

SV ミキサーのテスト事例報告（その1）

The Test Report of the SV MIXER (No. 1)



(化)技術部
太 田 幹 子
Mikiko Ohta
中 村 公 彦
Kimihiko Nakamura

SV ミキサーは粉体の混合機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。本稿ではそのテスト結果の一部を紹介する。

The SV MIXER has been widely used in powder handling 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 the 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. This paper shows some results tested using the SV unit.

Key Words:

S V ミ キ サ 一
G M P
低 温 乾 燥

SV MIXER
GMP
Low temperature drying

まえがき

SV ミキサーは、逆円錐形容器内に自公転するスクリューを持ち、粉粒体に三次元的な対流運動を与える構造で、その独自の混合機構を有効に利用した混合・乾燥機である。上市以来ユーザ各位に好評を得て、納入実績を着実に積み重ねてきた。

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 対応がより一層志向されている。

GMP の要求事項として

① 滅菌

② 乾燥効率の向上によるコンタミの低減

などが上げられる。

また、医薬品や食品には熱的に不安定な物質を取り扱う

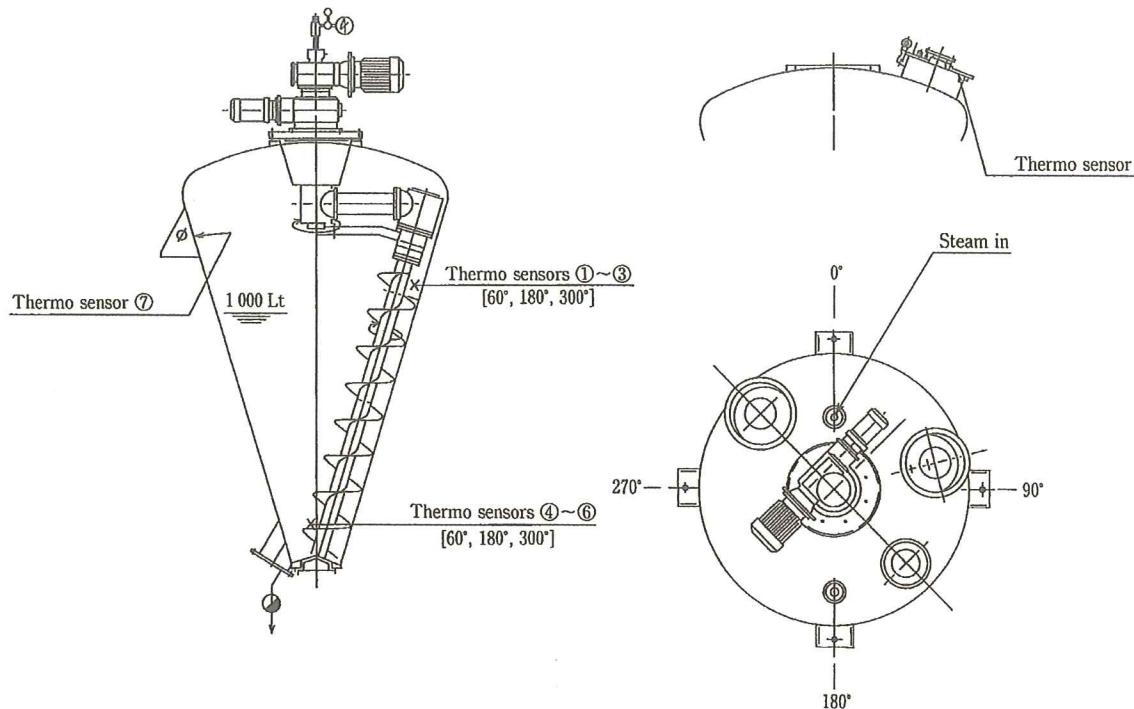
場合があり、SV ミキサーのような機械的攪拌による乾燥機では、攪拌による摩擦熱によって装置内の粉体接触部の温度が粉温より高くなり、変質を生じることがある。

