流動層造粒法に関する研究

辻本 広行

Hiroyuki Tsujimoto

1. 研究を始めた動機

ここ数年、IT 革命の一端を支えている各種携帯情報機器類の急激な普及と小型軽量化と高機能化が進められてきた。これらの要素技術である二次電池や電子部品等に応用される機能性複合粒子の微細化の傾向は90年頃より見うけられるようになり、当時著者は粉体機器システムの開発に携わる企業研究者として、それらの実用化を目指した研究開発動向を現場で知る機会を得た。今後は造粒による複合粒子設計に対する機能化ニーズの変化や要求度の高まりを満足するような高度化と精密化への対応が不可欠であり、特に微細化と高機能化が進展するであろう材料開発を支える装置技術として流動層を応用するに当たっては、造粒粒子スケールの微小化に適応し、かつ製造プロセスの効率を図りうる技術革新が求められるものと考えた。まず流動層造粒法をベースに転動/攪拌の造粒機構を組入れた転動流動層造粒法の適用化を検討したが、作製できる顆粒の下限粒径やコーティングが可能となる原料粒子の下限粒径を更に下げていく必要が認められた。そこで94年には、ジェット粉碎原理を応用した「パルスジェット (PJ) 分散機構」を考案し転動流動層造粒法に適用して、困難であった Geldart マップ C 粉体における微細粒子領域での高度な粉体特性制御を実現した。これとは別に97年には液体原料から顆粒を製造する大型プロセスに対し、1台の流動層装置により液体原料から直接球形顆粒を作製し、製造プロセスの簡素化と省力化を実現する噴霧乾燥原理を取入れた流動層造粒法を考案し、その装置開発を行った。博士論文は、主にこれらの装置開発業務の過程で生じた諸問題に対して新たな手段の確立を目的として考案した上記の造粒装置と造粒法の有効性を実験的に検証し、その検討結果を整理した内容である。

2. 主な成果

2.1 流動層造粒装置の運転安定化と制御

まず流動層造粒プロセスの自動化とFA化に関連して装置全体のAE計測による流動化状態のインラインモニタリング法、並びにファジィ推論による造粒制御方式とその支援システムを実用的な観点から検討した。食品スープ原料の流動層造粒の例では、i) 層内粒子群の水分量、ii) AE計測に基づく層内粒子群の流動化状態間接評価、およびiii) 高温空気流による投入熱エネルギーの三つの主要因子をインラインで計測し、これらの制御ループの重要性の大小や流動化空気速度とその温度などの操作条件の制約を考慮したファジィルールを使ってフィードバック制御をかけることで、相互干渉の極めて少ない安定した制御が実施され、造粒速度の増大を図るだけでなく、粒度分布のシャープな顆粒製品が製造される特徴を明らかにした。

2.2 微細造粒粒子調製のための新しい流動層造粒法

続いてコーティング造粒では転動流動層にパルスジェット分散機を内蔵させ、困難であった微細顆粒表面へのフィルムコーティングと粒子形態の制御特性を明らかにした。特に後者では平均粒径で2 μ mの微細な主薬粒子を用い平均粒径30 μ m程度の微細顆粒を作製し、この造粒機構が「Agglomeration/Coating/Coalescence」型になって、PJ分散機を用いると、Coalescence過程における一次造粒粒子同士の凝集状態が制御されつつ、二次造粒粒子としての顆粒が形成されるため、顆粒の内部は多孔性の凝集構造を有することをSEM観察 (Fig. 1) により明らかにした。本造粒機構により、比表面積が大きく、溶解分散性と圧縮崩壊・成形性の高い表面活性な顆粒が作製される特徴があること、およびこれらの顆粒特性値はエアジェット供給回数に依存することが確認されて、本造粒法は精密な粒子形態・特性制御を施した微細顆粒の調製技術に応用できることを明らかにした。

2.3 流動層造粒装置における付着性微粉体の混合特性評価

機能性複合材料の製造プロセスにおいては原料粉体の精密な混合操作が最終製品の品質向上にとって極めて重要である。これらの粉体プロセスでは「混合、造粒、並びに乾燥」を含む一連の運転工程を伴い、それぞれの工程には、これまで単一機能機器が使用されている。この一連の粉体プロセスに転動流動層造粒法を適用し、プロセスの簡素化と省力化を進めていく場

2001年11月2日受付

ホソカワミクロン株式会社

(〒573-1132 大阪府枚方市招提田近1-9) TEL 072-855-2231

<著者紹介>

昭和61年中央大学理工学部工業化学科卒業、昭和63年同大学院理工学研究科博士前期課程工業化学専攻修了、同年ホソカワミクロン株式会社入社。現在、研究開発部粉体工学研究所第2研究室 室長 (主査) 兼チーフエンジニア、博士 (工学)

専門: 粉体工学 (造粒、特に複合粒子設計、乾燥、食品殺菌、医薬コンテイメントなど)

Fig. 1 Comparison of microgranules obtained by tumbling fluidized bed granulator with or without pulsed jet (PJ) assembly (↔ : scale)

合、本造粒装置の混合特性と粒子分散力を定量化し、一般的な混合機との特徴上の比較、並びに本造粒装置の混合性能からみた位置付けを検討しておくことが重要であった。この背景から異成分系付着性C粉体の微視的混合には転動流動層にPJ分散機の効果を用いて混合到達度95%の精密混合が可能であることを実証した。

2.4 液体原料の直接顆粒化のための新しい流動層造粒法

さらに流動層造粒法では液体原料から直接顆粒化の方式を開発し、その顆粒の成長機構と共に主薬をベ-

スとしたコーティング用核粒子の調製とその評価を検討した。本造粒法は空塔の流動層内へボトムスプレーノズルより直接液体原料を噴霧して塔内で顆粒を生成する造粒技術(**Fig. 2**)である。造粒開始直後から微粒子の生成が始まり、それから流動化粒子群の凝集粒径は成長して一次凝集流動層になって、つぎに凝集と分散がつり合った力学的な安定領域のもとでレイヤーリング造粒が進行し、その下で実用上の利用価値が極めて高くなる、粒度の揃った球形重質顆粒が作製されること、およびそのときの顆粒粒径の成長速度は流動層に供給される液体原料の流動層に対するマスバランスによって決定されることを明らかにした。

2.5 流動層造粒法で作製した顆粒の圧壊強度評価法に関する一考察

最後に流動層造粒法で製造した顆粒層の圧壊強度評価法の研究が行なわれ、本論文の全体的な構成としては微細造粒の粒子設計に最適な流動層造粒法の諸機構とその操作特性について論述した。

3. 研究を終えて

上述の造粒装置は、本研究により得られた基盤技術を基に完成化され、既にIT関連分野や機能性食品分野を中心に生産装置が稼働し、従来の製法とは異なった高機能・高品位化した粉体製品が安定的に製造可能となった。またシンプルかつ省エネルギー型の製造プロセスが組める事により、諸コストが大幅に低減された。本技術は第35回機械振興協会会長賞(2000年)に輝いている。今後とも要求製品品質レベルに対応していくために、適宜適用化研究を実施したい。今後の展開の一つとしては、ナノパーティクルを粒子レベルで複合化してナノコンポジット粒子を作製する流動層造粒技術の確立を進めている。

本研究の遂行に対して長年ご指導を戴きました中央大学関口 勲教授、ホソカワミクロン(株)並びに本研究に関する4篇の論文を掲載して戴きました粉体工学会の関係各位に感謝の意を表します。

Fig. 2 Granule growth mechanism in the direct granulation method of liquid materials using the fluidized bed granulator

(学位取得は2001年3月、中央大学)