

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-181802

(P2007-181802A)

(43) 公開日 平成19年7月19日(2007.7.19)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
B05B 7/08 (2006.01)	B05B 7/08	4FO33
B05B 7/10 (2006.01)	B05B 7/10	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 22 頁)

(21) 出願番号	特願2006-2793 (P2006-2793)	(71) 出願人	000236632 不二パウダル株式会社 大阪府大阪市城東区中央2丁目2番30号
(22) 出願日	平成18年1月10日 (2006.1.10)	(74) 代理人	100085316 弁理士 福島 三雄
		(74) 代理人	100110685 弁理士 小山 方宜
		(74) 代理人	100124947 弁理士 向江 正幸
		(74) 代理人	100124741 弁理士 面谷 和範
		(72) 発明者	大迫 義文 大阪府泉南郡熊取町野田4-2058-21

最終頁に続く

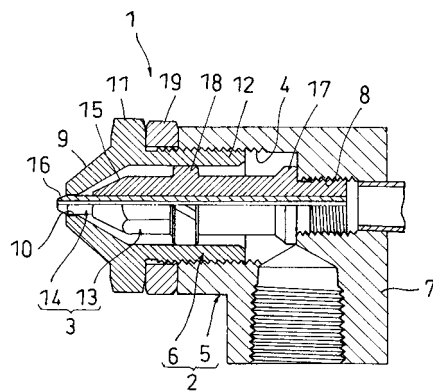
(54) 【発明の名称】 スプレーノズルおよびインサート

(57) 【要約】

【課題】 極微量の液速度と空気量での噴霧が可能なスプレーノズルおよびインサートの提供。

【解決手段】 外ケース2にインサート3が内蔵されて構成され、外ケース2は、外ケース本体5と、外ケース本体5にねじ込まれるキャップ6とからなる。キャップ6は、略円筒形状であり、その先端部は先細りの略円錐台形状の筒状とされる。円錐台形状部9には、先端開口部10が形成されている。インサート3は、丸棒状の本体部13の軸線に沿って、液管14が圧入されて貫通して設けられる。本体部13は、丸棒状であり、先端部が円錐台状に先細りに形成されている。この円錐台状部15からさらに先端側へ、液管14が延出して設けられる。液管14の延出部の先端部は、円錐台状部16に形成されている。インサート3は、液管14の先端部16がキャップ6の先端開口部10から突出するように配置される。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

外ケースにインサートが内蔵されて構成され、前記外ケースの先端開口部に前記インサートの先端部が突入され、前記先端開口部において前記外ケースと前記インサートとの隙間から旋回流の気体を噴出させると共に、前記インサートの先端部から液体を噴出させる二流体スプレーノズルであって、

前記インサートの先端部は、円筒状に形成されると共に、その円筒状部の先端部が円錐台状に形成されており、

前記インサートの先端を前記外ケースの先端面より外方へ突出させて、前記外ケースの先端開口部に前記インサートの先端部が差し込まれた

ことを特徴とする二流体スプレーノズル。

10

【請求項 2】

先端部が円錐台状とされた略円柱状の本体部を有し、この本体部の軸線に沿って先端側へ延出する液管に液体が通され、前記液管の先端部が円錐台状に形成されたインサートと

、
先端側へ開口した外ケース本体と、この外ケース本体の開口に着脱可能に設けられるキャップとを有し、前記キャップに形成された先端開口部から前記液管の円錐台状部を外方へ突出させて前記インサートを収容すると共に、前記先端開口部において前記インサートとの隙間から旋回流の気体を噴出させる外ケースと

を備えることを特徴とする二流体スプレーノズル。

20

【請求項 3】

前記インサート先端の円錐台状部の先端部には、さらに小径の円筒部が形成されていることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の二流体スプレーノズル。

【請求項 4】

前記外ケースの先端面には、前記インサートの先端部を取り囲むよう先端側へ開口する環状空間が形成されると共に、この環状空間にはその先端側開口部へ向けて気体が供給可能とされ、

前記環状空間の先端側開口部を閉じるように、円環状の弾性材がその外周部のみを保持されるか、または円環状の金網が保持される

ことを特徴とする請求項 1 から請求項 3 までのいずれかに記載の二流体スプレーノズル

30

【請求項 5】

前記インサートから構成される

ことを特徴とする請求項 1 から請求項 4 までのいずれかに記載の二流体スプレーノズル用インサート。

【請求項 6】

外面に気体を旋回流とするための複数の傾斜溝を有し、内面に液体を供給する段差のない液管を有し、この液管の先端部外面が、先端へ向かって先細りの円錐台状に形成されている

ことを特徴とする二流体スプレーノズル用インサート。

40

【請求項 7】

前記液管の円錐台状部の先端部には、さらに小径の円筒部が形成されている

ことを特徴とする請求項 6 に記載の二流体スプレーノズル用インサート。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、粉粒体（粉体および/または粒体）の造粒またはコーティング操作などに用いられる流動層装置などに取り付けられるスプレーノズルとそのインサートに関するものである。特に、二流体を噴出可能な二流体スプレーノズルに関するものである。

【背景技術】

50

【0002】

現在上市されている造粒やコーティング操作に使用される流動層ラボ機は、その仕込量が300g～1000gとされている。ここで、従来のラボ機に装着されているスプレーノズルについて説明する。

図21は、従来のラボ機に装着されているスプレーノズルを示す断面図である。

【0003】

スプレーノズル91は、空気と液体が供給される供給口92, 93がそれぞれ形成された本体94を備え、この本体94に空気管95の基端部が固定されている。この空気管95の先端部には、キャップ96が固定されている。また、空気管95内には液供給管97が配置されており、この液供給管97の基端部は本体94に固定されている。さらに、この液供給管97の先端部には、インサート98が固定されている。組立状態において、インサート98の先端部は、キャップ96を介して先端側へ突出している。空気管95の内径は、液供給管97の外径より若干大きく、液供給管97の周囲には、空気管95との間に円環状の隙間が形成される。

10

【0004】

キャップ96は、略円筒形状であり、その先端部は先細りの略円錐台形状とされている。この円錐台形状部99の中央部には、小径穴(先端開口部)100が貫通形成されている。

【0005】

インサート98は、丸棒状とされ、その先端部は、円錐台状に先細りに形成されている。そして、この円錐台状部101からさらに先端側へ、細長い円柱状部102が形成されている。インサート98は、その内部に軸線に沿って、液体が通る穴103が軸方向に貫通して形成されている。

20

この穴103は、基端側が丸穴103aとされ、先端側は、先端側へ行くに従って円錐台状に縮径し(103b)、さらに細い丸穴103cへと連続して形成されている。

【0006】

そして、カラー104を介して空気管95にキャップ96をねじ込んだ状態では、インサート98の円柱状部102が、キャップ96の先端開口部100から突出する。

【0007】

このような構成の従来のスプレーノズル91は、空気管95内に供給された空気が、液供給管97の外周面との隙間を通過して先端側へ向けて噴出される。その際、空気は旋回流となつて、キャップ96の先端開口部100とインサート98先端部102の外周面との間の隙間から、先端側へ噴出される。また、液供給管97へ供給されたスプレー液は、インサート98の先端部から噴出される。この際、上述した旋回流となつたスプレー空気的作用により、スプレー液は霧化して、噴霧される。

30

【0008】

この従来のスプレーノズル91は、たとえば、キャップ96の先端開口部100の直径が2.7mm、インサート98の先端部102の外径が1.8mmおよび内径が0.8mmに形成されている。そして、この従来のスプレーノズル91は、空気量が40～90L/minの範囲で使用される。

40

なお、図22は、この従来のスプレーノズル91において、空気量70L/min(大気圧換算のノズル先端空気速度367m/s)における液速度とミスト径の関係を示す図である。

【0009】

ところで、医薬品などの開発初期における新規合成物は、グラムまたはミリグラム単位で生成される。これら微量物は、現状では、乳鉢やピーカーその他の器具を用いた手作業で実験評価されている。しかしながら、操作条件が不安定でばらつきや人為的ミスを生じやすく、再現性に問題がある。これらの問題から、次段階のラボ機との同等性が得られない。

また、これら微量物は、現在上市されている上述の300g～1000g仕込みの流動

50

層ラボ機では、装置が大きすぎて製薬研究および製剤研究に適さない。

【0010】

仮に、現在上市されている300g～1000g仕込みの流動層ラボ機に、これら微量物を投入して実験評価しようとする場合、これらのラボ機に装着されている図21に示すような従来のスプレーノズル91では、空気量が多すぎるため、造粒やコーティング操作に適正な流動化を実現できない。また、微量な仕込量に対して液速度が多すぎるため、瞬時に凝集塊が発生する。

【0011】

つまり、微量流動層では、装置への仕込量が少ないために、スプレーノズルの空気量が流動化へ大きく影響を与える。そのため微量流動層にスプレーノズルを使用する場合には、その使用条件は、空気量を9L/min程度、液速度を0.1g/min～1.0g/min程度とする必要があると考えられる。

