

新しい構造のフィルタードライヤ

Filter Dryer of Novel Construction



(化)技術部 設計第2課
平井 等
Hitoshi Hirai

The trend of pharmaceutical and fine chemical industries are going to the speciality products of small amount production and diversified kinds of added high value. It has come to require specific filtration and drying facilities provided with multi-purpose availabilities.

Our new standard models of Filter Dryer were developed for the sake of fitting for these needs. It can be provided good performance that is, each process of filtration, washing and drying of filter cake can be performed automatically in a single closed vessel. And also it is specially designed suitable for the severer specifications of GMP (Good Manufacturing Practice) and low temperature applications.

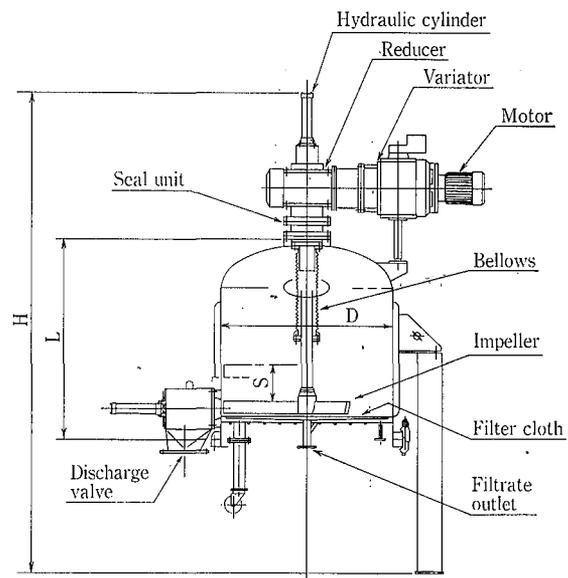
まえがき

医薬品、医薬中間体、ファインケミカル分野では、高付加価値化、少量多品種化が指向され、生産設備のマルチパス化も検討されている。

ムッチェ型ろ過器に展延、混合、排出の機能を持たせた多機能型ろ過乾燥機（フィルタードライヤ）も、このような背景のもとに上市以来ユーザ各位に好評を得て、納入実績も増加している。この実績を踏まえ、このたび設備全体をコンパクトにまとめた新しい標準機種を構築したので、ここに紹介する。併せて最近のフィルタードライヤの適用例を紹介する。

1. 新標準の概要

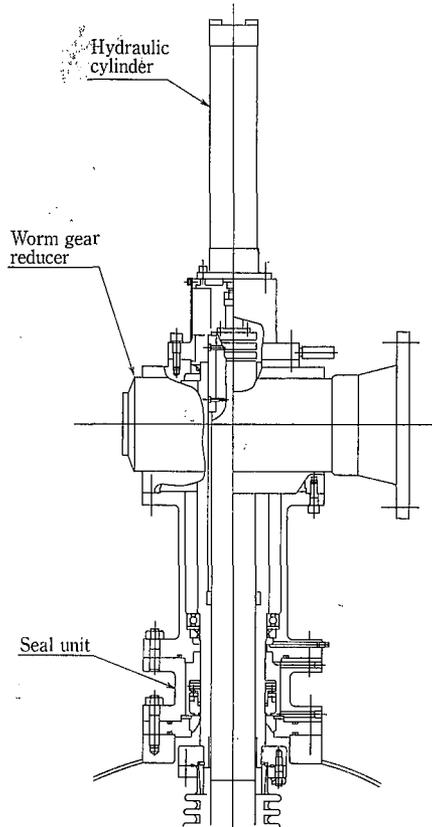
第1図及び第1表に8機種のフィルタードライヤの全体図と標準仕様を示す。全高を低くコンパクトにするために、伝動装置部の高さを低くすることを意図した新しい標準である。次に簡単に構造を説明する。



