

弱熱性原料を効率よく乾燥可能な新型乾燥機 The New Dryer Capable of Drying Heat-Sensitive Materials with High Efficiency

落合 敬之
Takashi OCHIAI

ホソカワミクロン株式会社 粉体システム事業本部 東京技術部 課長
Section Leader, Tokyo Engineering Group, Powder Processing System Division, Hosokawa Micron Corporation

Abstract

The dryers are classified into two types, direct heating type and indirect heating type. Generally direct heating type has higher heat transfer rate leading to higher drying capacity but requires more operational costs than the indirect heating type. Our new vacuum dryer “Active Freeze Dryer”, a kind of indirect heating type dryer with a swing arm in the inverse cone-shaped vessel circling slowly along the inner wall and is useful for drying heat-sensitive materials by use of the drying mechanism of sublimation by lowering the air pressure under the triple point to freeze and dry the materials. The ice crystals are formed as the granules with high fluidity and uniformity. This vacuum freeze dryer shows high drying efficiency by the activation of the material inside the vessel and splendid cost performance.

1. はじめに

工業的にいう乾燥とは、水などの液体を気化させ固形分を得る操作である。乾燥には熱の移動が必須であり、かつ、周囲のガスが飽和状態でない事が重要である。したがって、乾燥機の選定には熱移動方法と周囲ガスの移動・放散を促すシステムの検証が必要となる。

熱移動は加熱とも表現され、乾燥機は熱風を吹き込む「直接加熱型」とジャケット等を介して加熱する「間接加熱型」に大別される。一般的に直接加熱型の方が熱移動が速く、処理能力は高いが運転コストが高くなる。熱移動により熱風の温度は下がり、露点下がる。結露を防ぐには排風温度を高く保つ必要があり、その為に必要なエネルギーも少なくない。上記の通り、熱移動速度が速い直接加熱型はガス温度も高く、弱熱性原料には不向きである。

間接加熱型では移動した熱量だけを追加出来る為、比較的エネルギーロスが少なく、ランニングコストは一般的に直接型よりも低くなる。主に熱移動を行う伝

熱部に効率よく原料を接触させ、かつ周囲ガスを放散させる必要があるため、多くは乾燥機内に攪拌機構が備わっている。また、真空ポンプを用いて機内を陰圧にし、沸点を下げる事ができる。真空乾燥では比較的低い温度で乾燥させる事が可能であることから、古くから弱熱性原料の乾燥に利用されてきたが、わずかでも熱履歴は避けられない。

真空乾燥では機内を4~5 kPa程度で乾燥させるが、さらに真空度を高め約600 Pa以下にすると水分は凍結し、氷から液体を経ずに気化する「昇華」という現象が起こる。この現象を利用するのが「真空凍結乾燥」である。凍結状態で乾燥するため、熱による変質・損傷は最小限であるが、乾燥前に凍結させる時間が必要であり、また昇華速度は液体からの気化よりも遅く、乾燥時間は非常に長くなる。さらに一般的な真空凍結乾燥機は棚式であり、攪拌機構を持たないため、熱移動効率が低く、乾燥効率が低い。

ここでは、真空乾燥機の攪拌機構と真空凍結乾燥機の昇華を組み合わせる事により最小限の熱ダメージで

弱熱性物質を効率的に乾燥させるための新型乾燥技術を紹介します。

2. 真空凍結乾燥機とは

最初に「真空凍結乾燥機」の一般的な仕組みについて説明する。

1) 真空凍結乾燥とは

図1に水の状態図を示す。1013 hPa はほぼ大気圧であり、0℃で凍結し100℃で沸騰し、気圧が下がれば沸点が下がる事を示す。高い山に登ると、100℃以下で水が沸騰するのは気圧が下がるためである。この気圧をさらに下げ、約600 Paになると0℃で沸騰を始め、気化熱により冷却されやがて凍結する。このポイントを三重点と呼び、三重点以下の気圧では氷から直接水蒸気になる「昇華」となる。乾燥プロセスを昇華にて行うシステムを真空凍結乾燥という。

