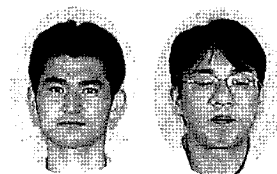


濾過機能付 PV ミキサーの開発

Development of PVF (PV MIXER with filtration function)



(化)技術部装置グループ
戸嶋 大 輔
Daisuke Tojima
半田 裕 利
Hirotochi Handa

化成品、医薬品などの製造工程では、反応、晶析、濾過、乾燥など多くの工程があり、これらを一台の密閉容器内で処理することは、設備の簡略化、省スペース化だけでなく、コンタミの軽減、洗浄の容易さなど多くの利点がある。

優れた混合性能で粉体の混合、乾燥をはじめ、反応、晶析、濃縮など様々な用途で使用されている PV ミキサーに、新たに濾過機能を付加した濾過機能付 PV ミキサーを開発した。

Manufacturing process of chemical and pharmaceutical industries consists of many processes, such as reaction, crystallization, filtration and drying. So, if those processes can be done with only one machine, we can get a lot of advantages, namely, reduced contamination, easy cleaning, as well as simple operation and saving machine space.

We have developed the new additional function of PV MIXER, and named PVF, which is used in the various processes such as reaction, crystallization and condensation.

Key Words :

PV ミキサー
濾 過
乾 燥
焼結金網フィルター

PV MIXER
Filtration
Drying
Sintered metal screen

まえがき

粉体製品をえるまでには、反応、晶析、濾過、乾燥、混合、粉碎など様々な工程があり、その目的や用途によって様々な機器がもちいられている。一方、設備の簡略化、省スペース化、処理時間の短縮化の点より、一台の機器で多工程を効率的に処理可能な機器の開発が望まれている。

一台の密閉容器内で多工程の処理ができることは、設備の簡略化、省スペース化だけでなく、輸送時のクロスコンタミの低減、機器内の歩留りの低減、洗

浄の容易さなど多くの利点がある。

「PV ミキサー」は、逆円錐型容器内に多段傾斜パドル形状の攪拌翼を有し、製品を効率良く全体混合できる粉体の混合乾燥機である。現在、その優れた攪拌性能を生かし、反応、晶析、乾燥、混合、熱処理、調湿など様々な用途に使用されている。

本稿では、PV ミキサーに濾過機能を付加し、一台の密閉容器内で濾過、乾燥がおこなえる濾過機能付 PV ミキサーを開発したので紹介する。

1. 濾過機能付 PV ミキサーの構造

図1に濾過機能付 PV ミキサーの構造図を示す。

PV ミキサーの攪拌翼は、傾斜パドル翼を多段に配置した形状である。攪拌翼の回転にともない内容物は缶壁面に沿って段階的に上部へ移送され最上部まで達すると軸方向に移動し、さらにセンター軸側から缶底方向へ移動し全体混合される。また、多段に配置されたパドル翼先端部のせん断作用によって、移送と同時に効率良く混合される。

攪拌槽は、上部槽と下部槽に分割できる構造であり、濾過機能は下部槽に附属している。上部槽は外套から加熱される従来の PV ミキサーと同じ構造である。下部槽は円錐部分に焼結金網フィルターを設けた構造であり、外套から加熱できる構造である。

下部槽の焼結金網フィルターは組立構造になっているため、取り外し分解洗浄が可能である。また、

焼結金網フィルターは、缶壁とメタルタッチ構造であるため、外套からの伝熱が良く、乾燥工程において、上部槽だけでなく下部槽も乾燥性能に寄与できる構造である。

焼結金網フィルターは、濾布とは異なりフィルターの剛性が高いため、濾液排出口より缶内に圧縮エアを吹込むことによりフィルターを逆圧洗浄できる構造である。

濾過機能付 PV ミキサーは、缶内に駆動部がなく、逆円錐型容器であるため容器の全容積に対する粉体仕込量が多く、濾過工程でスラリーを追いチャージすることにより、一度に大量の粉体を処理することができる。

