

SVミキサーのテスト事例報告（その2）

The Test Report of the SV MIXER (No. 2)



(化)技術部
太田 幹子
Mikiko Ohta

SVミキサーは粉体の混合及び乾燥機として幅広い分野で使用されている。最近では医薬品・食品・ファインケミカル分野の用途が増え、それに伴いGMP対応や低温乾燥機としての対応がユーザより望まれている。

当社ではユーザの要望に沿って様々なテストを行っている。前報においてテスト結果の一部を紹介した。本稿ではさらに前報とは異なる新型排出弁（メンテナンスフリータイプ）のテスト事例などを紹介する。

The SV MIXER has been widely used in powder equipment such as for mixing and drying. Recently, the application of the SV MIXER in the field of pharmaceutical, food and fine chemical industries is on increase. Therefore it is necessary to be suitable to the severer specification of GMP (Good Manufacturing Practice) and low temperature drying.

We perform various tests to satisfy the customer's desire. Adding to the result of tests on the former report, the test results such as functions of discharge valve with no maintenance are reported in this paper.

Key Words

S V ミ キ サ ー	SV MIXER
G M P	GMP
低 温 乾 燥	Low temperature drying
自 動 化	automated

まえがき

近年、医薬品、医薬中間体、食品、ファインケミカル分野では、GMP対応がより一層指向されている。GMPに要求される事項としては

- ①滅菌
 - ②洗浄性の向上
 - ③自動化による品質の安定
- 等があげられる。

また、医薬品や食品には熱的に不安定な物質を取り扱う場合があり、SVミキサーのような機械的攪

拌による乾燥機では、攪拌による摩擦熱によって装置内の粉体接触部の温度が粉温より高くなり、変質を生じることがある。

こういった問題を解決し、SVミキサーの差別化を行う事を目的としてテストを行い、前報にてその一部を報告した。

今回は、前報では報告できなかった項目について紹介する。

テスト機としては、主として150 Lt SVミキサー（SV0015VT-2S）を使用した。概略図を第1図に

示す。本報では、

①新型排出弁の開発

運転の自動化を目的とする

②自・公転軸の温度データの取得

熱に不安定な物質を取り扱う際のガイドライン

③スクレーパの性能確認

品質の安定と洗浄性の向上

④滴水シールの性能確認

品質の安定と洗浄性の向上

について報告する。

1. 新型排出弁の開発

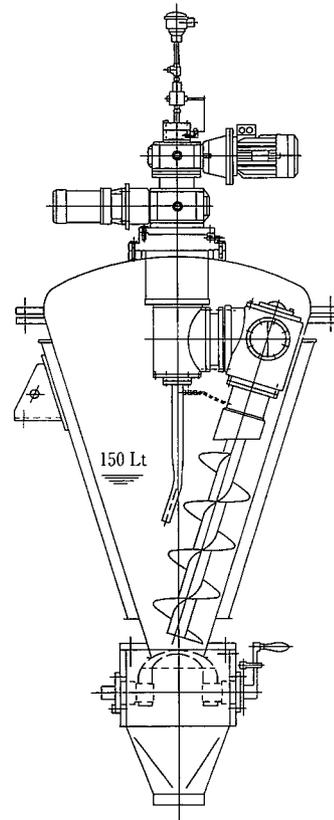
SV ミキサーの排出口は通常プラグバルブが適用される。しかし、内容物を排出する際にシート面に異物が噛み込むと、真空の保持が困難になり、時には粉洩れを生じるためバッチ毎にシート面の洗浄が必要である。また構造上、口径が大きくなると加圧を保持できないという欠点がある。

