

スプレードライヤーにリアルタイム粒度分布測定機を 実装した最新事例・ フィードバック制御の紹介

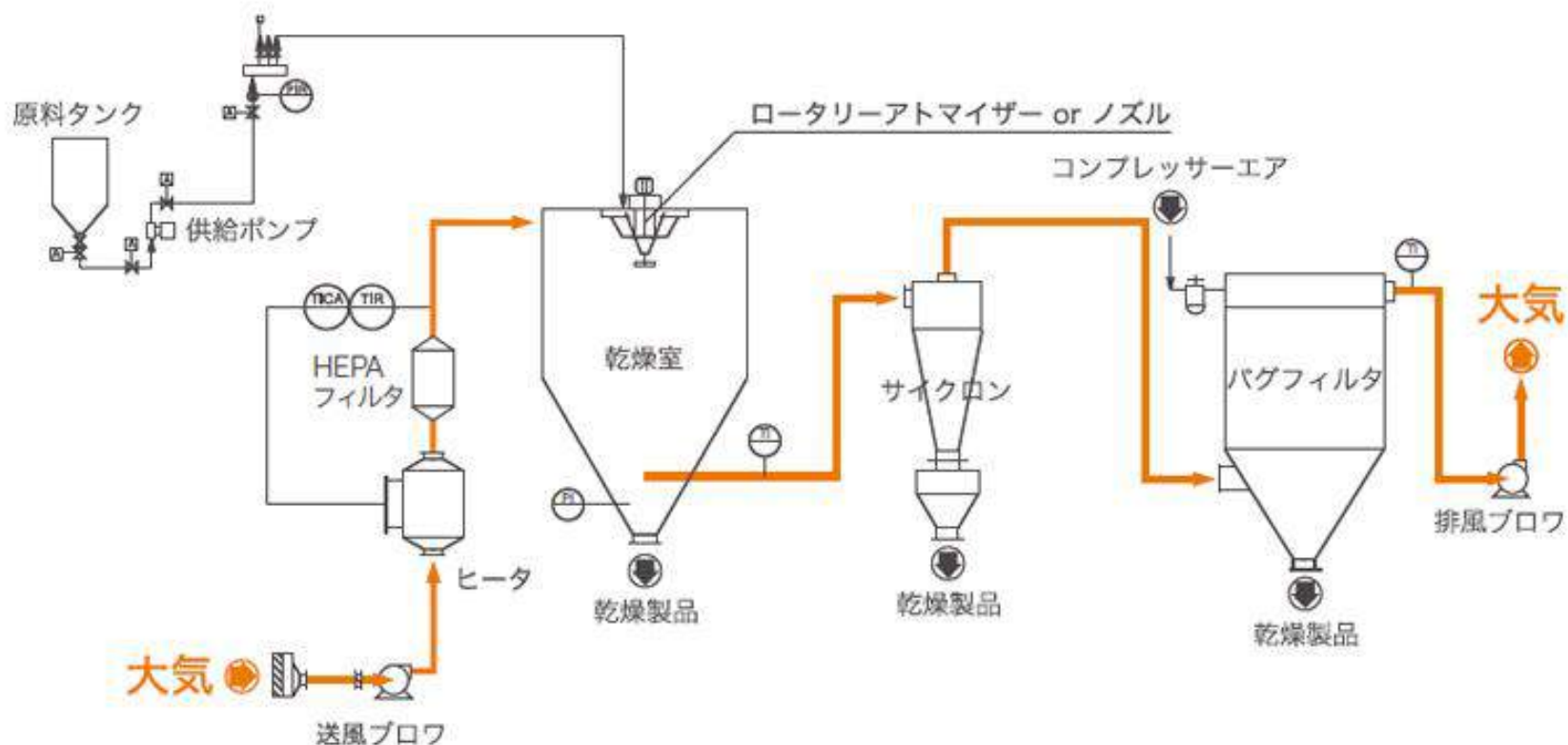
株式会社プリス 川口 晋也

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
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
- 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

