

凍結造粒法による高機能粉体の製作事例・装置の紹介

株式会社プリス 川口 晋也

プリスについて

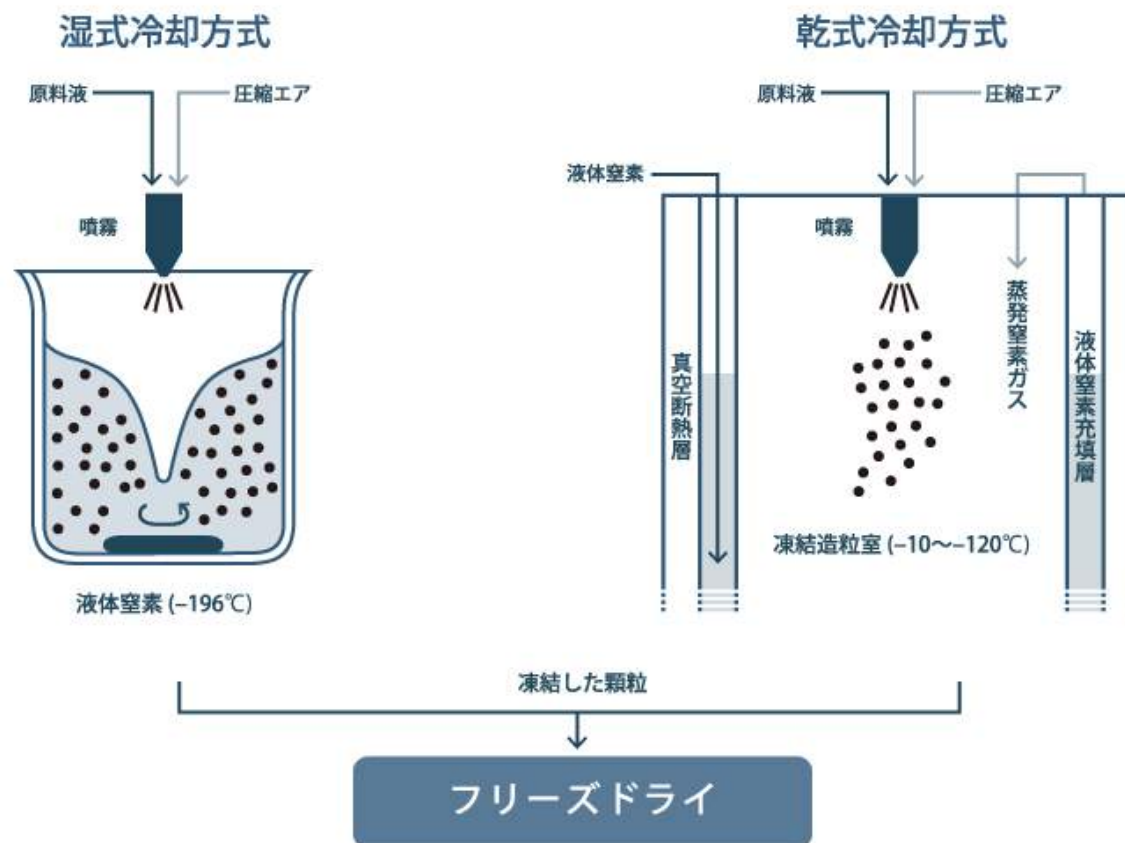
業務内容 : スプレードライヤー設計・製作
スプレードライテスト・受託加工
噴霧凍結造粒乾燥装置設計・製作
噴霧凍結造粒乾燥テスト・受託加工
振とう機・振とう培養器の設計・製作
精密洗浄システムの設計・製作

