

フィルタドライヤの乾燥特性

The Drying Characteristic of the FILTER-DRYER



(化)技術部
平井 等
Hitoshi Hirai

The FILTER-DRYER has a highly efficient performance that all the processes (filtration, washing, and drying of the filter cake) are possible in a single closed vessel. This paper shows the performance characteristics of the FILTER-DRYER when used as a vacuum dryer and some heat transfer improvements on it.

まえがき

フィルタドライヤ(第1図)はヌッチェ型濾過器に、展延、掻き取り、攪拌洗浄、攪拌乾燥の機能をもたせた設備である。晶析反応等で得られたスラリー状の処理液から母液を分離し、さらに不要な汚染物を洗浄除去したのち乾燥粉末として高精製の製品を得る。この過程でフィルタドライヤは単位操作として濾過、洗浄、乾燥の機能が要求される。また各工程では機能性向上のため攪拌翼が作用するが、この攪拌特性については前報(神鋼パンテック技報, Vol. 39 No. 1)で報告した。ここではフィルタドライヤの単位操作としての乾燥特性について紹介する。

1. 真空乾燥について

工業的に用いられている乾燥装置の種類は多様であるが、フィルタドライヤは材料攪拌型乾燥機に位置し、密閉構造の特長を生かした真空乾燥を一般的な仕様条件としている。原料粉粒体のもつ物理化学的性質が熱的に敏感かつ不安定なものについては低い乾燥温度で操作出来る真空乾燥が適している。また乾燥率の向上、即ち残存湿分を低くするにも真空乾燥がよい。

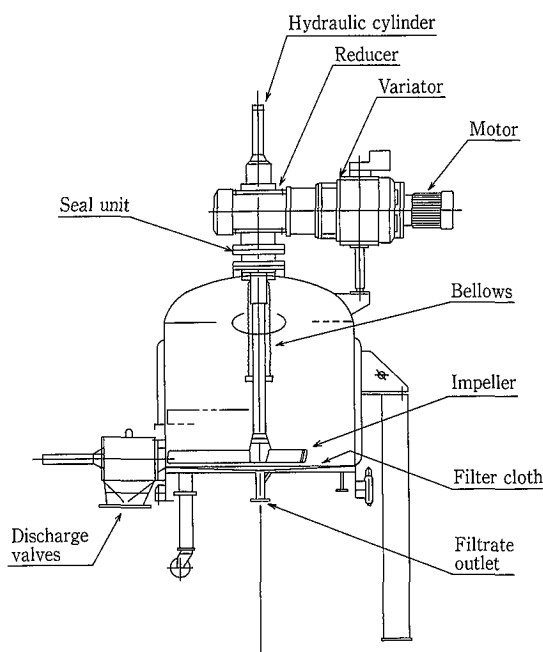
フィルタドライヤは医薬品の間接体をはじめとして熱的不安定な物質を取り扱うことが多く、同時に高純度粉体に精製するため高乾燥率を求められることも多く、真空乾燥は不可欠の仕様となる。