2) 真空凍結乾燥機の構造

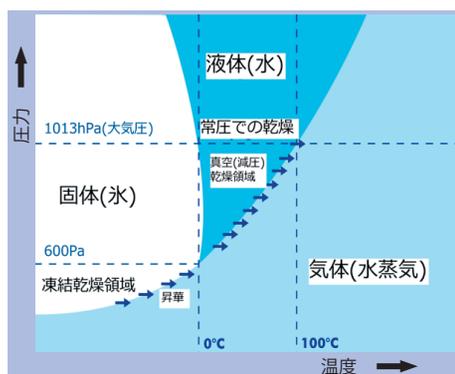


図1 水の状態図

Fig. 1 Phasediagram of water

一般的に真空凍結乾燥機には多くの棚(トレイ)があり、棚の中に乾燥原料を入れて乾燥操作を行う。図2に代表的な真空凍結乾燥機を示す。食品等の固形分であれば直接トレイに入れ、液体などはバイアルと言われるガラス瓶に入れて操作される。

3) 真空凍結乾燥のプロセス

真空凍結乾燥では一般的に以下のプロセスで乾燥を行う。

I. 予備凍結

乾燥原料を冷却・凍結させる工程である。温度、時間、速度といった凍結条件により、氷結晶の溶解性や安定性といった物性が決まるため、極めて重要な工程である。また、過冷却による不均一な氷晶形成を防ぐ事が技術課題となっている。

II. 一次乾燥

乾燥原料が凍結した後、真空状態にして昇華による乾燥を行う。昇華は上面から進行するが、この昇華面温度は原料が崩壊し溶融・発泡を起こしてしまうコラプス温度以下に設定する必要がある。また、乾燥時間短縮には昇華潜熱を十分与える必要があり、凍結部の温度は可能な限り高くする必要がある。

III. 二次乾燥

昇華による乾燥工程の後、多孔体内部に残存する凍結不能水を乾燥させ、最終的な乾燥製品を得る操作である。品質劣化が起こらない限界温度等を設定温度とする。

このように真空凍結乾燥を行うには凍結及び乾燥条件を正確に把握する必要があり、逸脱すると品質不良や乾燥時間が大幅に延びるなど、繊細な乾燥方法であると言える。また棚型では乾燥原料の仕込みや排出も非常に煩雑な作業であり、コンタミネーションの一因



図2 一般的な真空凍結乾燥機

Fig. 2 Examples of general vacuum freeze dryer

となっている。

3. 新型乾燥機の概要

図3に新型乾燥機：アクティブフリーズドライヤ AFD の内部構造を示す。

逆円錐型の固定されたケーシングの内壁面に沿って自転、公転するスクリューを持つバッチ式混合機：ノウタミキサをベースに設計されている。逆円錐型ケーシングの天板部にモータ、ギヤボックスを配し、そこから動力を伝達して、機器中央を軸として回転するスイングアームとその先端部に回転軸を持ち内壁面に沿って周回運動をしながら回転するスクリューで構成さ

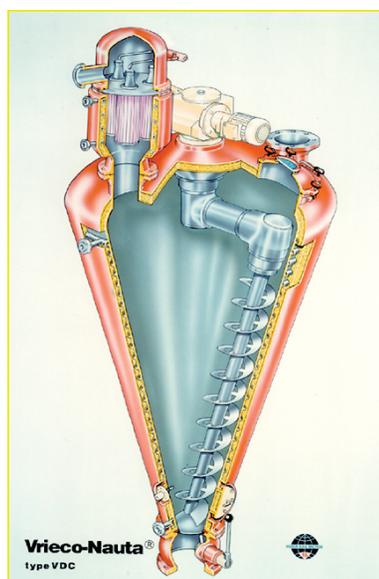


図3 新型乾燥機 AFD 型の構造

Fig. 3 Schematic structure of new dryer, AFD

れる。

ノウタミキサの混合の基本原理を図4に示す。まず、スクリューが自転することによってスクリュー近傍の粉体は上昇運動し、スクリューから離れた部分では重力により下降運動する。同時にスイングアームが回転してスクリューが容器内壁面に沿ってゆっくりと公転することにより容器内の粉体全体を大きく移動させる。粉体の動きそのものは穏やかであるが、偏析現象がほとんど発生せず、無駄のない動きにより速やかに混合される。粉体全体を同時に攪拌する方式ではないため、消費動力は小さい。

アクティブフリーズドライヤ：AFD型はノウタミキサの軸封部を強化する事でフルバキュームまで対応可能にし、図4で示したような高い混合能力を利用して原料を攪拌しながら高真空によって乾燥原料を凍結・昇華させるシステムである。

AFDではバイアルは使用せず、上部の投入口から直接乾燥原料を投入する。乾燥製品は下部のバルブから排出できる。そのため、真空凍結乾燥機に比べハンドリング性は格段に良くなる。