1.1 構造

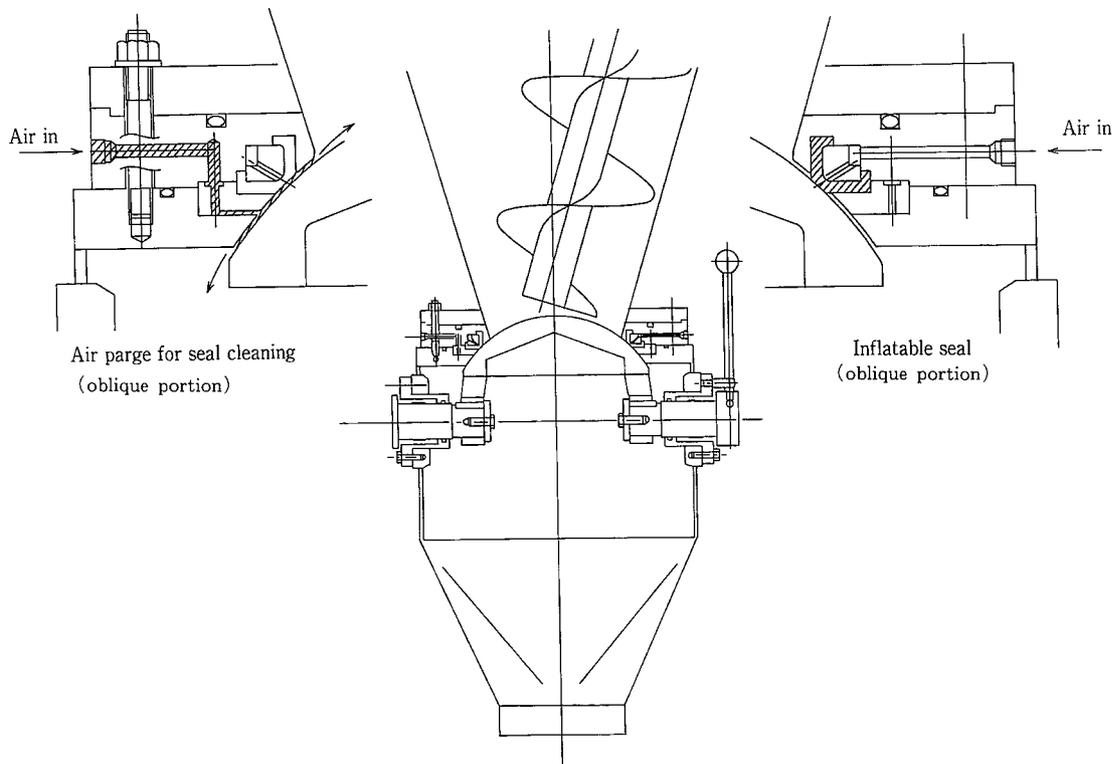
第2図に新型排出弁の構造を示す。

シート面と弁体の間には隙間があり、バルブの開閉はこの状態で行う。従って、従来のバルブとは異なり、開閉時の弁体・シート間での異物の噛み込み等による摩耗を防ぐことができる。

バルブを閉める場合には、Aの部分からエア-



第1図 SV ミキサー (150 Lt) 概略
Fig. 1 Schematic of the SV MIXER



第2図 新型排出弁
Fig. 2 New model discharge valve

第1表 操作条件
Table 1 Operation condition

RUN. No	material	air parge	Repeat time
RUN. 1	Precipitated calcium carbonate	none	1
RUN. 2	Precipitated calcium carbonate	yes	1
RUN. 3	Heavy calcium carbonate	none	1
RUN. 4	Heavy calcium carbonate	yes	1
RUN. 5	Precipitated calcium carbonate	yes	10
RUN. 6	Heavy calcium carbonate	yes	10

を供給し、シートを膨張させることによってシートと弁体を密着させ密封する。シート面は柔軟なゴム製であるため、少量の異物を噛み込んだとしても、槽内を密封することができる。

長期間にわたる自動運転を可能にするため、排出時にはBよりエアの供給を行いエアパージすることによってシート面を洗浄し、付着物を取り除く機構となっている(特許出願中)。

新型排出弁の性能を確認するために、

①真空リークテスト

②気密テスト

を行った。

この時、Aより供給されるエア圧は、約3.0 kgf/cm²G、Bより供給されるエア圧は約1.0 kgf/cm²Gとした。

1.2 真空リークテスト

1.2.1 実験方法及び操作条件

次の手順でテストを行った。

- ・約30分間真空を引く。
- ・次に真空度を30~40 Torrに調整する。
- ・そのまま放置し、1時間置きに真空度を測定する。

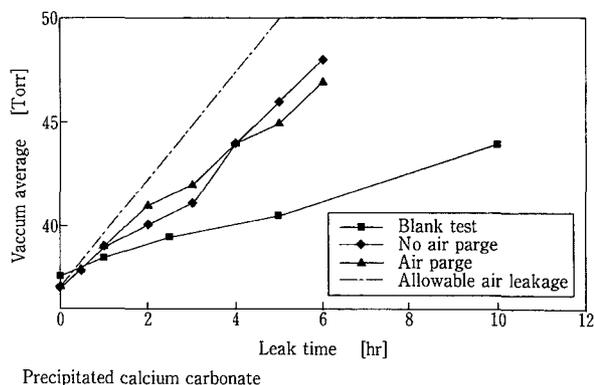
操作条件を第1表に示す。粉体試料としては、軽質炭酸カルシウムと重質炭酸カルシウムを使用した。また、ブランクテストとして、シート面を洗浄し異物を取り除いた状態で真空リークテストを行い、比較対象とした。