スプレードライ(噴霧乾燥)とは

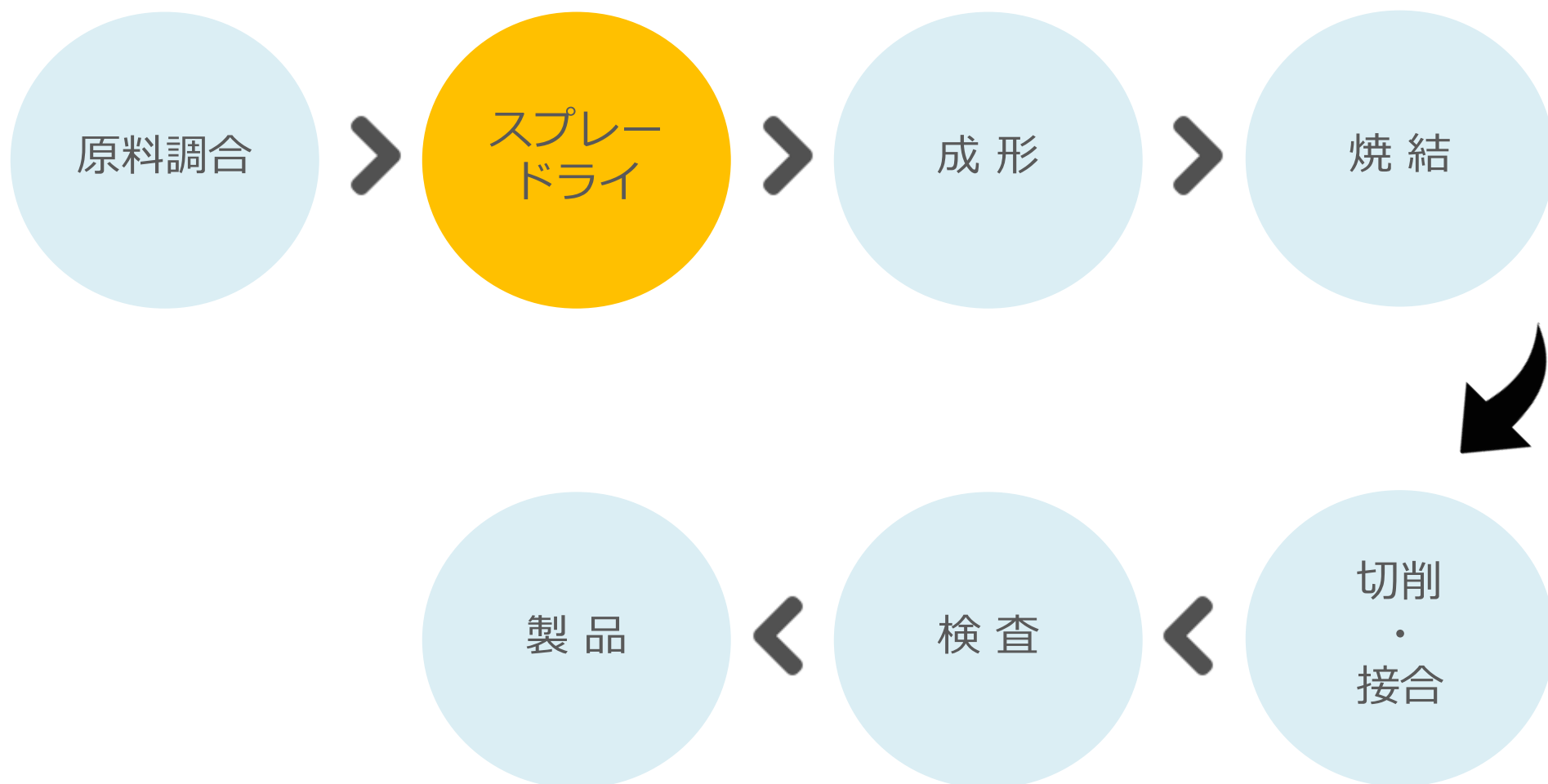
液体を霧状にし、熱風で乾燥させ、球状の粉末を得る方法



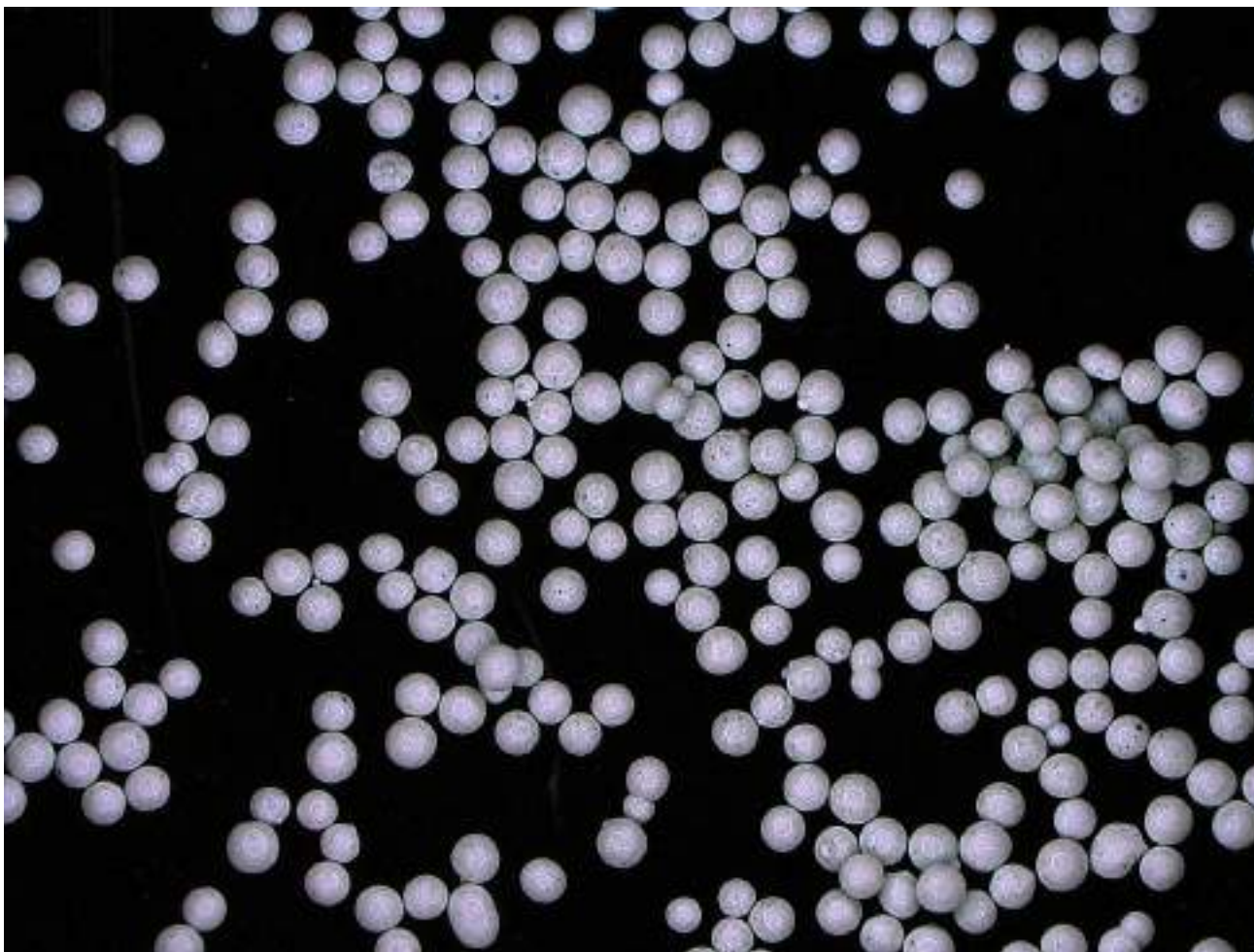
スプレードライのメリット

- 液体原料から直接粉末化することができる。
- 球状なので流動性の良い粉末ができる。
- 乾燥時間がとても短く熱の影響を受けにくい。
- 製品粉末の粒子径、残水分、嵩密度の調整も可能。
- 連続運転の装置。
- 他の粉体製造装置と比較して粒度分布がシャープ。

ファインセラミックスの代表的なフロー



スプレードライ粉外観



アルミナ

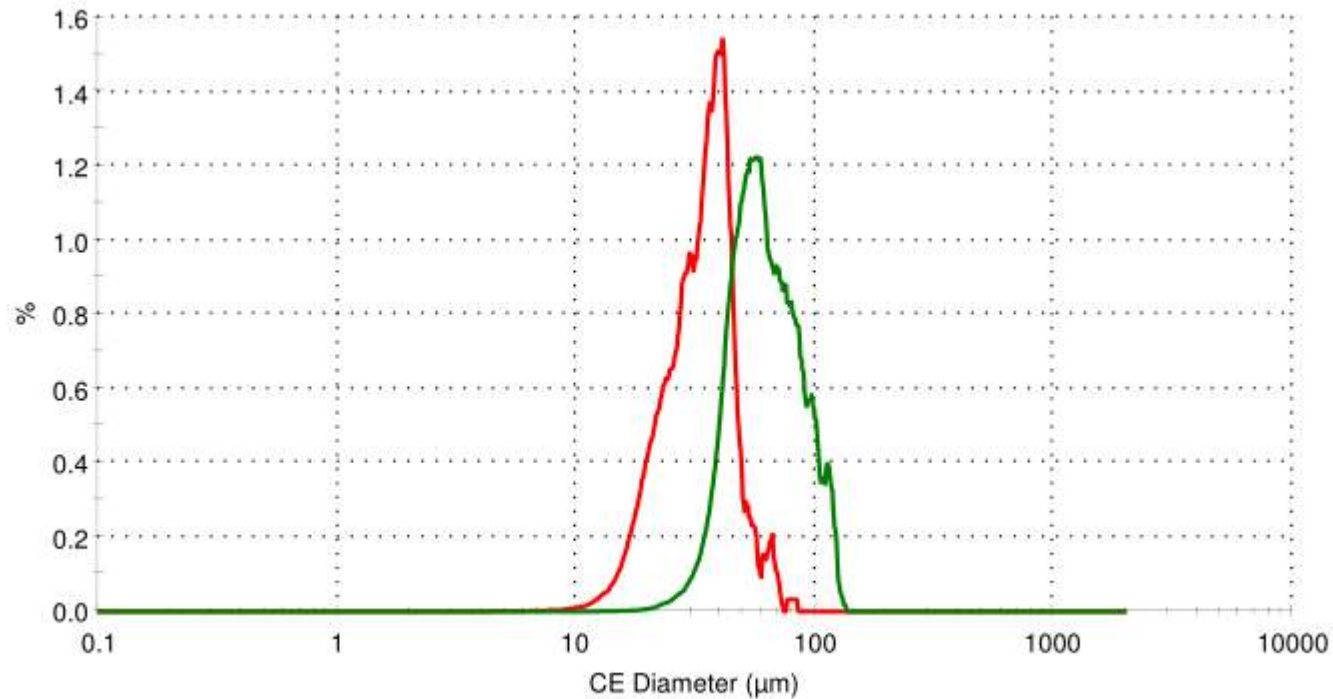
ロータリーアトマイザー方式

原液を、高速回転ディスク内に送液し、遠心力にて噴霧する。

- ディスク回転数の変更により、粒子径の制御が可能。
- 20 μ m~200 μ m程度の造粒に適している。
- 他の噴霧方式と比較して粒度分布がシャープ。
- 駆動部の定期的なメンテナンスが必要。