また、造粒やコーティングの性能は、従来型ラボ機のスプレーノズルと同等である必要があることから、図22との関係上、ミスト径は、 $d_{50} = 10\mu\text{m}$ 、 $d_{99.9} = 25\mu\text{m}$ 程度とする必要がある。

【0012】

ここで、従来のスプレーノズル91において、空気量および液速度を少なくした場合の実験結果について説明する。

図23は、従来型スプレーノズルにおいて、空気量および液速度を少なくして噴霧した結果を示す図である。

【0013】

キャップ96の先端開口部100の直径を2.7mmとした従来のスプレーノズル91で、空気量および液速度を少なくして噴霧すると、空気量40L/min以下において、粗大飛沫が発生し造粒やコーティングに適正なミストを得ることができなかった。

次に、キャップ96の先端開口部100の直径を2.5mmおよび2.3mmとしたが、空気量がそれぞれ40L/min、20L/min以下において、粗大な飛沫が発生し、適正なミストを得ることができなかった。

【0014】

たとえば、インサート98の先端部102の外径を1.8mm、キャップ96の先端開口部100の直径を2.3mmとした場合では、図24に示すように、大きなミストが発生し、 $d_{50} = 10\mu\text{m}$ 、 $d_{99.9} = 25\mu\text{m}$ にはならなかった。

【0015】

このように、従来のスプレーノズル91において、空気量および液速度を少なくして $d_{50} = 10\mu\text{m}$ および $d_{99.9} = 25\mu\text{m}$ を満足できなかった理由としては、第一に、空気量が少ないために、液に対する粉碎効果が小さいことが考えられる。

また、第二に、インサート98、液供給管97、送液チューブなどの液経路の内容積が大きいため、送液ポンプで規制した一定の液速度が得られないばかりか、液経路に滞留した液がノズル先端の噴出空気による吸引効果で不安定に吸引され、間欠噴霧になっていたことが考えられる。

【0016】

これらの問題を解決するには、少ない空気量で液の粉碎効果を増大させる必要がある。また、液経路の内容積を減少させ、送液ポンプで規制した一定の液速度を保つ必要がある。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0017】

本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、その主たる目的は、極微量の液速度と空気量での噴霧が可能なスプレーノズルおよびインサートを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0018】

10

20

30

40

50

本発明は、前記課題を解決するためになされたもので、請求項 1 に記載の発明は、外ケースにインサートが内蔵されて構成され、前記外ケースの先端開口部に前記インサートの先端部が突入され、前記先端開口部において前記外ケースと前記インサートとの隙間から旋回流の気体を噴出させると共に、前記インサートの先端部から液体を噴出させる二流体スプレーノズルであって、前記インサートの先端部は、円筒状に形成されると共に、その円筒状部の先端部が円錐台状に形成されており、前記インサートの先端を前記外ケースの先端面より外方へ突出させて、前記外ケースの先端開口部に前記インサートの先端部が差し込まれたことを特徴とする二流体スプレーノズルである。

【0019】

請求項 2 に記載の発明は、先端部が円錐台状とされた略円柱状の本体部を有し、この本体部の軸線に沿って先端側へ延出する液管に液体が通され、前記液管の先端部が円錐台状に形成されたインサートと、先端側へ開口した外ケース本体と、この外ケース本体の開口に着脱可能に設けられるキャップとを有し、前記キャップに形成された先端開口部から前記液管の円錐台状部を外方へ突出させて前記インサートを収容すると共に、前記先端開口部において前記インサートとの隙間から旋回流の気体を噴出させる外ケースとを備えることを特徴とする二流体スプレーノズルである。

10

【0020】

請求項 3 に記載の発明は、前記インサート先端の円錐台状部の先端部には、さらに小径の円筒部が形成されていることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の二流体スプレーノズルである。

20

【0021】

請求項 4 に記載の発明は、前記外ケースの先端面には、前記インサートの先端部を取り囲むよう先端側へ開口する環状空間が形成されると共に、この環状空間にはその先端側開口部へ向けて気体が供給可能とされ、前記環状空間の先端側開口部を閉じるように、円環状の弾性材がその外周部のみを保持されるか、または円環状の金網が保持されることを特徴とする請求項 1 から請求項 3 までのいずれかに記載の二流体スプレーノズルである。

【0022】

請求項 5 に記載の発明は、前記インサートから構成されることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 までのいずれかに記載の二流体スプレーノズル用インサートである。

【0023】

請求項 6 に記載の発明は、外面に気体を旋回流とするための複数の傾斜溝を有し、内面に液体を供給する段差のない液管を有し、この液管の先端部外面が、先端へ向かって先細りの円錐台状に形成されていることを特徴とする二流体スプレーノズル用インサートである。

30

【0024】

さらに、請求項 7 に記載の発明は、前記液管の円錐台状部の先端部には、さらに小径の円筒部が形成されていることを特徴とする請求項 6 に記載の二流体スプレーノズル用インサートである。

【発明の効果】

【0025】

本発明によれば、極微量の液速度と空気量でも噴霧が可能なスプレーノズルおよびインサートを提供することができる。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

以下、本発明のスプレーノズルについて、実施例に基づきさらに詳細に説明する。

【実施例 1】

【0027】

図 1 は、本発明のスプレーノズル 1 の実施例 1 を示す縦断面図である。

図 1 に示すように、本実施例のスプレーノズル 1 は、外ケース 2 にインサート 3 が内蔵されて構成される。外ケース 2 は、先端側（左側）へ丸穴 4 を開口した外ケース本体 5 と

50

、この外ケース本体 5 の前記丸穴 4 に着脱可能にねじ込まれるキャップ 6 とからなる。

【 0 0 2 8 】

具体的には、外ケース本体 5 は、図 1 において、軸線を左右に配置された略円柱形状であり、その基端側（右側）の周側面には、径方向外側への分岐管 7 を有する。外ケース本体 5 には、軸線に沿って左右へ開口して、段付きの丸穴が形成されている。この際、先端側に大径穴 4 を配置し、基端部に小径穴 8 を配置している。大径穴 4 の先端部、および小径穴 8 の先端部は、それぞれネジ穴とされている。大径穴 4 の基端部には、前記分岐管 7 の内穴が連通する。

【 0 0 2 9 】

キャップ 6 は、略円筒形状であり、その先端部は先細りの略円錐台形状の筒状とされている。円錐台形状部 9 の中央部には、小径穴（先端開口部）10 が僅かに軸方向へ延びて貫通形成されている。円錐台形状部 9 の基端部には、径方向外側へ延出してツバ部 11 が一体形成されている。ツバ部 11 の外径は、外ケース本体 5 の外径程度とされている。円筒状部 12 の外周面はネジ部とされており、外ケース本体 5 の大径穴 4 にねじ込み可能である。

10

【 0 0 3 0 】

インサート 3 は、丸棒状の本体部 13 の軸線に沿って、細長い円形パイプからなる液管 14 が圧入されて貫通して設けられる。本体部 13 は、丸棒状であり、先端部が円錐台状に先細りに形成されている。そして、この円錐台状部 15 からさらに先端側へ、液管 14 が延出して設けられる。液管 14 の延出部の先端部は、円錐台状部 16 に形成されている

20

【 0 0 3 1 】

インサート 3 の本体部 13 の中途部二箇所には、基端側ツバ部 17 と先端側ツバ部 18 とが設けられる。インサート 3 は、その本体部 13 の基端側のネジ部が、外ケース本体 5 の小径穴 8 にねじ込まれて固定される。その際、前記基端側ツバ部 17 が、外ケース本体 5 の大径穴 4 の底面に当接するまで、ねじ込まれて固定される。

【 0 0 3 2 】

その状態で、外ケース本体 5 の大径穴 4 にはキャップ 6 の円筒状部 12 がねじ込まれる。その際、外ケース本体 5 の先端面とキャップ 6 のツバ部 11 との間には、円環状のカラー 19 が配置される。カラー 19 を介して外ケース本体 5 にキャップ 6 をねじ込んで固定した状態では、液管 14 の先端部 16 がキャップ 6 の先端開口部 10 から突出する。液管 14 の円錐台状部 16 の基端部が、キャップ 6 の先端面と一致するか、若干前後する位置に配置するのがよい。

30

好ましくは、液管 14 の円錐台状部 16 の基端部が、キャップ 6 の先端面と一致するか、0.1 mm の範囲内で前後する位置に配置するのがよい。

この調整は、前記カラー 19 の厚さを微調整することで行われる。また、キャップ 6 の先端開口部 10 の内径は、液管 14 の外径よりも僅かに大径とされている。

