aが臼孔13a内から取り出される。次に、下杵ガイドレール19によって下杵16が上方向に移動させられ、打錠後の錠剤が下杵16の杵先16aによって臼孔13aの上方に持ち上げられる。その後、臼孔13aの上方に持ち上げられた錠剤を図示しないスクレイパーによって打錠装置の外部に取り出す。

[0016] 実施形態の打錠装置においては、上杵14の杵先14aおよび下杵16の杵先16aの少なくとも一方の基材10の先端に設けられた打錠表面層20が、窒素と4A族元素とを含有する結晶質の酸化イットリウムを含んでいる。そのため、実施形態の打錠装置においては、粉末材料の打錠後に打錠杵又は臼の打錠面に付着する粉末材料の量を低減することができる。なお、4A族元素としては、チタン、ジルコニウムおよびハフニウムからなる群から選択された少なくとも1種のカチオンを用いることができる。また、打錠表面層20に用いられる酸化イットリウムが結晶質であることは、たとえば、X線回折法、電子線回折法、ラマン分光法、チャネリング法等の一般的な結晶性評価方法により確認することができる。また、打錠表面層20に、窒素と4A族元素とを含有する酸化イットリウムが含まれていることは、たとえば、二次イオン質量分析法（SIMS: Secondary Ion Mass Spectrometry）によって特定することが可能である。

[0017] 本発明者らは、打錠杵又は臼のコーティング材料として、窒素と4A族元素とを含有する結晶質の酸化イットリウムが優れていることを見出した。本発明者らは、これについて以下の通り推察する。

[0018] たとえば、酸化イットリウム（ Y_2O_3 ）に対して窒素置換（ $O^{2-} \rightarrow N^{3-}$ ）を行

なった場合には、Y-O結合に比して共有結合性が増大し分極緩和されることから、有機物の吸着活性が低減すると考えられる。

[0019] しかしながら、酸化イットリウムに対して単に窒素置換 ($O^{2-} \rightarrow N^{3-}$) を行った場合には、結晶構造の電気的中性を維持するためにアニオン空孔（陰イオンの空孔；格子欠陥）が形成される。そして、アニオン空孔が存在する場合には、この空孔に起因して有機物吸着が促進されると考えられる。

[0020] アニオン空孔の生成を抑制するためには、 O^{2-} よりも価数の1つ大きい N^{3-} を打ち消すために、 Y^{3+} よりも価数が1つ大きくかつ Y_2O_3 に固溶する、すなわち Y^{3+} を置換する4 A族元素のカチオンを酸化イットリウムに添加すればよい。

[0021] したがって、本実施形態の酸化イットリウムは、イットリウムの一部が4 A元素により置換され、酸素の一部が窒素により置換された結晶構造を有する固溶体と考えられる。

[0022] 本実施形態の酸化イットリウム₃は、4 A族元素として、チタン (Ti)、ジルコニウム (Zr)、ハフニウム (Hf) およびラザホージウム (Rf) からなる群から選択された少なくとも1つの元素を含むことができ、なかでも、特にZrおよびHfの少なくとも一方を含むことができる。

[0023] 本実施形態の酸化イットリウム中の4 A族元素のカチオンの置換量（含有量）は、 MeO_2 に換算して（Meは4 A族元素）、0 mol %を超えかつ20 mol %以下とすることができる。カチオンの置換量が20 mol %以下である場合には、酸化イットリウムマトリックスに対して、たとえば、ZrまたはHfが固溶限界以下となり、複合酸化物（酸化イットリウムと酸化ジルコニウムからなる）または酸化ハフニウムが析出しにくくなるため、これらによって粉末材料が付着しやすくなるのをさらに抑制することができる。また、本実施形態の酸化イットリウム中の4 A元素のカチオンの置換量は、0 mol %を超えかつ10 mol %以下とすることができる。

[0024] 以上のことから、本実施形態の酸化イットリウムは、4 A族元素として、ZrおよびHfの少なくとも一方を含むことができ、 MeO_2 に換算して（M

eは4A族元素)、0.01%を超えかつ20.01%以下含むことができ、さらには0.01%を超えかつ10.01%以下含むことができる。

[0025] また、本実施形態の酸化イットリウム中の窒素の含有量は、0.01mol%以上かつ20.01%以下とすることができる。本実施形態の酸化イットリウム中の窒素の含有量が0.01mol%以上である場合には、酸化イットリウム中の窒素の置換量が少なすぎず、粉末材料の付着をさらに抑制することができる。本実施形態の酸化イットリウム中の窒素の含有量が20.01%以下である場合には、酸化イットリウムの結晶構造がさらに安定化するため、粉末材料の付着抑制効果をさらに長期間安定して維持することができる。なお、電気的中性条件を維持するためには、置換可能な最大の窒素量は同じ材料に添加されるカチオン量と等しくなることが好ましいと推測される。粉末材料の付着をさらに抑制することと、酸化イットリウムの結晶構造をさらに安定化することとのバランスを考慮すると、本実施形態の酸化イットリウム中の窒素含有量（窒素イオン（アニオン）濃度）は、0.01mol%以上でかつ10.01%以下とすることができる。

[0026] また、打錠表面層20に用いられる窒素と4A族元素とを含有する結晶質の酸化イットリウムは、Hg、Ni、Cr、Co、Cu、Sn、Au、Pt、Pd、Sb、Ag、FeまたはZn等のアレルギー誘発性成分となる金属元素や有害金属を含まなくてもよい。

[0027] 図2に、実施形態の打錠装置に用いられる杵先の一例の模式的な拡大断面図を示す。杵先に用いられる基材10としては、たとえば、鉄系の材料（たとえば、ステンレス鋼、炭素鋼、合金鋼、合金工具鋼、高速度鋼、プリハードン鋼など）または非鉄系の材料（銅系、アルミニウム系、超合金系など）の金属基材を用いることができる。基材10として鉄系の材料または非鉄系の材料を用いた場合には、加工性に優れるとともに、割れや欠けが生じにくくなる傾向にある。

[0028] 基材10として金属基材を用いた場合には、基材10は、たとえば、切削加工または放電加工などの従来の金属加工法により形成することができる。

また、酸化イットリウムと、窒素と、4 A 族元素のカチオンとを含む打錠表面層 20 は、たとえば、スパッタリングまたはイオンプレーティングなどの物理的蒸着法 (PVD) によって基材 10 の先端の表面上に形成することができる。

