

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4634376号
(P4634376)

(45) 発行日 平成23年2月16日 (2011. 2. 16)

(24) 登録日 平成22年11月26日 (2010. 11. 26)

(51) Int. Cl.
C08G 63/78 (2006.01)F I
C08G 63/78

請求項の数 19 (全 98 頁)

(21) 出願番号	特願2006-514955 (P2006-514955)	(73) 特許権者	594055158
(86) (22) 出願日	平成16年5月26日 (2004. 5. 26)		イーストマン ケミカル カンパニー
(65) 公表番号	特表2006-527280 (P2006-527280A)		アメリカ合衆国 37662 テネシー州
(43) 公表日	平成18年11月30日 (2006. 11. 30)		キングスポート ウイルコックス ドラ
(86) 国際出願番号	PCT/US2004/016468		イブ サウス 200
(87) 国際公開番号	W02004/111104	(74) 代理人	100099759
(87) 国際公開日	平成16年12月23日 (2004. 12. 23)		弁理士 青木 篤
審査請求日	平成19年5月24日 (2007. 5. 24)	(74) 代理人	100077517
(31) 優先権主張番号	10/456, 212		弁理士 石田 敬
(32) 優先日	平成15年6月6日 (2003. 6. 6)	(74) 代理人	100087413
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100082898
			弁理士 西山 雅也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 パイプ型反応器を用いたポリエステルプロセス

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) パイプ反応器中において液体状反応体をエステル化し、そしてパイプ反応器中に転化率 96% オリゴマーを更に添加することによって、気体状反応副生物及び 51.9 ~ 94.2% の転化率のエステル化反応生成物を含み、ジエチレングリコール不純物の含量が 1.4 重量% 又はそれ以下の液体状反応混合物を生成させ、

(b) 前記液体状反応混合物及び前記気体状反応副生物を、層状流、波状流、スラグ流、栓流、気泡流、フロス流及びこれらの組合せからなる群から選ばれた流動様式で、前記パイプ反応器の少なくとも 1 部を通して流すことを含んでなるエステル化方法。

【請求項 2】

二酸及びジオールを、ジオールに対する二酸のモル比 1.8 で、前記パイプ反応器中に導入することを更に含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記二酸及び前記ジオールをペースト状で前記パイプ反応器に導入する請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記二酸が テレフタル酸 であり、そして前記ジオールが エチレングリコール である請求項 2 に記載の方法。

【請求項 5】

前記オリゴマーが 精製テレフタル酸 を含む請求項 1 に記載の方法。

10

20

【請求項 6】

前記オリゴマーが 1, 4-シクロヘキサンジメタノール を含む 請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記オリゴマーが 2, 5 重量% の 1, 4-シクロヘキサンジメタノール で変性された 精製テレフタル酸 である 請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記パイプ反応器中に二酸を更に導入して、その二酸の少なくとも一部が固体粒子状で存在し、前記オリゴマーが前記二酸の固体粒子の溶解を助ける 請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記流れ様式が気泡流、フロス流、層状流及びこれらの組合せからなる群から選ばれる 請求項 1 に記載の方法。 10

【請求項 10】

前記流れ様式が層状流である 請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

前記液体状反応混合物から前記気体状反応副生物の少なくとも一部を更に離脱させることを更に含む 請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

前記離脱が前記気体状副生物及び前記液体状反応混合物の流速を減少させることを含む 請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

前記離脱が前記気体状反応副成物及び前記液体状反応混合物を層状流れ様式に形成させることを含む 請求項 11 に記載の方法。 20

【請求項 14】

離脱させた気体状反応副生物を、前記パイプ反応器から、除去することを更に含む 請求項 11 に記載の方法。

【請求項 15】

前記液体状反応混合物及び前記気体状反応生成物を、前記パイプ反応器を通して上向きに輸送することを更に含む 請求項 1 に記載の方法。

【請求項 16】

前記パイプ反応器が 水平状で、線状のセクション を更に含む 請求項 1 に記載の方法。 30

【請求項 17】

前記流れ様式が前記 水平状で、線状のセクション で起る 請求項 16 に記載の方法。

【請求項 18】

前記パイプ反応器が複数の 水平状で、線状のセクション を含み、その複数の 水平状で、線状のセクション の少なくとも幾らが互いに垂直方向に間隔があいている 請求項 1 に記載の方法。

【請求項 19】

前記パイプ反応器が一般に蛇行形状を有する 請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、一般に、エステル化プロセス、重縮合プロセス又はエステル化プロセスと重縮合プロセスの両方をパイプ型反応器中で実施するポリエステルプロセス及び装置に関する。

【背景技術】

【0002】

ポリエステル製造ビジネスの競争が激化するにつれて、従来の方法に代わる製造方法が非常に望ましくなっている。種々の方法が開発されている。初期の取り組みは、反応体としてエチレングリコール（「EG」）蒸気（特許文献1）を用いる反応蒸留（特許文献2）を使用した。複数の攪拌型ポットが、更なる反応制御の達成のために開示された（特許 50

文献 3 及び 4)。特許文献 5 は反応器間により低い圧力降下を用いることを開示し、特許文献 6 は 1 つの反応器シェル内に複数の反応器段階を開示している。これらの設計は、同伴 (entrainment) 又はプラグニング (閉塞)、ヒートインテグレーション、熱伝達、反応時間、反応器の数などに関連する問題を解決するために改良された。これについては、特許文献 7、8、9、10、11、12、13、14 及び 15 に記載されている。残念ながら、これらの反応器及びプラントは極めて複雑である。例えば、攪拌型重縮合反応器は、詳細な計算及び技能を必要とする複雑な設計を有する。反応器は、また、真空下で運転しなければならない、加熱又は冷却のいずれが行われているにせよ、攪拌機が壁をこすらず且つ精密許容差を維持して効率的な物質移動を提供するようにその形状を維持しなければならない。このような複雑な設計は、組立て及び設置を手早く行えず、保守及び運転には専門的知識を必要とする。

10

【0003】

連続攪拌型タンク反応器 (「CSTR」) のような従来型の円筒形エステル化又はエステル交換反応器は、バッフル、加熱用パイプコイル、大きなオーバーフロー堰、トレイ、パッキング、攪拌機及びドラフトチューブなどのような多くの内部部品を有する。エステル化又はエステル交換反応器は、また、内部トレイ、パッキング、降下管 (ダウンカマー)、リボイラー、凝縮器、内部熱交換器、還流系、ポンプなどを付随する反応蒸留、ストリップパー、又は精留塔であることができる。狭い時間分布を有する平均滞留時間を維持しようとする、典型的に擬似プラグフロー型装置である従来型の重縮合反応器は典型的に、(1) 典型的にはワイプフィルム若しくは薄膜反応器型の CSTR、又は (2) 反応蒸発装置である。このような従来型の縮合反応器は通常、通常はポリマーの薄膜の生成による表面更新を増す手段を有する。このような従来型の重縮合装置は、トレイ、内部加熱コイル、堰、バッフル、ワイプフィルム、内部攪拌機及びシール又は磁気駆動部を有する大型攪拌機などを含む。これらの反応器は通常、スクレーパー又は蒸気ラインのプラグニング (閉塞) を防ぐための他の非常に複雑な装置を有する。多くの重縮合反応器はまた、非常に厳しい公差要件を有し、一定の範囲の温度にわたってそれらの形状を維持しなければならない。これらの円筒形反応器は多くの工業技術、製図、及び熟練した組立て技術を必要とする。円筒形反応器はまた、複数の部分パイプジャケット並びにパイプジャケット同士を及びパイプジャケットと反応器を接続する溶接線を保持する、特別に製造されたジャケットを有する。円筒形反応器は、変速装置、攪拌機、シール系統、モーターなどのようなその他の追加の外部部品を有する。円筒形反応器の組立てには、特別な複雑さ、材料及び技術が必要であるので、コストはより高くなる。

20

30

【0004】

プロセス又は装置に組み込まれるパイプは、先行技術の特許に開示されている。特許文献 16 は、例えば、反応器の内側に内部バッフルが取り付けられたパイプを開示し、特許文献 17 はペースト添加用のパイプの使用を開示している。他の例として、特許文献 18 及び 19 は、エステル化反応器と重合反応器との間の 2 つのパイプ型反応器を開示し、特許文献 20 は、エステル化反応器と段階的反應器に通じるヒーターとの間のパイプ型反応器を開示している。これらの反応器系統はそれぞれ、反応器系統をその他の複雑な反応器及び装置中に組み込む。

40

【0005】

最適のエステル交換又はエステル化は一連の連続的圧力低下及び連続的溫度上昇において起こると理論づけられる (非特許文献 1 の図 1 参照) が、既存の従来型装置を用いてそれを行うには、それぞれが自身の付随機器並びに液位、圧力及び溫度制御のためのバルブ並びにポンプを有する多数の小さい反応器を必要とするため、そのコストは法外に高い。従って、従来型のポリエステルプラントの設計においては、コストを最小限に抑えるために、減圧段階 (円筒形反應器) の数をできるだけ少なくする。代わりに反應器の数を増加させれば圧力低下は最小になることは矛盾である。

【0006】

ポリエステルを製造するためのより簡単な装置及び方法が当業界で必要とされている。

50

【0007】

【特許文献1】米国特許第2,829,153号

【特許文献2】米国特許第2,905,707号

【特許文献3】米国特許第4,110,316号

【特許文献4】WO98/10007

【特許文献5】米国特許第3,054,776号

【特許文献6】米国特許第3,385,881号

【特許文献7】米国特許第3,118,843号

【特許文献8】米国特許第3,582,244号

【特許文献9】米国特許第3,600,137号

10

【特許文献10】米国特許第3,644,096号

【特許文献11】米国特許第3,689,461号

【特許文献12】米国特許第3,819,585号

【特許文献13】米国特許第4,235,844号

【特許文献14】米国特許第4,230,818号

【特許文献15】米国特許第4,289,895号

【特許文献16】米国特許第3,192,184号

【特許文献17】米国特許第3,644,483号

【特許文献18】WO96/22318

【特許文献19】米国特許第5,811,496号

20

【特許文献20】米国特許第5,786,443号

【非特許文献1】Santosh K. Gupta and Anil Kumar, Reaction Engineering of Step Growth Polymerization, The Plenum Chemical Engineering Series, Chapter 8, Plenum Press, 1987

【発明の開示】

【0008】

本発明は、ポリエステルを製造する装置及び方法に関する。更に詳しくは、新規及び既存の（後付け）ポリエステルプラント用のパイプ型反応器及び付随装置並びに方法に関する。出発原料又は反応体は、ポリエステル用の任意の成分又は改質剤を用いた液体、気体又は固体供給原料であることができる。本発明のパイプ型反応器は、従来のポリエステルプロセス及び装置に比べて多くの利点を有する。

30

【0009】

本発明のこのパイプ型反応器プロセスにより、設計者は反応器の熱伝達、容積（即ち滞留時間）、攪拌及び離脱の機能を互いに切り離すことが可能になる。熱伝達に関しては、本発明のパイプ型反応器は、連続攪拌型タンク反応器の内部加熱コイルを必要とせず、代わりに熱交換器又はジャケット付きパイプのような種々の加熱手段を使用できる。CSTRの多くの制限のうち、加熱コイルの量は、流体の攪拌の維持の必要性によって制限される。加熱コイルが多すぎると、コイル間において攪拌のために十分な空間が得られない。熱伝達機能と攪拌機能とはパイプ型反応器系においては切り離されるので、CSTRのこのような制限は特に、本発明のパイプ型反応器系には存在しない。

40

【0010】

パイプ型反応器は、CSTRのように反応速度論的理由で容器の容積に限定されることがなく；パイプ型反応器は、簡単な方法で変えることができるパイプの長さを反応速度論のために用いる。物質移動又は攪拌に関しては、パイプ型反応器はCSTRのプロペラ又はインペラ必要とせず；代わりに、ポンプ又は重力流を使用して、流体をあちこちに動かすことができる。

【0011】

液体界面からの気体の分離である「離脱（disengagement）」に関しては、CSTRプロセスは、反応器容積によって気液界面を制御する。反応容量の制御による

50

界面の制御は、流体速度の制御には難しい方法である。CSTRを高く且つ細くする場合には、液位制御は困難になり、攪拌機軸のぶれ及びシールの問題が増加し、蒸気速度が同伴物の増加に伴って増加し、更に表面積の増大に伴って反応器のコストが増す。他方、CSTRを短く且つ太くする場合には、反応器中に十分な加熱コイルを導入できず、直径が大きいほど攪拌が困難であり、大規模プラントの場合には、容器の輸送が問題になる。従って、CSTRの長さ、幅及び高さには最適な寸法があるので、CSTRを改良して流体の速度を制御することは困難である。従って、CSTRの運転においては、蒸気速度の制御にはよりたくさんの蒸気除去操作が必要である。しかし、更なる蒸気除去操作は、蒸気によって除去される同伴液体の問題を生じ、収率を低下させる。逆に、本明細書に記載した本発明のパイプ型反応器系においては、気液界面を制御するために、追加の平行パイプ（パイプ型反応器）を加えて、表面から出る流体速度及び気体速度全体を制御できる。従って、本発明のパイプ型反応器系を用いる場合には、離脱機能は、従来型のCSTR系よりも簡単で且つ制御がはるかに容易である。本発明のパイプ型反応器設計の前記利点に比べて、同様な欠点があるが、当業界で知られているポリエステルを製造するための他の従来型の反応器系、例えば反応蒸留カラム、ストリッパカラム若しくは精留塔又は内部部品、スクリュウを含むタンク又はニーダー反応器に見られる。

10

【0012】

意外にも、本発明のパイプ型反応器は典型的に滞留時間が長いポリエステルプロセスに使用できる。一般的に、パイプ型反応器は滞留時間がごく短い方法に使用される。しかし、本発明のパイプ型反応器は、滞留時間がより長いポリエステル製造方法に使用できる。

20

【0013】

従って、一実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 実質的に空のパイプからなる、入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を通して流れながら互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行き（エステル化用パイプ型反応器を通して流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体である）；

30

c. エステル化用パイプ型反応器とは別個に形成された重縮合用パイプ型反応器を用意し（前記重縮合用パイプ型反応器は、エステル化用パイプ型反応器と流体連通し、第1の端部、第2の端部及び内面を有し、実質的に空のパイプからなる）；そして

d. 流体ポリエステルモノマーを重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、前記モノマーが重縮合反応器を通して流れ、重縮合用パイプ型反応器内において前記モノマーが反応してオリゴマーを形成し、次いで前記オリゴマーが反応してポリマーを形成し、且つ前記ポリマーが前記反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を通して流れるモノマー、オリゴマー及びポリマーはそれぞれ重縮合流体である）

ことを含んでなる方法に関する。

40

【0014】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を通して流れながら互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行き（エステル化用パイプ型反応器を通して流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体であり、前記反応体はテレフタル酸又はテレフタル酸ジメチルを含む）；

50

c. エステル化用パイプ型反応器とは別個に形成された重縮合用パイプ型反応器を用意し（前記重縮合用パイプ型反応器は、エステル化用パイプ型反応器と流体連通し、第1の端部、第2の端部及び内面を有する）；そして

d. 流体ポリエステルモノマーを重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、前記モノマーが重縮合反応器を通して流れ、重縮合用パイプ型反応器内において前記モノマーが反応してオリゴマーを生成し、次いで前記オリゴマーが反応してポリマーを生成し、且つ前記ポリマーが前記反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を通して流れるモノマー、オリゴマー及びポリマーはそれぞれ重縮合流体である）

ことを含んでなる方法に関する。

10

【0015】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を通して流れながら互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを形成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行き（エステル化用パイプ型反応器を通して流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体である）；

c. エステル化用パイプ型反応器とは別個に形成された重縮合用パイプ型反応器を用意し（前記重縮合用パイプ型反応器は、エステル化用パイプ型反応器と流体連通し、第1の端部、第2の端部及び内面を有する）；そして

20

d. 流体ポリエステルモノマーを重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、前記モノマーが重縮合反応器を通して流れ、重縮合用パイプ型反応器内において前記モノマーが反応してオリゴマーを生成し、次いで前記オリゴマーが反応してポリマーを形成し、且つ前記ポリマーが前記反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を通して流れるモノマー、オリゴマー及びポリマーはそれぞれ重縮合流体である）