1.2.2 実験結果及び考察

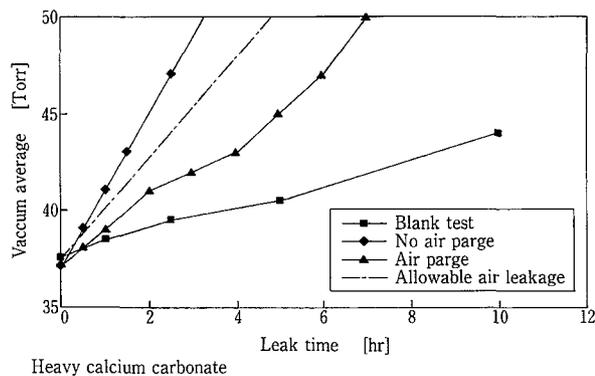
テスト結果を第3~5図に示す。

グラフ中の破線は社内規格によるSVミキサーの許容空気漏洩量である。

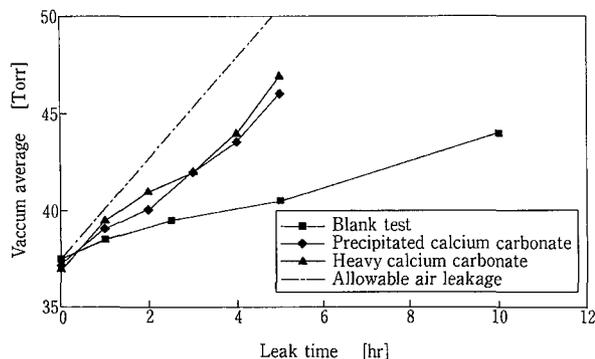
第3図より、軽質炭酸カルシウムについてはエア



第3図 真空リークテスト
Fig. 3 Vacuum leak test



第4図 真空リークテスト
Fig. 4 Vacuum leak test



第5図 真空リークテスト
Fig. 5 Vacuum leak test

洗浄の有無による影響は、ほとんどなかった。これは、軽質炭酸カルシウムは流動性が悪く付着性が強い粉体ではあるが、粒子が細かく柔らかい粉であるため、付着した試料がバルブの隙間を埋めたためと考えられる。1回のテストではエアパージを行わない場合においても社内規格を満たしているが、写真1に示すように、ゴムシート面への付着はエアパージを行わない場合の方が多いため、繰り返し運転を



(1) air purge

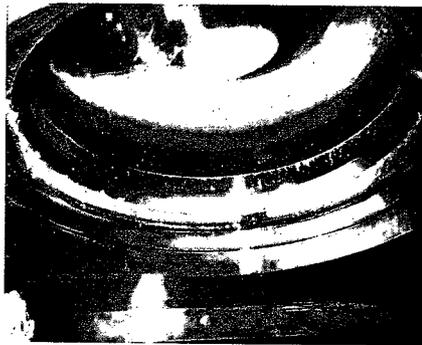


(2) no air purge

写真 1 排出後の排出口 (軽質炭酸カルシウム)
Photo.1 Discharge valve (precipitated calcium carbonate)



(a-1) Discharged one time



(a-2) Discharged ten times

(a) Precipitated calcium carbonate



(b-1) Discharged one time



(b-2) Discharged ten times

(b) Heavy calcium carbonate

写真 2 排出後の排出口
Photo.2 Discharge valve

行くと真空保持ができなくなると推測される。

重質炭酸カルシウムについては、エアパージの有無の影響が表れた (第4図)。これは重質炭酸カルシウムは粒子が大きく堅いため、部分的に付着することでエア洩れを生じたと考えられる。この場合もエアパージを行うことによって、エアの漏洩量を許容範囲内に収めることができた。

10回繰り返し排出を行い、真空リーク量を確認し

た結果を第5図に示す。排出の際にはエアパージを行った。

エアパージを行っているため、シート面への試料の付着状況は1回目から10回目まで、目視ではほとんど変化がなかった (写真2)。また、第5図からわかるように、いずれの試料に置いても空気の漏洩量を許容範囲内に収めることができた。

前述の結果より、本テストで使用した試料に於い

第2表 操作条件

Table 2 Operation condition

RUN. No	Contents*	Working press	JKT	Temperature
RUN. 1	200 kg	20 Torr	no	10 °C
RUN. 2	200 kg	ATM	yes**	18 °C
RUN. 3	200 kg	20 Torr	no	25 °C
RUN. 4	200 kg	20 Torr	yes**	25 °C

