

(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2004-330130

(P2004-330130A)

(43) 公開日 平成16年11月25日(2004.11.25)

(51) Int.Cl.⁷B01D 7/00
// F26B 5/06

F I

B01D 7/00
F26B 5/06

テーマコード (参考)

3L113
4D076

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2003-131483 (P2003-131483)
(22) 出願日 平成15年5月9日(2003.5.9)(71) 出願人 000162261
共和真空技術株式会社
東京都港区西新橋一丁目18番17号明産ビル
(74) 代理人 100065053
弁理士 新聞 和郎
(72) 発明者 細見 博
東京都港区西新橋一丁目18番17号明産ビル 共和真空技術株式会社内
(72) 発明者 池田 康博
東京都港区西新橋一丁目18番17号明産ビル 共和真空技術株式会社内
Fターム(参考) 3L113 AA05 AC24 AC83 AC86 BA36
DA04
4D076 BD10 CD21 DA10 DA21 FA02
FA22 JA03

(54) 【発明の名称】 凍結乾燥装置の堅型チューブの内壁面に対する液材料の凍結方法と凍結乾燥装置

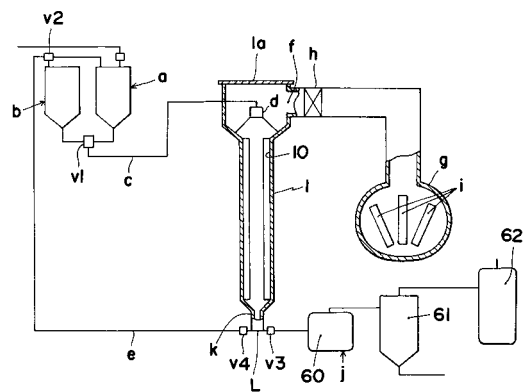
(57) 【要約】

【課題】 液材料を縦方向のチューブの内壁面に、中空のパイプ状に凍結させ、これを真空中で凍結乾燥させる凍結乾燥手段において、チューブ内に供給した液材料を、チューブの内壁面に中空のパイプ状に凍結させるのが、凍結行程の終了時に未凍のまま残す未凍液の量を、極く少なくして行えるようにする。

【解決手段】 液材料をスプレーノズルdにより堅型チューブ1の内壁面10に対し散布してチューブ状の凍結層に凍結させ、未凍のまま流下する液材料を、堅型チューブ1の下端に接続する管路kの液溜部Lに集めて回収ラインeにより他方のタンクに回収させ、一方のタンク内の液材料が空になったところで、第1・第2のタンクa・bの給液ラインcおよび回収ラインeに対する接続を入れ換えて、スプレーノズルdからの液材料のスプレーと未凍液の回収を行い、これの繰り返しにより、堅型チューブ1の内壁面に液材料を中空パイプ状に凍結させる。

。

【選択図】 図3



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

液状の被乾燥材料を、縦型チューブ 1 に供給してその内壁面 10 に中空パイプ状に凍結させ、これを真空下において凍結乾燥させる凍結乾燥手段において、縦型チューブ 1 に対して供給する液材料を一時貯溜しておくタンクに、少なくとも第 1 タンク a と第 2 タンク b との 2 つ以上の複数を用意し、それらタンク a・b を、縦型チューブ 1 の上方乃至内腔に配設するスプレーノズル d に接続する給液ライン c に対し交互に切り替わって連通するように接続し、縦型チューブ 1 の下端側に接続する管路 k には、縦型チューブ 1 内を流過する液材料を回収する回収ライン e の上流側を接続連通し、その回収ライン e の下流側を、前記第 1・第 2 のタンク a・b に対し交互に切り替わって連通するように接続しておき、前記第 1・第 2 のタンク a・b の一方に液材料の所定量を注入して、その液材料を給液ライン c を介しスプレーノズル d に送給し、そのスプレーノズル d により縦型チューブ 1 の内壁面 10 に対し散布してチューブ状の凍結層に凍結させ、未凍のまま流下する液材料を、縦型チューブ 1 の下端に接続する管路 k の液溜部 L に集めて回収ライン e により他方のタンクに回収させ、一方のタンク内の液材料が空になったところで、第 1・第 2 のタンク a・b の給液ライン c および回収ライン e に対する接続を入れ換えて、スプレーノズル d からの液材料のスプレーと未凍液の回収を行い、これの繰り返しにより、縦型チューブ 1 の内壁面に液材料を中空パイプ状に凍結させることを特徴とする凍結乾燥装置の縦型チューブの内壁面に対する液材料の凍結方法。

【請求項 2】

外周を不凍熱媒流体が循環するジャケット囲い内壁面 10 を液状の被乾燥材料の凍結面とするとともに凍結した被乾燥材料に対し昇華熱を供給する加熱面とする縦型チューブ 1 と、その縦型チューブ 1 の上方に接続する気密室 1 a と、トラップ i を収蔵して前記気密室 1 a に設けた真空引口 f にバルブ h を介して接続するトラップ室 g と、調整した液材料を貯溜させる少なくとも 2 つ以上のタンク a・b と、縦型チューブ 1 の上方乃至内腔に配設する液材料スプレー用のスプレーノズル d と、タンク a・b 内の液材料をスプレーノズル d に導く給液ライン c と、スプレーノズル d から散布されて縦型チューブ 1 内を流下する液材料の未凍部を回収して前記タンク a・b に送給する回収ライン e と、給液ライン c をタンク a・b に対し交互に接続する状態に切り替える切替バルブ v 1 と、回収ライン e をタンク a・b に対し交互に接続する状態とに切り替える切替バルブ v 2 と、からなり、切替バルブ v 1・v 2 は、給液ライン c を一方のタンク a に接続させたときに、回収ライン e が他方のタンク b と接続する状態となるように制御せしめてあることを特徴とする凍結乾燥装置。

