粉粒層造粒器の特徴と取り扱いの要点

板 橋 徹*

1. はじめに

粉粒層を用いて造粒、粒子のコーティングをおこなうことは桐柴¹⁾が紹介しているように、上方からの液の噴霧による場合が多く、表面コーティングをおこなうには粉粒層中に埋もれて回転する円錐の頂部に数個のノズルを付設して、これからコーティング液を噴霧し、同時に乾燥用空気を底部から送る装置 (Glatt 社) や、コーティング液が噴流層乾燥機の狭いのと部で噴霧され、同時に下方から乾燥空気が送られる噴流層を用いるコーティング法 Wurster-process²⁾が開発されている。

原田^{3,4)}は気固系流動層にスプレーノズルを組み合わせる方法が、流動層の熱移動と粒子混合の良好な点に注目されて、各種の分野において研究されているが、この方法における最大の問題点が流動層内粒子の造粒機構にあるにもかかわらず、現在までのいずれの研究も造粒の3機構—(i)新粒子の生成、(ii)粒子間の凝集、(iii)粒子へのコーティングが一体となって起こっているものであるために系統的な明確さが無いとしており、工業化試験装置を用いて種々検討をおこない、コーティング流動層における粒子成長速度とコーティング効率、一定

の流動層条件において処理できる最大コーティング液量と連続流動層における排出粒子のコーティング量分布について検討をおこなった結果を報告している。

Methney⁵⁾はゼネラル・アメリカン・トランスポーション社の試験研究所で、流動層に種々なスプレーノズルを組み合わせ、硫酸、カ性ソーダ、塩化カルシウム、青酸ソーダなどについて試験をおこなった結果を報告しており、ある製品を得んとする場合において、製品の形状は種粒子と製品粒子の粒径が支配しているいくつかの要素に関連している。とくに粒径が増大するにつれて、粒子形状は球状に近くなる。しかしながら最近の研究では、種粒子と製品粒子の粒径のほかに、供給液の濃度と温度ならびに乾燥速度が製品の形状に影響していることが判明した。このような造粒の機構は、供給液によって種粒子がコーティングされ、つづいて乾燥または冷却の過程でそれが固形化されることにある。それに加えて、コーティングされた粒子がまだ固形化せず、粘着性を有しているときに、互いに衝突し合って凝集することによって起こる造粒もある。しかしながら、流動層のほげしいかくはん運動が液と粒子の間に十分な接触を起こさせるにもかかわらず、その作用が十分にはげしいので凝集する量は固形物の塊をつくるようなことはない。

以上述べた粉粒層を利用した造粒器は、いずれも固体粒子表面に液体をコーティングして乾燥造粒をおこなうか、冷却造粒をおこなうかのいずれかの方法を利用して、粉粒層内の伝熱機構を十分に考慮する必要がある。

ここでは粉粒層を、粉粒層内部で特に一定した粒子循環のない流動層と、粉粒層中心部にはげしく上昇するコアと周辺部で壁に沿ってゆるやかに下降する一定の循環するパターンを有する噴流層に分けて、その特徴と取り扱いの要点について述べる。

図-1 流動層を用いる造粒、被覆装置

注) (b) Glatt 社カタログ

(c) Wurster 社カタログ

昭和 48.1.22 受理
Characteristics and Application of Fluidized
Bed Granulators
Toru ITAHASHI

* 月島機械 (株) 技術部
東京都中央区佃 2 丁目 17 番 15 号

2. 粉粒層造粒器の特徴と色材工業への利用

粉粒層造粒器は機械的可動部分がなく、その取り扱いが容易で、保守に手がかからないなどの理由から、ひろく粉粒体の乾燥、造粒、コーティングに使用されてい

る。また造粒製品も平均 2 mm の球状で、製品に微粉を含まず、流動性がよく、固結現象を起こさないで、製品の貯蔵、輸送、計量、包装、開袋、再溶解が容易で、作業環境が改善される。

粉粒層造粒器を色材工業に応用するに当たっては次の三つの基本形が考えられる。

(1) クロムイエローのような水溶性または有機溶剤に対して溶解性を有する物質を溶液のかたちで粉粒層にスプレシ、乾燥空気により溶剤を蒸発させて固形化をおこなって造粒品を得る。流動層では 20~60 メッシュ、噴流層では平均 2 mm 粒径のものが最も得やすいが、条件により 100 メッシュ径造粒品の製造も可能である。しかしながら粒径が小さくなるに従って、粉粒層からの微粉の発生が多くなるので、ダスト捕集を十分におこなう必要が生じる。製品の構造は小粒子が凝集した状態にコーティングがなされているものが多く、粒子は十分な強度を有しており溶解性もさほどわるくない。