* Heavy calcium carbonate
 ** JKT temperature : 50 °C

て、新型排出弁による自動化運転が可能であるといえる。今後、物性の異なる試料、バルブ材質の検討等を行い、自動化運転に対応したいと考えている。

1.3 気密テスト

1.3.1 実験方法及び操作条件

- ・槽内の圧力を一定に保った状態 (0.5, 1.0, 1.9 kgf/cm² G) で約20分間放置する。
- ・バルブ周辺からエア洩れが生じていないかどうかの確認を行う。

1.3.2 実験結果及び考察

テストの結果、いずれの圧力に於いても排出弁からのエア洩れは生じなかった。構造上、シート面に直接圧力がかかる事はなく、またゴムシート自体が3 kgf/cm² Gの圧力で膨張しているため、1.9 kgf/cm² Gの圧力を内側から受けても気密性を保つことができる。

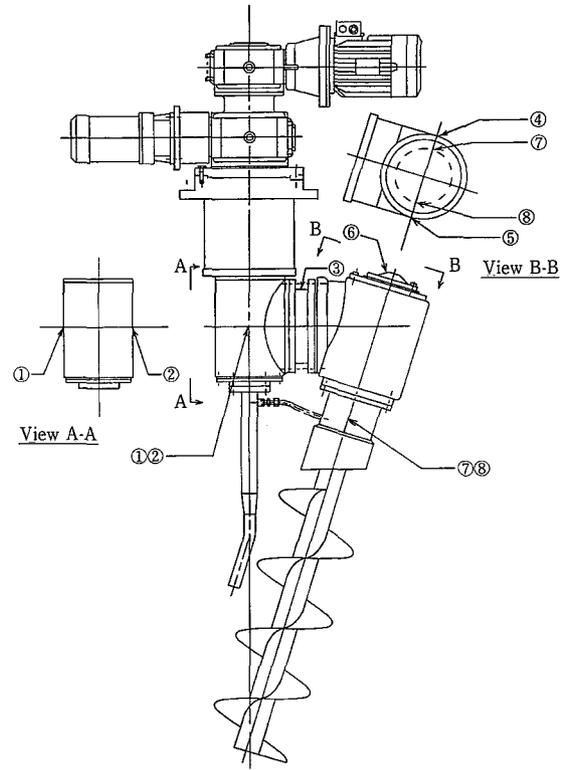
SVミキサーの駆動部はシール部をドライシールにすることで1.9 kgf/cm²の圧力に対応することができる。

缶内滅菌を行う場合など、缶内に圧力がかかる場合でも十分に対応できることが証明された。

2. 自・公転軸の温度データの取得

許容温度の低い物質 (低融点物質、温度により変質を伴う物質) を取り扱う場合、駆動部及びスクリー翼の局所的な温度上昇により製品の劣化を伴うことがある。

前報に於いて、1500 LtのSVミキサーを使用し、9時間連続運転を行った場合の駆動部の昇温データについて報告した。その結果、モータ負荷が高いほど、駆動部の発熱量は大きくなることが確認された。今回は150 Lt SVミキサーを用いて駆動部の昇温データを測定し、槽内の圧力及び外套の有無が及ぼす影響について検討を行った。



第6図 温度測定位置
 Fig. 6 measurement position

2.1 実験方法及び操作条件

測定は接触温度計を用い、1時間毎に行った。測定部位を第6図に示す。

また、操作条件を第2表に示す。

2.2 実験結果及び考察

第7図に、槽内の圧力による駆動部の温度変化の違いを示す。大気圧下に比べ、減圧下 (約20 Torr) の方が高温になる。テストを行った時期が違うため外気温に差が生じているが24時間運転を行った時点で、大気圧では約35 °C、減圧下では約40 °Cの温度上昇が確認された。

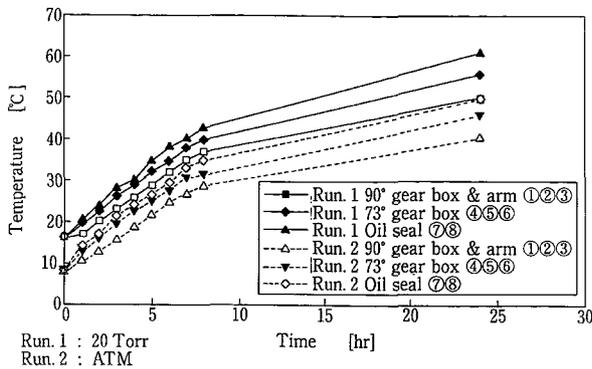
駆動部から放熱を行う際、真空下の場合には熱伝導度が悪化するため駆動部への蓄熱量が大きくなったと考えられる。従って本テスト機においては、大気圧下と減圧下では5~10 °C程度の温度差が生じることが明らかになった。