ディスク回転数による粒子径制御



スラリー配合: アルミナ50wt% 水49.75wt% PVA0.25wt%
赤: 18000rpm D50: 34μm 緑: 8000rpm D50: 60μm

スプレードライヤー × リアルタイム粒度分布測定器



プリス製スプレードライヤー
【TR160】



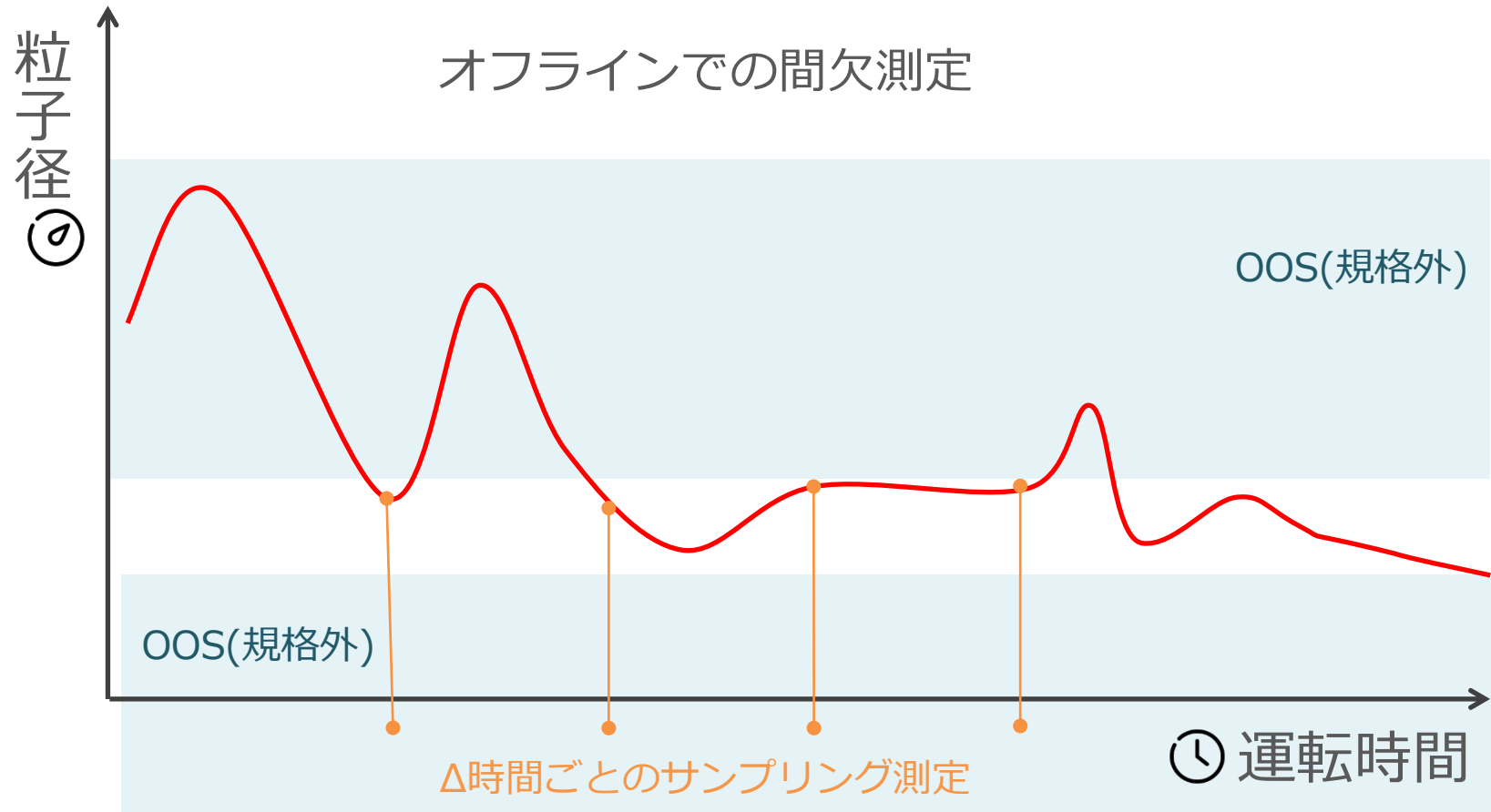
マルバーン・パナリティカル製リアルタイム
粒度分布測定器【Insittec】

スプレードライヤーにリアルタイム粒度分布測定器を実装した研究を行った。



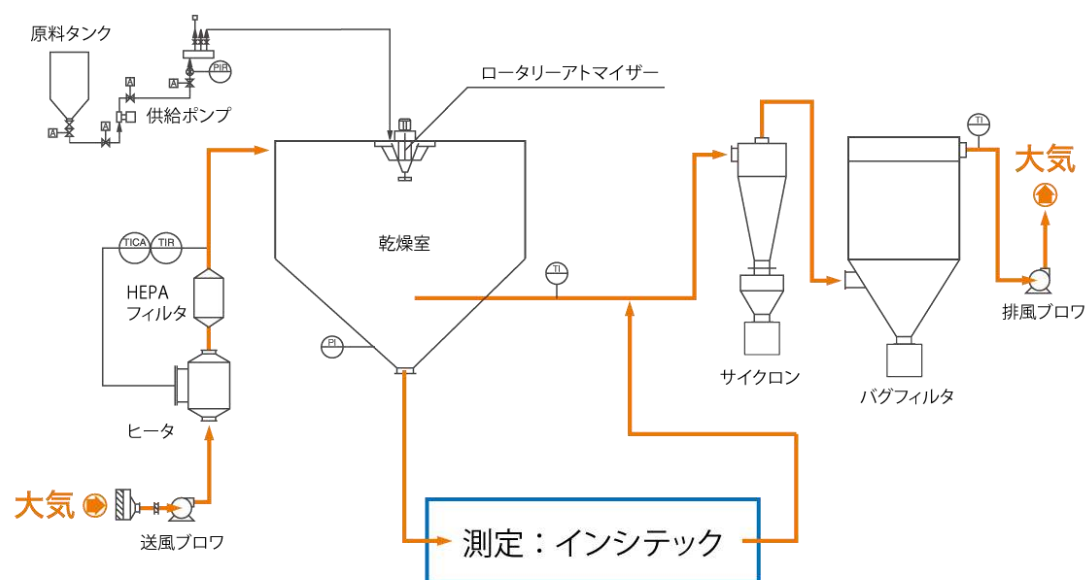
オフライン測定では分かり得ない、様々な粒度分布の挙動が確認できた。

リアルタイムで計測することの意義



OOSの低減、プロセスの詳細な理解を深めることが可能

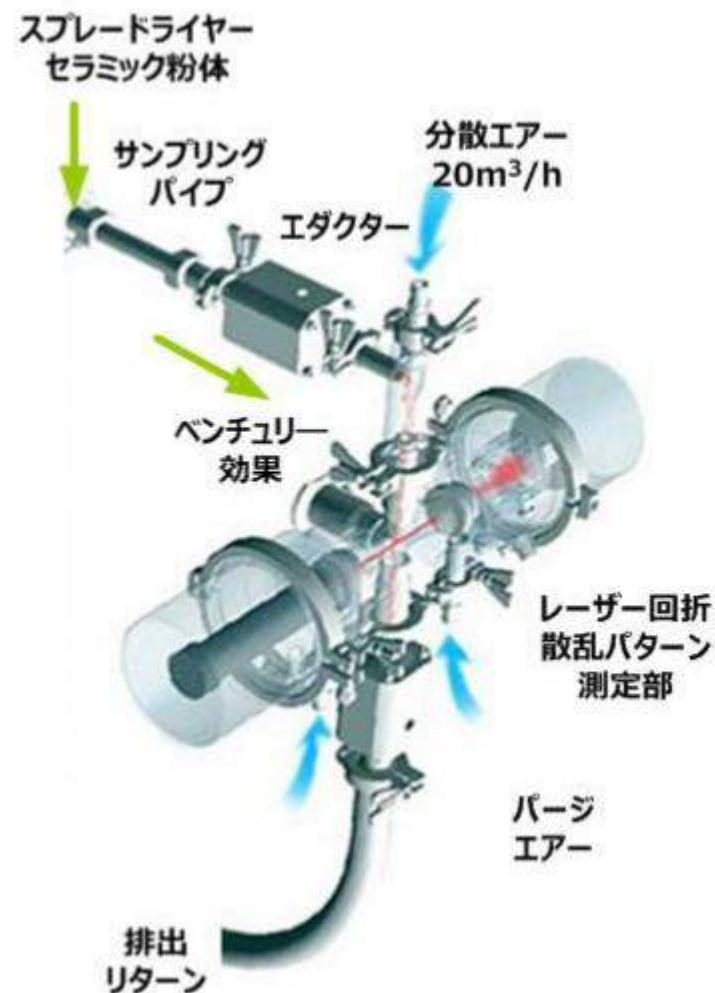
システムフロー



スプレードライヤー乾燥室下とリアルタイム粒度分布測定器Insitexを接続する。

分析装置Insitecフロー

レーザー回折測定
Insitec(インシテック)
測定フロー



スプレードライヤー × リアルタイム粒度分布測定

第1回 実験

実験概要①_①

基本運転条件