これらの課題を解決するための1手段として、ここに当社でのテスト事例を紹介する。

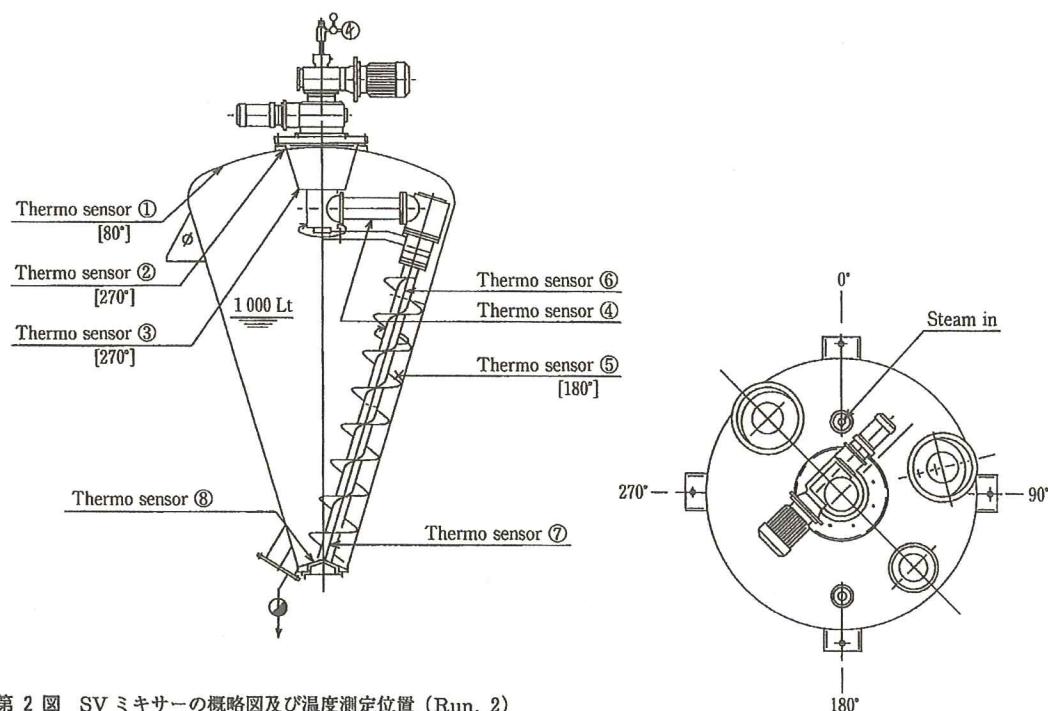
1. SV ミキサー昇温テスト

食品・薬品業界等でGMP 対応が急務となっている近年、洗浄後のスチーム滅菌、あるいは原料そのものを滅菌するケースが増えている。SV ミキサーにおいても、装置内滅菌の要望がある。

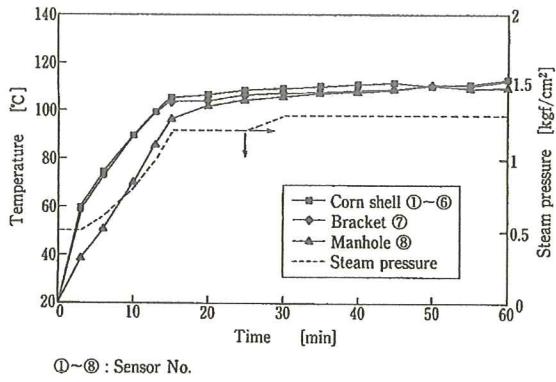
そこでSV ミキサー内にスチームを吹き込み、槽内を均一に昇温可能か、また昇温後温度の保持が可能かを確認した。さらに昇温時間を推測した。



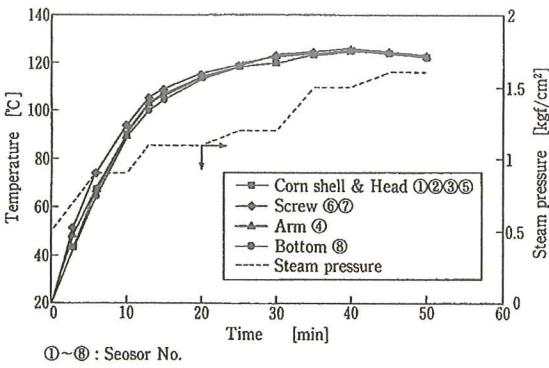
第1図 SVミキサーの概略図及び温度測定位置 (Run. 1)
Fig. 1 Schematic of the SV MIXER and thermo sensor position (Run. 1)



第2図 SVミキサーの概略図及び温度測定位置 (Run. 2)
Fig. 2 Schematic of the SV MIXER and thermo sensor position (Run. 2)



第3図 溫度曲線（Run. 1）
Fig. 3 Thermo curve (Run. 1)



第4図 溫度曲線（Run. 2）
Fig. 4 Thermo curve (Run. 2)

1.1 テスト方法

第1、2図に使用した1000 LtSV ミキサーの概略と、スチームの吹き込み口及び温度測定位置を示す。

温度は熱電対で測定し、打点式の記録計で記録した。

使用したスチームは元圧が 1.8 kgf/cm^2 であるが、使用に当たっては変動を伴った（ $1.0 \sim 1.5 \text{ kgf/cm}^2$ ）。