前報において、駆動部の温度推測式として、次に示すモデル式を作った。

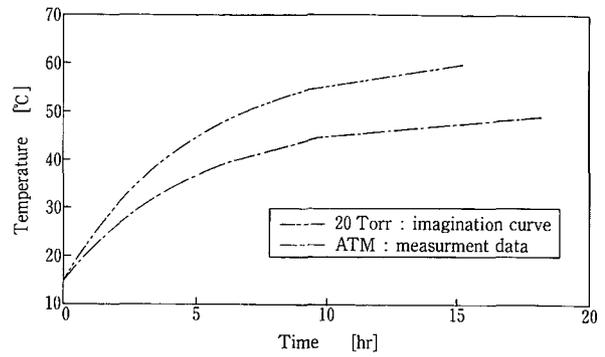
$$\theta = - \frac{M}{UA} \ln \{ Q - UA (T - t_0) \} + C$$

θ : 時間

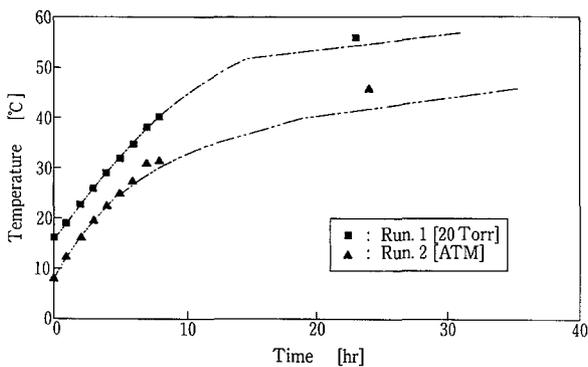
[hr]



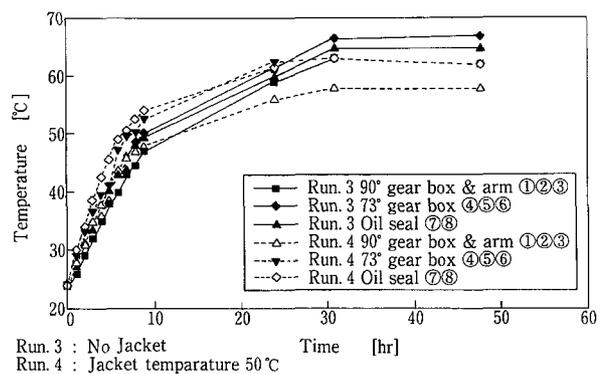
第7図 駆動部温度曲線
Fig. 7 Thermo curve



第9図 温度曲線 (1500 Lt 仮想曲線)
Fig. 9 Thermo curve (1500 Lt imagination curve)



73° gear box
第8図 温度曲線 (仮想曲線)
Fig. 8 Thermo curve (imagination line)



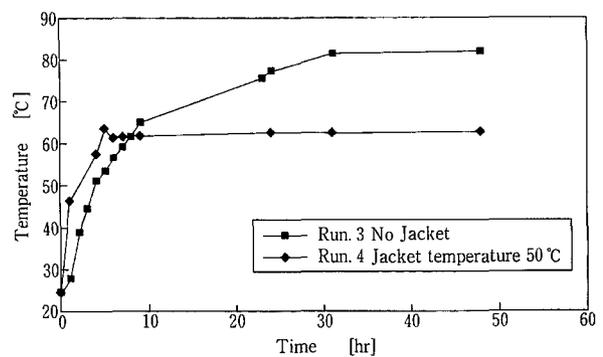
Run. 3 : No Jacket
Run. 4 : Jacket temperature 50°C
第10図 駆動部温度曲線
Fig.10 Thermo curve

M : 熱容量 [kcal/°C]
U : 総括伝熱係数 [kcal/m²hr°C]
A : 表面積 [m²]
Q : 発生熱量 [kcal/hr]
T : 外表面温度 [°C]
t₀ : 雰囲気温度 [°C]

今回のテスト結果では、運転開始直後は時間に対して比例する形で温度が上昇した。今回使用したテスト機は断熱しており、また駆動部の大きさに対して空間容積が小さいため駆動部からの発熱によって缶内の雰囲気温度も上昇するためと考えられる。

運転開始約5時間以降は、前式に従って温度が上昇しており、総括伝熱係数Uと伝熱面積Aの乗数UAを2.0 kcal/hr°C、熱容量M : 20 kcal/°C、とすると、大気圧下でのQ : 34.4 kcal/hr、減圧下でのQ : 64.9 kcal/hrとなり、第8図のように表すことができた。

