

攪拌槽型反応機における CFD/PIV による経験則の数値化 ～投入位置の混合への影響～

Quantification of Experimental Rule by CFD and PIV for a Mixing Vessel Reactor
-Effects on mixing in the feeding position-



加藤知帆*
Tomoho Kato



小川智宏*
Tomohiro Ogawa



山部 芳**
Kaoru Yamabe

反応機では上蓋ノズルから槽内に原料を滴下投入する方法が一般的である。しかし、その位置は種々の制約もあり、混合への影響まで考慮できない場合が多い。近年、精密な化学反応を行う上で、またスケールアップによる混合時間の長期化では、反応に悪影響を及ぼす場合があり重要度が増している。本稿では、PIV と CFD を用いてツインスター翼の投入位置に対する混合への影響と各攪拌翼の混合性能を評価した。その結果、ツインスター翼での投入位置はバッフルと対称位置、攪拌翼にはフルゾーン翼を用いることが最も混合性能が高いことを確認した。

In a reactor, the raw material is generally fed dropwise into the vessel through a nozzle in the top head. However, there are various restrictions on the feeding position, and in many cases, it is not possible to take into account the effect on mixing. In recent years, the feeding position has become increasingly important for precise chemical reactions and for longer mixing times due to scale-up, as it can adversely affect the reaction. In this paper, PIV and CFD were used to evaluate the effect of a TWINSTIR impeller on mixing, with respect to the feeding position and the mixing performance of each impeller. As a result, it was confirmed that the best mixing performance was achieved when the TWINSTIR impeller was used for feeding from a position symmetrical to the baffle and the FULLZONE impeller was used in the mixing vessel.

Key Words :

攪拌槽
反応機
グラスライニング製攪拌翼
粒子画像流速測定法
数値流体力学

Mixing vessel
Reactor
Glasslined mixing impeller
Particle image velocimetry (PIV)
Computational fluid dynamics (CFD)

【セールスポイント】

- ・ PIV, CFD による定量的な評価
- ・ 攪拌槽内への滴下投入位置の検討

ま え が き

近年、国内の医薬品、電子材料、ファインケミカルメーカーはより付加価値の高い製品を開発し、製造

する方向に向かっており、当社が提供するグラスライニング（以下 GL と呼ぶ）製反応機も多く使用されている。特に、小液量から最大液量（呼称容量）

*プロセス機器事業部 技術部 開発室

**プロセス機器事業部 技術部 攪拌設計室

ますすべての液量において効率良く混合が可能であり、シンプルな構造による高い洗浄性を特長とするツインスター翼は、多品種少量生産が求められる上記の分野においてニーズが高い。

医薬品分野では、有効成分である『原薬』を化学合成により生産する場合が多い。最終的に目的とする純度の原薬を得るためには、合成中間体や原薬の精製が重要であり、高効率な精製法として晶析が頻繁に用いられている。なかでも貧溶媒晶析¹⁾は以下の点から多く利用されている。

- ①高温を必要としない
- ②高収率を得やすい
- ③多様な晶析制御条件の選択が可能

貧溶媒晶析は、化合物をよく溶ける溶媒（良溶媒）に溶解しておき、溶解性の低い溶媒（貧溶媒）を添加、混合することで過飽和を生成させる方法である。貧溶媒を添加する際に局所的に過飽和が発生すると、核の発生、結晶成長に大きな影響を与え、粒径が不均一化し品質のばらつきが生じる可能性があるため、迅速な均一混合の達成が求められる。

迅速な均一混合を達成するために攪拌翼、バッフルなどの攪拌槽条件を検討するユーザーは多いが、滴下、投入する位置に対し、混合への影響は考慮されていないケースが多い。実際のプロセスでは、知見のある技術者の経験則により決定することがほとんどである。また滴下、投入する位置を検討する場合、小スケールのラボ機では混合速度が速く、投入する位置により明確な差異を確認できず、多くのユーザーが検討に苦慮することは容易に想像できる。本稿では、PIV（Particle Image Velocimetry、粒子画像流速測定法）およびCFD（Computational Fluid Dynamics、数値流体力学）により、混合に適した投入位置、各攪拌翼の混合、分散性能を評価した。

1. 攪拌槽条件

攪拌槽条件を表1に示す。攪拌翼にはGL製反応機で一般的なツインスター翼²⁾と、古くからGL製攪拌翼として使用されているオーバル型3枚後退翼を採用し、バッフルはビーバーテイルバッフルを1本使用した。また比較対象として、耐食金属製反応機で使用されることの多い、当社オリジナル高効率