図5にAFDの簡易フローを示す。機器構成は真空乾燥機と大きく変わるものではない。

4. アクティブフリーズドライヤ：AFD型の乾燥プロセス

AFDでは冷媒で原料を冷却・凍結させるのではなく、気圧を三重点以下まで減圧する事で凍結させる。この際、攪拌しながら凍結させるため過冷却による氷晶は形成されない。全体的に流動性の高い、均一な顆粒状の氷結晶が形成される。

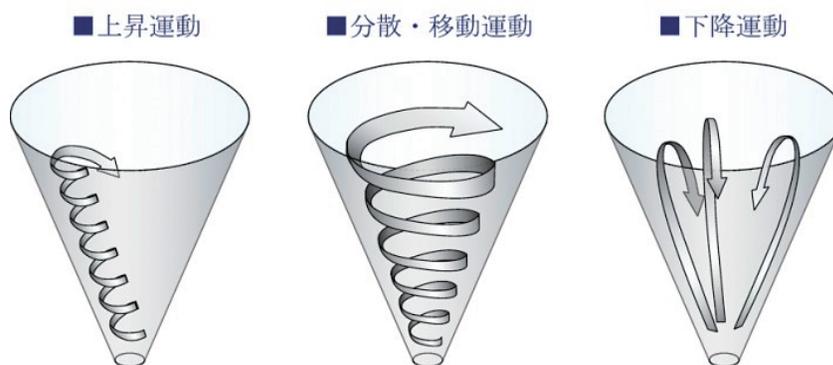


図4 混合の基本原理

Fig. 4 Principle of mixing by Vrieco-Nauta mixer

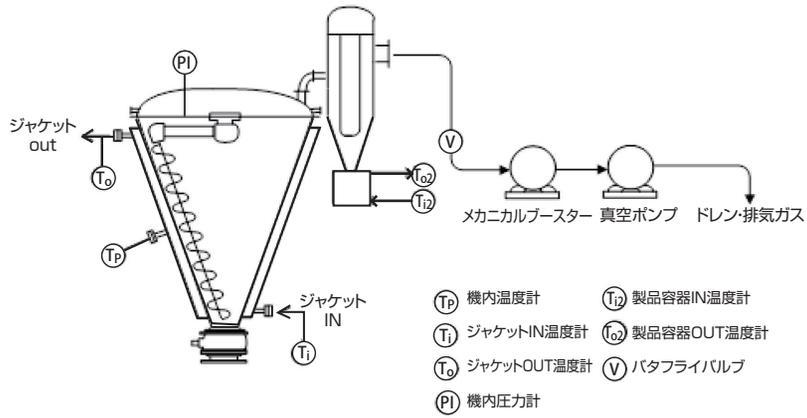


図5 AFDの簡易フロー
Fig. 5 Schematic flow of AFD

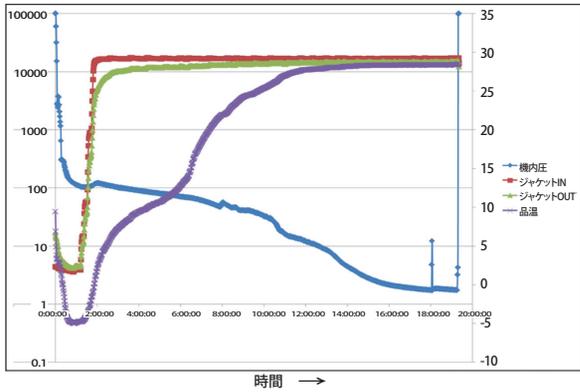


図6 AFDでの山芋乾燥例
Fig. 6 Drying of grated yam by AFD

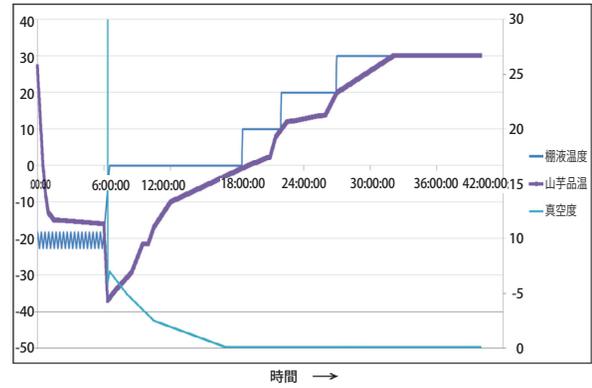


図7 真空凍結乾燥機での山芋乾燥例
Fig. 7 Drying of grated yam by tray vacuum freeze dryer

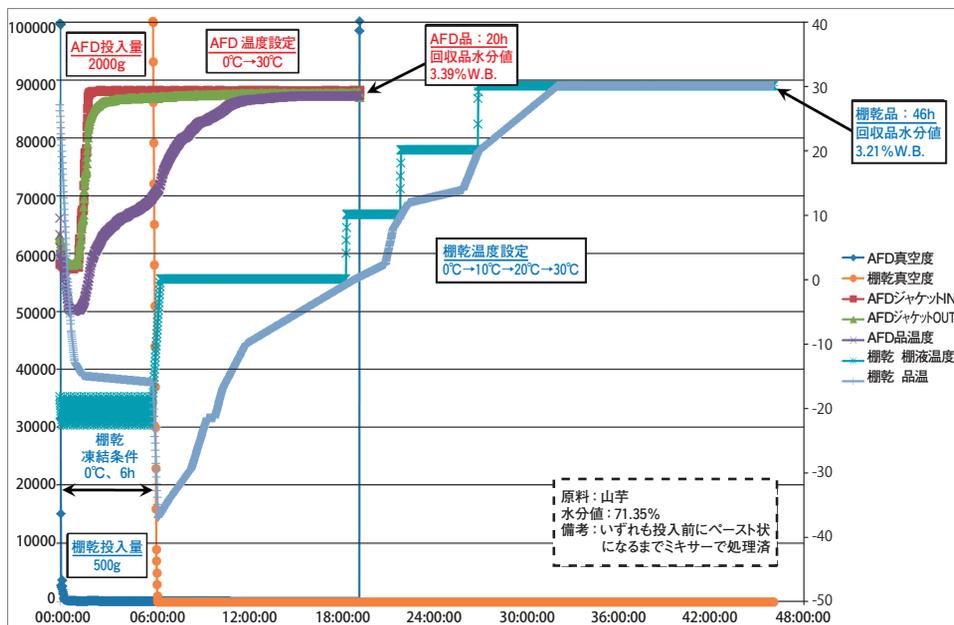


図8 山芋のチャート比較
Fig. 8 Comparison of process conditions for drying of grated yam