SV ミキサーがスケールアップした場合も、同様に考えると、前報で報告した1500 Lt SV ミキサーを真空下で運転した場合、第9図の様な温度上昇が

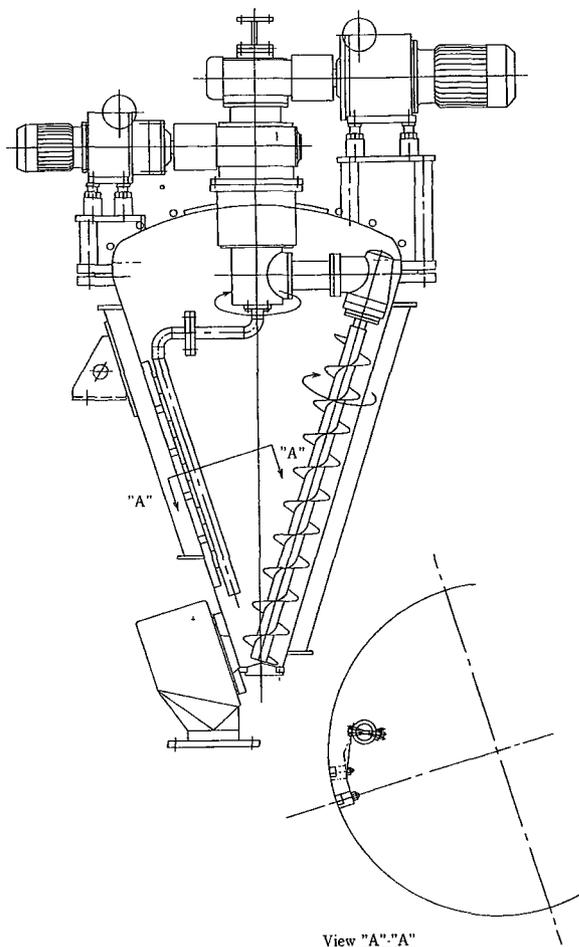


第11図 品温
Fig.11 Product temperature

起きたと推定でき、最終的には大気圧下での運転と15°C以上の温度差が生じたと考えられる。

SV ミキサーを乾燥機として使用する場合、通常缶内は減圧することから、低融点物質を取り扱う場合には特に注意が必要である。

第10図は、外套の有無による駆動部の温度変化を示す。



第12図 スクレーパ取付状態
Fig.12 Fitting of the scraper

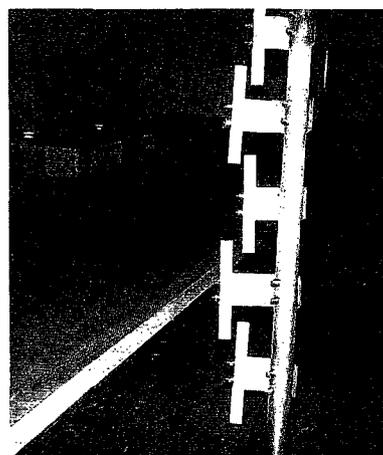


写真3 スクレーパ
Photo.3 Scraper

運転開始直後は、外套 50℃で加温した方が高い温度を示す。これは外套によって槽内の雰囲気温度が高くなり、駆動部自身の発熱に加え周囲から熱を与えられたためと考えられる。しかし、運転時間約24時間より、RUN. 4は温度がほぼ一定となり、最終的にはRUN. 3の方が高温を示した。

第11図に、この時の品温を示した。このグラフからわかるように外套がある場合は品温が一定温度でコントロールされている。

前述の結果より、外套で加熱を行う場合、品温は急激に上昇した後、一定温度を保つ。品温が高温になると外套が冷却装置として作用し、品温は約62℃で安定した。駆動部の温度は缶内の雰囲気温度に左右されるため、品温が低いほど、温度の上昇を抑えることができる。

従って、低温乾燥品の場合は、品温をコントロールすることで、駆動部の温度上昇を抑えることができる。しかし、長期運転を行う場合、完全に発熱を抑えることは困難である。

3. スクレーパの性能確認

SV ミキサーで乾燥を行う場合、スクリューと内壁のクリアランス部分がデッドゾーンとなり、内容物が付着することがある。付着物を取り除かず続けて乾燥を行うと、伝熱面積の減少により乾燥効率が悪化し、乾燥時間が長くなるという悪影響を及ぼす。従って多量の付着物を生じた場合、それを取り除く必要があるが、多大な労力と時間を費やすことになる。

