

回転型濾過乾燥機「RFD™」

Rotary Type Filter Dryer "RFD™"

[特許出願中]



プロセス機器事業部技術部
永田 純 洋
Sumihiro Nagata

新しいタイプの濾過乾燥機として回転型濾過乾燥機 RFD を開発した。濾過乾燥機は濾過から乾燥までの工程を1台で処理できる機器であり、高い濾過能力と乾燥能力が要求され、また、洗浄性、コンタミレス、製品の全量排出などの機能も要求される。今回開発した回転型濾過乾燥機 RFD は、これら両方の要求を満たしており、機能はこれまでの濾過乾燥機と同等以上、能力はこれまでの濾過乾燥機の2倍以上の濾過・乾燥能力を有する機器である。本稿では回転型濾過乾燥機 RFD の構造・特長・能力を報告する。

A new type filter dryer, rotary type filter dryer RFD has been developed. Filter dryers are the equipment capable of handling the process of filtration through drying in a single unit, and accordingly high performance of filtration and drying is required. Also functions such as cleaning, non-contaminating and discharging of the entire volume are required. The newly developed RFD meets both of these requirements and is an equipment of function equal to or more than and of performance in filtration and drying about two times as high as the conventional filter dryer. This article describes the structure, features and capability of the rotary type filter dryer RFD.

Key Words :

濾	過	Filtering
乾	燥	Drying

まえがき

粉体製品の製造工程には、反応、晶析、濾過、乾燥、混合、粉砕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、良好な洗浄性、処理時間の短縮化の点より、1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。とくに濾過から乾燥の工程では、処理物の物性が大きく変化し、処理物のハンドリングが困難となるため、同一の機器で処理したいという要求が多い。また、最近では薬理活性の高い物質や、外部へ曝露させてはならない物質も多く、ケミカルハザード対応の必要性が重要視されている。それらの対応機器として、新しいタイプの濾過乾燥機「回転型濾過乾燥機 RFD」

を開発したので紹介する。

1. 回転型濾過乾燥機 RFD の構造

回転型濾過乾燥機 RFD の外観を写真1に、断面図を図1に示す。構造としては大きく3つの部分からなり、濾過・乾燥をおこなう本体部、本体を覆うケーシング部、本体を駆動する伝動装置部からなり、これらが架台で支持されている。本体は横型で円筒面が濾過面となっている。また、本体は外套付で中空の伝動軸より熱媒体を通せる構造となっている。

2. RFD の処理工程

RFD では原料を供給してから、濾過、ケーキ洗浄、ケーキ剥離、乾燥、排出の各工程を連続しておこなうことができる。それぞれの工程について模式図をもちいて以下に説明する。

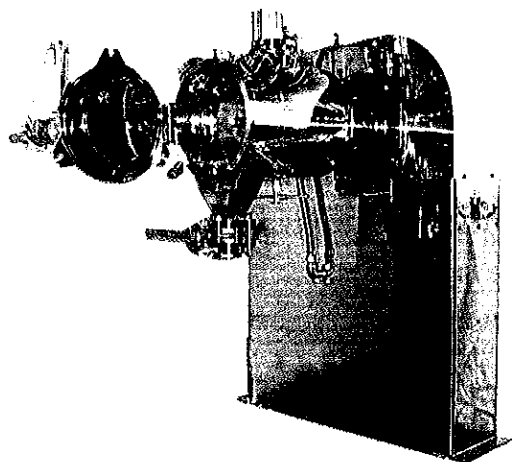


写真1 回転型濾過乾燥機

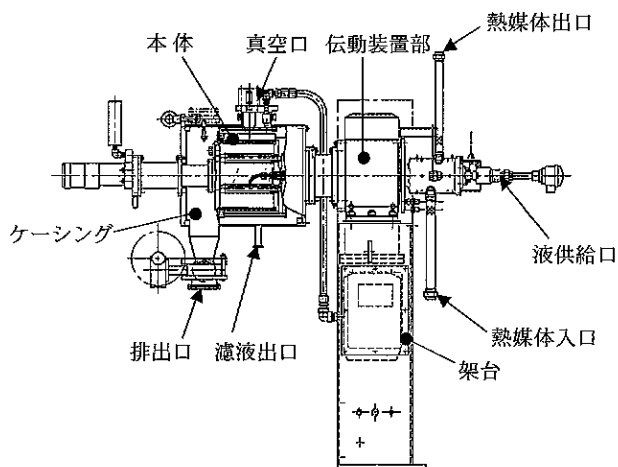


図1 回転型濾過乾燥機 RFD 全体図

1) 濾過工程

図2-1に濾過工程の模式図を示す。濾過は本体内を加圧することによってケーキ濾過をおこなう。本体内は蓋を閉じることで隔離された空間となり、この中へ液供給口から二重中空の伝動軸を通じてスラリーが供給される。満液あるいは全量を供給した時点で本体を回転し、遠心力により本体円筒壁面に常にスラリーが存在する状態とし、気体あるいは供給液で加圧すると円筒面で濾過がおこなわれケーキが生成される。このときの回転数は、円筒壁面に一様なケーキ層を形成するために3G程度の遠心力となる回転数とする。

2) ケーキ洗浄工程

図2-2にケーキ洗浄工程の模式図を示す。本体の回転を停止した状態で液供給口から洗浄液を供給し、2G程度の低い回転数で本体を回転すると生成されたケーキがリスラリーされ攪拌洗浄をおこなうことが可能である。洗浄後は濾過工程と同様に濾過をおこなう。また、本体を停止した状態で所定量の洗浄液を供給した後、本体を回転させ、洗浄液を連続で供給しリスラリーせずに洗浄する置換洗浄もおこなえる。

3) ケーキ剥離工程

図2-3にケーキ剥離工程の模式図を示す。回転を停止し、濾過時に濾液口となっていた部分に気体吹込口を自動セットして、気体を一気に噴出することによりケーキを剥離させる。同様に各濾液口から気体を噴出することで全体を剥離することができる。