攪拌翼フルゾーン翼^{3), 4)}を加え、バッフルには10%板バッフルを2本使用した。

攪拌液には上水を使用し、各条件の攪拌速度は、単位体積あたりの攪拌所要動力 P_v 値を一定となる回転数で行った。

2. 実験方法

2.1 2次元 PIV 測定

PIV 測定に使用した実験装置の概略図を図1に示す。透明アクリル製円筒槽の側面から攪拌軸へシート光を照射し、攪拌槽の半分の領域の流速を測定した。流速はサンプリング数30,000点から平均値を求め、CFD 結果の検証用データとして使用した。

PIV 測定には株式会社フローテック・リサーチ製の2成分 PIV システムを、トレーサ粒子にはナイロン粒子（粒径：30 μm 、密度：1,030 kg/m^3 ）を使用した。

2.2 流動解析

CFD には ANSYS 社の汎用熱流体解析コード FLUENT19.2、モデリング、メッシュ作成には Ansys Design Modeler および Ansys Meshing を用いた。乱流モデルは $k-\omega$ SST モデルとし、混合・分散性能は以下の手法で評価した。

- ・最初に流れ場を作成
- ・各位置で10秒以上の平均流速を算出
- ・PIV 測定結果、CFD 解析結果それぞれの平均流速を比較し、CFD 解析結果のバリデーション

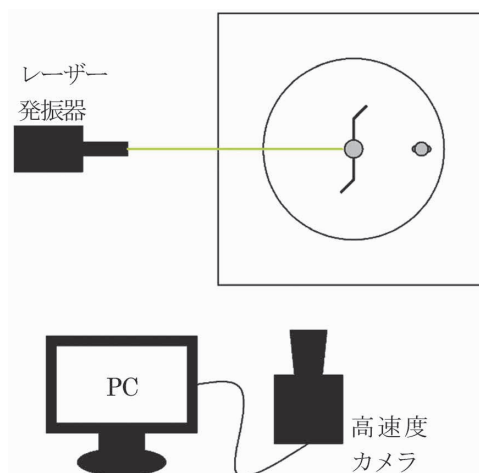


図1 実験装置の概略図（攪拌槽を上から見た図）

表1 攪拌槽条件

槽内径 [mm]	液深 [mm]	攪拌翼	翼径 [mm]	バッフル	回転数 [rpm]	P_v [kW/m ³]
400	500	ツインスター翼	200	1-ビーバーテイルバッフル	123	0.05
		オーバル型3枚後退翼	200	1-ビーバーテイルバッフル	168	0.05
		フルゾーン翼	240	2-板バッフル	58	0.05