【請求項 3】

縦型チューブ 1 の上方の気密室 1 a または縦型チューブ 1 の下端側の管路 k に加圧空気を吐出するチューブ加圧弁 v 1 3 を設けて、縦型チューブ 1 の内腔およびその下方に接続する管路 k 内を加圧し、タンク a・b にはベント弁 v 1 4 を設けて、回収ライン e に接続させた側のタンク内を大気開放させ、縦型チューブ 1 内を流過して管路 k に流下してくる未凍の液材料を、縦型チューブ 1 および管路 k 内に与えるエアの圧力により、回収ライン e でタンク a・b のうちの一方のタンクに向け圧送することを特徴とする請求項 2 記載の凍結乾燥装置。

【請求項 4】

縦型チューブ 1 の下端側に接続する管路 k に、略水平な液溜部 L の上流側を接続して設け、その液溜部 L の下流側に回収ライン e を接続したことを特徴とする請求項 2 または請求項 3 記載の凍結乾燥装置。

【請求項 5】

縦型チューブ 1 の下端側に接続する管路 k に流下してくる未凍の液材料を縦型チューブ 1 内のエアの圧力によりタンク a・b のうちの一方のタンクに向け圧送する回収ライン e を、大径の回収ライン e 1 と小径の回収ライン e 2 とに分け、縦型チューブ 1 内のエアの圧力の低下により大径の回収ライン e 1 に設けたバルブ v 9 を閉じて小径の回収ライン

e 2 により未凍液を圧送させることを特徴とする請求項 2 または請求項 3 記載の凍結乾燥装置。

【請求項 6】

タンク a・b 内に、側枝状のエアータ出管 9 1 を設けた泡立ち防止管 9 を配設し、そのタンク a・b から上方に突出する上端側に回収ライン e の下流側を接続せしめることを特徴とする請求項 2 または請求項 3 記載の凍結乾燥装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】

本発明は、原材料から調整した薬液等の液状の被乾燥材料を、外周面が不凍熱媒流体により加熱と冷却が可能となっている縦方向のチューブの内壁面に、所定厚さの凍結層に凍結させ、その凍結層を真空下において、昇華熱の供給により凍結乾燥させる凍結乾燥手段において、液状の被乾燥材料を、チューブの内壁面に凍結層として凍結させる凍結手段に関する。

【0002】

【従来の技術】

液状の被乾燥材料を、縦方向のチューブの内壁面に凍結層として凍結させ、それを真空下において凍結乾燥させる凍結乾燥手段において、液状の被乾燥材料のチューブの内壁面に対する凍結は、従前にあっては、例えば、特公平 6-35911 号公報にある手段より行われている。

【0003】

この手段は、図 1・および図 2 にあるように、被凍結乾燥材料に熱を供給する加熱面を兼ねる冷却面を、縦型チューブ 1 の内壁面 10 により構成し、これを収容する乾燥室の隔壁を縦型筒状体 2 の筒壁 20 により形成し、縦型チューブ 1 の内壁面 10 に凍結させた被乾燥材料から昇華させる水蒸気を捕集して真空に保つトラップ（蒸気凝結器）30 を、前記乾燥室を形成する縦型筒状体 2 の筒壁 20 の外周に配設し、そのトラップ 30 の外周を、外筒状の機壁 4 で囲い、その機壁 4 と前記乾燥室の隔壁を形成する縦型筒状体 2 の筒壁 20 との間をトラップ室 3 に形成し、その縦型筒状体 2 の筒壁 20 の内周面と縦型チューブ 1 の外周面との間の空間に、不凍熱媒流体を循環させて、縦型チューブ 1 の内壁面 10 の冷却面の加熱と冷却とを可能として、縦型チューブ 1 の内壁面 10 に凍結させる被乾燥材料を真空下において凍結乾燥させる形態の真空凍結乾燥装置 A に構成する。

【0004】

そして、これの縦型チューブ 1 の内周面 10 に対し被乾燥材料を凍結層として凍結させるのは、図 1 にあるように、縦型チューブ 1 の底面側の開口を、ヒンジ 50 中心に開閉回動する扉 5 の上面側との間に、液状に調整した被乾燥材料の流路 51 を形成して、この流路 51 に連通させておき、この流路 51 に供給管 11 から液状の被乾燥材料を供給して、縦型チューブ 1 の内腔に押し上げ、そのレベルが縦型チューブ 1 の上端側の開口近くになったところで、被乾燥材料の供給を停める。

【0005】

この状態で、縦型筒状体 2 の内周面 20 と縦型チューブ 1 の外周面との間に、ブラインノズル 21 から送給して排出管 22 から排出させる不凍熱媒流体の循環による冷却で、この液状の被乾燥材料を縦型チューブ 1 の内壁面 10 に凍結させる。