[0029] 図 2 に示す例において、打錠表面層 20 の厚さは、たとえば $0.1\ \mu\text{m}$ ~ $5\ \mu\text{m}$ 程度とすることができる。また、図 2 に示す例において、基材 10 と打錠表面層 20 との間に接着層が含まれている場合には、接着層の厚さは、たとえば $0.01\ \mu\text{m}$ ~ $1\ \mu\text{m}$ 程度とすることができる。

[0030] 図 3 に、実施形態の打錠装置に用いられる杵先の他の一例の模式的な拡大断面図を示す。図 3 に示す例は、基材 10 と打錠表面層 20 との間に中間層 30 を備えている点に特徴がある。中間層 30 としては、基材 10 よりも硬度が高く、かつ、打錠表面層 20 よりも靱性が高い部分を有する層を用いることができる。これにより、打錠表面層 20 が割れたり、打錠表面層 20 が基材 10 から剥離したりするのを抑制することができる。

[0031] 図 3 に示す例において、中間層 30 の厚さは、たとえば $0.2\ \mu\text{m}$ ~ $5\ \mu\text{m}$ 程度とすることができる。また、図 3 に示す例において、中間層 30 の厚さは、たとえば $0.1\ \mu\text{m}$ ~ $5\ \mu\text{m}$ 程度とすることができる。

[0032] 図 4 に、実施形態の打錠装置に用いられる杵先の他の一例の模式的な拡大断面図を示す。図 4 に示す例において、中間層 30 は、基材 10 側から、第 1 の接着層 32 A、第 1 の緩衝層 31 A、第 2 の緩衝層 31 B、および第 2 の接着層 32 B がこの順に積層された積層体から構成されている。接着層は、接着層の両面のそれぞれに配置された層間の接着強度を向上させるための層である。緩衝層は、緩衝層の両面のそれぞれに配置された層間の硬さの差および／または靱性の差を緩衝するための層である。なお、接着層が緩衝作用を有する場合もあり、緩衝層が接着作用を有する場合もある。

[0033] 図 5 に、実施形態の打錠装置に用いられる杵先の他の一例の模式的な拡大断面図を示す。図 5 に示す例において、中間層 30 は、基材 10 側から、第 1 の接着層 32 A、緩衝層 31、および第 2 の接着層 32 B がこの順に積層

された積層体から構成されている。

[0034] 図6に、実施形態の打錠装置に用いられる杵先の他の一例の模式的な拡大断面図を示す。図6に示す例において、中間層30は、基材10側から、第1の接着層32A、第1の緩衝層31A、第2の緩衝層31B、第2の接着層32B、第3の接着層32C、および第4の接着層32Dがこの順に積層された積層体から構成されている。

[0035] すなわち、緩衝層は、図4および図6に示すように、複数層からなるものであってもよく、図5に示すように単層からなるものであってもよい。接着層も、図4および図5に示すように、緩衝層の両面のそれぞれの側において単層からなるものであってもよく、図6に示すように、緩衝層の一方の面側において複数層、他方の面側において単層からなるものであってもよく、さらに、緩衝層の両面のそれぞれの側において複数層からなるものであってもよい。

[0036] なお、図4の中間層30において、実質的に中間層となる緩衝層31A、31Bとの間に単層あるいは複数層からなる接着層を設けてもよい。また、上記緩衝層（実質的な中間層）に他の層との接着層を設けた場合には、上記中間層は接着層を含むものとなる。

[0037] また、図5に示す例において、緩衝層31と基材10とを直接的に接合することができる。さらに、図5に示す例において、緩衝層31と打錠表面層20とを直接的に接合することができる。

[0038] 緩衝層および接着層ともに、たとえば、スパッタリングまたはイオンプレーティングなどの物理的蒸着法（PVD）により形成可能である。

[0039] 緩衝層は、たとえば硬度の低い金属基材等からなる基材10側から硬度の高い打錠表面層20側に向けて高硬度となるように硬度が変化するものとすることができる。たとえば、図4および図6のように、積層構造の緩衝層31A、31Bの場合には、打錠表面層20側の緩衝層31Bの硬度を金属基材等からなる基材10側の緩衝層31Aの硬度よりも高くすることにより、少なくとも打錠表面層20側の表面部分において基材10よりも硬度が高く

なるように硬度を段階的に変化させることができる。また、図5に示すように単層構造の緩衝層31の場合には、緩衝層の厚み方向に組成を変化させる（たとえば金属基材等からなる基材10に近づくにつれて窒素濃度を低減する）ことにより、硬度を連続的に変化させることができる。

[0040] 緩衝層は、たとえば、M-A系（Mは、チタン、クロム、ニッケル、ジルコニウム、アルミニウム、またはシリコンであり、Aは、窒素、炭素、または酸素である。）の窒化物、炭化物、または酸化物からなる。

[0041] 接着層は、たとえば、チタン、クロム、ニッケル、ジルコニウム、イットリウム、アルミニウム、およびシリコンからなる群から選択された少なくとも1つを含む金属、または金属の酸化物を含む層を用いることができる。すなわち、接着層は、たとえば、チタン、クロム、ニッケル、ジルコニウム、イットリウム、アルミニウム、シリコンの金属単体やそれらの混合物、または、上記金属単体の酸化物もしくは上記金属を複数含む酸化物からなる。

[0042] 緩衝層を構成する素材および接着層を構成する素材は、適宜選択して組み合わせることが可能である。なお、緩衝層の厚み（合計）は、たとえば0.2 μm ~ 5 μm 程度とすることができる。

[0043] なお、「杵」とは、錠剤を打錠する際に錠剤に接する部分を含むものであればよく、たとえば打錠装置に固定される本体部分に対して着脱可能とされた先端部分であってもよい。また、「打錠表面層」とは、打錠時に、打錠される粉末材料と接触する接触面を最表面とする杵又は臼の最表面層を意味する。

[0044] 実施形態の打錠装置の上杵14、下杵16および臼13は、医薬品、農薬、肥料、食品およびトイレタリ品からなる群から選択された少なくとも1つを打錠するために用いることができる。