【 0 0 3 3 】

このようにして外ケース本体 5 にキャップ 6 を取り付けた状態では、インサート 3 の本体部 13 の先端側ツバ部 18 の外周面が、キャップ 6 の内穴に当接される。先端側ツバ部 18 は、短円柱形状とされており、その外周面には周方向等間隔に、複数の傾斜溝 20 が同一方向へ傾斜して形成されている。このような構成のスプレーノズル 1 には、液管 14 の基端部からスプレー液が供給可能とされると共に、前記外ケース本体 5 の分岐管 7 から空気が供給される。

40

【 0 0 3 4 】

本実施例のスプレーノズル 1 によるスプレー液の噴霧について説明すると、外ケース 2 内に供給された空気は、インサート 3 の外周面との隙間を先端側へ向けて噴出される。その際、前記傾斜溝 20 の作用により、旋回流となつて、キャップ 6 の先端開口部 10 と液管 14 の外周面との間の隙間から、先端側へ噴出される。また、液管 14 へ供給されたスプレー液は、液管 14 の先端部から噴出される。この際、上述した旋回流となつたスプレ

50

—空気の作用により、スプレー液は霧化して、噴霧される。このような構成のスプレーノズル1によれば、極微量の液速度と空気量での噴霧が可能となる。

【0035】

つぎに、本実施例のスプレーノズル1について、性能試験を行った結果について説明する。図2～図4は、本実施例のスプレーノズルの性能試験の結果を示す図である。

【0036】

この性能試験では、キャップ6の先端開口部10の直径を2mmとし、インサート3の液管14の外径（円錐台状部16の基端部）を1.8mm、および先細りの先端の外径（円錐台状部16の先端部）を1mmとし、液管14の内径を0.8mmとした。また、インサート3から噴出させる液体には、水を使用した。

図2～図4に示すように、空気量9L/min、液速度0.1～1.0g/minの設定条件において噴霧した結果、ミスト径は、 $d_{50} = 20\mu\text{m}$ 、 $d_{99.9} = 30\mu\text{m}$ であった。

【0037】

これは、微量流動層において、スプレーノズルを使用する際の使用条件と考えられる空気量9L/min、液速度0.1g/min～1.0g/minの場合に、従来のミスト径である $d_{50} = 10\mu\text{m}$ 、 $d_{99.9} = 25\mu\text{m}$ をほぼ満たしている。

つまり、本実施例のスプレーノズル1によれば、極微量の液速度と空気量とした場合でも、従来と同等のミストを噴霧することが可能であり、微量流動層に使用することができる。

【0038】

本実施例のスプレーノズル1では、キャップ6の先端開口部10の直径を2mmとすることで、従来より小径とし、先端部の空気噴出速度を上げて粉碎効果を高めている。

また、従来のスプレーノズルでは、空気が本体と別部品として内装されていたが、本実施例では、空気が本体とを一体化し、さらに、液供給管を無くすことで、従来のスプレーノズルより大幅に小型化することができた。

【0039】

本実施例では、インサート3に圧入される液管14の先端部を円錐台形状とした。

ここで、液管Lの先端部を単に円筒状としたインサートIを使用した場合の性能試験の結果について説明する。

【0040】

液管Lの先端部が円筒状のインサートI（図6）で噴霧すると、図5のような結果となった。なお、この性能試験では、液管Lの外径を1.8mmおよび内径を0.8mmとし、液体には水を使用した。また、外ケース2などは実施例1と同様の構成である。

図5に示すように、インサートIの先端部を単に円筒状とした場合、極微量の空気量および液速度では、大きなミストが発生する。

【0041】

先端部を円筒状とした液管Lにより、極微量の空気量および液速度で噴霧しようとする、図6に示すように、インサートIの先端の一部に液滴Mが持続的に発生し、空気によって粉碎されたスプレームストは、液滴Mの反対側へ偏って噴霧される。

また図には示さないが、液管Lの外径を1.8mmとしたまま、内径を0.6mmおよび1.2mmとした場合、内径に比例して液滴も増大した。

【0042】

このような結果となるのは、各部品の加工精度上、空気通路の隙間0.1mmが均等に保てないためと考察し、液体と空気の混合具合を調整する目的で、キャップ6に対するインサートIの突き出し寸法を、-0.5mmから+2mmの範囲で変化させてみた。

その結果、キャップ6からインサートIを突き出した+の範囲では、図6と同様となり、キャップ6に対してインサートIを引っ込めた-の範囲では、粗大な飛沫が発生した。

【0043】

ところで、大きな液速度の場合には、液体はインサートから液柱として吐き出され、図

10

20

30

40

50

6 に示すように、インサート先端の一部に液滴が発生することはない。

そこで、遅い液速度であっても、インサートの液管の内径を小さくして液体を液滴ではなく、液柱として吐き出させることが考えられる。

しかしながら、液経路の場合、送液に用いるパイプの入手し易い内径や、パイプの内径が小さいと水分散系のコーティング液などに添加される無機物粉末粒子が凝集閉塞するなど、物理的条件によって、0.5～0.6mmより小さいチューブ内径を用いることは不適當である。

【0044】

このように、先端部が単に円筒状のインサートIでは、極微量の液速度および空気量とした場合に、本実施例のように従来のミスト径で噴霧することができない。

10

つまり、先端部が円筒状のインサートIの場合、その先端に発生した液滴をうまく粉碎して噴霧することができない。

【0045】

これに対して、本実施例のスプレーノズル1は、インサート3の先端部(液管14の先端部)が円錐台形状であり、図7に示すように、円環状からでた空気流はこの傾斜面によるコアングダ効果によって、噴出直後にインサート3の軸線上に集中し、自然落下状態またはそれより遅い液速度に起因して発生すると考えられる液滴を、速やかに粉碎しているので好適な噴霧を行うことができる。

同時に、コアングダ効果によって、円環状からでた空気流が噴出直後にインサート3の軸線上に集中することによって、各部品の加工精度上、空気通路が不均等な隙間になりミストが偏ることも防止される。

20

【0046】

また、インサート3の先端部が円錐台形状となっていることで、各部品の加工精度上、空気通路の隙間0.1mmが均等に保てず、不均等な隙間となった場合でも、迅速に液体と空気が混合されて粉碎効果を促進することができる。

【0047】

このような本実施例のスプレーノズル1は、無機物粉末粒子などが添加され微細な凝集物や沈殿物が含まれる水分散系のコーティング液に最適に使用される。

【実施例2】

【0048】

次に、本発明のスプレーノズルの実施例2について説明する。

図8は、本発明のスプレーノズルの実施例2を示す断面図である。

30

【0049】

本実施例2のスプレーノズル21は、基本的には、前記実施例1のスプレーノズル1と同様の構成である。本実施例のスプレーノズル21は、実施例1のスプレーノズル1における液管14の先端部の前記円錐台状部16の先端部に、さらに小径の短円筒状部16aが形成されている。

【0050】

本実施例のスプレーノズル21も、外ケース2に装着する際には、液管14の円錐台状部16の基端部が、キャップ6の先端面と一致するか、若干前後する位置に配置するのがよい。好ましくは、液管14の円錐台状部16の基端部が、キャップ6の先端面と一致するか、0.1mmの範囲内で前後する位置に配置するのがよい。

40

【0051】

つぎに、本実施例のスプレーノズルについて、性能試験を行った結果について説明する。図9～図11は、本実施例のスプレーノズルの性能試験の結果を示す図である。

【0052】

この性能試験では、キャップ6の先端開口部10の直径を2mmとし、インサート3の液管14の外径を1.8mm、内径を0.5mm、および先端の外径を0.8mmとした。また、インサート3から噴出させる液体には、水を使用した。

図9～図11に示すように、空気量9L/min、液速度0.1～1.0g/minの

50

設定条件において、ミスト径は、 $d_{50} = 20 \mu\text{m}$ 、 $d_{99.9} = 30 \mu\text{m}$ であった。

【0053】

これは、前記実施例1のスプレーノズル1と同様、本実施例のスプレーノズル21も、微量流動層において、スプレーノズルを使用する場合の使用条件と考えられる空気量 9 L/min 、液速度 $0.1 \text{ g/min} \sim 1.0 \text{ g/min}$ の場合に、従来のミスト径である $d_{50} = 10 \mu\text{m}$ 、 $d_{99.9} = 25 \mu\text{m}$ をほぼ満たしている。

つまり、本実施例のスプレーノズル21は、極微量の液速度と空気量とした場合でも、従来と同等のミストを噴霧することが可能であり、微量流動層に使用することができる。

【0054】

次に、本実施例2のスプレーノズル21を使用して、ヒドロキシプロピルセルロースの水溶液（HPC-L水溶液）を噴霧した。図12は、その結果を示す図である。

【0055】

図12に示すように、ヒドロキシプロピルセルロースの水溶液を噴霧した場合、空気量の増加と共に、ミスト径が小さくなるという望ましい結果が得られた。

つまり、本実施例のスプレーノズル21では、インサート3の先端で、液体と空気が衝突する前に生じる微小の液滴を、より小さな液滴にして、粉碎効果を高めることが水より粘性の高い液体においても裏づけされた。