【0006】

これによる被乾燥材料の縦型チューブ 1 の内壁面に凍結する凍結層の厚さが所定の厚さに達したところで、凍結の行程を止め、未凍の被乾燥材料を供給管 11 から抜き出し、縦型チューブ 1 内に所定の厚さの凍結層が中空のパイプ状に残る状態として、凍結行程を終了させる。

【0007】

次いで、乾燥行程に移行させ、中空パイプ状の凍結層に凍結した被乾燥材料の内面から水蒸気を昇華させて乾燥させるようにしている。

10

20

30

40

50

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

上述の、豎型チューブ1内に液状の被乾燥材料を押し上げるように、所定のレベルまで張り込んで、それを豎型チューブ1の内壁面10に凍結させ、その凍結層が所定の厚さになったところで、未凍液を落として、豎型チューブ1の内壁面10に、中空パイプ状に液材料を凍結させる手段には、液材料を凍結させたときに抜き出す未凍液がかなりの量となることで、この抜き出して廃棄することになる未凍液による損失が大きい問題がある。

【0009】

この液材料を豎型チューブ1内面に凍結させた後に抜き出す未凍液の量の、豎型チューブ1内に供給する液材料の量に対する割合は、豎型チューブ1を直径85ミリとし、これに10数ミリの厚さに液材料を凍結させる場合でいえば、殆ど3分の2に近い量となる。 10

【0010】

この抜き出す未凍液の量は、豎型チューブ1の内周面に凍結させる液材料の凍結層の厚さを厚くすることで少なくし得るが、豎型チューブ1内面に凍結させる液材料を、中空のパイプ状に形成するのは、乾燥行程時にその内周面を水蒸気の昇華面とするためであり、凍結層からの昇華が、効率よく、かつ、凍結層の各部位から均一に行われるようにするには、中空のパイプ状に豎型チューブ1の内壁面10に凍結させる液材料の凍結層の中心穴の径を、凍結層の厚さに対し十分に広くしなければならないので、液材料を凍結させた後に抜き出す未凍液の量は、豎型チューブ1内に供給する液材料の全量に対してかなりの量となる。 20

【0011】

真空乾燥装置が多連に並設してあって、第1位の装置で抜き出した未凍液を、第2位の装置に供給することで、損失にならないようにはなるが、最後位の装置において抜き出した未凍液は、凍結させるべき豎型チューブ1がないことで、使用できない。そして、液材料が薬液のように、液材料に調整した後の品質変化などで保存期間に制約がある場合には、廃棄するより他はなく、凍結乾燥により製造する製品には、例えば耳かき一杯で数十万円もするものがあるので、この凍結させ得ないで廃棄することになる未凍液の量を少なくすることは、大きな問題となる。

【0012】

本発明は、この問題を解消するためになされたものであって、液材料を豎方向のチューブの内壁面に、中空のパイプ状に凍結させ、これを真空下において昇華熱の供給により、凍結乾燥させる凍結乾燥手段において、チューブ内に供給した液材料を、チューブの内壁面に中空のパイプ状に凍結させるのが、凍結行程の終了時に未凍のまま残す未凍液の量を、極く少なくして行えるようにする手段を提供することを目的とする。 30

【0013】

【課題を解決するための手段】

そして、本発明は、この目的を達成するための手段として、請求項1に記載した、液状の被乾燥材料を、豎型チューブ1に供給してその内壁面10に中空パイプ状に凍結させ、これを真空下において凍結乾燥させる凍結乾燥手段において、豎型チューブ1に対して供給する液材料を一時貯溜しておくタンクに、少なくとも第1タンクaと第2タンクbとの2つ以上の複数を用意し、それらタンクa・bを、豎型チューブ1の上方乃至内腔に配設するスプレーノズルdに接続する給液ラインcに対し交互に切り替わって連通するよう接続し、豎型チューブ1の下端側に接続する管路kには、豎型チューブ1内を流過する液材料を回収する回収ラインeの上流側を接続連通し、その回収ラインeの下流側を、前記第1・第2のタンクa・bに対し交互に切り替わって連通するよう接続しておき、前記第1・第2のタンクa・bの一方に液材料の所定量を注入して、その液材料を給液ラインcを介しスプレーノズルdに送給し、そのスプレーノズルdにより豎型チューブ1の内壁面10に対し散布してチューブ状の凍結層に凍結させ、未凍のまま流下する液材料を、豎型チューブ1の下端に接続する管路kの液溜部Lに集めて回収ラインeにより他方のタンクに回収させ、一方のタンク内の液材料が空になったところで、第1・第2のタンクa・bの 40 50

給液ライン c および回収ライン e に対する接続を入れ換えて、スプレーノズル d からの液材料のスプレーと未凍液の回収を行い、これの繰り返しにより、堅型チューブ 1 の内壁面に液材料を中空パイプ状に凍結させることを特徴とする凍結乾燥装置の堅型チューブの内壁面に対する液材料の凍結方法を提起するものである。