新規事業

設立 : 2005年（創業1970年）

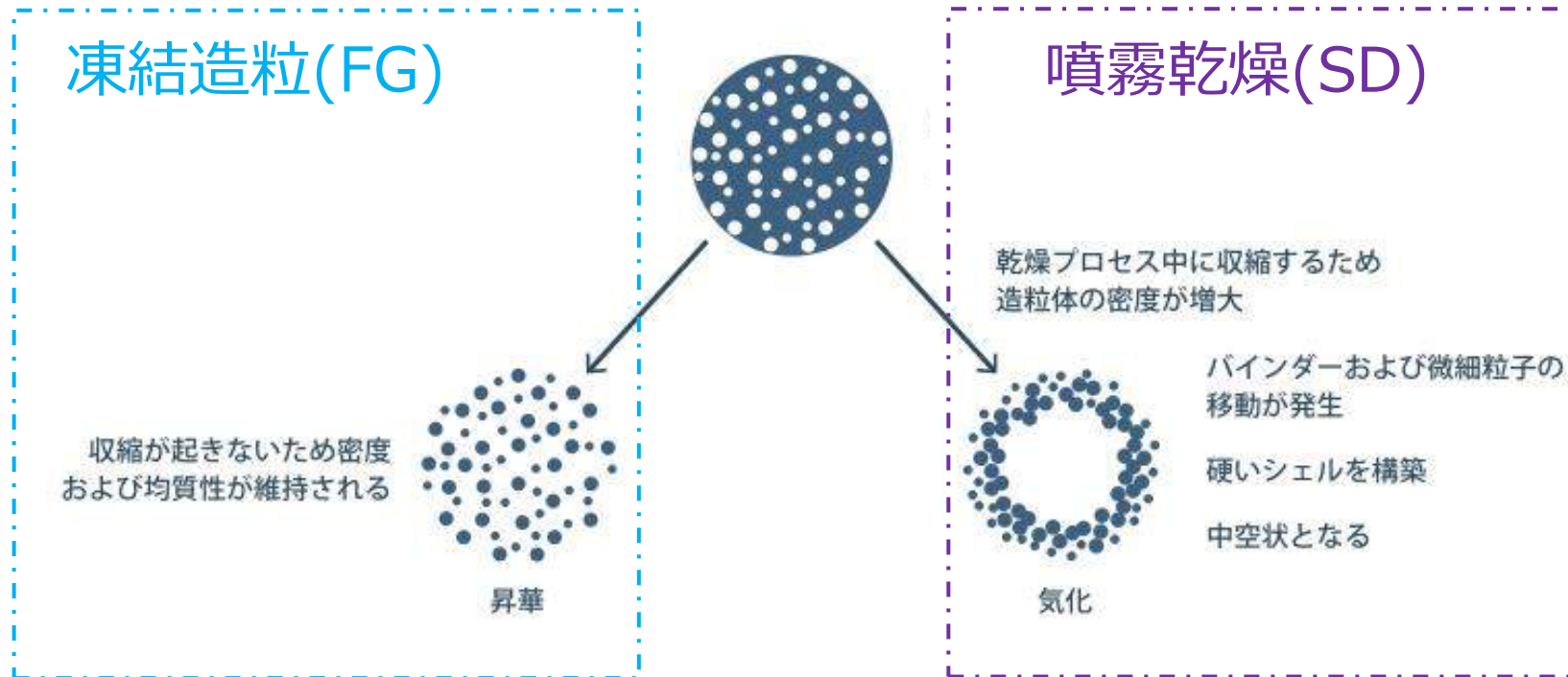
拠点 : 東京都台東区 神奈川県川崎市
埼玉県川口市

凍結造粒法とは



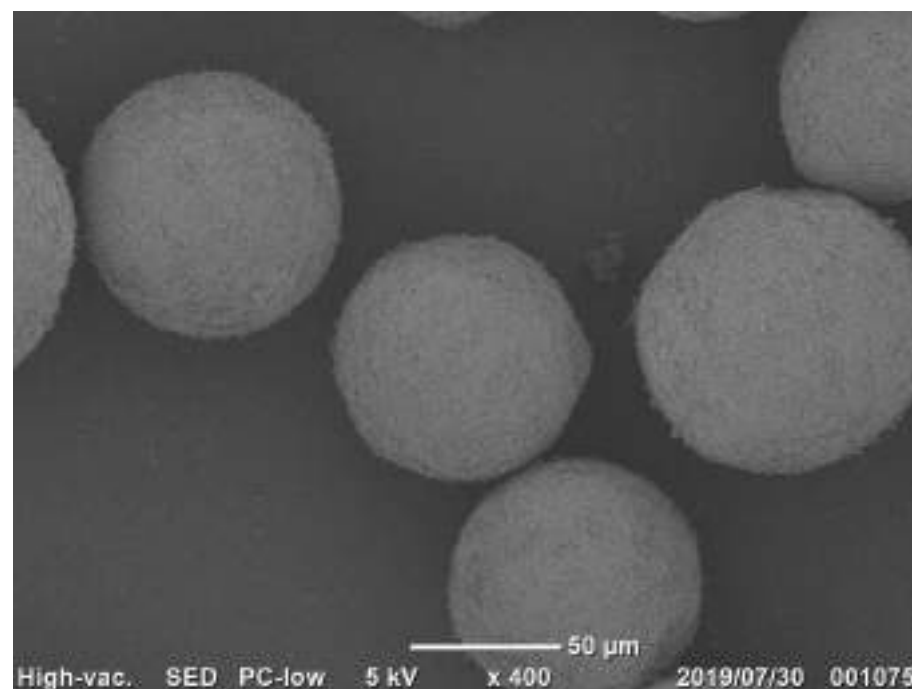
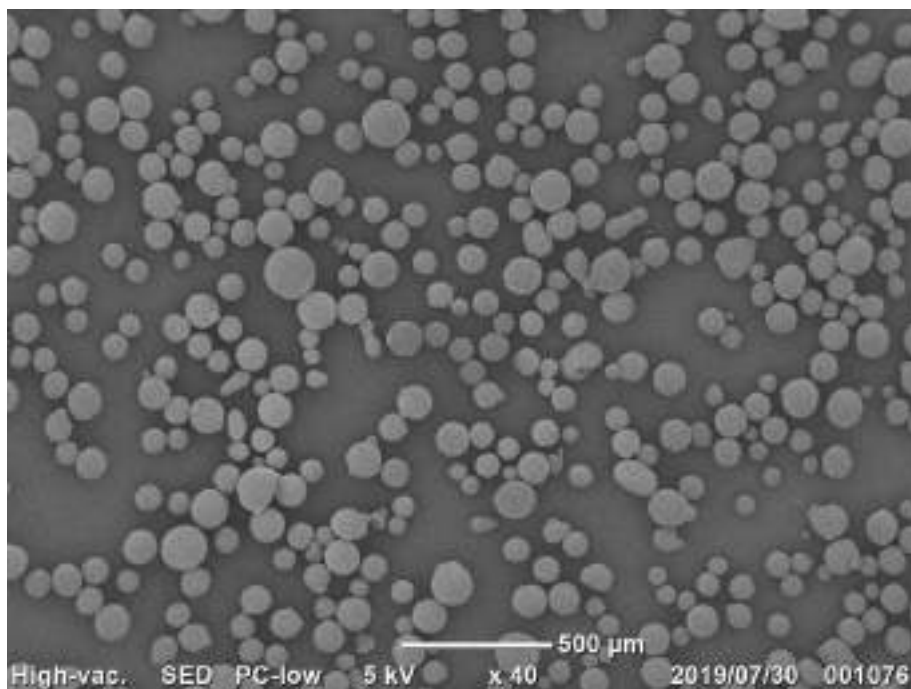
噴霧した原液を急速冷却し凍結造粒体を作製、
次工程の凍結乾燥にて乾燥粉体を得る方式

造粒粉の特徴



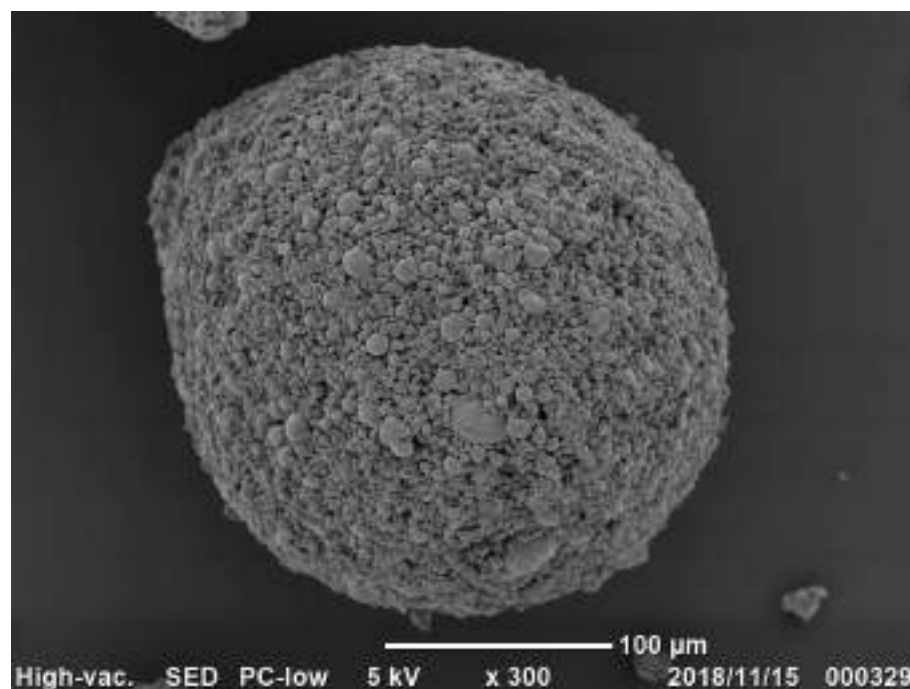
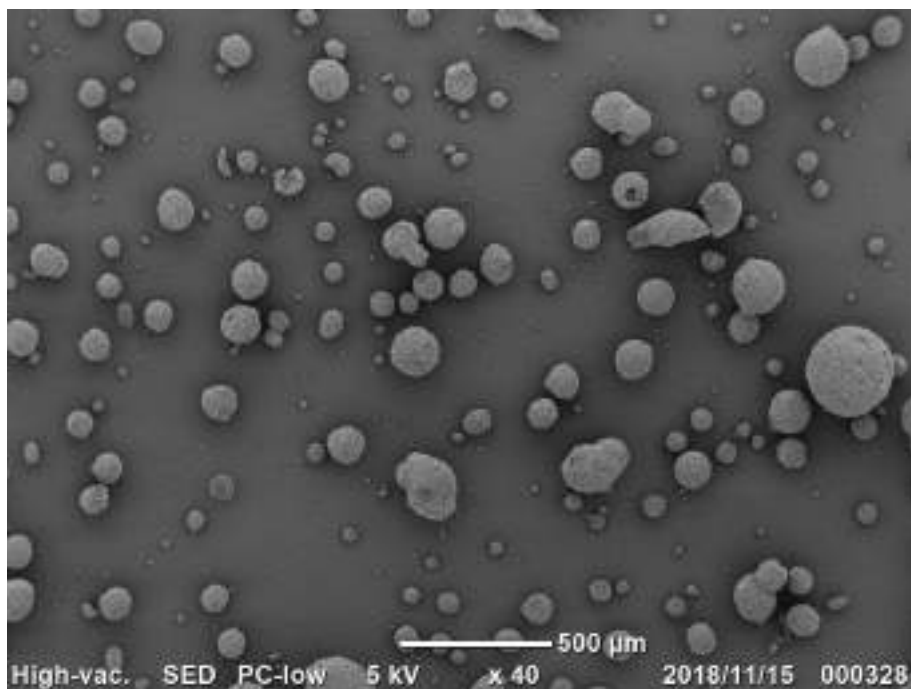
球形、中実、高流動性、低密度、低温で乾燥可能な顆粒体となる