[0045] 医薬品は、人や動物の疾病の診断、治療または予防を行うために与えられる薬品であり、特に打錠障害を誘引しやすい医薬品としては、たとえば、2-[6-[(3R)-3-アミノ-1-ピペリジニル]-3,4-ジヒドロ-3-メチル-2,4-ジオキソ-1(2H)-ピリミジニル]メチル]

ーベンゾニトリル（一般名：アログリプチン（A l o g l i p t i n）またはその塩、イブプロフェン、ビタミンC、アスコルビン酸、またはマレイン酸トリメブチン等を挙げることができるが、これ以外にも様々な医薬品が存在する。

[0046] なお、本明細書において、「打錠障害」とは、たとえば、スティッキング（杵に粉末が付着する現象）、バインディング（臼と錠剤の摩擦が大きくなる現象）、キャッピング（錠剤が帽子状に剥離する現象）、またはラミネーティング（錠剤が層状に剥離する現象）等の、打錠時に生じる好ましくない現象を意味する。

[0047] 農薬は、農業の効率化または農作物の保存に使用される薬剤であり、農薬としては、たとえば、殺菌剤、防黴剤、殺虫剤、除草剤、殺鼠剤、または植物成長調整剤（たとえば植物ホルモン剤など）等を挙げることができる。

[0048] 肥料は、植物を生育させるための栄養分として、直接的または土壌等を介して間接的に植物に与えるものであり、肥料としては、たとえば、魚粕、骨粉、植物搾油粕等の有機質肥料や、硫安、尿素、硝安、塩安、燐安、過石、重過石、加工燐酸肥料、硫酸加里、または塩化加里等の化学肥料等を挙げることができる。

[0049] 食品は、人間が主に食事で摂取するものであり、食品としては、たとえば、錠菓、サプリメントを含む健康食品、またはカレーのルー等を挙げることができる。

[0050] トイレタリ品は、身体洗浄、身嗜み、または嗜好などを目的としたものであり、トイレタリ品としては、たとえば、入浴剤、洗浄剤、非塩素系ヌメリ取り剤、芳香材剤、または防虫剤等を挙げることができる。

実施例

[0051] <実施例の上杵および下杵の作製>

T S M規格のB - T y p eの平錠用の上杵および下杵のそれぞれの基材の先端の直径11.3mmの表面に、P V D法により、窒素と4A族元素とを含有する結晶質の酸化イットリウムを含む打錠表面層を形成することによっ

て、実施例の上杵および下杵を作製した。

[0052] <比較例の上杵および下杵の作製>

T S M規格のB - T y p eの上杵および下杵のそれぞれの先端の表面に硬質クローム（H C r）メッキからなる打錠表面層を形成することによって、比較例の上杵および下杵を作製した。

[0053] <粉末材料N o. 1の作製>

主剤としてイブプロフェン（I B U）を20質量%、賦形剤として乳糖を11.1質量%、結合剤としてコーンスターチを4.7質量%、崩壊剤として結晶セルロースを63.2質量%、および流動化剤としてシリカを1質量%含む混合粉末を作製した。そして、この混合粉末100質量部に対して滑沢剤としてステアリン酸マグネシウムを0.5質量部混合することによって、粉末材料N o. 1を作製した。

[0054] <粉末材料N o. 2の作製>

I B Uを40質量%、乳糖を8.3質量%、コーンスターチを3.5質量%、結晶セルロースを47.2質量%、およびシリカを1質量%含む混合粉末を作製した。そして、この混合粉末100質量部に対してステアリン酸マグネシウムを0.5質量部混合することによって、粉末材料N o. 2を作製した。

[0055] <粉末材料N o. 3の作製>

I B Uを60質量%、乳糖を5.5質量%、コーンスターチを2.3質量%、結晶セルロースを31.2質量%、およびシリカを1質量%含む混合粉末を作製した。そして、この混合粉末100質量部に対してステアリン酸マグネシウムを0.5質量部混合することによって、粉末材料N o. 3を作製した。

[0056] 上記のようにして作製した粉末材料N o. 1～N o. 3の構成を以下の表1にまとめる。

[0057]

[表1]

	粉末材料 No.		
	1	2	3
イブプロフェン	20	40	60
乳糖	11.1	8.3	5.5
コーンスターチ	4.7	3.5	2.3
結晶セルロース	63.2	47.2	31.2
シリカ	1	1	1
ステアリン酸マグネシウム	0.5	0.5	0.5

[0058] <上杵および下杵の打錠表面層への粉末材料の付着量確認試験>

株式会社特殊計測製の打錠機（TK-TB-50KN）に、上記のようにして作製した実施例の上杵および下杵を取り付け、実施例の上杵および下杵のそれぞれの打錠表面層を打錠面として粉末材料No. 1～No. 3をそれぞれ打錠し、直径11.3mmの表面および厚さ3mmの形状を有する錠剤（質量2g）を作製した。そして、実施例の上杵および下杵のそれぞれの打錠表面層の打錠後（100ショット後）の表面状態を確認した。

[0059] また、実施例の上杵および下杵に代えて、比較例の上杵および下杵を取り付けたこと以外は上記と同一の方法および条件で、粉末材料No. 1～No. 3をそれぞれ打錠して錠剤を作製した。そして、比較例の上杵および下杵のそれぞれの打錠表面層の打錠後（100ショット後）の表面状態を確認した。

[0060] なお、打錠時の加圧方式は、予圧および本圧の2段階の加圧方式とし、打錠時の荷重は9～12kNとし、杵の移動速度は70mm/秒とした。当該付着量確認試験の試験条件を以下の表2にまとめる。

[0061] [表2]

打錠機	（株）特殊計測製 TK-TB-50KN
杵	直径11.3mm 平錠用上下（TSM規格B-Type）
加圧方式	下杵加圧方式（予圧・本圧2段階加圧）
荷重	9～12kN
杵移動速度	70mm/sec
錠剤形状	直径11.3mm×厚さ3mm

[0062] 図7に、実施例および比較例の上杵および下杵のそれぞれの粉末材料N o. 1～N o. 3の打錠前と100ショット打錠後の打錠表面層の表面状態を示す。図7に示すように、実施例の上杵の粉末材料N o. 1の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（b））、粉末材料N o. 2の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（c））、および粉末材料N o. 3の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（d））は、それぞれ、実施例の上杵の打錠前の打錠表面層の表面状態（図7（a））と比べてあまり変化がなかった。特に、粉末材料N o. 1およびN o. 2の打錠後の実施例の上杵の打錠表面層には粉末材料の付着は確認されず、粉末材料N o. 3の打錠後の比較例の上杵の打錠表面層にわずかな粉末材料の付着が確認される程度であった。

