



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 697 26 691 T2 2004.06.03**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 0 839 572 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **697 26 691.5**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **97 308 673.9**

(96) Europäischer Anmeldetag: **30.10.1997**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **06.05.1998**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **10.12.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **03.06.2004**

(51) Int Cl.⁷: **B01J 2/16**
B01D 46/04

(30) Unionspriorität:

30723596	01.11.1996	JP
22722697	08.08.1997	JP

(73) Patentinhaber:

Fujisaki Electric Co., Ltd., Anan, Tokushima, JP

(74) Vertreter:

Lederer & Keller, 80538 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

CH, DE, FR, GB, LI

(72) Erfinder:

Watanabe, Osami, Matsushige-cho, Tokushima, JP; Kawashima, Katsushi, Naruto-shi, Tokushima Pref., JP; Nagao, Koji, Naruto-shi, Tokushima Pref., JP; Sasaki, Masahiro, Anan-shi, Tokushima Pref., JP

(54) Bezeichnung: **Verfahren und Vorrichtung zur Granulierung von Pulver**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Hintergrund der Erfindung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Granulierung von Pulver und eine Vorrichtung dafür, und spezieller ein Verfahren zur Granulierung von Pulver, das bei der Herstellung von granulierten oder pulverförmigen Produkten, wie Arzneimitteln, Nahrungsmitteln, Landwirtschaftskemikalien, keramischen Werkstoffen usw. (nachfolgend in einigen Fällen als "Granulat" oder "granuliertes Produkt" bezeichnet) angewandt wird, sowie eine Vorrichtung dafür.

[0002] Feines Pulver, dessen Partikeldurchmesser einige μm oder weniger beträgt, ist im Allgemeinen leicht und verteilt sich mühelos, obwohl es auch schweres Pulver gibt, wie Metallpulver, und die feinen Partikel, die nach oben fliegen, zeigen eine starke Haftung an der Innenseite eines Behälters usw. von Wirbelbettgranulierungsvorrichtungen.

[0003] Außerdem ist das Fließvermögen von solchem leichtem feinem Pulver schlecht, und es kann zum Beispiel kein zur Durchführung einer Wirbelbettgranulierung erforderliches Wirbelbett bilden. Dies ist so, weil das gesamte Pulver nicht bewegt werden kann, wenn der Verwirbelungsluftdurchsatz für die Wirbelbettgranulierung gering ist, wenn jedoch der Luftdurchsatz allmählich vergrößert wird, fliegt das gesamte Pulver plötzlich wie Rauch nach oben, und es ist unmöglich, einen richtigen Luftdurchsatz zur Fluidisierung zu finden.

[0004] Außerdem haftet das nach oben geflogene leichte feine Pulver an der Innenseite des Behälters usw. der Wirbelbettgranulierungsvorrichtung und sammelt sich dort allmählich an. Diese Ablagerung fällt nicht leicht ab. So kann das leichte feine Pulver in Wirbelbettgranulierungsvorrichtungen nicht vermischt und noch viel weniger granuliert werden.

[0005] Die US 4,264,552 offenbart eine Vorrichtung zur Granulierung von Pigmenten in einem Wirbelbettverfahren.

[0006] Außerdem bildet ein solches leichtes feines Pulver, das zusätzlich zu der oben erwähnten Eigenschaft ein starkes Flockungs- bzw. Zusammenbackverhalten zeigt, häufig einen zusammengebackenen Klumpen, der aus Hunderten bis Tausenden von primären Partikeln besteht, und ist unmöglich, sämtliche der primären Partikel mit einem Bindemittel zu beschichten, weil dieser zusammengebackene Klumpen mit den verschiedenen Arten von augenblicklich in die Praxis umgesetzten Granulierungsverfahren nicht in einzelne primäre Partikel zerteilt werden kann.

[0007] Daher wies durch dieses Verfahren hergestelltes Granulat das Problem auf, leicht zerstört zu werden, weil es zusammengebackene Klumpen ohne Bindemittel im Inneren erhielt.

[0008] In dem Fall, wo unter Verwendung dieses Granulats, das im Inneren zusammengebackene Klumpen ohne Bindemittel enthält, Kompressionsformkörper (Tabletten) hergestellt werden, wandeln sich zudem die zusammengebackenen Klumpen innerhalb des Granulats unter Druck in harte Klumpen um, die beim Auflösen nicht ohne weiteres dispergiert werden. Dies wird durch das Fehlen von jeglichem Bindemittel zwischen primären Partikeln verursacht, das beim Auflösen als Dispergierungsmittel dient, und eine solche Erscheinung macht die Wirkung oder den Sinn der Pulverisierung von Rohstoffen usw. zunichte, die für irgendeinen speziellen Zweck, wie zum Beispiel die Verbesserung der Löslichkeit, hergestellt worden sind.

[0009] Wie oben beschrieben, ist es bisher als unmöglich angesehen worden, eine Wirbelbettgranulierung von leichtem feinem Pulver durchzuführen, oder eine Wirbelbettgranulierung durchzuführen, während einzelne Partikel beschichtet werden, die einen zusammengebackenen Klumpen bilden, der aus leichtem feinem Pulver mit einem Bindemittel besteht.

Zusammenfassung der Erfindung

[0010] Das Ziel der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren bereitzustellen, das eine Granulierung von Pulver ermöglicht, wie leichtem feinem Pulver usw., und spezieller eine Granulierung, die vorgenommen wird, während einzelne primäre Partikel beschichtet werden, die einen zusammengebackenen Klumpen bilden, der aus leichtem feinem Pulver mit einem Bindemittel besteht, sowie eine Vorrichtung dafür.

[0011] Um das oben erwähnte Ziel zu erreichen, ist das Verfahren zur Granulierung von Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung ein Verfahren zur Granulierung von Pulver, umfassend die Schritte: Mischen eines Pulvers und eines Bindemittelnebels mittels eines Verwirbelungsluftstroms, Auffangen der Mischung aus dem Pulver und dem Bindemittel auf einer Filterfläche, um dadurch eine Pulverschicht darauf zu bilden, Abschälen der Pulverschicht von der Filterfläche, um dadurch die Pulverschicht in Stücke zu zerbrechen, Zurückführen der zerbrochenen Fragmente in den Verwirbelungsluftstrom und erneutes Mischen derselben mit dem Bindemittelnebel, wobei die Schritte wiederholt werden, bis man das gewünschte Granulat erhält.

[0012] Wenn in diesem Fall ein Bindemittel auf der Oberfläche von zusammengebackenen Klumpen versprenkelt wird, die durch Zusammenbacken einer großen Anzahl von primären Partikeln gebildet werden, und die zusammengebackenen Klumpen auf einem Filter aufgefangen werden und, nach einer punktuellen Bin-

ung bzw. Vereinigung, in einem nicht mit dem Bindemittel gebundenen Teilbereich zerbrochen werden, werden zusammengebackene Klumpen gebildet, an deren Oberfläche die primären Partikel sichtbar werden, die bisher innerhalb der zusammengebackenen Klumpen angeordnet waren. Indem man diese zusammengebackenen Klumpen in das Pulver zurückführt und die Granulier- und Zerkleinerungsvorgänge wiederholt, erhält man sekundäre Partikel, die auf sämtlichen der einzelnen primären Partikel mit dem Bindemittel beschichtet sind.

[0013] Die Granulierung kann vorgenommen werden, indem man das Verfahren zur Granulierung von Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung beim konventionellen Granulierungsverfahren unter Verwendung eines Luftstroms einschließt. Ein Granulierungsverfahren unter Verwendung eines Luftstroms schließt neben dem Wirbelbettgranulierungsverfahren solche Granulierungsverfahren wie das Stoßbettgranulierungsverfahren, das Rollengranulierungsverfahren, das komplexe Granulierungsverfahren usw. ein.

[0014] Außerdem kann die Konstruktion der Granuliertvorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung in der besagten konventionellen allgemeinen Vorrichtung zur Granulierung von Pulver unter Verwendung eines Luftstroms eingeschlossen werden. Die Vorrichtung umfasst einen verschließbaren Behälter und einen Filter zur Bildung einer Pulverschicht, dadurch gekennzeichnet, dass der Filter so angeordnet ist, dass zwischen dem Filter und der Innenseite der Wand des Behälters ein Raum begrenzt wird, und dass eine Abreinigungs- und Absaugungseinrichtung vorgesehen ist, die wahlweise eine Abreinigung oder eine Absaugung durch den Filter vornimmt.

[0015] Abgesehen von der besagten allgemeinen Granuliertvorrichtung ist die Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung außerdem dadurch gekennzeichnet, dass der verschließbare Behälter eine Vertiefung in der Oberseite seines mittleren Teils umfasst, wobei in der Mitte der Vertiefung eine Sprühdüse angeordnet ist, und wobei ein Filter so angeordnet ist, dass zwischen dem Filter und der Oberseite ein Raum begrenzt wird.

[0016] Darüber hinaus ist es möglich, den besagten Raum in eine Mehrzahl von Zonen zu unterteilen, in einer solchen Weise, dass man ihn in Zonen aufteilt, die zum Beispiel in vertikaler Richtung des Grundkörperbehälters übereinander angeordnet sind, in einer Weise, um eine Mehrzahl von ringförmigen Zonen zu bilden, den Filter anzusaugen und festzuhalten, indem man die Absaugung durch den Filter in anderen Zonen als der Zone durchführt, wo die Abreinigung vorgenommen wird, und indem man die Abreinigung des Filters zur wirkungsvollen Abreinigung vornimmt, während man ihn in einer vorgeschriebenen Position hält.

[0017] Mittels des Verfahrens und der Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung wird es möglich, nicht nur eine Granulierung mit den nachfolgenden Merkmalen durchzuführen, sondern auch wirkungsvoll ein Granulierungsverfahren für Pulver durchzuführen, das die Herstellung von Pulver durch Sprühtrocknen einschließt.

- (1) Ermöglicht eine Granulierung von leichtem feinem Pulver mit einer Partikelgröße von nicht mehr als einigen μm , das nach oben fliegen kann, ohne ein Wirbelbett zu bilden.
- (2) Ermöglicht die Herstellung von granulierten Produkten mit ausgezeichneter Löslichkeit und starker Bindkraft dank der Möglichkeit des Erhalts von Granulat, das aus primären Partikeln besteht, die auf der Oberfläche etwa gleichförmig mit einem Bindemittel beschichtet sind.
- (3) Ermöglicht eine gleichförmige Granulierung von sämtlichen pulverförmigen Materialien, ohne dass in den granulierten Produkten nicht-granuliertes Pulver vorhanden ist.
- (4) Ermöglicht eine Granulierung in gleichförmiger Größe ohne grobe Körner in den granulierten Produkten.
- (5) Ermöglicht eine Granulierung in einem Zustand mit geringem Wassergehalt, wenn ein pulverförmiges Material granuliert wird, das dazu neigt, eine Hydrolyse zu verursachen.
- (6) Ermöglicht die Herstellung von granulierten Produkten mit gleichförmiger Zusammensetzung, wenn mehrere verschiedene Arten von leicht klassierbaren pulverförmigen Materialien granuliert werden.

Kurze Beschreibung der Zeichnungen

[0018] **Fig. 1** ist eine vertikale Vorderseiten-Schnittansicht, die eine konventionelle Wirbelbettgranuliertvorrichtung zeigt.

[0019] **Fig. 2** ist eine vertikale Vorderseiten-Schnittansicht, die ein Beispiel der Vorrichtung zur Granulierung von Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung zeigt.

[0020] **Fig. 3** ist eine vertikale Vorderseiten-Schnittansicht, die ein abgewandeltes Beispiel der Vorrichtung zur Granulierung von Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung zeigt.

[0021] **Fig. 4** ist ein schematisches Schaubild, das den Prozess einer Verwirbelung und Vermischung von Pulver beim Granulierungsschritt I durch das Verfahren zur Granulierung von Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung zeigt.

[0022] **Fig. 5** ist ein schematisches Schaubild, das den Prozess einer Auflösung von Zusammenbackungen von Pulver beim Granulierungsschritt II durch das Verfahren zur Granulierung von Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung zeigt.

[0023] **Fig. 6** ist ein schematisches Schaubild, das den anfänglichen Prozess einer Granulierung von Pulver

beim Granulierungsschritt III durch das Verfahren zur Granulierung von Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung zeigt.

[0024] **Fig. 7** ist ein schematisches Schaubild, das den Zwischenprozess einer Granulierung von Pulver beim Granulierungsschritt IV durch das Verfahren zur Granulierung von Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung zeigt.

[0025] **Fig. 8** ist ein schematisches Schaubild, das den regulären Prozess einer Granulierung von Pulver beim Granulierungsschritt V durch das Verfahren zur Granulierung von Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung zeigt.

[0026] **Fig. 9** ist ein schematisches Schaubild, das den Prozess eines Wachstums von Partikeln vom anfänglichen Granulierungsprozess bis zum regulären Granulierungsprozess des Verfahrens zur Granulierung von Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung zeigt.

[0027] **Fig. 10** ist eine vertikale Schnittansicht, die eine Vorrichtung zur Granulierung auf dem Filter mit Sprühtrocknungsfunktion zeigt.

[0028] **Fig. 11** ist ein schematisches Schaubild, das die Bewegung von Pulver während der Abreinigung der Vorrichtung zur Granulierung auf dem Filter mit Sprühtrocknungsfunktion in **Fig. 10** zeigt.

Ausführliche Beschreibung der Erfindung

[0029] Das Pulver, das den Gegenstand der vorliegenden Erfindung bildet, ist leichtes feines Pulver, das die Eigenschaft hat, dass es nach oben fliegt, ohne ein Wirbelbett zu bilden, und dass es von einem Filter festgehalten wird, sowie andere ähnliche Pulver. Solche Eigenschaften, nämlich ohne Bildung eines Wirbelbetts nach oben zu fliegen, und von einem Filter festgehalten zu werden, sind in positiver Weise ausgenutzt worden, um ein Verfahren zur Granulierung von leichtem feinem Pulver zu erfinden, und zwar bis zu einer Größe, welche die Bildung eines Wirbelbetts ermöglicht.