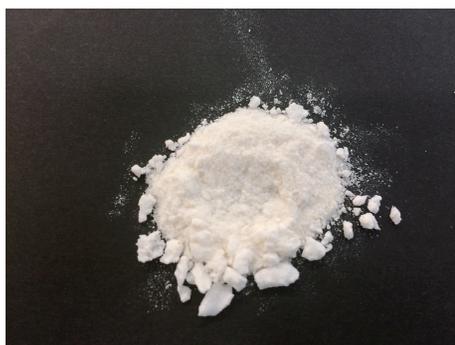


図9 山芋のAFD乾燥品
Fig. 9 Dried yam obtained by AFD

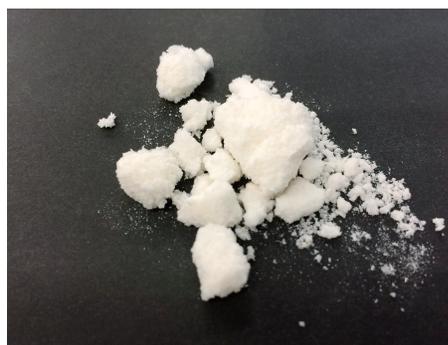


図10 山芋の真空凍結乾燥品
Fig. 10 Dried yam obtained by tray-type vacuum freeze dryer

1) AFDの運転例

AFDにて山芋（ミキサーにて摩り下ろし済み）の乾燥を行った際の運転チャートを図6に示す。また、棚式真空凍結乾燥機での同原料の運転チャートを図7に示す。

使用した原料はAFDが2,000g、真空凍結乾燥機は500gである。共に製品水分は約3%W.B.であった。

AFDでは凍結までにかかった時間が約20分であり、約20時間後には乾燥を終了している。

一方、真空凍結乾燥機では運転開始より6時間が予備凍結。18時間までが一次乾燥。40時間までが二次乾燥であり、2倍の時間を要している。

両者のチャートを重ね合わせたのが図8である。このように大幅に乾燥時間が短縮されている事がわかる。また、使用する冷媒の温度が大きく異なる事がわかる。AFDでは冷媒を0℃以下にすることなく凍結・乾燥を行っている。一方、棚式真空凍結機では-20℃以下の冷媒が必要である。

乾燥品の写真をそれぞれ図9及び図10に示す。真空凍結乾燥機での乾燥品は不定形な塊で、さらに人手を介さなければ回収できない。AFD乾燥品は顆粒もしくは粉末となるため、AFD下部に容器を直接接続する事で容易にコンタミネーションフリーな回収を実現できる。