4) 乾燥工程

図2-4に乾燥工程の模式図を示す。乾燥はバップルおよび外套に通した熱媒体により、間接的に加熱をおこなないながら本体を低速で回転させ、ケーシ

ング内を所定の真空度とすることで真空乾燥をおこなう。このとき、濾過面はフィルター役割を果たす。また、バップルは加熱源のほかに、乾燥時の混合を促進する効果もある。

5) 排出工程

図2-5に排出工程の模式図を示す。蓋を開け、本体を回転することによって乾燥粉体を排出する。本体を低速で回転すると乾燥粉体は内部に設けられたガイド翼により、蓋側へ送られて排出される。また、本体内部に粉体が付着し残留する場合は本体に振動を与えることによって、乾燥粉体の回収率をより高めることができる機構を有している。

6) 洗浄工程

図2-6に洗浄工程の模式図を示す。粉体排出口、濾液口のバルブおよび蓋を閉めた状態で供給液より洗浄液を供給し低速で回転させて本体内の洗浄をおこなう。洗浄後は、洗浄液排出配管と濾液配管を通じて、洗浄液を排出する。

3. 回転型濾過乾燥機 RFD の特長

特長として以下があげられる。

1) 効率的な濾過・乾燥

濾過は遠心力を利用して本体円筒部全面を濾過面として加圧にておこなう。乾燥は、バップルによる伝導加熱と容器回転による混合にて真空乾燥をおこなう。

従来型濾過乾燥機と比較して濾過能力、乾燥能力、ともに2倍以上の能力がある。

2) 洗浄および洗浄バリデーションの確認が容易

スプレーノズルおよびケーシング内に液を貯めて回転洗浄をおこなうことによってCIP洗浄が可能である。また、ケーシングの蓋を開けることにより目視確認や洗浄面のサンプリングなどによる清浄度