【0014】

また、これに併せて、請求項 2 に記載した、外周を不凍熱媒流体が循環するジャケット囲い内壁面 10 を液状の被乾燥材料の凍結面とするとともに凍結した被乾燥材料に対し昇華熱を供給する加熱面とする堅型チューブ 1 と、その堅型チューブ 1 の上方に接続する気密室 1 a と、トラップ i を収蔵して前記気密室 1 a に設けた真空引口 f にバルブ h を介して接続するトラップ室 g と、調整した液材料を貯溜させる少なくとも 2 つ以上のタンク a ・ b と、堅型チューブ 1 の上方乃至内腔に配設する液材料スプレー用のスプレーノズル d と、タンク a ・ b 内の液材料をスプレーノズル d に導く給液ライン c と、スプレーノズル d から散布されて堅型チューブ 1 内を流下する液材料の未凍部を回収して前記タンク a ・ b に送給する回収ライン e と、給液ライン c をタンク a ・ b に対し交互に接続する状態に切り替える切替バルブ v 1 と、回収ライン e をタンク a ・ b に対し交互に接続する状態とに切り替える切替バルブ v 2 と、からなり、切替バルブ v 1 ・ v 2 は、給液ライン c を一方のタンク a に接続させたときに、回収ライン e が他方のタンク b と接続する状態となるように制御せしめてあることを特徴とする凍結乾燥装置を提起し、

【0015】

さらに、請求項 3 に記載の、堅型チューブ 1 の上方の気密室 1 a または堅型チューブ 1 の下端側の管路 k に加圧空気を吐出するチューブ加圧弁 v 1 3 を設けて、堅型チューブ 1 の内腔およびその下方に接続する管路 k 内を加圧し、タンク a ・ b にはベント弁 v 1 4 を設けて、回収ライン e に接続させた側のタンク内を大気開放させ、堅型チューブ 1 内を流過して管路 k に流下してくる未凍の液材料を、堅型チューブ 1 および管路 k 内に与えるエアの圧力により、回収ライン e でタンク a ・ b のうちの一方のタンクに向け圧送することを特徴とする請求項 2 記載の凍結乾燥装置、

【0016】

および請求項 4 に記載の、堅型チューブ 1 の下端側に接続する管路 k に、略水平な液溜部 L の上流側を接続して設け、その液溜部 L の下流側に回収ライン e を接続したことを特徴とする請求項 2 または請求項 3 記載の凍結乾燥装置、

【0017】

および請求項 5 に記載の、堅型チューブ 1 の下端側に接続する管路 k に流下してくる未凍の液材料を堅型チューブ 1 内のエアの圧力によりタンク a ・ b のうちの一方のタンクに向け圧送する回収ライン e を、大径の回収ライン e 1 と小径の回収ライン e 2 とに分け、堅型チューブ 1 内のエアの圧力の低下により大径の回収ライン e 1 に設けたバルブ v 9 を閉じて小径の回収ライン e 2 により未凍液を圧送させることを特徴とする請求項 2 または請求項 3 記載の凍結乾燥装置、

【0018】

ならびに請求項 6 記載の、タンク a ・ b 内に、側枝状のエア吐出管 9 1 を設けた泡立ち防止管 9 を配設し、そのタンク a ・ b から上方に突出する上端側に回収ライン e の下流側を接続せしめることを特徴とする請求項 2 または請求項 3 記載の凍結乾燥装置を提起するものである。

【0019】

【発明の実施の形態】

次に本発明手段の実施の態様を、図面に随い実施例について説明する。

図 3 は本発明手段を実施せる凍結乾燥装置の全体の展開図で、同図において、1 は、内壁面 10 に液材料を中空のパイプ状に凍結させる堅型チューブ、1 a は堅型チューブ 1 の上方に接続する気密室、a はその堅型チューブ 1 に対して供給する液材料を一時貯溜させておく第 1 タンク、b はこれに並設しておく第 2 タンク、c は、第 1 タンク a および第 2 タンク b から液材料を堅型チューブ 1 に導く給液ライン、d はその給液ライン c で導かれ

る液材料を豎型チューブ1内壁面に対しスプレーにより供給するよう豎型チューブ1内に配設したスプレーノズル、eはそのノズルdから豎型チューブ1の内壁面に供給されて、凍結しきれずに流下する未凍液を回収する回収ライン、fは豎型チューブ1の内壁面10への液材料の凍結行程が終えて、中空パイプ状に凍結した液材料の凍結層を、真空下において、昇華熱の供給により真空乾燥させるときに、昇華してくる水蒸気を引き出すよう気密室1aに設けた真空引口、gはこの真空引口fにバルブhを介して接続するトラップ室、iはトラップ室g内に設けた水蒸気を捕集するトラップ、jは凍結層の乾燥行程を終えて、豎型チューブ1の下方に接続する管路kに落下させる乾燥した凍結層を粉碎する粉碎装置で、微粉碎器60とサイクロン61とバッグフィルタ62とを具備する。

【0020】

10

v1は、給液ラインcの、第1タンクaおよび第2タンクbに対する接続状態を交互に切り替えるよう給液ラインcに設けた切替バルブ、v2は回収ラインeの第1タンクaおよび第2タンクbに対する接続を交互に切り替えるための切替バルブ、v3は常時は閉弁状態に保持せしめておいて、乾燥行程を終えて乾燥した凍結層を粉碎処理するとき、豎型チューブ1の下方の管路kが粉碎装置jに連通するよう開弁状態に切り替わるバルブ、v4は、常態において開弁状態に保持せしめておいて、乾燥し終えた液材料を豎型チューブ1内から落下させて粉碎処理するとき閉弁状態とするように回収ラインeに設けておくバルブである。