また、PV ミキサーと同様に直下型排出バルブを使用しているため、乾燥後の粉体の全量排出が可能である。

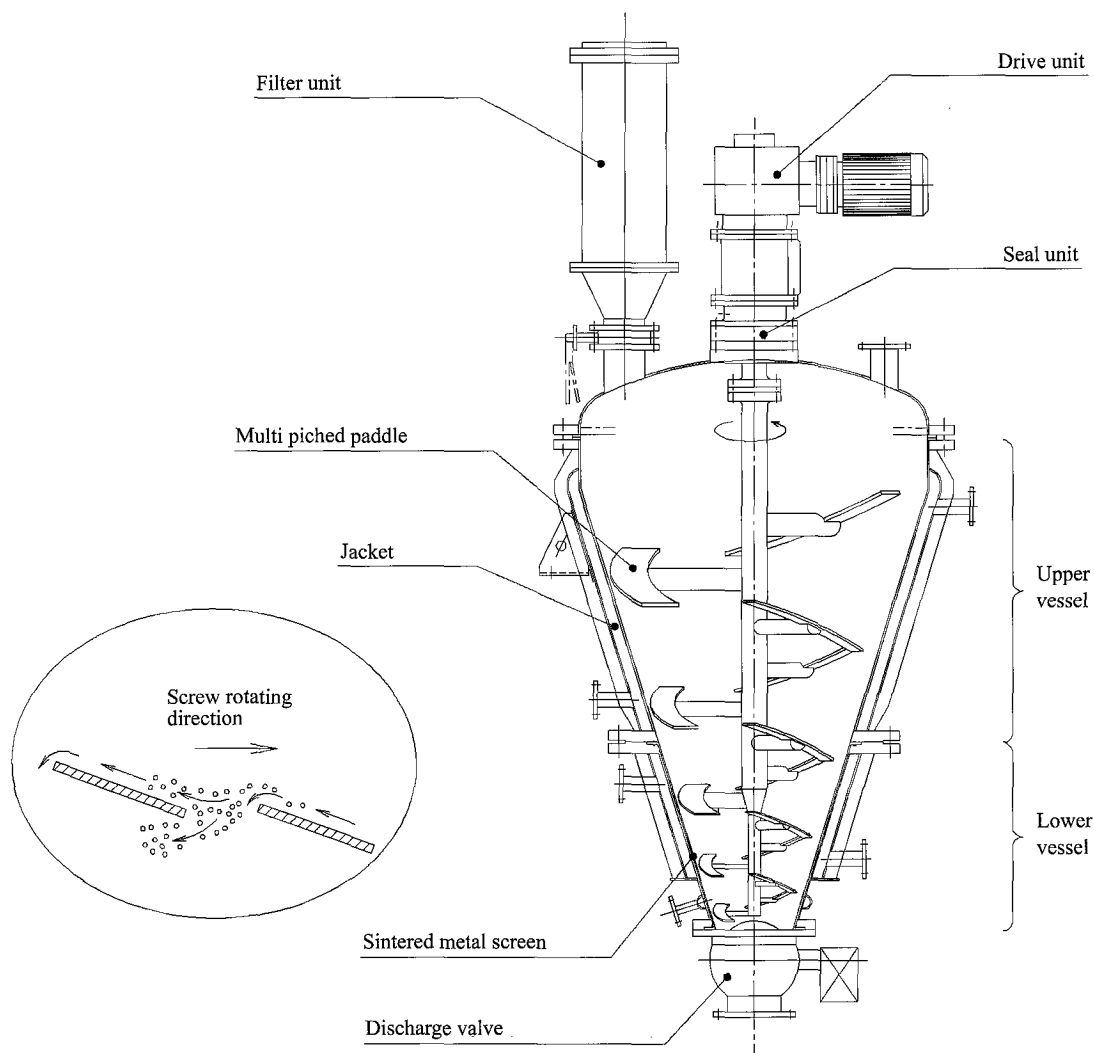


図 1 濾過機能付 PV ミキサー
Fig.1 PVF (PV MIXER which has the filtration function)

2. 濾過機構と各工程

図2は濾過機能付PVミキサーの濾過機構を模式的に示したものである。

前工程で晶析等によって生成されたスラリーを投入口よりミキサー内に投入し、攪拌翼をゆっくりと回転させながら加圧濾過する。スラリーはフィルター部で固液分離され、フィルター部を通過した濾液は、集液され濾液排出口より缶外に排出される。

濾過終了後缶内に残ったケーキは、場合により洗浄工程をおこない再度濾過される。その後、缶内を減圧にし、外套より加熱してPVミキサーの強力な攪拌作用によって、湿潤ケーキを均一に循環混合させながら短時間で乾燥する。

乾燥した製品は、直下型排出バルブにより全量排出される。

3. 濾過機能付PVミキサーの特長

濾過機能付PVミキサーの特長として以下の点があげられる。

(1) 濾過面積が広い

下部槽の円錐部分にフィルターを備えているため濾過面積を広く取れる。内容物によって濾過面積を自由に設定できる。

(2) フィルター部でも熱伝達ができる。

フィルターは焼結金網を使用しており、缶体伝熱面にメタルタッチで設置されているため外套からの熱伝達が可能である。

(3) フィルター部の洗浄が容易

- ・逆圧洗浄 焼結金網フィルターは剛性が高いため、フィルターが目づまりを起こした場合、逆圧洗浄ができる。
- ・取り外し洗浄 焼結金網フィルターは組立構造であるため、本体から取り外し洗浄が容易にできる。また、目開きの異なるフィルター、濾過面積の異なるフィルターと交換が可能である。