- ・ 熱風温度：150℃
- ・ 排風温度：78～85℃
- ・ 原液供給速度：5kg/h

装置・原料

- ・ 装置：TR160(φ1600)
- ・ 噴霧方式：ロータリー
アトマイザー
- ・ 原液：アルミナ50wt%
水49.75wt%
PVA0.25wt%

変動運転条件

アトマイザーディスク回転数を
15分毎に下げる

① 18000rpm

② 16000rpm

③ 14000rpm

④ 12000rpm

⑤ 10000rpm

⑥ 8000rpm

⑦ 6000rpm

⑧ 4000rpm

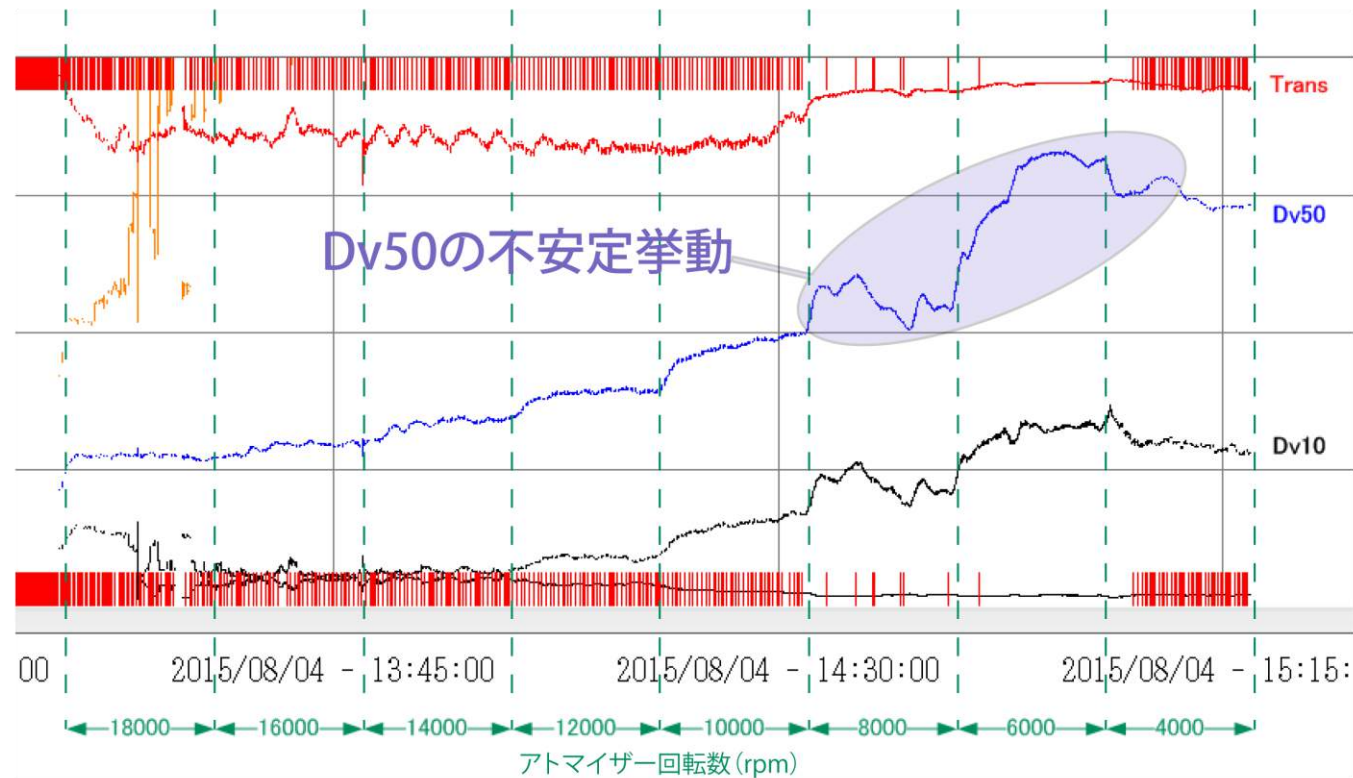
↑ 粒子径 小

↓ 粒子径 大

実験概要①_②

実験結果

粒度分布はリアルタイムで変化し、回転数の変更に従って測定されることが確認できた。



不明点：8000、6000に粒度分布の乱れが発生した。

スプレードライヤー × リアルタイム粒度分布測定

第2回 実験

実験概要②_①

前回運転条件

アトマイザーディスク回転数を
15分毎に変更する。

- ① 18000rpm
- ② 16000rpm
- ③ 14000rpm
- ④ 12000rpm
- ⑤ 10000rpm
- ⑥ 8000rpm
- ⑦ 6000rpm
- ⑧ 4000rpm