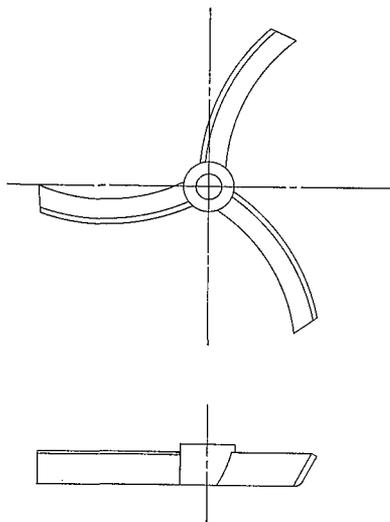
第1図 フィルタードライヤ全体図
Fig. 1 Cross section of Filter Dryer

第1表 フィルタードライヤ標準仕様・寸法表
Table 1 Specifications and dimensions of Filter Dryer

	FD-3	FD-6	FD-10	FD-15	FD-20	FD-30	FD-40	FD-50
Filtration area	m ²	0.25	0.6	1.0	1.5	2.0	3.0	5.0
Vessel diameter	D mm	600	900	1 200	1 450	1 650	2 000	2 600
Total height	H mm	2 940	3 090	3 300	4 020	4 020	4 220	4 585
Vessel height	L mm	1 100	1 200	1 250	1 650	1 650	1 750	1 950
Total volume	Lt	240	590	910	2 170	2 790	4 330	8 170
Cake volume	Lt	60	180	330	550	720	1 100	1 860
Motor	kW	1.5	2.2	5.5	7.5	7.5	11	15
Revolution	rpm	10~60	10~60	10~60	10~60	7.5~45	7.5~45	5~30
Shaft stroke	S mm	250	300	300	350	350	400	400
Total weight	kg	1 500	1 800	2 800	4 200	5 500	6 000	11 000



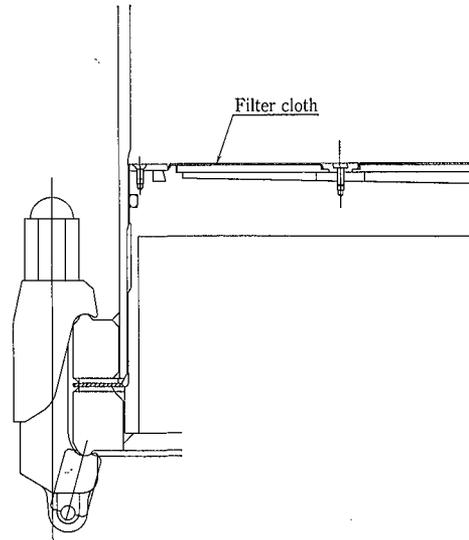
第2図 伝動装置図
Fig. 2 Schematic figure of drive unit



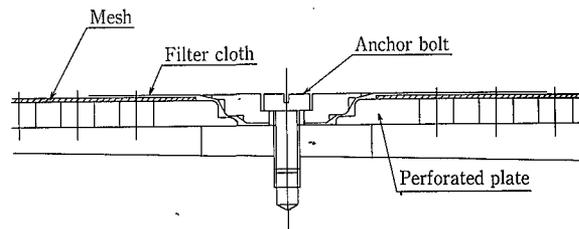
第3図 攪拌羽根
Fig. 3 Impeller

.) 伝動装置部

第2図に示すように、無段変速機を水平方向に取り付け、ウォーム減速機を介して回転方向を鉛直方向に変える。同時に減速する。この減速機の軸は、ホローシャフトとなっており、減速機上部に取り付けた油圧シリンダによって、缶内攪拌翼は上下する。



第4図 汙布セット図
Fig. 4 Setting of filter cloth



第5図 汙布止め
Fig. 5 Anchor bolt for filter cloth

2) 軸封

缶内の気密性、コンタミ防止を重視する場合は、軸上下方向をベローズでシールし、回転方向には通常のメカニカルシールまたはドライタイプメカニカルシールを使用するが、ベローズとドライシールの組合せを標準としている。

3) 攪拌翼

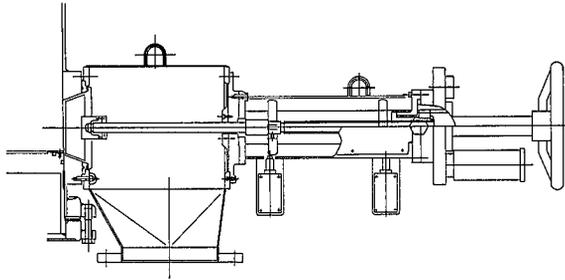
第3図に示すように、展延、搔取、混合、排出の多機能に適した攪拌翼を標準とする。回転方向は、正逆反転可能である。必要に応じて特殊形状の攪拌翼も対応出来る。