ことを含んでなる方法に関する。

【0016】

30

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 入口、出口及び内面を有する複合エステル化－プレポリマー重縮合用パイプ型反応器を用意し；

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を通して流れながら互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルオリゴマーを生成し、且つ前記ポリエステルオリゴマーがパイプ型反応器の出口から出て行き（エステル化用パイプ型反応器を通して流れる反応体及びポリエステルオリゴマーはそれぞれエステル化流体である）；

c. 複合エステル化－プレポリマー重縮合用パイプ型反応器とは別個に形成された重縮合用パイプ型反応器を用意し（前記重縮合用パイプ型反応器は、前記複合エステル化－プレポリマー重縮合用パイプ型反応器と流体連通し、第1の端部、第2の端部及び内面を有する）；そして

40

d. 流体ポリエステルオリゴマーを重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、前記オリゴマーが重縮合反応器を通して流れ、前記オリゴマーが反応して重縮合用パイプ型反応器内でポリマーを生成し、且つ前記ポリマーが前記反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を通して流れるオリゴマー及びポリマーはそれぞれ重縮合流体である）

ことを含んでなる方法に関する。

【0017】

50

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルポリマーの製造方法であって、

- a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；
- b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を流れて互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行き（エステル化用パイプ型反応器を流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体である）；
- c. エステル化用パイプ型反応器と一体的に組合された重縮合用パイプ型反応器を用意し（前記重縮合用パイプ型反応器は、前記エステル化用パイプ型反応器と流体連通し、第1の端部、第2の端部及び内面を有する）；そして
- d. 流体ポリエステルモノマーを重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、前記モノマーが重縮合反応器を流れて、重縮合用パイプ型反応器内において前記モノマーが反応してオリゴマーを形成し、次いで前記オリゴマーが反応してポリマーを形成し、且つ前記ポリマーが前記反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を流れるモノマー、オリゴマー及びポリマーはそれぞれ重縮合流体である）

ことを含んでなる方法に関する。

【0018】

別に実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルオリゴマーの製造方法であって、

- a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；
- b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を流れて互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行き（エステル化用パイプ型反応器を流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体である）；
- c. エステル化用パイプ型反応器とは別個に形成されたプレポリマー重縮合用パイプ型反応器を用意し（前記重縮合用パイプ型反応器は、前記エステル化用パイプ型反応器と流体連通し、第1の端部、第2の端部及び内面を有する）；そして
- d. 流体ポリエステルモノマーを重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、前記モノマーが重縮合反応器を流れて、前記モノマーが反応して重縮合用パイプ型反応器内でオリゴマーを生成し、且つ前記オリゴマーが前記反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を流れるモノマー及びオリゴマーはそれぞれ重縮合流体である）

ことを含んでなる方法に関する。

【0019】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルオリゴマーの製造方法であって、

- a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；
- b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を流れて互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行き（エステル化用パイプ型反応器を流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体である）；
- c. エステル化用パイプ型反応器と一体的に組合されたプレポリマー重縮合用パイプ型反応器を用意し（前記重縮合用パイプ型反応器は、前記エステル化用パイプ型反応器と流体連通し、第1の端部、第2の端部及び内面を有する）；そして
- d. 流体ポリエステルモノマーを重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、前記モノマーが重縮合反応器を流れて、前記モノマーが反応して重縮合用

パイプ型反応器内でオリゴマーを生成し、且つ前記オリゴマーが前記反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を通して流れるモノマー及びオリゴマーはそれぞれ重縮合流体である）

ことを含んでなる方法に関する。

【0020】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルモノマーの製造方法であって、

a. 入口、出口及び内面並びに前記内面に取り付けられた少なくとも1つの堰を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；そして

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を通して流れながら互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行く（エステル化用パイプ型反応器を通して流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体であり、前記エステル化流体は堰からオーバーフローする）ことを含んでなる方法に関する。

10

【0021】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルモノマーの製造方法であって、

a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を通して流れながら互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行き（エステル化用パイプ型反応器を通して流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体である）；そして

20

c. プロセス流体の一部を再循環し、そして再循環流出液を、前記エステル化反応器の入口の近傍又は前記エステル化反応器の入口と出口との間においてエステル化反応器に戻して、エステル化反応器に通す

ことを含んでなる方法に関する。

【0022】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルモノマーの製造方法であって、

30

a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を通して流れながら互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行き（エステル化用パイプ型反応器を通して流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体である）；そして

c. パイプ型反応器からその入口と出口の間で且つ／又はその出口の近傍で空パイプのベントを通して蒸気を除去する

ことを含んでなる方法に関する。

40

【0023】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルモノマーの製造方法であって、

a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し（前記入口は前記出口の少なくとも20フィート垂直方向下方に配置される）；

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を通して流れながら互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行く（エステル化用パイプ型反応器を通して流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体である）

50

ことを含んでなる方法に関する。

【0024】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルモノマーの製造方法であって、

a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を流れて互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行く（エステル化用パイプ型反応器を流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体であり、パイプ型反応器内に存在する流体は気泡流又フロス流様式である）

10

ことを含んでなる方法に関する。

【0025】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルモノマーの製造方法であって、

a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し（前記パイプ型反応器は、入口と出口の間に長手方向に交互に伸びている直線セクションと非直線セクションを有する）；

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を流れて互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行く（エステル化用パイプ型反応器を流れる反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体である）

20

ことを含んでなる方法に関する。

【0026】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルモノマーの製造方法であって、

a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；

b. 少なくとも1種の反応体をパイプ型反応器中にその入口の近傍で添加し、それによって反応体がパイプ型反応器を流れて互いに反応して、パイプ型反応器内にポリエステルモノマーを生成し、且つ前記ポリエステルモノマーがパイプ型反応器の出口から出て行く（エステル化用パイプ型反応器を流れる少なくとも1種の反応体及びポリエステルモノマーはそれぞれエステル化流体である）

30

ことを含んでなる方法に関する。

【0027】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 第1の端部、第2の端部及び内面を有する重縮合用パイプ型反応器を用意し（前記第1の端部が第2の端部の垂直方向上方に配置され、重縮合用パイプ型反応器は、第1の端部と第2の端部との間に長手方向に交互に伸びている直線セクションと非直線セクションを有する）；そして

40

b. 流体ポリエステルモノマーを前記重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、モノマーが重縮合反応器を流れて互いに反応してオリゴマーを形成し、次いでオリゴマーが反応して重縮合用パイプ型反応器内でポリマーを形成し、且つ前記ポリマーが重縮合用パイプ型反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を流れるモノマー、オリゴマー及びポリマーはそれぞれ重縮合流体である）

ことを含んでなる方法に関する。

【0028】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 第1の端部、第2の端部、内面及び前記内面に取り付けられた少なくとも1個の堰を有する、実質的に空のパイプから作られた重縮合用パイプ型反応器を用意し；そして

50

b. 流体ポリエステルモノマーを前記重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、モノマーが重縮合反応器を通して流れながら、重縮合用パイプ型反応器内においてモノマーが反応してオリゴマーを生成し、次いでオリゴマーが反応してポリマーを形成し、且つ前記ポリマーが重縮合用パイプ型反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を通して流れるモノマー、オリゴマー及びポリマーはそれぞれ重縮合流体であり、重縮合流体の少なくとも一部は堰からオーバーフローする）ことを含んでなる方法に関する。

【0029】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 第1の端部、第2の端部及び内面を有する重縮合用パイプ型反応器を用意し；

b. 流体ポリエステルモノマーを前記重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、モノマーが重縮合反応器を通して流れながら、重縮合用パイプ型反応器内において互いに反応してオリゴマーを生成し、次いでオリゴマーが反応してポリマーを生成し、且つ前記ポリマーが重縮合用パイプ型反応器の第2の端部から出て行き（重縮合用パイプ型反応器を通して流れるモノマー、オリゴマー及びポリマーはそれぞれ重縮合流体である）；そして

c. パイプ型反応器からその入口と出口の中間で且つ／又はその入口若しくは出口の近傍で実質的に空のパイプからなるベントを通して蒸気を除去することを含んでなる方法に関する。

【0030】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 第1の端部、第2の端部、内面を有する重縮合用パイプ型反応器を用意し；そして

b. 流体ポリエステルモノマーを前記重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、モノマーが重縮合反応器を通して流れながら、重縮合用パイプ型反応器内で反応してオリゴマーを生成し、次いでオリゴマーが反応してポリマーを生成し、且つ前記ポリマーが重縮合用パイプ型反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を通して流れるモノマー、オリゴマー及びポリマーはそれぞれ重縮合流体であり、パイプ型反応器内に存在する流体は層状流様式である）ことを含んでなる方法に関する。

【0031】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 第1の端部、第2の端部、内面を有する重縮合用パイプ型反応器を用意し；そして

b. 流体ポリエステルモノマーを前記重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、モノマーが重縮合反応器を通して流れながら、重縮合用パイプ型反応器内で反応してオリゴマーを生成し、次いでオリゴマーが反応してポリマーを生成し、且つ前記ポリマーが重縮合用パイプ型反応器の第2の端部から出て行く（重縮合用パイプ型反応器を通して流れるモノマー、オリゴマー及びポリマーはそれぞれ重縮合流体である）ことを含んでなる方法に関する。

【0032】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 第1の端部、第2の端部及び内面を有する重縮合用パイプ型反応器を用意し；そして

b. 流体ポリエステルオリゴマーを前記重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導し、それによって、オリゴマーが重縮合用パイプ型反応器を通して流れながら反応して重縮合用パイプ型反応器内でポリエステルポリマーを形成し、且つ前記ポリマーが重縮合用パイプ型反応器の第2の端部から出ていくことを含んでなる方法に関する。

【0033】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルポリマー製造装置であって、

a. 入口、出口及びエステル化流体反応体を通る内面を有するエステル化用パイプ型反

10

20

30

40

50

応器；並びに

b. エステル化反応器と流体連通する、エステル化反応器とは別個に形成された重縮合用パイプ型反応器（前記重縮合反応器は入口、出口、及び少なくとも1種の重縮合流体反応体に通される内面を有する）

を含んでなり、前記エステル化反応器及び前記重縮合反応器が実質的に空のパイプを含んでなる装置に関する。

【0034】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルポリマー製造装置であって、

a. 入口、出口及びエステル化流体反応体に通される内面を有するエステル化用パイプ型反応器；並びに

10

b. エステル化反応器と流体連通する、エステル化反応器とは別個に形成された重縮合用パイプ型反応器（前記重縮合反応器は入口、出口、及び少なくとも1種の重縮合流体反応体に通される内面を有する）

を含んでなる装置に関する。

【0035】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルモノマーを製造するエステル化用パイプ型反応器装置であって、

a. 入口、出口及び内面を有するエステル化用パイプ型反応器；並びに

b. 流入液及び流出液を有する再循環ループ（前記流出液は前記エステル化用パイプ型反応器と流体連通している）

20

を含んでなる装置に関する。

【0036】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルモノマー、オリゴマー又はポリマーの製造装置であって、

a. 入口、出口、及び流体反応体を通る内面を有するパイプ型反応器；並びに

b. 前記パイプ型反応器の内面の一部に接続された、前記パイプ型反応器の出口にする近傍の堰

を含んでなり、前記反応器が実質的に空のパイプを含む製造装置に関する。

【0037】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルモノマー、オリゴマー又はポリマーの製造装置であって、

30

a. 入口、出口、及び流体反応体を通る内面を有するパイプ型反応器；並びに

b. 前記反応器と流体連通するベント（前記ベントはベントに連結された直立脱ガススタンドパイプを更に含んでなり、前記脱ガススタンドパイプはベントと流体連通する受け入れ端と前記受け入れ端の垂直方向上方に配置された対向ガス抜き端を有し、前記脱ガススタンドパイプは非直線であって、その受け入れ端とガス抜き端との間にその長手方向に伸長し、前記脱ガススタンドパイプは3つの隣接セクションから形成され、それらはそれぞれ互いに流体連通し、3つの隣接セクションのうち第1部分は受け入れ端のすぐ近傍にあって、ベントから実質的に垂直に伸長し、第2のセクションは第1のセクションに連結され且つ平面図ではセクションに対して角度をなして配置され、第3のセクションは第2のセクションに連結され且つ平面図では第2のセクションに対して余角をなして、従って、第3のセクションは実質的に水平に配置される）

40

を含んでなる装置に関する。

【0038】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルモノマー、オリゴマー又はポリマーの製造装置であって、

a. 入口、出口及び流体反応体を通る内面

を含んでなる装置に関する。

【0039】

別の実施態様において、本発明は、気体又は蒸気から液体を効率的に離脱させ（液体、

50

気体及び蒸気が流体である）、気体又は蒸気から液体を分離し且つ液体をプロセスに戻しながら、プロセスから気体又は蒸気を逃がすための装置であって、

a. (i) 液体及び (i i) 気体又は蒸気を含む容器又はプロセスパイプ；並びに

b. 前記容器又はプロセスパイプと流体連通するベント（前記ベントは更に、ベントに連結された直立脱ガススタンドパイプを含み、前記脱ガススタンドパイプはベントと流体連通する受け入れ端と前記受け入れ端の垂直方向上方に配置された対向ガス抜き端を有し、前記脱ガススタンドパイプは非直線であって、その受け入れ端とガス抜き端との間においてその長手方向に伸長し、前記脱ガススタンドパイプは3つの隣接セクションから形成され、それらはそれぞれ互いに流体連通し、3つの隣接セクションのうち第1セクションは受け入れ端に隣接しており且つベントから実質的に垂直に伸長し、第2セクションは第1セクションに連結され且つ平面図では第1セクションに対して角度をなして傾いて配置され、第3セクションは第2セクションに連結され且つ平面図では第2セクションに対して角度をなして配置され、従って、第3セクションは実質的に水平に配置される）を含んでなる装置に関する。

10

【0040】

別の実施態様において、本発明は、流体の混合、貯蔵及び別のプラントプロセス分配系への分配に適した流体混合及び分配系であって、

a. 垂直に配置された細長い第1の流体貯蔵容器；

b. 第1の容器及び第2の容器と流体連通する循環ポンプ（前記循環ポンプは、前記系中に流体流を通し且つ第1の容器から第2の容器に及び第1の容器から第1の容器に流体を循環させるように組立てられ且つ配列されている）；

20

c. 第1の容器及び第1の容器より垂直方向上方に配置された第2の容器と流体連通する第2の流体貯蔵及び計量分配容器；並びに

d. 循環ポンプ、第1の容器及び第2の容器と個々に流体連通するコントロールバルブ（前記コントロールバルブは第1の容器から第2の容器に且つ第1の容器から第1の容器に流体流を選択的に誘導するように組み立てられ且つ配列されている）

を含んでなり、前記第2の容器がプラントプロセス分配系と流体連通し、第2の容器内に収容された流体によって形成された静圧ヘッドが、第2の容器からプラントプロセス分配系に流体を通すのに用いられる系に関する。

【0041】

30

別の実施態様において、本発明は、流体の混合、貯蔵及び別のプラントプロセス分配系への分配に適した流体混合及び分配系であって、

a. 第1の流体貯蔵容器を含み；

b. 第2の流体混合及び貯蔵容器を含み；

c. 第1の容器及び第2の容器と流体連通する循環ポンプ（前記循環ポンプは前記系中を通して且つ第1の容器から第2の容器に流体を循環させるように組み立てられ且つ配置されている）を含み；

d. 前記第2の容器が、第1の容器及びプラントプロセス分配系の両者よりも垂直方向上方に配置され；

e. 循環ポンプ、第1の容器及び第2の容器と個々に流体連通するコントロールバルブ（前記コントロールバルブは第1の容器から第1の容器に且つ第1の容器から第2の容器に流体流を選択的に誘導するように組立てられ且つ配列されている）を含み；且つ

40

f. 前記第2の容器がプラントプロセス分配系と流体連通する（第2の容器内に収容された流体によって形成された静圧ヘッドが、第2の容器からプラントプロセス分配系に流体を通すのに用いられる）