変更運転条件

アトマイザーディスク回転数を
60分毎に変更する。

- ① 10000rpm(粒度分布安定)
- ② 8000rpm(粒度分布**不安定**)
- ③ 6000rpm(粒度分布**不安定**)

↑ 粒子径 小

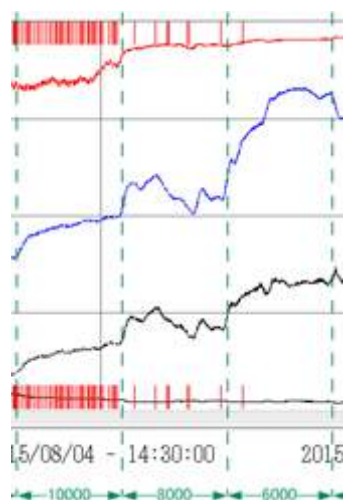
↓ 粒子径 大



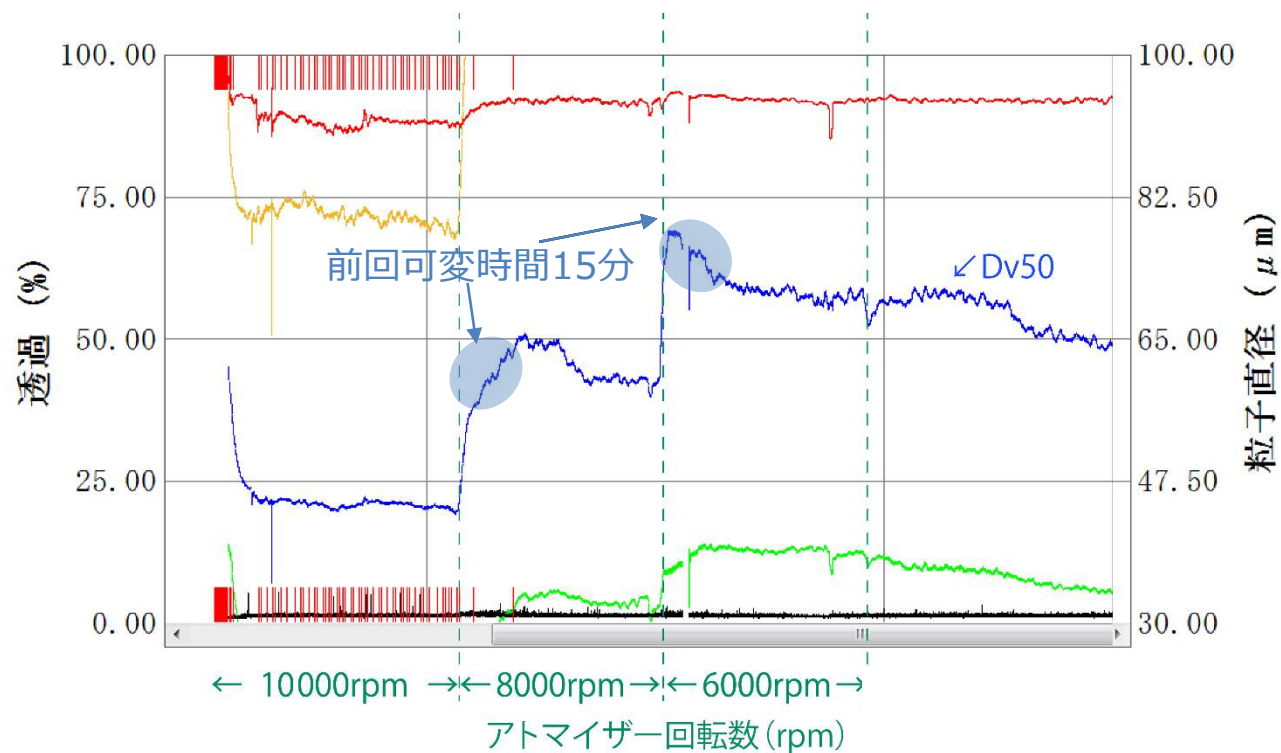
粒度分布が安定していた回転数、不安定だった回転数を長時間運転し、挙動の変化を確認する。

実験概要②_②

15分運転



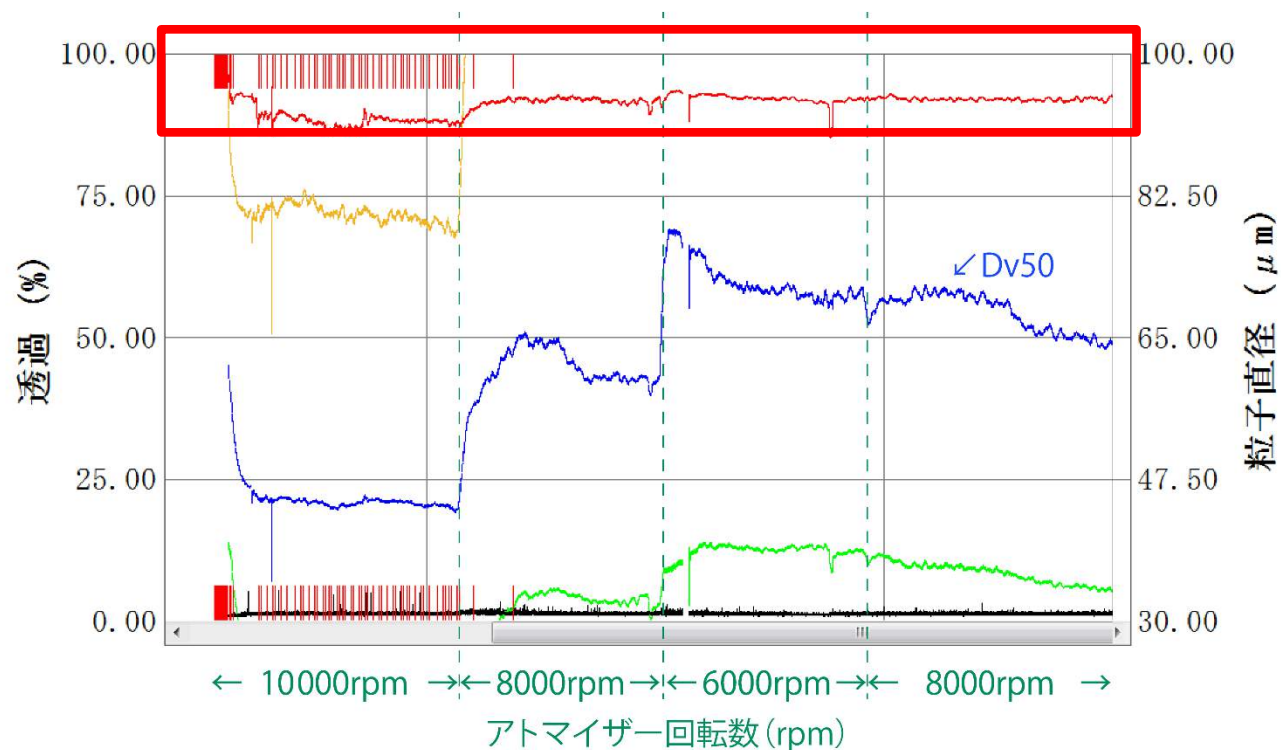
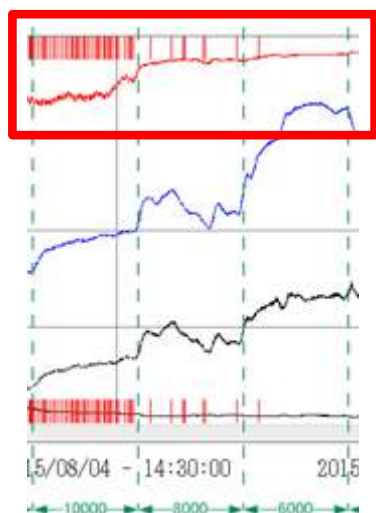
60分運転