造粒粉サンプル①



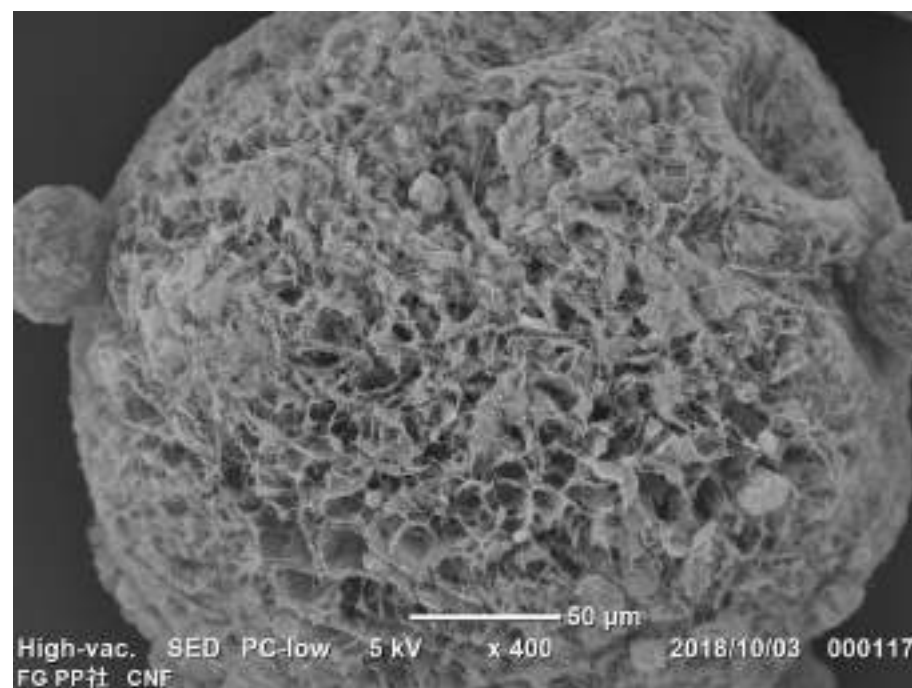
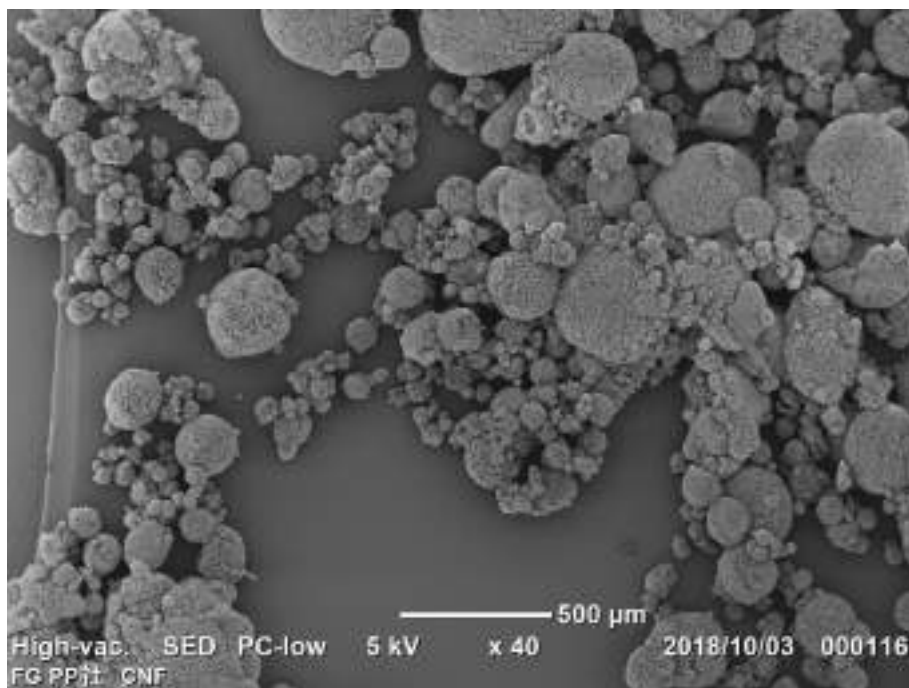
アルミナ 66wt%水スラリー
D50 : 140μm

造粒粉サンプル②



SUS316 88wt%水スラリー
D50 : 150μm

造粒粉サンプル③



セルロースナノファイバー 2wt%水スラリー
D50 : 400μm

湿式仕様フリーズグラニューレーター

■パウダープロ(Sweden) : LS-6

原液処理速度 : 最大6kg/h
噴霧方式 : 二流体ノズル
凍結チャンバー : $\phi 120$
冷却温度 : -196°C
冷却方式 : 液体窒素による
湿式冷却



- ・ 装置が小さくコンパクト
- ・ 少量多品種生産に適している
- ・ 液体窒素の直接冷却のため、凍結速度が極めて早い

乾式仕様フリーズグラニューレーター

■プリス：CS30

原液処理速度 : 最大15kg/h
噴霧方式 : 二流体ノズル
凍結チャンバー : $\phi 300$
冷却温度 : $-10 \sim -120^{\circ}\text{C}$
冷却方式 : 気化窒素による
乾式冷却



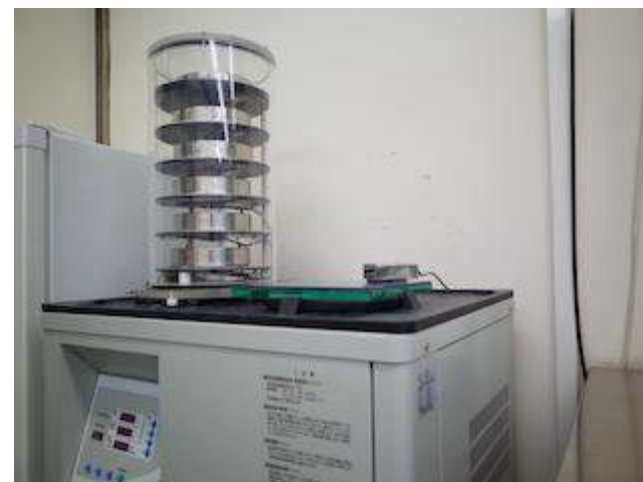
- ・ 連続運転による大量生産が可能
- ・ 液体窒素を気化させたガスが冷媒のため、流量調整による冷却温度制御が可能

ラボ用凍結乾燥機

■ EYELA : FDU-2110(チャンバー特殊仕様)

棚容量 : 300g×6段
コールドトラップ容量 : 3kg
コールドトラップ温度 : -80℃

- ・ 少量多品種に適している
- ・ 最大6検体の同時乾燥が可能
- ・ LS-6と好相性



パイロット用凍結乾燥機

■プリス：TFD-10

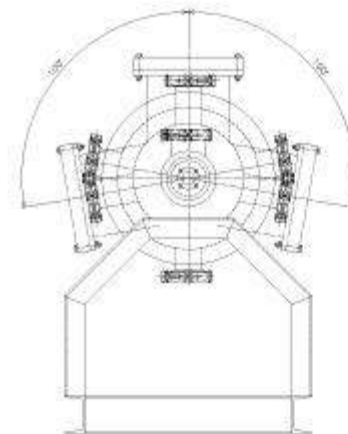
バレル全容量：85L

コールドトラップ容量：10kg

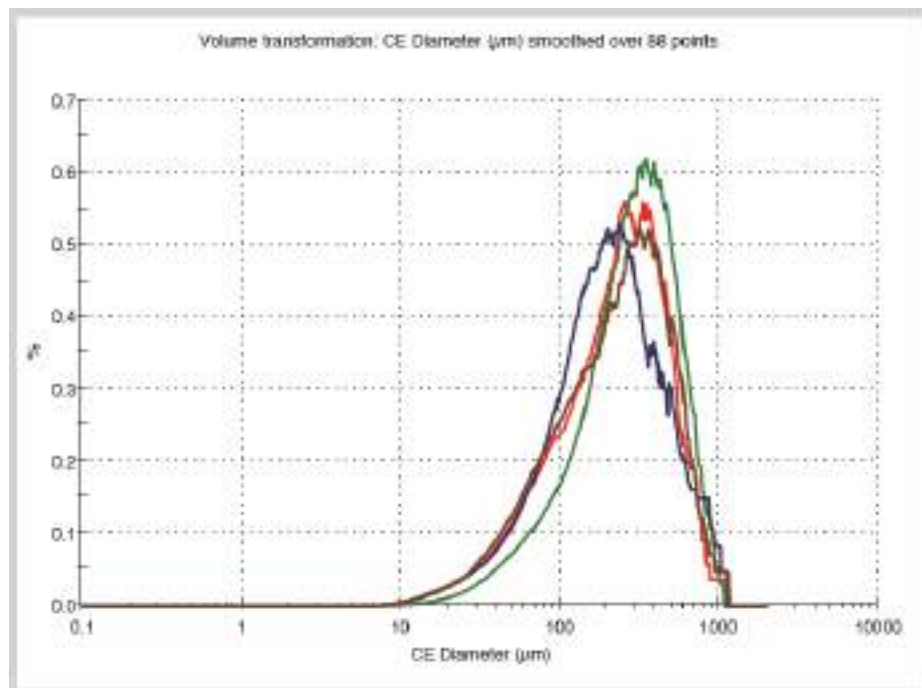
コールドトラップ温度：-40℃



- ・バレルの揺動により、凍結粉体が均一、効率的に乾燥する
- ・最大25L程度の処理が可能な中型機
- ・スケールアップ可能
- ・CS30との連結により凍結造粒～凍結乾燥までの連続運転が可能