2. フィルタドライヤでの乾燥操作

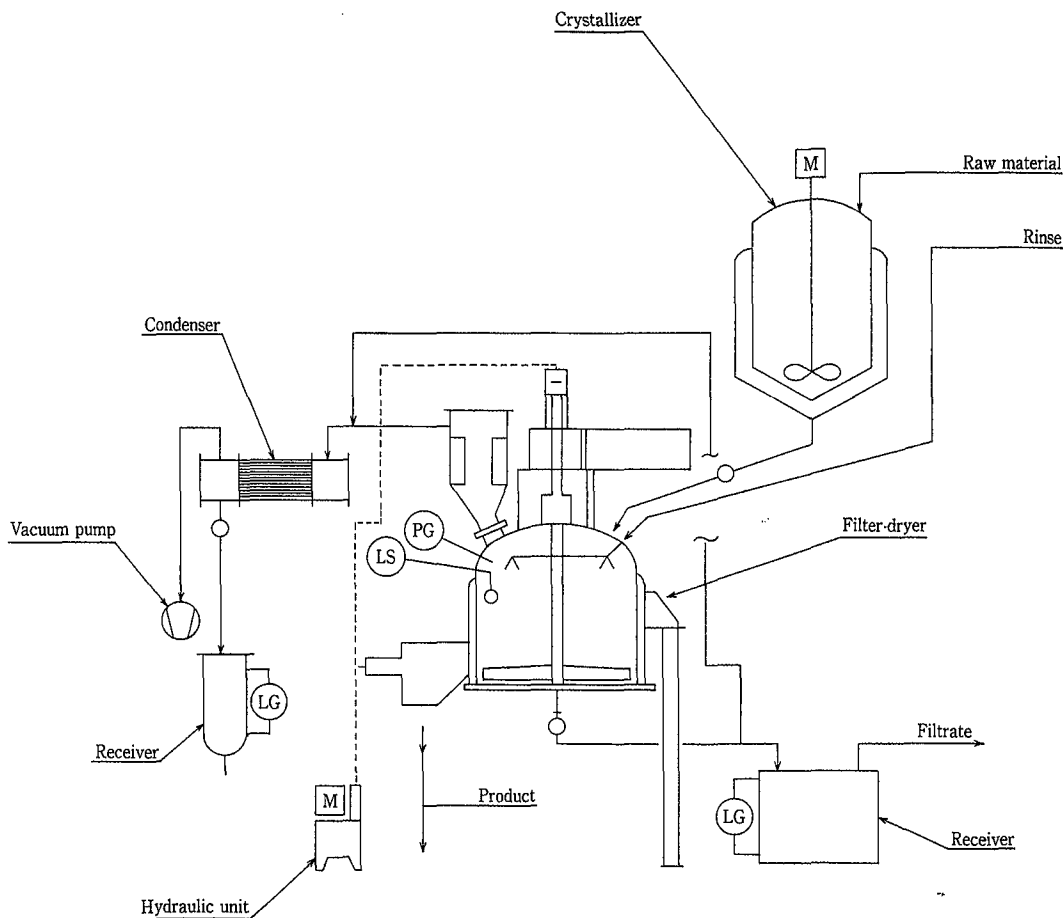
2.1 恒率乾燥

一般的なフィルタドライヤまわりのフロー(第2図)と操作について説明する。原料スラリーを受け入れ、濾過、洗浄を繰り返したあとフィルタドライヤ内は目的粉体製品

と洗浄溶媒の混在したウェットケーキ状態にある。まずフィルタドライヤの外套部及び下蓋、天板のトレーシング部に熱媒体(温水またはスチーム)を供給し、加温する。系外のコンデンサーには冷却媒体(工業用水、チルド水またはブライン)を供給し待機しておく。次に真空ポンプを起動



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

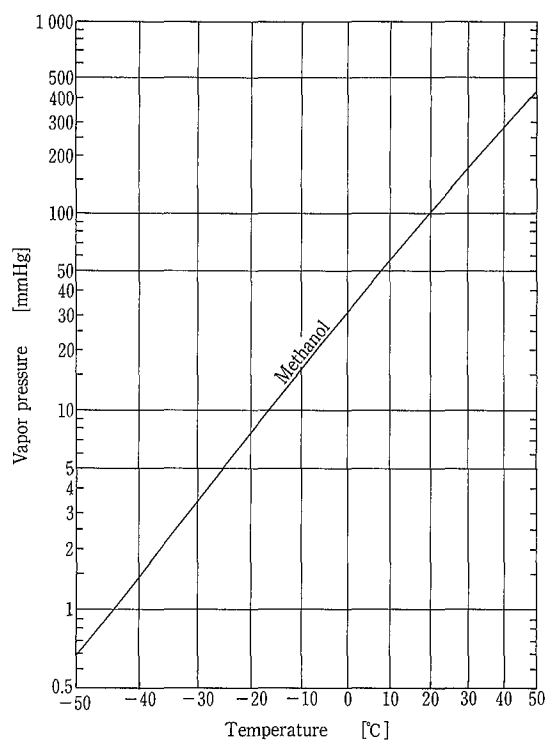


第2図 フィルタドライヤまわりの概略フロー
Fig. 2 Schematic flow of Filter-Dryer unit

し、フィルタドライヤ内を所定の真空度に減圧したのち、攪拌翼を低速で回転しながら微速で降下させる。攪拌翼が降下しケーキと接触すると、攪拌翼は少しずつケーキを掻き取り、攪拌翼が最下部で降下停止するまでケーキをほぐしてゆく。その後低速の回転を続行し、攪拌負荷が減少すれば回転数を増加してもよい。