4) 汙板構造

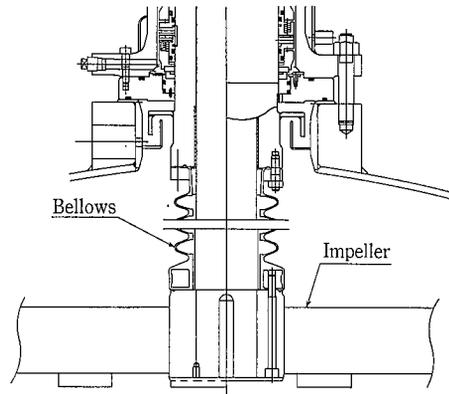
第4図に示すように、汙布、メッシュ、多孔板を組合せた構造を標準組合せとする。

汙布は、ポリプロピレン、ポリエステル、ナイロン等の合繊材料を標準とするが、他に金属金網、焼結金網、焼結金属板等を使用することもできる。汙布の下部のメッシュは、汙布と多孔板との間に空隙部を形成させるために設置され、このメッシュの設置により汙布の汙過面積が確保される。

真空乾燥時に、汙布の浮き上がりを防止するために、第5図に示すような汙布と多孔板と直接接合する汙布止めを設ける構造を取っている。



第6図 粉体排出弁
Fig. 6 Powder discharge valve



第7図 PTFE製ベローズと翼取付部
Fig. 7 PTFE bellows and mounting to the impeller

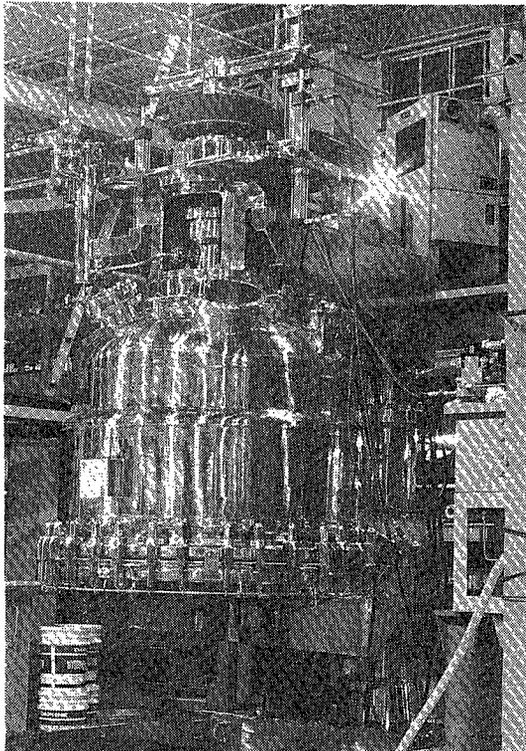


写真1 GNP仕様のフィルタードライヤ
Photo. 1 Filter Dryer for GMP

5) 排出弁

第6図に示すような側面排出のプラグバルブを標準とする。バルブケーシングにハンドホールを設け、洗浄が容易な構造としている。

6) 油圧ユニット

攪拌翼の昇降、下蓋の昇降及び粉体排出弁は油圧シリンダにより作動する構造となっている。これらの油圧シリンダへの圧力供給は1台の油圧ユニットで行い、防爆仕様を標準とする。

7) 現場制御盤、操作回路盤

攪拌翼の回転、昇降、下蓋の昇降及び排出弁の開閉は機側の防爆形現場制御盤で運転する。操作回路盤は非防爆エリアに設置する。手動操作を標準とするが全自動運転にも対応することが出来る。