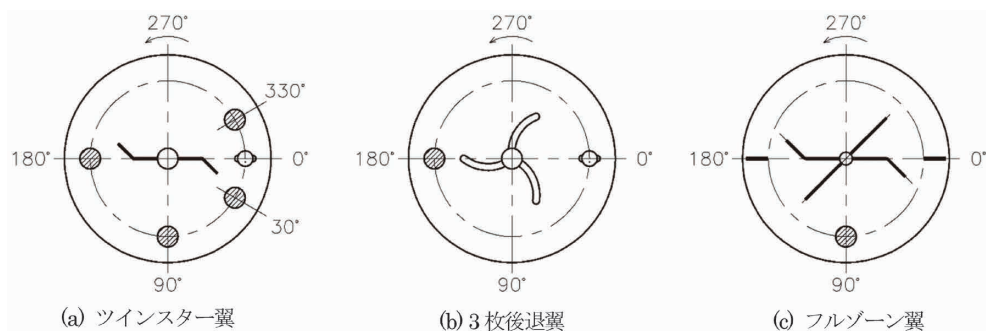


図2 トレーサの設置方位

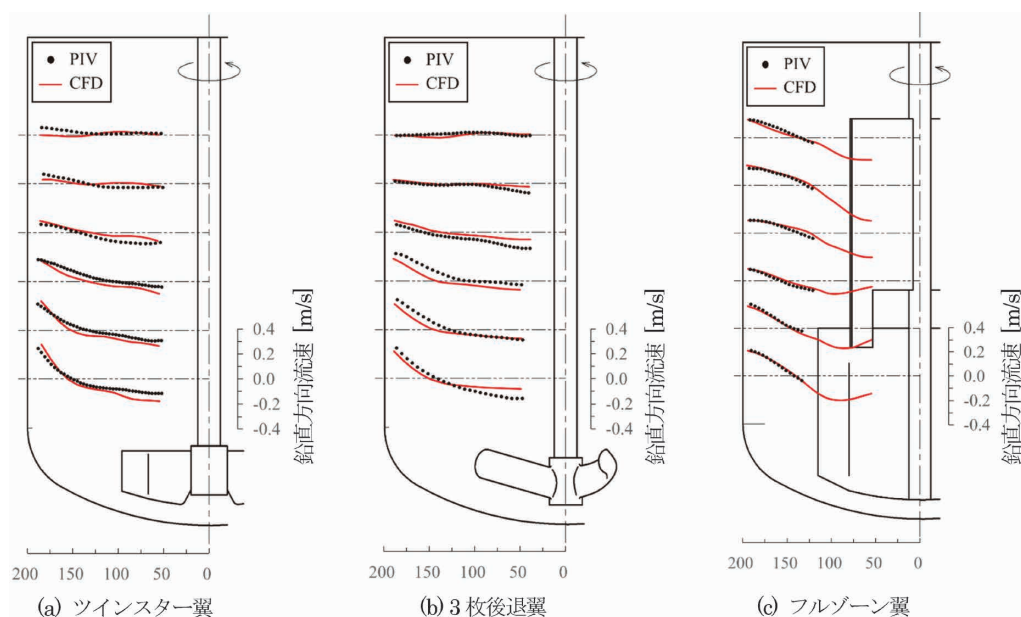


図3 PIV および CFD による鉛直方向流速結果

を実施

- ・流れ場の液表面付近に、滴下液に見立てたトレーサとして直径40 mm の球形の領域を着色し、各時刻で混合、分散過程を確認
- ・各条件の結果を比較評価

GL 製反応機では、槽上部のノズルから滴下する投入方法が一般的である。そのため、幾何学的相似にてスケールダウンした場合のノズル位置となる、槽中心から150 mm をトレーサの設置位置とした。トレーサの設置方位は、図2に示す。

3. 結果

3.1 CFD 結果のバリデーション

図3に各攪拌槽条件の鉛直方向の流速に対し、PIV 結果およびCFD 結果を示す。流速を評価する攪拌槽の高さ断面は、T.L.+50 mm から300 mm の50 mm 毎に設定した。その結果、CFD にて得られた流速はPIV 結果と良好に一致することを確認できた。

3.2 混合・分散性能

CFD による混合・分散過程の解析結果を図4に

示す。トレーサ濃度が0.1 wt% 以上となる領域を青色で示した。

3.2.1 トレーサ設置位置の比較

ツインスター翼にて、各投入位置の混合・分散の推移を比較した。図5-1に攪拌槽内におけるトレーサの最大濃度値の推移、図5-2にトレーサ濃度が0.1 wt% 以上となる領域の体積の推移を示す。

図5-1では混合を開始した直後、方位30°、330°で素早く濃度が降下するが、次第に方位90°、180°と逆転することが確認できる。バッフルに近接する方位30°、330°では、乱れた流れ場へトレーサを投入するため、混合を開始した直後にトレーサが混合、分散される。しかし、図4の0.5～1.0 sec. で示されるように、槽上部に形成された旋回流により、時間経過とともにトレーサがバッフルより離れ、高い濃度を維持したまま旋回するためと考える。

均一混合時のトレーサ濃度は約0.06 wt% である。そのため、混合初期はトレーサの分散が進むにつれ0.1 wt% 以上となる領域の体積は増加するが、分散





















































攪拌翼	ツインスター翼				オーバル型 3枚後退翼	フルゾーン翼
投入方位	30°	90°	180°	330°	180°	90°
Start						
0.5 sec.						
1.0 sec.						
1.5 sec.						
2.0 sec.						
3.0 sec.						
5.0 sec.						
7.0 sec.						
9.0 sec.						
混合完了時間	15.2 sec.	12.9 sec.	10.9 sec.	15.6 sec.	27.7 sec.	5.7 sec.