[0030] Dieses neue Granulierungsverfahren ist ein Verfahren, das darin besteht, leichtes feines Pulver mit einem Verwirbelungsluftstrom nach oben zu blasen, ein Bindemittel darauf zu versprühen, das Pulver und den Bindemittelnebel mit einem Verwirbelungsluftstrom zu vermischen und das Gemisch auf einem Filter aufzufangen, wodurch auf dem Filter eine Pulverschicht mit hoher Dichte gebildet wird, und zwar in einer Weise, um die Partikel innerhalb dieser Pulverschicht mit hoher Dichte untereinander zu vereinigen bzw. binden, wobei diese Schicht danach vom Filter abgeschält und bei der Abreinigung dieser Pulverschicht in Stücke zerbrochen wird, wobei die zerbrochenen Fragmente in das Verwirbelungspulver zurückgeführt, nach oben geblasen, erneut mit dem Nebel vermischt und auf einem Filter aufgefangen werden, und wobei diese Vorgänge wiederholt werden, um schließlich das Pulver zu granulieren.

[0031] Die zur Durchführung der Granulierung mittels dieses Verfahrens verwendete Vorrichtung wird nachfolgend durch Vergleich mit einer konventionellen Vorrichtung erläutert.

[0032] Die Vorrichtung dieser Erfindung, wie in **Fig. 2** dargestellt, umfasst einen geschlossenen Grundkörperbehälter **1**, einen im Abstand von der Innenwand **1a** des Grundkörperbehälters **1** angeordneten Filter **3**, der eine dazwischen liegende Absaugkammer **8** bildet, eine am oberen Ende des Grundkörperbehälters **1** angebrachte obere Luftzufuhrkammer **2**, einen am unteren Ende des Grundkörperbehälters **1** angebrachten Produktbehälter **10**, eine am unteren Ende des Produktbehälters **10** angeordnete Siebplatte **6**, eine unterhalb des Produktbehälters **10** angeordnete untere Luftzufuhrkammer **7**, und eine in der oberen Mitte des Grundkörperbehälters **1** angeordnete Sprühdüse **9**, die ein Bindemittel darin versprüht.

[0033] Verwirbelungsluft wird aus der unteren Luftzufuhrkammer **7** und durch die Siebplatte **6** zugeführt, um dadurch Pulver innerhalb des Grundkörperbehälters **1** zu verwirbeln und zu vermischen.

[0034] Diese Vorrichtung ist auch in einer solchen Weise konstruiert, dass der aus der oberen Luftzufuhrkammer **2** und der unteren Luftzufuhrkammer **7** in den Grundkörperbehälter **1** zugeführte Luftstrom durch den Filter **3** hindurchtritt und zur Außenseite des Grundkörperbehälters **1** hin abgegeben wird.

[0035] Dieser Filter **3**, der in einer Weise konstruiert ist, dass er einen Hindurchtritt von Luft usw. gestattet, jedoch den Hindurchtritt von leichtem feinem Pulver verhindert, ist als doppelschichtige Konstruktion mit einem auf der Innenseite (Seite der Mitte des Grundkörperbehälters **1**) angeordneten inneren Filter **3a** aus Tetoron-Gewebe und einem äußeren Filter **3b** aus Tetoron-Vlies verwirklicht, wobei zumindest der äußere Filter **3b**, wie später beschrieben, in einen ersten Filter **31**, einen zweiten Filter **32**, einen dritten Filter **33**, einen vierten Filter **34** und einen fünften Filter **35**, in dieser Reihenfolge von oben her, unterteilt ist.

[0036] Diese Vorrichtung ist daher in einer Weise konstruiert, um mit den jeweiligen Filtern **31**, **32**, **33**, **34**, **35** und der Wand **1a** und dem Trennring **1b** des Grundkörperbehälters **1** eine Mehrzahl von Zonen zu bilden, womit ringförmige, dazwischen liegende Absaugkammern **81**, **82**, **83**, **84**, **85** gebildet werden und es ermöglicht wird, wahlweise eine Absaugung oder Abreinigung unabhängig voneinander mittels eines Absaugmechanismus **4** und eines Abreinigungsmechanismus **5** durchzuführen, welche mit den jeweiligen dazwischen liegenden Absaugkammern **81**, **82**, **83**, **84**, **85** verbunden sind.

[0037] In diesem Fall sind die dazwischen liegenden Absaugkammern **81**, **82**, **83**, **84**, **85** durch Absaugventile

- 41, 42, 43, 44, 45** mit dem Absaugmechanismus **4** bzw. durch Abreinigungsventile **51, 52, 53, 54, 55** mit dem Abreinigungsmechanismus **5** verbunden.
- [0038] Weiter sind die Absaugventile **41, 42, 43, 44, 45** und die Abreinigungsventile **51, 52, 53, 54, 55** in einer solchen Weise konstruiert, dass während jeweils eines der Ventile zur dazwischen liegenden Absaugkammer hin offen ist, das andere Ventil geschlossen ist.
- [0039] Außerdem ist die Konstruktion in einer solchen Weise ausgeführt, dass der äußere Filter **3b** an beiden Enden der jeweiligen Filter **31, 32, 33, 34, 35** mit dem Trennring **1b** verbunden ist, während der innere Filter **3a** am oberen Ende des ersten Filters **31** und am unteren Ende des fünften Filters **35** mit dem Trennring **1b** verbunden ist.
- [0040] Während der Absaugmechanismus **4** und der Abreinigungsmechanismus **5** so eine Absaugung durch den Filter **3** und eine Abreinigung des Filters **3** vornehmen, kann der Filter **3** an einer Stelle Material ansaugen, während an einer anderen Stelle das abgesaugte Material abgeschält und zerbrochen werden kann. Wenn nämlich die Absaugventile **41, 42, 43, 44, 55** geöffnet sind und die Abreinigungsventile **51, 52, 53, 54, 55** geschlossen sind, führt der Absaugmechanismus **4** eine Absaugung aus dem Inneren des Grundkörperbehälters **1** durch den Filter **3** durch, wodurch es dem Filter **3** ermöglicht wird, Material anzusaugen, und im entgegengesetzten Fall führt der Abreinigungsmechanismus **5** zur Abreinigung Druckluft zu, die durch den Filter **3** in den Grundkörperbehälter **1** geleitet wird, was ein Abschälen des vom Filter **3** angesaugten Materials ermöglicht.
- [0041] In diesem Fall werden die Abreinigungsventile **51, 52, 53, 54, 55** gewöhnlich nacheinander von oben nach unten geöffnet (sie können auch von unten nach oben oder in einer beliebigen gewünschten Reihenfolge geöffnet werden), um den Filter **3** abzureinigen und das vom Filter **3** angesaugte Material abzuschälen.
- [0042] Die Öffnungszeit der Abreinigungsventile **51, 52, 53, 54, 55** kann kurz eingestellt werden, weil dieses Abschälen von Substanz in einem kurzen Zeitraum abgeschlossen ist.
- [0043] Als nächstes erfolgt eine Erläuterung der Aktivierung der Absaugventile und der Abreinigungsventile während des Betriebs. Als erstes bleiben grundsätzlich die fünf Absaugventile **41, 42, 43, 44, 45** offen. Dann wird das Absaugventil an der Stelle, an der eine Abreinigung vorgenommen werden soll, geschlossen, und das Abreinigungsventil wird für einen Moment geöffnet, zum Beispiel für eine Sekunde, und unmittelbar danach geschlossen, und das Absaugventil wird geöffnet. Danach wird dieser Vorgang in einer eingestellten Reihenfolge, zum Beispiel von oben nach unten, wiederholt.
- [0044] Da, wie oben beschrieben, mindestens **4** der **5** Absaugventile **41, 42, 43, 44, 45** offen bleiben, ist es möglich, nicht nur eine Absaugung unter Nutzung von mindestens 80% des Flächeninhalts des Filters **3** durchzuführen, sondern auch den inneren Filter **3** anzusaugen und festzuhalten, der nur am oberen Ende und am unteren Ende mit dem Trennring **1b** verbunden ist, und die Abreinigung reibungslos durchzuführen.
- [0045] Bei einer konventionellen Wirbelbettgranuliertvorrichtung ist andererseits ein Filter **3** am oberen Ende angeordnet, wie in **Fig. 1** dargestellt. In dem Fall, wo dieser Filter mit einer flachen Gestalt in einer solchen Weise angeordnet ist, dass er die innere Umfangsfläche des Grundkörperbehälters **1** bedeckt, wie bei der in **Fig. 2** gezeigten Vorrichtung, die eine Wirbelbettgranulierung von leichtem feinem Pulver gemäß der vorliegenden Erfindung durchführt, wird es möglich, das aus dem Produktbehälter **10** nach oben fliegende leichte feine Pulver leicht einzufangen, und das Zurückführen des aufgefangenen Pulvers in den Produktbehälter **10** nach seinem Abstauben durch Abreinigung wird wegen einer kurzen Entfernung ebenfalls einfacher.
- [0046] Indem man den Filter **3** in einer Weise anordnet, dass er die innere Umfangsfläche des Grundkörperbehälters **1** bedeckt, wird überdies eine Lösung für das Problem der Haftung von Pulver an der Innenseite des Grundkörperbehälters **1** angegeben.
- [0047] Durch die Verwendung eines flachen Filters ohne Faltung usw. für den Filter **3** wird außerdem das Abschälen der Pulverschicht leichter.
- [0048] Die Bindemitteldüse **9** wird von der Art mit Versprühung von oben sein und wird an der Oberseite des Grundkörperbehälters **1** angebracht werden. Die Höhe dieser Düse, die sich in Abhängigkeit von der Art des Pulvers und des Bindemittels sowie der Größe der Vorrichtung verändert, wird normalerweise bei etwa dem Doppelten der Düsenhöhe in einer konventionellen Vorrichtung festgelegt.
- [0049] Als nächstes erfolgt eine Erläuterung von Gegenmaßnahmen gegen das Zusammenbacken von Klumpen, was bei der Granulierung von leichtem feinem Pulver als großes Problem angesehen worden ist, nämlich das Verfahren zum Aufbringen von Bindemittel auf jedes einzelne der primären Partikel, während der zusammengebackene Klumpen aufgelöst wird.
- [0050] Die Zerstörung eines zusammengebackenen Klumpens ist selbst mit einer Verwirbelung und Bewegung des Pulvers mittels der Kraft des Luftstroms oder eines Rührwerks unter Verwendung einer konventionellen Wirbelbettgranuliertvorrichtung, einer Stoßbettgranuliertvorrichtung, einer Rollengranuliertvorrichtung oder einer komplexen Granuliertvorrichtung unmöglich, und in einigen Fällen wird der Klumpen sogar immer größer.
- [0051] Daher ist ein Verfahren zur Zerstörung des zusammengebackenen Klumpens unter Verwendung von Bindemittelnebel erfunden worden.
- [0052] Als erstes wird der Bindemittelnebel mit einem geringeren Volumen als normal auf die Oberfläche des

zusammengebackenen Klumpens versprenkelt. Und während diese zusammengebackenen Klumpen zusammen mit anderem Pulver und dem Bindemittelnebel auf dem Filter aufgefangen werden, und somit eine Pulverschicht hoher Dichte auf dem Filter gebildet wird, gelangt der Bindemittelnebel in den Zustand, dass er hier und dort auf einzelnen Partikeln innerhalb der Pulverschicht vorhanden ist, und nur derjenige Teilbereich mit solchen Flecken erzeugt eine Vereinigung bzw. Bindung.

[0053] In dem Fall, wo diese Pulverschicht vom Filter abgeschält und in Stücke zerbrochen wird, findet das Zerbrechen der Pulverschicht in einem Teilbereich statt, der nicht mit Bindemittel gebunden ist, mit anderen Worten in einem zusammengebackenen Teilbereich.

[0054] Dies bedeutet, dass der erste zusammengebackene Klumpen von innen heraus zerbrochen worden ist, und durch Wiederholung dieses Vorgangs wird es möglich, den ersten zusammengebackenen Klumpen zu granulieren, während er zerbrochen wird, und die einzelnen Partikel dieses Klumpens mit Bindemittel zu beschichten, während die Zusammenbackung aufgelöst wird.

[0055] Durch die kombinierte Verwendung des besagten neuen Granulierungsverfahrens und dieses Verfahrens zum Auflösen einer Zusammenbackung mit einem Mechanismus der Vorrichtung in **Fig. 2** wird es möglich, zusammengebackene Klumpen, bestehend aus leichtem feinem Pulver bis zu einer die Bildung eines Wirbelbetts aus primären Partikeln ermöglichenden Größe zu granulieren, und mit fortgesetzter Wirbelbettgranulierung Granulate von guter Qualität zu erhalten.

[0056] Als nächstes zeigt **Fig. 3** ein abgewandeltes Beispiel der Vorrichtung zur Granulierung von Pulver, wie in **Fig. 2** dargestellt.

[0057] Diese Vorrichtung ist in einer solchen Weise konstruiert, dass der erste Filter **31** der in **Fig. 2** dargestellten Pulvergranulierungsvorrichtung als oberster Filter **30** bis zu der Ecke am oberen Ende des Grundkörperbehälters **1** verlängert ist, nämlich bis zum Verbindungsteil zwischen der Oberseite des Grundkörperbehälters **1** und der Wand **1a**, und dass in derselben Weise wie bei den anderen Filtern **32, 33, 34, 35** mit der Wand **1a** und der Oberseite des Grundkörperbehälters **1** und dem Trennring **1b** eine Abtrennung vorgenommen wird, um dadurch eine ringförmige, dazwischen liegende Absaugkammer **80** zu bilden, was es möglich macht, mittels eines Absaugungsmechanismus **4** und eines Abreinigungsmechanismus **5**, die mit dieser dazwischen liegenden Absaugkammer **80** verbunden sind, wahlweise eine Absaugung oder Abreinigung unabhängig von anderen Filtern **31, 32, 33, 34, 35** durchzuführen.

[0058] In diesem Fall ist die dazwischen liegende Absaugkammer **80** durch ein Absaugventil **40** mit dem Absaugungsmechanismus **4** bzw. durch ein Abreinigungsventil **50** mit dem Abreinigungsmechanismus **5** verbunden.

[0059] Weiter sind die Absaugventile **40, 41, 42, 43, 44, 45** und die Abreinigungsventile **50, 51, 52, 53, 54, 55** in einer solchen Weise konstruiert, dass während jeweils eines der Ventile zu einer dazwischen liegenden Absaugkammer hin offen ist, das andere Ventil geschlossen ist.