自・公転を停止して測定を行い、装置下部にトラップを設けた。

また、このときの外気温は約16°Cであった。

1.2 テスト結果及び考察

測定結果を第3、4図に示す。

- 1) 第3図より、槽壁は方位及び測定高さに関係なく一様に温度が上昇する。スチームによって槽内に循環流が生じ、雰囲気温度が均一になったためと考えられる。
- 2) ブラケット部分は放熱が大きいため、他の槽壁よりも $1 \sim 2^\circ\text{C}$ 温度が低かったが、差は小さなものであった。
- 3) マンホールは昇温開始初期は20°C近く温度が低かった。これは測定位置が装置上鏡から突出した位置にあり、エア溜まりができやすいためであるが、20分後には温度差は5°C以下になり、最終的に槽壁とほぼ一致した。
- 4) 第4図より、スクリューの温度は槽壁よりも $1 \sim 2^\circ\text{C}$ 高めであったが、これは今回のテストではスクリューに直接スチームが当たったためで、温度上昇は槽壁と等しいと言つてよい。
- 5) 公転軸、鏡、槽底についても温度は槽壁と一致しており、SVミキサー槽内はほぼ均一に加熱されていることが確認された。
- 6) Run. 1, Run. 2ともに20~30分で加熱が行われ、以降は平衡状態が続く。Run. 1についてはテスト時の蒸気元圧の供給不足により滅菌温度に達しなかった。

スチーム圧力が 1.4 kgf/cm^2 を超えたRun. 2の場合、SVミキサー槽内の温度は121°Cを越えて安定しており、SIP(定置滅菌)が可能である。

7) 昇温時間の推定

本テストにおけるスチームは、25Aの配管で供給しており、供給可能なスチーム量は85 kg/hr、配管等の熱量損失を30%と考えると、SVミキサー昇温に供給され

た熱量は

$$Q_0 = 31000 \text{ kcal/hr}$$

SVミキサー本体の加熱に必要な熱量は

$$q_1 = cW\Delta t_1$$

$$\approx 9100 \text{ kcal}$$

$$c : \text{材料比熱 (SUS304)} \quad 0.12 \text{ kcal/kg°C}$$

$$W : \text{SVミキサー加熱部重量} \quad 720 \text{ kg}$$

$$\Delta t_1 : \text{上昇温度} \quad 105^\circ\text{C}$$

本テストで使用したSVミキサーは断熱していないため昇温中の放熱等の熱損失を35%と仮定すると、昇温時間 $\theta = 27 \text{ min}$ となり、本テストにおける実測値(25~30 min)ともほぼ一致する。

本体胴を断熱構造にした場合には、放熱等による熱的損失が10%と仮定すると、 $\theta = 19 \text{ min}$ となる。

SVミキサーは、耐熱ペアリング、ドライシールを用いることで、 121°C , 1.4 kg/cm^2 の圧力に耐える設計が可能である。

2. SVミキサー乾燥テスト

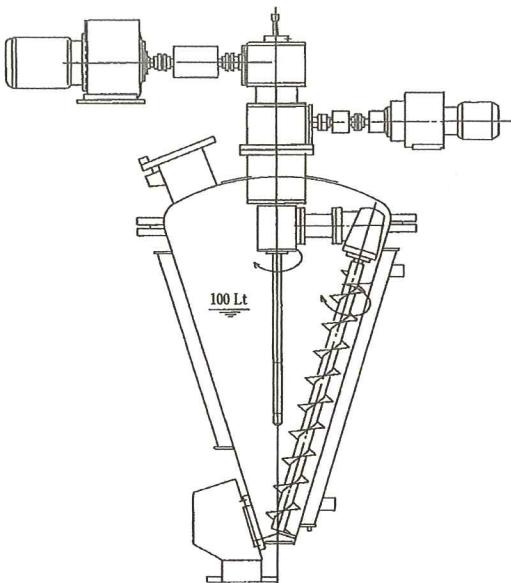
これまでにもSVミキサーの乾燥性能については紹介してきた^{1,2)}が、本項では今までに紹介できなかったSVミキサーの乾燥性能について紹介する。

2.1 回転数の影響

SVミキサーの回転数は標準仕様では固定であり、原則として変速は行わない。しかし、性状の異なる品種を取り扱う場合には、自・公転回転数を可変速にすることがある。

SVミキサーは、自・公転の働きによって槽内が部分的に流動化し、伝熱面積が更新されることで乾燥が促進する。従って、自・公転の回転数が速いほど乾燥効率も向上すると考えられる。