8000、6000の粒度分布の乱れは、安定する前の状態であることを確認。

実験概要②_③

レーザー透過：赤縦線は粉が測定器内を通過していないことを示す

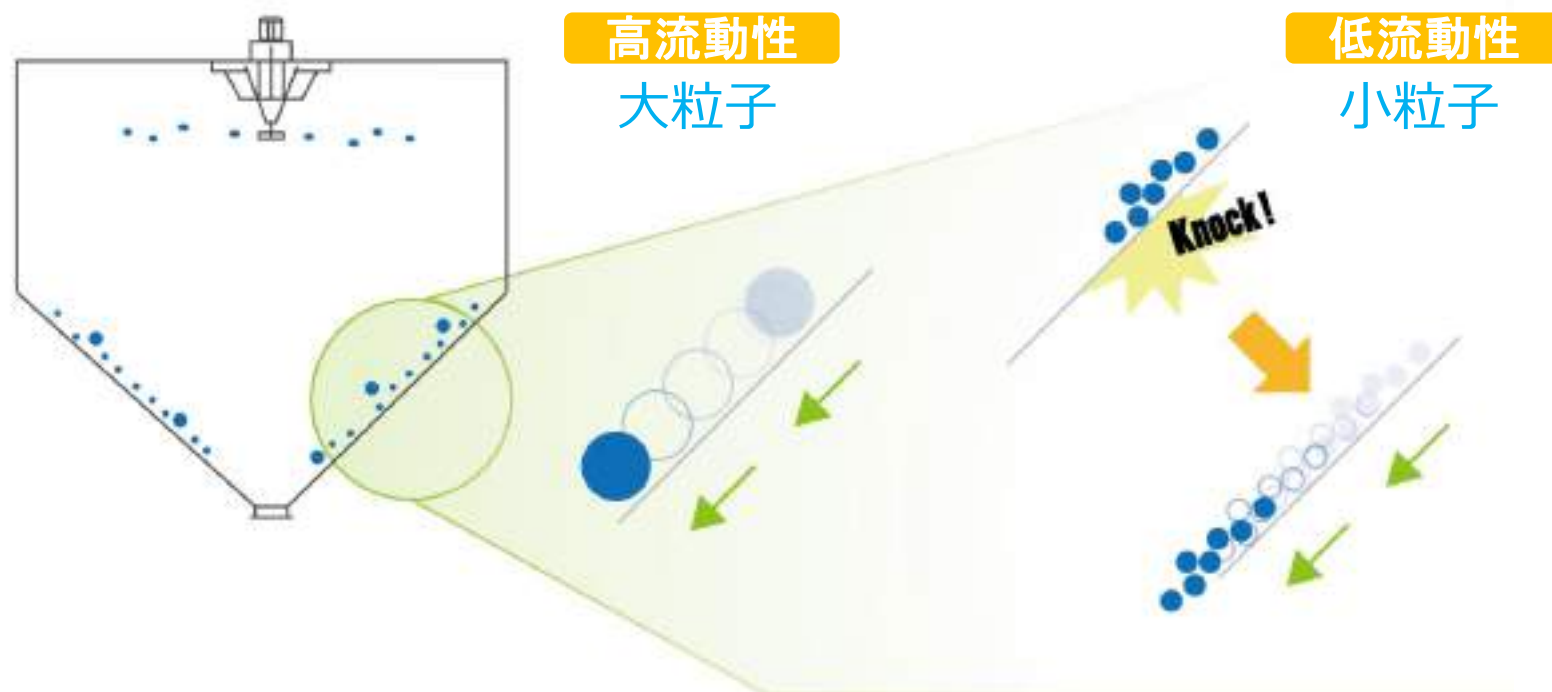


10000は赤縦線が細かく刻まれているが、8000・6000はほぼ無し。



10000は粉の通過・未通過があり、8000・6000は常時通過している。

実験概要②_④



8000・6000の条件は、粒子径が大きくなり、流動性が上がり、エアノックの振動を必要とせずに、測定器を通過。



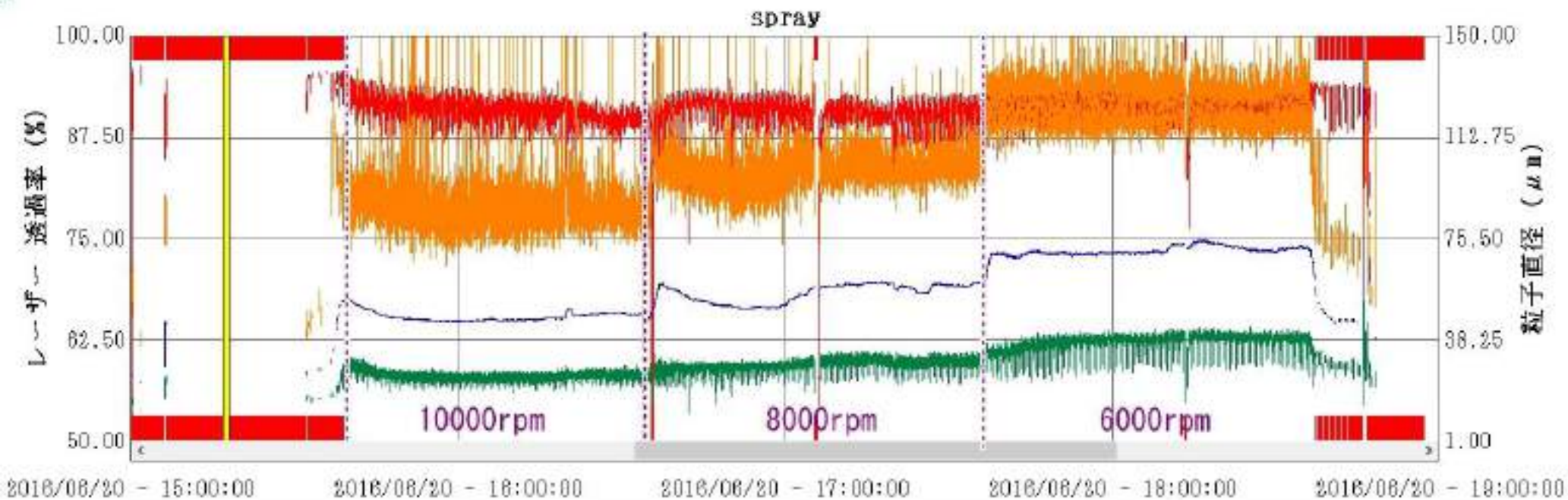
条件変更の初期に、SD内に残留している変更前の粉より、優先して変更後の大粒子が測定器内を通過することにより、粒度分布の乱れが発生した。