[0063] また、実施例の下杵の粉末材料N o. 1の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（f））、粉末材料N o. 2の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（g））、および粉末材料N o. 3の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（h））も、それぞれ、実施例の下杵の打錠前の打錠表面層の表面状態（図7（e））と比べてあまり変化がなかった。実施例の上杵と同様に、粉末材料N o. 1およびN o. 2の打錠後の実施例の上杵の打錠表面層には粉末材料の付着は確認されず、粉末材料N o. 3の打錠後の比較例の上杵の打錠表面層にわずかな粉末材料の付着が確認される程度であった。

[0064] 一方、比較例の上杵の粉末材料N o. 1の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（j））、粉末材料N o. 2の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（k））、および粉末材料N o. 3の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（l））は、それぞれ、比較例の上杵の打錠前の打錠表面層の表面状態（図7（i））と比べて明らかに変化していた。特に、粉末材料N o. 1の打錠後の比較例の上杵の打錠表面層には白色の膜が付着しており、粉末材料N o. 2の打錠後の比較例の上杵の打錠表面層には白色の膜の付着と白色の膜への粉末材料の堆積が確認された。また、粉末材料N o. 3の打錠後の比較例の上杵の打錠表面層には白色の膜の付着と白色の膜への粉末材料の凝集体が確認された。

[0065] また、比較例の下杵の粉末材料N o. 1の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（n））、粉末材料N o. 2の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（o））、および粉末材料N o. 3の打錠後の打錠表面層の表面状態（図7（p））も、それぞれ、比較例の下杵の打錠前の打錠表面層の表面状態（図7（m））と比べて明らかに変化していた。比較例の上杵と同様に、粉末材料N o. 1の打錠後の比較例の下杵の打錠表面層には白色の膜が付着しており、粉末材料N o. 2の打錠後の比較例の下杵の打錠表面層には白色の膜の付着と白色の膜への粉末材料の堆積が確認された。また、粉末材料N o. 3の打錠後の比較例の下杵の打錠表面層には白色の膜の付着と白色の膜への粉末材料の凝集体が確認された。

[0066] したがって、図7に示す結果から、実施例の上杵および下杵は、比較例の上杵および下杵と比べて、粉末材料の付着量を低減することができることが確認された。また、図7に示す結果から粉末材料中のIBUの含有量に比例して、粉末材料の付着量が増大する傾向にあることが確認された。

[0067] <滑沢剤を含まない粉末材料の打錠後の錠剤の表面状態確認試験>

滑沢剤としてのステアリン酸マグネシウムを混合しなかったこと以外は粉末材料N o. 3と同様にして粉末材料N o. 4を作製した。すなわち、粉末材料N o. 4は、IBUを60質量%、乳糖を5.5質量%、コーンスターチを2.3質量%、結晶セルロースを31.2質量%、およびシリカを1質量%含む混合粉末であった。

[0068] そして、株式会社特殊計測製の打錠機（TK-TB-50KN）に、実施例の上杵および下杵を取り付け、実施例の上杵および下杵のそれぞれの打錠表面層を打錠面として粉末材料N o. 4を連続的に打錠して錠剤を作製した。そして、1ショット、3ショットおよび400ショットの連続打錠後のそれぞれの錠剤の表面状態を確認した。

[0069] また、実施例の上杵および下杵に代えて、比較例の上杵および下杵を取り付けたこと以外は上記と同一の方法および条件で、粉末材料N o. 4をそれぞれ連続打錠して錠剤を作製した。そして、1ショット、3ショットおよび

30ショットの連続打錠後のそれぞれの錠剤の表面状態を確認した。

[0070] なお、錠剤の表面状態は、以下のようにして確認した。まず、測定器としてKEYENCE製の「MICRO SCOPE VH X-5000」を用い、同軸落射および照度20の照明条件で、レンズの倍率を20倍として、CCDカメラにより錠剤の表面を撮影した。そして、撮影された錠剤の表面の画像について2値化処理を行い、錠剤の表面の曇り、微小な凹凸および欠落部を暗く表示するとともに、平滑部のみが赤色で表示されるように閾値を設定し、錠剤の表面全体の面積に対する赤色部の面積比率（平滑部の面積比率）[%]を算出することにより行なった。その結果を図8に示す。

[0071] 図8に示すように、実施例の上杵および下杵を用いて連続打錠した場合には、1ショット、3ショットおよび400ショットの連続打錠後の錠剤の表面の平滑部の面積比率は、それぞれ、71%、70%および80%であり、400ショットの連続打錠後においても錠剤の表面の平滑度が維持されており、錠剤を商品として出荷できるレベルであること（図8において「OK」と表示）が確認された。

[0072] 一方、図8に示すように、比較例の上杵および下杵を用いて連続打錠した場合には、1ショット、3ショットおよび30ショットの連続打錠後の錠剤の表面の平滑部の面積比率は、それぞれ、59%、54%および51%であり、3ショットの連続打錠後の錠剤において既に出荷できないレベルであり（図8において「NG」と表示）、その後、30ショットまで連続打錠した場合でも錠剤の表面の平滑度は回復しないことが確認された。

[0073] したがって、図8に示す結果から、実施例の上杵および下杵は、比較例の上杵および下杵と比べて、連続打錠後の錠剤の表面の平滑度を向上させることができ、より長期間の使用が可能であることが確認された。

[0074] 滑沢剤を含まない粉末材料を打錠した場合には、通常、打錠後の錠剤の表面の平滑度は非常に低くなる。それに関わらず、実施例の上杵および下杵においては、滑沢剤を含まない粉末材料の連続打錠という非常に過酷な条件で上記の平滑度を達成できたということは、実施例の上杵および下杵の打錠

表面層は打錠表面として非常に優れていると考えられる。

[0075] また、上記の錠剤の表面状態確認試験において、連続打錠のそれぞれのショット後に錠剤がスクレーパにより取り出されるが、錠剤の取り出し時にスクレーパにかかる荷重の最大値〔N〕を測定した。その結果を図9に示す。なお、図9においては、横軸が連続打錠のそれぞれのショット数を示し、縦軸がスクレーパの荷重最大値〔N〕を示している。