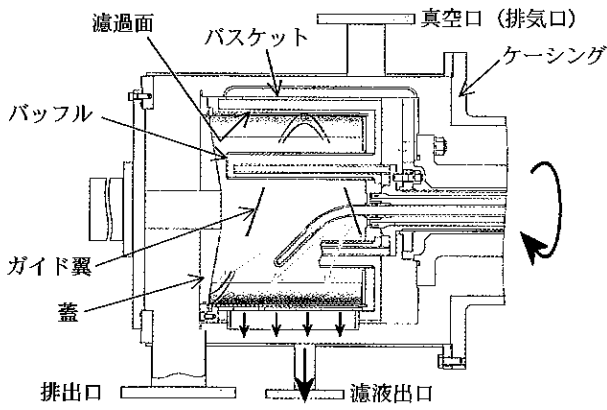


図2-1 濾過工程

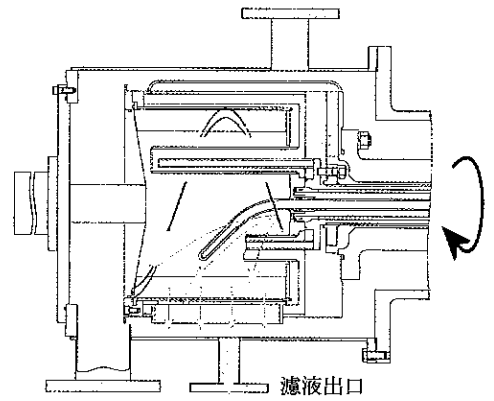


図2-2 ケーク洗浄工程

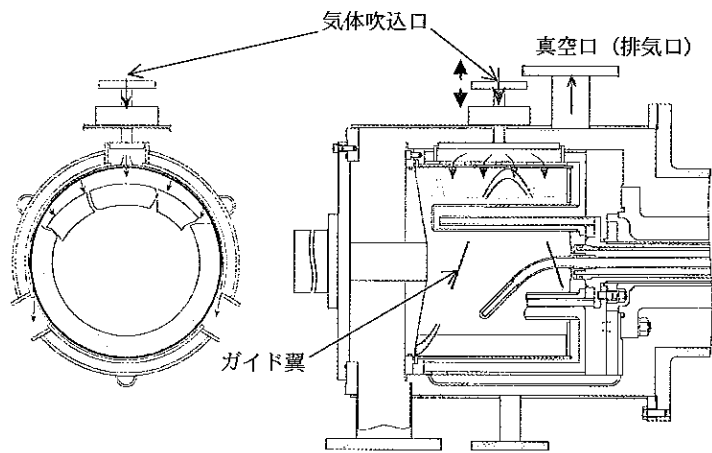


図2-3 ケーク剥離工程

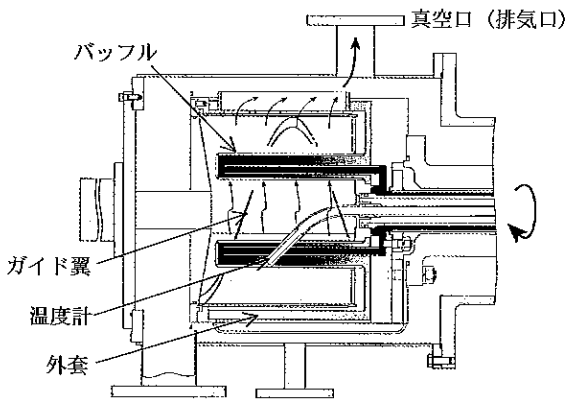


図2-4 乾燥工程

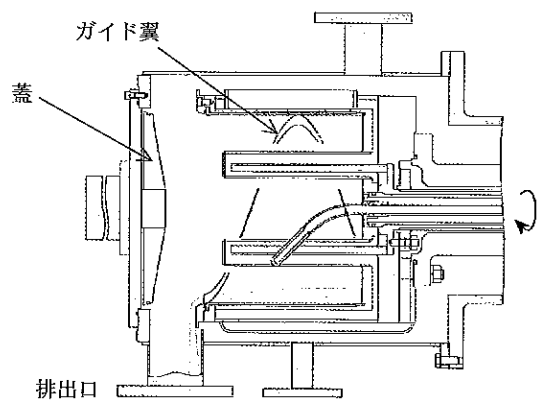


図2-5 排出工程

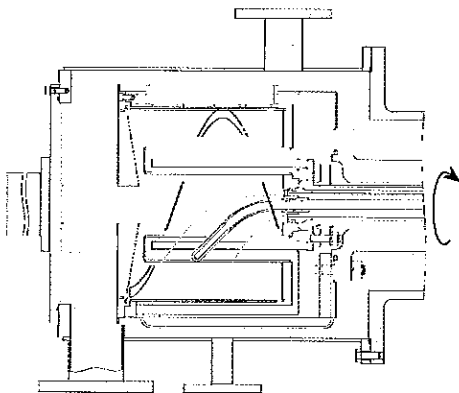


図2-6 洗浄工程

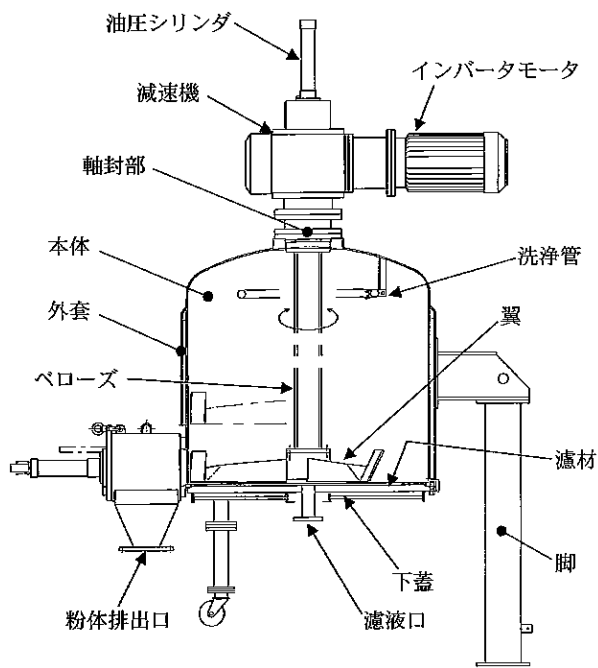


図3 フィルタドライヤ全体図

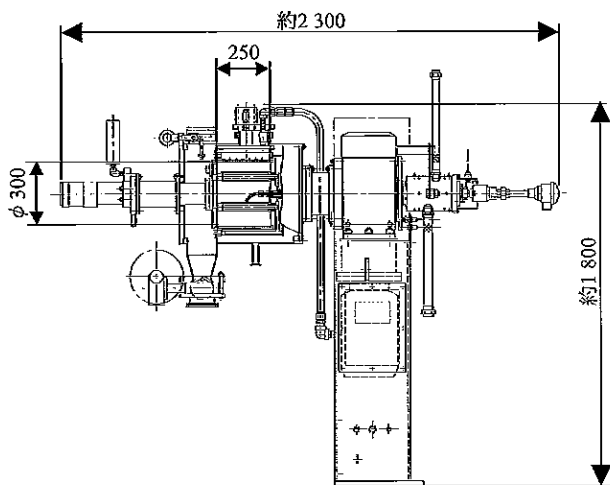


図4 RFDテスト機

の確認が容易にできる。

3) クリーンルーム内への設置

本体部分と駆動部をクリーンルームの内と外に分けることで、クリーンルームスペースの最小化と駆動部からの汚染を防止できる。

4) 高い製品回収率

容器回転と振動機構で全量排出が可能。

5) コンパクトな構造

伝動装置部を特殊設計することでコンパクトな構造となっている。

比較のため濾過乾燥機のひとつである当社の多機能ろ過乾燥機フィルタドライヤ(図3)との違いを

表1 回転型濾過乾燥機RFDと多機能ろ過乾燥機FDの比較

	混合方式	回転軸	伝熱面	濾過面
RFD	容器回転	水平	バッフル	円筒面
FD	攪拌翼	垂直	本体外套	下蓋面

表2 RFDテスト機仕様

内径 [mm]	ケーキ容量 [Lt]	濾過面積 [m ²]	濾過目開き (焼結金網) [μm]	伝熱面積 [m ²]
φ300	7.1	0.24	2	0.07

表3 テスト試料

テスト試料	かさ密度 [kg/m ³]	平均粒子径 d ₅₀ [μm]	安息角 [°]	含水率 [wt %]
No.R 重炭	1100	20	53	<0.1
重質炭酸カルシウム	780	12	58	<0.1
SUPER S	750	6.3	59	<0.1

表1に示す。

4. テスト機

本体内径φ300のテスト機を製作し、混合、濾過、ケーキ洗浄、乾燥、排出などの各種能力の確認をおこなった。テスト機の仕様を表2に、形状を図4に示す。各種能力確認のために使用したテスト試料の物性を表3に示す。

5. 混合テスト

5.1 テスト方法

バッフルおよびガイド翼の配置を変えて混合テストをおこなった。混合の評価については(社)日本粉体工業技術協会混合攪拌分科会で微細混合について検討をおこなっており、¹⁾ 各種混合装置における混合装置の比較がおこなわれている。テスト試料としては同分科会で共通試料とした炭酸カルシウム(丸尾カルシウム製 SUPER 1500)と弁柄(戸田工業製 トダカラー140ED)を使用し、重量比95:5にて混合した。混合が進行するに従い弁柄が分散し試料は白から赤に着色される。所定の混合時間ごとに本体内の3カ所をサンプリングし、色差計をもちいて明度を測定し到達度を求めた。到達度は1に近いほど混合が進んでいることを意味する。