[0060] Außerdem ist die Konstruktion in einer solchen Weise ausgeführt, dass der äußere Filter **3b** an beiden Enden der jeweiligen Filter **30, 31, 32, 33, 34, 35** mit dem Trennring **1b** verbunden ist, während der innere Filter **3a** am oberen Ende des obersten Filters **30** und am unteren Ende des fünften Filters **35** mit dem Trennring **1b** verbunden ist.

[0061] Dies macht es möglich, nicht nur zu verhindern, dass Material an der Ecke am oberen Ende des Grundkörperbehälters **1** haften bleibt, nämlich am Verbindungsteil zwischen der Oberseite des Grundkörperbehälters **1** und der Wand **1a**, sondern auch, Material an dem in diesem Teil angeordneten obersten Filter **30** anzusaugen und abzuschälen, womit eine wirkungsvolle Granulierung ermöglicht wird.

[0062] Die anderen Konstruktionsmerkmale und Wirkungen der in **Fig. 3** gezeigten Vorrichtung sind dieselben wie diejenigen der Vorrichtung in **Fig. 2**.

[0063] Der Prozess der Wirbelbettgranulierung von leichtem feinem Pulver, der unter Verwendung der Vorrichtung aus **Fig. 2** oder **Fig. 3** vorgenommen wird, wird nachfolgend unter Bezugnahme auf **Fig. 4** bis **Fig. 8** erläutert.

[0064] **Fig. 4** ist ein schematisches Schaubild, das den Prozess der Verwirbelung und Vermischung von Pulver beim Granulierungsschritt I zeigt.

[0065] In der Zeichnung fliegt das leichte feine Pulver im Produktbehälter **10** in dem Moment nach oben, in dem ein Verwirbelungsluftstrom aus dem unteren Ende des Produktbehälters **10** in den Grundkörperbehälter **1** zugeführt wird, und schlägt, vom Verwirbelungsluftstrom mitgeführt, gegen den auf der inneren Umfangsfläche des Grundkörperbehälters **1** angeordneten Filter **3** an und wird vom Filter **3** festgehalten.

[0066] Während dieses festgehaltene leichte feine Pulver selbst eine Filtrationsschicht bildet, wird es selbst für einen aus Tetoron-Gewebe usw. hergestellten allgemeinen Filter **3** möglich, feines Pulver in Einheiten von Submikrongröße aufzufangen.

[0067] Selbst nach einer Bildung der Filtrationsschicht schlägt weiter leichtes feines Pulver gegen den Filter **3** an und bleibt an der Oberfläche des Filters haften. Das an der Oberfläche des Filters **3** haftende leichte feine Pulver wird vom Filter **3** abgeschält und fällt als zusammengebackener Klumpen zum unteren Ende des Produktbehälters **10**, wenn in regelmäßigen Zyklen eine Abreinigung durchgeführt wird.

[0068] Diese zusammengebackenen Klumpen werden infolge einer Kollision unter zusammengebackenen Klumpen selbst usw. pulverisiert, fliegen dadurch, dass sie auf dem vom unteren Ende des Produktbehälters **10** in den Grundkörperbehälter **1** zugeführten Verwirbelungsluftstrom mitgeführt werden, wieder nach oben, und bleiben an der Oberfläche des Filters **3** haften.

[0069] Dieser Vorgang wird wiederholt, und infolgedessen wird selbst leichtes feines Pulver, das im Grundkörperbehälter **1** kein Wirbelbett bilden kann, schließlich dadurch verwirbelt und vermischt, dass es sich zwischen der Oberfläche des Filters und dem unteren Ende des Produktbehälter **10** hin und her bewegt. Obwohl im Fall des leicht klassierbaren Pulvers dieses in einen Teil, der ein Wirbelbett am unteren Ende bildet, und den anderen Teil, der gleichzeitig nach oben fliegt, unterteilt wird, werden die zwei getrennten unterschiedlichen Arten von Pulver bei dem später zu beschreibenden Granulierungsprozess wieder gleichförmig vermischt, falls sie gut gemischt sind, und stellen im Fall von gewöhnlichem Pulver kein spezielles Problem dar.

[0070] **Fig. 5** ist ein schematisches Schaubild, das den Prozess einer Auflösung von Zusammenbackungen von Pulver beim Granulierungsschritt II zeigt.

[0071] Ein Bindemittel wird aus der Düse **9** auf den beim Granulierungsschritt I gebildeten zusammengebackenen Klumpen gesprüht. Für den Fall, dass die gesamte Oberfläche der zusammengebackenen Klumpen mit Bindemittel beschichtet wird, wird eine plötzliche Granulierung stattfinden. Um diese Erscheinung zu verhindern, wird bevorzugt, die Menge des Bindemittels auf 40 bis 60% des Heißlufttrocknungsvermögens zu begrenzen und den Sprühnebel mit einem Durchmesser von weniger als 10 µm zu versprühen.

[0072] Außerdem wird das Volumen zum Zuführen der Nebeltransportluft aus der Bindemitteldüse **9** in einer solchen Weise eingestellt, dass der Sprühnebelbewegungsweg des Bindemittelnebels bis zum oberen Ende des Produktbehälters **10** reicht. Dies wird gemacht, um die Erscheinung einer Selbsttrocknung des Bindemittelnebels zu vermeiden, indem man ihn den Filter schnell erreichen lässt, und nicht um eine Trocknung und Pulverisierung von schweren zusammengebackenen Klumpen zu verhindern, die im unteren Teil ein Wirbelbett bilden.

[0073] Infolgedessen wird der Bindemittelnebel auf die Oberfläche der zusammengebackenen Klumpen versprenkelt. Die zusammengebackenen Klumpen werden mit anderem Pulver und dem Bindemittelnebel auf dem Filter **3** aufgefangen, wobei eine Pulverschicht gebildet wird, in der die Partikel des Bindemittelnebels in Flecken vorhanden sind, wo die Bindung stattfindet.

[0074] Als nächstes wird die Pulverschicht auf dem Filter **3** mittels einer in regelmäßigen Zyklen vorgenommenen Abreinigung abgeschält und in Stücke zerbrochen. Dabei wird die Pulverschicht zerstört, und zwar nicht im aneinanderhaftenden Teilbereich mit starker Bindungskraft, sondern in einem zusammengebackenen Teilbereich mit schwacher Bindungskraft, und fällt in den Produktbehälter **10**.

[0075] Fragmente dieser herabgefallenen Pulverschicht werden im Produktbehälter **10** weiter getrocknet und bewirken eine Pulverisierung, jedoch werden die aneinanderhaftenden Partikel nicht zerstört, sondern bewegen sich als zusammengebackener Klumpen, der aneinander haftende Partikel enthält, auf dem Verwirbelungsluftstrom nach oben.

[0076] Und die Oberfläche der zusammengebackenen Klumpen wird wieder mit dem Bindemittelnebel gesprenkelt, um in derselben Weise wie zuvor eine Pulverschicht auf dem Filter **3** zu bilden, und innerhalb dieser Pulverschicht ist der frisch versprühte Bindemittelnebel diesmal in Flecken vorhanden, was nur in diesem Teilbereich eine neue Bindung bewirkt.

[0077] Wenn dieser Vorgang wiederholt wird, wird der Bindemittelnebel schließlich als Überzug auf alle primären Partikel aufgebracht, weil denjenigen primären Partikeln, die noch nicht mit dem Bindemittelnebel beschichtet sind, beim Beschichten Vorrang gegeben wird.

[0078] Die Anzahl von aneinander haftenden Partikel nimmt ebenfalls allmählich zu, um sekundäre Partikel zu erzeugen, die aus Dutzenden von primären Partikeln bestehen. Da jedoch dieser Prozess derjenige einer Granulierung im trockenen Zustand ist, und diesem sekundären Partikel ein Wassergehalt und eine Plastizität fehlt, kann eine fortgesetzte Granulierung in diesem Zustand Granulat mit hoher Porosität, kleiner Schüttdichte und geringer Festigkeit erzeugen. Um den sekundären Partikeln die Plastizität zu geben, folgt daher der nächste Schritt des primären Granulierungsprozesses, bei dem ein größeres Volumen an Bindemittelsprühnebel zugeführt wird.

[0079] **Fig. 6** ist ein schematisches Schaubild, das den anfänglichen Prozess einer Granulierung von Pulver beim Granulierungsschritt III zeigt.

[0080] Beim anfänglichen Granulierungsprozess wird das zum Versprühen auf die sekundären Partikel aus der Bindemitteldüse **9** versprühte Bindemittelvolumen bis auf ein Volumen gesteigert, das 90 bis 95% des Heißlufttrocknungsvermögens entspricht.

[0081] Die sekundären Partikel werden weich, wenn sie dadurch feucht werden, dass sie den Bindemittelnebel ausreichend enthalten. Und diese sekundären Partikel bewegen sich zusammen mit anderen trockenen und harten sekundären Partikeln und Bindemittelnebel auf dem Verwirbelungsluftstrom nach oben und werden auf dem Filter **3** aufgefangen, um eine Pulverschicht hoher Dichte zu bilden.

[0082] Innerhalb dieser Pulverschicht wird ein Teilbereich erzeugt, in dem sich weiche sekundäre Partikel, die

feucht mit Bindemittelnebel sind, miteinander vereinigen, sowie ein Teilbereich, der in trockenem und hartem Zustand bleibt.

[0083] In **Fig. 6** sind sekundäre Partikel, die dadurch feucht sind, dass sie eine ausreichende Menge Bindemittel enthalten, durch dicke Kreise dargestellt.

[0084] Als nächstes wird bei der Abreinigung die Pulverschicht in dem trockenen Teilbereich zerstört, wodurch primäre Körner erzeugt werden.

[0085] Die primären Körner fallen herab, weil sie feucht und schwer von Bindemittel sind, und auch durch eine gegenseitige Vereinigung von sekundären Partikeln, oder fallen auf die Siebplatte **6** des Produktbehälters **10** und schlagen auf restliche zusammengebackene Klumpen auf und zerbrechen und pulverisieren diese, während die primären Körner selbst auf der Siebplatte **6** des Produktbehälters **10** getrocknet und teilweise pulverisiert werden.

[0086] Eigentlich schreitet bei diesem anfänglichen Prozess einer Granulierung von Pulver beim Granulierungsschritt III die Granulierung auf dem Filter **3** voran, obwohl kein Wirbelbett gebildet wird, und der Partikeldurchmesser der primären Körner nimmt allmählich zu (diese Granulierung wird zur Unterscheidung von der Wirbelbettgranulierung speziell "Granulierung auf dem Filter" genannt).

[0087] **Fig. 7** ist ein schematisches Schaubild, das den Zwischenprozess einer Granulierung von Pulver beim Granulierungsschritt IV zeigt.

[0088] Während die Granulierung auf dem Filter durch den in **Fig. 6** gezeigten anfänglichen Prozess einer Granulierung von Pulver beim Granulierungsschritt III wiederholt durchgeführt wird, gelangt der Betrieb zu dem Zwischenprozess einer Granulierung von Pulver bei dem in **Fig. 7** gezeigten Granulierungsschritt IV.

[0089] Bei diesem Zwischengranulierungsprozess wird eine Granulierung auf dem Filter durchgeführt, und die Körner, die infolge dieser Granulierung zu Körnern mit einer Partikelgröße von 40 bis 50 µm wachsen, werden unter einer Schicht von sekundären Partikeln, die nach oben mittransportiert werden, ein Wirbelbett bilden. Und wenn die Nebeltransportluft aus der Bindemitteldüse **9** intensiviert wird, um den Bindemittelnebel das Wirbelbett erreichen zu lassen, beginnt gleichzeitig eine Wirbelbettgranulierung abzulaufen, wobei die Körner kugelförmig werden.

[0090] Das Innere des Grundkörperbehälters gelangt nämlich in einen geschichteten Zustand mit einer Schicht sekundärer Partikel, einer Schicht primärer Körner und einer Schicht sekundärer Körner, in dieser Reihenfolge von oben nach unten, und die Granulierung auf dem Filter erfolgt an der Schicht sekundärer Partikel und am oberen Ende der Schicht primärer Körner, während eine Wirbelbettgranulierung am unteren Ende der Schicht primärer Körner und in der Schicht sekundärer Körner stattfindet.

[0091] Und da diese Vorrichtung von der Art mit Versprühung von oben her ist, wird eine Menge Bindemittelnebel in der Schicht sekundärer Partikel am oberen Ende verbraucht, wo eine schnelle Granulierung erwünscht ist, jedoch erreicht nur eine kleine Menge Bindemittelnebel die Schicht sekundärer Körner am unteren Ende. Aus diesem Grund findet in der Schicht sekundärer Körner am unteren Ende zur gleichen Zeit auch eine Trocknung und Pulverisierung statt.

[0092] Wenn nämlich sekundäre Partikel in der oberen Schicht aktiv granuliert werden, während in der unteren Schicht erzeugte Körner in einem Teilbereich mit schwächerer Bindungskraft langsam pulverisiert werden, schreitet die Granulierung fort, während sich infolgedessen die Partikelgröße einstellt.

[0093] **Fig. 8** ist schematisches Schaubild, das den regulären Prozess einer Granulierung von Pulver beim Granulierungsschritt V zeigt.

[0094] Beim regulären Prozess einer Granulierung von Pulver bei dem in **Fig. 8** gezeigten Granulierungsschritt V schreitet die Granulierung voran, und die Schicht sekundärer Partikel verschwindet. Dann wird der Bindemittelnebel, der bisher in dieser Schicht verbraucht worden ist, vollständig in das Wirbelbett zugeführt, und die Körner, die zu Pulver mit einer Partikelgröße von 80 µm oder so wachsen, werden durch Wirbelbettgranulierung schnell granuliert. Jedoch ist etwas anders als bei der gewöhnlichen Wirbelbettgranulierung. Es bedeutet, dass die Körner vergleichsweise trocken sind, weil sie bis zum Granulierungsschritt IV in der untersten Schicht eine trockene Zone bildeten. Zudem werden bei diesem Prozess auch die Körner nur auf der Oberfläche befeuchtet, wodurch große Körner hart gehalten werden, und kleine Körner, die durch die Befeuchtung weich werden, mit diesen großen harten Körnern vereinigt werden. Wenn daher die versprühte Menge an Bindemittelnebel innerhalb des Heißlufttrocknungsvermögens eingestellt wird, schreitet die Granulierung in einem Zustand mit geringem Wassergehalt voran, und ein Teil der Körner wird pulverisiert.