【0021】

豎型チューブ1は、ステンレスの金属材により軸線方向を鉛直方向としたシリンダ状に成形し、周囲を図4にあるように、熱媒流体を循環させるジャケット12で囲い、そのジャケット12内に循環させる熱媒流体の温度制御により、内壁面10の温度が所望に制御されるようにしておく。

20

【0022】

この豎型チューブ1の内壁面10に凍結させる液材料の供給は、豎型チューブ1の上部乃至内腔に配設しておくスプレーノズルdによる散布により行う。

【0023】

このスプレーノズルdは、液材料を豎型チューブ1の内壁面10に凍結させる際、それに先立ち、内壁面10に精製水を散布して薄い氷膜を形成し、その氷膜上に液材料を凍結させるようにする場合には、kの氷膜形成用に設けるスプレーノズルdを用い、さらに、精製水の収容しておくタンクおよび給水ラインも、液材料を貯溜せしめておくタンクおよび給水ラインcを共用するようにしてよい。

30

【0024】

しかして、スプレーノズルdは、図4に示す実施例においては、豎型チューブ1の上端側に拡張する拡張筒部状の気密室1aを接続して、その内腔の中心部位にスプレーノズルdを配設し、かつ、この気密室1aの筒壁の下端側を下降側に向け次第に縮径する傾斜壁13に形成して、この傾斜壁13の下端縁を豎型チューブ1の周壁の上端縁に連続させておき、スプレーノズルdから散布される液材料が、この傾斜壁13をつたって豎型チューブ1の内壁面10およびその内壁面10に凍結した液材料の凍結層の表面に流れ込むようにしている。

40

【0025】

このスプレーノズルdにより豎型チューブ1の内壁面10に供給する液材料は、原材料から調整装置により調整して、豎型チューブ1内に中空パイプ状に凍結させるのに対応する所定量に計量し、これを、タンクに一時貯溜し、そのタンクからエアーの加圧による圧送で給液ラインcを経てスプレーノズルdに導き、そのスプレーノズルdで散布するようにするが、その散布は、ジャケット12内の熱媒流体により凍結温度に保持されている豎型チューブ1の内壁面10乃至その凍結した液材料の凍結層に接触したときに、凍結しきれないで流下していく未凍部分が生ずる程度の量として散布するようにする。

【0026】

そして、この未凍のまま豎型チューブ1の内部を下方に流過する散布した液材料の未凍部

50

分は、豎型チューブ1の下方に接続する管路kに形成する液溜まりに集め、そこから回収ラインeを介してタンクに戻し、再び豎型チューブ1に対し供給するようにすることから、タンクには、給液ラインcを介してスプレーノズルdに液材料を供給するための供給用タンクとなる第1タンクaと、回収ラインeを介して回収する液材料の未凍部を一時貯溜させるための回収タンクとなる第2タンクbとの少なくとも2つのタンクを用意する。

【0027】

そして、これら第1・第2のタンクa・bは、それらを、給液ラインcおよび回収ラインeに対して、交互に切り替わって接続するよう切替バルブv1・v2を介して接続しておき、第1タンクaに投入した液材料を、その第1タンクaから給液ラインcを経てスプレーノズルdに送給して豎型チューブ1に対し散布し、それにより未凍のまま豎型チューブ1内を流過する液材料の未凍部を、回収ラインeを介して第2タンクbに回収している状態において、第1タンクa内に投入した液材料の液量が空になったときに、切替バルブv1・v2を切り替えて、第1タンクaが回収ラインeに接続し、第2タンクbが給液ラインcに接続する状態とし、これにより、第2タンクbがそれに回収した未凍の液材料を給液ラインcを経てスプレーノズルdに送り出す供給タンクとなり、第1タンクaが未凍のまま豎型チューブ1内を流過する液材料を回収ラインeを介し回収する回収タンクの役割を果たすようにし、さらに、この第2タンクb内の液材料の液量が空になったとき、再び切替バルブv1・v2の切り替え作動で、第1タンクaと第2タンクbの役割の入れ換えが行えるようにする。

【0028】

このときの、第1タンクaおよび第2タンクb内の液材料の液量が空になったときの検出は、図5示している例の如く、第1・第2の各タンクa・bの底部に接続する排出管70・70に、液量の有無を確認する液量センサs1・s2を、それら排出管70・70の給液ラインcに対する接続をオン・オフするドレン弁v5・v6の上流側に設けておいて、この液量センサs1・s2の検出作動で行うようにしてよい。

【0029】

この図5に示す実施例においては、第1タンクaの排出管70に設けた液量センサs1が液量無しを検出したときに、その排出管70に設けたドレン弁v5が閉じて第2タンクbの排出管70に設けたドレン弁v6を開として、給液ラインcに第2タンクbが接続し、同時に、第1タンクaの上部の給液管71に設けた給液弁v7およびベント弁v14が開き、第2タンクbの上部の給液管71に設けた給液弁v8およびベント弁v14が閉となって、回収ラインeが第1タンクaに接続する状態に切り替わり、また、第2タンクbの排出管70に設けた液量センサs2が液量無しを検出したときに、その排出管70に設けたドレン弁v6を閉じ、第1タンクaの排出管70に設けたドレン弁v5を開いて、給液ラインcに第1タンクaが接続し、同時に、第2タンクbの給液弁v8およびベント弁v14が開き、第1タンクaの給液弁v7およびベント弁v14が閉じて回収ラインeが第2タンクbに接続する状態に切り替わるように制御せしめている。