(2) クレー、カオリン、酸化チタンのような粉末を適当なバインダの水溶液と同時に粉粒層に供給し、乾燥空気によって水分を蒸発させて、主として凝集をおこさせて造粒をおこなう方法で、バインダ添加量は固形物比で 1~3% 程度である。バインダとして使用されている物質例としてはデキストリン、CMC、でんぶなどである。造粒品は、強度は幾分おとるが溶解性はよい。

(3) 乾燥した粉粒体により造粒層を形成したなかに合成樹脂を有機溶剤で溶解した溶液をスプレシ、乾燥空気により有機溶剤を蒸発させて粒子の表面に合成樹脂の薄い層をコーティングする方法で、合成樹脂以外の物質のコーティングをおこなうこともできる。製品の利用については今後の問題として残されるが、直接塗装、合成樹脂の着色などきわめてひろい分野への利用が考えられる。粉粒層を形成することなく液状物質を乾燥空気または冷却空気と共にスプレシして微粉を得る方法⁹⁾が、ワックス、パラフィン、脂肪酸、ロジン、有機酸、脂肪酸誘導体を固形化する目的で使用されている。

3. 噴流層造粒器

3.1 パーロマチック造粒装置 (Perlomatic Granulator) はフランスの A. P. C. 社により開発された噴流層を利用した造粒装置⁷⁾で、図-2 にしめすように、造粒装置は下部円錐部と上部円筒部から構成されており、円錐底部にベンチュリ状の空気の吹込口と液状物質のスプレノズルがある。粉粒体は空気によって中心部で上昇し、層表面で空気と分離して円筒周縁部に落下し装置内壁にそって下降し、ふたたび空気流によって上昇する

図-2

わゆる噴流層を形成している。

粉粒層の底部は空気流によりドーム状のポケットを形づくっており、スプレされた液状物質はベンチュリ部で細滴化し、粉粒層に入る前にポケット部で空気とはげしく接触して一部分乾燥または冷却されて、粉粒層内で造粒化されやすいように前処理される。

このようにして前処理された液状物質は、円錐底部で粒子表面に付着し、中心上昇部ではげしくかくはんされ粒子表面にコーティングされる。粉粒層からの微粒の発生はきわめて少なく、製品粒子はオーパフロにより円筒部側面から排出される。

流動層を利用した造粒装置で、液状物質を上方からスプレした場合には、製品への熱影響を考慮して乾燥空気温度をあまり高くとらないのが普通である。パーロマチック造粒装置では、噴流層を利用したはげしいかくはん効果とポケット部における前処理操作がおこなわれるので、熱に敏感な物質に対しても比較的高温の乾燥空気を使用することができ、能力を増大することができる。

粒子表面に付着した液状物質は、前処理をうけているうに空気流と粒子内部の両面から熱の伝達がおこな

図-3 パーロマチック装置のフローシート

れるので、薄層を形成して急速に固化する。

乾燥造粒方式パーロマチック造粒装置の代表的なフローシートを図-3 により説明する。溶解槽は加熱用ジャケットまたは加熱コイルを有し、槽内の温度を均一にし、スラリーの場合には粒子の沈降を起こさないようにかくはん機を設けてかくはんする。給液ポンプは液状物質を定量的に造粒器に供給するためのもので通常遠心式ポンプを使用するが、融解液またはペースト、高濃度スラリーの場合には特殊な定量ポンプを使用する。吐出圧は一般に $3 \sim 7 \text{ kg/cm}^2 \text{G}$ である。造粒器は一般に金属材料で製作され、内部監視のためののぞき窓、また必要に応じて粉塵爆発防止の目的で発生静電気の正負に応じたイオン発生器を設けることがある。サイクロンでは排気中に同伴された微粉を捕集し、回収されたダストは造粒器にもどして循環するか、または溶解槽で再溶解される。