【0056】

本実施例のスプレーノズル21において、水より粘度の高いHPC-L水溶液でミスト径が小さくなったのは、以下のような理由が考えられる。

【0057】

液滴の体積は、 $V = Pa^4t / (8L\mu)$ で表される。

ここで、 V は係数、 P は圧力、 a は管の内径、 t は流出時間、 L は管の長さ、 μ は液体の粘性係数を示す。上記式より、粘度の大きい液では液滴の体積が小さくなり、液管14の半径を小さくすると著しく液滴の体積が小さくなることがわかる。

【0058】

すなわち、本実施例のスプレーノズル21の場合、インサート3の先端部を円錐台状部16からさらに、細い円筒状部16aを組み合わせることで、溶液粘度の増大と、管径の縮小との相乗効果によってミスト径が小さくなっている。

つまり、本実施例2のスプレーノズル21は、インサート3の先端（液管14）の外径と内径をさらに小さくすることで、極微量の液速度や粘性の高い液に最適である。

【0059】

このように、前記各実施例のスプレーノズル1, 21によれば、空気量および液速度が極めて微量な場合でも、現在上市されているスプレーノズルと同等のミスト径が得られる。

これにより、従来のスプレーノズルを微量流動層に使用する際の問題が解決されると共に、製薬研究や製剤研究の大幅な迅速化が可能であり、研究費用の大幅な削減が可能となる。

【0060】

また、空気量および液速度が極めて微量であるため、装置の大幅な小型化が可能であり、装置のコスト低減が可能となる。

さらに、空気量および液速度が極めて微量であるため、流動層以外のラボ機へも簡単に取り付けることができる。

【0061】

ところで、前記各実施例のスプレーノズル1, 21は、液体と空気の二流体を使用してスプレーする場合、または、空気のみを噴出させる場合に使用でき、その使用場所、方法は限定されない。たとえば、前記各実施例のスプレーノズル1, 21は、極微量の仕込量における流動層装置に好適に使用することができる。

【0062】

10

20

30

40

50

以下に、前記各実施例のスプレーノズル 1, 21 が流動層装置に使用される場合について説明する。

【0063】

図 13 ~ 図 15 は、前記実施例のスプレーノズルを取り付けた流動層装置の一例を示す図であり、図 13 は正面視縦断面図、図 14 は図 13 における X - X 断面図、図 15 は図 13 における Y - Y 断面図である。流動層装置 A は、水平に保持される架台 22、この架台 22 から垂直上方へ立設される支柱 23、この支柱 23 の上端部に保持される略矩形の中空ボックス状のカバーケース 24、このカバーケース 24 内に保持されるバグフィルタ 25、このバグフィルタ 25 の下部に設けられる流動化容器 26、この流動化容器 26 の下部に設けられる下部容器 27、を主要部として備える。

10

【0064】

流動化容器 26 は、軸線を垂直に配置した逆円錐台形の筒状に形成されており、上下両端の外周部に、それぞれフランジ 28, 29 が設けられている。また、流動化容器 26 の下部開口には、この下部開口を閉塞するように、多孔板 30 が設けられる。図示例では、多孔板 30 として、平畳織り金網 24 / 200 mesh を 2 枚重ねて用いるが、これに限らず適宜に変更可能である。

【0065】

下部容器 27 は、短円柱形状であり、上端外周部にフランジ 31 が設けられる。下部容器 27 は、その上面がシール材 32 を介して、流動化容器 26 の下部フランジ 29 の下面に重ね合わされる。流動化容器 26 の下部フランジ 29 と、下部容器 27 の上部フランジ 31 とは、同じ外径に形成されており、重ね合わされた状態で固定される。この固定は、ボルトナットなどでもよいが、図示例ではヘルールクランプ 33 により接続される。具体的には、前記両フランジ 29, 31 が重ね合わされた状態で、その外周部は径方向外側へ行くに従って先細りとなるよう形成されており、その外周部に沿って略円環状の部材がはめ込まれ、その開放両端部同士が締め付けられることで、両フランジ 29, 31 が一体化される。

20

【0066】

下部容器 27 の上部中央には、円形穴 34 が凹んで形成されている。この円形穴 34 は、流動化容器 26 の下部開口より大径であり、多孔板 30 を流動化容器 26 の下部フランジ 29 に固定するボルト 35 の頭部を収容する。前記円形穴 34 の中央部には、さらに下方へ凹んで逆円錐状穴 36 が形成されている。逆円錐状穴 36 の下端部には、下側スプレーノズル 1 が、その空気の噴出口を上方へ向けて設けられる。すなわち、下側スプレーノズル 1 は、下部容器 27 の底面中央部にボルト 37 により保持されており、空気の噴出口を前記逆円錐状穴 36 の下端部に開口している。

30

【0067】

そして、この下側スプレーノズル 1 に、前記実施例 1 のスプレーノズル 1 が使用される。但し、流動層装置 A ではスプレー液は供給せずに流動化空気だけを供給する流動化空気ノズルとして用いる。

【0068】

ところで、下部容器 27 に設ける給気手段（流動化空気口）は、下側スプレーノズル 1 に限らず、単に空気供給路を接続して構成してもよい。また、下部容器 27 には、下側スプレーノズル 1 に代えてまたはそれに加えて、前記逆円錐状穴 36 に開口して流動化空気路 38 を設けてもよい。

40

【0069】

流動化容器 26 が接続された下部容器 27 は、支柱 23 の下部から水平に延びる支持板 39 に保持される。支持板 39 には、容器昇降装置 40 が設けられており、この容器昇降装置 40 により下部容器 27 ひいては流動化容器 26 を、カバーケース 24 ひいてはバグフィルタ 25 の下端部へ押し付けて接続可能である。容器昇降装置 40 は、図示例ではエアシリンダにより構成され、シリンダ本体 41 に対しロッド 42 が進退可能とされている。そして、ロッド 42 を上方へ向けた状態で、シリンダ本体 41 の上部が支持板 39 に固

50

定されている。また、ロッド 4 2 の上端部は、下部容器 2 7 から下方へ延出して設けられた補助材 4 3 の下端部に接続される。このような構成であるから、容器昇降装置 4 0 のロッド 4 2 を上下に進退させることで、流動化容器 2 6 付きの下部容器 2 7 は、バグフィルタ 2 5 の下部へ着脱可能である。

【 0 0 7 0 】

略矩形の中空ボックス状のカバーケース 2 4 は、その一側端部が支柱 2 3 の上端部に保持される。そして、支柱 2 3 から延出する部分において、上下両端部に円形の開口部 4 4 , 4 5 が、同一軸線上に形成される。下部開口部 4 5 には、下方へ僅かに延出して筒状部 4 6 が形成され、この筒状部 4 6 の下端外周部には、フランジ 4 7 が形成される。この筒状部 4 6 (下部開口部 4 5) の内径は、流動化容器 2 6 の上部開口程度の大きさとされる

10

【 0 0 7 1 】

前記筒状部 4 6 のフランジ 4 7 の下面には、上述したように、容器昇降装置 4 0 により流動化容器 2 6 の上部フランジ 2 8 が重ね合わされる。これらフランジ 2 8 , 4 7 が重ね合わされた状態で、その外周部は径方向外側へ行くに従って先細りとなるよう形成されている。また、両フランジ 2 8 , 4 7 間には、シール材 4 8 が介在される。このようにして、カバーケース 2 4 の上下の開口部 4 4 , 4 5 と、流動化容器 2 6 および下部容器 2 7 が、それぞれ同一軸線上に配置される。

【 0 0 7 2 】

このようにしてカバーケース 2 4 に取り付けられる流動化容器 2 6 の上部開口と連続的に、カバーケース 2 4 内にはバグフィルタ 2 5 が保持される。図示例のバグフィルタ 2 5 は、上下に開口した略円筒状とされ、下端部外周部が前記筒状部 4 6 に保持される。バグフィルタ 2 5 は、流動化空気とスプレー空気とを、粉体と分離するためのものである。

20

【 0 0 7 3 】

また、カバーケース 2 4 の上部開口部 4 4 には、蓋体 4 9 が保持され、この蓋体 4 9 にてバグフィルタ 2 5 の上部開口が閉塞される。蓋体 4 9 は、透明であり、バグフィルタ 2 5 および流動化容器 2 6 内の覗き窓としても機能する。また、カバーケース 2 4 は透明であり、カバーケース 2 4 内のバグフィルタ 2 5 などを外部から視認可能とされている。