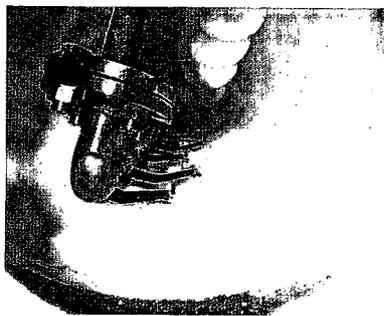
3.1 実験方法及び操作条件

第12図及び写真3に今回実験に使用したスクレーパの形状及び取り付け状態を示す。

試料としては有機粉体を用い、実際に乾燥を行った後スクレーパを取り付け、付着物のかき落とし状況を確認した。

3.2 実験結果及び考察

写真4にスクレーパ運転前と運転後の缶内の様子を示す。ワイパー部分は支持版によって壁面に強く押しつけられる構造になっている。



(a) before



(b) orbit arm 1 round

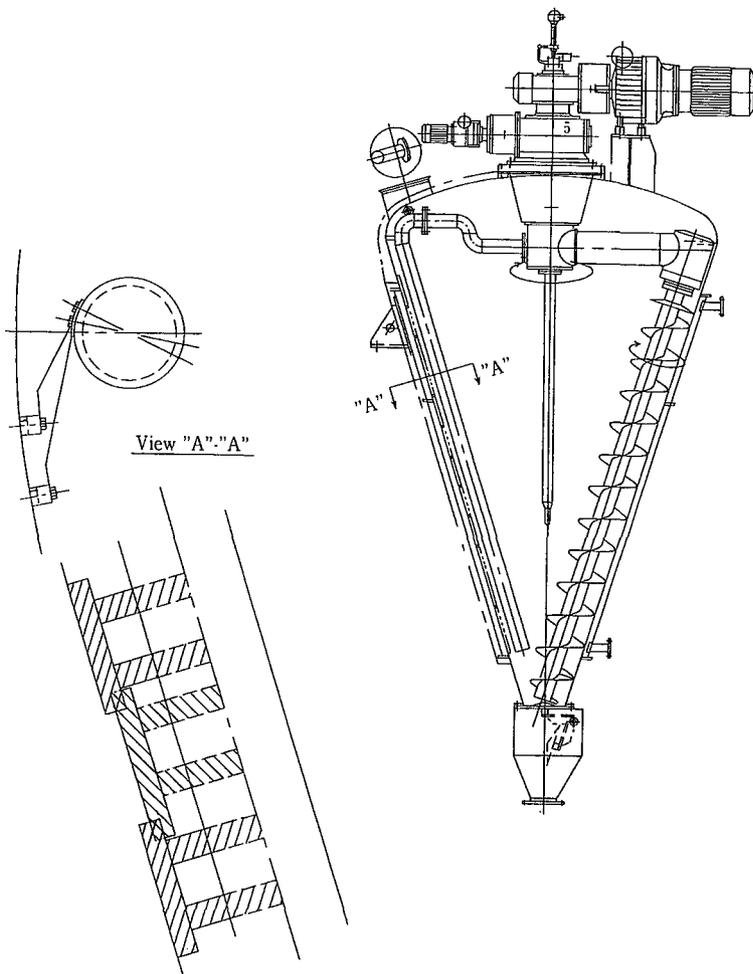


(c) orbit arm 2 rounds

写真 4 スクレーパ性能テスト
Photo. 4 Performance test of the Scraper



写真 5 スクレーパ取付状態
Photo. 5 Fitting of the Scraper



第13図 スクレーパ取付状態 (5000 Lt SV ミキサー)
Fig.13 Fitting of the scraper (5000 Lt SV MIXER)