5.2 テスト結果および考察

本体内のバッフルおよびガイド翼の配置が混合におよぼす影響について検討をおこない混合に最適な配置を決定した。

5. 2. 1 回転数による影響

図5に回転数による到達度の変化を示す。ガイド翼およびバップル配置は同じとし、回転数のみを15, 30, 45, 60 rpm と変えてテストをおこなった。120, 240 min 経過後の到達度を示す。どちらも30 rpm 以上では値に変化がないことがわかる。一般に容器回転型の混合機では、臨界回転速度の50~80%が適当な回転数とされている。臨界回転速度とは「粉体層に働く重力と遠心力が平衡になり、粉体が壁面に押し付けられて回転しはじめる臨界の回転速度」であり、次式で求められる。²⁾

$$N_{cr} = 30.2 R_{max}^{-1/2}$$

ここで、 N_{cr} : 臨界回転速度 [rpm]

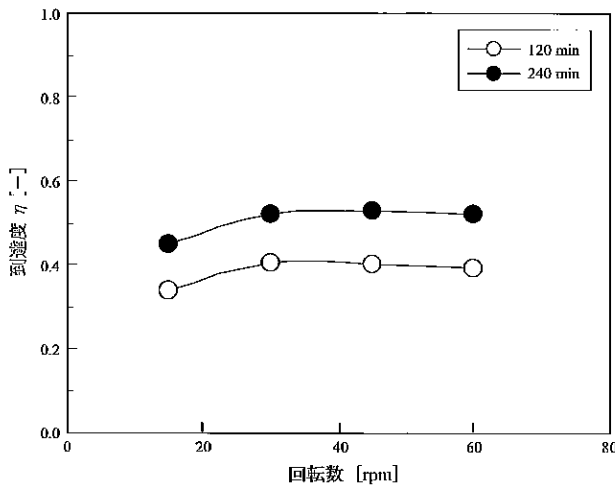


図5 回転数による到達度の変化

R_{max} : 円筒の半径 [m]

これより、テスト機においては混合に最適な回転数は38~62 rpm となるが、テスト結果を見るとバップルの効果により低速でも混合が促進されており、30 rpm でも十分と考える。これより、混合を評価する場合の回転数は30 rpm とした。

5. 2. 2 バップルとガイド翼の影響

バップルおよびガイド翼の形状、配置を変えて混合テストをおこなった。図6にテストをおこなった配置を示す。結果を図7に示す。到達度は120, 240 min 経過後の値である。これより、配置 B→G→I とガイド翼の枚数が多いほど到達度の値が高くなっていることがわかる。しかし、配置 H はガイド翼の枚数が多いにもかかわらず到達度は低く、これはバップル径が異なるためであると考えられる。配置 I の

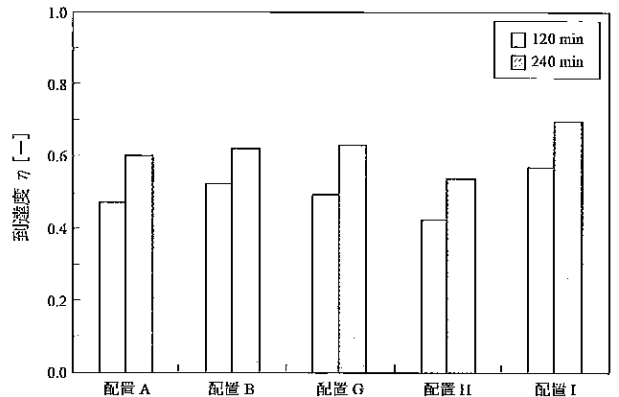


図7 各ガイド翼の配置による到達度

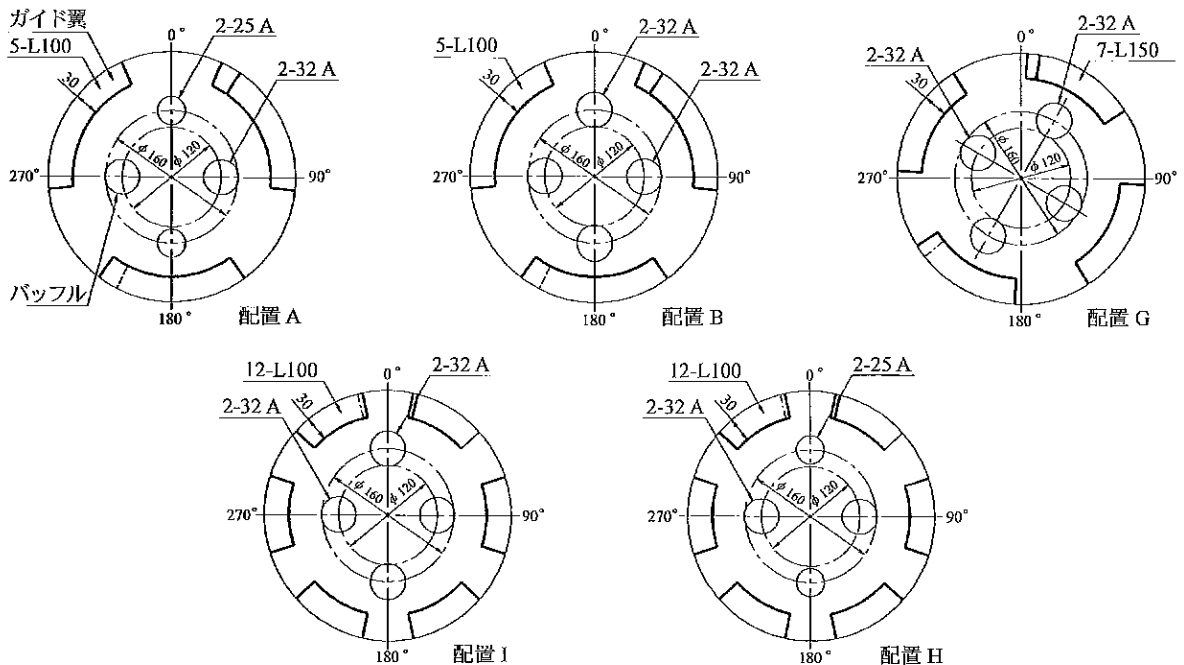


図6 バップルとガイド翼の配置

到達度は、120 min 経過後で0.6に近い値となっている。容器回転型混合機の場合、100 min 経過後で0.4~0.6程度であり、十分な混合能力を有していることがわかる。