(4) 大量の粉体が処理できる。

攪拌槽容量に対する仕込量が多いため、原料を追いチャージして一度に大量の粉体を濾過乾燥できる。

(5) 全量排出が可能

フィルター部が円錐部分にあるため、短時間で内容物を全量排出できる。

4. テスト装置

濾過機能付PVミキサーのテスト機を使用して、濾過及び乾燥テストを実施した。図3に濾過機能付PVミキサーのテスト機の概略を示す。

4.1 テスト方法

- ①缶内に炭酸カルシウム25 kgと水65 kgを投入してスラリーを作り、スラリーを混合して缶内に均一に分散させる。
- ②混合後、上蓋の加圧口よりエアーを缶内に吹込み加圧する。

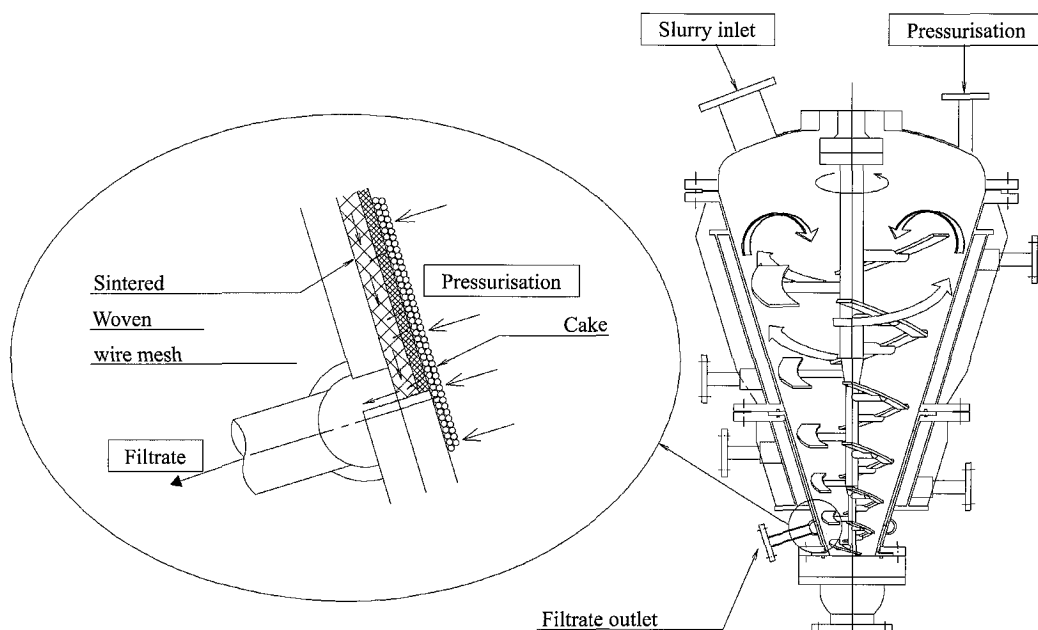


図2 濾過機構
Fig.2 Filtration mechanism

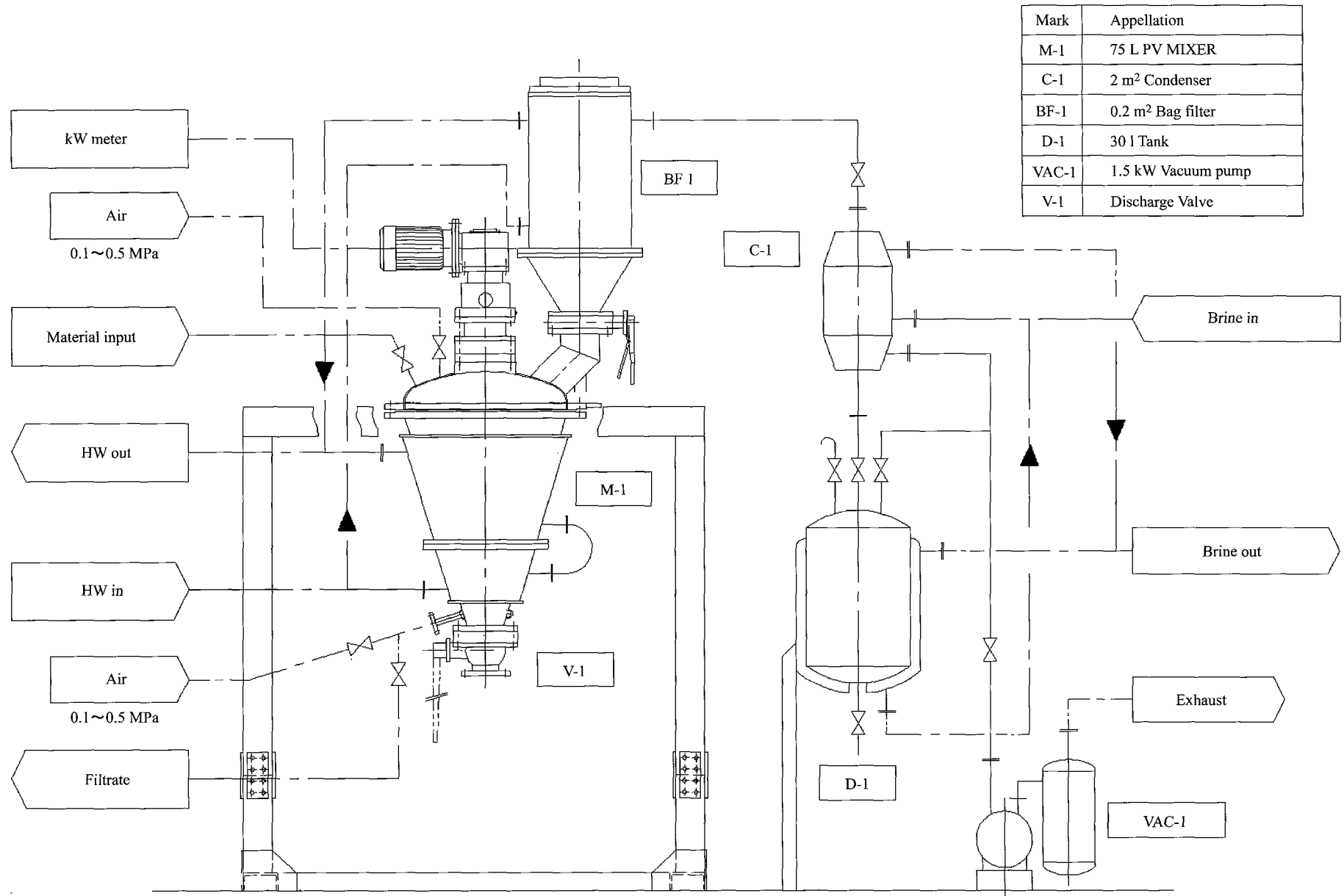


図 3 テスト装置
Fig.3 PV MIXER test unit

- ③缶内が所定の圧力になった後、濾液排出口のボールバルブを開き加圧濾過を開始する。
- ④濾過終了後、缶内を大気圧に戻した後、外套に温水を温水を通して減圧乾燥をおこなう。
- ⑤乾燥終了後、直下型排出バルブを開き内容物を排出する。

4.2 濾過性能

濾過テストの操作条件を表1に示す。

4.2.1 濾過温度の影響

図4に濾液温度の違いによる濾過速度の影響を示す。同図より、濾液温度80℃で濾過した場合の方が、25℃で濾過した場合より、濾過速度が約2.5倍速くなった。