テストの結果、スクレーパを1回転させただけで付着物のほとんどをかきおとすことができることが確認された。

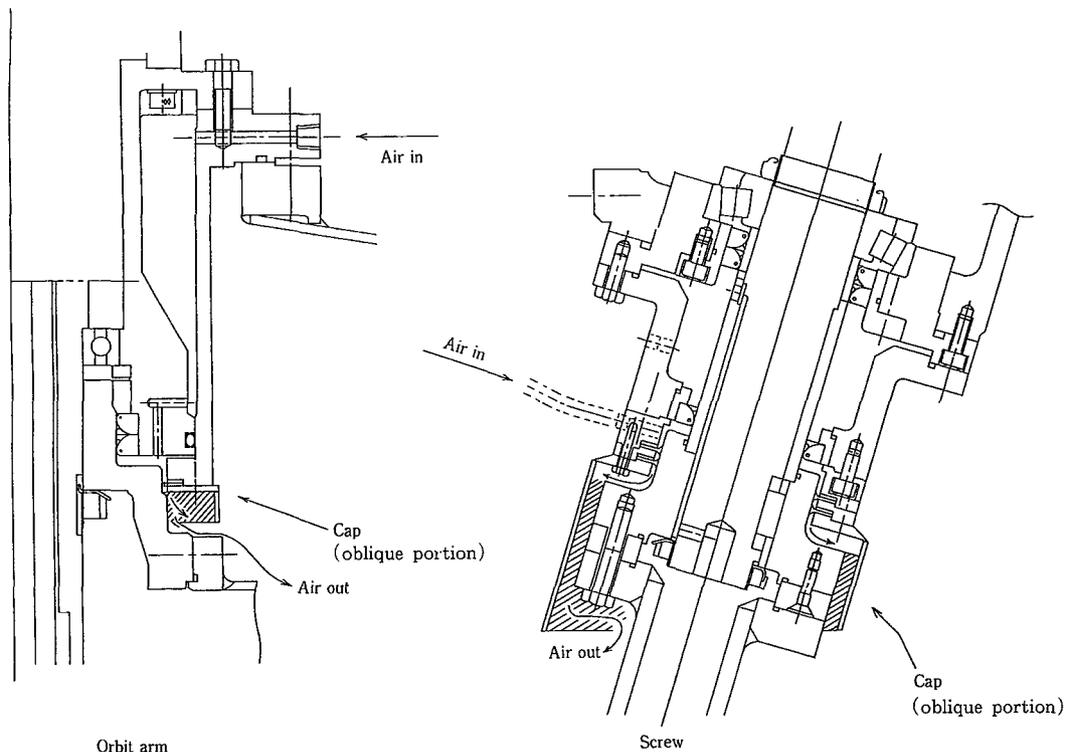
試料が融着している場合は、かきとりは困難であると考えられるが、通常の付着であればこのスクレーパで十分対応できると考える。

第13図は、5000 Lt SV ミキサー用のスクレーパの形状、また写真5は実際に取り付けた状態である。このスクレーパは鏡のマンホール部分から取付、取り外しができるようになっている。

5000 LtのSVミキサーにおいても、約3回公転を行うことで付着物は取り除かれると考えている。

4. 満水シール

洗浄の労力を軽減するために、槽内に水を張って洗浄を行う場合がある。しかし、ドライブ内へ洗浄液が侵入する恐れがあるため、通常は自転軸シール部より低い位置で水張りを行う。



第14図 満水シール
Fig.14 Air seal (coped with full water)

4. 1 構造

満水シールの構造図を第14図に示す。

駆動部内にエアを流して水の逆流を防ぎ、またエアの出口部分にかさを取り付けることでエア溜まりを作り水の侵入を防ぐ構造になっている。

実験では

- ①駆動部内に水の侵入が無いかどうか
- ②満水で攪拌を行うことによって洗浄が可能かを確認した。

4. 2 駆動部内への水の侵入の確認

4. 2. 1 実験方法及び操作条件

手順としては、

- ①シール部分に乾粉を吹き付け（第14図斜線部）、そのままの状態で缶内に満水を張る。
- ②水を張った状態で自公転を運転し、エアが流れているかどうかを確認する。
- ③約30分運転後缶内から水を抜き、シール部分が濡れていないかどうかを目視にて確認した。

4. 2. 2 実験結果及び考察

満水での運転状況を観察したところ、リップシールがよく効いているため、エアが連続的に流れてくるということはなく、間欠的に空気の泡が生じていた。

水を抜いた直後に缶内に入り、シール部分に吹き付けた粉の状況を確認した。かさに隠れた部分の粉

は完全に乾いた状態で、シール部分にまで水が侵入していないことが確認できた。

4. 3 満水攪拌洗浄の確認

4. 3. 1 実験方法及び操作条件

手順としては、

- ・湿分約15%に調整した軽質炭酸カルシウムを10分間混合する。
- ・外套温度130℃で真空乾燥を行う。

その後、スクリューと壁面のクリアランス部分に付着した内容物を、

- ①マンホール部から水洗いを行う（水張りは行わない）。
- ②缶内に満水を張り約60分運転（自/公転：63/1.6 RPM）する

の二通りについて比較した。

4. 3. 2 実験結果及び考察

テスト開始前の缶内及び試料を付着させた状態の缶内を写真6に示す。

スクリューと缶壁のクリアランス部分に、約10mmの厚みで付着が生じている。

写真6-bの状態でもンホールから水をかけて、付着物を取り除いた。スクリューの上部及び壁面の付着は、水を含み湿り気を帯びると付着力が弱まり、洗い落とすことができる。しかし、スクリューの裏側など、直接水に当たらない部分は付着物は乾燥し