これらの結果より、配置Iをバッフルおよびガイド翼の標準配置とした。

6. 濾過能力

6.1 テスト方法

テスト試料に水道水を加えて所定の濃度に調整した後、スラリーを装置に供給し、加圧濾過をおこなった。

6.2 テスト結果および考察

6.2.1 濾過圧力の影響

図8に濾過圧力を変えた場合の濾過後の含水率を

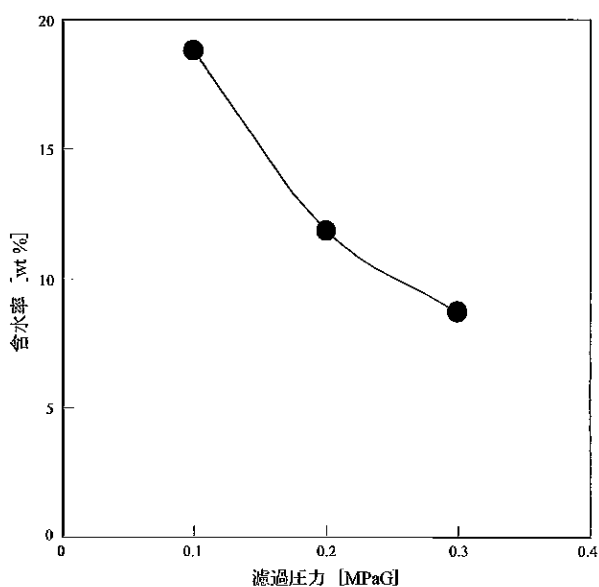


図8 濾過後の含水率

表4 濾過テスト条件 (濾過圧力による比較)

テスト試料	粉体容量 (乾粉基準) [Lt]	スラリー濃度 [wt %]	濾過圧力 [MPaG]	回転数 [rpm]
No.R 重炭	7.1	20	0.1, 0.2, 0.3	135

表5 FD テスト機仕様

内径 [mm]	最大ケーキ容量 [Lt]	濾過面積 [m ²]	濾過日開き [μm]	最大伝熱面積 [m ²]
φ450	24	0.16	濾布使用	0.21

表6 濾過テスト条件 (機種による比較)

機種	テスト試料	粉体容量 (乾粉基準) [Lt]	スラリー濃度 [wt %]	濾過圧力 [MPaG]	濾過面積 [m ²]	回転数 [rpm]
RFD	SUPER S, 重質炭酸カルシウム	7.1	30	0.2	0.24	135
FD	SUPER S, 重質炭酸カルシウム	7.1	30	0.2	0.16	—

示す。濾過の条件を表4に示す。濾過圧力が高くなると含水率が低くなり後工程の乾燥に有利である。

6.2.2 回転数の影響

回転数 (遠心力) によるケーキの状態を確認するため、回転数を110, 135, 170 rpm (遠心力: 2, 3, 5 G) と変化させ濾過圧力0.2 MPaGにて濾過をおこないケーキの観察をおこなった。110 rpmではケーキの厚さが若干不均一であったが、135, 170 rpmではケーキの状態に差はなく、回転数は135 rpm (3 G) で十分であることを確認した。濾過時の回転数は標準で135 rpm (3 G) とした。

6.2.3 他機種との比較

濾過速度の比較のため、当社の多機能ろ過乾燥機フィルタドライヤ (FD) と同じケーキ処理量での比較テストをおこなった。FDのテスト機仕様を表5に、テスト条件を表6に示す。図9, 10に、それ

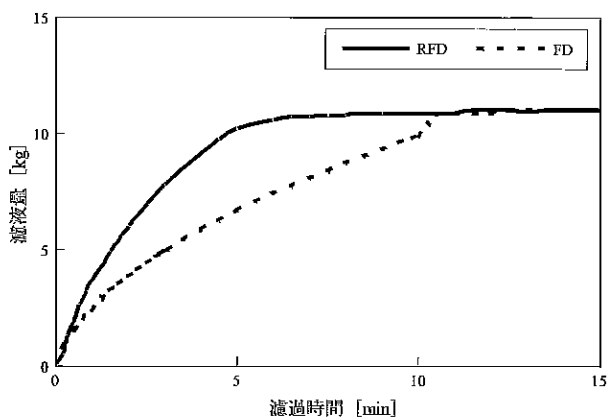


図9 濾過速度の比較 (SUPER S)

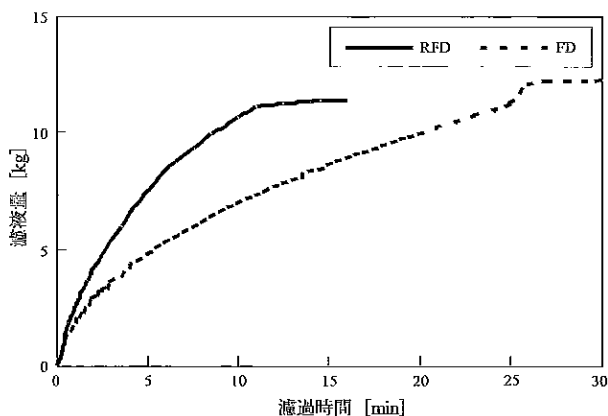


図10 濾過速度の比較 (重質炭酸カルシウム)