一般的にケーキ内の濾液の流れを微粒子充填槽内の流動の一つであると仮定した場合、毛細管内の層流では Hagen-Poiseuille の下式が成立することが知られている。

$$\bar{u} = \frac{\Delta P d^2}{32 \eta L} \quad (1)$$

\bar{u} : 平均速度 [m/sec] η : 粘性率 [Pa·s]

ΔP : 圧力差 [Pa] L : 管長 [m]

d : 管内径 [m]

上式の粘性率は濾液の温度に依存するものであり、濾液温度によって濾過速度が変化することがわかる。本テストにおいても、80℃と25℃では濾過速度が約2.5倍になるのは、濾液温度25℃における水の粘性率と80℃における粘性率の違いであり、80℃の粘性率は25℃の粘性率の約1/2.5になることから理論式と良く一致した反比例関係になっている。

したがって、濾過工程においては製品の許容温度限界の粘度の低い状態で濾過することが濾過時間の短縮に大きく影響するといえる。

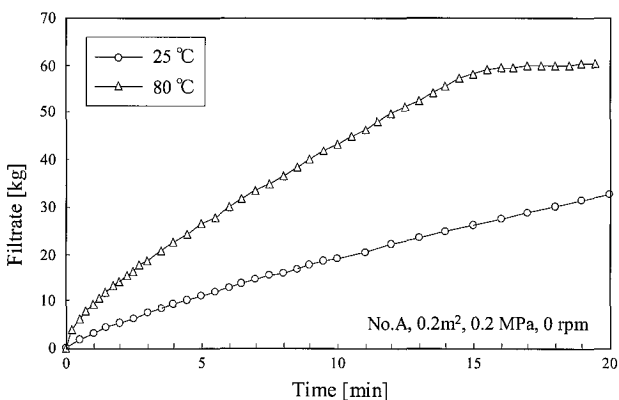


図4 濾過温度の影響
Fig.4 Effect of filtration temperature

4.2.2 濾過面積の影響

図5に濾過面積の違いによる濾過速度の影響を示す。

単位容積当たりの濾液量 Q は次式で示される。

$$Q = \bar{u}A \quad (2)$$

Q : 濾液量 [m³/s] \bar{u} : 平均速度 [m/s]