【 0 0 7 4 】

バグフィルタ 2 5 と流動化容器 2 6 とで形成される中空空間内には、上側スプレーノズル 2 1 が設けられる。この上側スプレーノズル 2 1 は、噴出口(噴霧口)を下方へ向けた状態で、且つ高さ位置を変更可能に設けられる。そのために、蓋体 4 9 の中央部を貫通して、細長い丸棒状の昇降軸 5 1 が上下に進退可能に設けられ、この昇降軸 5 1 の下端部に上側スプレーノズル 2 1 が保持される。具体的には、昇降軸 5 1 は、蓋体 4 9 およびその上面に設けられた円筒体 5 2 を貫通して、上下に進退可能であり、前記円筒体 5 2 に設けたノブ 5 3 を操作することで、蓋体 4 9 に対し位置決め固定することができる。また、蓋体 4 9 の貫通穴との間には、シール材 5 4 が設けられている。

30

【 0 0 7 5 】

上側スプレーノズル 2 1 には、スプレー液および空気(スプレー空気)などが供給されるが、これらの配管は前記蓋体 4 9 を気密状態に貫通して設けられる。また、蓋体 4 9 には、流動化容器 2 6 内への試料などの投入口が設けられ、さらに所望により、温度計や差圧計が設けられる。なお、温度計や差圧計は、さらに流動化容器 2 6 内や下部容器 2 7 内などにも設けられる。

40

【 0 0 7 6 】

また、カバーケース 2 4 には、バグフィルタ 2 5 からの空気を外部へ排出するための排気口 5 5 が設けられる。さらに、カバーケース 2 4 には、流動化容器 2 6 などを振動させるためのバイブレータ 5 6 を設けるのが好ましい。このバイブレータ 5 6 の振動の方向や強さは、適宜に設定される。なお、バイブレータ 5 6 は支持板 3 9 に取り付けてもよい。

【 0 0 7 7 】

さらに、流動層装置 A には、バグフィルタ 2 5 に付着した粉粒体を払い落とすための逆

50

洗機構 57 が備えられる。すなわち、バグフィルタ 25 の周囲に逆洗ノズル 58 を配置し、この逆洗ノズル 58 を逆洗ノズル昇降装置 59 にて、バグフィルタ 25 の全域に沿って上下動させる構成としている。具体的には、バグフィルタ 25 の外周に沿って、逆洗ノズルを構成するリング状パイプ 58 を水平に配置し、このリング状パイプ 58 には、その内周部に沿って、多数の空気吹出口 60 が等間隔に貫通形成されている。従って、このリング状パイプ 58 の内側へ供給された圧縮空気は、前記空気吹出口 60 からバグフィルタ 25 へ向けて吹き出される。そして、このリング状パイプ 58 をバグフィルタ 25 に沿って上下動させることによって、バグフィルタ 25 に付着した粉粒体を払い落とすことができる。

【0078】

リング状パイプ 58 を上下動させるために、支柱 23 には、逆洗ノズル昇降装置 59 が設けられている。逆洗ノズル昇降装置 59 は、エアシリンダにより構成され、シリンダ本体 61 に対しロッド 62 が進退可能とされている。そして、ロッド 62 を上方へ向けた状態で、シリンダ本体 61 が支柱 23 内に設けられる。そして、ロッド 62 の上端部に前記リング状パイプ 58 が固定される。このロッド 62 を進退させることで、前記リング状パイプ 58 は、バグフィルタ 25 の下端部と上端部との間を上下に往復動する。

【0079】

図 16 は、本実施例の上側スプレーノズル 21 を拡大して示す縦断面図である。

上側スプレーノズル 21 には、前記実施例 2 のスプレーノズルが、その先端部を下方へ向けた状態で使用される。ただし、上側スプレーノズル 21 は、そのキャップ 6 の先端部の構造が、前記実施例 2 のスプレーノズルと異なる。すなわち、上側スプレーノズル 21 の先端部は、略円柱形状とされ、その先端面には、液管 14 の先端部を取り囲むよう先端側へ開口する環状空間 63 が形成される。そして、この環状空間 63 には、周側面の空気供給管 64 から空気が供給され、その空気は環状空間 63 の先端側開口部へ向けて噴出される。環状空間 63 の先端開口部には、これを閉じるように、円環状で板状の弾性材 65 がその外周部のみを保持されている。従って、前記空気供給管 64 からスプレー付着防止空気を断続的に供給することで、弾性材 65 の内周部を動かして、液管 14 の先端部にスプレー液が付着するのを防止することができる。これにより、常に円滑なスプレー液の噴霧が可能となる。

【0080】

次に、流動層装置 A の使用について説明する。使用に際しては、バグフィルタ 25 と流動化容器 26 で形成される中空空間内に、粉粒体（各種試料）を収容する。そして、下側スプレーノズル 1 からは、ヒータによって加熱された空気を流入させる一方、上側スプレーノズル 21 からはスプレー液を噴霧する。また、逆洗ノズル 58 やその昇降装置 59 の作動により、バグフィルタ 25 への粉粒体の付着を防止しつつ作業することができる。

【0081】

粉粒体の流動化範囲には、多孔板 30 から上部で流動化容器 26 とバグフィルタ 25 が含まれる。特に限定されるものではないが、流動化容器 26 の下端内径および多孔板 30 の直径は 28.5 mm、流動化容器 26 の上端およびバグフィルタ 25 の内径は 100 mm、流動化容器 26 の高さは 100 mm、バグフィルタ 25 の高さは 160 mm である。

【0082】

粉粒体またはコーティング核粒子の 15 g を仕込み、多孔板 30 からの流動化空気量 20 L/min を流入させ、上側スプレーノズル 21 は液速度 0.5 g/min、空気量 9 L/min として造粒顆粒または徐放性被膜を形成したコーティング物が得られた。

【0083】

仕込量 15 g のとき、多孔板 1 枚では流動化せず、多孔板 2 枚で流動化した。流動化に必要な多孔板 30 の圧力損失は 0.1 kPa であった。適正な流動化を得る多孔板通気速度は、15 L/min (0.4 m/s) から 22 L/min (0.6 m/s) の間であった。上側スプレーノズル 21 を空気量 12 L/min 以上とするととき、多孔板 30 から上方へ向けて流動化する粉粒体はこの対向するスプレーノズルの過大な空気によって激しく吹き

10

20

30

40

50

飛ばされ、液のスプレー域で流動化している粉粒体が極度に減少したことにより、スプレー液が流動化容器 26 内壁および多孔板 30 に直接付着して、造粒またはコーティングすることができなかった。

【0084】

付着凝集性の高い粉粒体（乳糖 200 mesh とコーンスターチの 7 対 3 の混合粉体）では、流動化空気流入直後、流動化容器 26 とバグフィルタ 25 内壁に粉粒体が付着して流動粒子が無くなった。この付着はバイブレータ 56 を 0.5 sec 作動 - 2 sec 停止と間欠的に作動させて防止した。バグフィルタ 25 の払い落としは、乳糖 200 mesh とコーンスターチの混合粉体を用いるとき空気量 12 L/min、リング状パイプ 58 の上下速度 4 sec/cycle であった。

10

【0085】

流動層装置 A において、粉体仕込量が 10 ~ 50 g、流動化空気量が 12 ~ 40 L/min、上側スプレーノズル 21 の空気量が 6 ~ 12 L/min の範囲で少なくとも、有効な流動化がなされることを確認した。

【0086】

次に、前記各実施例のスプレーノズルを装着した流動層装置の別の一例について説明する。

図 17 は、流動層装置 B を示す概略縦断面図であり、流動化容器 26 と下部容器 27 の部分のみを示している。流動層装置 B は、前記流動層装置 A とほぼ同様の構成である。そこで、以下では、両者の異なる点を中心に説明し、対応する箇所には同一の符号を付して説明する。

20

【0087】

流動層装置 B は、図 17 で示した流動化容器 26 および下部容器 27 の構成において、前記流動層装置 A と異なる。従って、流動層装置 B は、図 13 に示した前記流動層装置 A において、その流動化容器 26 付きの下部容器 27 を、図 17 のものに付け替えたものといえる。この付け替えは、容器昇降装置 40 の上下動により容易に行うことができる。

【0088】

流動層装置 B は、多孔板 30 の構成が前記流動層装置 A と異なる。すなわち、流動層装置 B においても、逆円錐台形の筒状に形成された流動化容器 26 を備えるが、この流動化容器 26 の周側面と連続的にその下部開口に、逆円錐台形の筒状の多孔板 30 が設けられる。そして、下側スプレーノズル 1 は、多孔板 30 の下部開口に設けられ、上方へ向けてスプレー液を噴霧する構成である。この場合、上側スプレーノズル 21 は、使用しないか、設置しないか、あるいは空気のみを噴出させて使用する。但し、下側スプレーノズル 1 から空気のみを噴出させてもよく、その場合は上側スプレーノズル 21 からスプレー液を噴霧すればよい。また、流動層装置 B では、下部容器 27 には、下側スプレーノズル 1 だけでなく、多孔板 30 の外周部からも流動化空気路 38 を介して、流動化容器 26 内へ流動化空気を供給可能とされている。