[0076] 図9に示すように、連続打錠のいずれのショット数においても、比較例の上杵および下杵を用いた場合のスクレーパの荷重最大値は、実施例の上杵および下杵を用いた場合のスクレーパの荷重最大値よりも低くなっていることが確認された。これは、比較例の上杵および下杵の打錠表面層には打錠後に白い膜が付着していることから、打錠表面層に付着した白い膜と錠剤の表面との摩擦力の最大値がスクレーパの荷重最大値として測定されたものであると考えられる。

[0077] 一方、実施例の上杵および下杵の打錠表面層にはそのような白い膜が付着していないことから、下杵の打錠表面層と錠剤の表面との間の摩擦力の最大値がスクレーパの荷重最大値として測定されたものであると考えられる。

[0078] <サプリメント錠剤の打錠試験>

主剤としてIBUに代えてアスコルビン酸（ビタミンC剤）を用い、賦形剤としての乳糖と滑沢剤としてのステアリン酸マグネシウム（配合量0.4%）と含む粉末材料を作製して、サプリメント錠剤を打錠する試験を行った。なお、本試験において、粉末材料以外の条件は上記と同様である。

[0079] この試験においても、実施例の上杵および下杵を用いた場合には、比較例の上杵および下杵を用いた場合に比較して、良好な打錠を行うことができた。したがって、実施例の上杵および下杵は、比較例の上杵および下杵と比べて、連続打錠後の錠剤の表面の平滑度を向上させることができ、より長期間の使用が可能であることが確認された。

[0080] 以上のように実施形態および実施例について説明を行なったが、上述の各実施形態および各実施例の構成を適宜組み合わせることも当初から予定して

いる。

[0081] なお、上記の実施形態および実施例においては、窒素と4A族元素とを含有する結晶質の酸化イットリウムを含む打錠表面層が、上杵および下杵の両方に用いられる場合について説明したが、上杵および下杵のいずれか一方のみに用いられてもよく、上杵および／若しくは下杵に代えて、または上杵および／若しくは下杵とともに、臼の粉末材料との接触面の少なくとも一部に用いられてもよい。

[0082] 今回開示された実施形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

符号の説明

[0083] 11 打錠装置、12 回転盤、13 臼、14 上杵、14a 杵先、14b 頭部、15 上杵保持盤、16 下杵、16a 杵先、16b 頭部、17 下杵保持盤、18 上杵ガイドレール、19 下杵ガイドレール、20 打錠表面層、30 中間層、31 緩衝層、31A 第1の緩衝層、31B 第2の緩衝層、32A 第1の接着層、32B 第2の接着層、32C 第3の接着層、32D 第4の接着層。

請求の範囲

- [請求項1] 基材と、
 前記基材上の打錠表面層と、を備え、
 前記打錠表面層は、窒素と4 A族元素とを含有する結晶質の酸化イ
 ットリウムを含む、打錠杵又は臼。
- [請求項2] 前記基材と前記打錠表面層との間の中間層をさらに備えた、請求項
 1に記載の打錠杵又は臼。
- [請求項3] 前記中間層は、緩衝層と、接着層とを含む、請求項2に記載の打錠
 杵又は臼。
- [請求項4] 前記緩衝層は、単層である、請求項3に記載の打錠杵又は臼。
- [請求項5] 前記緩衝層は、複数層である、請求項3に記載の打錠杵又は臼。
- [請求項6] 前記接着層は、単層である、請求項3から請求項5のいずれか1項
 に記載の打錠杵又は臼。
- [請求項7] 前記接着層は、前記基材と前記緩衝層との間、および前記緩衝層と
 前記打錠表面層との間のいずれか一方に配置されている、請求項6に
 記載の打錠杵又は臼。
- [請求項8] 前記緩衝層は、複数層である、請求項3から請求項5のいずれか1
 項に記載の打錠杵又は臼。
- [請求項9] 前記接着層は、前記基材と前記緩衝層との間、および前記緩衝層と
 前記打錠表面層との間の少なくとも一方に配置されている、請求項8
 に記載の打錠杵又は臼。
- [請求項10] 前記中間層は、前記基材よりも硬度が高く、かつ、前記打錠表面層
 よりも靱性が高い部分を有する、請求項3から請求項9のいずれか1
 項に記載の打錠杵又は臼。
- [請求項11] 前記緩衝層は、少なくとも前記打錠表面層側の表面部分において前
 記基材よりも硬度が高い、請求項3から請求項10のいずれか1項に
 記載の打錠杵又は臼。
- [請求項12] 前記緩衝層は、組成の変化により、硬度が連続的に変化する層であ

る、請求項 3 から請求項 1 1 のいずれか 1 項に記載の打錠杵又は臼。

[請求項13] 前記緩衝層は、M－A系（Mは、チタン、クロム、ニッケル、ジルコニウム、アルミニウム、またはシリコンであり、Aは、窒素、炭素、または酸素である）の窒化物、炭化物または酸化物を含む、請求項 3 から請求項 1 2 のいずれか 1 項に記載の打錠杵又は臼。