図4 各攪拌槽条件およびトレーサ位置の混合過程

が十分に進むと減少することとなる。図5-2からは、トレーサを方位180°から投入することで最も早く分散することを確認できる。方位180°から投入すると、トレーサが高い濃度塊のままバッフル手前より槽中心へ引き込まれ、槽下部への移流がスムーズに進行する。槽下部へ移流されたトレーサは攪拌

翼からの吐出流により槽全体への分散が促進される。一方、方位30°、330°では槽上部でトレーサが旋回しながら分散した後にバッフルへ到達するため、槽上部から下部へのトレーサの移流が徐々に進行することとなる。そのため、方位180°は方位30°、330°と比較し攪拌槽全体の混合、分散が早く進行し

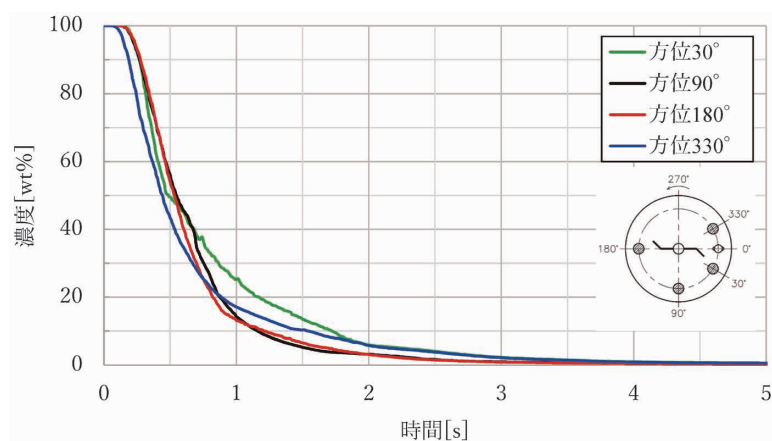


図5-1 ツインスター翼のトレーサ最大濃度の推移

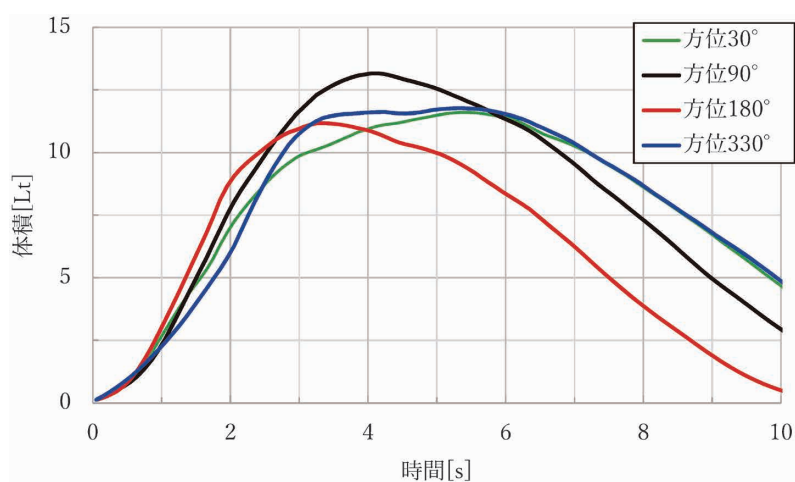


図5-2 ツインスター翼のトレーサ濃度0.1 wt% 以上となる領域体積の推移

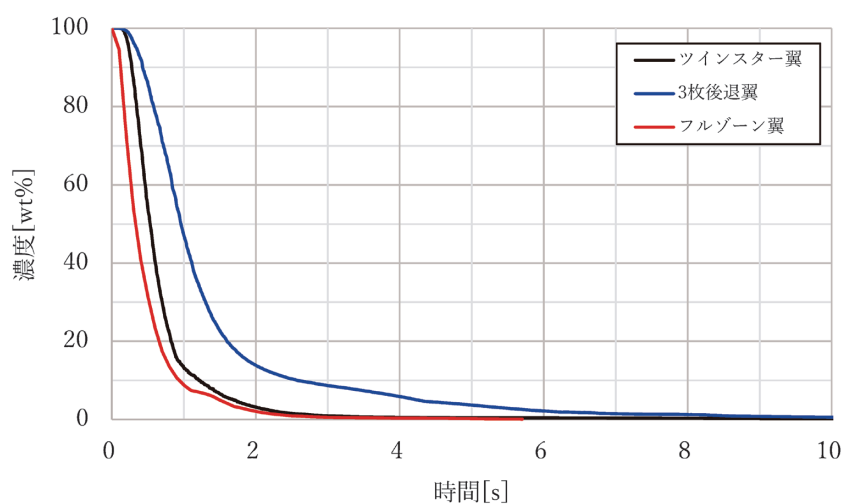


図6-1 各攪拌翼のトレーサ最大濃度の推移

た。

3.2.2 攪拌翼の混合性能の比較

各攪拌翼の混合・分散を比較した。トレーサの投入方位はバッフルから最も離れた方位となるツインスター翼：方位180°，3枚後退翼：方位180°，フル

ゾーン翼：方位90°とした。図6-1に攪拌槽内のトレーサの最大濃度値の推移，図6-2にトレーサ濃度が0.1 wt% 以上となる領域の体積の推移を示す。

図4および図6-1，図6-2の結果より，ツインスター翼とオーバル型3枚後退翼を比較すると，ツ

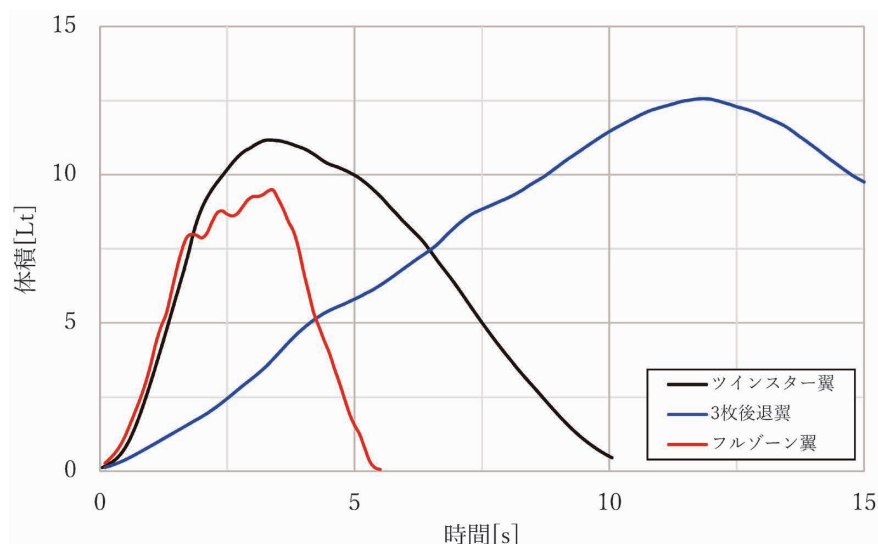


図6-2 各攪拌翼のトレーサ濃度0.1 wt% 以上となる領域体積の推移