系に関する。

【0042】

別の実施態様において、本発明は、流体の混合、貯蔵及び別のプラントプロセス分配系への分配に適した流体混合及び分配系内で流体を混合及び分配する方法であって、

a. 少なくとも1種の流体を、垂直に配置された細長い第1の流体貯蔵容器中に入れ；

50

b. 前記第1の容器からの流体を、垂直に配置された細長い第2の流体混合及び貯蔵容器に移し（前記第2の流体容器は、第1の容器及びプラントプロセス分配系よりも垂直方向上方に配置され、循環ポンプが第1の容器及び第2の容器と流体連通し、前記再循環ポンプが流体を前記系に通すように構成され且つ配列されている）；

c. 循環ポンプ、第1の容器及び第2の容器と流体連通しているコントロールバルブを用いて、第1の容器から第1の容器及び第2の容器の一方に流体を選択的に誘導し；そして

d. 第2の容器からプラントプロセス分配系に流体を選択的に通す（第2の容器は、その中に貯蔵された流体をプラントプロセス分配系に移すのに使用される静圧ヘッドを生成する）

ことを含んでなる方法に関する。

【0043】

別の実施態様において、本発明は、パイプ型反応器系用の熱媒体制御系であって、前記パイプ型反応器系は、第1の熱媒体流が通される熱媒体供給ループと第2の熱媒体流が通される熱媒体戻りループを有し、第1の熱媒体流の温度が第2の熱媒体流の温度より高く、前記熱媒体制御系が、

a. 第1の熱媒体流が通される第1熱媒体ヘッダー；

b. 第2の熱媒体流が通される第2熱媒体ヘッダー；

c. 熱媒体が第1ヘッダーから第2ヘッダーに個々に通することができる第1の熱媒体サブグループ；

d. 2つのヘッダーの選択された一方及び第1のサブグループと流体連通しているコントロールバルブ

を含んでなり

e. 第1ヘッダー内の第1の熱媒体流の圧力が第2ヘッダー内の第2の熱媒体流の圧力より高く；

f. コントロールバルブを用いて、第1の熱媒体流の圧力によって第1の熱媒体流の少なくとも一部を第1のサブグループに選択的に誘導して熱媒体を通し且つまた、第1のサブグループに通される熱媒体流の温度及び圧力を制御する

系に関する。

【0044】

別の実施態様において、本発明は、パイプ型反応器系用の熱媒体制御系に関し、前記パイプ型反応器系が、第1の熱媒体流が通される熱媒体供給ループ及び第2の熱媒体流が通される熱媒体戻りループを有し、第1の熱媒体流の温度が第2の熱媒体流の温度より高く、前記熱媒体制御系が、

a. 第1の熱媒体流が通る第1熱媒体ヘッダー；

b. 第2の熱媒体流が通る第2熱媒体ヘッダー；

c. 熱媒体が第1ヘッダーから第2ヘッダーへ通することができる第1の熱媒体サブグループ；

d. 第1ヘッダー及び第1のサブグループと流体連通している第1のコントロールバルブ；並びに

e. 第1のサブグループ及び第2ヘッダーと流体連通している第2のコントロールバルブを含んでなり

f. 第1ヘッダー内の第1の熱媒体流の圧力が第2ヘッダー内の第2の熱媒体流の圧力より高く；

g. コントロールバルブの一方又は両方を用いて、第1の熱媒体流の圧力によって第1の熱媒体流の少なくとも一部を第1のサブグループに選択的に誘導して熱媒体を通し且つまた、第1のサブグループに通される熱媒体流の温度及び圧力を制御する

系に関する。

【0045】

別の実施態様において、本発明は、パイプ型反応器系用の熱媒体系に熱媒体を通す方法

10

20

30

40

50

であって、前記パイプ型反応器系が、第1の熱媒体流が通る熱媒体供給ループ及び第2の熱媒体流が通る熱媒体戻りループを有し、第1の熱媒体流の温度及び圧力が第2の熱媒体流の温度及び圧力より高く、前記熱媒体制御系が、

- a. 第1の熱媒体流を第1熱媒体ヘッダーに通し；
 - b. 第2の熱媒体流を第2熱媒体ヘッダーに通し；
 - c. 第1ヘッダー及び第1のサブループと流体連通している第1のコントロールバルブを用いて、熱媒体循環ポンプがない状態で、第1ヘッダーからの熱媒体を第1の熱媒体サブループに移し；そして
 - d. 前記第1のサブループ及び第2ヘッダーと流体連通している第2のコントロールバルブを用いて、熱媒体循環ポンプがない状態で、第1のサブループからの熱媒体を第2ヘッダーに移す
- ことを含んでなる方法に関する。

10

【0046】

別の実施態様において、本発明は、流体プロセスプラントへのプロセス作動流体供給材料の輸送用の流体輸送系であって、前記プロセスプラントが流体の運搬処理、分配及び加工用のパイプ系を有し、前記系が

- a. ポンプステーションに配置された少なくとも1つの輸送用コンテナ；及び
 - b. 少なくとも1つの輸送用コンテナと流体連通している少なくとも1個のポンプ
- を含んでなり、
- c. 少なくとも1つの輸送用コンテナがバルブトレインと流体連通し、前記バルブトレインがプロセスプラントのパイプ系と流体連通し；
- 少なくとも1つの輸送用コンテナからの液体をその他の方法で収容し且つ貯蔵するための流体輸送供給及び貯蔵タンクのない状態で、前記流体が少なくとも1つの輸送用コンテナからバルブトレインを通してプロセスプラントのパイプ系中に直接、選択的にポンプ輸送される流体輸送系に関する。

20

【0047】

別の実施態様において、流体プロセスプラントへのプロセス作動流体供給材料の輸送用の流体輸送系であって、前記プロセスプラントが流体の運搬処理、分配及び加工用のパイプ系を有し、前記系が

- a. ポンプステーションに配置された第1の輸送用コンテナ；
 - b. 第1の輸送用コンテナと流体連通している第1のポンプ；
 - c. ポンプステーションに配置された第1の輸送用コンテナ；及び
 - d. 第2の輸送用コンテナと流体連通している第2のポンプ；
- を含んでなり、
- e. 輸送用コンテナ及びポンプのそれぞれがバルブトレインと個々に流体連通し、前記バルブトレインが選択的に動作可能な複数のコントロールバルブからなり且つプロセスプラントのパイプ系と流体連通し；
- 流体輸送供給及び貯蔵タンクのない状態で、第1及び第2の輸送用コンテナから個々にバルブトレインを通してプロセスプラントのパイプ系中に直接、選択的に流体がポンプ輸送される流体送出系に関する。

30

40

【0048】

別の実施態様において、本発明は、流体プロセスプラントへのプロセス作動流体供給材料の輸送用の流体輸送方法であって、前記プロセスプラントが流体の運搬処理、分配及び加工用のパイプ系を有し、前記系が

- a. 第1のポンプと流体連通する第1の送出容器をポンプステーションに配置し；
- b. 第2のポンプと流体連通する第2の送出容器をポンプステーションに配置し；
- c. 少なくとも1つの送出容器からの流体を他の方法で収容及び貯蔵するための流体輸送供給及び貯蔵タンクのない状態で、各送出容器のそれぞれから、バルブトレイン（バルブトレインは、プロセスプラントパイプ系と流体連通する、選択的に動作可能な複数のコントロールバルブからなる）に、また、前記バルブトレインを通して前記プロセスプラント

50

トパイプ系に流体を選択的にポンプ輸送することを含んでなる方法に関する。

【0049】

別の実施態様において、本発明は、プロセスプラント内で使用するために給水源から清浄で新鮮な水が別個に供給される一体型プラント配水系であって、前記系が

- a. 給水源からの水と流体連通し且つそれが供給される安全シャワー水貯蔵タンク；
 - b. 安全シャワー水貯蔵タンクと流体連通し且つそれから水が供給される第1の配水ループ；
 - c. 第1の配水ループと流体連通する第2の配水ループ；及び
 - d. 第2の配水ループに水を供給するために、第1の配水ループから水を選択的に引く手段
- を含んでなる系に関する。

10

【0050】

別の実施態様において、本発明は、一体型プラント配水系を通して水を分配する方法であって、前記配水系に、プロセスプラント内で使用するために給水源から清浄で新鮮な水が別個に供給され、前記方法が

- a. 安全シャワー水貯蔵タンクに水を供給し；
 - b. 安全シャワー水貯蔵タンクから、それと流体連通する第1の配水ループ中に水を送り；
 - c. 第1の配水ループから、それと流体連通する第2の配水ループに水を選択的に送る
- ことを含んでなる方法に関する。

20

【0051】

別の実施態様において、本発明は、それぞれ独立した高圧、中圧及び低圧重縮合真空ゾーンを有する最終重縮合反応器用の一体型真空系であって、

- a. 重縮合反応器の中圧及び低圧真空ゾーンと個々に流体連通するスプレー凝縮器；
 - b. スプレー凝縮器と流体連通する中間凝縮器；並びに
 - c. 中間凝縮器と流体連通する真空ポンプ
- を含んでなる系に関する。

【0052】

別の実施態様において、本発明は、少なくとも中圧重縮合真空ゾーン及び別個の低圧重縮合真空ゾーンを有する最終重縮合反応器用の一体型真空系であって、

- a. 重縮合反応器の中圧及び低圧真空ゾーンのそれぞれと個々に流体連通するスプレー凝縮器；
 - b. 前記スプレー凝縮器と流体連通する第1のEGジェット；
 - c. 前記第1のEGジェットと流体連通する中間凝縮器；
 - d. 前記中間凝縮器と流体連通する真空ポンプ；並びに
 - e. 前記低圧真空ゾーン及び前記スプレー凝縮器と流体連通する第2のEGジェット
- を含んでなる系に関する。

30

【0053】

別の実施態様において、本発明は、高圧真空ゾーン、中圧真空ゾーン及び低圧重縮合真空ゾーンを有する最終重縮合反応器から流体を回収する方法であって、

- a. 前記反応器の少なくとも中圧重縮合真空ゾーン及び低圧重縮合真空ゾーンから、中圧及び低圧真空ゾーンのそれぞれと個々に密閉流体連通する単一のスプレー凝縮器中に流体を送り；そして
 - b. 中間凝縮器と流体連通する真空ポンプによって、スプレー凝縮器と流体連通する中間凝縮器を通して流体を引く
- ことを含んでなる方法に関する。

40

【0054】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルモノマーの製造方法であって、

- a. 入口、出口及び内面を有するパイプ型反応器を用意し（入口は出口の垂直方向下方

50

に配置されている) ;

b. 反応体がパイプ型反応器を流れて流れるように、パイプ型反応器に入口に近傍において少なくとも1種の反応体を添加する (反応体はパイプ型反応器内で互いに反応してポリエステルモノマーを形成し且つポリエステルモノマーはパイプ型反応器の出口から出る)

ことを含んでなる方法に関する。

【0055】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 第1の端部、第2の端部及び内面を有する重縮合反応器を用意し (第1の端部は第2の端部の垂直方向上方に配置され、重縮合反応器は第1の端部及び第2の端部との間に

10

において非直線である) ;
b. モノマーが重縮合反応器を流れて流れるように流体ポリエステルモノマーを重縮合反応器の第1の端部に誘導し (モノマーは重縮合反応器内で反応してポリマーを形成し且つポリマーは重縮合反応器の第2の端部から出る)

ことを含んでなる方法に関する。

【0056】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルポリマーの製造方法であって、

a. 第1の端部、第2の端部及び内面を有する重縮合反応器を用意し (第1の端部は第2の端部の垂直方向上方に配置され、重縮合反応器は垂直面と0°より大きい角度を形成する) ;そして

20

b. モノマーが重縮合反応器を流れて流れるように流体モノマーを重縮合反応器の第1の端部に誘導し (モノマーは重縮合反応器内で反応してポリエステルポリマーを形成し且つポリエステルポリマーは重縮合反応器の第2の端部から出る)

ことを含んでなる方法に関する。

【0057】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルの製造方法であって、

a. 入口、出口及び内面を有するパイプ型反応器を用意し (入口は出口の垂直方向下方に配置される) ;そして

b. 反応体がパイプ型反応器を流れて流れるように、パイプ型反応器にその入口の近傍で少なくとも1種の反応体を添加する (反応体はパイプ型反応器内で互いに反応して、ポ

30

リエステルを形成し且つリエステルはパイプ型反応器の出口から出る)

ことを含んでなる方法に関する。

【0058】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルモノマーに反応体を反応させるための装置であって、

a. 入口、出口及び内面を有するパイプ型反応器 (入口は出口よりも垂直方向下方に配置される) ;及び

b. パイプ型反応器の出口のすぐ近傍において内面の一部に接続された堰
を含んでなる装置に関する。

【0059】

40

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルモノマーに反応体を反応させるための装置であって、

a. 入口、出口及び内面を有するパイプ型反応器 (入口は出口の垂直方向下方に配置される) ;及び

b. 内面の内側でトラバースする流体がパイプ型反応器の入口から出口に流れる際に更にその内部を流れるようにパイプ型反応器中に組み込まれたガス抜き機構 (ガス抜き機構は、平底偏心レジューサーを含んでなる)

を含んでなる装置に関する。

【0060】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルモノマーに反応体を反応させるための

50

装置であって、

a. 入口、出口及び内面を有するパイプ型反応器（入口は出口の垂直方向下方に配置される）；及び

b. 流入液及び流出液を有する再循環ループ（流入液は、パイプ型反応器とその出口の近傍で流体連通し、流出液はパイプ型反応器とその入口のすぐ近傍で流体連通する）を含んでなる装置に関する。

【0061】

別の実施態様において、本発明は、ポリエステルモノマーに反応体を反応させるための装置であって、

a. 第1の端部、第2の端部及び内面を有する重縮合反応器（第1の端部は、第2の端部の垂直方向上方に配置され、重縮合反応器は、複数の隣接する相互接続セクションとして形成され、モノマーが重縮合反応器の第1の端部から第2の端部までトラバースしながら、その各セクションの内面に沿って流れて、隣接セクションは互いに非直線的角度を形成する）；並びに

b. 重縮合反応器の内面に取り付けられた少なくとも1つの堰（各相互接続セクションの接続部のすぐ近傍に1つの堰が配置される）を含んでなる装置に関する。

【0062】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのエステル製造方法であって、

（a）第1の入口及び第1の出口を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；

（b）エステル化反応条件下でエステル化用パイプ型反応器に第1の入口の近傍で反応体を添加し且つ2相流を形成し、それによって反応体がエステル化用パイプ型反応器を通る液相及び蒸気相を形成する（反応体の少なくとも一部はエステルモノマーを形成する）ことを含んでなる方法に関する。

【0063】

別の実施態様において、本発明は、複数の反応体からのポリエステルの製造方法であって、

（a）第1の入口及び第1の出口を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；

（b）エステル化反応条件下でエステル化用パイプ型反応器に第1の入口の近傍で反応体を添加し且つ2相流を形成し、それによって反応体がエステル化用パイプ型反応器を通る液相及び蒸気相を形成し（反応体の少なくとも一部はエステルモノマーを形成する）；

（c）重縮合用パイプ型反応器中で重縮合反応条件下においてモノマーを反応させ（エステルモノマーの少なくとも一部はオリゴマーを形成する）；そして

（d）重縮合反応器型反応器中で重縮合条件下においてオリゴマーを反応させ（前記オリゴマーの少なくとも一部はポリエステルを形成する）

ことを含んでなる方法に関する。

【0064】

別の実施態様において、本発明は、入口、出口及びエステルモノマー、エステルオリゴマー又はポリエステルの少なくとも一部の反応体を通される内部を有するパイプ型反応器を含んでなる、少なくとも1種のエステルモノマー、エステルオリゴマー又はポリエステルの調製装置に関する。