粒子径制御

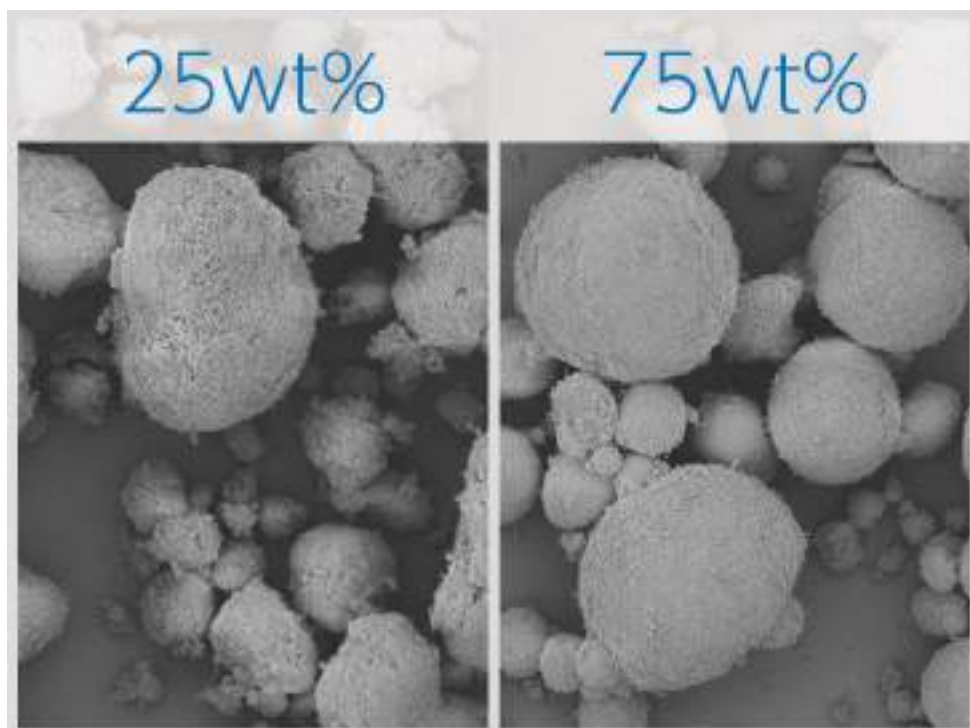


弱
↑
噴霧圧力
↓
強



原液供給速度、ノズルガス噴霧圧力にて、粒子径を制御

顆粒密度制御



固形分濃度 (wt%)	Dv50 (μm)	円形度 (Dn50)	嵩密度 (g/ml)
25	121.0	0.86	0.39
75	137.0	0.95	0.93

原液濃度にて、顆粒密度を制御

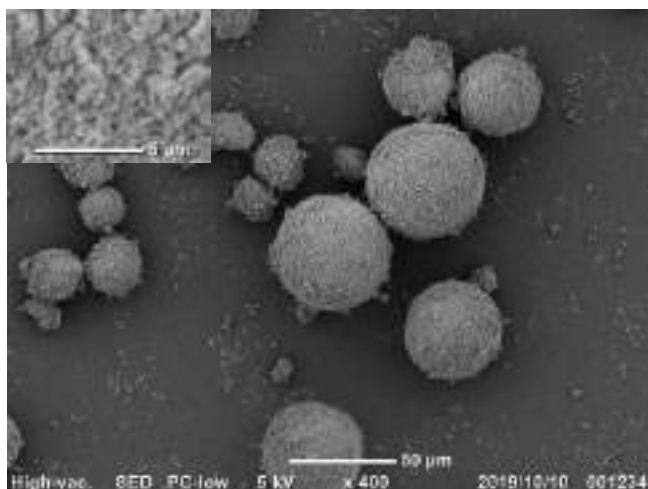
事例① セラミックスの評価_1

- ・ Dv50:0.6 μ mのアルミナを原料とした
- ・ FG(湿式)とSDで顆粒を造粒した
- ・ 顆粒の評価として、SEM撮影、粒度分布、粒子形状、粒子強度を測定した
- ・ 顆粒を一軸成形、CIP成形し、成形体を作製した
- ・ 成形体を焼結し、焼成体を作製した
- ・ 成形体・焼成体の密度を測定した
- ・ 焼成体の強度を測定した

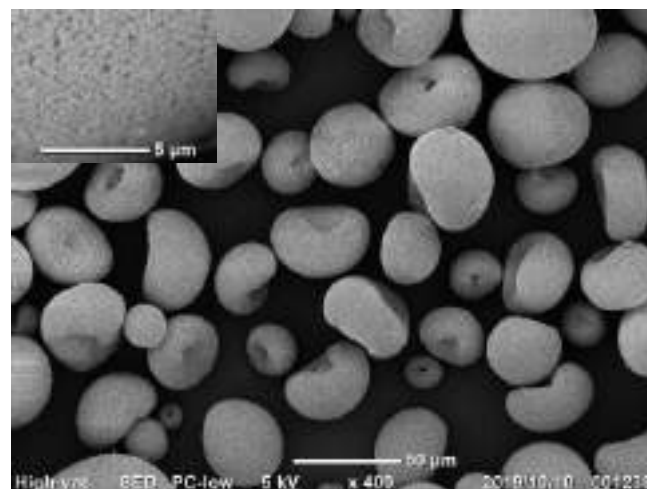
※本内容は、プリス、産総研、横国大の共同研究

事例① セラミックスの評価_2

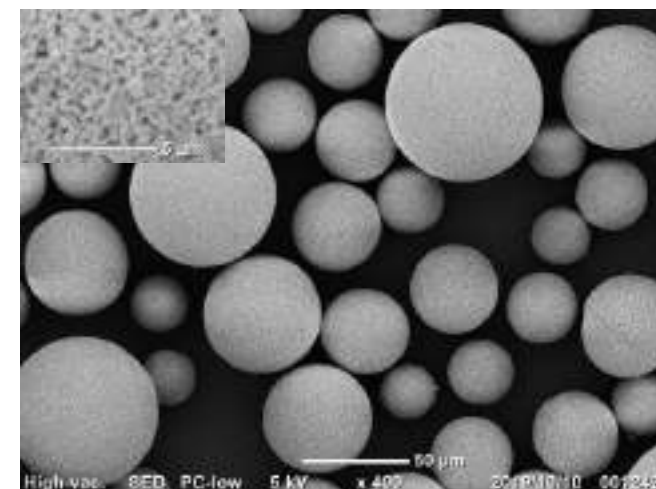
■ No.1



■ No.2



■ No.3



造粒方式：FG

【原液調製条件】

固形分濃度：75wt%

溶媒：水

結合剤：PVA

分散剤：有

粘度：600mPa·s

造粒方式：SD

【原液調製条件】

固形分濃度：50wt%

溶媒：水

結合剤：PVA

分散剤：有

粘度：15mPa·s

造粒方式：SD

【原液調製条件】

固形分濃度：50wt%

溶媒：水

結合剤：PVA

分散剤：無し

粘度：1400mPa·s

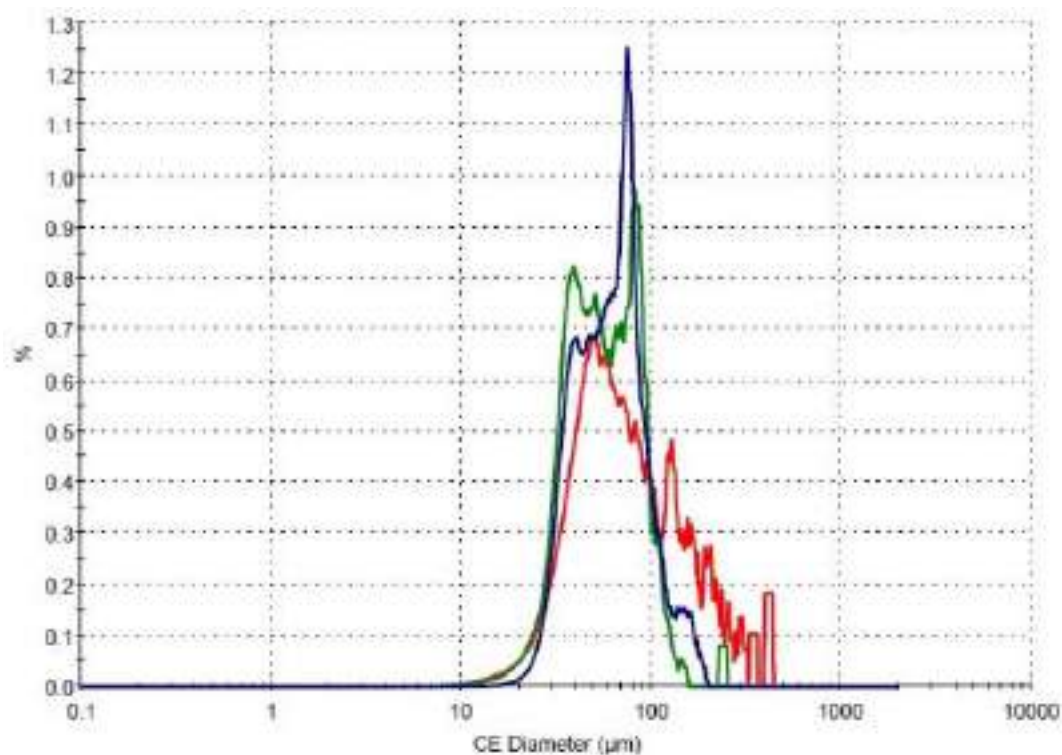
事例① セラミックスの評価_3

■ 粒度分布 Dv50 (μm)