この掻き取り期間から初期の乾燥工程ではコンデンサーで捕まる溶媒量の回収速度がほぼ一定であり、ウェットケーキから湿潤粉体と変化する内容物の温度もほぼ一定（恒率乾燥期間と呼ばれている）となる。この材料温度は操作真空度と溶媒の蒸気圧によって決まる。たとえば溶媒がメタノールで製品粉体の熱安定性から品温を50℃以下で操作する場合には次の手順で操作真空度を定める。

- ①加熱温度は品質を優先し、45～50℃とする。
- ②恒率乾燥期間での溶媒温度が加熱温度より30～40℃低い温度の溶媒蒸気圧を操作真空度とする。
- ③溶媒蒸気圧線図（第3図）よりメタノールの5～20℃に対応する蒸気圧は40～100 mmHgとなるので操作真空度は50 mmHgとする。
- ④メタノール50 mmHg対応する溶媒温度は約8℃（第3図）であるので恒率乾燥期間の材料温度は約8℃となる。加熱側温度差は(45～50)－8＝37～42℃となる。
- ⑤メタノール回収コンデンサーの冷媒温度は約－5℃



第3図 メタノール蒸気圧線図
Fig. 3 Vapor pressure of Methanol

程度のブラインを用いる必要があり、この時の冷却側温度差は $8 - (-5) = 13^{\circ}\text{C}$ となる。

操作真空度の選定は概略上記手順で行う。操作真空度を高めると乾燥時間が短くて高乾燥率の製品が得られるが、一方では溶媒温度が低くなり、冷媒装置のコストアップをまねいたり、コンデンサーで未回収の溶媒が多くなり真空ポンプの性能低下をまねくので経済的な操作真空度を選ぶことが重要である。経験的には加熱温度（温水またはスチーム）と冷却温度（工業用水、チルド水またはブライン）の温度差（前述の例では $50 - (-5) = 55^{\circ}\text{C}$ ）を1 : 3 ~ 4に分ける温度を溶媒蒸発温度（ $6.0 \sim 8.75^{\circ}\text{C}$ ）とすればよい。この理由は単位伝熱面積あたりの設備単価が加熱側（フィルタドライヤ外套部）で高く、冷却側（コンデンサー）で低い事による。

恒率乾燥期間で溶媒の凝縮温度が周囲温度より高い場合（低真空操作の場合または溶媒沸点の高い場合）にはフィルタドライヤ外套部以外の内表面温度を溶媒凝縮温度より高温に維持する必要がある。保温のみでは不十分であり、トレーシングパイプを設置し外套部の加熱温度と同じ加熱媒体で加温する。加温不足の内表面では溶媒の凝縮が起り、乾燥時間が大幅に増加する。

2.2 減率乾燥

真空乾燥をさらに継続すると恒率乾燥期間（材料温度一定）から減率乾燥期間に入る。即ちフィルタドライヤ外套部からの入熱が溶媒の蒸発潜熱に使われていたのが、溶剤の量が減少し、材料粉体の温度上昇に使われ始める。縦軸に湿分濃度と材料温度、横軸に時間をとって点描した曲線を乾燥曲線と呼ぶが、この代表例を第4図に示す。最終製品粉体の湿分と材料温度との関係をあらかじめテスト機で確認しておく、乾燥終了は材料温度を測定することによって判断出来る。

減率乾燥期間の後半では粉体から離脱する溶媒量が減少するので乾燥率を上昇させるために真空度を恒率乾燥期間より高く操作することも多い。さらに乾燥率を上昇させる必要がある場合には真空乾燥中の攪拌混合粉体に窒素等の