【0065】

本発明は、1つ1つの方法の実施態様に関する装置及びそれに伴って本発明の装置1つ1つに関連する方法を提供する。

【0066】

本発明の更なる利点は、一部は以下の説明に記載し、一部はこの説明から明らかであり、又は本発明の実施によって容易に確認できるであろう。本発明の利点は、添付した「特許請求の範囲」において個別に示した要素及び組合せによって実現及び達成されるであろう。前記の概要及び以下の詳細な説明はいずれも、代表的及び説明的なものにすぎず、「特許請求の範囲」に記載された本発明を限定するものではないことは言うまでもない。

【発明を実施するための最良の形態】

【0067】

本明細書に組み入れられ且つ本明細書の一部を構成する添付図面は、本発明のいくつかの実施態様を示し、この説明と共に、本発明の原理の説明に役立つ。

【0068】

図1は典型的なポリエステル反応温度及び圧力プロフィールを示す。

【0069】

図2はエステル化又は重縮合用パイプ型反応器の一実施態様を示す。重縮合用パイプ型反応器モードにおいては、流入液と流出液とは逆である（11に流入液及び12に流出液）。

10

【0070】

図3は本発明の典型的なパイプ型反応器に関する設置コスト対公称パイプ直径（インチ）を示す。

【0071】

図4は堰によって重縮合反応器への液位制御が行われるエステル交換又はエステル化反応器の上部である本発明の一実施態様を示す。

【0072】

図5は既存のポリエステル製造設備が1つ又はそれ以上のパイプ型反応器で改良された、本発明の一実施態様を示す。

【0073】

20

図6は並列の複数のエステル化及び重縮合用パイプ型反応器を用いるより大きいプラント、並びに1つの系内における複数の生成物の製造に関する、本発明の一実施態様を示す。

【0074】

図7A、7B、7C、7D、7E、7F及び7Gは、エステル化及び重縮合プロセスの両方のための蒸気離脱の種々の実施態様を示す。

【0075】

図8は重縮合蒸気離脱の一実施態様を示す。

【0076】

図9は堰及び堰の下流の縮径パイプフローインバーター系を用いる重縮合ゾーン中における層流混合の実施態様を示す。

30

【0077】

図10は種々の非直線配置を用いてエステル化又はエステル交換反応器の圧力プロフィールを変える種々の実施態様を示す。この図は、側面図であり、エステル化又はエステル交換反応器ラインが方向転換する毎の、それらのライン間の垂直方向の変位を示す。

【0078】

図11は図10の配置に対応する圧力プロフィールのプロットである。

【0079】

図12A及び12Bはプロセス内の添加位置の種々の態様を示す。

【0080】

40

図13A及び13Bは再循環ループを用いることによってペーストタンクが排除された2つの異なる実施態様を示す。

【0081】

図14は熱媒体サブループポンプが排除された実施態様を示す。

【0082】

図15Aは先行技術の典型的な混合及び供給系を示す。

【0083】

図15Bは種々のタンクを排除する混合及び供給系並びに他の制御装置及びユニット操作に関する本発明の実施態様を示す。

【0084】

50

図16はエステル交換用又は重縮合用パイプ型反応器に低圧及び高圧が交互に存在する配置を用いる本発明の一実施態様を示す。

【0085】

図17A及び17Bはエステル化用パイプ型反応器及び重縮合系用パイプ型反応器を一体化するポリエステルプラント設計に関する本発明の2つの実施態様を示す。

【0086】

図18は重縮合用パイプ型反応器プロセスに関する一実施態様を示す。図8はエレメント133の分解部品配列図であり、図9はエレメント142の分解部品配列図である。

【0087】

図19は蒸留を吸着で置き換えた実施態様である。

10

【0088】

図20Aは、水平パイプ中の2相流の種々の流動様式を示す。

【0089】

図20Bは、蒸気マスフロー：蒸気マスフロー上の液体の比、及び図20Aからの水平パイプ中の2相流の各流動流式との関係を示す。図20Bはまた、本発明のエステル化及び重縮合法に好ましい流動様式を特定する。

【0090】

図21は、廃液処理への水の排除と共に、資本コスト及びユニット操作を最小限に抑えるためにタンクを使用せずにトラックからアンローディングする本発明の実施態様を示す。

20

【0091】

図22は、設備中の給水系統を最小に抑えるために安全シャワー、冷却塔、カッター水及びHTMポンプクーラーを組合せる本発明の実施態様を示す。

【0092】

図23は、本発明の一実施態様としての、EGジェットを減少させ且つ冷水系を排除する一体型真空系を示す。

【0093】

図24は、PETホモポリマーの製造にパイプ型反応器を使用する、本発明の方法の一実施態様に関するエステル化及び重縮合のための2相様式を示す。

【0094】

30

本発明は、本発明の好ましい実施態様に関する以下の詳細な説明及びこれに含まれる実施例並びに添付図面とそれらの前記及び以下の説明を参照することによってより理解しやすくなるであろう。

【0095】

本発明の化合物、組成物、製品、装置及び／又は方法を開示及び説明する前に、具体的合成方法、具体的プロセス又は個々の装置は言うまでもなく変化できるので、本発明はそれらに限定されないことを理解されたい。また、本明細書中で使用する用語は、個々の実施態様を説明することのみを目的とし、限定を目的としない。

【0096】

本明細書及び添付した「特許請求の範囲」において、多数の用語に言及するが、それらは以下の意味を有すると定義するものとする：

40

本明細書及び添付した「特許請求の範囲」において使用する単数形の表現は、前後関係からそうでないことが明白に指示されない限り、複数の指示対象を含む。従って、例えば、パイプ型反応器への言及は1つ又はそれ以上のパイプ型反応器を含む。

【0097】

範囲は本明細書中では、約を前置した「1つの特定の値」から及び／又は約を前置した「もう1つの特定の値」までと表することができる。このような範囲が表される場合、「1つの特定の値」から及び／又は「もう1つの特定の値」までは別の実施態様である。同様に、先行詞「約」を用いて値を近似値として表す場合、特定の値は別の実施態様を形成することを理解されたい。更に、各範囲の端点はまだ一方の端点と関連でも他の端点とは

50

切り離しても意味があることを理解されたい。

【0098】

「任意の」又は「場合によっては」は、その後に記載される事象又は状況が起こっても起こらなくてもよいこと、並びに記載がその事象又は状況が起こる場合と起こらない場合を共に含むことを意味する。例えば、「場合によっては加熱される」という表現は、材料を加熱しても加熱しなくてもよいこと並びにこの表現が加熱プロセス及び非加熱プロセスを共に含むことを意味する。

【0099】

「残基」は、その部分が実際にその化学種から得られるか否かに関わらず、個々の反応スキーム若しくはそれに続く配合又は化学製品においてその化学種の得られる生成物である部分を意味する。従って、ポリエステル中のエチレングリコール残基は、ポリエステルの製造にエチレングリコールを用いるか否かに関わらず、ポリエステル中の1個又はそれ以上の $-OCH_2CH_2O-$ 反復単位を意味する。同様に、ポリエステル中のセバシン酸残基は残基がポリエステルを得るためにセバシン酸又はそのエステルを反応させることによって得られたか否かに関わらず、

ポリエステル中の1個又はそれ以上の $-CO(CH_2)_8CO-$ 部分を意味する。

【0100】

本明細書中で使用するプレポリマー反応器は、第1重縮合反応器であり、典型的には真空下にあるポリマー鎖を供給長さ1～5から出口長さ4～30まで生長させる。プレポリマー反応器は典型的に、全てのポリエステルに関して同一の機能を有するが、一部のポリエステルは、10～30のような短い目標鎖長を有する。これらの目的鎖長の短い生成物に関しては、プレポリマー反応器が最終生成物を生成するので、仕上げ反応器（以下に定義）は必要ない。仕上げ反応器は最後の溶融相重縮合反応器であり、典型的に真空下があり、ポリマー鎖を目的生成物の鎖長まで生長させる。

【0101】

本明細書中で使用する、ポリエステル加工（processing）に関する「従来の」プロセス又は装置は、連続攪拌型タンク反応器（CSTR）のプロセス若しくは装置、又は反応蒸留カラム、ストリッパカラム若しくは精留塔のプロセス若しくは装置、又は内部部品、スクリュー若しくはニーダーを含むタンクのプロセス若しくは装置を含む（これらに限定されない）非パイプ型反応器又はプロセスを意味する。従来の重縮合方法で

【0102】

ここで、例を添付図面に示した、本発明の好ましい実施態様に関してより詳細に言及する。可能な限り、図面全体を通して、同一又は同様な部品への言及には同一参照番号を用いる。

【0103】

本発明は、反応体をポリエステルに転化するための装置及び方法を包含する。より詳細には、一実施態様においては、第1工程において、本発明は出発原料（原料又は反応体とも称する）をモノマー（ポリエステルモノマーとも称する）へと反応させ、次いで第2工程において、本発明はモノマーをオリゴマー（ポリエステルオリゴマー又はプレポリマーとも称する）へ、次いで最終ポリエステル（ポリマー又はポリエステルポリマーとも称する）へと反応させる。テレフタル酸又はイソフタル酸のような、酸末端基を有する材料を第1工程に供給する場合は、第1工程はエステル化反応又は反応器と称する。出発原料が、テレフタル酸ジメチル又はイソフタル酸ジメチルのようにメチル末端基を有する場合には、第1工程又は第1反応器はエステル交換工程又は反応器である。簡単にするために、明細書及び特許請求の範囲全体を通して、エステル化及びエステル交換は同義で使用し、典型的にエステル化と称するが、エステル化又はエステル交換は出発原料によって決まることを理解されたい。また、エステル化プロセスからのアウトプット（吐出物）はモノマーの他にオリゴマーも含むことができることを理解されたい。重縮合プロセスは、1つの一体型プロセスであることもできるし、2つのサブパート、プレポリマープロセス及び仕

上げプロセスに再分割することもできる。プレポリマープロセスにおいては、アウトプットはモノマー、オリゴマー及びプレポリマーを含んでなり、典型的にオリゴマーが多数を占めている。仕上げプロセスにおいては典型的に、プロセスからのアウトプットはオリゴマー及びポリマーを含み、アウトプットの大部分はポリマーである。エステル化プロセスにおいては、少量のポリマーがプロセスから出ることが可能である。同様に、仕上げプロセスでは、少量のモノマーがプロセスから出ることが可能である。

【0104】

第2工程は、重縮合プロセス又は重縮合反応器と称する。この実施態様において、第1工程又はエステル化反応器の入口の加圧側は約大気圧又はそれ以上で終了する。第2工程に供給される第1工程からのアウトプットは実質的にモノマーである。第2工程において、モノマーはオリゴマーに転化され、そのオリゴマーは必要に応じて、例えば反応器中のシールレグのような第1圧力分離装置において単離することができる。単離されない場合には、オリゴマーはパイプ型反応器中で更にポリマーに転化される。

10

【0105】

別の実施態様において、第1工程の入口の加圧側は、真空下で終了する（一実施態様においては本質的にエステル交換又はエステル化反応器の上部にプレポリマー反応器が設置される）。オリゴマーは第1工程からの実質的な生成物であり、それは最終生成物として単離するか又は第2工程に供給し、そこでオリゴマーが反応させられて、ポリマーが生成する。

【0106】

20

本発明は、異なる反応器に関する多くの異なる配列を考える。一実施態様において、エステル化反応器は重縮合反応器とは独立し且つ異なる反応器である。モノマーは、エステル化反応器中で生成し、次いで重縮合反応器に供給されて、ポリマーを生成する。別の実施態様においては、プレポリマー反応器をエステル化反応器の上に設置して別個の又は一体型ユニットを形成し、それによって組合されたエステル化／プレポリマー反応器からオリゴマーが生成し、次にオリゴマーを重縮合反応器に供給する。本明細書中で使用する、反応器の組合せに関する「一体型」は、2つの反応器が互いに直接的に液体連通し且つ2つの反応器が互いに且つ反応系全体と本質的に区別できないように、2つの反応器を一緒に組合せることを意味するものである。別の実施態様において、重縮合反応器はエステル化反応器と一体型ユニットを形成する。反応体はエステル化反応器に投入し、一体型ユニットによって最終ポリエステルポリマー生成物を生成する。別の実施態様においては、プレポリマー反応器はエステル化反応器と、2つの独立したユニットとして又は1つの一体型のユニットとして一緒に使用する。プレポリマー反応器からのオリゴマー生成物を最終生成物として単離する。更に、本発明はモノマーを製造するのに使用されるエステル化用パイプ型反応器を提供する。別の態様において、本発明は、重縮合用パイプ型反応器の装置及び方法を提供する。エステル化及びプレポリマー反応器が一体型ユニットとして形成される場合には、典型的に、反応器間に水副生成物を逃がすためのベントラインがあり；従って、ベントラインは、エステル化反応器からプレポリマー反応器への交わった点で働く。

30

【0107】

40

本発明の方法は任意のポリエステルに関して適用可能である。このようなポリエステルは、少なくとも1種のジカルボン酸残基及び少なくとも1種のグリコール残基を含んでなり；これに関連して、「残基」は広い意味で解釈すべきであり、例えば、ジカルボン酸残基は、ジカルボン酸を用いて又はジエステルを用いたエステル交換によって形成できる。より具体的には、適当なジカルボン酸としては、炭素数が好ましくは8～14の芳香族ジカルボン酸、炭素数が好ましくは4～12の脂肪族ジカルボン酸、又は炭素数が好ましくは8～12の脂環式ジカルボン酸が挙げられる。ジカルボン酸の例には、テレフタル酸、フタル酸、イソフタル酸、ナフタレン-2,6-ジカルボン酸、シクロヘキサジカルボン酸、シクロヘキサン二酢酸、ジフェニル-4,4'-ジカルボン酸、ジフェニル-3,4'-ジカルボン酸、2,2-ジメチル-1,3-プロパンジオール、ジカルボン酸、コ

50

ハク酸、グルタル酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、それらの混合物などが挙げられる。酸成分は、テレフタル酸ジメチルのようなそのエステルであることもできる。

【0108】

適当なジオールとしては、炭素数が好ましくは6～20の脂環式ジオール又は炭素数が好ましくは3～20の脂肪族ジオールが挙げられる。このようなジオールの例には、エチレングリコール（EG）、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、プロパン-1,3-ジオール、ブタン-1,4-ジオール、ペンタン-1,5-ジオール、ヘキサ-1,6-ジオール、ネオペンチルグリコール、3-メチルペンタンジオール-（2,4）、2-メチルペンタンジオール-（1,4）、2,2,4-トリメチルペンタンジオール-（1,3）、2-エチルヘキサジオール-（1,3）、2,2-ジエチルプロパンジオール-（1,3）、ヘキサジオール-（1,3）、1,4-ジ-（ヒドロキシエトキシ）-ベンゼン、2,2-ビス-（4-ヒドロキシシクロヘキシル）-プロパン、2,4-ジヒドロキシ-1,1,3,3-テトラメチル-シクロブタン、2,2,4,4-テトラメチルシクロブタンジオール、2,2-ビス-（3-ヒドロキシエトキシフェニル）-プロパン、2,2-ビス-（4-ヒドロキシプロポキシフェニル）-プロパン、イソソルビド、ヒドロキノン、BDS-（2,2-（スルホニルビス）4,1-フェニレンオキシ）ビス（エタノール）、それらの混合物などがある。ポリエステルは、1種又はそれ以上の前記型のジオールから製造できる。

10

【0109】

好ましいモノマーとしては、テレフタル酸、テレフタル酸ジメチル、イソフタル酸、イソフタル酸ジメチル、2,6-ナフタレンジカルボン酸ジメチル、2,6-ナフタレンジカルボン酸、エチレングリコール、ジエチレングリコール、1,4-シクロヘキサンジメタノール（CHDM）、1,4-ブタンジオール、ポリテトラメチレングリコール、トランス-DMCD、トリメリット酸無水物、シクロヘキサ-1,4-ジカルボン酸ジメチル、デカリン-2,6-ジカルボン酸ジメチル、デカリンジメタノール、デカヒドロナフタレン-2,6-ジカルボキシレート、2,6-ヒドロキシメチルデカヒドロナフタレン、ヒドロキノン、ヒドロキシ安息香酸、それらの混合物などが挙げられる。二官能性（末端が同じではないA-B型）コモノマー、例えばヒドロキシ安息香酸もまた含むことができる。