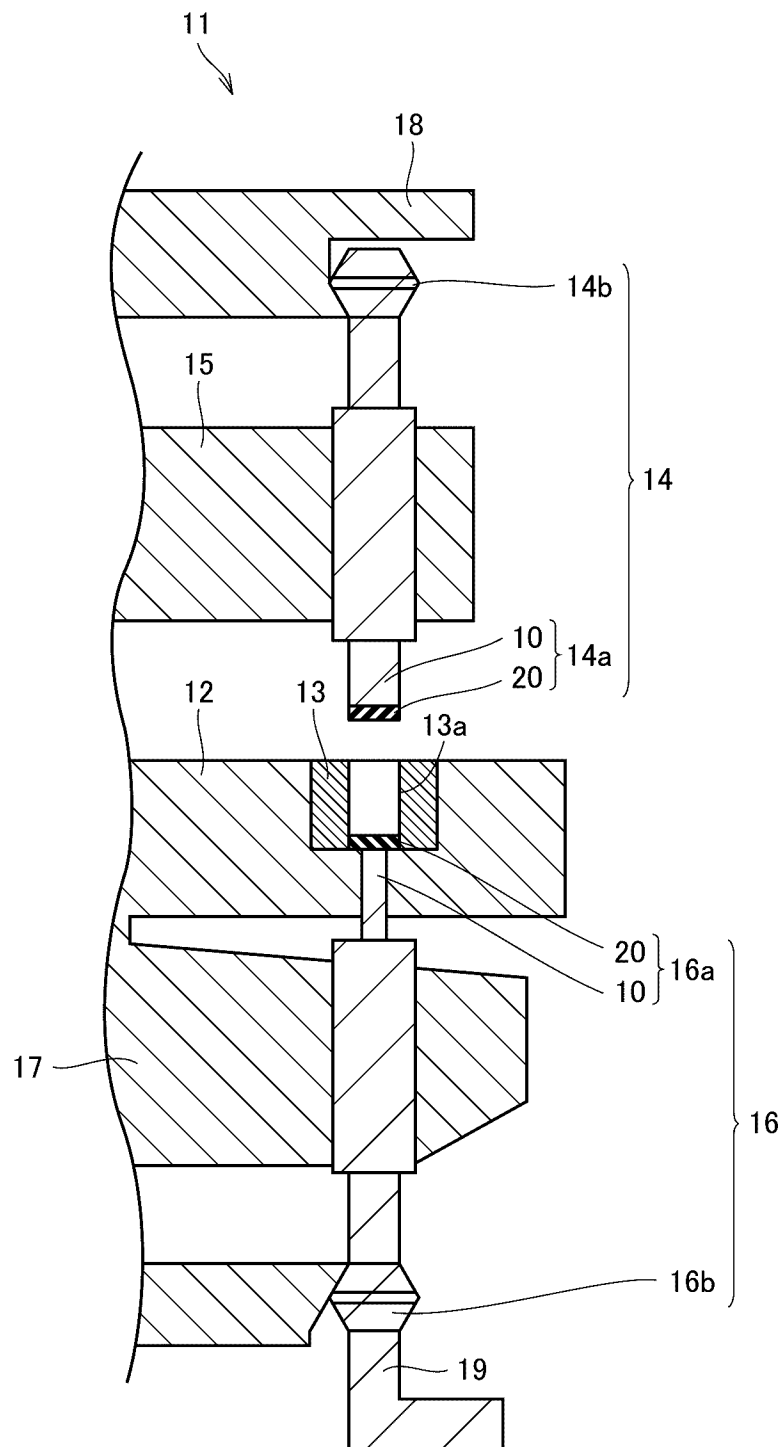
[請求項14] 前記接着層は、チタン、クロム、ニッケル、ジルコニウム、イットリウム、アルミニウム、およびシリコンからなる群から選択された少なくとも 1 つを含む金属、または前記金属の酸化物を含む、請求項 3 から請求項 1 3 のいずれか 1 項に記載の打錠杵又は臼。

[請求項15] 前記打錠杵又は臼は、医薬品、農薬、肥料、食品、およびトイレタリ品からなる群から選択された少なくとも 1 つを打錠するために用いられる、請求項 1 から請求項 1 4 のいずれか 1 項に記載の打錠杵又は臼。

[請求項16] 請求項 1 から請求項 1 5 のいずれか 1 項に記載の打錠杵又は臼を含む、打錠装置。

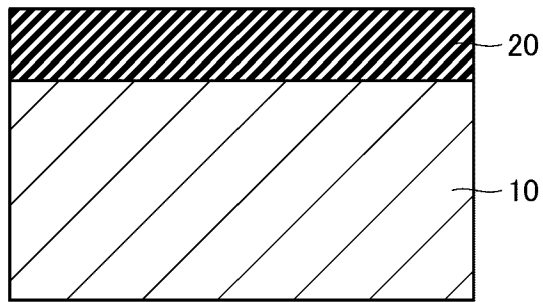
[図1]

FIG.1



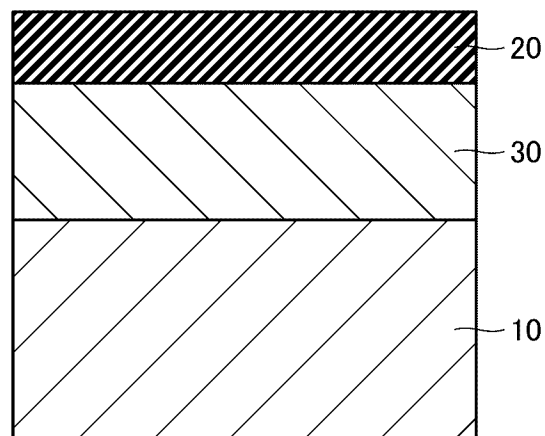
[図2]

FIG.2



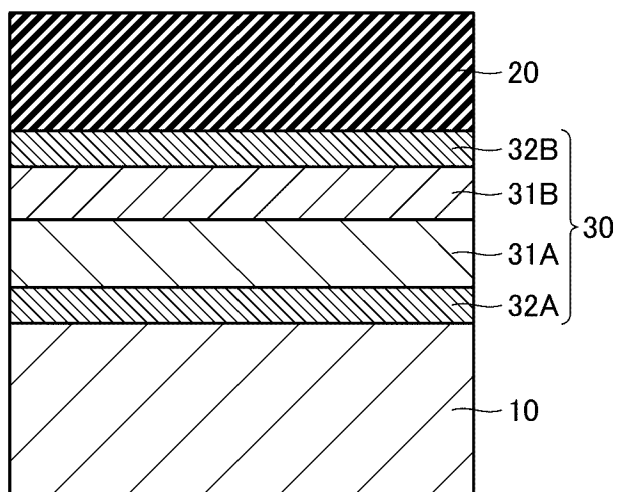
[図3]

FIG.3



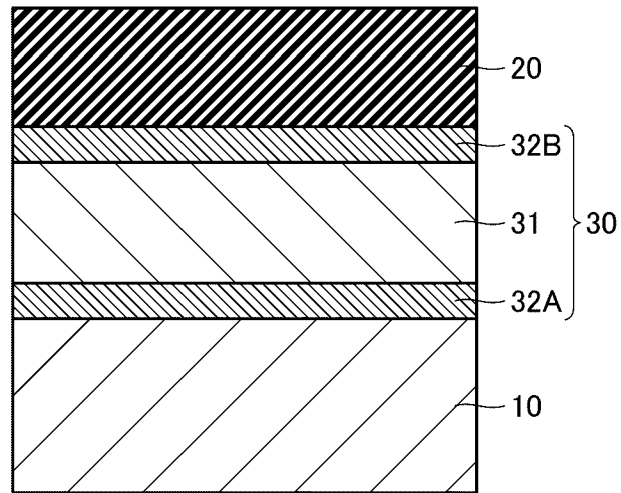
[図4]

