テーパー付き流動層の流動特性に及ぼす分散板構造の影響

岡田 康 志*, 大 脇 孝 行*², 石 橋 泰 雄*, 田 口 吉 夫*
小 沢 博*², 山 崎 量 平*³, 神 保 元 二*³

Influence of Distributor Types on the Fluidizing Characteristics of a Tapered-Fluidized Bed

by

Yasushi OKADA[†], Takayuki OHWAKI^{††}, Yasuo ISHIBASHI[†]
Yoshio TAGUCHI[†], Hiroshi OZAWA^{††}, Ryohei YAMAZAKI^{†3}
and Genji JIMBO^{†3}

The effect of a change in pressure drop in a distributor on the fluidizing characteristics in a tapered bed was investigated by measuring the pressure drop in the bed and the volume mean diameter of the bubbles. These measurements indicated that the volume mean diameter of the bubbles could be estimated with the magnitude of pressure fluctuation in the bed. In addition, a larger pressure drop in gas distributors was found to result in a smaller pressure fluctuation in the beds. Finally, the magnitude of the pressure fluctuation and the averaged pressure drop were found to be the important indices to characterize the fluidizing state of the powder beds.

Key Words: Fluidization, Tapered-fluidized Bed, Pressure Drop, Pressure Fluctuation, Bubble Distributor Type

1. 緒 言

医薬品の製造工程において、流動層造粒はよく用いられる技術であり、重要な単位操作の一つである。流動層造粒法は操作因子が複雑に絡みあっているため造粒操作が難しいことが知られている。しかし操作因子

を取り上げた研究の数は少なく¹⁻⁵⁾、特に流動特性と造粒物の性状の関係について報告された例はほとんど見当たらない。

一方、気固系流動層の流動挙動については流動層反応器の性能に大きく影響を及ぼすことから、気泡挙動を中心とした研究が数多くなされているが⁶⁾、層内軸方向に流速変化を持つテーパ付き流動層の流動化特性を取り上げた研究については、テーパ角等の装置形状の影響⁷⁾、2成分混合粒子を用いた際の層内粒子偏析状態について報告されている⁸⁾程度であり研究の数は多くない。

著者らは医薬品の造粒で用いられるテーパー付き流動層について層内の流動挙動を解明すべく検討に着手した。流動挙動の解析は単一成分粒子を用い、粉体層の圧力変動と層内の気泡径を測定することにより行った。また層内の流動特性に影響を及ぼすと考えられる分散板の圧力損失値に対し、圧力損失の大きさの異なる3種類の分散板を用いて流動挙動の評価を行ったの

平成4年3月7日受付

* (株)エーザイ生産技術センター川島技術部
(〒501-61 岐阜県羽島郡川島町竹早1) TEL 058689-3125

** (株)エーザイ製剤研究部(〒501-61 岐阜県羽島町竹早1)
TEL 058689-4716

*** 名古屋大学工学部分子化学工学科

— (〒464-01 名古屋市千種区不老町)
TEL 052-781-5111 内線 3379

† Technology Development & Engineering Division,
Kawasima Factory, Eisai Co., Ltd., Takehaya,
Kawashima-cho, Hashima-gun, Gifu, 501-61

†† Research Laboratories of Pharmaceutical Development,
Eisai Co., Ltd., Takehaya, Kawashima-cho,
Hashima-gun, Gifu, 501-61

††† Dept. of Chem. Eng., Nagoya Univ., Furo-cho,
Chikusa-ku, Nagoya 464-01

で報告する。

2. 実験装置及び方法

実験装置の概略をFig. 1に示した。流動層装置はフロイント社製の流動層造粒乾燥装置(モデル:FL-05)を用いた。圧力変動測定には拡散型半導体小型差圧センサー(豊田工機社製)、及び直流増幅器(豊田工機社製)を用いた。流入空気流量は給気ダクト内のフローメーターで測定し、層部の差圧は塔本体と分散板下部に設けた圧力タップ間で測定した。分散板の圧力損失が流動状態に与える影響を調べるために圧力損失の異なる分散板を3種類用いた。分散板はステンレス製の金網を用い、圧力損失の調整はステンレス製の金網を重ね合わせるにより行った。Fig. 2に分散板の圧力損失と流動化用の空気流量との関係を示した。