20

【0110】

コモノマーは、従来の方法と同様に、エステル化プロセスの最初から重縮合プロセスまでのプロセスにおける任意の点で添加できる。具体的には、本発明に関しては、コモノマーは、エステル化反応器への入口の近傍、エステル化反応器の出口の近傍、エステル化反応器の入口と出口の間の点、再循環ループに沿った任意の点、プレポリマー反応器への入口の近傍、プレポリマー反応器への出口の近傍、プレポリマー反応器の入口と出口の間の点、重縮合反応器への入口の近傍、重縮合反応器の入口と出口の間の点を含む（これらに限定されない）場所まで添加できる。

30

【0111】

また、本明細書中で使用する用語「ポリエステル」は、ポリエーテルエステル、ポリエステルアミド及びポリエーテルエステルアミドを含む（これらに限定されない）ポリエステル誘導体を含むものと理解されたい。従って、簡単にするために、本明細書及び特許請求の範囲の全体を通して、用語「ポリエステル」、「ポリエーテルエステル」、「ポリエステルアミド」及び「ポリエーテルエステルアミド」は同義で使用でき、典型的に「ポリエステル」と称するが、個々のポリエステル種は、出発原料、即ちポリエステル前駆体及び／又は成分によって決まることを理解されたい。

40

【0112】

本発明に方法によって生成するポリエステルは、包装、フィルム、繊維、シート、コーティング、接着剤、成形品などを含む種々の用途に適当なポリエステルホモポリマー及びコポリマーである。食品包装は、本発明のいくつかのポリエステルの特に好ましい用途である。一実施態様において、ポリエステルは、テレフタル酸又はイソフタル酸、好ましく

50

は少なくとも約50モル%のテレフタル酸、実施態様によっては好ましくは少なくとも約75モル%のテレフタル酸からなるジカルボン酸成分と、エチレングリコール、シクロヘキサジメタノール、ジエチレングリコール、ブタンジオール及びそれらの混合物から選ばれた少なくとも1種のジオールからなるジオール成分を含んでなる。ポリエステルは更に、ジカルボン酸100モル%及びジオール100モル%に基づき、約50モル%以下の1種若しくはそれ以上の異なるジカルボン酸及び／又は約50モル%以下の1種若しくはそれ以上のジオールのモノマー残基を含むことができる。いくつかの実施態様において、ジカルボン酸成分、グリコール成分又はそれぞれ別個に約25モル%以下又は約15モル%以下のモノマー改質が好ましい。一実施態様において、ジカルボン酸モノマーは芳香族ジカルボン酸、ジカルボン酸のエステル、ジカルボン酸エステルの無水物、及びそれらの混合物を含む。

10

【0113】

一実施態様において、反応体はテレフタル酸及びエチレングリコールを含む。別の実施態様において、反応体はテレフタル酸ジメチル及びエチレングリコールを含む、更に別の実施態様において、反応体はテレフタル酸、エチレングリコール及びCHDMを含む。

【0114】

好ましいポリエステルとしては、ポリエチレンテレフタレート（PET）、PETG（CHDMモノマーで改質されたPET）、PBT、全芳香族又は液晶ポリエステル、生分解性ポリエステル（例えばブタンジオール、テレフタル酸及びアジピン酸残基を含むもの）のホモポリマー及びコポリマー、ポリ（シクロヘキサジメチレンテレフタレート）ホモポリマー及びコポリマー、CHDM及びシクロヘキサジカルボン酸又はシクロヘキサジカルボン酸ジメチルのホモポリマー及びコポリマー並びにそれらの混合物が挙げられるが、これらに限定するものではない。一実施態様において、ポリエステルは、PTAとEGを反応させることによって製造されるPETである。別の実施態様において、ポリエステルは、PTA、EG及びCHDMを反応させることによって製造されるPETGである。一実施態様においては、反応体は無水物を含まない。一実施態様において、ポリエステルはポリカーボネートでもPBT（「ポリブチレンテレフタレート」）でもなく、無水フタル酸又は無水マレイン酸から製造されるポリエステルでもない。

20

【0115】

本発明のパイプ型反応器プロセスはまた、テレフタル酸をエステル化、水素化及び重合してPET（又は、CHDMも添加される場合にはPETG）を形成する方法（例えば、2000年8月29日に出願された米国特許出願第60/228,695号及び2001年3月20日に出願された米国特許出願第09/812,581号に開示されたもの）に関して、エステル化、重縮合又は両者において使用できる。これらの特許出願を引用することによって本明細書中に組み入れるものとする。

30

【0116】

本発明のポリエステルはまた、少量の三官能価又は四官能価モノマー、例えばトリメリット酸無水物、トリメチロールプロパン、ピロメリット酸二無水物、ペンタエリスリトール又は当業界で一般に知られた他のポリエステル形成性多酸又はポリオールを含むことができる。架橋剤又は分岐剤も使用できる。更に、必要ではないが、ポリエステルの通常使用される添加剤も、必要に応じて使用できる。このような添加剤としては、1種又はそれ以上の触媒、着色剤、トナー、顔料、カーボンブラック、ガラス繊維、充填剤、耐衝撃性改良剤、酸化防止剤、安定剤、難燃剤、再加熱助剤、アセトアルデヒド低減用化合物、酸素掃去用化合物、紫外線吸収用化合物、バリア性改良剤、例えば板状粒子（platelet particle）、黒色酸化鉄などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

40

【0117】

テレフタル酸を反応体の1つとして使用する場合には、典型的には未精製テレフタル酸（TPA）又は粗製TPA（CTA）ではなくて精製テレフタル酸（PTA）を用いるが、本発明においては、TPA及び／又はCTAを使用できる。

50

【0118】

本発明の方法は溶融重合に関する、即ち、本発明の方法は溶融相で行われ、反応体が流動体の状態にある。これは、先行技術のいくつかのポリエステルプロセスに使用される固相重縮合と対比されるべきである。しかし、本発明は固相重縮合が液相重縮合の後に行われるプロセスを含む。従って、本発明のパイプ型反応器プロセスは流体プロセスに相当である。本発明のポリエステル重縮合プロセスはまた、たとえばポリエステル縮合が必要としない第2の又は更にそれ以上の溶媒を典型的に必要とする乳化に基づく重合のようなその他のポリマープロセスや、重縮合の場合と同様な2工程反応を必ずしも必要としないオレフィン重合とは区別しなければならない。

【0119】

本発明の方法は、エステル化又は重縮合プロセスの出口におけるエステル化反応の完了又は実質的な完了を達成できる。より詳しくは、本反応の方法は、種々の態様において、少なくとも80%の完了、少なくとも85%の完了、少なくとも90%の完了、少なくとも95%の完了、少なくとも97.5%の完了、少なくとも99%の完了、少なくとも99.5%の完了、少なくとも99.9%の完了を達成できる。「完了 (completion)」は、残りの酸末端基のモル%を非酸末端基のモル%で除した値を100から引いたものを意味するのに、当業界で一般に用いられる用語である。

【0120】

本発明に取り組む場合には、第1工程は好ましくはパイプ型反応器中で行う。また、第1工程の後に実施される第2工程は、同一又は異なる第2のパイプ型反応器中で行うのが好ましい。しかし、当業者ならばわかるように、エステル化工程は従来の先行技術の方法を用いて行い且つ次に重縮合工程を本発明のパイプ型反応器中で行うこともできる。同様に、エステル化工程を本発明のパイプ型反応器を用いて行い且つ重縮合工程を先行技術の方法を用いて行うこともできる。本発明によれば、第1及び第2反応器の少なくとも一方をパイプ型反応器中で行う。

【0121】

本発明において使用する基本的なパイプ型反応器装置は、他の応用に関して当業界で知られたものから本明細書に開示されたようにして改作され、典型的に従来型の反応器の代わりに使用される標準パイプに基づく。より一般的には、本発明のパイプ型反応器は典型的に軸方向に細長い、実質的に円筒形の装置であるが、本発明の目的に悪影響がなければ、形状は、正方形又は長方形のように様々であることができる。本発明のいくつかの態様において、パイプ型反応器は単純に中空若しくは空の又は実質的に中空若しくは空のパイプ若しくはチューブであることができる。本明細書で定義される「中空」又は「空」は、追加の装置又は内部部品を有さないパイプ又はチューブ、特に、従来型の反応器及びいくつかのパイプ型反応器中に見られる、反応器又はベント流体を混合、輸送又は加熱するための内部部品、例えば、攪拌機、静的混合エレメント、流体流プロファイルの制御又は混合のための突出部、パッキング、スクレーパー、回転ディスク、例えばワイプフィルム又は薄膜反応器に使用されるもの、バッフル、トレイ、下降管、スクリュウ、又は加熱若しくは冷却コイルを有さないパイプ又はチューブを意味する。本明細書中で使用する「中空」又は「空」は、流量測定装置、例えばオリフィス又は流量調整装置、例えばコントロールバルブ若しくは堰のライン中への配置を可能にする。本発明の一態様において、パイプ又はチューブは平滑な内面を有する。本発明のパイプ型反応器は、パイプ内部に表面積を増大させる部品を必要とすることもなく、また、先行技術の一部のパイプ型反応器設計に使用されるような皮膜形成エンハンサーも必要としない。

【0122】

本発明の第1及び／又は第2工程に使用されるパイプ型反応器に関しては、属性の選択基準は、先行技術の従来型の反応器を組み立てる際に一般に検討される基準と同様である。例えば、設計者は、望ましい容量、品質、攪拌、伝熱領域、及び離脱の基準を検討することができる。設計者はまた、反応器の作業容積、伝熱領域、液体の表面積、配管内蒸気速度、反応器蒸気速度、反応器を出入りするプロセス流量のような従来型の反応器の操作及

10

20

30

40

50

び設計から割り出された情報を検討でき、また、熱媒体流量も検討できる。更に詳しくは、設計者は、既存の反応器、反応器設計モデル、工学計算、又は設計基準の他の情報源から反応器容積を決定できる。反応器の各ゾーンに必要な各パイプ直径の長さ l は、反応器の容積 V_r 及び下記式を用いて計算できる：

$$l = V_r / (\pi r^2) \quad [\text{式中、} r \text{ はパイプ半径である}]。$$

各ゾーンに必要な表面積 A は以下のようにして計算できる：

$$A = 2 * l * \text{SQRT} (r^2 - (t - h)^2)$$

[式中、 h はパイプ中の液体の高さであり、 r は h よりも大きい]。

【0123】

伝熱領域、蒸気速度（ほとんどの標準反応器中の蒸気流は垂直であるが、パイプ型反応器中の蒸気流は水平とする）、プロセス流量を考慮に入れて、これらの計算を各反応ゾーンに関して繰り返すことができる。このようにして、各パイプ直径の長さを決定できる。パイプ直径の必ずしも全てが、全反応器条件の要件を満たすわけではないことを理解されたい。図3は、計算の例を含む。パイプの寸法が小さすぎると、泡が壊れない可能性があるために、泡立ちの問題が起こり得る一方、パイプの寸法が大きすぎると、流体高さ全体にわたって過度に大きい圧力降下が起こるおそれがある。材料の入手容易性又は反応器の一領域の局部的最適化のような他の要因が最適でないコスト設計につながる場合もあるので、反応器はこれらの設計基準に拘束されない。いくつかの態様において、パイプの寸法は、2インチ～24インチ、好ましくは6インチ～16インチ、より好ましくは12～16インチである。

【0124】

反応条件（温度、圧力、流量など）及び反応器に装填される材料（反応体、共反応体、モノマー、添加剤、触媒など）は、対応するポリエステル反応に関して先行技術において典型的に見られるものであることができるが、本発明の方法は、当業界で使用されるよりも更に幅広い操作条件を可能にする。即ち、本発明におけるパイプ型反応器の使用は、反応条件も反応器自体に装填される材料も必ずしも変える必要がない。しかし、反応条件は異なる可能性があり、実際に、本発明のパイプ型反応器系によって改善されることができる。いくつかの実施態様において、パイプ型反応器の条件は、先行技術の反応器の条件よりも改善され、より高純度の生成物（例えば、より低いDEG不純物）又は改善された色のような性能の向上が可能になる。

【0125】

当業者ならば、原点としての先行技術のポリエステル製造方法に基づき、このようなパラメーターを決定できる。一態様において、先行技術における操作条件は、反応器温度が20～400℃、好ましくは反応器トレイン中のいかなる点においても流体の大部分の融点よりも高く、圧力が完全真空～500psigであり、滞留時間が約8時間以下であり、グリコール残基対ジカルボン酸残基のモル比（酸残基はエステルに基づき、グリコール残基はジオールに基づくことができる）に基づきモル比が1.005：1～6.00：1である。これらの条件又は他の先行技術の操作条件は、本明細書中に開示を考慮すれば、当業者によって、本発明のパイプ型反応器設計に関して容易に修正及び最適化されることができる。

【0126】

これらの一般的概要に加えて、具体的なエステル化及び重縮合用パイプ型反応器の方法及び装置の考慮事項及び属性並びに本発明のパイプ型反応器系と一緒に又は独立して使用できるいくつかの他の方法及び装置に関して、以下により詳細に記載する。

【0127】

エステル化工程

全ての亜項（subsection）（圧力プロフィール、加熱など）を含む「エステル化工程」の項の下に以下の記載に関しては、そうでないことが特に述べられない限り、この項において以下に記載される本発明の方法及び装置は、重縮合方法及び装置に等しく適用でき、且つ使用できる。

【0128】

前述の通り、一実施態様において、第1工程は、出発原料を反応させてモノマーを形成するためのパイプ型反応器の使用を含む。図2に示される一実施態様において、パイプ型反応器10は入口12、出口11、外面及び内面を有する。一態様において、パイプの内面は断面が円形、正方形又は長方形、好ましくは円形であって、内径を形成する。

【0129】

エステル化及び重縮合用パイプ型反応器の両者に関して、パイプ型反応器は好ましくは、内面を通して流れる材料と反応しない材料から、例えばスチール、鉄、合金、チタン、ハステロイ、ステンレス、カーボンスチール、ニッケル、アルミニウム、銅、白金、パラジウム、リチウム、ゲルマニウム、マンガン、コバルト、亜鉛又はそれらの組合せによって形成される。他の構成材料としては、ガラス、セラミック、ライニングパイプ及びプラスチック、例えばアクリロニトリルブタジエンスチレン（ABS）、ポリブチレン（PB）、ポリエチレン（PE）、ポリ塩化ビニル（PVC）、塩素化PVC（CPVC）、ポリプロピレン（PP）、ガラス繊維、テフロン（登録商標）及び強化エポキシ樹脂が挙げられるが、これらに限定されるものではない。ステンレススチール、ハステロイ及びチタンが、性質、入手容易性及びコストのためによく使用される。エステル交換及び重縮合の両者に関して、触媒材料をパイプに使用することもできる。

【0130】

使用に当たって、反応体は典型的に、反応器に入口の近傍若しくは入口近くで（proximal or near）（即ち出口より入口に近くで）又は入口に隣接して（入口に又は入口のすぐ隣に）添加する。反応体は、パイプ型反応器を通して流れながら、パイプ型反応器内で互いに反応してモノマーを形成し、その結果、形成されたモノマーは出口から出る。しかし、反応体の全てが、入口から出口にトラバースしながら反応してモノマーにならないといけないわけでない（即ち、反応体の一部は、反応してモノマーになることなく、出口から出ることができる）が、それも本発明の範囲に含まれる。更に、モノマーの一部は反応してオリゴマーを形成でき、これも本発明の範囲内であることができる。パイプ型反応器の入口の近傍又は隣接して添加又は注入される反応体は、液体、気体、固体若しくはスラリー又は他の相の混合物の形態であることができる。

【0131】

反応体は独立してパイプ型反応器の入口又は入口の上流若しくは下流の別の場所に直接ポンプ輸送できるので、反応体を液体として（例えばEG及びDMT）添加するのが最も簡単である。1つの特定の設計においては、1つの反応体がパイプ型反応器の入口を経て添加され、且つ別の反応体が入口の上流に添加されることができる。更に別の特定の実施態様においては、1種又はそれ以上の反応体が入口を通して添加され、且つ別の反応体がパイプ型反応器の長さに沿った、入口と出口の間の1つ又は複数の場所に添加されることができる。