ぞれ、SUPER S、重質炭酸カルシウムの結果を示す。横軸が濾過を開始してからの時間、縦軸がその時の濾液量を示す。

ケーキ濾過時に濾過のしやすさの指標となる平均濾過比抵抗 α_{av} を表7に示す。参考のために内径 ϕ 100のヌッチェろ過器にて測定した値も示す。FD、回転型濾過乾燥機 RFD とともにほぼ同じ値を示しており正常なケーキ濾過がおこなわれたことがわかる。これより、図9、10においてRFDがFDより短時間で濾過が終了しているのは、RFDの濾過面積が広く濾過速度が速くなっているためであるといえる。

平均粒子径の小さいSUPER Sが平均粒子径の大きい重質炭酸カルシウムよりも短い時間で濾過が終了しているが、これは重質炭酸カルシウムの粒度分布がブロードで粒子径の細かいものも多く、SUPER Sの粒度分布がシャープであるためである。

7. ケーキ洗浄

ケーキ洗浄の理論やテスト方法については当社の技報³⁾に詳しく示されており、本稿では結果のみを示す。

ケーキ洗浄には攪拌洗浄と置換洗浄があり、攪拌洗浄はケーキに洗浄液を加え、攪拌しスラリーすることでケーキ内の溶質（不純物）濃度を下げる洗浄方法であり、置換洗浄は、ケーキ中の溶質を洗浄液により押し出し流れで置換することにより洗浄する方法である。

図11に置換洗浄、攪拌洗浄、および置換洗浄と攪拌洗浄を組み合わせた結果を示す。また、それぞれの洗浄の理論線を示す。横軸は濾過後のケーキ中に含まれる母液の量を基準として加えられた洗浄液の量比を示し、縦軸は濾過後のケーキ中の溶質残留量を基準としてケーキ中に残留している溶質の割合を示す。攪拌洗浄の場合、加える洗浄液量により溶質残留率が下がり、その傾きは一定となる。置換洗浄の場合、洗浄初期では理論線に沿って洗浄が進行するが途中から効率が悪くなっている。置換洗浄では洗浄液がケーキ内を偏流し洗浄できない部分が存在するためである。置換洗浄と攪拌洗浄を組み合わせた場合、少ない洗浄液量で効率の良い洗浄がおこなわれている。また、後半に攪拌洗浄をおこなうことによりケーキ内の溶質濃度の均一化を担保できる。

8. 乾燥能力

8.1 テスト方法

粒子径の異なる炭酸カルシウムをテスト試料として濾過後の水分を含むケーキの乾燥テストをおこなった。乾燥テストの条件を表8に示す。濾過の条件は

表7 平均濾過比抵抗 α_{av} の値 [m/kg]

テスト試料	RFD	FD	ヌッチェろ過器
SUPER S	9.73×10^0	1.08×10^1	9.56×10^0
重質炭酸カルシウム	1.67×10^1	2.17×10^1	1.52×10^1

表8 乾燥テスト条件 (RFD) 間欠運転：30秒ごとに1回転

テスト試料	外套温度 (温水) [°C]	真空度 [kPa]	回転数 [rpm]	
			0~30 min	30 min~
SUPER S	80	4	間欠運転	18
重質炭酸カルシウム	80	4	間欠運転	18

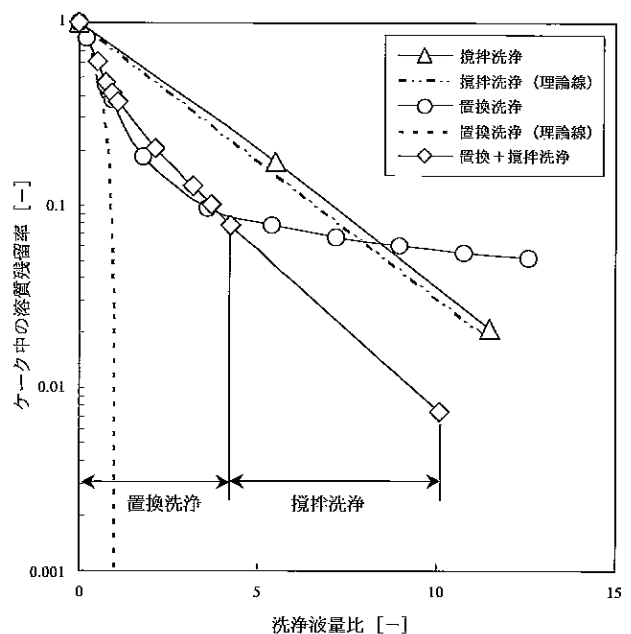


図11 ケーキ洗浄方法による洗浄効果

表6と同じとした。なお、乾燥の終点は含水率0.1 wt %以下とした。

8.2 テスト結果および考察

8.2.1 処理物による違い

粒子径の異なる2種類の炭酸カルシウム (SUPER S、重質炭酸カルシウム) をテスト試料として乾燥テストをおこなった。図12、13に結果を示す。どちらの粉体においても、乾燥初期から連続で回転するとダマを生成するため、最初の30 minは間欠運転 (30秒ごとに1回転) をおこない、ダマの生成しにくい含水率まで乾燥した後に連続で回転をおこなった。

8.2.2 他機種との比較

乾燥についてもFDとの比較をおこなった。テスト試料には、重質炭酸カルシウムをもちいた。乾燥

の条件を表9に示す。濾過の条件は表6と同じとした。結果を図14に示す。乾燥時間はRFDと同様に約120 minで含水率0.1 wt%以下となり、乾燥能力としてはほぼ同じであった。しかしながら、FDではダマを生成してしまい、乾燥終了までダマが残ったままであった。乾燥の方式はどちらも同じ伝導加熱の真空乾燥であるが、混合方式が異なる。RFDでは本体の回転、FDでは攪拌翼の回転による混合のため、ケーキに与えるせん断の強さが異なり、ダマの生成に関係したと考えられる。RFDはダマを生成しにくい低せん断での乾燥がおこなえる。