送風機ならびに排風機は熱収支から求められた風量と、造粒器本体の圧損失 (約 $1,000 \text{ mm}$) と補助機器、配管の抵抗を含む全圧損失から造粒器本体内で大気圧より若干減圧になるように各々仕様を決定する。熱風発生装置は重油、灯油またはガスの燃焼により熱風を直接発生させるか、または空気を間接的に加熱して熱風を得る。粉粒層の温度を測定して熱風温度を制御する。材料循環系は造粒径によって造粒器本体から排出された粒状製品をふるいわけ、大粒子は粉碎し微粉とともに造粒器本体にもどされるか、または再溶解される。中間製品の

一部は造粒器本体に循環されるが、その循環比は物質と粒径によって最適値があり、小粒径を希望する場合には循環比を大きくとり、大粒径を目的とする場合には循環比を小さくとる。粉碎機の形式はロールクラッシャかハンマクラッシャが使用される。

動力消費量は $10 \sim 20 \text{ kW}$ /製品トン程度であり、押出造粒法に比べてはるかに少ない。また装置はコンパクトで、屋外設置も可能である。

3.2 融解固体および固化しうる流体の造粒法ならびに装置 (米国特許: 3231413)

造粒原理はパーロマチック造粒器と同一である。いま図-2 (第1図) についてなお詳細に述べれば、1は円筒部、2は円錐部、3は下部開口部、4は空気吹込み用ベンド、5はしぼり部、6は液供給管、7はスプレノズル、 g は液の流れ方向、8はオーバーフロセキ、9はゲートバルブ、10は粉粒層を形成する粒子、11, 12は温度検出端、13はポケット、14は粉粒層表面、15は中心噴上部である。粉粒層内の粒子は k のような循環路をたどる。図-4 (第2図) は排気の一部を循環する方式であり、27のバイパス路から排気の一部を29送風機で4ベンドを通して再使用する。図-4 (第3図) は固体粒子をふるいわけて微粒を分離したものを造粒器に供給し、一方分離した微粒は水を加えて溶解し、液供給管6を通して造粒器に供給して造粒品を得る方法である。排気は熱交換器40により熱回収される。

図-4

図-5

4. 流動層造粒器

4.1 タブレットまたは類似品に対するコーティング方法 (米国特許: 2799241)

D. E. Wurster の特許の一例として図-5 により述べる。図-5 (第1図) は造粒器の断面をしめし、10 はコーティング室、11 はタブレットの供給口、12 は供給管、13 はスライド弁、14 もスライド弁でこの二つの弁により区切られた材料が回分式に供給される。15 はスクリーンでタブレットがコーティングされる。16 は製品出口、17 は排出管、18, 19 は排出用弁、20, 21 は空気吹き込みノズルでスクリーン上のタブレットを流動化させる空気を導入する。20', 21' は圧縮空気配管、22 は回転ディスク、23 はディスクを回転させるための電動機、図-5 (第3図) にしめすように 24~27 は同心円状に設けられた空気分散孔で24と27の孔は内方向に、25の孔は外方向に、26は垂直方向に孔があげられている。28は電気ヒータ、30はラクトーズ吹込用管、31はアカシヤ溶液用吹込管、32は砂糖溶液用吹込管である。34はコーティング液がコーティング室内面に付着するのを防止する輪状マニホールドで(第3図)にしめすように外上方向に空気を噴出させる孔35があり、36は空気の流れ方向である。37はタブレットがコーティング室から飛び出すを防ぐスクリーン、38は排気管である。以上の構成による装置によってタブレットまたは類似品に対し、均一なコーティングができると述べている。

4.2 流動層による粉体造粒方法 (特許出願公告昭46-8681)

種々の液体(溶液、エマルジョンまたはスラリー)と粉体を、適当な分散装置を用いて流動層内に供給しながら、粒径の比較的小さい造粒物を連続的に製造する方法で、その特徴は、安定した流動層を形成させ、かつ仕上り造粒物の粒度を制御するために、層内に保有される造粒物(成長中の造粒中間生成物を含む)の粒度分布を、粗大粒子を風ふるいの原理によって連続的に取り出すなどの方法によって制御する方法ならびに、流動層内において造粒物を効果的に成長させるために必要な液体と粉体の適切な分散方法にある。