そこで、SVミキサーの自・公転回転数が乾燥性能に与える影響を知るためにテストを行った。また、乾燥に最適な回転数を検討した。



第5図 SVミキサー(100 Lt)概略
Fig. 5 Schematic of the SV MIXER (100 Lt)

2. 1. 1 テスト方法

第5図に使用した100 Lt テスト機の概略を示す。

試料として軽質炭酸カルシウム ($\rho_s = 0.56 \text{ kg/cm}^3$) 42 kgに精製水4.71 kgを添加し、湿分を15 wt %に調湿したものを使用した。

操作条件を第1表に示す。

2. 1. 2 テスト結果及び考察

テスト結果を第6図に示す。

- 1) 自・公転回転数がそれぞれ34~100, 1.1~3.0 rpm の範囲では回転数が速くなると乾燥時間は短く、最終含水率も低い。
- 2) 本テストにおいては自転回転数100 rpm, 公転回転数3.0 rpm 以上では最終含水率は回転数による優位さが認められなかった。また、乾燥時間は自転回転数100 rpm の方が短かった。

目視での観察では、自・公転回転数が速くなるとスクリュー翼外周に空隙が生じていた。自転の回転数が100 rpm を越えると、スクリュー翼と周囲の粉の間に滑り現象が生じるため流動性は向上しない。よって乾燥効率も向上しない。

3) 最適回転数の検討

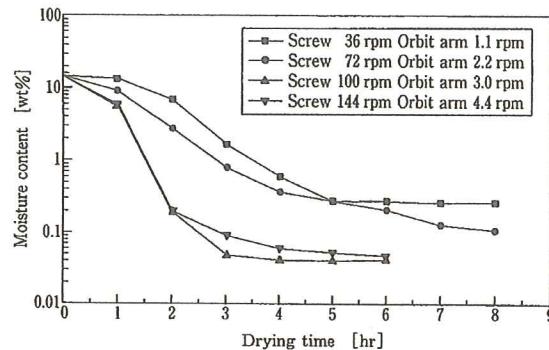
単位時間当たりの搬送量が多いほど乾燥効率がよいと考えると、スクリュー翼周辺に空隙を生じず、かつ、最高の回転数が、もっとも乾燥に適した回転数という事になる。

本テストにおいて、もっとも乾燥に適した条件は自転回転数100 rpm, 公転回転数3.0 rpm であった。

SVミキサー内の粉体には重力による下向きの力が働いており、スクリューの回転に伴って生じる空隙に粉が流れ込む事によって連続的な粉の流動が行われる。しかしスクリューによって与えられる遠心力が、粉が空隙に

第1表 操作条件
Table I Operation Conditions

Run. No.		1	2	3	4
Screw	[r. p. m.]	36	72	100	144
Orbit arm	[r. p. m.]	1.1	2.2	3.0	4.4
Conveying capacity [m³/hr]		2.1	4.2	5.8	8.4
Operating Pressure [Torr]					30
Jacket temperature [°C]					80
Sampling time [hr]		1, 2, 3, 4, 5, 6			



第6図 乾燥曲線(1)
Fig. 6 Drying test (1)