[0095] Da jedoch eine Granulierung auf dem Filter auch beim regulären Granulierungsprozess möglich ist, wird das Pulver, das nach einer Pulverisierung nach oben geflogen ist, einer Granulierung auf dem Filter unterzogen und als leicht zu granulierende flockenförmige Körner, die von Bindemittel feucht sind, in das Wirbelbett zurückgeführt. Solche Mechanismen liefern Körner mit gleichförmiger Partikelgröße. Da außerdem Körner mit lockerer Bindungskraft pulverisiert und erneut granuliert werden, erzeugt dies schließlich Körner mit starker Bindungskraft.

[0096] Als nächstes wird der Vorgang des Wachstums von Partikeln, die bei den oben beschriebenen Vorgängen von der anfänglichen Granulierung bis zur regelmäßigen Granulierung erzeugt werden, in **Fig. 9** sche-

matisch gezeigt.

[0097] In **Fig. 9** zeigt eine dicke Linie Teilbereiche an, die mit Bindemittel beschichtet sind, während eine gepunktete Linie Teilbereiche darstellt, in denen das aufgetragene Bindemittel ausgetrocknet ist.

[0098] Solches sind der Zweck durch Granulierungsprozesse und die Aufeinanderfolge von Vorgängen. Ihre qualitativen Auswirkungen werden nachfolgend aufgezählt.

(1) Durch Granulierung auf dem Filter wird das gesamte Pulver granuliert, nachdem es aufgefangen worden ist, wobei auf dem Filter **3** eine Pulverschicht hoher Dichte gebildet wird. Infolgedessen bleibt kein ungranuliertes Pulver zurück, und die Verteilung der Partikelgröße wird normiert.

(2) Eine Kombination der Granulierung auf dem Filter und der Wirbelbettgranulierung ermöglicht eine Granulierung in einem Zustand eines geringen Wassergehalts im Wirbelbett am unteren Ende. Dies verhindert die Erzeugung von groben Körnern und normiert die Verteilung der Partikelgröße.

(3) Alle Prozesse befinden sich in einem Zustand eines geringen Wassergehalts ohne Produktion von falschen Körnern (Körnern ohne Quervernetzung, die mit Feuchtigkeit erzeugte verfestigte Klumpen sind), wobei Körner mit starker Bindungskraft bereitgestellt werden. Somit gibt es beim Trocknungsprozess wenig Pulverisierung.

(4) Die Körner, die durch Auftragen des Bindemittels auf jedes der einzelnen Partikel erzeugt werden, sind stark und leicht aufzulösen.

(5) In dem Fall, wo die Granulierung auf dem Filter und die Wirbelbettgranulierung kombiniert und in den Zustand einer Zwischenzeit der Granulierung gebracht werden, erhält man selbst mit mehreren verschiedenen Arten von Pulver, die zum Klassieren neigen, Körner mit gleichförmiger Zusammensetzung, weil derjenigen Art von Pulver mit kleinerer Partikelgröße bei der Granulierung Vorrang gegeben wird, und der reguläre Granulierungsprozess beginnt, nachdem das Pulver in einen Zustand einer gleichförmigen Größe gelangt, wo es nicht leicht voneinander klassiert wird.

[0099] Als nächstes wird nachfolgend unter Bezugnahme auf **Fig. 10** und **Fig. 11** eine Vorrichtung zur Granulierung auf dem Filter mit Sprühtrocknungsfunktion zur Realisierung der vorliegenden Erfindung erläutert.

[0100] Es soll jedoch angemerkt werden, dass diese Vorrichtung die technische Idee der vorliegenden Erfindung konkretisieren soll, und dass die vorliegende Erfindung nicht auf diese spezielle Vorrichtung beschränkt ist.

[0101] Als erstes wird die in **Fig. 10** dargestellte Vorrichtung, die sich von üblichen Wirbelbettgranulierungsvorrichtungen in ihrer Form unterscheidet, konstruiert, indem der Grundkörperbehälter in eine obere Konstruktion **1A** und eine untere Konstruktion **1B** zweigeteilt und der mittlere Teil auf der Oberseite der oberen Konstruktion **1A** vertieft wird.

[0102] Dies macht es möglich, den Abstand von der auf der Oberseite vorgesehenen Bindemitteldüse **9** bis zum Wirbelbett ungeachtet der Größe der Vorrichtung konstant zu halten, indem man den Zustand dieser Vertiefung auslegt und den versprühten Bindemittelnebel das verwirbelte Pulver erreichen lässt.

[0103] Da der Abstand zwischen der Oberseite des Grundkörperbehälters **1** und dem Wirbelbett verhältnismäßig kurz ist, wird es außerdem auch möglich, das an der Oberseite haftende Pulver nach unten abzukratzen, da selbst im Fall einer Granulierung von hochgradig haftendem Pulver ein Teil der Körner während der Granulierung gegen diese Oberseite anschlägt.

[0104] Außerdem ist ein Filtertuch **3** auf der inneren Umfangsfläche des Grundkörperbehälters **1** angeordnet. In diesem Fall ist es möglich, die Filtrationsfläche zu vergrößern, indem man auch auf der inneren Umfangsfläche des durch Vertiefen der Oberseite der oberen Konstruktion **1A** des Grundkörperbehälters **1** gebildeten inneren Zylinders ein Filtertuch **3** anordnet.

[0105] Dieses Filtertuch **3** wird konstruiert, indem man es in 3 Filtertuchteile mit untereinander verschiedenen Formen teilt, nämlich ein in 6 Zonen **31, 32a, 33a, 34a, 35a, 36a** unterteiltes erstes Filtertuch zur Anordnung auf dem ebenen Teil der Oberseite der oberen Konstruktion **1A** des Grundkörperbehälters **1** und auf der inneren Umfangsfläche des äußeren Zylinders, ein in 5 Zonen **32b, 33b, 34b, 35b, 36b** unterteiltes zweites Filtertuch, das auf der inneren Umfangsfläche des inneren Zylinders angeordnet wird, der durch das Vertiefen der Oberseite der oberen Konstruktion **1A** des Grundkörperbehälters **1** gebildet wird, sowie ein in zwei Zonen **37, 38** unterteiltes Filtertuch, das auf der inneren Umfangsfläche der unteren Konstruktion **1B** des Grundkörperbehälters **1** angeordnet wird.

[0106] Darüber hinaus ist dieser Filter **3** in einer solchen Weise konstruiert, dass er den Hindurchtritt von Luft usw. gestattet, jedoch den Hindurchtritt von leichtem feinem Pulver verhindert. Er ist nämlich als doppelschichtige Konstruktion mit einem auf der Innenseite (Seite der Mitte des Grundkörperbehälters **1**) angeordneten inneren Filter **3A** aus Tetoron-Gewebe und einem äußeren Filter **3B** aus feinmaschigem Tetoron-Vlies verwirklicht.

[0107] Außerdem wird der Filter **3** in einer flachen Form gebildet, um das Abschalten der an seiner Oberfläche anhaftenden Pulverschicht zu erleichtern.

[0108] Zusätzlich ist dieser Filter **3** durch eine Wand **1a** und einen Trennring **1b** des Grundkörperbehälters **1**

- in eine Mehrzahl von Zonen unterteilt. In diesem Fall sind die jeweiligen Zonen in einer Weise angeordnet, um die Flächeninhalte des Filters etwa gleichförmig zu halten.
- [0109] Bei der in **Fig. 10** und **Fig. 11** dargestellten Vorrichtung ist der Filter **3** in 8 Zonen unterteilt, jedoch kann die Anzahl von Zonen in Abhängigkeit von der Größe der Vorrichtung nach Wahl eingestellt werden.
- [0110] Und, um es möglich zu machen, den in Zonen unterteilten Filter unabhängig abzureinigen, ist in jeder Zone auf der Rückseite eine Absaugkammer **8** vorgesehen, und die Absaugkammer **8** in den jeweiligen Zonen ist mit dem Absaugsammler **40b** durch ein Absaugventil **40a** des Absaugmechanismus **4** bzw. mit dem Druckbehälter zur Abreinigung **50b** durch ein Abreinigungsventil **50a** des Abreinigungsmechanismus **5** verbunden.
- [0111] Wenn der Filter **31** hier als Zone **8a** bezeichnet wird, dito **32a, 32b** als Zone **8b**, dito **33a, 33b** als Zone **8c**, dito **34a, 34b** als Zone **8d**, dito **35a, 35b** als Zone **8e**, dito **36a, 36b** als Zone **8f**, dito **37** als Zone **8g** und der Filter **38** als Zone **8h**, arbeitet der Filter von der Zone **8a** bis zur Zone **8f** während der Granulierung hauptsächlich als Absaugfilter.
- [0112] Andererseits wird der Filter in den im unteren Teil angeordneten Zonen **8g, 8h** zur Granulierung auf dem Filter verwendet. Aus diesem Grund müssen diese Zonen **8g, 8h** häufiger als andere Zonen abgereinigt werden.
- [0113] Im Fall einer Granulierung von Pulver, das zum Beispiel dazu neigt, den Filter zu beschädigen, kann außerdem eine Wirbelbettgranulierung vorgenommen werden, indem man an Stelle der mit den filterbildenden Zonen **8g, 8h** versehenen unteren Konstruktion **1B** eine untere Konstruktion aus nichtrostendem Stahl ohne Filter verwendet.
- [0114] Als nächstes wird der Zustand des Filters **3** im Betrieb unter Bezugnahme auf **Fig. 11** erläutert.
- [0115] **Fig. 11** zeigt schematisch den Moment an, in dem sich das Abreinigungsventil **50a** in der Zone **8e** öffnet, um die Abreinigung durchzuführen.
- [0116] Hier wird der Filter in den Zonen **8a, 8b, 8c, 8d, 8f** durch den aus dem Inneren des Grundkörperbehälters **1** durch die Absaugkammer **8** hindurch zum Absaugsammler **40b** strömenden Verwirbelungsluftstrom gegen die Seite der Absaugkammer **8** angesaugt und dort festgehalten.
- [0117] Und die Filter **35a, 35b** in der Zone **8e** wölben sich für eine Moment durch die aus dem Druckbehälter **50b** zur Abreinigung durch die Absaugkammer **8** hindurch in den Grundkörperbehälter **1** strömende Abreinigungsluft nach innen. Dabei wird die auf dem Filter **3** gebildete Pulverschicht abgeschält und vom Filter **3** in Teile zerbrochen.
- [0118] Um die Wirkungen der Absaugventile und der Abreinigungsventile in diesem Fall zu erläutern, wird eine Abreinigung vorgenommen, indem als erstes in der Zone **8e** das Absaugventil **40a** geschlossen und kurzzeitig das Abreinigungsventil **50a** geöffnet wird, und zwar aus dem Zustand, in dem alle Absaugventile **40a** offen sind, und alle Abreinigungsventile **50a** geschlossen sind.
- [0119] Wenn dieses Abreinigungsventil **50a** in der Zone **8e** geöffnet wird, ist der äußere Filter **3b** in engen Kontakt mit sämtlichen Trennringen **1c** gebracht und mittels des Filterandruckrings **1d** befestigt, um zu verhindern, dass die Abreinigungsluft in den Zonen **8d, 8f** zur Absaugkammer **8** hin entweicht, während andererseits der innere Filter **3a** nur an beiden Enden der ersten Filter **31, 32a, 33a, 34a, 35a, 36a**, der zweiten Filter **32b, 33b, 34b, 35b, 36b** und der dritten Filter **37, 38** am Trennring **1c** befestigt ist, weil zu viele Befestigungspunkte eine Ansammlung von Pulver verursachen können.
- [0120] Als nächstes erfolgt eine Erläuterung von anderen Bestandteilen der in **Fig. 10** gezeigten Vorrichtung.
- [0121] Wie eine gewöhnliche Wirbelbettgranuliertorrichtung ist diese Vorrichtung mit dem Produktbehälter **10**, der Siebplatte **6**, der unteren Luftzufuhrkammer **7** und der Hubvorrichtung **11** versehen.
- [0122] Außerdem ist diese Vorrichtung auch mit der oberen Luftzufuhrkammer **2** versehen, die zum Zweck der Zufuhr von Heißluft verwendet wird, wenn unter Verwendung der Sprühtrockendüse **9a** an Stelle der Bindemitteldüse **9** mittels einer automatischen Düsen austauschvorrichtung **12** eine Sprühtrocknung durchgeführt wird.
- [0123] Der heiße Luftstrom, der in diese obere Luftzufuhrkammer **2** eingetreten ist, wird vergleichmäßigt, indem man ihn durch die Vergleichmäßigungsplatte usw. leitet, die innerhalb der oberen Luftzufuhrkammer **2** installiert ist, und wird aus dem mittleren Teil der oberen Konstruktion **1A** in den Grundkörperbehälter **1** zugeführt.
- [0124] Außerdem wird diese Heißluft zu dem Zweck verwendet, während der Granulierung ein Anhaften von Pulver an dem nicht vom Filter **3** bedeckten mittleren Teil auf der Oberseite des Grundkörperbehälters **1** zu verhindern.
- [0125] Dabei strömt die Heißluft dadurch, dass sie in den Strom der Druckluft gesaugt wird, die aus den um die Bindemitteldüse **9** herum vorgesehenen Schlitzen abgegeben wird, schnell entlang der Oberseite des Grundkörperbehälters **1**.
- [0126] Als nächstes wird eine Ausführungsform nachfolgend dargestellt, bei der durch ein Sprühtrocknungsverfahren leichtes feines Pulver hergestellt und anschließend granuliert wurde, ohne das Pulver aus dem Produktbehälter zu entnehmen, indem diese Vorrichtung zur Granulierung auf dem Filter mit Sprühtrocknungsfunktion verwendet wurde.