【0132】

反応体が流体である場合には、反応体を大気圧より高い圧力で排出するポンプを、典型的にはパイプ型反応器の入口の近傍で使用できる。より詳細には、材料がパイプ型反応器中を通してトラバースして出口から出るのに十分な圧力で反応体を排出できる。これは、摩擦力又は摩擦損失、位置エネルギーの変化（垂直方向のヘッド）及びパイプ型反応器を通る材料の流れに抵抗する他の力を克服することを含む。ポンプは、公知の任意のポンプであることができ、その非限定的例としては、インラインの縦形遠心ポンプを含む遠心ポンプ；容積移送式ポンプ；パワーポンプ（ピストン）；スクリュウポンプ（ダブルエンド、シングルエンド、指定時刻に作動する、指定時刻に作動しない）；回転ポンプ（ギア、マルチプル・ロータリー・スクリュウ、円周方向のピストン、ロア、回転バルブ、又は軟質部材）；ジェットポンプ（排出単一ノズル又は多連ノズル）；又はエルボ・ポンプが挙げられる。反応体は別々にポンプ輸送することもできるし、又は予め混合して、一緒にポンプ輸送することもできる。

【0133】

流体反応体は、単独でも一緒に混合しても容易にポンプ輸送されるが、固体反応体はより問題が多い。以下により詳細に記載するように、固体反応体は、ペーストポンプ、混合タンク、独特の混合及び供給系、ペーストタンクと一体的に形成された再循環ループ、又はこれらの装置及び方法の組合せを用いて添加することができる。液体中に存在する任意の固形分を溶解させ、且つ気液混合を引き起こして、エステル化反応を推進するには、適切な混合が必要である。一般に、気液混合物はエステル化反応器中で気泡又はフロスの状態であるのが好ましい。

【0134】

圧力プロフィール

好ましい実施態様において、パイプ型反応器の入口に隣接した内面における反応体の圧力は、出口に隣接した内面におけるモノマー及び／又は反応体の圧力より高い、即ち大きい。この圧力差を得るために、圧力差が主に、パイプ型反応器の内面の内側に含まれる流体によってもたらされる静水圧によって生じるように、パイプ型反応器の入口は好ましくは、出口の垂直方向下方に（図2に示されるように）配置される。即ち、下流の位置と上流の位置との間に静水圧が存在し、その結果、流体がパイプ型反応器を通して上向きに流れるにつれて圧力が低下する。静水圧は、液体密度（温度及び組成）、空隙率（添加される反応体、温度、生成される反応副生成物、反応器から除去される気体の量）、パイプ型反応器内の2点間の高さ又は高低差）及びパイプ内の流れによる圧力降下（流量、粘度、パイプ直径）の関数である。

【0135】

エステル化用パイプ型反応器はまた、種々の形状を取ることができる。例えば1つの設計において（図示せず）、パイプ型反応器は入口と出口の間で実質的に直線であり、従ってパイプ型反応器は軸方向に細長い。別の実施態様においては、パイプ型反応器は実質的に非直線である。別の実施態様においては、パイプ型反応器は、直線部分と非直線部分を交互に有する。

【0136】

パイプ型反応器は本質的に垂直、水平又はその中間の任意の角度であることができる。パイプ型反応器の向きは、垂直面と、0°（垂直、即ち地面又は土台に対して垂直）から90°（水平、即ち水平線に対して平行）までの任意の角度を形成できる。種々の態様において、パイプ型反応器は垂直面に関して0°、10°、20°、45°、60°、75°、85°、89°又は90°であることができる。パイプ型反応器の垂直面との配向角度は、多くの条件、特に生成される生成物及び望ましい圧力プロフィールによって決まる。例えばPET製造に関しては、テレフタル酸を用いる場合には、水平の向きが好ましいが、DMTプロセスを用いる場合には、垂直の向きが好ましい。PETGに関しては、垂直の向きが好ましい。

【0137】

種々の実施態様において、エステル化用パイプ型反応器は垂直の配置を有することができる。このような垂直配置に関する種々の実施態様において、パイプ型反応器の入口は出口の垂直方向下方少なくとも20、50、75、80、90又は100フィートに配置することができる。他の実施態様において、入口は、出口の垂直方向下方20～200フィート、50～200フィート、50～175フィート、90～150フィート又は100～140フィートに配置することができる。

【0138】

別の同様に実行可能な設計としては、入口の出口の間において非直線であるパイプ型反応器が挙げられる。このような設計の1つが図2に示される。図2においては、パイプ型反応器は正面図において蛇行している。非直線のパイプ型反応器の他のプロフィールとしては、ねじれている；巻き付いている；より合わされている；コイルである；ねじ曲がっている；絡み合っている（曲線を描いて動く）；回旋状の；ゆがめられた；蛇行した；曲がりくねった；波状の；且つ／又は複雑に入り組んだ設計が挙げられるがこれらに限定されない。

【0139】

別の設計において、パイプ型反応器は、入口から出口まで非直線的な水平ランで進み、次いで、別の非直線的な水平ランによって別のレベルまで垂直に進み、このプロセスが所望の高さ（及び幅／長さ）まで繰り返されることができる。これは、階層化非直線水平ランを有する充填設計を生じる。

【0140】

別の実施態様において、エステル化（又は重縮合）反応器は、一連の往復する垂直立ち上がりであることができる。具体的には、エステル化反応器（又は重縮合反応器）は図2に相当するが、90°回転されている。即ち、図16に関して、出発原料は12においてポンプ注入され、垂直方向上向きに進行した後に垂直下向きに進行するパターンを交互に繰り返す。この設計は、供給材料を加圧下で流入させ、次いで低圧にし、次いで高圧に戻し、その後これを交互に繰り返す。蒸気は低圧ゾーンで除去される場合がある。流出液は11から出て行く。

【0141】

これらの非直線設計において、パイプ型反応器は、好ましくは入口と出口との間に配置された複数のエルボを含む。エルボは通常、45°又は90°の角度を形成するが、他の角度も考えられる。反応体及び／又はモノマーがエルボを通してトラバースするにつれて、各エルボはパイプ型反応器内の流れの方向を変化させる。流れの方向は、建物の床のような固定水平面に対して、又は建物の壁のような固定垂直面に対して又は固定水平面と固定垂直面の両者に対して変化し得る。反応体及びモノマーがエルボを通して流れる際には、有利なことに、パイプ型反応器の直線部分に比較して材料の混合がより多く起こる。

【0142】

また、望ましい圧力プロファイルを得るためにパイプ型反応器を設計することが考えられる。当業者ならばわかるように、反応体及び／又はモノマーが液体の形態である場合には、液体の圧力は、パイプ型反応器内の、水平向きの部分に沿って流れる際には実質的に一定である。即ち、パイプ型反応器の水平セクションに沿って静水圧の差はないが、液体が下流に向かって流れるにつれて摩擦損失が起こり、それがパイプ型反応器のその水平部分に沿った圧力を変化させる可能性がある。これに対して、パイプ型反応器のその部分がより垂直に配置されて下流へと流れる際には、流体の圧力は次第に低下する。

【0143】

ここで図10及び11を参照すると、これらの工学原理を本発明の実施態様に用いて、パイプ型反応器を通して流れる反応体及び／又はモノマーに関して望ましい圧力プロファイルを作ることができる。図11のプロフィール21～25は、図10の21図～25図に対応する。パイプの配置の変化は、圧力プロフィールを変える。図10及び11は、原則的に正しいが、実際は水平パイプに沿った圧力降下は、パイプの長さに沿った摩擦による圧力降下によってのみ低下する。水性パイプセグメントの垂直接続は、パイプ型反応器中に顕著な圧力低下をもたらす。従って、圧力対長さ又は時間を図示する図11は、実際には、図示されたようなモナトミック（monatomic）ではなく、サージ（surge）で起こる。略図のこの理解を前提として、各配置を説明する。図10のプロフィール21は、等間隔に配置された一連のパイプであり、それは、流体密度及び空隙率が等しいと仮定すると、反応器中に直線的圧力降下を生じる。プロフィール22は、最初の4つの反応器セクションにはより小さい圧力降下があり且つ広い間隔で配置された上方の4つの反応器セクションにはより大きい圧力降下があるパイプ型反応器を示す。図10のプロフィール23に示されるパイプ型反応器は、高さの増加した垂直セクションによって大きい初期圧力降下が引き起こされ、反応器の最後の4つのセクションにおいてはより小さい圧力降下を示す。プロフィール24は、それぞれが小さい圧力降下を有する4つのゾーンを有し且つ各ゾーン間の圧力降下が大きいパイプ型反応器を示す。プロフィール25の設計は、反応器の圧力を段階的に降下させる。既に記載したように、プロフィール21～25の圧力プロフィールは、図11のプロフィール21～25としてグラフ化されている。ここに記載した配置は単に説明的なものであることを理解されたい。ここに記載した原理

に基づいて、多くの他の配置を設計できる。

【0144】

別の実施態様においては、入口を出口と概ね同じ垂直高さにすると（即ち実質的に水平向きのパイプ型反応器）、材料がパイプ型反応器の内面に沿って流れるにつれて生じる摩擦損失に基づき、入口の圧力は出口の圧力よりも大きいと考えられる。入口と出口の圧力差は、出口より垂直方向に高い入口を有する実施態様ほど大きくはないであろう。また、入口が出口の垂直方向上方に配置されるように反応器のパイプを配置することも、本発明の範囲内である。

【0145】

エステル化反応器の上部の圧力は真空であることができ、流体は真空によって上向きに進む。一態様においては、真空セクションの前に、ベントを用いて、水の大部分を除去することができる。この実施態様において、重縮合反応器の第1部は、エステル化反応器の上に配置することができる。これによってプラントプロセスがより小さくなり、重縮合プロセス／装置の一部はエステル化側にある。更に、別の実施態様においては、それによって設備中の最も長いシールレグが排除される。更に、別の態様において、熱交換器を反応器ライン中においてベントの後に用いることができる。

【0146】

加熱

反応体の加熱は、反応速度を増加させて、モノマーの形成及び重縮合を促進する。従って、本発明の別の任意的な特徴は、パイプ型反応器を通してトラバースする反応体及び／又はモノマーの加熱手段を含むことである。更に、パイプ型反応器の内面に沿って材料を沸騰するまで加熱すると、（1）沸騰によって形成された気体／蒸気とパイプ型反応器に沿って流れる周囲の液体（又は固体）との間に浮力の差を形成し、且つ（2）パイプ型反応器の内面と前記内面と接触する材料との間の摩擦力によって形成された境界層を壊すことによって、混合が増大する。種々の態様において、エステル化プロセス、重縮合プロセス又はエステル化プロセスと重縮合プロセスの両者における流体の少なくとも一部は、効率的に混合するために沸騰するまで加熱する。他の態様において、流体の少なくとも一部は、他の手段によって、例えば系の圧力を低下させるか又は沸騰させる必要のある流体よりも高い蒸気圧を有する成分を添加することによって沸騰させることができる。当業者ならばわかるように、最高の熱伝達は、核沸騰の場合に起こる（即ち個々の気泡又は気泡塔の生成）が、他の型の沸騰も考えられる。

【0147】

以下のチャートは、本発明がプロセスすることができる典型的な成分の沸点を示す。

成分	沸点温度（℃）
酢酸	118.5
アジピン酸	330（分解）
イソフタル酸（IPA）	昇華
リン酸	213
テレフタル酸	301.4
メタノール	64.5
1-ブタノール	117.8
イソプロパノール	82.5
チタンイソプロポキシド	82.5
二酸化チタン	475超
トリメリット酸無水物	390
酢酸亜鉛	100（水を失い、次いで昇華）
酸化アンチモン	1100
酢酸第一コバルト四水和物	140
1,4-シクロヘキサジカルボン酸ジメチル	265
イソフタル酸ジメチル	282

テレフタル酸ジメチル (DMT)	2 8 8
ブタンジオール	2 3 0
シクロヘキサンジメタノール (CHDM)	2 8 4 ~ 2 8 8
ジエチレングリコール (DEG)	2 4 5
エチレングリコール (EG)	1 9 7
トリエチレングリコール	2 9 0

【0148】

パイプ型反応器のための加熱手段は多数の形態を取ることができる。パイプ型反応器は、種々の媒体によって種々の面を通して加熱することができる。より好ましくは、本発明は、少なくともパイプ型反応器の入口と出口との間の部分に沿ったパイプ型反応器の外面の部分と熱連通している熱媒体（「HTM」）を含む。熱媒体は、外面の全外径を囲み、パイプ型反応器の全長を実質的に延長することができる。熱は、熱交換器を装着することによって、又は反応体を高温又は蒸気状態で添加することによって加えることもできる。一態様において、PET又はPETGプロセスにおいて、エチレングリコール及び／又はCHDMが高温で又は蒸気状態で添加することができる。別法として、誘導加熱又はマイクロ波加熱も使用できる。

【0149】

熱交換器は、反応体供給ラインに用いて、反応体を加熱し又は蒸発させることができる。熱交換器はまた、パイプ型反応器の中間で使用することもできる。パイプ型反応器は種々のセクションを有し、1つのセクションからの流出液はそれぞれ、熱交換器を通して供給されて、反応体及び／又はモノマー単位を加熱する。パイプ型反応器系の中間におけるこの熱交換器は、パイプ型反応器用のジャケットなしパイプを用いる場合に特に適用できる。熱交換器は、ジャケット付きパイプの取り付けコスト対熱交換器の取り付けコストにもよるが、反応器系統の低コスト成分であることができる。典型的に、エステル化及び初期重縮合においては、流体の温度が滞留時間を制御するので、反応速度論ではなく入熱が限定設計要素であることができる。従って、容積及びコストを最小限に抑えるためには、急速加熱がプロセスを向上させることができる。熱交換器は、長さに沿った任意の場所、例えばエステル化反応器、重縮合反応器若しくは再循環ループへの入口と出口の中間又は入口若しくは出口の近傍若しくは隣接して、あるいは反応器のいずれかの間（エステル化反応器同士の間、重縮合反応器同士の間、エステル化反応器と重縮合反応器との間）であって、エステル化反応器又は重縮合反応器のいずれかの入口若しくは出口に隣接若しくは近傍、あるいは任意のシールレグの近傍、隣接若しくはその内側に取り付けることができる。好ましくは、熱交換器は、各反応器部分の各反応器セクションの最初に配置される。そこでは、気化が液体を冷却させるので、圧力が変化する。従って、下記のように、シールレグへの、その近傍への又はそれに隣接して熱交換器の装着が有利であり得る。ジャケットなし型のパイプをエステル化に用いる場合には、エステル化プロセスの最初に熱交換器を用いること、及びまた、副生成物の気化時に温度を元に戻すために反応器の長さに沿って追加の熱交換器を用いることが低コストの選択肢である。一態様において、気化される副生成物の量はエステル化の最初の方がより多いので、熱交換器同士はエステル化プロセスの初めには隣接しているが、後の方ではいっそう隔たるであろう。

【0150】

熱媒体の1つの例は、パイプ型反応器の外面に巻き付けられた複数の電気加熱部品を含む。外面を囲むジャケットパイプを用いる場合にはまた、ジャケットパイプがパイプ型反応器の外面より大きい内面を有することによって、それらの間に環状の空間を形成することが考えられる。一例として、液体、蒸気、スチーム、過熱水、圧縮ガス、凝縮用蒸気ガス、運搬固形分、電気トレーシング、電気加熱部品又はそれらの組合せを含む熱媒体が次に、環状空間内に配置される。流体熱媒体（即ち液体、蒸気又はスチーム）を使用するためには、流体が入口と出口の間において縦方向に流れるように、環状空間は横方向においてリークタイトでなければならない。更に詳しくは、流体熱媒体を用いるこの実施態様においては、環状空間内の流体流が、パイプ型反応器中を通して流れる材料の方向と逆の方