A : 濾過面積 [m²]

(2)式より、濾液量は、濾過面積に比例関係にある。テスト結果において濾過面積と濾過量は比例している。

濾過機能付 PV ミキサーの濾過面は円錐部に設置しているため、ミキサー全体の容量を変えることなく濾過面積のみを変えることが可能である。したがって実機においても内容物の性質によって濾過面積を選定することができる。

濾過面積0.1 m², 0.2 m²のいずれの場合も、濾液量60 kg 付近で急激に濾過速度が減少した。濾過の進行にともないスラリーからケーキ状の湿潤濾滓となるが、その時点で濾過速度は急激に低下し、濾液はほとんど排出されなくなる。これ以後は濾過が進

表1 操作条件 (濾過)
Table1 Operation condition (filtration)

	No.A CaCO ₃ (200 μm)	No.R CaCO ₃ (20 μm)	SS CaCO ₃ (4.5 μm)
Jacket temp. ℃	25, 80	80	80
Impeller speed rpm	0, 5	0, 5, 15, 35, 70	15
Filtration pressure MPa	0.2	0.1, 0.2, 0.4	0.1, 0.2, 0.4
Filtration area m²	0.1, 0.2	0.2	0.2

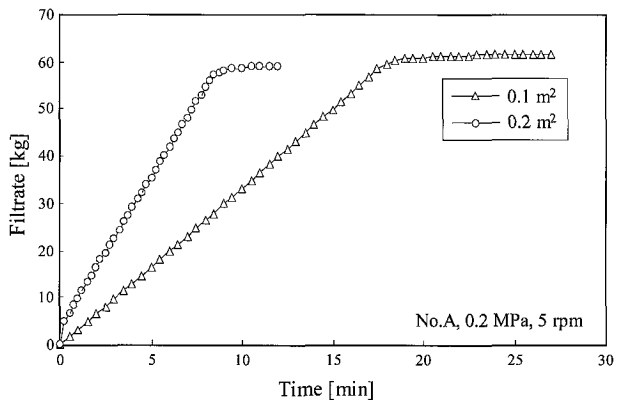


図5 濾過面積の影響
Fig.5 Effect of filtration area

行しないため乾燥工程に移行することが望ましい。この濾過終了点は圧力および内容物の粒径によって異なるが、濾過面積には影響されない。

4. 2. 3 濾過圧力の影響

図6に圧力の違いによる濾過速度の影響を示す。圧力を高くすることにより濾過速度は速くなり濾過時間は短くなった。図7にNO.AとNO.Rの含水率が20%、SSの含水率が40%に到達する時間と圧力の関係を示す。同図より、粒子径の比較的大きいNO.Aは圧力と到達時間はほぼ比例関係にあるが、粒子径の小さいNO.R、SSは、圧力が0.2 MPa以下の領域では比例関係を示すものの0.3 MPa以上では比例関係を示さない。これは、本テストで使用した炭酸カルシウムの濾過ケーキは圧縮性であるためである。粒子径の小さい粉体のケーキは、空隙率が大きいいため圧力の影響を受けやすく、圧力が高くなると圧縮され密になる。したがって、粒子径が小さいケーキほど圧力の影響が顕著になると考える。このことは、(1)式において表されている。ケーキが非圧

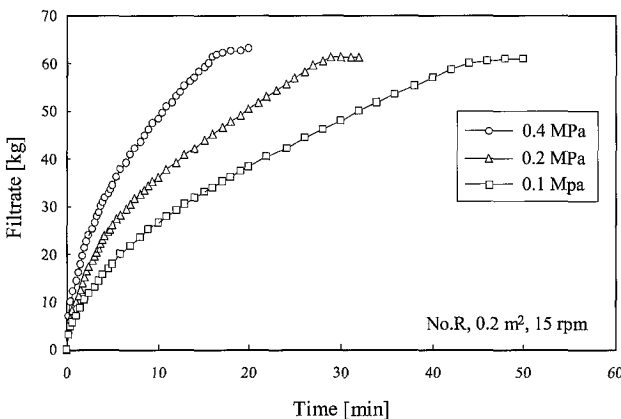


図6 濾過圧力の影響
Fig. 6 Effect of filtration pressure

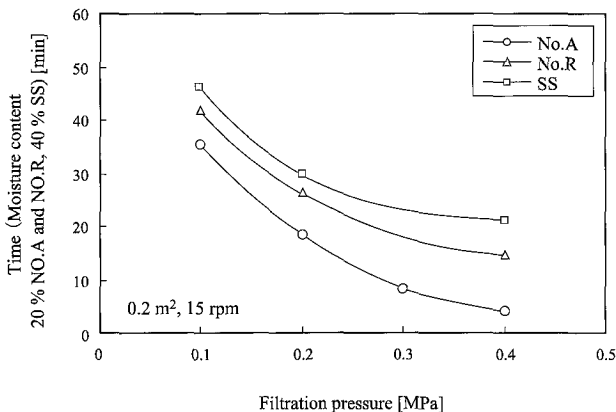


図7 濾過圧力と濾過速度の関係
Fig. 7 Relationship between filtration pressure and filtration rate