9. 排出能力

9.1 テスト方法

粒子径の異なる炭酸カルシウム3種にて濾過、乾燥、排出をおこない、回収率を求めた。

9.2 テスト結果および考察

図15に結果を示す。比較として、FDにて攪拌翼と濾過面のクリアランスを10 mmと仮定して計算した値も示す。回転型濾過乾燥機RFDでは、粒子径が大きいほど回収率が高く、最高で99.7%までの回収が可能であった。また、粒子径の小さいSUPER Sにおいても98%の回収が可能であった。FDの回収率は93%であり、RFDの回収率が非常に高いこ

とがわかる。FDの値はあくまでも計算値であり、缶内への付着などを考慮すれば、回収率の差はさらに大きくなる。

10. スケールアップの考え方

主な工程である濾過と乾燥のスケールアップについて述べる。

10.1 濾過工程のスケールアップ

回転型濾過乾燥機RFDでは円筒面を濾過面として利用するために遠心力をかけながら加圧濾過をおこなう。しかしながら、この遠心力は3Gと低く、濾過の形態としてはケーキ濾過と変わらない。これは、6項の濾過能力で述べたように濾過比抵抗がヌッチェ型ろ過器とほぼ同じ値を示すことからわかる。

ケーキ濾過における過程はRuthの濾過理論によって説明できる。濾過圧力が一定となる定圧濾過では次のRuthの定圧濾過式⁴⁾がえられる。

表9 乾燥テスト条件 (FD)

間欠運転：30秒ごとに1回転

テスト試料	外套温度 (温水) [°C]	真空度 [kPa]	回転数 [rpm]	
			0~30 min	30 min~
重質炭酸カルシウム	80	4	間欠運転	60

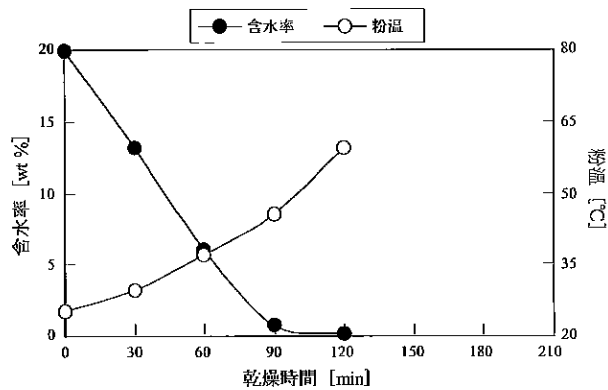


図12 RFDの乾燥曲線 (SUPER S)

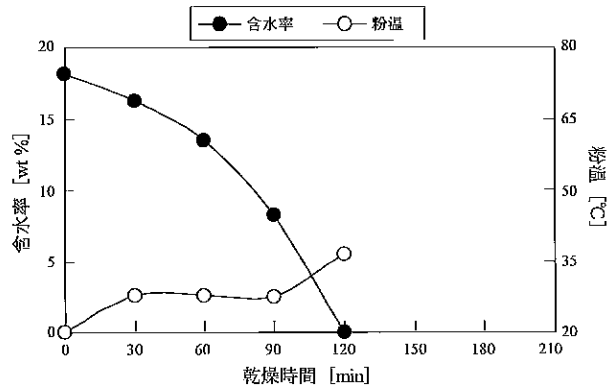


図14 FDの乾燥曲線 (重質炭酸カルシウム)

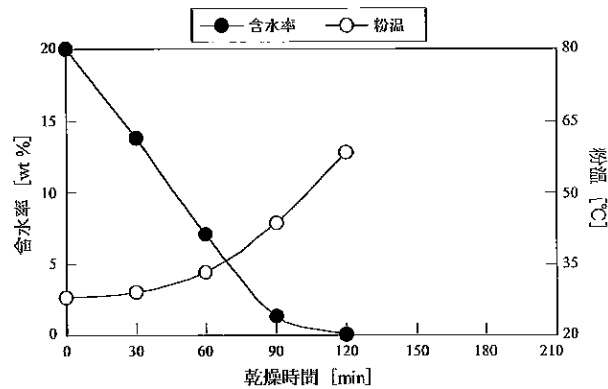


図13 RFDの乾燥曲線 (重質炭酸カルシウム)