[Prozess der Herstellung von leichtem feinem Pulver]

[0127] Bei dem Prozess der Herstellung von leichtem feinem Pulver wurde eine Sprühtrocknungsdüse eines 2-Fluid-Systems verwendet, die imstande war, Flüssigkeit in feinen Nebel zu zerstäuben. Und eine durch Auflösen einer Antimetabolitmenge in einem organischen Lösemittel hergestellte Lösung zum Sprühtrocknen wurde aus der Sprühtrocknungsdüse in den Grundkörperbehälter versprüht, und parallel mit ihr wurde Heißluft zum Trocknen aus dem oberen Teil des Grundkörperbehälters zugeführt. Die aus der Düse zum Sprühtrocknen versprühten feinen Partikel wurden mit der aus dem oberen Teil des Grundkörperbehälters zugeführten Heißluft in Kontakt gebracht, während sie sich gemeinsam mit dieser fortbewegten, getrocknet und in leichtes feines Pulver umgewandelt. Dieses leichte feine Pulver flog im Verwirbelungsluftstrom mit, wurde von dem auf der Seitenfläche des Grundkörperbehälters angeordneten Filter aus dem Luftstrom abgetrennt, und nur das leichte feine Pulver wurde auf dem Filter festgehalten.

[0128] Das auf dem Filter festgehaltene leichte feine Pulver, dessen Partikelgröße bis zu einigen μm klein ist, fällt in Form von zusammengebackenen Klumpen nach unten, die aus Tausenden von primären Partikeln bestehen, wenn es vom Filter abgeschält wird, und wird im Produktbehälter am unteren Ende des Grundkörperbehälters aufgefangen. Auf diese Weise wurde leichtes feines Pulver erhalten, das aus zusammengebackenen Klumpen von nicht-kristallinem Antimetabolit zusammengesetzt war, wobei die Partikelgröße von primären Partikeln desselben einige μm beträgt (nachfolgend als "zusammengebackenes Pulver" bezeichnet).

[0129] Als Sprühtrocknungsbedingungen wurde das für die Trocknung verwendete Heißluftvolumen auf 40 m^3/min , die Temperatur der zugeführten Luft auf 65°C, die Strömungsmenge der Sprühtrocknungslösung auf 3,2 kg/min , der Zerstäubungsluftdruck zum Pulverisieren dieser Lösung auf 5,0 kgf/cm^2 und die Strömungsmenge auf 4,0 Nm^3/min eingestellt.

[0130] Als Abreinigungsbedingungen wird die Abreinigung in einer solchen Weise eingestellt, das sie nacheinander von oben nach unten durchgeführt wird. In diesem Fall wird das Abreinigungsintervall auf 15 Sekunden, die Abreinigungszeit pro Punkt auf 1 Sekunde und der Abreinigungsluftdruck auf 5 kgf/cm^2 eingestellt.

[0131] Die Partikelgrößenverteilung, der mittlere Partikeldurchmesser, die Schüttdichte und das Gewicht des durch das oben beschriebene Verfahren erhaltenen nicht-kristallinen Antimetaboliten mit einer Partikelgröße von einigen μm waren so, wie in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1: Partikelgrößenverteilung

Partikeldurchmesser [μm]	17,75	12,55	8,87	6,27	4,43	3,13	2,21	1,30	0,80	0,55	0,39
Gew.-%	0	3,6	11,8	18,9	19,3	14,5	12,1	9,7	6,1	4,0	0

Mittlerer Partikeldurchmesser

4,39[μm]

Schüttdichte

0,243[g/cm^3]

Gewicht

60[kg]

[Prozess der Granulierung von zusammengebackenem Pulver]

[0132] Um das besagte zusammengebackene Pulver zu granulieren, wurde die Sprühtrocknungsdüse, die am oberen Ende des Grundkörpers vorgesehen war, durch eine Bindemitteldüse ersetzt.

[0133] Und Verwirbelungsluft wurde aus der unteren Luftzufuhrkammer in das im Produktbehälter aufgefangene zusammengebackene Pulver zugeführt, um dieses zusammengebackene Pulver nach oben zu blasen und zu verwirbeln. Die Folge ist, dass dieses zusammengebackene Pulver durch die unter Verwendung des Filters vorgenommene Vermischungswirkung etwas pulverisiert wird und sich zu zusammengebackenem Pulver kleinerer Größe verändert.

[0134] Und um zu verhindern, dass dieses kleine zusammengebackene Pulver wieder zu zusammengebackenem Pulver mit größeren Abmessungen wird, wurde als Zusammenbackungsinhibitor 900 g leichtes Kieselsäureanhydrid zugegeben und wurde ausreichend gut untergemischt, bis ein Fließvermögen im Pulver sichtbar wird. Danach wurden Träger (Laktose 40 kg, mikrokristalline Cellulose 13,5 kg) durch Ansaugung in dieses verwirbelte zusammengebackene Pulver injiziert, indem das Vorhandensein eines Unterdrucks im Inneren des Grundkörperbehälters ausgenutzt wurde.

[0135] Sobald die injizierten Träger und das zusammengebackene Pulver ausreichend gut vermischt waren, wurde eine kleine Menge Bindemittel zum Zweck einer Auflösung von Zusammenbackungen aus der Bindemitteldüse versprüht.

[0136] Danach wurde das Zufuhrvolumen des Bindemittels vergrößert, um eine anfängliche Granulierung durchzuführen (die Granulierung auf dem Filter) und das Zufuhrvolumen der Nebeltransportluft aus der Bindemitteldüse wurde vergrößert, sobald die Körner, die mit der Granulierung auf dem Filter wuchsen, ein Wirbelbett bildeten, so dass der Bindemittelnebel das Wirbelbett erreichen konnte.

[0137] Man ließ die Granulierung auf diese Weise voranschreiten, und sobald die Partikelgröße der Körner die Sollgröße erreichte, wurde die Zufuhr des Bindemittels zwecks Trocknung unterbrochen, und man erhielt granulierten Produkte.

[0138] Als Granulierungsbedingungen wurde das zur Verwirbelung des vermischten Pulvers verwendete Heißluftvolumen auf 80 m³/min, die Temperatur der zugeführten Luft auf 60°C und die Feuchtigkeit der zugeführten Luft auf 7 g/kg eingestellt. Als Bindemittel wurde eine 3%-ige wässrige Lösung von Hydroxypropylmethylcellulose verwendet, und ihre Strömungsmenge wurde auf 560 g/min beim Prozess der Auflösung von Zusammenbackungen und auf 1050 g/min bei den Prozessen der anfänglichen Granulierung (der Granulierung auf dem Filter), der Zwischengranulierung (einer Kombination der Granulierung auf dem Filter und einer Wirbelbettgranulierung) und der regulären Granulierung (Wirbelbettgranulierung) eingestellt, während die Strömungsmenge der Zerstäubungsluft auf 1500 NL/min eingestellt wurde.

[0139] Zudem wurde das Zufuhrvolumen der Nebeltransportluft aus der Bindemitteldüse während des Prozesses der Auflösung von Zusammenbackungen und des Prozesses der anfänglichen Granulierung auf 300 NL/min eingestellt, jedoch auf 800 NL/min beim Prozess der Zwischengranulierung und beim Prozess der regulären Granulierung.

[0140] Die Trocknungsbedingungen waren dieselben, wie diejenigen bei der Granulierung, soweit das Volumen der zugeführten Luft, die Temperatur der zugeführten Luft und die Feuchtigkeit der zugeführten Luft betroffen waren.

[0141] Was die Abreinigungsbedingungen angeht, wird die Abreinigung in der nachfolgenden Reihenfolge durchgeführt, um den Filter **37, 38** in den untersten Stufen, wo die Granulierung auf dem Filter aktiv vorgenommen wird, häufiger als andere abzureinigen.

[0142] Die Abreinigung wird nämlich in der Reihenfolge der Filter **31 → 37 → 32a, 32b → 38 → 33a, 33b → 37 → 34a, 34b → 38 → 35a, 35b → 37 → 36a, 36b → 38** mit einem Abreinigungsintervall von 15 Sekunden, einer Abreinigungszeit pro Punkt von 1 Sekunde und einem Abreinigungsluftdruck von 5 kgf/cm² vorgenommen.

[0143] Die Partikelgrößenverteilung, der Gehalt, die Ausbeute, die Auflösungsgeschwindigkeit und der Wassergehalt im Korn der als Folge dieses Vorgangs erhaltenen granulierten Produkte waren so, wie in Tabelle 2 dargestellt.

Mesh	30M	42M	60M	83M	140M	200M	Durchgang
Gew.-%	3,7	16,7	25,9	25,9	22,2	3,7	1,9

Gehalt [%]	100,32	101,56	98,68	101,74	99,88
(an 20 Punkten beprobt)	101,50	99,67	99,74	100,04	100,49
	100,25	101,62	100,61	98,78	99,83
	100,38	99,56	100,48	99,72	101,63

Tabelle 2: Partikelgrößenverteilung

Mittlerer Gehalt	100,324[%]
Standardabweichung	0,911
Prozessleistungsfähigkeitsindex	2,56
(Fall von 93–107% Gehalt-Standard) Ausbeute	98,5[%]
Auflösungsgeschwindigkeit	94,3[%]
Wassergehalt im Korn (vor Trocknung)	3,17[%]
Wassergehalt im Korn (nach Trocknung)	1,93[%]

(Vergleichsbeispiel)

[0144] Unter den unten angegebenen Bedingungen wurde unter Verwendung einer konventionellen Wirbelbettgranuliertorrichtung mit demselben Rohstoff (12 kg nicht-kristalliner Antimetabolit mit einer Partikelgröße von 4,01 µm, Laktose 8,0 kg, mikrokristalline Cellulose 2,7 kg) und demselben Bindemittel, wie demjenigen der

Ausführungsform, eine Granulierung vorgenommen, und es wurde ein Vergleich mit den durch die Ausführungsform hergestellten granulierten Produkten hinsichtlich Partikelgrößenverteilung, Gehalt, Ausbeute, Auflösungsgeschwindigkeit und Wassergehalt im Korn durchgeführt. Der Rohstoff war zuvor unter Verwendung eines Hochgeschwindigkeitsmischers gemischt worden.

[0145] Als Granulierungs- und Trocknungsbedingungen wurde die Temperatur der zugeführten Luft auf 60°C, die Feuchtigkeit der zugeführten Luft auf 7 g/kg eingestellt, und das Heißluftvolumen wurde während des Zeitraums von 30 Minuten vom Beginn der Granulierung an auf 5 m³/min und danach bis zum Ende der Granulierung und während der Trocknung auf 15 m³/min eingestellt. Die Strömungsmenge des Bindemittels wurde während des Zeitraums vom Beginn bis zum Ende der Granulierung auf 200 g/min eingestellt, Tabelle 3 gibt die Vergleichsdaten an.

Tabelle 3: Partikelgrößenverteilung [Gew.-%]

Mesh	30M	42M	60M	83M	140M	200M	Durchgang
Ausführungsform: Granulierung auf dem Filter und Wirbelbettgranulierung	3,7	16,7	25,9	25,9	22,2	3,7	1,9
Vergleichsbeispiel: Wirbelbettgranulierung	20,8	23,3	16,9	11,7	9,6	8,2	9,5

	Mittlerer Gehalt [%]	Standardabweichung	Prozessleistungs-fähigkeits-index	Ausbeute [%]	Auflös. geschw. [%]	Wassergehalt im Korn [%]	
						Vor Trocknung	Nach Trocknung
Ausführungsform: Granulierung auf Filter + Wirbelbettgranulierung	100,324	0,911	2,56	98,5	94,3	3,17	1,93
Vergleichsbeispiel: Wirbelbettgranulierung	94,12	2,54	0,92	84,6	80,2	13,5	2,2

[0146] Nachfolgend werden Beobachtungen an den in Tabelle 3 angegebenen Vergleichsdaten ausgeführt.

[0147] Bei der Ausführungsform erfolgte die Granulierung auf dem Filter im unteren Teil des Grundkörperbehälters und die Wirbelbettgranulierung wurde im Produktbehälter durchgeführt. Infolgedessen erhielt man granulierten Produkte mit gleichförmiger Partikelgröße, weil Pulver mit kleiner Partikelgröße vorzugsweise granuliert und dasjenige mit größeren Abmessungen in der trockenen Zone durch die Granulierung auf dem Filter pulverisiert wird.

[0148] Auf der anderen Seite besteht das konventionelle Wirbelbettgranulierungsverfahren des Vergleichsbeispiels darin, zuerst Bindemittel in einem Volumen von ungefähr dem 3-fachen des Heißlufttrocknungsvermögens zu versprühen und die Granulierung in einem Zustand eines hohen Wassergehalts durchzuführen, indem der Wassergehalt des leichten feinen Pulvers in kurzer Zeit vergrößert wird. Aus diesem Grund wurden grobe Partikel mit einem Durchmesser von 1 bis 10 mm in großer Menge erzeugt. Außerdem fiel das leichte feine Pulver, das im frühen Zeitraum der Granulierung nach oben flog und am Filter und der inneren Umfangsfläche des Grundkörperbehälters haften blieb, nach dem Ende der Granulierung beim Auffangen von granulierten Produkten in nicht-granuliertem Zustand nach unten, ohne während der Granulierung herabzufallen. Aus diesem Grund enthielten diese granulierten Produkte eine Menge grober Körner mit 30-mesh oder darüber und feines Pulver mit einer Partikelgröße von 200-mesh oder darunter.

[0149] Durch das Verfahren der Granulierung auf dem Filter der Ausführungsform gab es außerdem keine Haftung von leichtem feinem Pulver an der Innenseite der Vorrichtung, und die Ausbeute verbesserte sich, weil das vermischte Pulver, das im frühen Zeitraum der Granulierung zusammen mit dem Verwirbelungsluftstrom nach oben flog, zwangsweise auf dem Filter festgehalten wird. Und das leichte feine Pulver, das mit dem Verwirbelungsluftstrom klassiert wurde, wurde mit dem Voranschreiten der Granulierung ebenfalls vollständig vermischt, und der mittlere Gehalt betrug fast 100%.