10

20

30

40

50

向である（即ち、反応体及びモノマーが入口から出口に流れるので、熱媒体は出口から入口に流れる）ことが望ましいが、H T M並行流路も使用できる。

【0151】

熱媒体の流量に基づき、設計者は、プロセスパイプとジャケットパイプとの間の環状空間中の熱媒体の速度が、良好な配管設計に妥当な速度であることを保証しなければならない。本発明に関しては、線速度約4～約8フィート／秒の速度が一般に妥当であると考えられる。速度が速すぎる場合には、ジャケットパイプの直径を増加させなければならない。

【0152】

また、熱媒体が内部パイプの中を流れるか又は外部パイプの中に配置され且つプロセス流体が内部パイプの外側と外部パイプの内側の環状空間に配置することもできると考えられる。この設計は、プロセスパイプの表面積を減少させ、より大きい外側パイプを必要とするが、高圧媒体のような一部の熱媒体については有益であることができる。プロセス流体が中間の環状空間にある状態で、プロセス流体の内側と外側の両方にH T Mを用いることによって領域をより大きくすることができる。

【0153】

反応器の1つのセクションにおいてより多くの熱伝達が望ましい場合には、表面積対プロセス容量の比を増加させなければならない。これは、直径のより小さいプロセスパイプを用いることによって達成される。より小さいプロセスパイプはプロセスの線速度を増加させるであろうが、流量がパイプの浸蝕を引き起こすほど且つパイプ型反応器の離脱セクションにはないほどには速くなければ、これは許容され得る。これらの表面積のより大きいゾーンは、パイプ型反応器のコストに影響する。プロセス流量が大きすぎる場合には、複数の平行なパイプを使用する。

【0154】

脱ガス

入口から出口へと流れる間に、反応体、モノマー、オリゴマー、ポリマー及び副生成物は、化学反応、加熱又は他の事由の結果として蒸気又は気体を形成し得る。本発明はまた場合によっては、パイプ型反応器からその入口と出口の中間において及び／又は出口において、出口の近傍において若しくは出口に隣接して蒸気を除去する手段を含む。この除去は、反応を好適な平衡に移動させ且つ／又は相流（phase flow）を望ましい様式に制御するのに役立つ。除去位置は、いくつかの態様においては、1つ若しくはそれ以上又は全てのゾーンの末端（「ゾーン」は、エステル化ゾーン及び各重縮合ゾーンを意味する）及び／又は各反応器ゾーン内の1つ又はそれ以上の場所であることができる。

【0155】

図20Aを参照すると、水平パイプ中の2相流の8つの異なる流動様式が示されている。暗い領域は液体を、明るい領域は気体を表す。気泡流（バブルフロー）においては、気体の気泡は、液体とほぼ同じ速度でパイプの上部に沿って移動する。栓流（プラグフロー）においては、液体と気体のプラグが交互にパイプの上部に沿って移動する。層状流においては、液体がパイプの底部に沿って流れ、気体が、平滑な気液界面の上を流れる。波状流は、気体がより高速で移動し且つ界面が流れの方向に進む波によって乱される以外は、層状流と同様である。スラグ流においては、より急速に移動する気体によってロール波を持ち上げられてスラグが形成され、スラグが平均液体速度より速い速度でパイプ中を通過する。環状流においては、液体はパイプ内壁の周囲において薄膜の状態で流れ、気体は中核として高速で流れる。表面は対称でも平滑でもなく、むしろ、波状流に関して記載したように、スコールに重ね合わされたロール波と似ている。分散流又は噴霧流においては、液体のほとんどが気体によって噴霧として同伴される。噴霧は、ロール波の頂点から液体をはぎ取る高速ガスによって生成されるようである。フロス流は、より大きい気泡又は空隙率を有する以外は気泡流と同様である。一般的には、Robert S. Brodkey, "The Phenomena of Fluid Motions", Addison-Wesley Series in Chemical Engineering

10

20

30

40

50

， p p . 4 5 7 - 4 5 9 ， 1 9 6 7 を参照されたい。

【0156】

本発明のエステル化プロセスに関しては、パイプ型反応器中のフロス流又は気泡流は、反応の促進に効果的な蒸気及び液体の混合を提供するので、一般的に運転に最適の領域である。本発明の重縮合工程に関しては、パイプ型反応器中の層状流は、液体生成物から蒸気生成物をうまく離脱させるので、最適の流動様式ある。層状流はまた、エステル化又は重縮合において本発明のパイプ型反応器からのガス抜きに最適の流れである。図20Bは、 By ($lb/時 \cdot ft^2$ ，蒸気質量速度の関数) 対 Bx (液体質量速度対蒸気質量速度の比の関数) の $\log - \log$ 目盛りの Baker プロットであり、水平パイプ中の2相流の種々の典型的な流動様式を示す。一般的に、2相流に関する Baker プロット (例えば米国特許第6, 111, 064号及び Perry's Chemical Engineers' Handbook, 6th ed, pgs. 5-40 and 5-41 (示された目的のために引用することによって本明細書中に組み入れるものとする) に記載) を参照されたい。前述の通り、エステル化プロセスにはフロス又は気泡が最適であるが、重縮合プロセスのプレポリマー及び仕上げ工程には層状流が最適である。スラグ流及び栓流は装置の損傷を起こし得る危険があり；環状流及び分散流は過度に短い滞留時間をもたらす；波状流は気体流中にプロセス液体を同伴し、それによって気体運搬処理装置中に付着物を生ずる。

10

【0157】

エステル化の初期において、いくつかの実施態様においては、固体が存在し、それが3相流を生じる可能性がある。しかし、前記の最適流動様式は、液体と気体との関係にふさわしい。固体は実際には気液流動様式に影響を与えないが、明確にするために、固体が存在する場合には、第3相(固体相)が存在し得るので真の2相流ではないかもしれないことに留意すべきである。

20

【0158】

流動様式間の移動は、プラント能力を変化させ、再循環流量を増加させ、プロセス中の再循環除去位置を修正し、蒸気を抜き、パイプの直径を変化させ、平行パイプを用い、温度、圧力、組成のような手段によって物理的パラメーターを変化させ、希釈剤又は不活性成分を添加することによって、又は他の手段によって行われる。

【0159】

図20Bを参照すると、エステル化プロセスに関しては、グラフ上の右手方向に移動するためには、フロス又は気泡状態を達成する量又は比率で再循環を増加させることができる。グラフ上を上方に移動させるためには、直径のより小さいパイプを用いる。左に移動させるためには、追加の流路を用いる。重縮合プロセスに関しては、層状2相流様式を達成するためには、蒸気速度が速すぎる場合には、追加の平行パイプを加えて蒸気速度を低下させることができる。

30

【0160】

図24は、PETホモポリマーの製造方法に関する本発明の一実施態様に関して考えられる1組の2相流様式を示す。この実施態様において、エステル化反応器は、点400においてフロス又は気泡様式で出発し、反応器を通過してプロセスが進むにつれて点401に向かって徐々に移動する。層状ゾーンの点402では2相の離脱のために速度が低下され、次いで第1圧力ゾーン分離器、例えばシールレグを通過して点403の重縮合の第1段階に進む。プロセスは流路に沿って点404まで進み、そして第2圧力ゾーン分離器に到達し、流動様式を405まで移動させる。プロセスは流路に沿って点406を通り越して最終圧力ゾーン分離器まで進む。最終重縮合ゾーンは、このダイアグラムの目盛りでは示されないので示していないが、最初の2つのゾーンと同じパターンを有する。

40

【0161】

更に、系からのガス抜きが、蒸気流及び蒸気流上の液体の比率を制御できる。ガス抜きによって、蒸気が除去される。これは、プロセスを下方(蒸気流がより少ない方)に且つ右(液体対ガスの比がより高い方)に移動させる。以下の実施態様は、グラフ上の任意の

50

方向に移動させて流動様式を変化させるのに使用できるいくつかの方法を示す。

【0162】

同伴気体は、脱ガスエンクロージャ中流体流速の制御された低下と脱ガスエンクロージャからの回収気体の制御されたガス抜きを併用することによって、ポンプ輸送される液体から逃がされることができる。より好ましくは、ポンプ輸送される流体流中に同伴される気体は、一定の長さの脱ガス配管を流体流の流路に組み込み且つ分離された気体をこのようなスタンドパイプ又は流量制御ベントを通して放出することによって、ポンプ輸送される液体から分離されることができるとわかった。本明細書中で使用する用語「同伴」及び同様な用語は、流体中に存在する溶解されていない気体、例えば気泡、マイクロ気泡、フォーム、フロスなどの形態の流体中の気体に関して使用する。

10

【0163】

本発明の好ましい一実施態様において、蒸気除去手段又は脱ガス手段は、パイプ型反応器中に組み込まれたベント又はガス抜き機構を含む。ガス抜き機構は、パイプ型反応器の内面の内側をトラバースする反応体及びモノマーの全て又は一部が、入口から出口まで流れながらガス抜き機構も通って流れるように配置する。

【0164】

ここで図7A～7Fを参照すると、ガス抜き機構は、同伴気体を流体反応体及び／又はモノマーから分離させるのに十分な程度まで、パイプ型反応器中の反応体及び／又はモノマーの速度を低下させる働きをする。ガス抜き機構は好ましくは、層流、層状流、非円形流、2相気液流を生成する。所望の二相（気液）流を生成するためのガス抜き機構中の減速の程度は、（1a）存在すると考えられる気泡の大きさ及び流体の粘度、又は（1b）液体及び気体の両者の物理的性質、及び（2）パイプ型反応器を通る予想流量を用いて当業者が決定することができる。ガス抜き機構の内部寸法は、パイプ型反応器の断面積より大きい、流体を輸送しやすい断面積がガス抜き機構に隣接して得られるように選ばれる。質量流量の原則に基づくと、内径は増加するので、流量が一定の場合には速度は減少する。速度の低下に伴って、気体は上昇し且つ溶液から出て、ついには放出気体の圧力によって更なる気体が溶液から出られなくなる。放出ガスを逃がすことによって、溶液中の気体と溶液から出る気体との間に元々存在する平衡がシフトされるので、更なる気体が溶液から出ることができる。

20

【0165】

本明細書の開示中に記載された反応体及び／又はモノマー中の同伴気体の分離には、例えばガス抜き機構がその中を流れる流体の流量を減少させ且つ好ましくはガス抜き及び重縮合プロセスにおいて層状2相流様式を達成することが望ましい。ガス抜き機構内の流体の滞留時間はまた、減速された速度でガス抜き機構内において液体から同伴気体を適切に分離するのに十分な時間を与えるようにガス抜き機構の長さを適切に選択することによって制御する。個々の流体流に適切な滞留時間は、当業者ならば、本明細書中の開示を検討後に実験的又は経験的に決定することができる。

30

【0166】

最良の結果を得るために、ガス抜き機構を通して流れる反応体及びモノマーの内部の蒸気及び気体を実質的に水平に流れ且つガス抜き機構の上部の領域に集まるように、ガス抜き機構は実質的に水平に配置され又は水平向きにされる。望ましいガス抜き機構の属性のため、液体を底部において通すが気体の流れを上部に制限することができる任意の設計によって、溶液から出てくる気体を捕捉することができる。

40

【0167】

液体反応体及びモノマーから気体を離脱させるのに使用できるいくつかの設計としては、図7A～7Fに示されたものが挙げられるが、これらに限定するものではない。図7A～7Fの各実施態様は、流体と気体／蒸気との混合物を受ける入口31、流体出口32、T継手36及び気体／蒸気出口33を有する。ガス抜き機構は、層状様式への流体の速度を遅らせ且つ蒸気中への液体の同伴を最小限に抑えるために、平底レジューサー37を含むことができる。

50

【0168】

レジューサーは、蒸気が放出される際に蒸気がそれと共に液体を引きずらないように液体表面の蒸気速度が十分に遅くなるような一定量の表面積と、2相の分離を引き起こす浮力差によって蒸気気泡が液体から離脱するのに十分に遅いように線速度が得られるような十分な液体流路断面積を実現する。レジューサーは、パイプ直径にも反応器容量にも制限がない場合に好ましい。パイプ直径が制限されるがプラント容量が制限されない場合には、レジューサーに代わるものはパイプの設置であることができ、それはより短い路長においてより遅い線速度及びより大きい表面積を得るために平行であることができる。

【0169】

ガス抜き機構は好ましくは、パイプ型反応器の内径よりも大きい有効内径（又はより大きい流れ領域）を有する。速度はまた、図7Fに示されるような複数の平行パイプを用いて低下させることもできる。一態様において、図7Fの系は入口にレジューサーを必要としない。図7E及び図7F中の配置は、T継手36とT継手の右手のエルボとの間のパイプの上半分にある38の堰（逆堰）によって更に改良することができる。

【0170】

ガス抜き機構内において気体及び蒸気が溶液から出るに従って、それらは除去しなければならない。この目的を達成するために、ガス抜き機構は好ましくは更に、ガス抜き機構に連結された直立した脱ガス用スタンドパイプを含む。脱ガス用スタンドパイプは、ガス抜き機構と流体連通する受け端と入口端の垂直方向上方に配置された対向するガス抜き端を有する。直線の実施態様も考えられるが、脱ガス用スタンドパイプは、受け端とガス抜き端との間において非直線であるのが好ましい。

【0171】

一実施態様において、ベントは更に、ベントに連結された直立した脱ガス用スタンドパイプを含み、前記脱ガス用スタンドパイプはベントと流体連通する受け端と入口端の垂直方向上方に配置された対向するガス抜き端を有し；前記脱ガス用スタンドパイプは非直線であってその受け端とガス抜き端との間において縦方向に伸長し、前記脱ガス用スタンドパイプは、それぞれが互いに流体連通する3つの隣接セクションから形成され、第1セクションは受け端に隣接しベントから実質的に垂直に伸長し、第2セクションは第1セクションに連結されて、平面図において第1セクションに対して角度をなして配置され、第3セクションは第2セクションに連結されて、平面図においてある角度をなして配置され、それによって第3セクションは実質的に水平に配置される。一態様において、ベントは第3セクションの水平パイプに連結される第1セクションの垂直パイプであり、第2セクションのパイプは、0°又は90°以外の任意の角度で、好ましくは45°の角度で垂直及び水平パイプを接続する。種々の態様において、第1セクションに関して「実質的に垂直」とは、第1セクションが垂直面に対して約0°～約60°の角度、垂直面に対して約0°～約50°の角度、垂直面に対して約0°～約45°の角度、垂直面に対して約0°～約30°の角度、垂直面に対して約0°～約15°の角度、又は垂直面に対して約0°（垂直）の角度で配置され；第2セクションが垂直面に対して約5°～約85°、約15°～約75°、約30°～約60°又は約45度の角度で配置されることを含み；第3セクションに関して「実質的に垂直」とは、水平面に対してプラス若しくはマイナス約45°～約0°、プラス若しくはマイナス約30°～約0°、プラス若しくはマイナス約15°～約0°、プラス若しくはマイナス約5°～約0°、又は約0°の角度で配置されることを含む。第3セクションに関する「プラス若しくはマイナス」とは、第1及び第2セクションが典型的に垂直に関して角度をなして配置され、それによって、そこを流れる蒸気又は気体流体が上向きに進み（液体は最初は上向きに進むが、十分な離脱後には次に下向きでプロセスに戻る）のに対して、第3セクションは上向き、水平又は下向きに配置することができることを意味するものである。別の態様において、第1セクションは垂直面に対して約0°～約60°の角度で配置され、第2セクションは垂直面に対して約5°～約85°の角度で配置され、第3セクションは水平面に対して約0°～約45°の角度で配置される。別の態様において、第1セクションは垂直面に対して0°の角度で