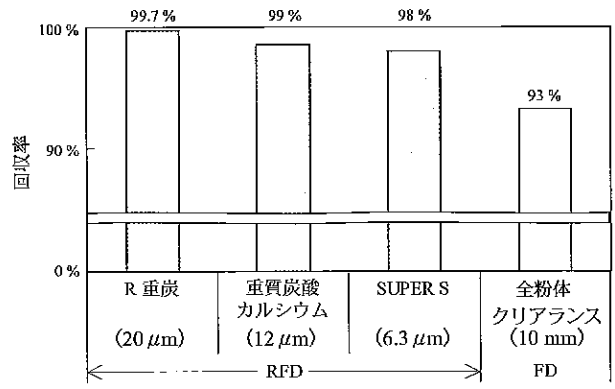


図15 回収率の比較

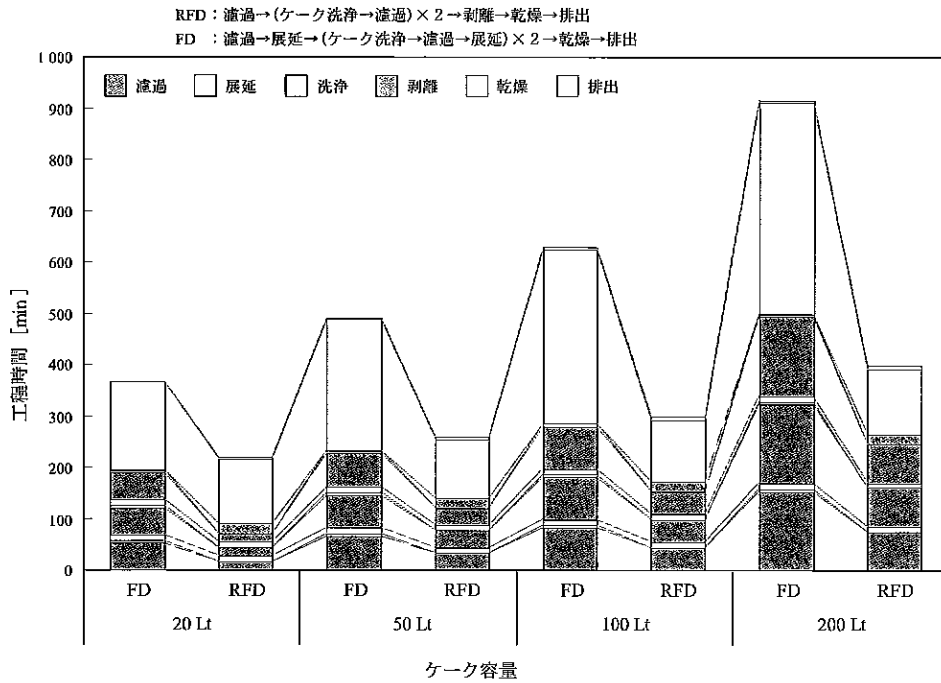


図16 工程時間の比較

$$(v + v_m)^2 = K(\theta + \theta_m)$$

ただし,

$$K = 2p(1 - ms) / \mu \rho s \alpha_{av}$$

$$\theta_m = v_m^2 / K$$

v : 濾液量 [kg] θ : 時間 [s]

K : Ruth の定圧濾過係数

θ_m : 仮定の濾液量 v_m をえるのに要する仮想的な濾過時間 [s]

p : 濾過圧力 [Pa]

ρ : 濾液密度 [kg/m³]

m : ケーキの湿乾質量比 [-]

μ : 濾液粘度 [Pa·s]

s : スラリー中の固体質量分率 [-]

α_{av} : 平均濾過比抵抗 [kg/m]

物質により α_{av} は異なるが、実験により求めることが可能であるため、スケールアップした際の濾過時間を推定することができる。

10.2 乾燥工程のスケールアップ

乾燥時間は、流動状態と単位伝熱面積あたりのケーキ量により推定できる。

まず、流動状態について考える。容器回転型の混合機の場合、遠心力と重力の作用比であるフルード数を一定とすることがスケールアップの主要因子となる。フルード数は、次式で表される。

$$F_r = N^2 R / g$$

N : 回転数 [rps]

R : 代表径 [m]

g : 重力加速度 [m/s²]

代表径 R_1, R_2 を持つ場合には、次式が成り立つ。

$$N_1^2 R_1 = N_2^2 R_2$$

これよりスケールアップ後の回転数は代表径比の平方根に比例することがわかる。

次に、単位伝熱面積あたりのケーキ量については、伝熱部がバツフルであるためケーキ量の増加に従って本数を増やすことで一定に保つことができる。

これらの条件を満たすことにより、乾燥時間はスケールアップしても変わらない。

10.3 全工程における他機種との能力比較

スケールアップした際の能力比較のために、同じ条件にて多機能ろ過乾燥機 FD との工程処理時間の比較をおこなう。スケールアップの傾向としては、濾過、乾燥の工程において以下のことがいえる。

濾過工程においては FD, RFD とともに処理量を増やすとケーキ高さが高くなり濾過時間は高さの 2 乗に比例して長くなる。ただし、RFD は円筒面を利用することで濾過面積を大きくとれるため、同じ処理量であればケーキ高さが低く抑えられ濾過時間は短くなる。

乾燥工程においては、FD はケーキ量の増加に比例して円筒面の伝熱面積が増えるため、型式が変わらなければ乾燥時間は一定であるが、型式をアップするとケーキ量当たりの伝熱面積が小さくなり、乾燥時間は型式がアップする度に長くなる。RFD は型式が変わってもケーキ量当たりの伝熱面積が同じとなるように伝熱面であるパツフルを配置することで、スケールアップしても乾燥時間がほぼ一定となる。FD とRFD のケーキ量当たりの伝熱面積を比較すると RFD の方が大きく、乾燥時間は短くなる。

FD と RFD の工程処理時間を比較した結果を図16 に示す。工程には実運転を考慮して洗浄工程を2回含む。供給するスラリー濃度、濾過・乾燥条件を同じとし、ケーキ容量を変えた場合の図である。ケーキ容量の少ない20 Lt では、乾燥時間はあまり変わらないが、濾過時間は RFD がケーキ量当たりの濾過面積を多くとれるために短く、全体として RFD が短時間で処理できる。ケーキ量が増加すると、RFD では乾燥時間が一定であるため、FD との差が大きくなっていく。ケーキ容量200 Lt で比較すると、回転型濾過乾燥機 RFD の工程処理時間が短く、濾

過では約50 %、乾燥では約30 %の時間で終了しており、全体では半分以下の時間で終了している。つまり、RFD は2倍以上の能力を有しているといえる。処理量が増えるほど RFD と FD の工程処理時間の差が大きくなっているのがわかる。

む す び

今回、新たに開発した回転型濾過乾燥機 RFD は、本体回転により円筒壁面を濾過面とした加圧濾過と真空伝導伝熱乾燥を主体としたユニークな装置である。これまでの濾過乾燥機と比較して、機能と能力の両方の点から有用な装置であると考えている。今後も客先ニーズに応えるべく改善・改良を加え、より良い製品を提供できるよう尽力していく。

[参考文献]

- 1) 井上速男：混合度評価法検討会報告，粉体と工業，Vol.26, No.11 (1994)
- 2) 化学工業会編：“改訂五版 化学工学便覧”，p.865, 丸善 (1988)
- 3) 本郷孝男，神鋼パンテック技報，Vol.33, No.3, (1989)
- 4) Ruth, B.F., G.H. Montillon, R.E. Montonna: Ind. Eng. Chem., 25, 153 (1933)