[0150] Andererseits sank durch das konventionelle Wirbelbettgranulierungsverfahren des Vergleichsbeispiels der mittlere Gehalt ab, weil ein Großteil des Pulvers, das an der Innenseite der Vorrichtung haften blieb, aus hochgradig haftender Antimetabolitmenge bestand, und zwar trotz der Tatsache, dass der Rohstoff zuvor vermischt worden war. Und die Ausbeute sank ebenfalls auf 86,4% ab, weil es infolge der Haftung eine Menge

Verlust gab. Zudem gab es eine große Abweichung des Gehalts, weil eine Menge an zusammengebackenen Klumpen nach der Granulierung beim Auffangen von granulierten Produkten in einem nicht-granulierten Zustand vom Filter herabfallen, und dies kann entsprechend der Beurteilung nach dem Prozessleistungsfähigkeitsindex nicht als gleichförmiger Gehalt angesehen werden.

[0151] Im Gegensatz dazu gab es durch das Verfahren der Granulierung auf dem Filter der Ausführungsform eine geringe Abweichung des Gehalts, und der Prozessleistungsfähigkeitsindex zeigt Werte von 1,33 oder darüber an, und dies kann wohl als gleichförmiger Gehalt angesehen werden.

[0152] Zudem zeigten die granulierten Produkte der Ausführungsform, die einem Prozess der Auflösung von Zusammenbackungen unterworfen waren, eine bessere Auflösungsgeschwindigkeit beim Stabilisierungstest, verglichen mit den granulierten Produkten des Vergleichsbeispiels, die keiner Auflösung von Zusammenbackungen unterworfen waren.

[0153] Um die Qualität der durch die Ausführungsform und das Vergleichsbeispiel erhaltenen granulierten Produkte zu vergleichen, wurden diese granulierten Produkte zu Tabletten verarbeitet, und zwar unter Verwendung von ein und derselben Vorrichtung (Tablettenmaschine) und unter ein und denselben Bedingungen (Tablettenherstellungsdruck 1200 kg), und die Härte und die Auflösungsgeschwindigkeit der erhaltenden Tabletten wurden gemessen. Tabelle 4 zeigt die Ergebnisse der Messungen. Der hier angegebene Härtewert ist der Mittelwert der gemessenen Werte von 10 zufällig herausgepickten Tabletten.

Tabelle 4: Härte und Auflösungsgeschwindigkeit von Tabletten

	Härte [kp]	Auflösung [%]
Ausführungsform (mit Prozess der Auflösung von Zusammenbackungen)	12,1	94,6
Vergleichsbeispiel (ohne Prozess der Auflösung von Zusammenbackungen)	8,4	73,3

[0154] Nachfolgend werden Beobachtungen an den in Tabelle 4 angegebenen Vergleichsdaten vorgenommen.

[0155] Je höher die Härte von Tabletten ist, umso besser sind die Tabletten, weil sie weniger dazu neigen, beim Verteilungsvorgang oder während des Gebrauchs zerstört oder abgenutzt zu werden. Außerdem ist es umso besser, je höher die Auflösungsgeschwindigkeit ist, weil sich die Tabletten in der vorgeschriebenen Zeit vollständig auflösen müssen. Jedoch ist der allgemeine Trend derjenige, dass wenn die Härte vergrößert wird, die Auflösungsgeschwindigkeit allmählich abnimmt.

[0156] Trotzdem wiesen die Tabletten der Ausführungsform verglichen mit denjenigen des Vergleichsbeispiels eine größere Härte und eine höhere Auflösungsgeschwindigkeit auf, und zwar trotz der Tatsache, dass beide unter ein und denselben Bedingungen erzeugt würden. Trotz einer größeren Härte nahm nämlich die Auflösungsgeschwindigkeit der Tabletten der Ausführungsform nicht ab.

[0157] Dies kommt aus dem Unterschied der granulierten Produkte. Die granulierten Produkte der Ausführungsform wurden beim Prozess der Auflösung von Zusammenbackungen auf sämtlichen primären Partikeln mit einem Bindemittel beschichtet. Aus diesem Grund spielte das Bindemittel auf der Oberfläche der primären Partikel die Rolle eines Klebers und verband alle primären Partikel zum Zeitpunkt der Tablettenherstellung miteinander, und dies führte zu einer großen Tablettenhärte. Außerdem nahm die Auflösungsgeschwindigkeit dieser Tabletten nicht ab, weil das Bindemittel auf der Oberfläche der primären Partikel leicht abgeschmolzen und auf die einzelnen primären Partikel verteilt wird. Im Gegensatz dazu werden die granulierten Produkte des Vergleichsbeispiels auf den primären Partikeln innerhalb des zusammengebackenen Klumpens nicht mit dem Bindemittel beschichtet, weil sie granuliert wurden, indem nur eine große Strömungsmenge an Bindemittel aufgesprüht wurde, ohne irgendeine Auflösung von Zusammenbackungen vorzunehmen, und das Bindemittel in einer Weise aufgebracht wurde, bei der die Oberfläche der zusammengebackenen Klumpen überzogen und diese zusammengebackenen Klumpen miteinander verbunden wurden. Aus diesem Grund wurden die aus diesen granulierten Produkten hergestellten Tabletten im Inneren der zusammengebackenen Klumpen, wo sich kein Bindemittel befindet, zerbrechlich, und ihre Härte nahm ab. Da bei der Tablettenherstellung diese Tabletten in dem Zustand ohne Bindemittel auf der Oberfläche der primären Partikel innerhalb der zusammengebackenen Klumpen einem mechanischen Druck unterworfen wurden, wurden außerdem die primären Partikel innerhalb der zusammengebackenen Klumpen fixiert, ohne dass das Bindemittel bei der Auflösung auf die einzelnen primären Partikel verteilt wurde, was zu einer geringen Auflösungsgeschwindigkeit führt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Granulierung von Pulver, umfassend die Schritte:

Vermischen eines Pulvers und eines Bindemittelsprühnnebels mittels eines Verwirbelungsluftstroms, Auffangen des Gemischs aus dem Pulver und dem Bindemittel auf der Filterfläche, um dadurch darauf eine Pulverschicht zu bilden, Abschälen der Pulverschicht von der Filterfläche, um dadurch die Pulverschicht in Stücke zu zerbrechen, Zurückführen der zerbrochenen Bruchstücke in den Verwirbelungsluftstrom und erneutes Vermischen derselben mit dem Bindemittelnebel, Wiederholen der Schritte bis das gewünschte Korn erhalten wird.

2. Verfahren zur Granulierung von Pulver nach Anspruch 1, umfassend die Schritte:

Versprenkeln eines Bindemittels auf die Oberfläche von zusammengebackenen Klumpen, die sich mit der Zusammenbackung einer großen Anzahl von primären Partikeln gebildet haben, Auffangen der zusammengebackenen Klumpen auf dem Filter mit einem Verwirbelungsluftstrom, danach Verbinden von nur den beschichteten Teilbereichen der primären Partikel in der Pulverschicht mit hoher Dichte, wobei diese Schicht durch die Abreinigung in einem nicht mit dem Bindemittel gebundenen Teilbereich zerbrochen wird, und Wiederholen dieser Vorgänge, um es möglich zu machen, den ersten zusammengebackenen Klumpen aufzulösen und die einzelnen primären Partikel dieses Klumpens mit dem Bindemittel zu beschichten.

3. Vorrichtung zur Granulierung von Pulver, umfassend einen verschließbaren Behälter (1), eine auf der Oberseite des Behälters (1) angebrachte Sprühdüse (9), einen ersten Filter (3) zur Bildung einer Pulverschicht, sowie eine untere Luftzufuhrkammer (7), dadurch gekennzeichnet, dass der erste Filter (3) so angeordnet ist, dass zwischen dem ersten Filter (3) und der Innenseite der Wand (1a) des Behälters (1) ein Raum (8) begrenzt wird, und dass Einrichtungen zur Abreinigung (5) und Absaugung (4) vorgesehen sind, um wahlweise eine Abreinigung oder eine Absaugung durch den ersten Filter (3) durchzuführen, wobei der Raum (8) zwischen dem ersten Filter (3) und der Innenseite der Wand (1a) des Behälters (1) in eine Mehrzahl von Zonen (81, 82, 83, 84, 85) unterteilt ist, und wobei die Einrichtungen zur Abreinigung (5) und Absaugung (4) imstande sind, in einer Zone (81, 82, 83, 84, 85) eine Abreinigung durch den ersten Filter (3) durchzuführen, während sie in einer anderen Zone (81, 82, 83, 84, 85) eine Absaugung durch den ersten Filter (3) durchführen.

4. Vorrichtung zur Granulierung von Pulver nach Anspruch 3, bei welcher die Sprühdüse (9) in der Mitte der Oberseite des Behälters (1) angeordnet ist.

5. Vorrichtung nach Anspruch 3 oder Anspruch 4, bei welcher der mittlere Teil der Oberseite des Behälters (1) vertieft ist, die Sprühdüse (9) in der Mitte des mittleren Teils angeordnet ist, ein zweiter Filter (32b, 33b, 34b, 35b, 36b) so angeordnet ist, dass zwischen dem zweiten Filter (32b, 33b, 34b, 35b, 36b) und der Oberseite ein Raum begrenzt wird, und bei welcher die Einrichtungen zur Abreinigung (5) und Absaugung (4) imstande sind, wahlweise eine Abreinigung oder Absaugung durch den zweiten Filter (32b, 33b, 34b, 35b, 36b) durchzuführen.

6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 5, bei welcher der Raum zwischen dem ersten Filter (3) und der Innenseite der Wand (1a) des Behälters horizontal in eine Mehrzahl von ringförmigen Zonen (81, 82, 83, 84, 85) unterteilt ist.