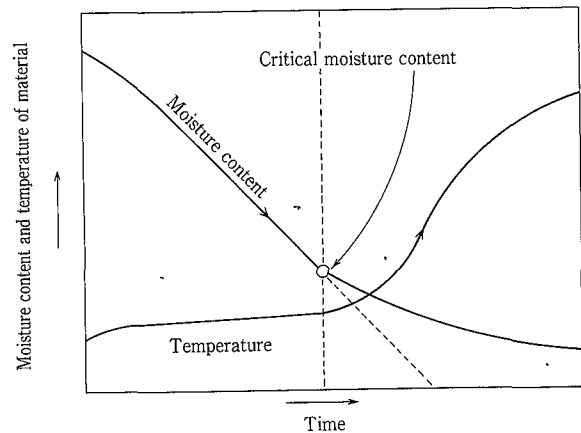
不活性ガスを供給するとよい。この原理は水蒸気蒸留と同様に操作圧力の一部を窒素等のガスに分圧として担わせ、溶媒の蒸気圧を低くさせることにある。したがって操作真空度よりみかけでは高真空の乾燥を行っていることになる。

高真空での乾燥や不活性ガスの供給は乾燥率の向上に有効である反面、コンデンサーでの溶媒回収が困難となる。減率乾燥のどの時点で真空度を変更するかまたは不活性ガスを供給するかは処理粉体の単価（高価な製品では乾燥性能が優先する）、溶媒の廃棄処理費（水封式真空ポンプでは排水処理費、油回転真空ポンプでは潤滑油メンテ費と廃棄処理費）を考慮して決める。

減率乾燥後半ではフィルタドライヤ内の製品粉体は乾燥状態となっているためガスの供給は微粉末のエントレインメント（飛沫同伴）を誘発するのでバグフィルタを設置する。

3. 伝熱特性

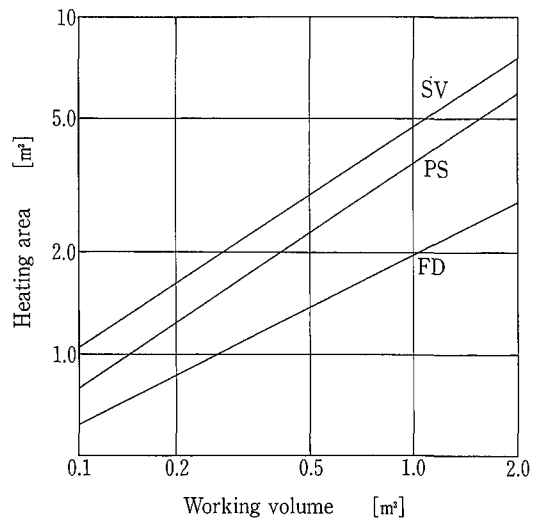
フィルタドライヤの乾燥性能は外套部よりの間接加熱方式であるため伝熱係数の値に支配される。また濾過機能を



第4図 乾燥経過曲線
Fig. 4 The periods of drying

	SV MIXER	PS MIXER	FD
V	$\frac{\pi}{4} D^2 \times \frac{D}{2} \tan 73^{\circ} \times \frac{1}{3}$	$\frac{\pi}{4} D^2 \times \frac{1}{2} D$	$\frac{\pi}{4} D^2 \times 0.3$
A	$\frac{\pi}{4 \cos 73^{\circ}} \times \left(\frac{24V}{\pi \tan 73^{\circ}} \right)^{2/3}$	$\frac{2.51}{4} \pi \times \left(\frac{8V}{\pi} \right)^{2/3}$	$0.3 \times \pi \times \left(\frac{4V}{0.3\pi} \right)^{1/2}$

第5図 スケールアップしたときの伝熱面積
Fig. 5 Heating area in scale-up



優先させた設備形状，即ち濾過面積にかかわらずウェットケーキの厚みが200～350 mmで設計されるため，大型のフィルタドライヤでは特にケーキ単位容量あたりの有効伝熱面積が小さい。同じ材料攪拌型乾燥機の位置にある当社SVミキサやPSミキサと比較してもスケールアップにつれてより伝熱面積が不足する。(第5図)