No.1(FG) 68.5

No.2(SD 中空) 54.8

No.3(SD 中実) 61.8



FG粉は、粒度分布がブロード

事例① セラミックスの評価_4

■円形度 Dn50

No.1(FG) 0.95

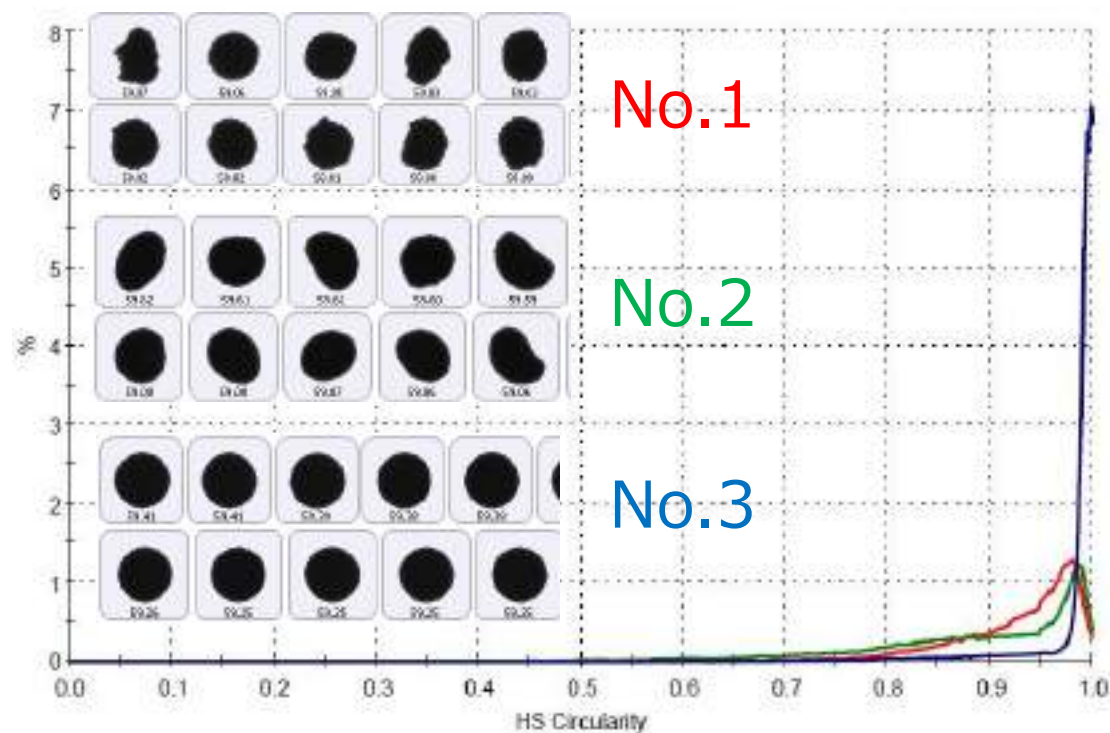
Dn10:0.84

No.2(SD 中空) 0.92

Dn10:0.73

No.3(SD 中実) 0.99

Dn10:0.94



SD中実粉が円形度が極めて高い

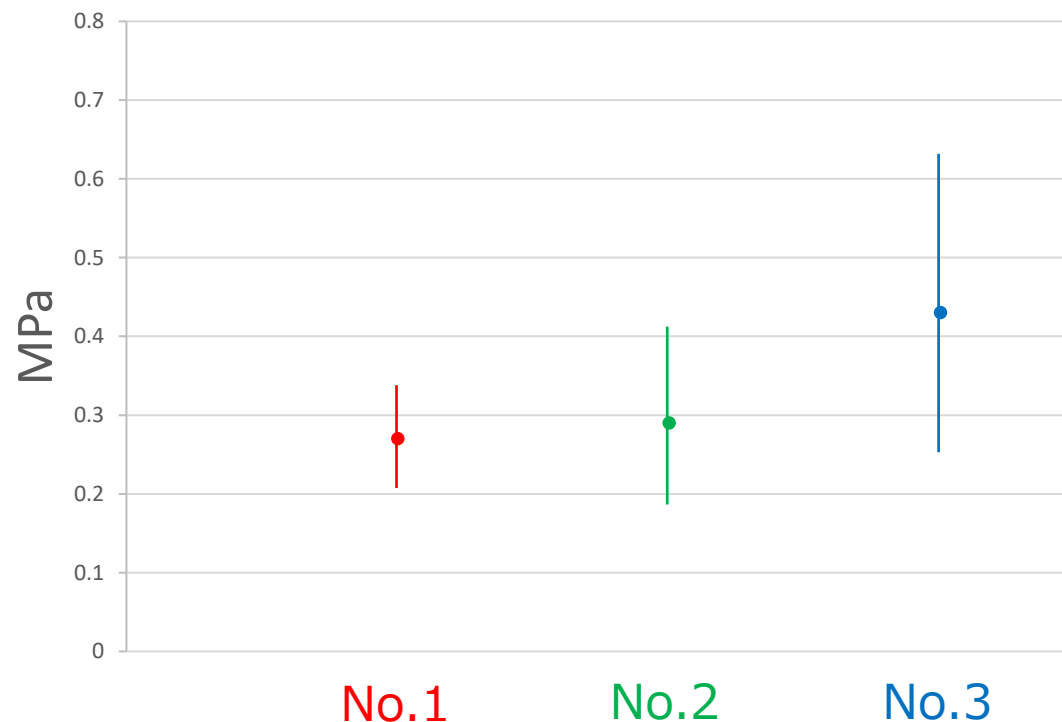
事例① セラミックスの評価_5

■ 顆粒強度 (MPa)

No.1(FG) 0.27 ± 0.07

No.2(SD 中空) 0.29 ± 0.12

No.3(SD 中実) 0.43 ± 0.20



FG粉は柔らかく、分布が狭い

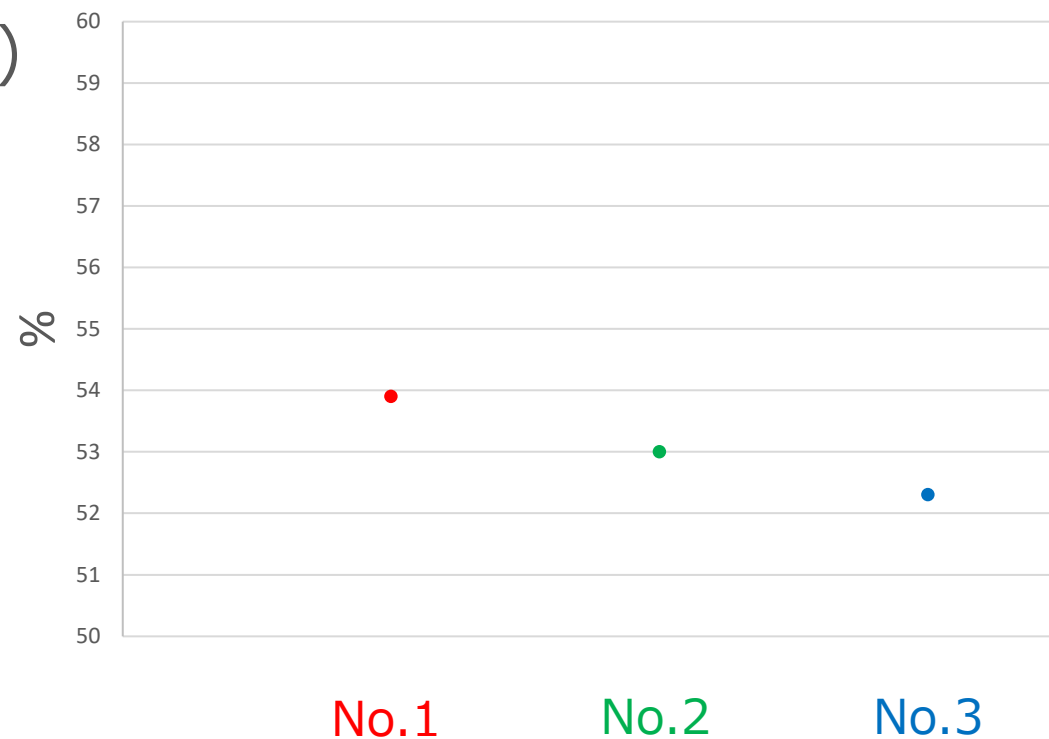
事例① セラミックスの評価_6

■ 成形体密度 (一軸成形) (%)