一方、気泡の検出は中島⁹⁾によって報告されてい

Fig. 1 Schematic diagram of experimental apparatus (Dimensions are in mm)

Fig. 2 Pressure drop curves for three kinds of distributors

Fig. 3 Diagram of optical probe (dimensions are in mm)

るオプティカルファイバー、レーザー光源を用いる光透過法により行った。気泡検出部をFig. 3に示した。1 測定点に対して約10分間分のデータをデータレコーダー、並びにADコンバーターを介して、コンピュータで気泡流速、平均気泡径などを解析した。試料粉体には白糖・トウモロコシデンプン混合造粒物(Non Pareil Seed White, オゾン社)に遠心流動型造粒装置(モデル:CF-360, フロイント産業)を用いて硬化油を被覆造粒した粉体を用いた。試料粉体の物理的特性をTable. 1に示した。

1) 粉体層の圧力変動の測定

圧力損失の異なる3種類の分散板(Fig. 2)に対して、粉体の装置内への装入量を3, 5, 8 kgと変化させたときの流動時の圧力変動を測定した。静止層高は3 kg: 71.6mm, 5 kg: 108.9mm, 8 kg: 156.1mmで行った。なお、実験における空気流量は $1\text{Nm}^3/\text{min} \sim 6\text{Nm}^3/\text{min}$ ($0.55U_{mf} \sim 3.31U_{mf}$)の範囲で行った。Table. 2には空気流量と塔内胴部及び分散板直上の U/U_{mf} との関係を示した。

2) 気泡径の測定

圧力損失の異なる3種類の分散板(Fig. 2)に対して、粉体の装置内への装入量を5 kgとし、そのときの体積平均気泡径(D_{bv})を測定した。測定を実施するに先だって、気泡検出部の測定位置を設定する目的で以下の実験を実施した。Fig. 4に示した測定位置において粉

Table. 1 Physical properties of powder

Physical properties	
Apparent density[loose] (kg/m^3)	840
[tapped] (kg/m^3)	850
Angle of repose($^\circ$)	27
Moisture content(—)	0.017
Average particle size(μm)	721
Elongation(—)	1.1
True density (kg/m^3)	1410
U_{mf} [calculation] (m/s) *	0.24

*) Calculated by Wen and Yu equation

Table. 2 Relationship between air flow rate and U/U_{mf}

Air flow rate (m^3 [normal]/min)	U_a/U_{mf} (—)	U_b/U_{mf} (—)
1	1.67	0.55
2	3.34	1.10
3	5.01	1.66
4	6.68	2.21
5	8.35	2.76
6	10.02	3.31

Fig. 4 Measuring points for bubble diameter in the fluidized bed

体の装入量を 5 kg, 空気風量 $3\text{m}^3/\text{N}^3/\text{min}$ で行った。なお分散板は圧力損失が最大のもの (Fig. 2 の c) および最小のもの (Fig. 2 の a) について比較を行った。結果を Table. 3 に示した。分散板近傍での D_{bv} は小さい値を示し、水平方向においてバラツキが認められた。分散板からの距離が 40mm 以上では水平、垂直方向における

Table. 3 Effect of the measuring location in the fluidized bed on the volume mean diameter of bubble

Distributor	Location*	D_{bv} (mm)
(c)	a	64.63
	b	58.73
	c	88.45
	d	141.57
	e	170.99
	f	175.81
	g	157.8
	h	174.99
	i	155.15
(a)	a	64.94
	d	194.66
	g	202.75

*The measuring location is shown in Fig. 4

系統的な D_{bv} の変化は認められなかったため、以下の実験では分散板中央からの距離が 80mm の位置の D_{bv} の値を代表値として用いることにした。