3.1 乾燥時間

フィルタドライヤはSVミキサやPSミキサと同様に粉体攪拌を行っているので粉体への入熱に攪拌熱を考慮する必要がある。

$$Q = U \cdot A \cdot \Delta T + q \quad (1)$$

Q : 原料への伝熱量 [kcal/ Hr]

U : 総括伝熱係数 [kcal/ m² Hr°C]

A : 装置伝熱面積 [m²]

ΔT : 平均温度差 [°C]

q : 攪拌熱

恒率乾燥期間の乾燥時間は(1)式で与えられる入熱がすべて溶媒の蒸発潜熱に消費されると仮定して次式で求められる。

$$\theta_1 = \lambda \cdot m / Q \quad (2)$$

θ₁ : 恒率乾燥時間 [Hr]

λ : 溶媒の蒸発潜熱 [kcal/ kg]

m : 恒率乾燥期間の溶媒蒸発量 [kg]

減率乾燥期間の乾燥時間は(1)式で与えられる入熱がすべて材料粉体の昇温に消費されると仮定して次式で求められる。

$$\theta_2 = \frac{M \cdot C}{U \cdot A} \ln \left\{ \frac{UA(t - T_1) + q}{UA(t - T_2) + q} \right\} \quad (3)$$

θ₂ : 減率乾燥時間 [Hr]

M : 粉体重量 [kg]

C : 粉体の平均比熱 [kcal/ kg°C]

t : 外套加熱温度 (一定値) [°C]

T₁ : 粉体初期温度 [°C]

T₂ : 粉体最終温度 [°C]

全乾燥時間 θ は θ = θ₁ + θ₂ で計算される。(1)(2)(3)式に代入する数値は必ずしも既知ではない。例えば攪拌熱は湿粉体の攪拌動力より算出出来るが，前報(フィルタドライヤの攪拌動力特性)で報告したように湿分により動力特性が異なる。恒率，減率の各乾燥期間で平均の攪拌動力としてよいが，小スケールの実験機で実粉体を用いた乾燥テストを実施して，乾燥時間，攪拌動力を実測しスケールアップに利用すると予測精度が高まる。

総括伝熱係数は取扱い粉体によりその値が異なるが，おむね次に示す値をとる。

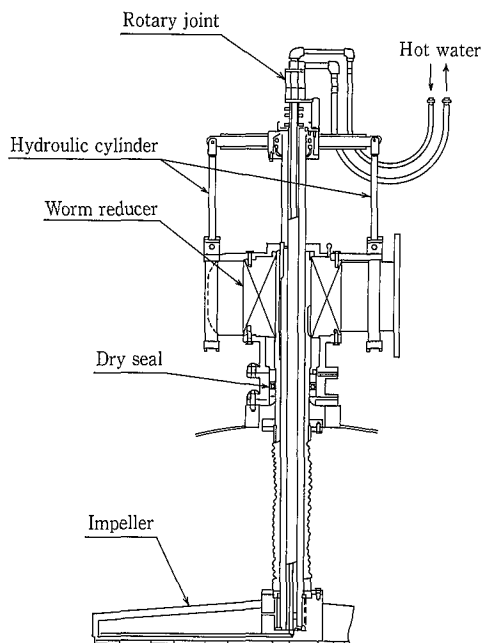
恒率乾燥期間 U=50～200 [kcal/ m²Hr°C]

減率乾燥期間 U=10～50 [kcal/ m²Hr°C]

3.2 翼加熱型フィルタドライヤ (特許申請中)

スケールアップにつれて相対的に伝熱面積不足になるのは容器型設備の宿命であるがフィルタドライヤでは第4図に示したように他機種よりその傾向が強い。この欠点を補うために攪拌軸と攪拌翼の内部に加熱媒体を通す構造を考案し実用化した。その構造を第6図に示す。

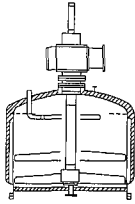
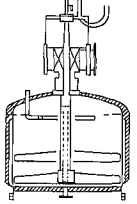
フィルタドライヤの攪拌翼と加熱壁面との間には5～10