スプレードライヤー × リアルタイム粒度分布測定

第3回 実験

実験概要③_① (前回同条件の実験)

■ 熱風温度150℃ 排風温度90℃ 原液供給速度5kg/h スラリー濃度：アルミナ50wt%



レーザー通過、粒度分布共に前回同様とはならなかった。

実験概要③_②（前回同条件の実験）

スラリーに違いがあった？

実験①スラリー粘度：880mPa・s

実験②スラリー粘度：880mPa・s

実験③スラリー粘度：300mPa・s

※実験③以降も、粘度300mPa・sのスラリーとなった。



原料のロットに変更があった。

25kg袋のアルミナ粉を購入し、実験に使用していたが、実験③より新しいロットに切り替わっていた。

同型式の原料粉でのスラリー調製でも、ロット違いにより、スラリー状態が変わり、SD造粒粉にも変化がある。

実験①～③を経た考察

スプレードライプロセスをリアルタイムに測定することで、間欠的なオフライン測定では分かり得ない、粒度分布の挙動が確認できた。



確定した条件でスプレードライヤーを運用していても、様々な要因で、プロセスに変化が起き、粒度分布に変化を与えている。



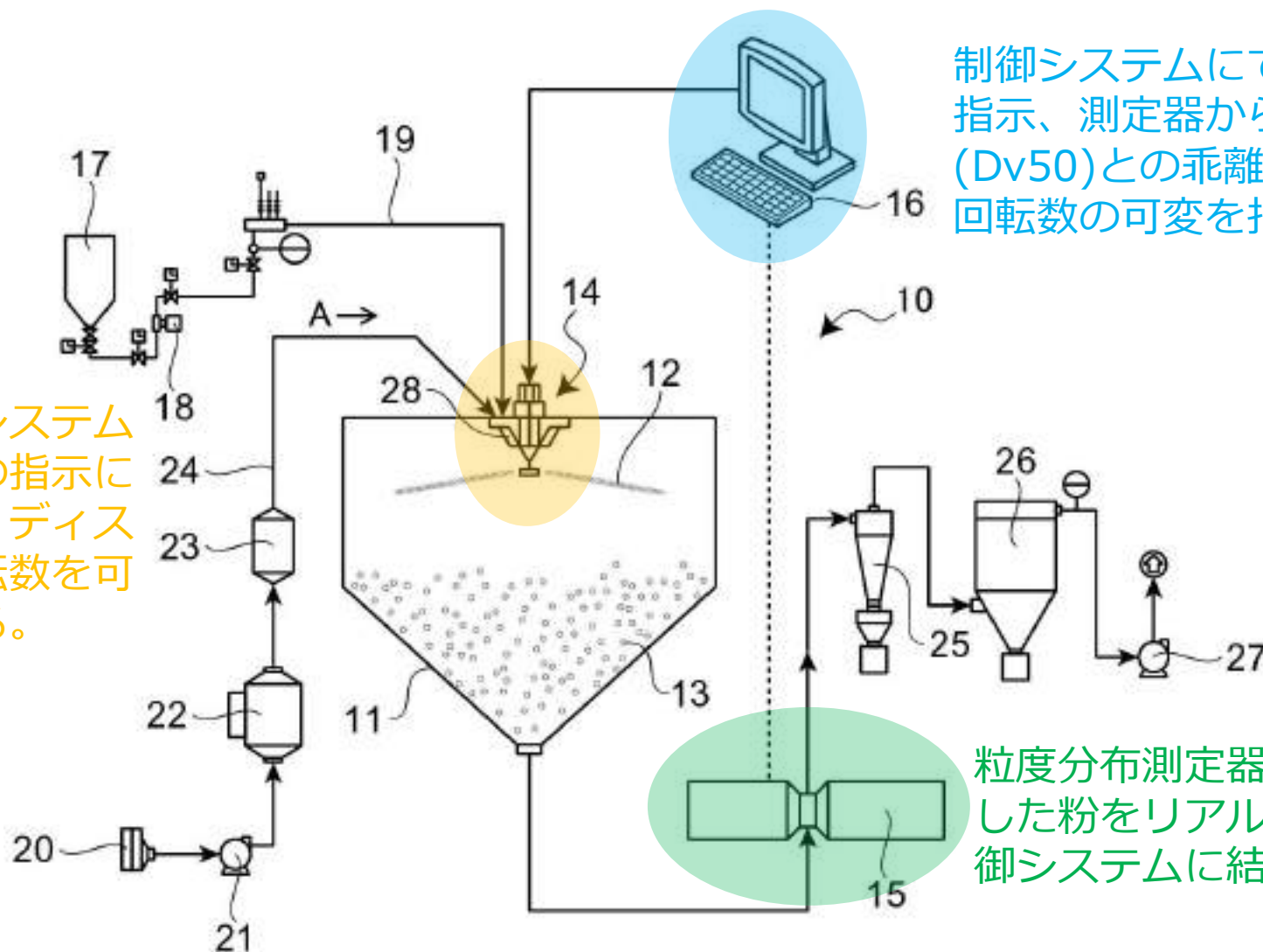
粉体の最も基本的かつ重要な指標「粒度分布」をより精度高く制御するシステムが必要である。

スプレードライヤー × リアルタイム粒度分布測定

第4回 実験

粒度分布のフィードバック制御システム

制御システムからの指示により、ディスク回転数を可変する。



制御システムにて、目標値(Dv50)を指示、測定器から送られる測定値(Dv50)との乖離によって、ディスク回転数の可変を指示する。

粒度分布測定器により、内部に通過した粉をリアルタイムに測定し、制御システムに結果を送信する。

粒度分布のフィードバック制御システム 実験条件(実験④)