潜り込もうとする重力よりも大きくなると、スクリュー周辺に空隙が生じる。

スクリュー翼周辺より与えられる遠心力によって滑り現象が生じると仮定し、遠心力を一定としてスケールアップを考えると、

$$F = mr\omega^2/g_c$$

m: 質点の質量, r: スクリュー半径,

ω : 角速度, g_c : 重力加速度

ここで、m 及び g_c が等しいとして

$$r_{TEST}\omega_{TEST}^2 = r_s\omega_s^2$$

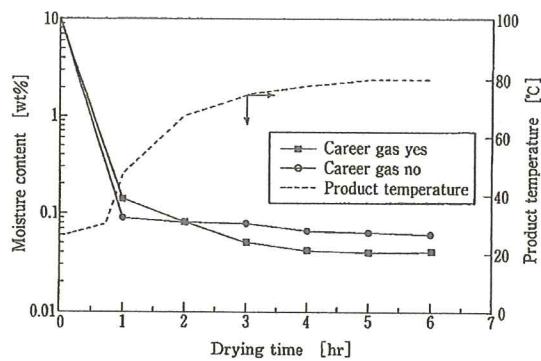
r_{TEST} : テスト機スクリュー半径, 60 mm

ω_{TEST} : テスト機角速度, $(100 \times 2\pi)/60 \text{ rad}$

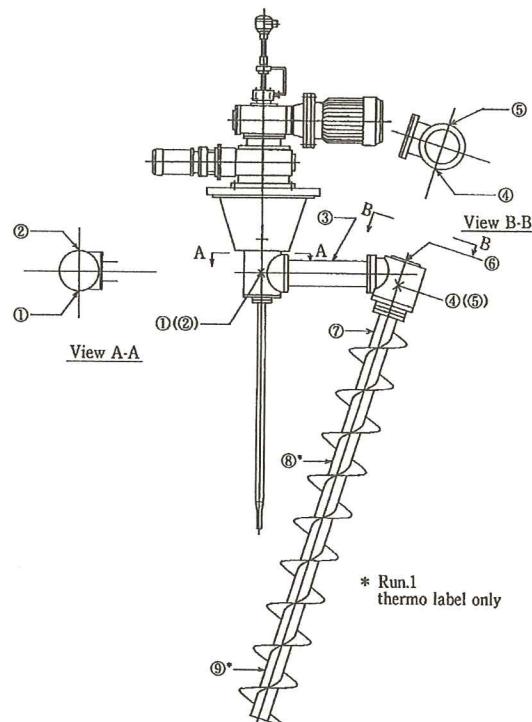
r_s : 実機スクリュー半径, ω_s : 実機角速度

第2表に計算の結果と当社の標準回転数をまとめた。粉体の性状によって粉体圧や流動挙動は大きく変化するため、個々の粉体には固有の最適回転数が存在すると考えられるが、当社の標準回転数は本テストの粉体系においては適正であるといえる。

なお、本テストにおいては自公転を変化させてテストを行ったが、実機には機種毎に適正な自公転回転数の組み合わせがあり、自転回転数の変速に伴い公転回転数も変速させる必要がある。不適正な回転数の組み合わせは、機器の損傷をまねく恐れがあるので、注意が必要である。



第7図 乾燥曲線(2)
Fig. 7 Drying test (2)



第8図 温度測定位置
Fig. 8 measurement position (thermo label and contact thermometer)

2.2 露素ガス吹き込みの影響

一般に、乾燥を行う際にキャリアガスとして不活性ガスを吹き込むと、乾燥時間を短縮し最終含液率を低くすることが出来る。これは水蒸気蒸留と同様に操作圧力の一部を不活性ガスに分圧として担わせ、溶媒の蒸気圧を低くすることによって、見かけの操作真空度より高真空中の乾燥を行っていることになるためである。高真空中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。

そこで、キャリアガス吹き込み効果を確認するテストを行った。

第2表 計算結果(スクリュー回転数)
Table 2 Results of Calculation (rotational frequency of screw)

Screw diameter [m]	0.12	0.30	0.36
calculation [r. p. m.]	100	63	58
Standard (1) [r. p. m.]*	100	70	73
Standard (2) [r. p. m.]**	84	60	61

* Frequency : 60Hz

** Frequency : 50Hz

第3表 操作条件
Table 3 Operation Conditions

Run. No.	1	2
Screw [r. p. m.]	100	
Orbit arm [r. p. m.]	3.0	
Operating Pressure [Torr]	25	
Jacket temperature [°C]	80	
Carrier gas	yes*	no
Sampling time [hr]	1, 2, 3, 4, 5, 6	

* N₂ gas 4 NLt/min (0.5kg/cm²G)

第4表 操作条件
Table 4 Operation Conditions

Run. No.	1	2
Screw [r. p. m.]	71	
Orbit arm [r. p. m.]	1.6	
Operating Pressure [kgf/cm ²]	ATM	
Operating temperature [°C]	Room temperature	
Contents	Powder*	None
Measurement time [hr]	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9	

* Calcium Carbonate 500 [kg]

2.2.1 テスト方法

テスト装置として、100 Lt の SV ミキサーを用いた(第5図)。

また、試料として重質炭酸カルシウム($\rho_b=0.92 \text{ kg/cm}^3$)60 kgに精製水6.6 kgを添加し、湿分を10 wt %に調整したものを使用した。また、キャリアガスとして窒素ガスを採用した。

操作条件を第3表に示す。

なお、窒素ガスは底部より、乾燥開始直後から吹き込んだ。

2.2.2 テスト結果及び考察

結果を第7図に示す。

1) 一般に乾燥は、恒率乾燥を経て減率乾燥を行う。恒率乾燥時は、与えられた熱量はすべて試料付着湿分及び缶内湿分の蒸発に使用されるため、製品温度は湿分の沸点温度を示す。従って、乾燥開始後約40分の間は恒率乾燥を行っていたと考えられる。

2) テスト開始約1時間の間はRun. 2 (N₂ガス吹き込み無)の方が乾燥が速かった。また、テスト開始2時間以