縮ではd(毛細管径)が圧力によって変化しないため濾過速度と圧力は比例関係にあるが、圧縮性の場合dが変化する(減少する)ため、圧力と濾過速度は比例関係を示さない。工業的に使用される粉体ケーキは圧縮性のもが多く、濾過圧力に比例して濾過速度は速くならないことが多い。したがって、適切な濾過圧力をテストで確認して、実機に適用する必要がある。

4. 2. 4 回転数の影響

図8にNO.R、図9にSSの加圧濾過中の攪拌翼の回転数の違いによる濾過速度の影響を示す。NO.Rは回転数が増加するに従い濾過速度が遅くなっており、SSはNO.Rとは反対に回転数の増加に伴い濾過速度が速くなった。

粒径および比重が大きいNO.Rの場合、濾過中は攪拌翼とフィルター部のクリアランスに形成されたケーキ層が、回転数の増加すなわち、遠心力の増加によってフィルター部に押しつけられると考える。つまり、ケーキ層は回転数の増加にしたがい攪拌翼

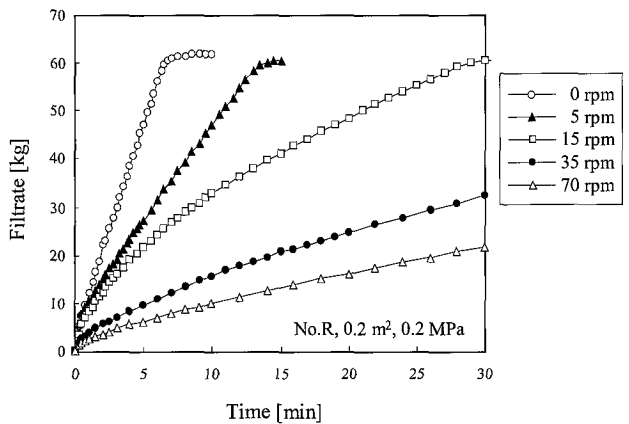


図8 回転数の影響 (No.R)
Fig. 8 Effect of rotating speed (No.R)

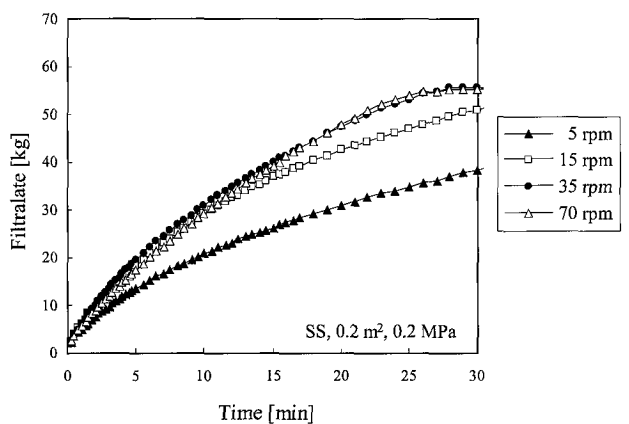


図9 回転数の影響 (SS)
Fig. 9 Effect of rotating speed (SS)

から圧力を受けて圧密され、濾過抵抗が大きくなるため濾過速度が低下するものと考えられる。

一方SSの場合、35 rpm以上では、濾過速度はほとんど変わらないが、回転数の減少により濾過速度が低下する傾向にある。これは、粒径が4.5 μmと極めて小さいため、スラリー濃度の低い場合、粉体は液中に均一に分散されやすく、また、スラリー濃度が高い場合であっても、粒径の大きい場合より粉体は分散されやすくなるため、フィルター部ではケーキ層が形成されにくいと考える。したがってNO.Rより粒子径が小さく、ケーキの圧縮性が大きいSSであっても、35 rpm以上はほとんど濾過速度は変わらないと考える。回転数の遅い場合は、粉体は分散されにくいいため、ケーキ層を形成し、濾過速度も遅くなると考える。したがって、回転数が遅い場合は濾過速度が遅くなると考える。

本結果ではNO.Rにおいては、攪拌翼を静止した場合、もっとも濾過時間が短かったが、濾過終了後の乾燥工程では、攪拌翼を回転させる必要がある。攪拌翼を静止した状態でケーキ濾過をおこなった場合、圧密されたケーキ層内に攪拌翼があるため、起動の際に大きい起動トルクが発生する。この起動トルクは非常に大きく攪拌軸系全体のサイズアップに影響する。このことから、攪拌翼の回転によって圧密ケーキが形成される粉体においても、経済設計および濾過速度の観点から攪拌翼を低速で回転しながら濾過をおこなう必要がある。