基本運転条件

- ・ 熱風温度：150℃
- ・ 排風温度：78～85℃
- ・ 原液供給速度：5kg/h

装置・原料

- ・ 装置：TR160(φ1600)
- ・ 噴霧方式：ロータリー
アトマイザー
- ・ 原液：アルミナ50wt%
水49.75wt%
PVA0.25wt%

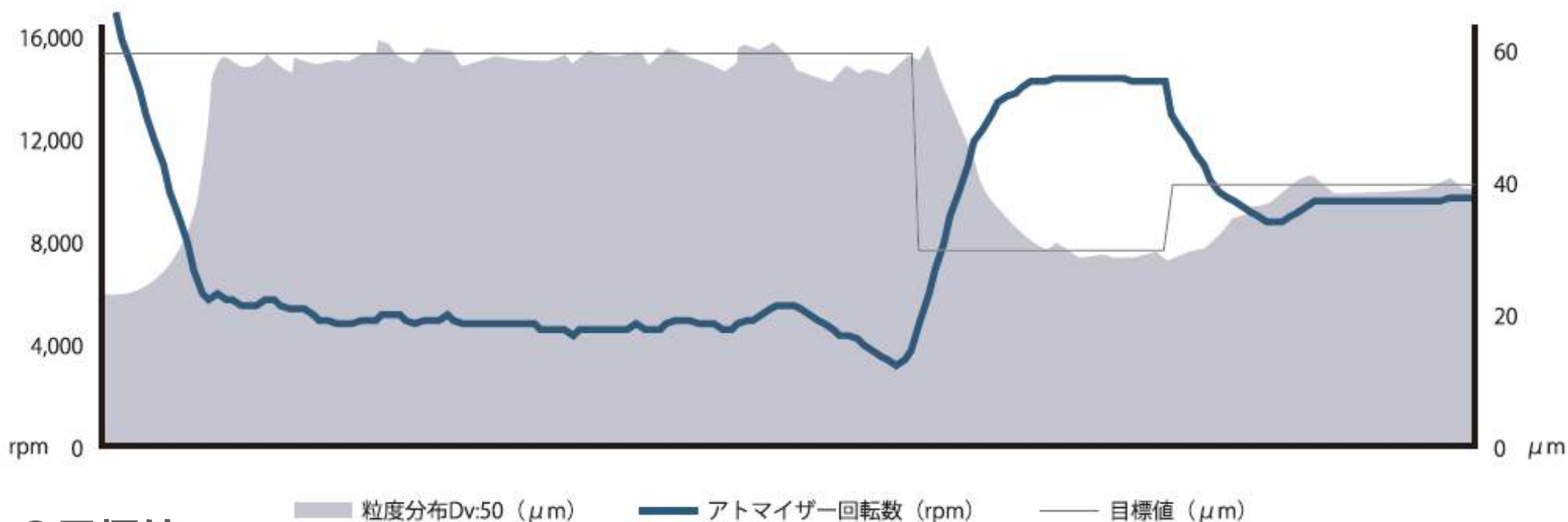
変動運転条件

制御システムにて連続運転中に目標値を設定し、Dv50の変化を確認する。

■ 目標値

- ① 60 μm
- ② 30 μm
- ③ 40 μm

粒度分布のフィードバック制御システム 実験結果(実験④)



①目標値60 μm

ディスク回転数17000より運転開始、測定値Dv50 : 23 μm 、急速にディスク回転数が減少、回転数5000程度、測定値Dv50 : 60 μm 程度で安定。

②目標値30 μm

ディスク回転数5000から急速増大、14300程度、Dv50 : 30 μm 程度で安定。

③目標値40 μm

ディスク回転数14300から急速減少、9600程度、Dv50 : 40 μm 程度で安定。

スプレードライヤー × リアルタイム粒度分布測定

第5回 実験

粒度分布のフィードバック制御システム 実験条件(実験⑤)

基本運転条件

- ・ 熱風温度：150℃
- ・ 排風温度：75～90℃(成行)

装置・原料

- ・ 装置：P260(φ2600)
- ・ 噴霧方式：ロータリー
アトマイザー

変動運転条件

目標Dv50を60μmに設定し、
運転条件、原液条件を変化させ、
粒度分布の挙動を確認する。

①50%アルミナスラリー
原液供給速度10kg/h

②50%アルミナスラリー
原液供給速度5kg/h

③50%アルミナスラリー
原液供給速度20kg/h

④33%アルミナスラリー
原液供給速度10kg/h

P260(乾燥室径φ2600mm)+インシテックユニット写真

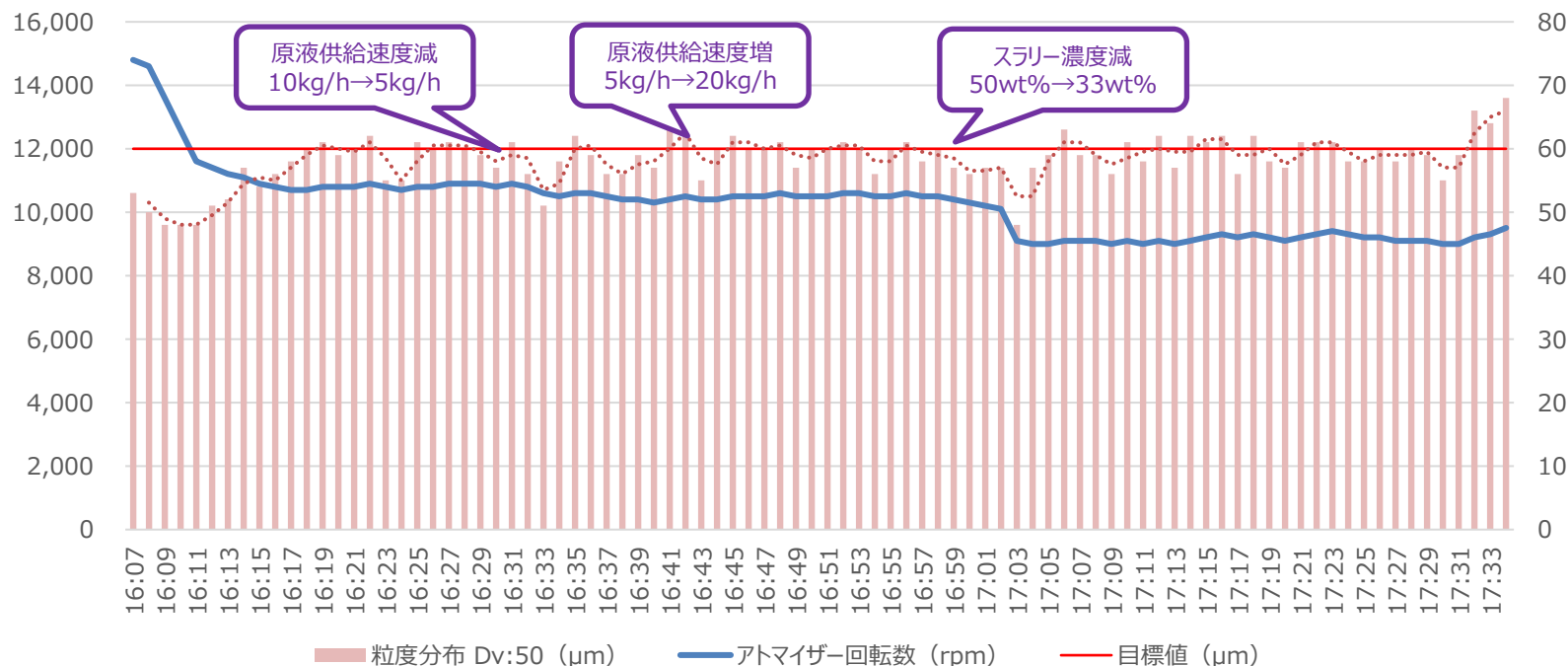


分散ユニット

インシテック

粉体捕集部

粒度分布のフィードバック制御システム 実験結果(実験⑤)



①～③原液供給速度5～20kg/h

ディスク回転数15000より運転開始、測定値Dv50 : 53μm、急速にディスク回転数が減少、回転数10900～10400程度で安定。**原液供給速度可変による粒度分布への影響は少ない。**

④原液濃度50%→33%

ディスク回転数10500から減少、9100程度で安定。**原液濃度減による小粒子化から約7分でDv50 : 60μmに修正される。**

考察

目標Dv50の変更に対し、測定Dv50が適切に追従した。
またスプレードライヤー運転条件、原液条件の変化による測定Dv50の挙動変化を目標Dv50へ短時間での修正が可能であった。

以上のことから、適切にフィードバック制御がなされており、本システムの有効性が示された。

川崎パウダーテクニカルセンター紹介

- ラボ機～大型機まで4台のSDを保有
- 100ml～数tまでの原液処理が可能
- テストのみ、受託加工のみの使用可能
- 有機溶剤対応可能
- クローズドシステム対応可能
- 南武支線、鶴見線JR浜川崎駅徒歩4分



ありがとうございました