3. 実験結果及び考察

気泡を伴う流動化に対して、分散板下部風箱の圧力がノコギリ状に変動することが知られている。その原因の一つとして気泡が層表面で破裂し、それに伴い一部の粒子がフリーボード内に飛散、その後層表面に落下することがあげられる。最近では分散板下部の圧力変動の周波数成分と層内の気泡特性を解析することにより、流動化挙動を解明しようとする試みもなされている⁹⁾。本報では、塔本体と分散板下部間の差圧波形に着目し、Eqs. (1)~(4) に示した解析式に基づいて $\Delta P_{b,ave}$, $\Delta P_{b,max}$, $\Delta P_{b,min}$, ΔP_b^* を求めた。なお、これらの圧力損失の定義を Fig. 5 に示した。

$$\Delta P_{b,ave} = \Delta P_{ave} - \Delta P_d \tag{1}$$

$$\Delta P_{b,max} = \Delta P_{max} - \Delta P_d \tag{2}$$

$$\Delta P_{b,min} = \Delta P_{min} - \Delta P_d \tag{3}$$

$$\Delta P_b^* = \Delta P_{max} - \Delta P_{min} \tag{4}$$

一般に $\Delta P_{b,ave}$ は流動層内の完全流動化の指標となり、理論値と比較しスラッシングや、チャンネルング現象の判定に使用される¹⁰⁾。 $\Delta P_{b,min}$ は粉体層表面で気泡が破裂し、粒子がフリーボード中に分散している状態を表し、 $\Delta P_{b,max}$ はフリーボード中に分散した粒子の一部が層表面に落ちてきた状態を表している。フリーボードに飛散、その後層表面に落下する粒子量は、気泡体積と密接な関係を有するので、 ΔP_b^* は層表面近傍の気泡径の大きさと共に増大すると考えられる。

Fig. 6 に装入量 5 kg のときの層内気泡径 D_{bv} と分散板の圧力損失値との関係を示した。いずれのガス流速においても、分散板の圧力損失が大きいほど D_{bv} は小さい値を示している。また D_{bv} はガス流速の増大と共に大きい値を示している。

Fig. 7 に装入量 5 kg のときの ΔP_b^* と分散板の圧力損

Fig. 5 Schematic pressure fluctuation.

(Measuring point for D_{bv} is in 80mm from center of distributor)

Fig. 6 Relationships between volume mean diameter of bubble and pressure drop of distributor

Fig. 7 Relationships between ΔP_b^* and pressure drop of distributor

失値との関係を示した。**Fig. 6**と同様、 ΔP_b^* は分散板圧力損失の増大と共に小さくなり、ガス流速の増大と共に大きくなっている。**Figs. 6, 7**より、 D_{bv} と ΔP_b^* とは密接な関係を有しており、 ΔP_b^* により、 D_{bv} を推定することが可能である。

ここで流動層内の流動状態を説明するため**Fig. 8**にモデル図を示した。分散板上で生成した気泡は粒子を

Fig. 8 Illustration of motion of bubbles and solid particles in tapered bed

従え、上昇、合体を繰り返しながら成長し、層表面で破裂する。破裂する際にフリーボード部に飛散した粒子は、気泡のほとんど存在しない壁領域、すなわちテーパー壁近傍に落下する。落下した粒子はテーパー壁に沿って下降し、分散板上の気泡により上昇を繰り返す。ガス流速の増加と共に層内の気泡径は大きくなり、層表面からのフリーボードへの粒子の飛び出し量が多くなり、壁面に落下する粒子の量が増えると考えられる。

Fig. 9に ΔP_b^* とガス流速の関係を示した。ガス流速の増大と共に ΔP_b^* は増大し、 U/U_{mf} が2.0を超えたあたりで減少している。これは層表面からの粒子の飛び出し量が増大し、落下粒子のテーパー壁面での粒子支持量が増大したためと思われる。分散板の圧力損失が大きい場合に ΔP_b^* の値は小さい値を示した。これは分散板の圧力損失が大きいと層内の気泡径が小さく、フリーボードに飛散、その後層表面に落下する粒子量が少ないことを意味している。また ΔP_b^* は装入量が多いほど大きい値を示した。これは層内の気泡は上昇とともに合体を繰り返しながら成長するため、装入量が多いと分散板から層表面までの距離が長いことから、