No.1(FG) 53.9

No.2(SD 中空) 53.0

No.3(SD 中実) 52.3



FG粉からの成形体の密度は高い

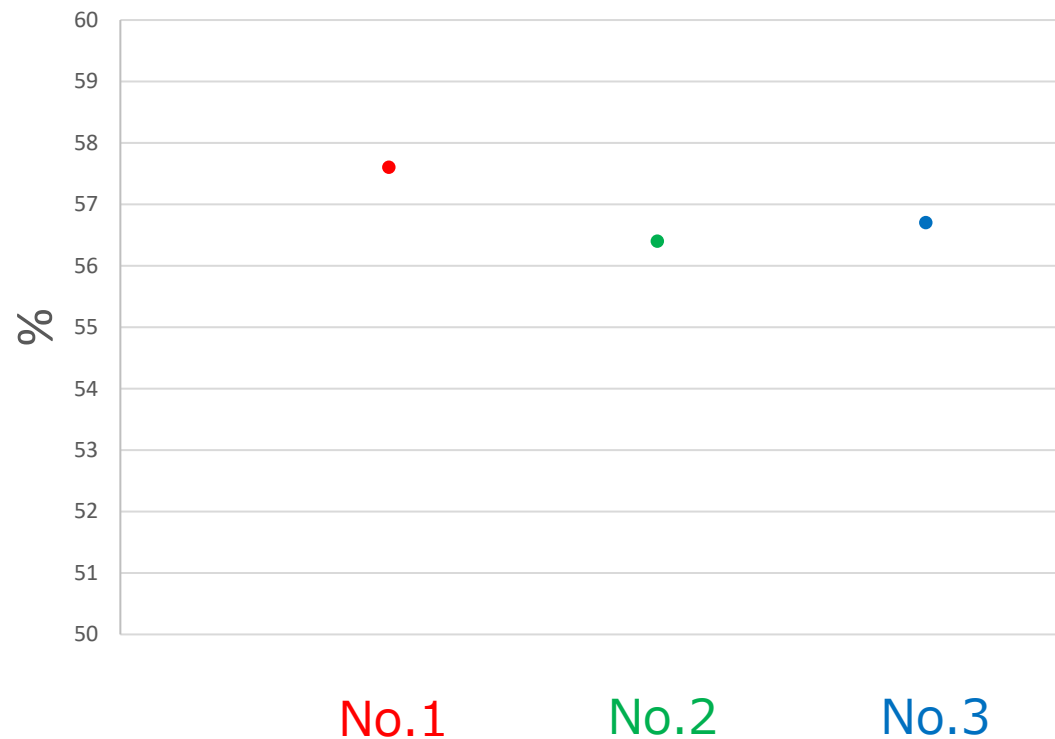
事例① セラミックスの評価_7

■ 成形体密度 (CIP) (%)

No.1(FG) 57.6

No.2(SD 中空) 56.4

No.3(SD 中実) 56.7



FG粉からの成形体の密度は高い
SD中実粉の成形体の密度が上がり、一軸成形時と逆転する

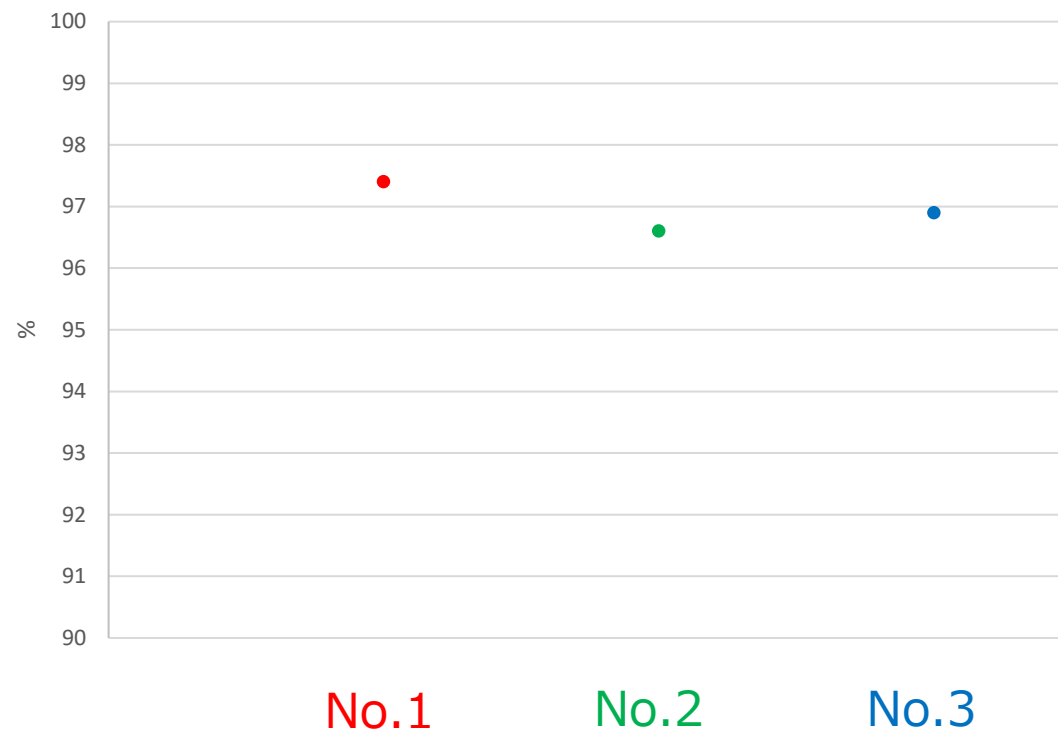
事例① セラミックスの評価_8

■ 焼成体密度 (%)

No.1(FG) 97.4

No.2(SD 中空) 96.6

No.3(SD 中実) 96.9



FG粉からの焼成体の密度は高い
焼成前の成形体密度(CIP)と同等の傾向を示す

事例① セラミックスの評価_9

■ 焼成体強度 (MPa)

No.1(FG) 550.4 ± 53.0

No.2(SD 中空) 436.7 ± 29.4

No.3(SD 中実) 485.3 ± 73.4

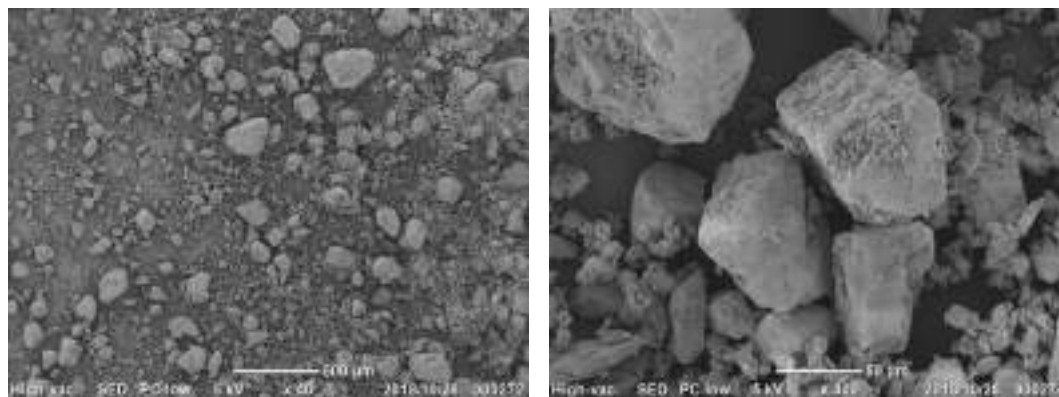


FG粉からの焼成体の強度は高い
焼成体密度と比例した結果となる

事例② 乳糖の評価_1

- ・乳糖を原料とし、30wt%濃度の水溶液を作製した
- ・FG(湿式)とSDで顆粒を造粒した
- ・顆粒の評価として、SEM撮影、粒度分布を測定した
- ・結晶構造をXRDにて測定した