4.3 乾燥性能

加圧濾過終了後のケーキを外套より加熱し減圧乾燥を実施する。濾過機能付PVミキサーは、下部槽の壁面に焼結金網フィルターを設けているため、標準型PVミキサーの缶壁の伝熱より低下することが予想される。乾燥性能テストを実施し、表2に操作

条件を示す。

4.3.1 濃縮と濾過乾燥

図10は、原料のスラリーをPVミキサーで真空乾燥のみで濃縮した場合の乾燥時間と、同量のスラリーを濾過乾燥した場合の処理時間を比較したものである。同図より、濾過乾燥した場合の方が総運転時間が短くなった。含水率15%に達する時間を比較すると真空乾燥では濾過時間の約3倍かかることがわかる。しかし、通常含水率70%のものが、直接乾燥機に投入されることは無く、前工程の濾過機でいったん処理されてから、乾燥機に投入される。

濾過機能付きと標準型の乾燥性能比較は、濾過後の含水率12%から0.1%までの乾燥時間の差異によってえられる。乾燥性能比較テストでは、含水率12%の粉体量は、粉体全量が濾過面のみからの伝熱による乾燥になっているので、通常の缶壁からの伝熱と濾過面からの伝熱を直接比較することができる。総括伝熱係数(U値)を比較すると濾過部のU値は43 W/m²・℃に対して標準缶壁部は77 W/m²・℃となり、濾過面においても約1/2の伝熱性能がある。

表 2 操作条件 (乾燥)

Table2 Operation condition (drying)

	No.A CaCO ₃ (200 μm)	No.R CaCO ₃ (20 μm)
Jacket temp. ℃	80	80
Impeller speed rpm	Filtration 10 Drying 70	Filtration 15 Drying 70
Pressure kPa	Filtration 0.2 MPa Drying 2.7 kPa	Filtration 0.2 MPa Drying 2.7 kPa
Brine temp. ℃	0-4	0-4

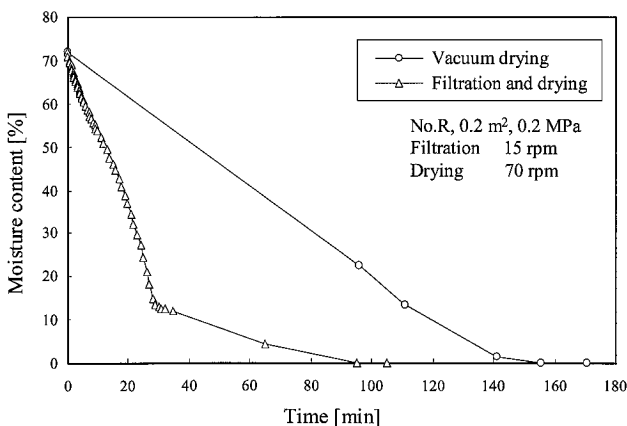


図 10 乾燥テスト結果
Fig. 10 Result of drying test

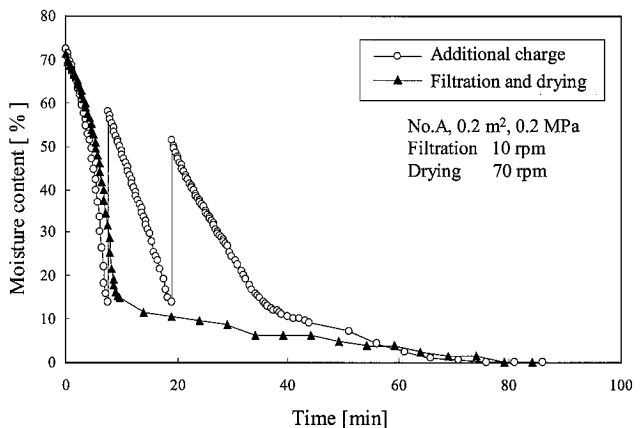


図 11 追いチャージの影響
Fig. 11 Effect of additional charge

4. 3. 2 追いチャージの有効性

濾過機能付 PV ミキサーは、スラリーを追いチャージすることによって大容量の処理が可能である。

図11に追いチャージテスト結果を示す。

同図は、追いチャージをせずに含水率72%のスラリー90 kgを濾過乾燥した場合の運転時間と、同濃度・同量のスラリーを2回追いチャージ（スラリー計270 kg処理）し濾過乾燥をした場合の運転時間を比較したものである。同図より、追いチャージを2回おこなった方がおこなわなかった場合より3倍もの原料を処理しているにも関わらず、総処理時間が約80分とほぼ同時間で処理することができた。これは、原料が少ない場合、濾過後のケーキの大部分は濾過部分にあるため、伝熱効率が缶壁面より悪く効率的に乾燥できない。しかし、追いチャージをおこない、原料を多くすることによって缶壁面への接触面積が大きくなり効率的に乾燥ができると考えられる。