Es folgen 11 Blatt Zeichnungen

F I G. 1

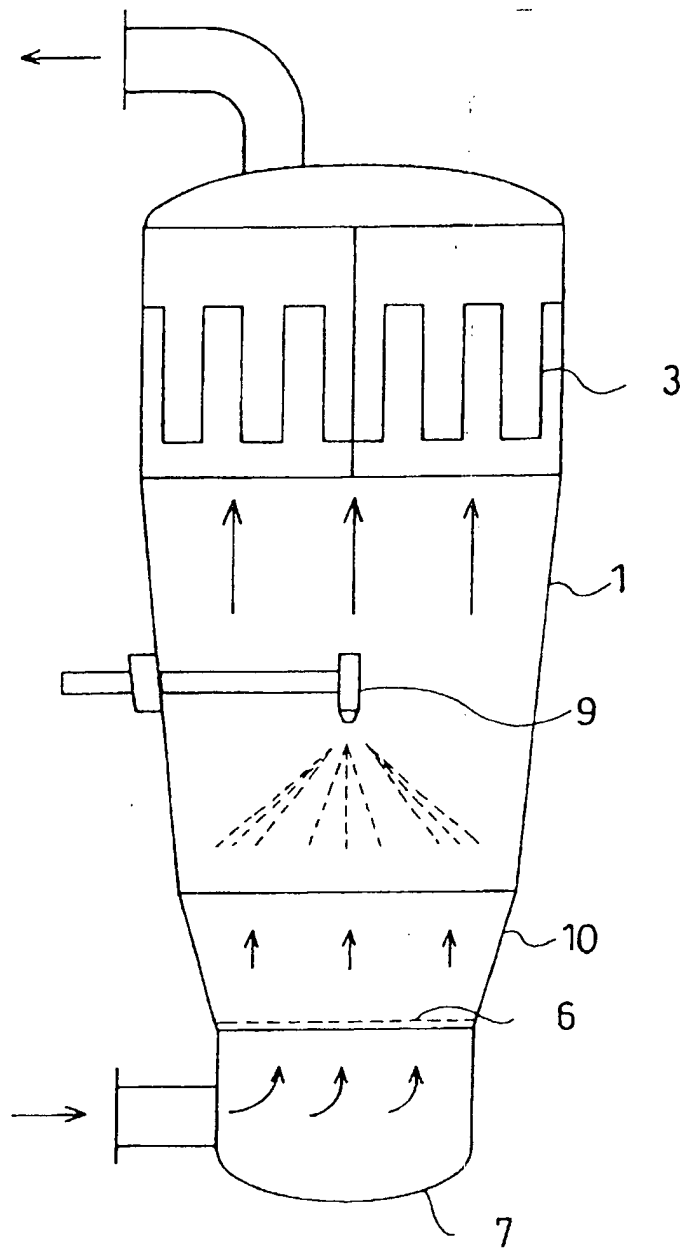


FIG. 2

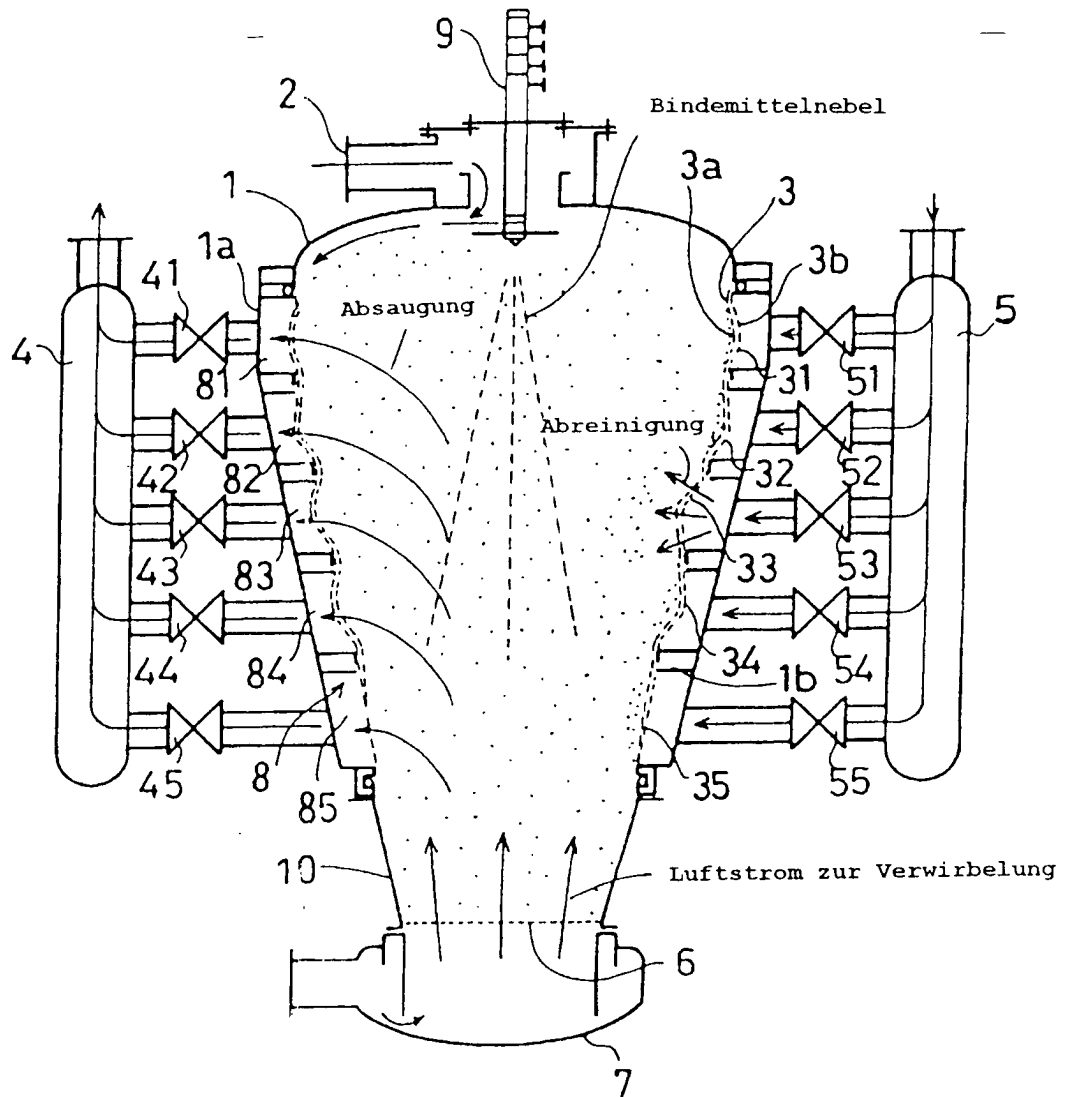


FIG. 3

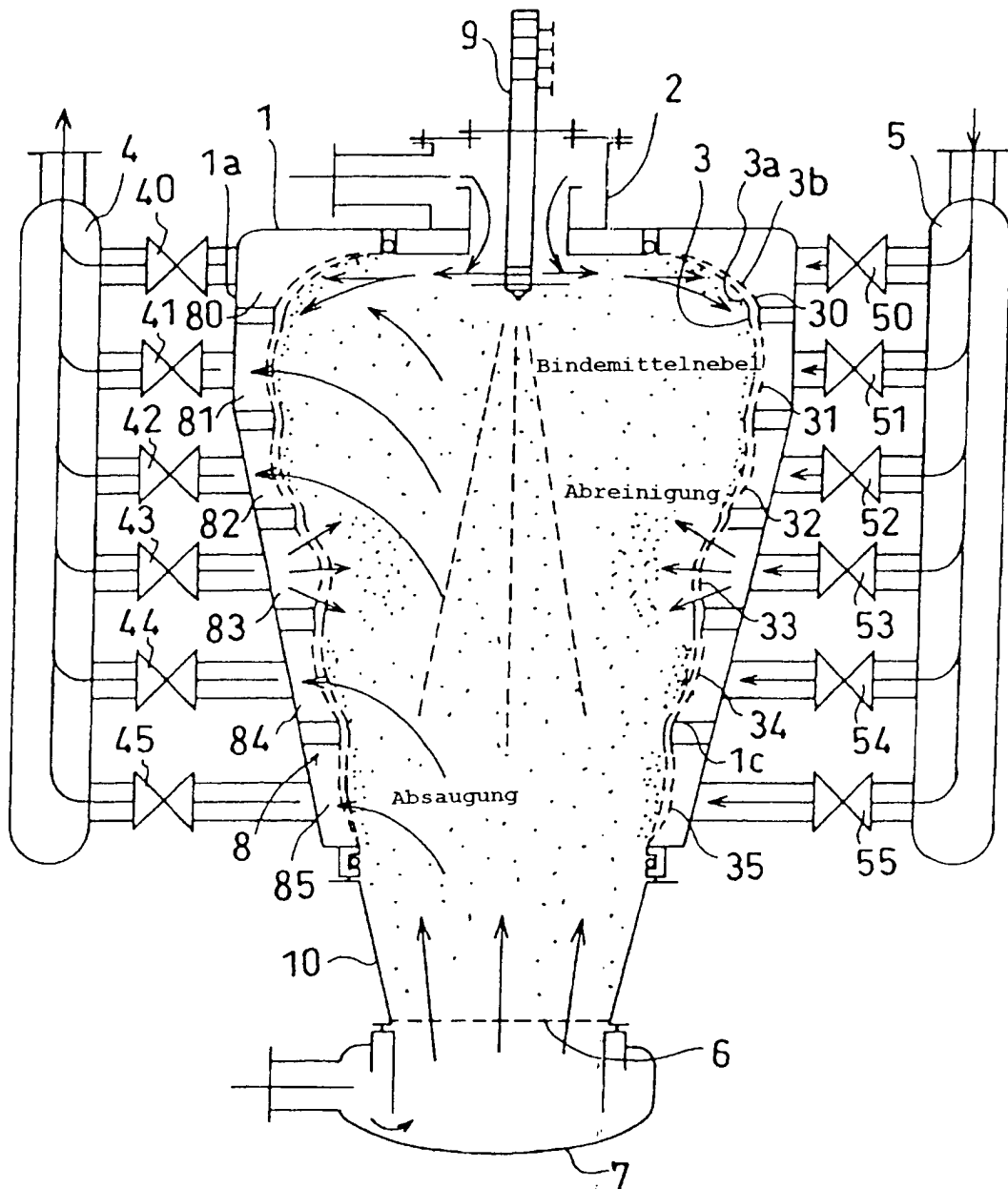


FIG. 4

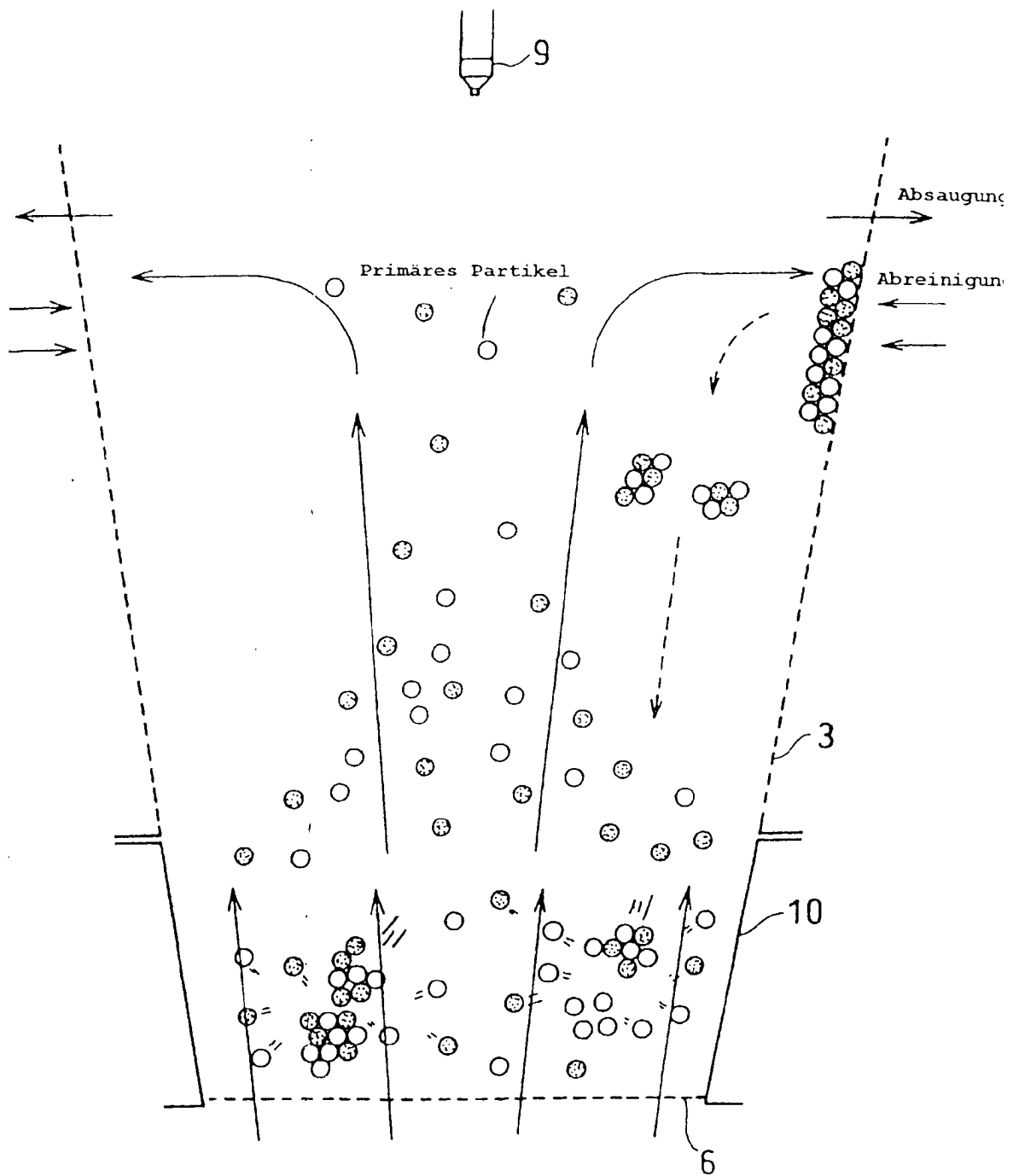


FIG. 5