30

【0089】

なお、下部容器 27 からは、ヒータによって加熱された空気を流入させて使用する。また、多孔板 30 は、上述したように上下とも開放した逆円錐台形で、上下端を Oリング 66 でシールし、平畳織り金網 24 / 200 mesh を 1 枚、または 60 / 400 mesh を 1 枚用い、下部容器 27 に装着し、下部容器 27 側面から流動化空気を流入する。下部容器 27 と流動化容器 26 は、流動層装置 A と同様に、ヘルールクランプ 33 で接続する。その他の構成は、流動層装置 A と同様である。

40

【0090】

粉粒体の流動化範囲には、下部容器 27 の逆円錐台形多孔板 30、流動化容器 26、バグフィルタ 25 が含まれる。多孔板 30 の下端と上端の内径はそれぞれ 4 mm と 28.5 mm、流動化容器 26 の下端と上端の内径はそれぞれ 28.5 mm と 100 mm、バグフィルタ 25 の内径は 100 mm、多孔板 30 の高さは 35 mm、流動化容器 26 の高さは 100 mm、バグフィルタ 25 の高さは 160 mm である。但し、これら寸法は、一例で

50

あって、適宜に変更可能なことは言うまでもない。

【0091】

粉粒体またはコーティング核粒子の1gを仕込み、多孔板30からの流動化空気量4L/minを流入させ、下側スプレーノズル1は液速度0.05g/min、空気量9L/minとし、上側スプレーノズル21を用いないとき、造粒顆粒または徐放性被膜を形成したコーティング物が得られる。

【0092】

また、コーティング核粒子の1gを仕込み、多孔板30からの流動化空気を用いずに、上側スプレーノズル21から空気量9L/minを噴出させ、下側スプレーノズル1は液速度0.05g/min、空気量9L/minとして徐放性被膜を形成したコーティング物が得られる。このように、上側スプレーノズル21からの空気噴出を併用することは、コーティング核粒子の過剰な流動化による破碎を防止したり、対向する空気によってコーティング核粒子の流動高さを低く押さえた結果、スプレー液のスプレー域で流動粒子の空隙を低減してコーティングの収率を高めることに効果があった。

10

【0093】

仕込量1gにおいて、(乳糖200meshとコーンスターチの7対3の混合粉体)、および小径粒のコーティング核粒子を用い、多孔板30からの空気流入を行わないとき、下側スプレーノズル1の空気量が多いときには流動空気流入直後に流動化容器26とバグフィルタ25内壁に粉粒体が付着して流動粒子が無くなり、多孔板30からの空気量が少ないときには粉体層中央部が吹き抜けるラットホール現象が生じて流動化せず、バイブレータ56を用いるとさらに強固な架橋を引き起こし逆効果であった。適正な流動化を得るためには、バイブレータ56の0.5sec作動-2sec停止と間欠的な併用と、逆円錐台形多孔板30の通気速度が2L/minから4L/minの間であった。バグフィルタ25の払い落としは、空気量12L/min、リング状パイプ58の上下速度4sec/cycleであった。

20

【0094】

流動層装置Bにおいて、粉体仕込量が1~10g、流動化空気量が1~6L/min、前記スプレー液を噴霧する側のスプレーノズルの空気量が6~12L/minの範囲で少なくとも、有効な流動化がなされることを確認した。

【0095】

次に、前記各実施例のスプレーノズルを装着した流動層装置のさらに別の一例について説明する。

30

図18は、流動層装置Cを示す概略縦断面図であり、流動化容器26と下部容器27の部分のみを示している。流動層装置Cは、前記流動層装置Aおよび前記流動層装置Bとほぼ同様の構成である。そこで、以下では、両者の異なる点を中心に説明し、対応する箇所には同一の符号を付して説明する。

【0096】

流動層装置Cは、図18で示した流動化容器26および下部容器27の構成において、前記流動層装置Aと異なる。従って、流動層装置Cは、前記流動層装置Aにおいて、その流動化容器26付きの下部容器27を、図18のものに付け替えたものといえる。この付け替えは、容器昇降装置40の上下動により容易に行うことができる。

40

【0097】

図18の構成は、図17の構成の変形例といえる。すなわち、前記流動層装置Bに、ドラフトチューブ67を設置すると共に、下側スプレーノズル1の構成を変更したものに相当する。図19は、流動層装置Cのドラフトチューブ67を示す概略斜視図である。流動層装置Cのドラフトチューブ67は、逆円錐台形の筒状体68からなり、その下端部からやや上方位置の外周部に設けた円板69を、流動化容器26と下部容器27との間に挟み込んで設置する。設置状態において、流動化容器26の下部開口と対応する位置には、周方向に沿って複数の開口70が配置されているので、流動化容器26と下部容器27とはほぼ全域で連通する。

50

【0098】

図20は、流動層装置Cの下側スプレーノズル1を示す拡大縦断面図である。この下側スプレーノズル1は、前記流動層装置Aにおける上側スプレーノズル21の変形例であり、前記弾性材65を金網71に変更したものである。この金網71は、その外周部が、キャップ6の先端面に固定される。そして、流動層装置Cは、前記流動層装置Bと同様に使用される。

【0099】

なお、流動層装置Cの多孔板30は、上述したように上下ともに開放した逆円錐台形であるが、上端をパッキンで、下端をOリングでシールし、平曇織り金網24/200meshを1枚、または60/400meshを1枚用い、下部容器27に装着し、下部容器27側面から流動化空気を流入する。

【0100】

粉粒体の流動化範囲には、下部容器27の逆円錐台形多孔板30、ドラフトチューブ67(筒状体68)、流動化容器26、バグフィルタ25が含まれる。多孔板30の下端と上端の内径はそれぞれ9.5mmと28.5mm、ドラフトチューブ67の下端と上端の内径はそれぞれ8mmと22mm、流動化容器26の下端と上端の内径はそれぞれ28.5mmと100mm、バグフィルタ25の内径は100mm、多孔板30の高さは24.5mm、ドラフトチューブ67の高さは50mm、流動化容器26の高さは100mm、バグフィルタ25の高さは160mmである。但し、これら寸法は一例であって、適宜に変更可能なことは言うまでもない。

【0101】

粉粒体またはコーティング核粒子の0.5gを仕込み、多孔板30からの流動化空気量4L/minを流入させ、下側スプレーノズル1は液速度0.05g/min、空気量9L/minとし、上側スプレーノズル21を用いないとき、造粒顆粒または徐放性被膜を形成したコーティング物が得られる。

【0102】

また、コーティング核粒子の0.5gを仕込み、多孔板30からの流動化空気と、下側スプレーノズル1外周(空気供給管64)から補助空気量1L/minを噴出させ、下側スプレーノズル1は液速度0.03g/min、空気量9L/minとするとき、100μm以下の微粒子に対して徐放性被膜を形成したコーティング物が得られる。下側スプレーノズル1の金網71からの空気噴出は、スプレー液のスプレー域で流動粒子の空隙を大きくして小径粒のコーティング核粒子の過剰な濡れによる凝集を防止する効果があった。

【0103】

付着凝集性の高い粉粒体では、バイブレータ56を0.5sec作動-2sec停止と間欠的に作動させ、ドラフトチューブ67や、流動化容器26内壁の付着を防止した。バグフィルタ25の払い落としは、空気量12L/min、リング状パイプ58の上下速度4sec/cycleであった。

【0104】

流動層装置Cにおいて、粉体仕込量が0.5~5g、流動化空気量が1~6L/min、前記スプレー液を噴霧する側のスプレーノズルの空気量が6~12L/minの範囲で少なくとも、有効な流動化がなされることを確認した。

【0105】

以上、前記各流動層装置A、流動層装置B、流動層装置Cによれば、次のような作用効果がある。

【0106】

1. 粉体の流動域にバグフィルタを含めたことにより装置が極めてコンパクトになった。バグフィルタの外周の多数の圧力空気吹き出し口を備えたリング状パイプから、空気をバグフィルタに向けて吹き出し、パイプを上下させることによって粉体を払い落とす機構により、シェイキング方式の間欠的な流動停止や、パルスエア逆洗式で用いる多量の逆流空気による不安定な流動化が解消された。多孔板通気空気量が20L/minで、上

10

20

30

40

50

側スプレーノズルが空気量 12 L/min のような、対向する空気量が拮抗するにしたがって粉体の流動化が阻害される現象も、パイプレータを併用して流動化容器を振動させることにより円滑な流動化を得た。

【0107】

2. 仕込量を 1 g にしようとするとき、流動層装置 A に示すような平板の多孔板では、仕込量に起因する粉体層高さが小さすぎて空気流の吹き抜けがおり、流動化させることができない。この対策は、流動層装置 B で示す噴流型流動層で可能となる。但し、静電気による付着凝集やラットホール現象は、ほとんどの試料粉体で発生した。下方スプレーノズルの空気量が多いときには流動空気流入直後に流動化容器とバグフィルタ内壁に粉体が付着して流動粒子が無くなり、空気量が少ないときには粉体層中央部が吹き抜けるラットホール現象が生じて流動化せず、この中間で円滑な流動が行える範囲は存在しなかった。仕込量 1 g の流動化は、噴流型流動層、パイプレータと逆円錐台形多孔板からの空気流入の併用によってのみ可能であった。