インスター翼の混合・分散がより早く進行することが確認できる。3.2.1 項で記述したように、ツインスター翼ではトレーサがバッフル手前から槽中心へ引き込まれ、槽下部への移流が進み、槽全体へトレーサが分散する。一方、オーバル型3枚後退翼は図4で示す通り、トレーサが槽上部で旋回しながら、徐々に槽下部へ移るため、攪拌槽全体の混合、分散の進行が遅い結果となった。

ツインスター翼、オーバル型3枚後退翼が槽上部で旋回流を形成しながら、トレーサの混合・分散が進行するのに対し、フルゾーン翼は全く別の挙動である。上段翼と下段翼で吐出力のバランスが調整されたフルゾーン翼は、効率の良い上下循環流を形成し、槽中心部では強い下降流を形成する。そのため、混合が開始された直後からトレーサが槽下部へ移流され、ワイドパドル翼による強い吐出流がトレーサを混合・分散する。その結果、最も迅速に均一混合を達成する結果となった。

む す び

医薬・ファインケミカル分野で広く用いられるGL製反応機で使用されるツインスター翼とピーバ

ーテイルバッフルの組み合わせにおいて、投入位置に対する混合、分散性を評価するとバッフルから最も離れた方位180°から投入することで最も早く混合、分散する結果が得られた。また攪拌翼で比較するとフルゾーン翼、ツインスター翼、オーバル型3枚後退翼の順に混合性能が高いことが確認できた。

近年では、CFD技術の向上、測定技術の発達により、過去に評価が困難であった事象に対し、多面的な検証が可能となった。それにより、これまで経験的に判断してきた事柄に対して、より適切な検証が可能になると考える。今後もCFD、PIVによる検証を行い、より幅広い技術者にミキシング技術を理解いただけるよう取り組みたいと考えている。

【参考文献】

- 1) 久保田徳昭ほか：分かり易い貧溶媒晶析 (2013), p43
- 2) 中村隆彦ほか：神鋼パンテック技報 vol.45 No.1 (2001), p33
- 3) 菊池雅彦ほか：神鋼パンテック技報 vol.35 No.1 (1991), p6
- 4) 菊池雅彦ほか：神鋼パンテック技報 vol.35 No.3 (1991), p6