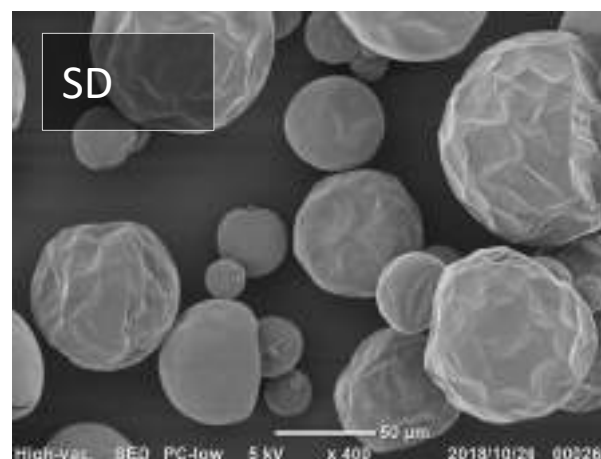
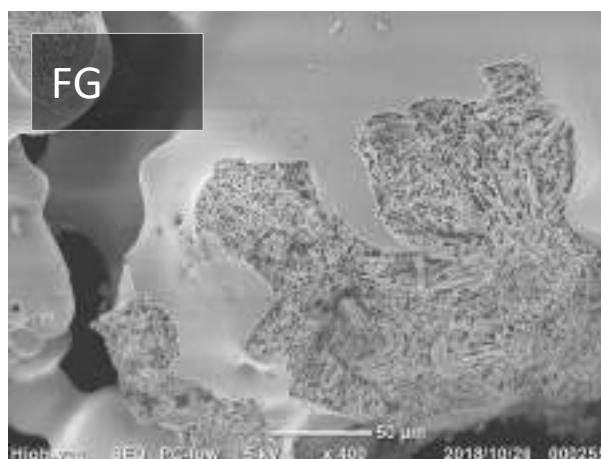
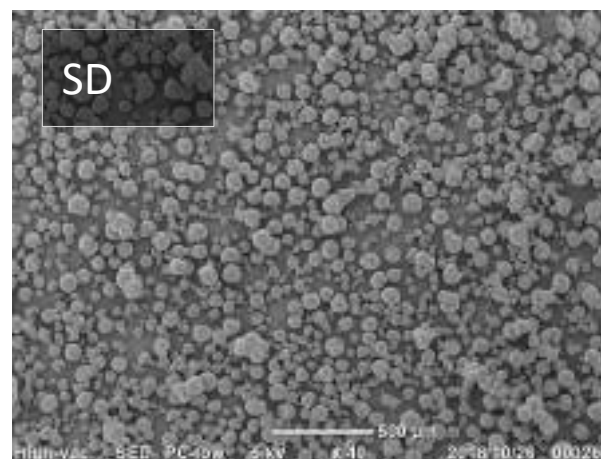
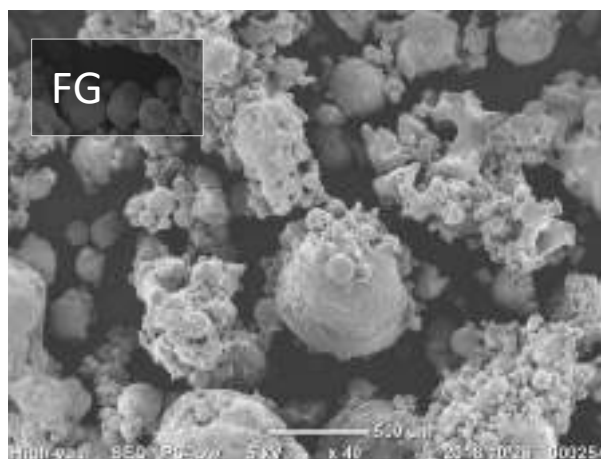
※本内容は、プリス、マルバーンパナリティカルの共同研究



乳糖原料

事例② 乳糖の評価_2

■ SEM



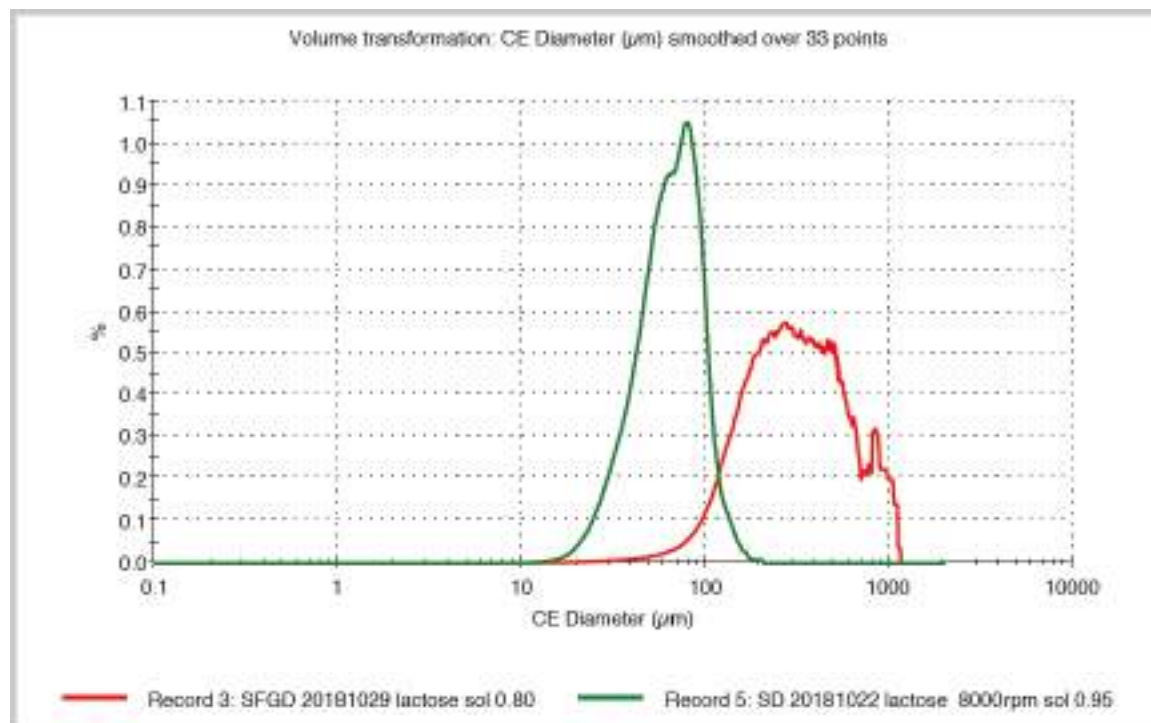
FG粉は大きく、多孔質になる

事例② 乳糖の評価_3

■ 粒度分布 Dv50 (μm)