2. GMP対応のフィルタードライヤ

医薬品は厳しい品質管理の下に製造されているが、この医薬品を製造する設備にも特有の機能が備わっている必要がある。それらを挙げてみると、次のようになる。

- ①設備内は、 121°C 、 $1.4\text{ kg/cm}^2\text{G}$ のスチーム殺菌に耐える構造であること。
- ②雑菌が設備内で繁殖する隙間などが極力ない構造とすること。
- ③設備内に液が滞留することなく、完全に排出出来ること。
- ④設備は、分解して清掃しやすい構造であること。
- ⑤設備外面は、ステンレススチールの磨き板を使用し、やむを得ず炭素鋼を用いるときは、ステンレスの磨き板でカバーすること。
- ⑥設備外面を水洗した場合に水の滞留がなく、完全に水切れすること。

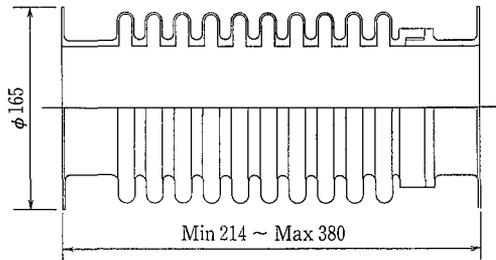
このようなGMP (Good Manufacturing Practice) 対応のフィルタードライヤを設計製作した(写真1)。ここでは、設計の重要なポイントの一つであるベローズについて紹介する。

1) ベローズの開発

フィルタードライヤ内の気密性が確実に保証されるためには、攪拌翼の回転に対してはメカニカルシールを適用し、攪拌翼の昇降にはベローズを適用するのがよい。

$0\sim 90^{\circ}\text{C}$ の範囲において、従来ベローズは、材質 PFA (四フッ化エチレン-パーフロアルキルピニルエーテル共重合樹脂)の成型品を適用してきたが、 121°C の生スチームによる殺菌工程に耐える耐熱、耐圧のベローズが必要となった。フィルタードライヤ内では、腐食性の薬品、多種の溶媒を取り扱うため、これらに対し最も安全な材料である PTFE (四フッ化エチレン樹脂)を使用することにした。攪拌羽根(金属)とベローズ (PTFE)の接合部に雑菌の繁殖する隙間のない構造を考案した(特許出願中)。

第7図に PTFE 製ベローズと攪拌翼との接合部の構造を示す。



第8図 テスト用ベローズ形状
Fig. 8 Bellows for testing

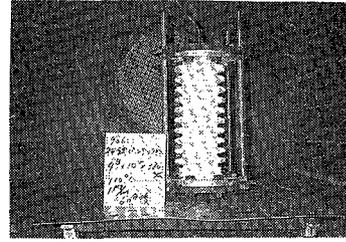


写真2 ベローズの内圧テスト
Photo. 2 Internal pressure test

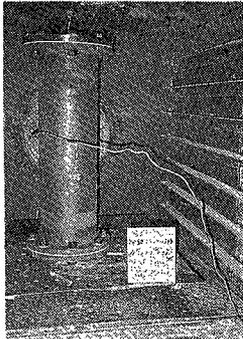


写真3 外圧テスト
Photo. 3 External pressure test

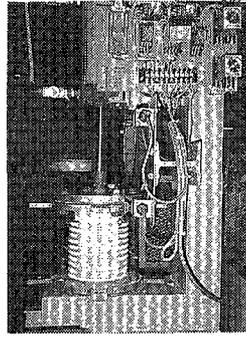


写真4 伸縮テスト
Photo. 4 Expansion & compression test

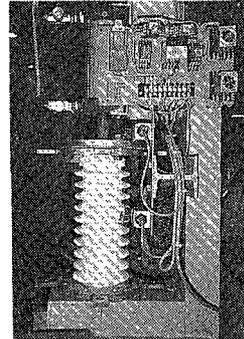


写真5 伸縮テスト
Photo. 5 Expansion & compression test

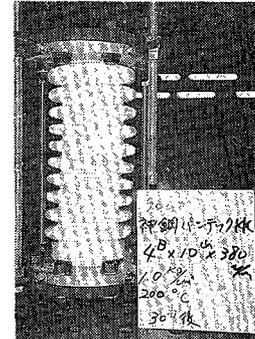


写真6 耐熱テスト
Photo. 6 Temperature durability test

耐熱, 耐圧, 耐久テスト

PTFE 製ベローズを商品化するために, 次に述べるテストを実施し, 耐熱, 耐圧, 耐久性を確認した。第8図に試験に使用したベローズを示す。

材質: PTFE

サイズ: 4B×10山×294 mm

伸縮量: 166 mm (Max 380 mm~Min 214 mm)