FIG.4



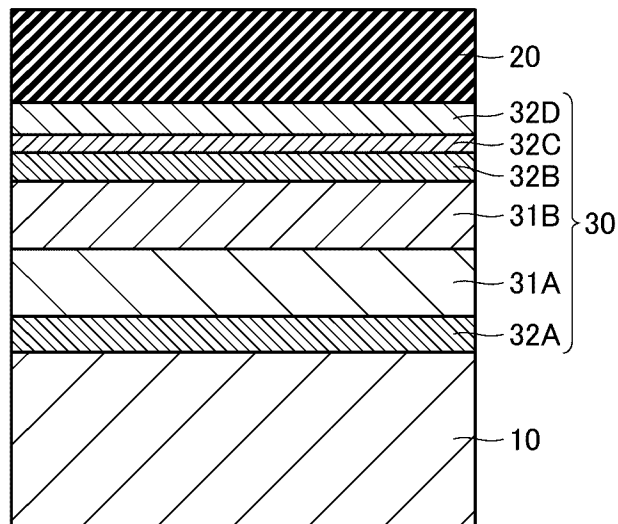
[図5]

FIG.5



[図6]

FIG.6



[図7]

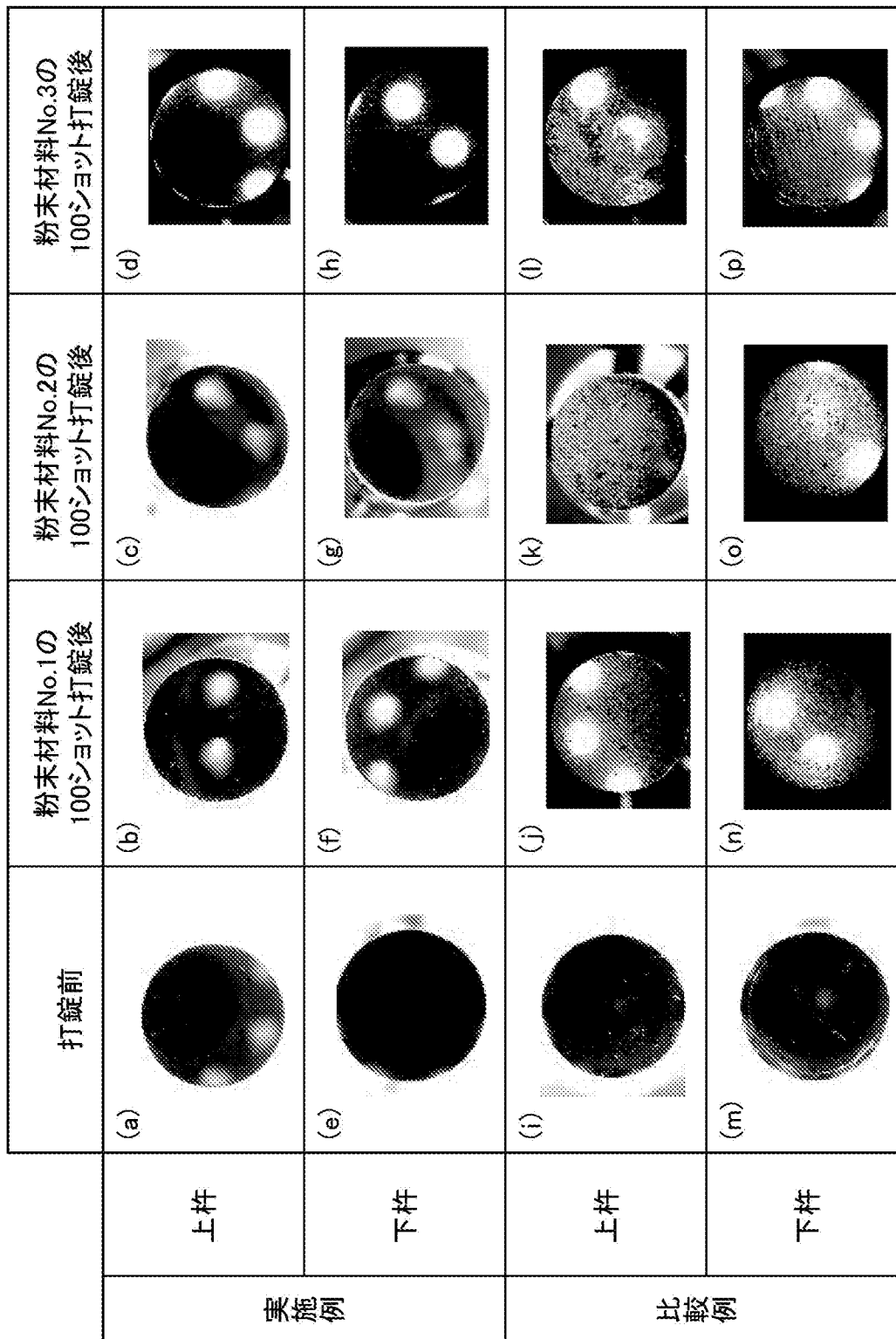


FIG.7

[図8]