図-6の(第1図)において、流動層7内に送入される粉体原料は、ホップ14およびフィーダ15を経て、原料供給用管13中に落下する。ここで粉体は原料供給用ブロワ12から送入されるガス流とともに原料供給用管13を通り流動層7の底部または側面に供給される。流動層7は流動化用ブロワ17から流動化用ガス管18および漏斗状の整流板16を通ったガス流によって流動層容器8内で流動化される。流動層中に分散される液体はポンプ10で二重管11の内側管10a中へ送入され、圧縮機9で圧縮され二重管11の外側管9a中を流れるガス体とともに管11を経て流動層7内に先端を挿入した二重管

図-6

分散装置6から層内に分散される。流動層7中で目的の造粒物粒径に成長した仕上がり造粒物は、流動層底部にとりつけられた選択引出し用管19からホップ20に落下する。一方流動層から飛散した造粒物核を含む微小粒子は、サイクロン2でガス体と分離され、ガス流は流動化用ガス排出口1から大気中に放出される。一方サイクロン2で捕集された造粒物核を含む微小粒子は、ホップ3に集められ、フィード4およびシュート5を経て、流動層7にふたたび送入される。選択引出しに用いられるガス流は、ブロワ21より管22ホップ20を経て、選択引出し用管19から所定の流速で層内に送入される。ホップ20に落下した造粒物はフィード31によって、造粒物乾燥用流動層23に送入される。乾燥用流動層にはブロワ26および熱風発生炉27で予熱されたガス流が管28および整流板25を経て層内に送入されている。この

表-1

粒子径 (mm)	層内粒子重量 百分率 (%)	製品粒子重量 百分比 (%)
2.00 以上	—	2
2.00 ~ 1.41	2	12
1.41 ~ 1.00	7	25
1.00 ~ 0.71	18	34
0.71 ~ 0.50	28	20
0.50 ~ 0.35	29	7
0.35 以下	16	—

第2図

表-2

粒子径 (mm)	層内粒子重量 百分率 (%)	製品粒子重量 百分率 (%)
2.83 以上	—	1.5
2.83 ~ 2.00	2.5	12.0
2.00 ~ 1.41	12.0	32.0
1.41 ~ 1.00	25.0	34.0
1.00 ~ 0.71	34.0	16.0
0.71 ~ 0.50	21.0	4.5
0.50 以下	5.5	—

乾燥用流動層で乾燥された製品造粒物は取り出し口24から排出される。

この発明の実施例としてセメント原料を造粒した粒子径を表-1に、高度化成肥料を造粒した粒子径を表-2に示す。

この方法の問題点は液体を流動層中に埋もれた供給用管で供給することにより、運転上の困難が予想される。

4.3 スプレー造粒流動層乾燥機⁹⁾

流動層乾燥機⁹⁾の上部空間に上方から液状物質のスプレをおこなって流動層の全表面に液供給をおこなうことを特徴とする流動層造粒器で、スプレノズルの位置、本数、スプレ角度を適当に選ぶことにより、液状物質を流動層全面に分散させることができる。流動層高さは通常の流動層乾燥機と比較して高めにとり、600~900mm位である。製品の一部を循環する方法がとられており、固形物の循環比を大にすれば流動層が安定化し、製品粒度がそろってくる。また排気中の微粉も減少し、流動層中に生じる固形塊の量も少なくなる。製品の排出はオーバフロセキまたは流動層底部から制御されながらおこなわれる。流動層を安定させるために乾燥空気⁹⁾の分散のために特殊ノズルが使用されている⁹⁾。(日本実用新案)

図-7 にスプレー造粒流動層乾燥機物質収支フローシー

図-7 スプレー造粒流動層乾燥機物質収支フローシート

トをしめす。ここでRは製品に対する循環量の比, η は排出量に対するダスト飛散量の比である。

5. お わ り に

粉粒層を利用して色材を造粒するに当たり, 考えられる基本形, 噴流層ならびに流動層による数種類の造粒器について述べたが, 今後の問題として残されるのは製品粒度と溶解性, 分散性の問題であると考えられる。また異なる物質によるコーティングは将来数多くの分野で新しい利用法が考えられるのできわめて興味深い技術である。また単なる造粒法に加えて色材のカプセル化も最近のテーマとして取り上げられており, 今後の造粒技術の