【0030】

給液ラインcを介してスプレーノズルdからの散布により、豎型チューブ1の内壁面10に対し液材料を供給したときに、未凍のまま豎型チューブ1内を流過する液材料の、回収ラインeにより回収タンクとする第1・第2タンクa・bの何れかへの回収は、この流過する未凍液を、豎型チューブ1の下端側に接続する管路kに適宜形成しておく液溜まりに集め、それを、エアーによる圧送またはポンプ装置によるポンプアップにより、回収ラインeを介し回収タンクとする第1・第2タンクa・bに送り上げるようにしてよいが、液材料が、ポンプ類の回転部分との接触を嫌う薬品である場合には、エアーの圧送により行うようにする。

【0031】

この回収ラインeにより第1・第2タンクa・bに回収される未凍液は、前述した如く、豎型チューブ1の内壁面10にスプレーノズルdから液材料をスプレーして凍結させていく凍結行程の進行に伴い行う第1タンクaおよび第2タンクbの、給液ラインcおよび回

10

20

30

40

50

収ライン e への接続を交互に切り替える度ごとに、次第にその量が減少してくる。

【0032】

そして、その量が、エアーによる圧送、またはポンプアップによる揚送ができなくなるまで低下してきたときに、管路 k および回収ライン e に残る液材料は、第 1・第 2 タンク a・b の何れにも回収できないことで縦型チューブ 1 内に凍結させ得ないことから、廃棄する他はなく、これが損失となる。

【0033】

この最後に管路 k より回収ライン e に残る液材料の量を少なくするために、図 6 に示している実施例においては、管路 k に接続させる回収ライン e を、それぞれが、バルブ v 9・v 10 を介して管路 k に接続する大径のライン e 1 と小径のライン e 2 とに分け、かつ、これらライン e 1・e 2 による液材料の揚送をエアーによる圧送で行うようにしておいて、縦型チューブ 1 内を流過してくる未凍液の量が多いときには、大径のライン e 1 と小径のライン e 2 のバルブ v 9・v 10 を開いて、両方のライン e 1・e 2 で未凍液を圧送し、未凍液の量が少なくなってきたときには、大径のライン e 1 のバルブ v 9 を閉じて、小径のライン e 2 だけで未凍液の圧送を行うようにしておくことで、この小径のライン e 2 による液材料の圧送が不能となってきたときに残る未凍液の量を極く少なくし得るようにしている。

【0034】

即ち、この実施例では、縦型チューブ 1 の下端部に、接続錨 80 を組み付けて、その下面側に、凍結した液材料の凍結層を粗粉碎するためのジェットノズル 81 を組み込んだノズル付きフランジ 82 を接合して組み付け、これの下面側に、ロート状の受け 83 を具備する管路 k を接続して設け、その管路 k の、チューブボトム弁 v 11 を介して粉碎装置 j に接続するエルボ状の屈曲部の終端で、前記チューブボトム弁 v 11 の手前の位置に、縦型チューブ 1 の内腔を流過して管路 k に流下してくる未凍液を排出する排出管 84 を設けて、これに、略水平な液溜部 L を、常時は開放しておき凍結し終えた液材料を凍結乾燥する乾燥工程時に閉めておく底弁 v 12 を介して接続し、この液溜部 L の下流側に、回収ライン e の大径のライン e 1 と小径のライン e 2 とを、それぞれバルブ v 9・v 10 を介して接続しておき、流下してくる未凍液を、縦型チューブ 1 の上部側に接続しておくチューブ加圧弁 v 13 により縦型チューブ 1 内に与えておくエアーの圧力で、この大径のライン e 1 および小径のライン e 2 に押し上げ、それらが接続するタンクに流入させるようにしている。

【0035】

このとき、第 1・第 2 の各タンク a・b には、ベント弁 v 14 を設けておき、回収ライン e に接続させた側のタンクのベント弁 v 14 を開放して、タンク内を大気に開放しておくことで、未凍液は、加圧弁 v 13 から縦型チューブ 1 内に与えられている圧力と大気開放のタンク内の圧力との圧力差によりタンク内に押し上げられる。

【0036】

このエアーによる未凍液の押し上げは、液溜管である液溜部 L 内に未凍液が満たされているときは、未凍液だけが、大径のライン e 1 および小径のライン e 2 を圧送されるようになるが、液量が少なくなってくると、エアーの一部が、未凍液を巻き込むように吹き上げられ、液を泡状にして押し上げていくようになり、同時に、縦型チューブ 1 内のエアーの圧力は低下してくる。

【0037】

縦型チューブ 1 またはこれに接続する管路 k の適宜位置に、この縦型チューブ 1 内または管路 k 内の圧力を検出する圧力センサ（図示省略）を設けて、この圧力センサが、設定した一定の圧力以上の圧力を検出したときに、大径のライン e 1 のバルブ v 9 を閉弁させるようにこの圧力センサによりバルブ v 9 を制御させておき、これにより、液溜部の未凍液の量が少なくなってきたときは、小径のライン e 2 だけで液の押し上げを行わすようにし、これにより、液溜部に溜まる未凍液の量が増え、再び縦型チューブ 1 内の圧力が上昇してくれば、大径のライン e 1 のバルブ v 9 が開弁し、大径のライン e 1 と小径のライン e