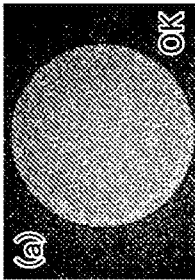
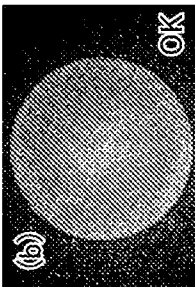
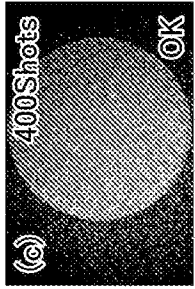
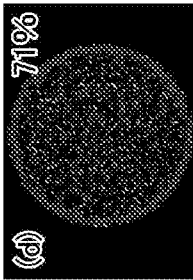
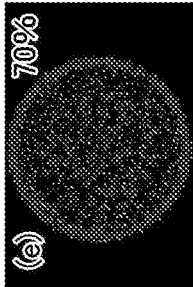
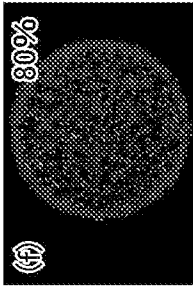
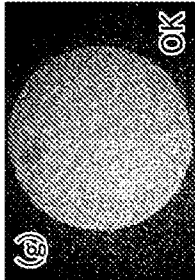
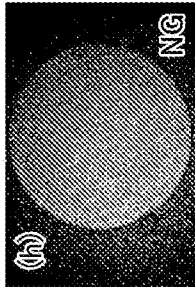
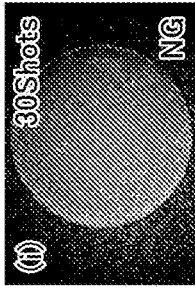
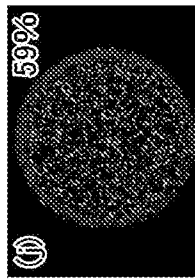
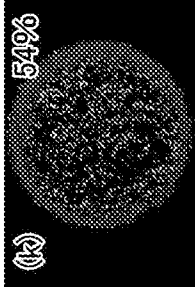
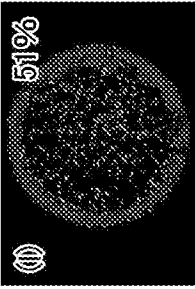
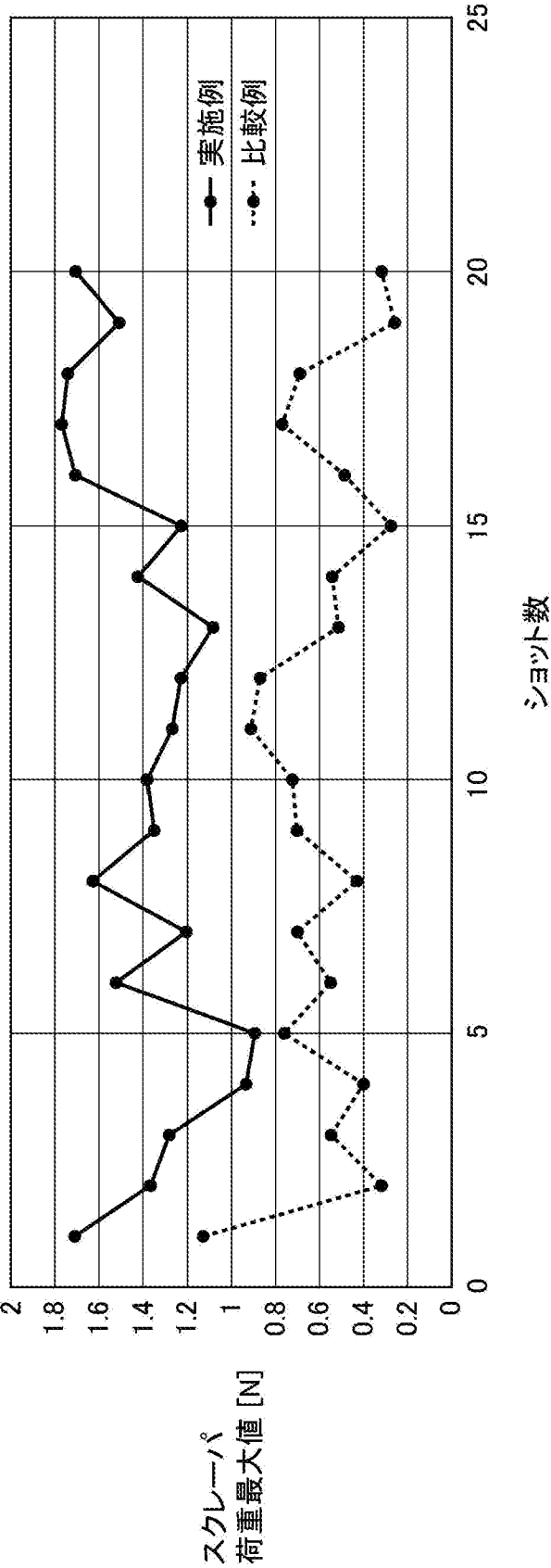
		1ショット後	3ショット後	連続打錠後
実施例	錠剤表面			
	2値化処理			
比較例	錠剤表面			
	2値化処理			

FIG.8

FIG.9

[図9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/084238

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B30B11/02(2006.01)i, A61J3/10(2006.01)i, C23C14/08(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B30B11/02, A61J3/10, C23C14/08

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2009/098904 A1 (LTT Bio-Pharma Co., Ltd.), 13 August 2009 (13.08.2009), paragraphs [0074] to [0081]; fig. 1 & EP 2243864 A1 paragraphs [0074] to [0081]; fig. 1 & US 2010/0330385 A1 & CN 101939468 A & KR 10-2010-0114892 A	1-16
A	JP 7-80851 A (Ricoh Co., Ltd.), 28 March 1995 (28.03.1995), paragraphs [0014] to [0015]; fig. 1 (Family: none)	1-16

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
30 January 2017 (30.01.17)

Date of mailing of the international search report
07 February 2017 (07.02.17)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/084238

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2006-315076 A (Fuyou Kogyo Co., Ltd.), 24 November 2006 (24.11.2006), entire text; all drawings & US 2007/0196532 A1 entire text; all drawings & WO 2006/123607 A1 & EP 1882468 A1	1-16

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. B30B11/02(2006.01)i, A61J3/10(2006.01)i, C23C14/08(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. B30B11/02, A61J3/10, C23C14/08

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	WO 2009/098904 A1（株式会社L T T バイオファーマ）2009.08.13, 段落 [0074] - [0081], 図1 & EP 2243864 A1 段落 [0074] - [0081], 図1 & US 2010/0330385 A1 & CN 101939468 A & KR 10-2010-0114892 A	1-16
A	JP 7-80851 A（株式会社リコー）1995.03.28, 段落 [0014] - [0015], 図1（ファミリーなし）	1-16

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

30.01.2017

国際調査報告の発送日

07.02.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

石川 健一

3 P

3507

電話番号 03-3581-1101 内線 3363

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2006-315076 A (芙蓉工業株式会社) 2006. 11. 24, 全文, 全図 & US 2007/0196532 A1 全文, 全図 & WO 2006/123607 A1 & EP 1882468 A1	1-16