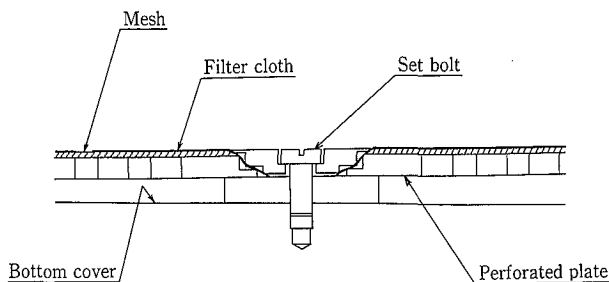


第6図 翼加熱式伝動装置図

Fig. 6 Heating impeller by hot water

第1表 翼加熱式フィルタドライヤの乾燥時間削減
Table 1 Improvement of drying by heating impeller

	FD-30	FD-30 Heating impeller
		
Inner diameter (mm)	2 000	2 000
Cake weight	Solid (kg)	320
	Solvent (kg)	160
		160(33 wt%)
Heating temperature (°C)	90	90
Pressure (mmHg)	30→230→3	30→230→3
Shaft speed (R/M)	8→20	8→20
Solvent content (wt%)	0.6	0.6
Drying time (Hr)	20	9

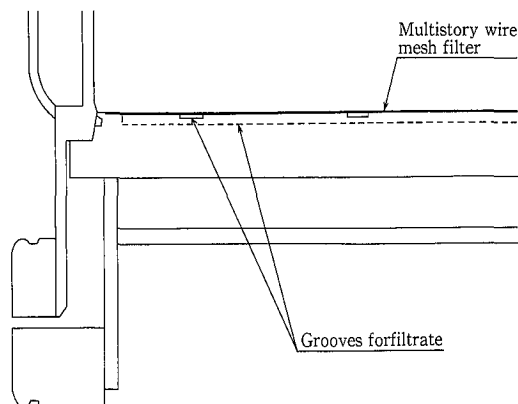


第7図 濾布セット図
Fig. 7 Furnishing filter cloth

mm程度のすき間がある。このすき間にある湿潤粉体が攪拌翼により十分混合されていれば伝熱係数の低下も少ないが、付着性にとむ粉体の場合このすき間の粉体が動かずに伝熱係数を極端に低下させることがある。一方攪拌翼の近傍では同じように付着性粉体が翼に堆積しても翼自身加熱されていると接触面から乾燥が進み、翼から粉体が離脱しやすい。湿分が減少すると粉体は流動性がよくなり回転する攪拌翼は粉体全体に均一な加熱入熱を与える。熱に不安定な物質でも局所的加熱を防止出来るのでこの方式はフィルタドライヤにとって最も有効な乾燥効率の改善と確信する。第1表に改善効果の実例を示す。この実例から考察すると翼加熱型攪拌翼の総括伝熱係数 U は外套部の U の3倍以上である。

3.3 焼結金網直取付濾板 (特許申請中)

濾材にはポリプロピレン、ポリエステル等の布を使用するのはフィルタドライヤの一般的な仕様であり、当社でも布濾材を標準としている。濾材としては安価でよい材料であるが、濾液を集積させるため下蓋とケーキの間に空間が



第8図 焼結金網取付濾板
Fig. 8 Multistory wire mesh filter

出来る構造(第7図)となる。乾燥工程では少しでも多く外部からの入熱を期待するが濾布と下蓋外套部の空間が入熱を阻害する。この欠点を補う方法として金属製の焼結金網を下蓋に直接溶接し、濾液集積は周方向と半径方向に溝を彫り、ほぼ金網全体が下蓋に接する構造(第8図)を採用した。下蓋の外套部からの伝熱の改善で乾燥時間の短縮が期待出来るのみならず、晶析反応機としての応用用途が期待出来る。

む す び

フィルタドライヤの乾燥、伝熱特性について概説した。また最近の伝熱改善事例をあわせて報告した。フィルタドライヤは濾過優先の装置形状であるが、乾燥効率を高める改善工夫でより顧客の信頼を得る努力を続けたい。

ここに紹介したフィルタドライヤの乾燥特性が顧客の濾過、乾燥計画の助けになることを期待している。またこのたび0.1 m²のテスト用貸与機を製作したのでご用命を待っています。