2の両方で未凍液をタンクに押し上げていくようにし、この繰り返しで未凍液のタンクへの回収を行わせる。

【0038】

これによって、このエアーの圧送による未凍液のタンクへの回収は、最終的には、小径のラインe2の上流側の部位に数ccの未凍液を残すまで行われ、凍結させ得ないことで廃棄するようになる未凍液の量を極く少なくし得るようになる。

【0039】

次に、図7は、上述の如く、未凍液を回収ラインeでタンクa・bに回収するのに、エアーの圧送により未凍液を回収ラインeに押し上げていくようにしたとき、タンクa・bに戻された未凍液に、エアーによる圧送の際に未凍液中に包含されるようになる気泡によって、泡立ちが生ずるようになるのを防止するための手段を示している。 10

【0040】

同図において、9は、第1・第2の各タンクa・b内に挿し込んで、そのタンクa・b内の一隅に寄せた部位に配設した泡立ち防止管で、タンクの上部から上方に突出する上端側は、未凍液の回収ラインeの下流側に接続連通し、下端側は、その開口90を、タンクa・bのロート状をなす底部の傾斜壁72の内壁面と平行して対向するようにし、かつ、管壁には、タンクa・bの内壁面に向けて、側枝管状に突出するエアーの吐出管91…を上下に多段に並列させて設け、それら各吐出管91の開口910…を、タンクa・bの機壁73の内壁面に接近する位置に開放させてある。

【0041】

これにより、回収ラインeをエアーの圧送によって揚送されてくる未凍液は、タンクa・b内に放流されるときに、この泡立ち防止管9を経て、その下端の開口90からタンクa・bの底部の傾斜壁72に当たるように放出されることで、タンクa・b内の未凍液に衝撃を与えることなく放流され、また、未凍液中に含まれる気泡が、泡立ち防止管9内を流下する未凍液から分離して、側枝状に設けたエアーの吐出管91…から吐出するようになり、未凍液中のエアーを逃すようになるので、タンクa・b内に回収した未凍液に泡立ちが生ずるようになるのを防止し得るようになる。 20

【0042】

このように本発明手段は、豎型チューブ1の内壁面10に液状の被乾燥材料を中空パイプ状に凍結させて、それを真空下において凍結乾燥させる凍結乾燥手段において、豎型チューブ1の内壁面10に液材料を中空パイプ状に凍結させるのに、液材料の豎型チューブ1に対する供給は、調整そしてタンクに収蔵せしめた液材料を、給液ラインcにより豎型チューブ1の上方乃至内腔に配設したスプレーノズルdに導いて、そのスプレーノズルdよりの散布により行って、豎型チューブ1の内壁面10に凍結しきれない未凍液が流下していくようにする。 30

【0043】

そして、液材料を貯溜せしめるタンクは少なくとも2つ以上を用意しておいて、未凍のまま豎型チューブ1内を流過する液材料を回収ラインeにより別のタンクに回収していき、液材料を収蔵せしめたタンクが空になったときに、給液ラインcと回収ラインeのタンクに対する接続を入れ換えて、未凍液を回収したタンクからその未凍液をスプレーノズルd 40に供給し、豎型チューブ1内を流下する未凍液を空になったタンクに回収し、これを繰り返すことで、豎型チューブ1の内壁面に液材料を中空パイプ状に凍結させるようにすることから、タンクに収蔵せしめる液材料の量を豎型チューブ1の内壁面10に中空パイプ状に凍結させる量と対応させておくことで、凍結を終えたときに抜き出す未凍液の量を著しく少なくし得るようになる。

【0044】

【発明の効果】

以上説明したように本発明手段によれば、豎型チューブ1の内壁面10に液材料を中空パイプ状に凍結させるのが、所定の厚さの凍結層に凍結させたときに抜き出して廃棄するようになる未凍液の量を少なくし得る。 50