①内圧テスト

最大面間380 mm にセットし, 電気炉にて110°Cで2時間加熱後, 窒素ガスにて内圧 1.0 kg/cm²G に30分間加圧した。このテストは, フィルタードライヤ内が真空の状態に対応する。

結果: 山, 谷部の膨らみ, 変形等の異常は認められなかった。

②外圧テスト

外圧テスト用治具に最大面間の380 mm にセットし, 電気炉で121°C, 3時間加熱後, 窒素ガスにて外圧 1.4 kg/cm²G に30分間加圧した。このテストは, フィルタードライヤ内が 1.4 kg/cm²G の状態に対応する。

結果: 山, 谷部の膨らみ, 変形等の異常は認められなかった。

③伸縮繰り返しテスト

ベローズを伸縮テスト機にセットし, Max 380 mm~Min 214 mm にリミットスイッチを調整し, 10,000回の繰り返しサイクルテストを実施した。このテストは, フィルタードライヤの使用法として10回伸縮/1バッチ, 100バッチ/1年として, 10年間の耐久性に対

応する。

結果: 山, 谷部の膨らみ, 変形等の異常は認められなかった。

④伸縮繰り返しテスト後の内圧テスト

伸縮繰り返しテストに使用した資料を用いて①と同じテストをした。

結果: 山, 谷部の膨らみ, 変形等の異常は認められなかった。

⑤伸縮繰り返しテスト後の外圧テスト

伸縮繰り返しテストに使用した資料を用いて②と同じテストをした。

結果: 山, 谷部の膨らみ, 変形等の異常は認められなかった。

⑥耐圧破裂テスト (上記①~⑤テスト終了品)

最大面間の380 mmにセットし, 窒素ガスにて内圧1.0 kg/cm²G に加圧し, 電気炉で120°C, 1時間加熱後, 30分毎に10°C ずつ温度を上げ, Max 200°Cまで各温度での山, 谷部の膨らみ, 変形状態を確認した。

結果: 120~130°C 異常を認めず

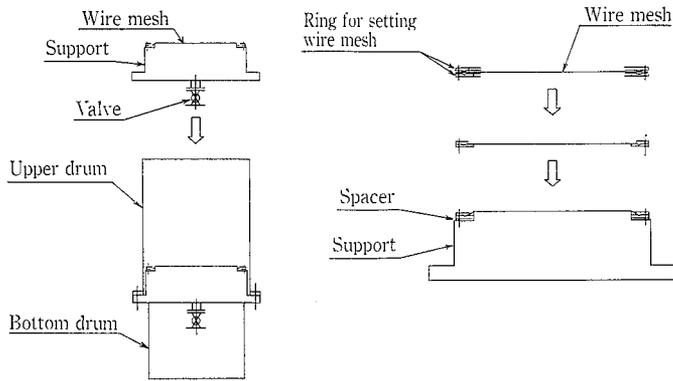
140~150°C 2~3 mm 蛇行

160~180°C 5~6 mm 蛇行

180~200°C 6~10 mm 蛇行

200°Cまでのテストを実施した結果, 蛇行による変形は発生したが, 谷部のバックリング等による破裂はなかった。

以上のテストの状況を写真2~6に示す。この結果121°Cの殺菌仕様, 雑菌の繁殖防止対策を考慮したベローズを開発することができ, 商用機に適用した。



第9図 金網の取付方法
Fig. 9 Setting of wire mesh

3. 低温仕様のフィルタードライヤ

フィルタードライヤに供給されるスラリーは、通常前工程の晶析反応で生産されることが多い。前工程の反応晶析が低温で実施される場合、後工程のフィルタードライヤも低温仕様が必要となる。

設計温度が -50°C のフィルタードライヤにおける設計上のポイントは次の通りであった。

- ① -50°C で使用できる材料として、可能な限りステンレス材を使用した。従って、ペローズ、汙材もステンレス製とした。
- ②メカニカルシール部、排出バルブ部など容器に直接取り付けられた構造物は、氷結防止のためドライ窒素がパージできる構造とした。
- ③固定用パッキン、OリングはPTFE製とし、バルブシール面、軸封部の軸シール部などは、弾性のあるPTFE系Oリングを使用した。