FG : 264.3

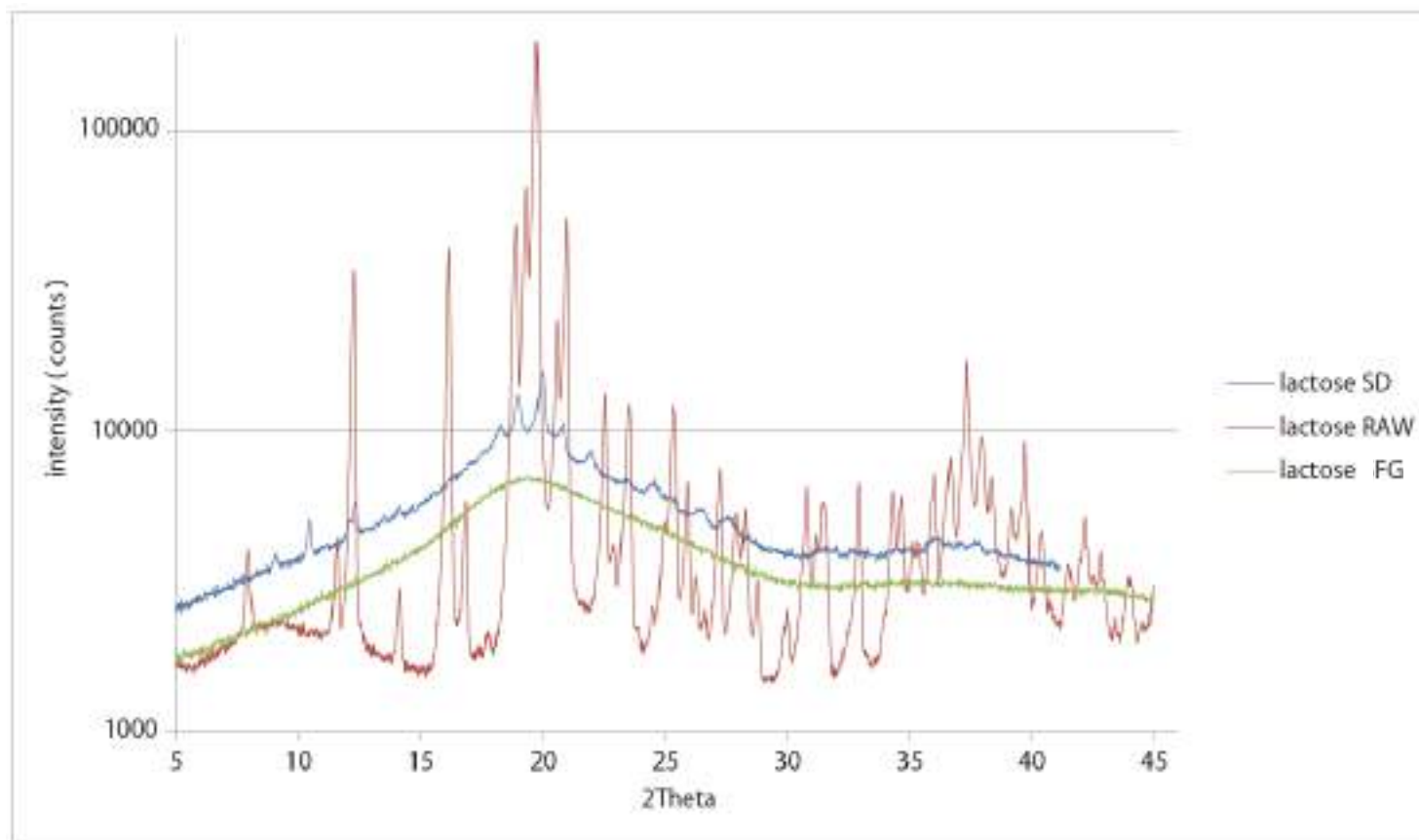
SD : 64.6



FG粉は大きく、粒度分布がブロード

事例② 乳糖の評価_4

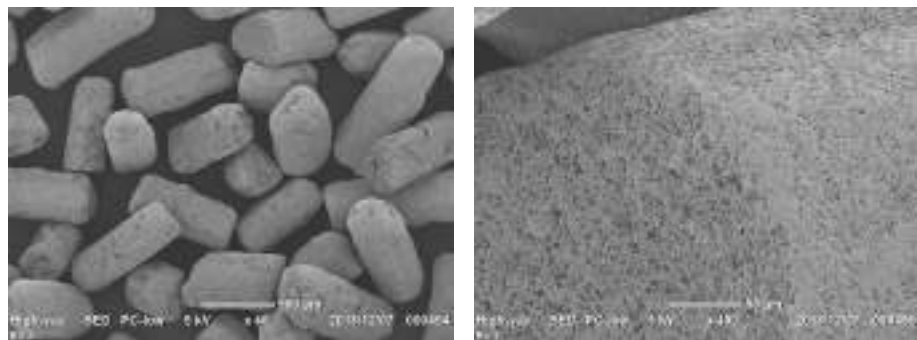
■ XRD



FG粉は非晶質になる

事例③ 酵母の評価_1

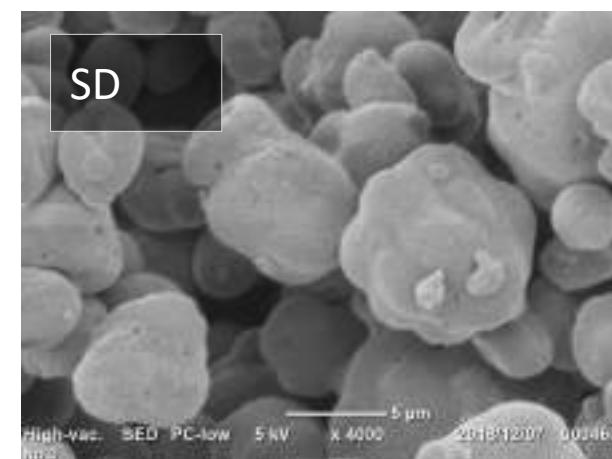
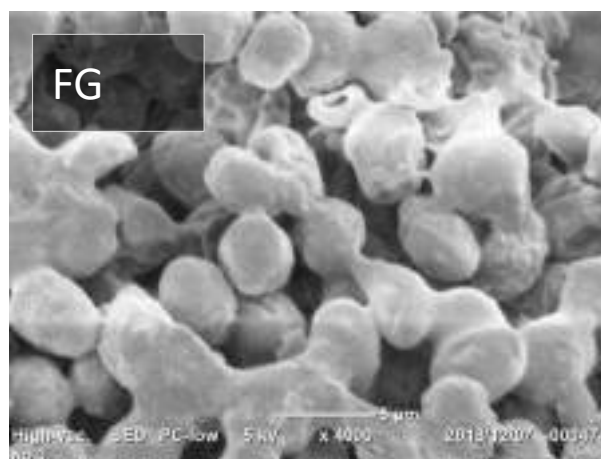
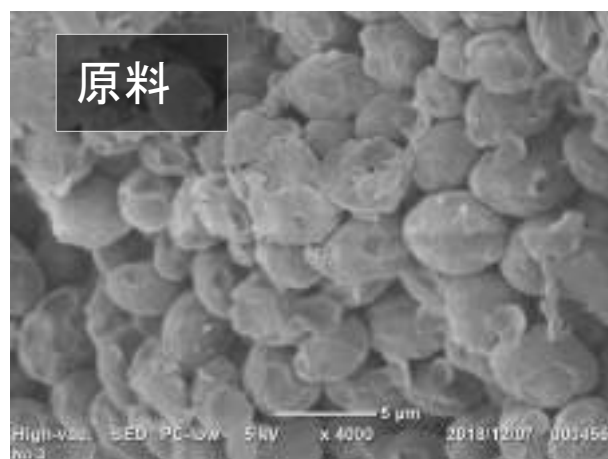
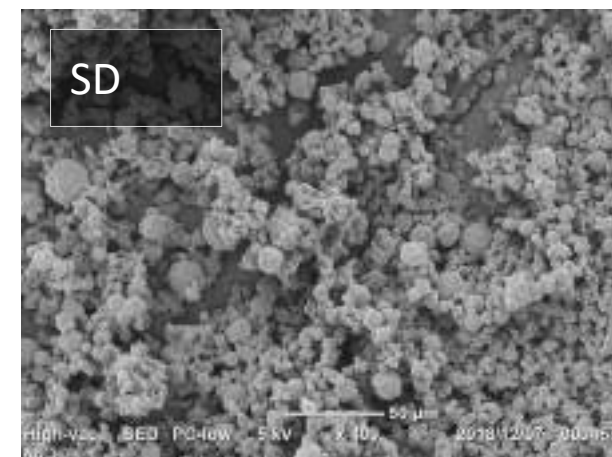
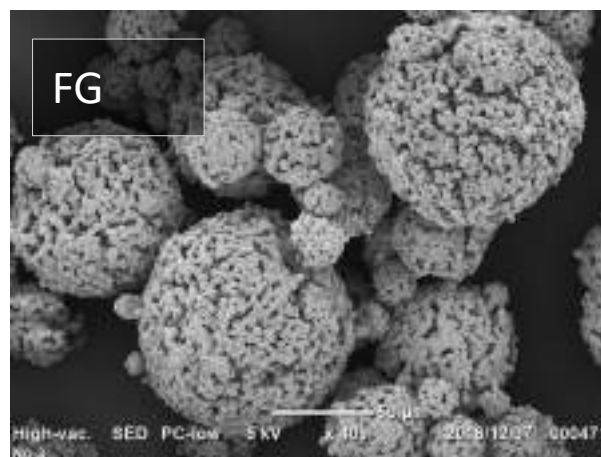
- ・ 酵母を原料とし、25wt%濃度の水分散液を作製した
- ・ FG(乾式)とSDで顆粒を造粒した
- ・ 顆粒の評価として、SEM撮影した
- ・ 再分散させた液を培地に塗布して、コロニー数を計測し、生菌を評価した(希釈平板法)



原料酵母

事例② 酵母の評価_2

■ SEM



FG粉は大きく、多孔質になる
SD粉は溶解・癒着が大きい

事例② 酵母の評価_3

■ 生菌数測定



FG粉は低温乾燥のため、生菌数が多い

今後の展開(サポイン事業の採択)

令和2年度の経済産業省の公募事業 「戦略的基盤技術高度化支援事業」(サポイン事業)に採択

計画名：高機能ファインセラミックス用噴霧凍結造粒乾燥装置の研究開発

期間：3年間(2020年～2022年)

補助金額：最大9750万円

共同研究ユニット：プリス、産総研、横国大、よこはまティールオー

【目的】

既存装置と比較し、低コストで高品質な粉体の大量生産装置を開発する

パウダーテクニカルセンター紹介

- ・ 保有装置 FG2台 FD2台 SD4台
- ・ FGは最大10L程度の処理、SDは数tまで可能
- ・ テストのみ、受託加工のみの使用可能
- ・ 有機溶剤対応可能(SD)
- ・ クローズドシステム対応可能(SD)
- ・ 南武支線、鶴見線JR浜川崎駅徒歩4分
(神奈川県川崎市)



ありがとうございました