【図面の簡単な説明】

【図 1】従前の凍結乾燥装置の縦断面図である。

【図 2】 同上の部分の横断面図である。

【図 3】本発明手段を実施せる凍結乾燥装置の全体の概要展開図である。

【図 4】 同上の豎型チューブ部分の一部破断した正面図である。

【図5】 同上のタンク部分の一部破断した正面図である。

【図 6】 同上の別の実施例の要部の一部破断した正面図である。

【図 7】 同上のさらに別の実施例のタンクの一部破断した正面図である。

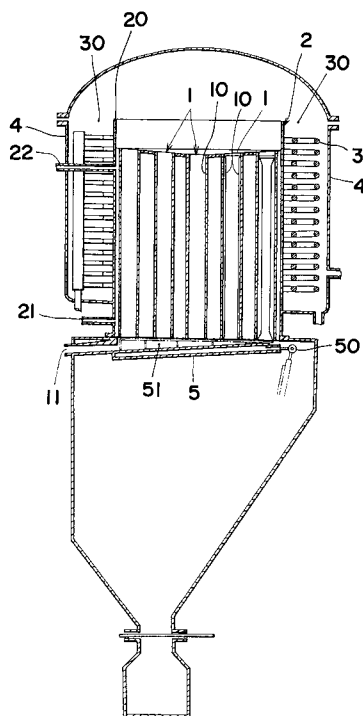
【符号の説明】

A…真空凍結乾燥装置、a…第1タンク、b…第2タンク、c…給液ライン、d…スプレーノズル、e…回収ライン、e1…大径の回収ライン、e2…小径の回収ライン、f…真空引口、g…トラップ室、h…バルブ、i…トラップ、j…粉碎装置、k…管路、L…貯溜部、s1・s2…流量センサ、v1・v2…切替バルブ、v3・v4…バルブ、v5・v6…ドレン弁、v7・v8…給液弁、v9・v10…バルブ、v11…チューブボトム弁、v12…底弁、v13…チューブ加圧弁、v14…ベント弁、1…縦型チューブ、1a…気密室、10…内壁面、11…供給管、12…ジャケット、13…傾斜壁、2…縦型筒状体、20…筒壁、21…ブラインノズル、22…排出管、3…トラップ室、30…トラップ（蒸気凝結器）、4…機壁、5…扉、50…ヒンジ、51…流路、60…微粉碎器、61…サイクロン、62…バッグフィルタ、7…排出管、71…給液管、72…傾斜壁、73…機壁、80…接続錨、81…ジェットノズル、82…フランジ、83…ロート状の受け、84…排出管、9…泡立ち防止管、90…開口、91…エアー吐出管、910…開口。

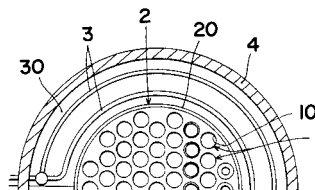
10

20

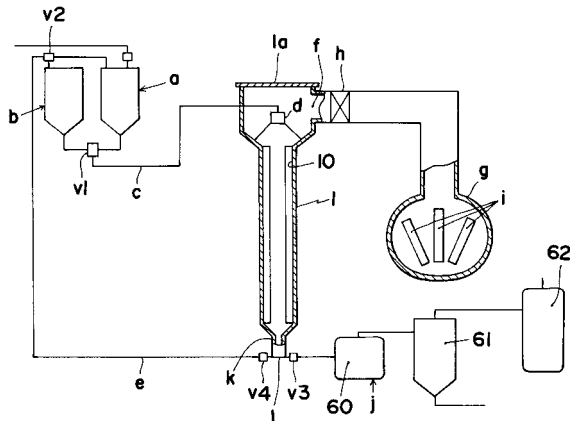
【图 1】



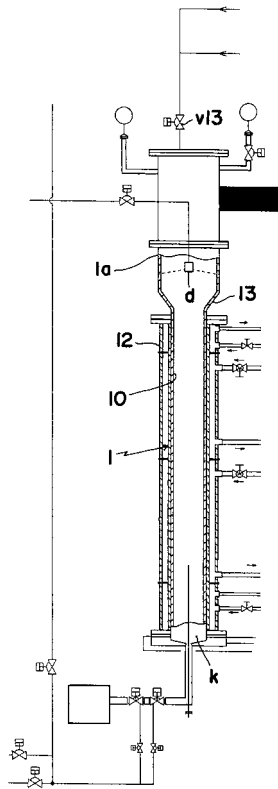
【图 2】



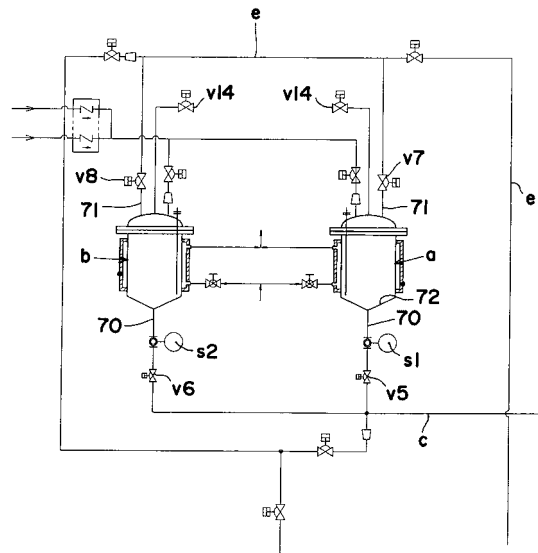
【图 3】



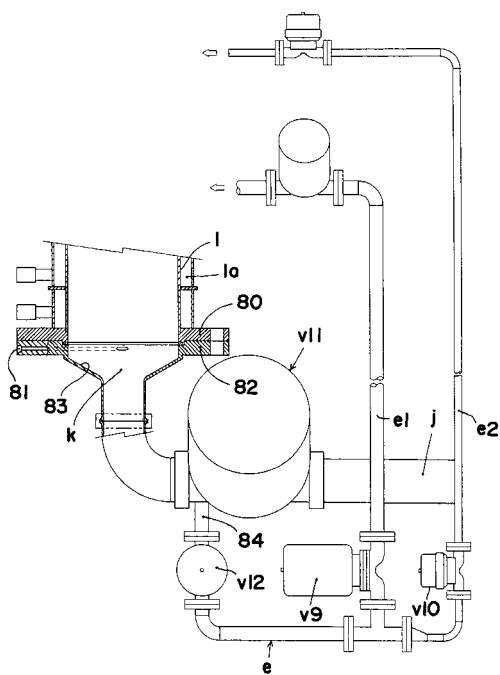
【図 4】



【図 5】



【図 6】



【図 7】