発展を期待する次第である。

参 考 文 献

- 1) 桐栄良三: 化学工学, 31, 1036 (1967)
- 2) Wurster, D. E.: *J. Am. Pharma. Assoc.*, 48, No. 8, 451 (1959), 49, No. 2 (1960)
- 3) 原田・藤田: 化学工学, 31, 790 (1967)
- 4) 原田・藤田: 化学工学, 32, 349 (1968)
- 5) Methney, D. E. and Vance, W. F.: *Chem. Eng. Progr.*, 58, 45 (1962)
- 6) Welvo 社カタログ
- 7) 板橋 徹: 化学工場, 15, 第9号, 86 (1971)
- 8) 板橋 徹: 化学工場, 13, 第1号, 65 (1969)
- 9) 板橋・田中: 化学工場, 13, 第3号, 85 (1969)

塗 料 用 語 の 変 遷

江戸時代の末期から明治時代の初期にかけて日本に入ってきた欧米の文物を取り入れることも, さることながら, その訳語をどうするか先人は大いに苦心したらしい。

今日, 私たちが温度計と呼んでいるものも, 驗温管・驗温器 (温は「うん」と発音した)・驗温子・驗温表・寒暑鉞・寒暑表・寒暑計・熱計・寒暖計という名称が物理書に使われた。現在一般に通用するかどうか知らないが寒暖計と言う言葉は今でも私は使っている。大正時代末期頃までは体温計を驗温器と呼んでいたそうである。

野口達弥さんの話 (高分子 1971-4, p. 740) によると明治 24 年 4 月, 丸善商社書店から発行された中沢岩太編「化学訳語集」(77 頁, 約 2,000 語) には現在, 私たちが日常使っている用語が, 現在の訳語とは異なった表現がされている。例えば emulsion はエモルション, film は薄皮, colloid は不結晶体, molecular weight は分子重, lubrication は防擦となっている。

emulsion は現在では一般にはエマルジョン (塗料用語ではエマルジョンに統一されるらしい) と呼ばれ, 化学用語辞典 (技報堂) では乳濁と訳されているし, film は皮膜 (塗料用語では塗膜) という使い方の方が多いようである。

塗料の世界でも, これに似た例が多い。石橋正樹著「塗料工業実験法」(共立出版・昭和18年刊) では Thixotropy を触変性, シクソトロピーと呼んでいるが, 現在では揺変性, チクソトロピーという。また Colorimeter は色彩計と訳している。現在でも色彩計ということもあるが測色計と呼ぶ場合が多い。その他大正 11 年出版された岡山秀吉著「塗物術」も現在の塗装方法のことである。

話は横にそれるが, 昨年 10 号の本誌に「塗料関係の古い図書」という題で駄文を書いた所, 名古屋の秋田喜

久氏 (三菱自工) から, これらの本を持っているので借してあげようかとの御連絡があった。面識はなかったが, お名前は存じ上げていたし, 古い本には興味を持っているので喜んで拝借したい旨連絡した所, 程なく, 大見・浅川共著「ペイント製造及検査法」(明治 37 年 12 月発行) が送られて来た。

当時は英国のヘバックス社など外国製品が高級塗料として幅を利かし, 日本製品は安物扱いされていたようだ。

しかし, この本で見える限り, わが国の塗料生産技術は, 私のような昭和生まれが想像していたよりもはるかに高い水準にあり, 油性塗料の分野では現在と大きな差があるとは思えない位である。この本にも多くの塗料用語が登場する。

塗料, ペイント, ペンキ, 黄鉛, 鉛丹, 亜鉛華, 着色力, 乾燥剤, ボイル油, 三本ローラーなどはすでに塗料用語としての市民権を確保しているが, 溶剤は溶解剤又は媒介剤, ナフサはナフサリン, ターペンはタープス, リトポンはリソフォン, 塗装面は塗粧面, ワニスはワニシ, 堅練ペイントは硬練ペイント, 沃素価は沃度価となっている。

昭和6年に発行した田中芳雄著「塗料工業」(誠文堂) ではタープス, 硬練ペイント以外の用語はすべて現在と同じである。従って現在私達が使っている基本的な塗料用語は, この間に決まったと考えられる。また前記「塗料工業」にはタープスはミネラルスピリット, ホワイトスピリットとも呼ばれると書いてあるから別名の方はすでに確定していた訳である。

なお, 「塗料便覧」(松本十九編著 昭和 18 年, 修教社書院) になって, ようやく堅練ペイント, ミネラルターペーンが使われるようになった。 (太田恵三)