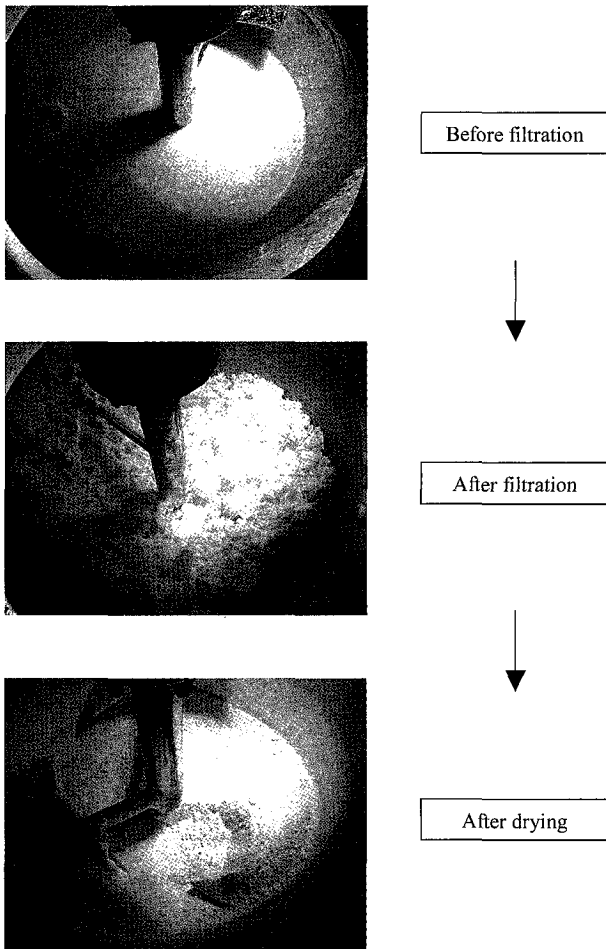


写真 1 濾過状況
Photo 1 Changing state from filtration to drying

4. 4 濾過乾燥工程の状況

写真1はスラリーから濾過機能付 PV ミキサーで濾過工程、乾燥工程を経て処理した際の缶内状況で、濾過前のスラリー中の含水率は67%、濾過後の湿潤粉体の含水率は26%、乾燥後の粉体中の含水率は0.1%のそれぞれの状況を示している。

4. 5 付着軽減方法

製品排出後の缶内は、缶壁への付着が観察された。特に、下部槽のフィルター部分は焼結金網があり平滑面ではないため、上部槽の缶壁より付着が多くなる傾向がある。

そこで、フィルター面での付着の軽減を試みた。減圧乾燥中に濾液排出口より N₂ ガスを缶内に吹き込んだ。吹き込まれた N₂ ガスはフィルター全面から缶内に吹き出しフィルター部に付着した粉体をフィルターから剥離し易くする。図12に N₂ ガス吹込量と付着量の関係を示す。同図より、N₂ ガスを吹込

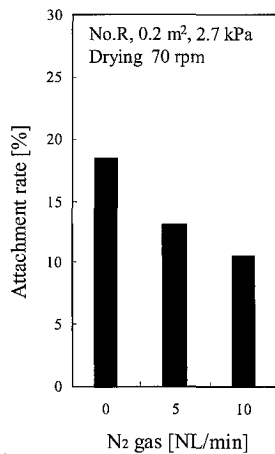


図 12 N₂ ガス吹込量と付着量の関係
Fig. 12 Relationship between N₂ gas blowing quantity and powder attachment

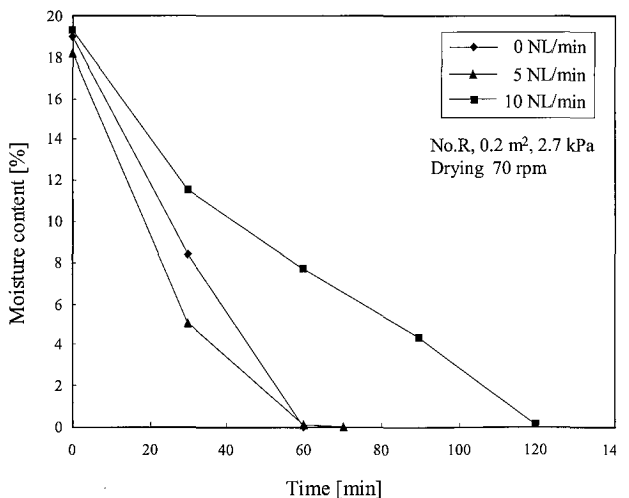


図 13 N₂ ガス吹込量と乾燥時間の関係
Fig. 13 Relationship between N₂ gas blowing quantity and drying time