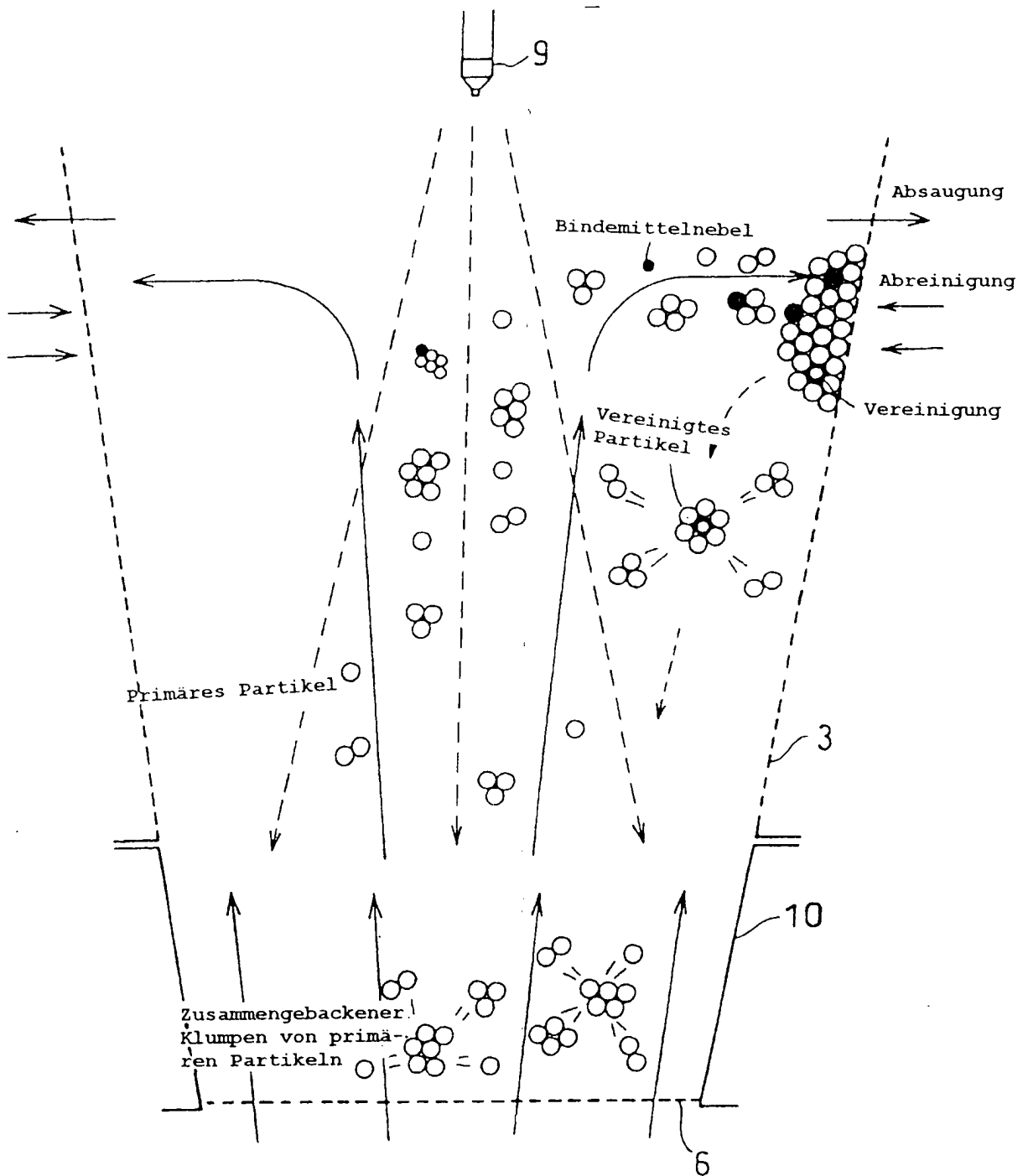


FIG. 6

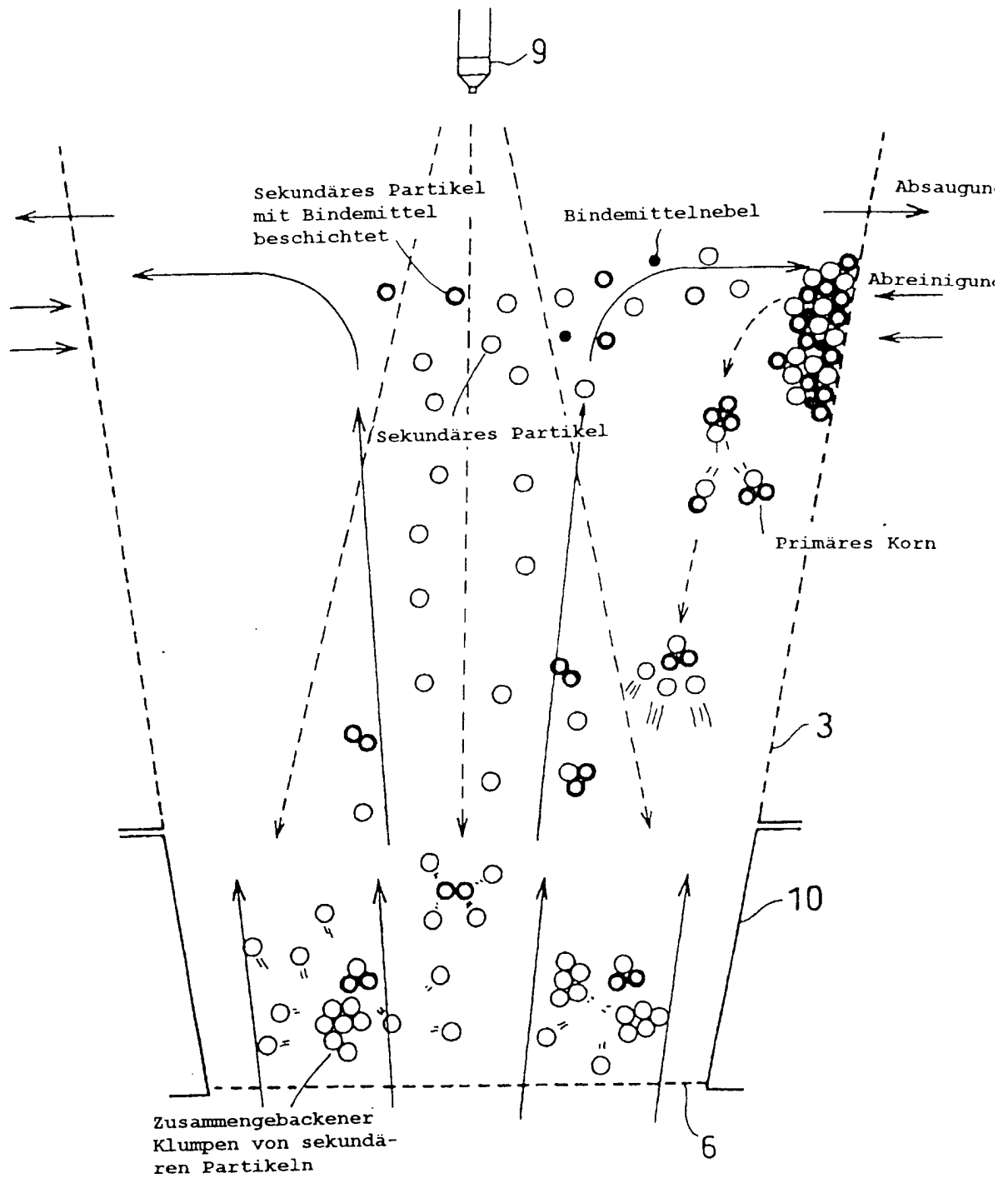


FIG. 7

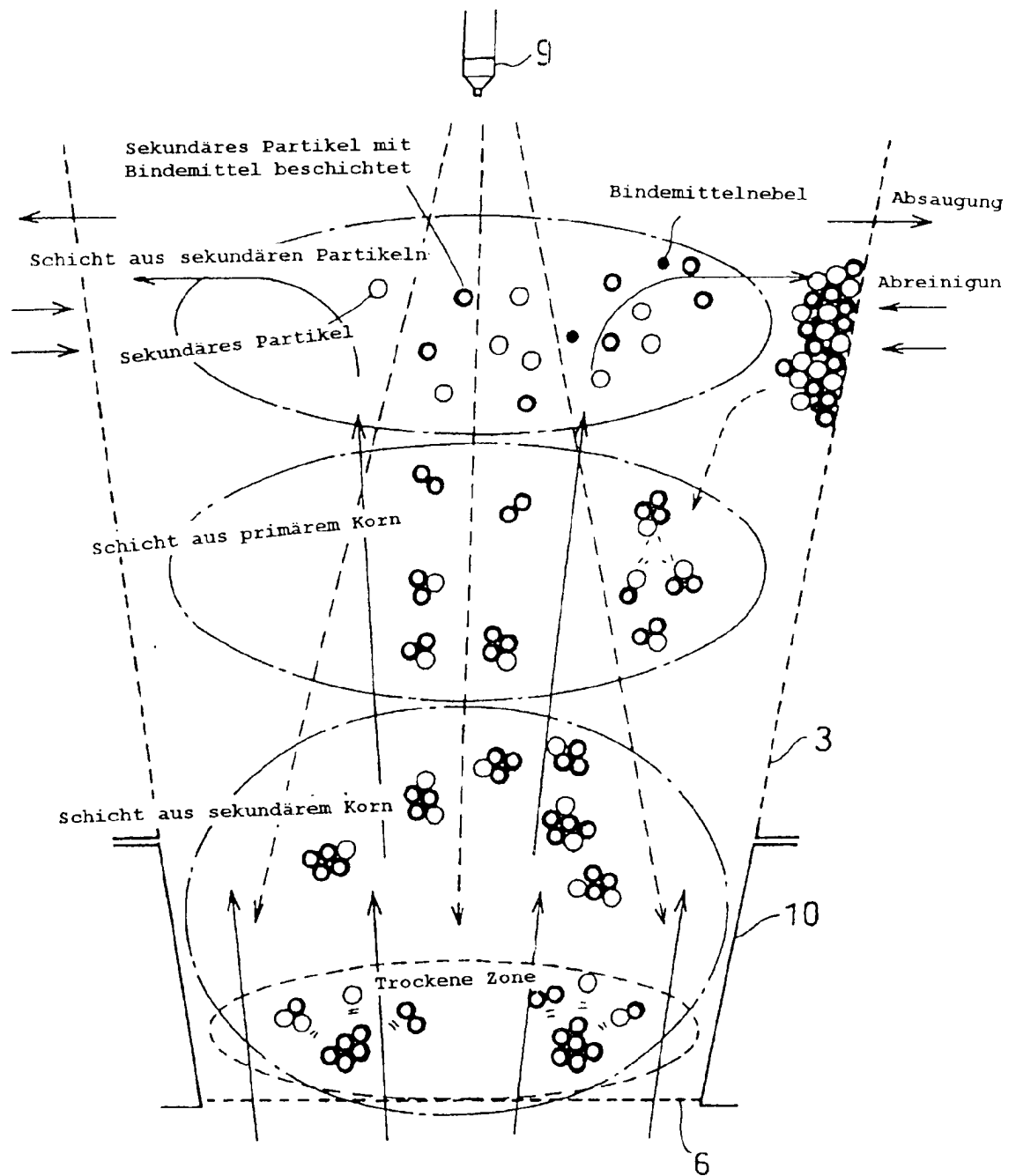
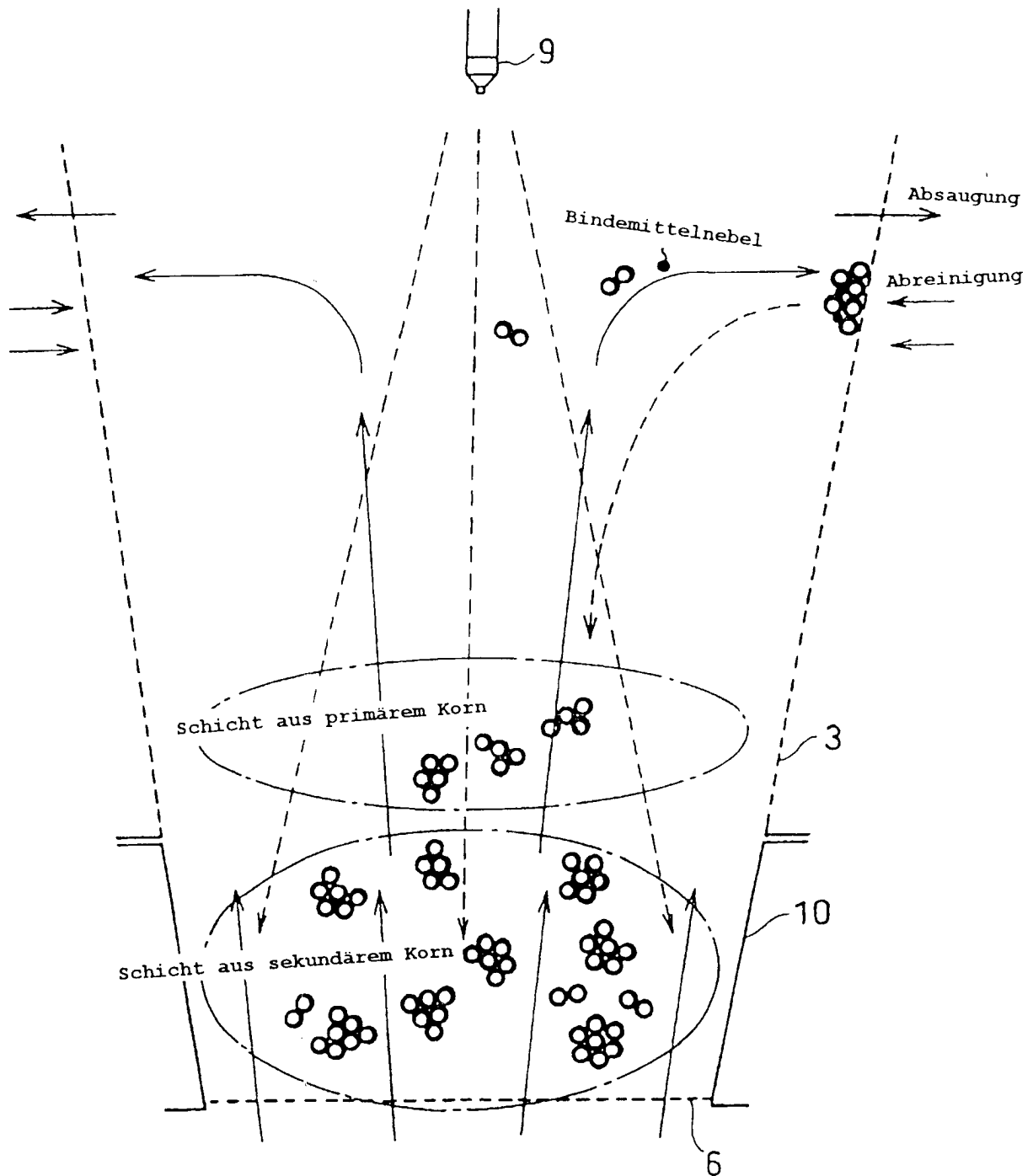


FIG. 8



F I G. 9

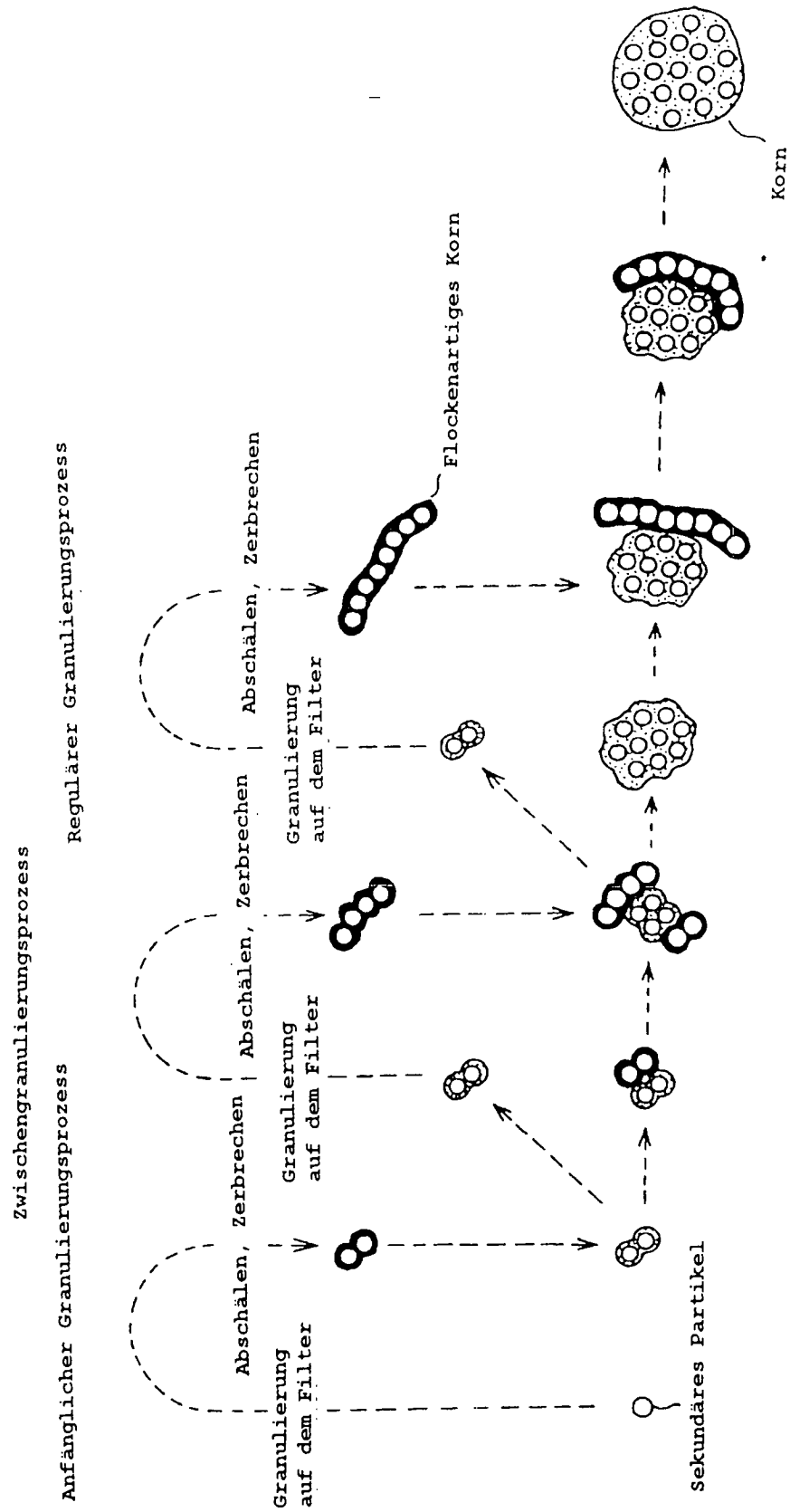


FIG. 11