10

【0108】

また、付着やラットホールが生じないコーティング核粒子では、上側スプレーノズルからの空気噴出を併用して、コーティング核粒子の過剰な流動化による破砕を防止したり、対向する空気によってコーティング核粒子の流動高さを低く押さえた結果、液のスプレー域で流動粒子の空隙を低減してコーティングの収率を高めることに効果があった。

【0109】

3. 流動層装置 C のドラフトチューブ付き流動層は、ドラフトチューブの下端で粉体が滞留することが良く知られている。本装置のような微少の粉体を仕込む場合は、小型化に起因する粉体循環経路が極めて狭くなり粉体の滞留が著しい。この対策には、ドラフトチューブ下端付近外周を逆円錐台形多孔板として流動化空気を流入させたことと、下側スプレーノズル外周からの空気噴出が、極めて効果的であった。

20

【0110】

なお、本発明のスプレーノズルは、前記各実施例の構成に限らず、適宜変更可能であり、流動層装置以外にも使用することができる。たとえば、攪拌造粒機や噴霧乾燥機、および単にミストを発生させる場合にも使用することが可能である。

【0111】

また、本発明のスプレーノズルを使用した前記各流動層装置において、下部容器の底部には、ヒータによって加熱された空気を流入させるスプレーノズルの代わりに単に空気孔を接続してもよい。また、流動化容器とバグフィルタは押上シリンダで自動的に接続する代わりに、ヘルールクランプで接続してもよい。さらに、バグフィルタは、静電気による爆発防止対策として、コロナ放電式の布、およびアース線入りをういてもよい。

30

【0112】

また、バグフィルタの払い落としは、上端を閉じ、下端を開放し、流動化空気を停止して機械的にバグフィルタを上下振動させる方式も採用できる。また、上端の開放し、下端を閉じ、流動化空気を停止せずに、バグフィルタの上端から圧縮空気を間欠的に流入させてバグフィルタに衝撃を与える方式も採用できる。しかしながら、上述の微少量の液速度や空気量を取り扱うスプレーノズル付きの流動層では、前者の間欠的流動の停止や、後者の

40

【0113】

さらに、バグフィルタは、逆円錐台形の流動化容器に直結し流動化容器の一部を成したこと、流動化容器の一部でありながら流動化空気と粉体とを分離し粉体を直ちに液のスプレー域へ循環させた形状が、微少量の粉体を効果的に造粒およびコーティングして収率を高めた。

【0114】

また、付帯設備には、圧縮空気源、単相 100 V 電源、圧縮空気を加熱する電気ヒータ、汎用のチューピングポンプ、内径 0.5 mm または 1.0 mm で外径 3.0 mm のシリ

50

コンチューブ、および前記各実施例に述べた機器を稼働・計測する操作盤などで構成し、特殊な機器は用いなかった。なお、粉体試料には、200 mesh 乳糖、コーンスターチ、100～850 μm の各種コーティング核粒子、ヒドロキシプロピルセルロース HPC-L、アクリル分散液 L-30D を用いた。

【図面の簡単な説明】

【0115】

【図1】本発明のスプレーノズルの実施例1を示す断面図である。

【図2】図1のスプレーノズルの性能試験の結果を示す図である。

【図3】図1のスプレーノズルの性能試験の結果を示す図である。

【図4】図1のスプレーノズルの性能試験の結果を示す図である。

10

【図5】液管の先端部が円筒状のインサートにより噴霧した結果を示す図である。

【図6】液管の先端部が円筒状のインサートにより噴霧している状態を示す図である。

【図7】図1のスプレーノズルにより噴霧している状態を示す図である。

【図8】本発明のスプレーノズルの実施例2を示す断面図である。

【図9】図8のスプレーノズルの性能試験の結果を示す図である。

【図10】図8のスプレーノズルの性能試験の結果を示す図である。

【図11】図8のスプレーノズルの性能試験の結果を示す図である。

【図12】図8のスプレーノズルを使用して、HPC-L 水溶液を噴霧した結果を示す図である。

【図13】流動層装置の一例を示す概略正面視縦断面図である。

20

【図14】図13におけるX-X断面図である。

【図15】図13におけるY-Y断面図である。

【図16】上側スプレーノズルを拡大して示す概略縦断面図である。

【図17】流動層装置の別の一例を示す概略縦断面図であり、流動化容器と下部容器の部分のみを示している。

【図18】流動層装置のさらに別の一例を示す概略縦断面図であり、流動化容器と下部容器の部分のみを示している。

【図19】図18の流動層装置のドラフトチューブを示す概略斜視図である。

【図20】図18の流動層装置のスプレーノズルを示す拡大縦断面図である。

【図21】従来のスプレーノズルを示す断面図である。

30

【図22】図21のスプレーノズルにおいて、空気量70 L/minにおける液速度とミスト径の関係を示す図である。

【図23】図21のスプレーノズルにおいて、空気量および液速度を少なくして噴霧した結果を示す図である。

【図24】図21のスプレーノズルにより噴霧した結果を示す図である。

【符号の説明】

【0116】

1 スプレーノズル

2 外ケース

3 インサート

6 キャップ

10 小径穴(先端開口部)