Fig. 9 Relationships between ΔP_b^* and U/U_{mf}

Fig. 10 Relationships between $\Delta P_{b,ave}$ and U/U_{mf}

Nomenclature

D_{bv}	: volume mean diameter of bubble	(mm)	$\Delta P_{b,ave}$	: average value of pressure drop of powder bed	(Pa)
H	: height from distributor	(mm)	$\Delta P_{b,max}$	: maximum value of pressure drop of powder bed	(Pa)
U_a	: air velocity in distributor	(m/s)	$\Delta P_{b,min}$	: minimum value of pressure drop of powder bed	(Pa)
U_b	: air velocity in cylindrical part of apparatus	(m/s)	ΔP_b^*	: the difference between maximum and minimum of pressure drop of powder bed	(Pa)
U_{mf}	: minimum fluidization velocity	(m/s)			
Z	: distance from center	(mm)			
ΔP	: pressure drop	(Pa)			
ΔP_d	: pressure drop of distributor	(Pa)			

References

- 1) Davis W. L. and W. T. Gloor, Jr : *J. Pharm. Sci.*, **60**, 1869(1971)
- 2) Davis W. L. and W. T. Gloor, Jr : *ibid.*, **61**, 618 (1972)
- 3) Sinoda, A., T. Nasu, M. Furukawa, S. Sakasita, K. Uesugi, Y. Miyake and S. Toyosima : *Yakuzaigaku*, **36**, 83(1976)
- 4) Nisimura, K., H. Kakizawa, T. Fukazawa, S. Kisitani K. Kasahara and T. Asai : *Yakuzaigaku*, **38**, 196(1978)
- 5) Sugimori, K., S. Mori and Y. Kawasima : *Pharm. Tech. Japan*, **4**(1988)
- 6) Kage, H., N. Iwasaki and Y. Matsuno : *Fluidization 91*, ed. by M. Kwauk and M. Hasatani, Science Press, Beijing China(1991)
- 7) Toyohara, H., Y. Kawamura : *Kagaku Kogaku Ronbunshu*, **15**, 773(1989)
- 8) Toyohara, H., Y. Kawamura : *ibid.*, **16**, 268(1990)
- 9) Nakajima, M., D. Hirota, K. Nakamura, R. Yamazaki and G. Jimbo : *Kagaku Kogaku Ronbunshu*, **16**, 130(1990)
- 10) Muti, I., S. Mori, M. Horio : "Ryudousou no Hanno Kogaku", p. 76, Baifu-kan(1984)
- 11) Wen, C. Y and Y. H. Yu : *A. I. Ch. E. J.*, **12**, 610 (1966)

層表面での破裂気泡径が大きくなるためと思われる。

Fig. 10に $\Delta P_{b,ave}$ と風速の関係を示した。一般に用いられる流動層圧力損失の理論値に比較し、実際の $\Delta P_{b,ave}$ は低い値を示しておりこの現象は装置テーブル部の壁面支持力が原因していると考えられる。

以上の結果からテーパ付き流動層造粒装置では、層内の気泡径が流動挙動に大きく影響を与えることを示し、気泡径の大きさは分散板の圧力損失の大きさにより変化することを明らかにした。

4. 結 言

- 1) テーパ付き流動層造粒装置において流動層の ΔP_b^* を測定することにより、層内の気泡径の推定が可能であることを示した。
- 2) 分散板の圧力損失の大きさにより、層内平均の気泡径が異なり、流動層の流動状態が変化することを見いだした。
- 3) テーパ付き流動層造粒装置において、ガス流速の増大と共にフリーボード中の飛散粒子のテーパ壁近傍への落下粒子量が増大することを示した。