ここでは、低温用汙材についてテストを含め、紹介する。

1) ステンレス製金網汙材のテスト

汙材としては、ステンレス製金網を使用した。 -50°C で汙過後フィルタードライヤ内は、 100°C を超える熱溶媒で洗浄されるため、温度差が1回のバッチ処理間で 150°C 以上もつくことになる。

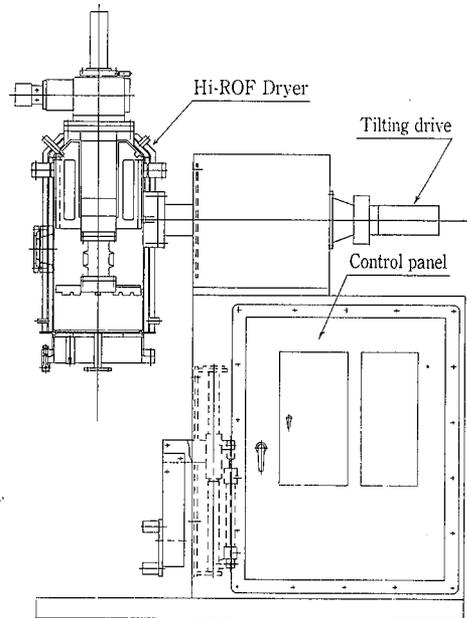
汙材金網がこの温度差内で弛み、変形などが生じないかが問題であり、温度繰り返しテストを実施した。

第9図に示すような大気開放の容器に、ステンレス製金網を取り付けた。金網は汙材押エリングであらかじめセットした状態で、下蓋にセットする。下蓋にセットする前に金網が弛まないようV字溝に挟み込み、少しのテンションを与えている。これを下蓋にセットし、スペーサの厚みを変化させて、金網のテンションを調整した。

容器内には、エチルアルコールを注入し、その後、粉碎したドライアイスを入れて低温状態(約 -50°C)を作った。また、アルコールを排出した後、 $0.7\text{ kg/cm}^2\text{G}$ の蒸気を金網表面に吹きかけ高温状態(約 100°C)を作った。

使用した汙材は、次の通りである。

- 材質：SUS316
- 目開き：500 mesh
- 織り：綾織り



第10図 ハイロフドライヤテスト機
Fig. 10 Hi-ROF DRYER test facility

線径： $\phi 0.025$

結果を次にまとめた。

スペーサ厚み	汙材の伸び	温度繰り返し後の汙材の状態
6 mm	0.16%	表面に皺がよっていた。
5 mm	0.30%	表面に皺はなかったが、少し張りが緩かった。
3 mm	0.70%	適正な張りであった。
0 mm	1.50%	適正な張りであったが、初期テンションに力が要る。

以上のテストにより、 -50°C から 100°C への温度繰り返しによる金網の初期テンションは、 $0.5\sim 1\%$ が最適という結論を得、商用機の設計に反映した。これらの結果は実用新案出願中である。

次に、上記汙材を当社技術研究所ハイロフドライヤテスト機(第10図)にセットし、炭酸カルシウム水溶液を用いて汙過及び湿潤ケーキの排出テストを実施した。汙材と攪拌翼のクリアランスを5 mmまで接近させ、湿潤ケーキの攪拌翼による剪断力が汙材に与える影響を観察した。結果は、汙材金網の変形、破れもなく正常であった。汙過速度に関しては、あらかじめ予想した通り汙材と多孔板との間に mesh の大きい金網を挿入することが、汙材面積を有効に生かせることが確認できた。

むすび

フィルタードライヤは、汙過、洗浄、乾燥が一台の設備で処理できる多機能型機器であり、医薬、農業を中心としたファインケミカルの生産設備として、今後の発展を期待している。

コンパクトな新標準フィルタードライヤを準備することおよび高度なユーザーニーズに応えること、この二点を重視してユーザー各位の製品品質向上、生産性の向上に役立ちたいと考えている。