14 液管

15 円錐台状部

16 円錐台状部

16 a 短円筒状部

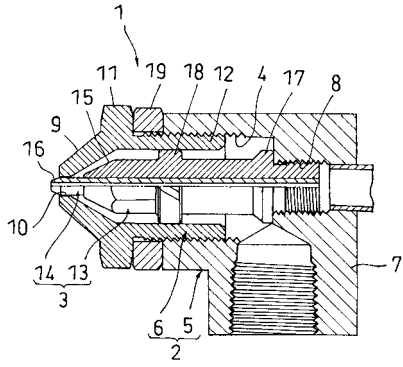
20 傾斜溝

65 弾性材

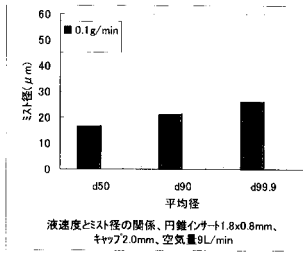
71 金網

40

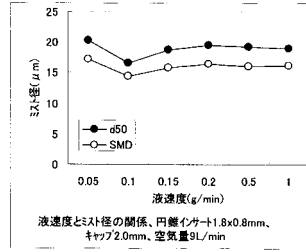
【 図 1 】



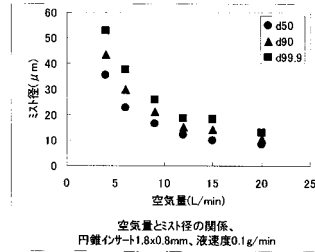
【 図 2 】



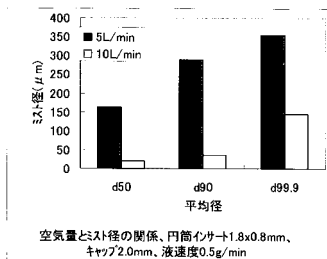
【 図 3 】



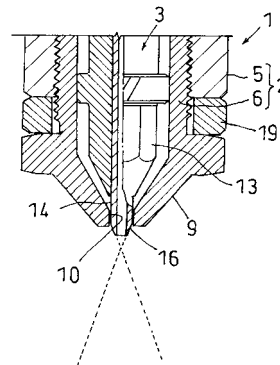
【 図 4 】



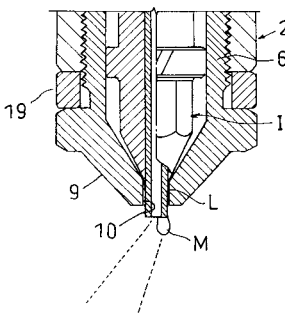
【 図 5 】



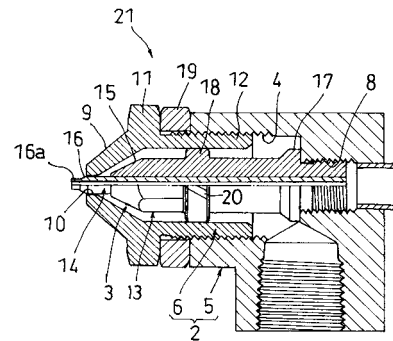
【 図 7 】



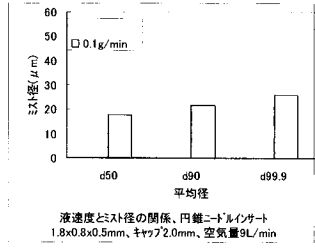
【 図 6 】



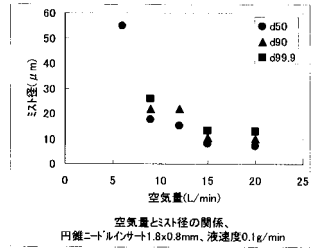
【 図 8 】



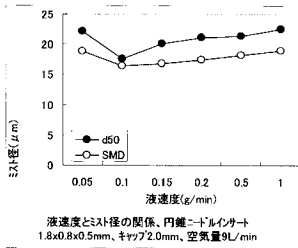
【図 9】



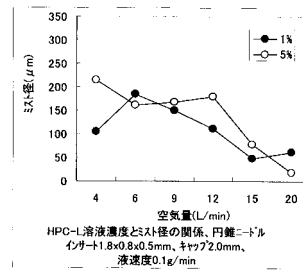
【図 11】



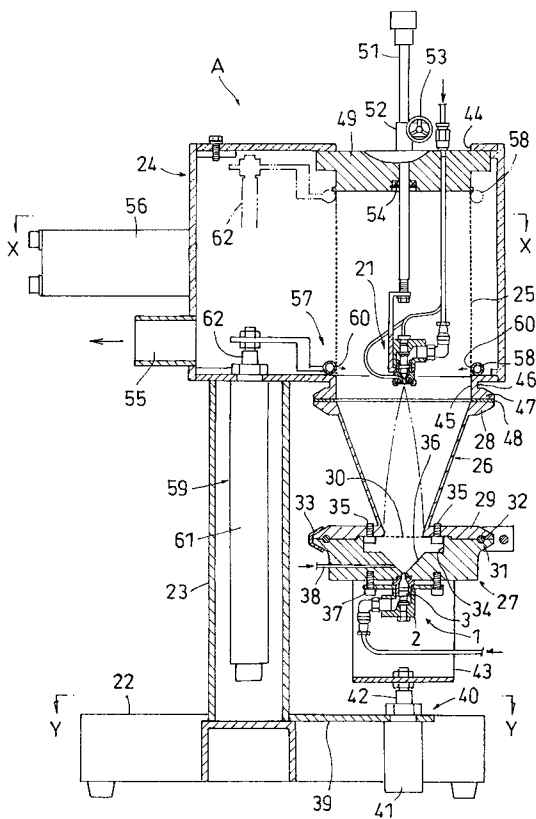
【図 10】



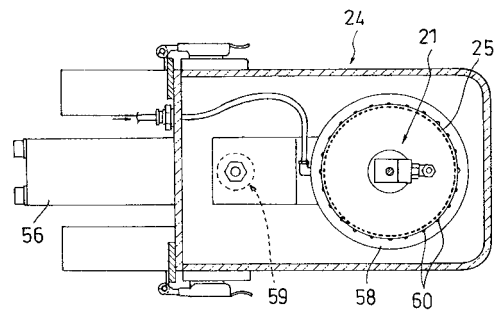
【図 12】



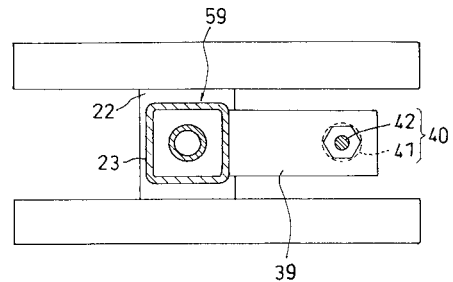
【図 13】



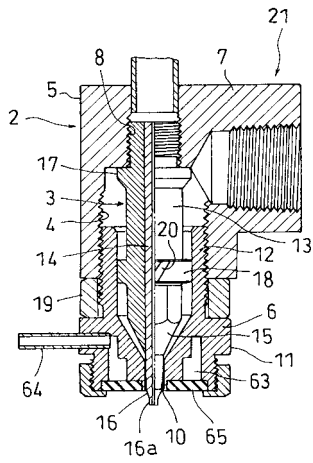
【図 14】



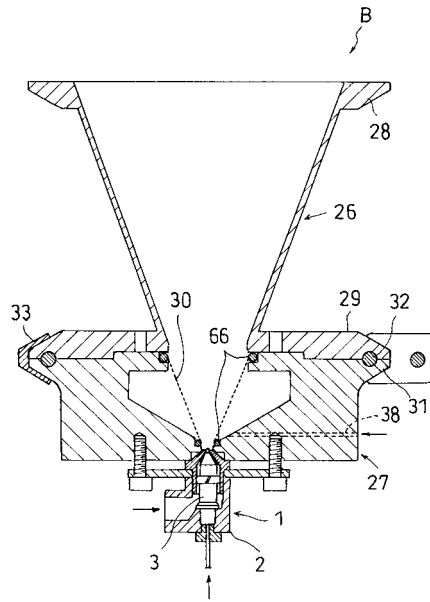
【図 15】



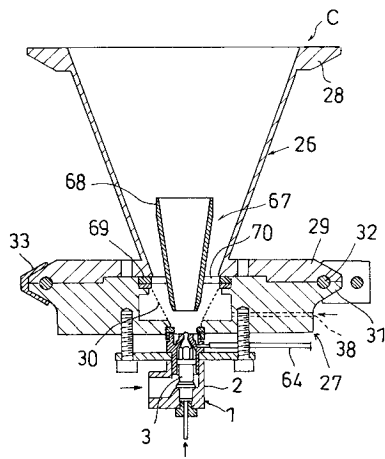
【図16】



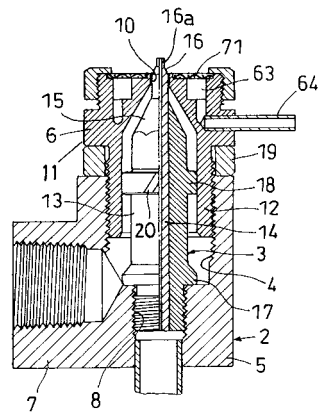
【図17】



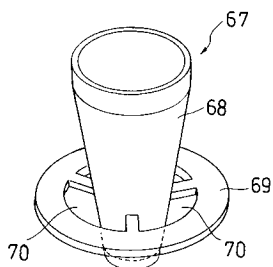
【図18】



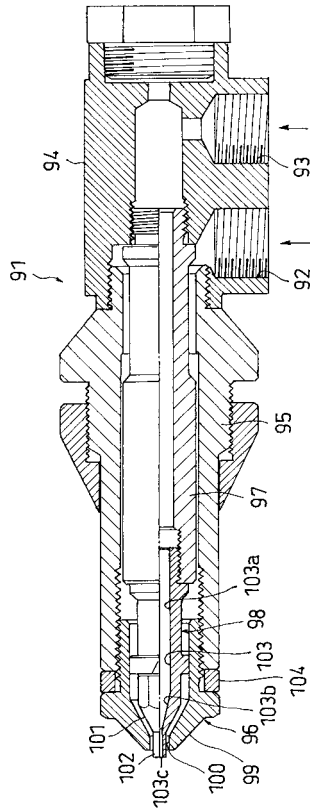
【図20】



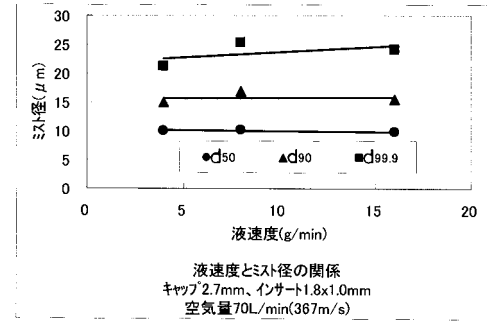
【図19】



【 図 2 1 】



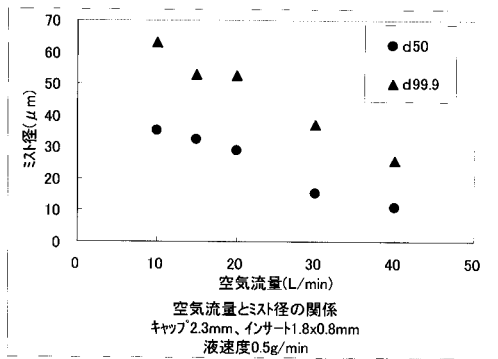
【 図 2 2 】



【 図 2 3 】

空気量 (L/min)	キャップの先端開口の直径 (mm)		
	2.3	2.5	2.7
5	x	x	x
10	x	x	x
15	x	x	x
20	x	x	x
30	○	x	x
40	○	x	x
68	○	○	○
75	○	○	○
89	○	○	○

【 図 2 4 】



フロントページの続き

(72)発明者 浅井 直親

大阪府和泉市黒鳥町3 - 2 0 - 1

(72)発明者 上野 隆司

大阪府河内長野市南ヶ丘3 8 - 2 0

Fターム(参考) 4F033 QA01 QA08 QB02Y QB03X QB12Y QB18 QD02 QD19 QD25 QE05
QE09 QE21