同様に図11に茹でた枝豆を乾燥させた場合の運転チャートを示す。本図も図8同様、AFDと棚式真空凍結乾燥機のチャートを重ねたものである。時間は約20時間であるが、AFD品は約1.9%W.B.に対し、棚式真空凍結品は約4.8%W.B.であった。

2) AFDの運転性能

AFDは真空乾燥機と同様、伝熱面からの入熱が大きく乾燥に影響を与える。真空乾燥機ではこれを「蒸発潜熱」と呼ぶが、昇華による乾燥の場合は「昇華潜熱」と呼ばれる。

AFDではテストデータより昇華潜熱の計算が可能であり、総括伝熱係数：Uを算出できる。Uが算出できれば、スケールアップの計算は真空乾燥機同様、比較的容易である。

現在までのところ、弊社で得られたデータでは概ねUは17~29[W/(m²・k)]という結果が得られている。上記の枝豆は計算の結果、21[W/(m²・k)]であった。

なお、棚式真空凍結機では実験機と生産機で輻射熱の差が大きかったり、大型化による加熱遅延などからスケールアップは容易ではなく、運転のプログラミング等による調整が必要である。AFDにおいてはこのような調整は最低限であり、設備の立ち上げも短期間で行える。

5. おわりに

簡単ではあるが、弊社新製品であるアクティブフリーズドライヤ AFD 型の紹介を行った。昇華を用いた真空凍結乾燥機に真空乾燥機の理論を取り入れた事で、乾燥時間の大幅短縮・ハンドリング性の向上・スケールアップの信頼性向上が実現し、大幅に生産性が高まると考えられる。

特に、食品の大量生産化・無菌製剤のイニシャルコスト低減に大きな期待が寄せられており、これらを裏切らないよう一層の技術革新を行っていく所存である。

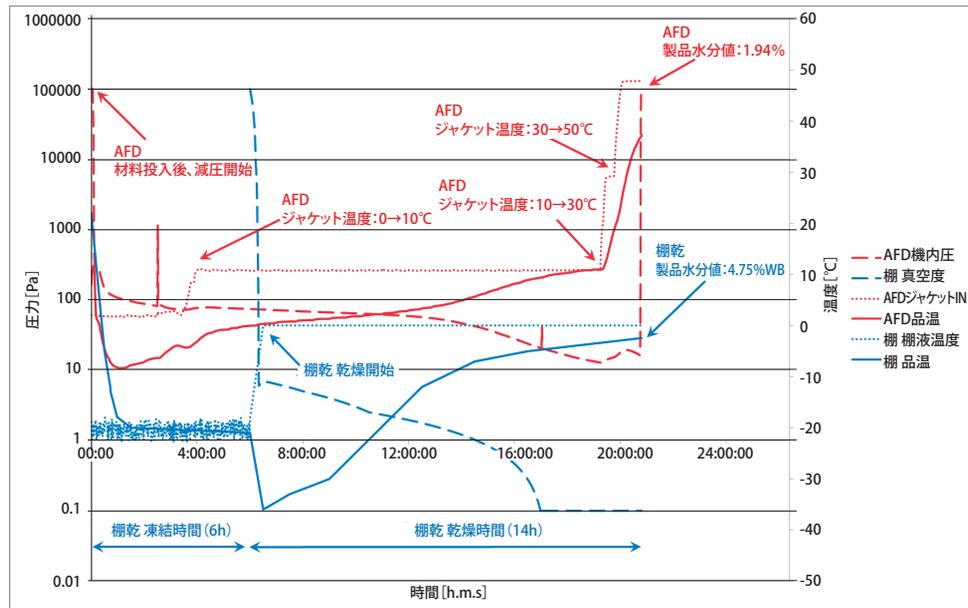


図 11 枝豆のチャート比較

Fig. 11 Comparison of process conditions for drying of green soybeans

参考文献

- 1) 亀井三郎 “化学機械の理論と計算” 1992 年第 2 版
- 2) 東 充延 “攪拌型凍結乾燥装置 アクティブフリーズドライヤ” 粉砕 58
- 3) 化学工業社 “改訂 乾燥 No.2 工場操作シリーズ” 昭和 48 年第 1 版
- 4) 製剤機械技術学会 “製剤機械技術学会誌” 通巻 90 号 2015 Vol.24 No.2
- 5) Dr. Georg-Wilhelm Oeyjen “Freeze-drying” 平成 15 年初版