10

20

30

40

50

配置され、第2セクションは垂直面に対して45度の角度で配置され、第3セクションは水平面に対して0°の角度で配置される。好ましくは、第1セクションは第2セクションに対して約45°の角度で配置され、第3セクションは第2セクションに対して約45°の角度で配置される。好ましくは、第3セクションは、図7Gに示されるように（図7Gの装置が図7A～7F上に直接、配置されるか又は置き換えられて、出口33が入口34につながるとすれば示されるであろう）、又は図8に示されるように（エレメント137がT継手36又は139と同一の平面図上の面にあると仮定する場合）、それが流体連通するプロセスラインと並行流である。しかし、第3セクションは対向流であることができ、又は並行流と対向流との中間であることさえできる。対向流はより効率的な離脱を実現できるが、装置のレイアウトの点では不利である。従って、脱ガス用スタンドパイプは、第1セクションから第2セクションに非直線的流路を形成し、次いで第2セクションから第3セクションに別の非直線的流路を形成する。別の態様において、第3セクションは水平面に対してマイナス45°の角度で配置して、第3セクションに下向きの流路を形成する。この態様に関しては、好ましくは、第3セクションは第2セクションに対して90°の角度で配置し、第2セクションは好ましくは垂直面に対して45°の角度で配置する。ベントの基本的パイプ設計には可動部がなく且つベントは単に空のパイプであることができるので、ベントは離脱機能を果たすための非常に低コストの配置である。

10

【0172】

図7G及び図8に示されるように、脱ガス用スタンドパイプの好ましい実施態様は、互いに流体連通する3つの隣接セクション中に形成される。第1セクションは受け端に隣接して、ガス抜き機構から実質的に垂直に伸長し；第2セクションは第1セクションに連結し、平面図において第1セクションに対して約45°の角度で配置され；第3セクションは第2セクションに連結され、平面図において第2セクションに対して約45度の角度で配置され、その結果、第3セクションは実質的に水平に配置される。

20

【0173】

共通の特徴は、スタンドパイプが垂直に配置され且つガス抜き機構が水平に配置され、その結果、入口から出口への非直線的流路が形成されることによって、液体がスタンドパイプから流れ出ることなく気体を逃散させることができることである。ガス抜き機構の集成装置をエステル化プロセスにも適用可能な図7G又は図8に関しては、パイプ長136及び145は、部品144（又は図7においては入口34）から部品137への直線流路が可能でなくなるまで調整される。従って、入口34と出口35との間には非直線流路が存在する。この非直線性が、蒸気中の液滴の全て又はほとんどをベント配管の一部の表面に衝突させる。このように、図7A～7Fは、6つの異なる蒸気離脱集成装置を示し、図7D、7E及び7Fの実施態様は、排出操作において好ましくないであろう低い箇所を持たないので最も好ましい。図7A～7Fの各実施態様において、図7Gの実施態様の気体／蒸気入口34は図7A～7Fのガス抜き用「T継手」36の出口33と流体連通する状態で配置され、それによって蒸気は最初は図7Gの垂直セクションを通り、次いで斜めのセクションを通り、次いで水平セクションを通して進んで、出口35から出ていく。

30

【0174】

また、脱ガス用スタンドパイプ内に流量調整装置を組み込んで、その中を通る流体の流れを制御することも望ましい。流量調整装置は、例えばオリフィス；スロットルバルブ；コントロールバルブ；手動バルブ；縮管セクション；出口圧力コントロール；ノズル；及び／又はヘッドの場合には液体中を流れる気泡であることができる。

40

【0175】

流量調整装置は好ましくは、パイプ型反応器中のこの距離までに発生した蒸気の約90%を通過させるが、残りの10%が流体と共に保持される。この約90%/10%の比は、液体が気体ラインを通過せず且つパイプ型反応器中における混合のために約10%の気体を保持することを保証する。液体は気体と共にスタンドパイプ中に流入するであろうから、除去される気体の量は、最大でも100%に近づくことはできない。

【0176】

50

脱ガス用スタンドパイプのガス抜き端は典型的に、蒸気が流れるか又は排出される蒸留系と流体連通している。蒸気を周囲に逃がすことも可能である。脱ガス用スタンドパイプのガス抜き端の圧力は、ガス抜き端が蒸留系と流体連通している場合には制御されることができるが、周囲にガス抜きされている場合にはガス抜き端は大気圧であろう。

【0177】

当業者ならば、蒸気の除去効率は、ガス抜き機構に隣接して又はその前でパイプ型反応器の内径を増加させて、液体表面積を最大化すると共にパイプ直径の半分において蒸気速度を最小にすることによって改善できることがわかるであろう。離脱の近くにおけるパイプ中の速度が速すぎる場合には、例えば、図7Dに示すようにパイプ直径を拡張することができる。いくつかの実施態様において、拡張セクションは、好ましくは反応器中にポケットが形成されないように平底偏心レジューサーを有する。これらのポケットは反応領域を、それによって容量を減少させ、また、プロセス中において容易に排出することができない。図7D及び7Fに示された配置は液体を捕捉せず、プラントの運転休止時に完全な排出を可能にする。ガス抜き機構は同じ大きさであることも、あるいはそれが取り付けられるラインより直径が小さいか大きいものであることもできる。一態様において、ガス抜き用パイプは、ガス抜きされるパイプよりも大きい少なくとも1種の標準パイプ寸法であり、別の態様においては、ガス抜きされるパイプの寸法の2倍である。本発明のパイプ型反応器の設計に典型的な最適パイプ寸法は通常、入手可能な最大パイプ寸法であり、従って、ガス抜きされるパイプよりも大きいガス抜き用パイプを入手することは現実的でなく、図7Fに示するように、代わりの設計として、速度を低下させるための複数のガス抜き用パイプを用いることができる。

【0178】

それ以上の表面積が必要であるか又は望ましい場合には、同じ高さに追加のパイプを取り付けることができる。その場合、追加のパイプは互いに平行に走り、その全てがガス抜き機構を含む（例えば、図7F参照）。この一連の平行パイプ及びガス抜き機構は、反応体及びモノマーからの気体の離脱のための追加の領域を提供する。

【0179】

当業者ならば、パイプ型反応器内に反応を維持するのに気体の除去は必要ないが、気体の除去は制限的な種の除去によって反応速度を増すことがわかるであろう。気体の除去はまた、空隙率を低下させ、最終反応器容積を小さくする。

【0180】

当業者ならば更に、パイプ型反応器の入口と出口の間に複数のガス抜き機構を使用することがわかるであろう。例えば、一実施態様において、エステル化又は重縮合反応器は、第1セクションと第2セクションの少なくとも2つのセクションを有し、重縮合反応器中で圧力が低下される。減圧工程は、重縮合反応器に取り付けられた少なくとも2つの脱ガス機構を含み、その結果、重縮合反応器の第1端部から第2端部に流れる際に、その内面をトラバースする重縮合流体はまた、2つの各脱ガス機構のそばを順次に流れる。2つの脱ガス機構は、それぞれ、重縮合反応器の第1セクション及び第2セクションに配置される。一態様において、エステル化又は重縮合反応器の第1セクション及び第2セクションは、互いに異なる圧力に保たれる。別の実施態様において、エステル化又は重縮合用パイプ型反応器は、上部セクション、中間セクション及び底部セクションを含み、これら3つのセクションのそれぞれが少なくとも1つのガス抜き機構を含む。特定の態様において、重縮合反応器は上部セクション、中間セクション及び底部セクションを含み、重縮合反応器中において圧力が低下される。減圧工程は、重縮合反応器中に取り付けられた少なくとも3つの脱ガス機構を含み、その結果、重縮合反応器の第1端部から第2端部へと流れる際に、その内面においてトラバースする重縮合流体はまた、3つの各脱ガス機構のそばを順次流れる。3つの脱ガス機構は、それぞれ、重縮合反応器の上部セクション、中間セクション及び底部セクションに配置される。重縮合反応器の上部セクション、中間セクション及び底部セクションは、互いに異なる圧力に保持することができる。反応体及びモノマーからの蒸気の除去を助けることができる、パイプ型反応器中に複数のエルボを含む、

前述のような別の設計配慮もある。更に詳しくは、パイプ型反応器は、ガス抜き機構の上流に配置された第1エルボ、及びガス抜き機構の下流に配置された第2エルボを含むことができる。

【0181】

パイプ型反応器への反応体の添加

反応体の添加は、ポンプを用いたパイプ型反応器への流体反応体の添加に関連して前に扱った。この項は、ペーストタンク、混合タンク、別の供給系及び再循環ループを含む、パイプ型反応器への反応体の別の添加方法を論じる。

【0182】

当業者ならば、各方法に関して、反応体を下記のようにして添加することができ、反応体は標準移動条件にあることができ、又は別法として若しくは好ましくは、冷たい、混合の不良なゾーンが生じないように、反応体は反応器に入る前に予熱することができることがわかるであろう。また、当業者ならばわかることであるが、入口から上流又は下流の位置でパイプ型反応器中に冷たい反応体を添加することが有益であるか又は必要な場合もある。

10

【0183】

いくつかの実施態様において、パイプ型反応器への添加のための外部反応体ラインは、好ましくは上部から反応器中に下方に向かって供給される。反応器中の入口の位置は、ここに記載された又は当業者によって選ばれる任意の場所であることができる。この反応体ラインは、その場所及び反応体の供給点において反応器内容物の融点より高温のジャケットで被覆すべきである。このような設計は、流れの停止時において、(1) コントロールバルブがシールされず且つ(2) チェックバルブが完全に閉まらない場合(いずれも、先行技術のポリエステルプラントにおいては普通である)に反応体ラインのプラギングを防ぐ。

20

【0184】

流体反応体のポンプ輸送

前により充分に論じたように、反応体はパイプ型反応器の入口に又は入口の上流の別の場所に直接添加できるので、反応体は液体として(即ちEG及びDMT)添加するのが最も簡単である。ポンプは、パイプ型反応器の入口の近傍において大気圧より高い圧力で反応体を送り出す。反応体は別々にポンプ輸送することもできるし、あるいは予め混合してから、一緒にポンプ輸送することもできる。

30

【0185】

ペーストタンクを用いた固体材料の注入

エステル化反応器の主目的は、反応器中の酸を完全に反応させるか又は転化させて、モノマー及びオリゴマーを形成することである。この目的を持続するためには、テレフタル酸のような固体酸は、溶解するまで反応器中に保持しなければならない。混合及び配合を助けるために、しばしばペーストタンクを用いる。米国特許第3,644,483号は、このようなペースト添加の使用を開示している。ペーストタンクが望ましい場合には、下記のような再循環ループを用いて、又は用いずに、任意の固形ペーストをパイプ型反応器の入口に又はパイプ型反応器の流路に沿った任意の場所に供給することができる。

40

【0186】

混合及び供給タンク系

図15Aを参照すると、混合タンク41には、添加すべき液体が満たされている。適当な液体は、選択された固体を溶解させるか、あるいはそれとスラリーを形成するであろう。適当な液体としては、EG、メタノール、CHDMなどが挙げられる。この項では一例としてエチレングリコールを用いるものとする。添加剤並びに周囲条件及び試験準備と関係するEG添加温度によっては、EGは、適切な温度まで加熱又は冷却する。混合物は、温度調節器45を用いてポンプ43(混合タンクジャケット又は内部コイルを用いる場合には必要ではないが、熱及び物質移動を増大するのに使用できる)によって再循環させながら、熱交換器46、混合タンクジャケット又は内部コイルなどを用いて加熱及び冷却す

50

る。熱交換器には典型的にスチーム 4 7 及び水 4 8 を供給するが、任意の適当な加熱及び冷却媒体又は機構を使用できる。添加剤は、固形分が E G 中に溶解されるまで固形分を懸濁させる働きをする攪拌機 4 4、ポンプ 4 3 又は両者を用いながら、添加する。タンク 4 2 中の液位は、E G の添加を制御するために、また、タンク中に次の混合物がない時に警告するために監視される。混合物は、ポンプ 4 3 を用い且つ三方弁 6 0 又は 1 対の二方コントロールバルブ（図示せず）を経て混合タンク 4 1 から供給タンク 5 1 までポンプ輸送される。

【0187】

供給タンク 5 1 の液位 4 9 は、混合タンク 4 1 からの混合物の添加によって制御する。混合タンク 4 1 が空である場合には、次の混合物が作ると同時に、供給タンク 5 1 中の残留容量がプロセスに供給し続ける。ポンプ 5 2 及び 5 3 は、供給ヘッダー 5 9 を供給して、プロセス中への添加剤の流れを制御する供給系 5 7 及び 5 8 に混合物を供給する。供給タンク温度はスチーム 5 5 及び水 5 6 又は任意の適当な温度制御媒体又は機構を用いて温度調節器 5 4 によって制御する。攪拌機 5 0 は供給タンク中に均一な混合物を保持するのに用いる。

【0188】

ポンプ 5 2 及び 5 3 は、ヘッダー 5 9 を用いずに、ポリマーラインを直接供給するように設置することもできる。ライン当たり少なくとも 1 つのポンプが必要であり、必要に応じてスベアを用いる。

【0189】

図 1 5 B に示す別の系は以下のようにして動作する。E G を、ジャケットなしパイプ 7 2 に添加する。ジャケットなしパイプ 7 2 は、この系ではタンクの役割をする。パイプ 7 2 は、プラント中の未使用の空間に垂直に配置するか、又は外壁に取り付ける。パイプ 7 2 は、取り付けを容易にするために水平部品又は容積の付加拡張機能を有することができるが、取り付けた設備は、溶解されている固体のためのトラップを有してはならない。液位 7 5 によって監視されながら、適当量の E G をパイプ 7 2 に添加した後、循環ポンプ 7 4 を作動させる。混合系の温度は、スチーム 7 8 及び水 7 6 又は任意の適当な温度制御媒体若しくは機構を用いて（この場合にはジャケット付きパイプ 7 3 を用いる）温度調節器 7 7 によって制御する。添加剤を添加し、ポンプ 7 4 の循環を、固形分が溶解されるまで、パイプ 7 3 中の固形分を懸濁させ続ける。固形分が溶解したら、バルブ 6 0 を、流れを供給タンク 8 2 に向けるように切り替える。

【0190】

供給タンク 8 2 は、混合物を作って放出し、そして第 1 の混合物が誤っている場合には第 2 の混合物を作るのに適当な容積を有さなければならない。一態様において、タンク 8 2 への入口は、ボトムヘッドの溶接線のすぐ上にある。供給タンク 8 2 のオーバーフローは、好ましくは、タンクヘッド溶接ライン間の、タンクの長さの 9 5 % の距離のところにある。ポンプ 7 4 からの混合物は、バルブ 6 0 を通して供給タンク 8 2 に誘導し、タンク 8 2 からオーバーフローして、パイプ 7 1 を経て混合系のパイプ 7 2 に戻す。ポンプ 7 4 を経て混合系及び供給タンクの両者を通る混合物の流れは、両系に関して混合及び温度制御を実現し、タンク 8 2 における温度制御、液位制御及び混合（攪拌）の必要をなくす。混合物はヘッダー 5 9 並びに系 5 7 及び 5 8 を通してプラントに添加する。一態様において、タンク 8 2 は、添加系にヘッド圧力を与える高さに意図的に配置されるので、ポンプは必要ない。混合物がステーション 5 7 及び 5 8 （2 つのステーションが示されているが、1 ～大きい数も使用できる）を通して消費されるので、パイプ 7 2 中の液位は下がる。パイプ 7 2 の液位が非常に低くなって、ポンプ 7 4 が空洞を発生し始める場合には、バルブ 6 0 を切り替えて、流れはタンク 8 2 を通らずにパイプ 7 3 からパイプ 7 2 に戻す。この間に、タンク 8 2 の液位は下降し始める。前述のように、パイプ 7 2 への E G の添加から始まり、混合系内に新しい混合物が作られる。新しい混合物が作られ、タンク 8 2 が空になる前にバルブ 6 0 からタンク 8 2 へと進路を変える。

【0191】

混合タンクのためのポンプ 7 4 は、建物の下層階に配置する。混合タンクのパイプは、外壁に（又は空間が許すならば内側に）屋根まで配置し、屋根に供給タンク 8 2 を配置する。循環ポンプ 7 4 から出たパイプ 7 3 には、加熱又は冷却のためにジャケットを被覆することができる。パイプ 7 2 への戻りパイプにも、必要な場合又は望ましい場合にはジャケットを被覆することができる。混合タンクのパイプ 7 3 の上部には、供給タンク 8 2 に通じる三方弁 6 0 がある。供給タンク 8 2 は、混合タンク 7 2 に戻るオーバーフローライン 7 1 を有する。次の混合物バッチが作られている間は、供給タンク 8 2 は、オーバーフローバルブとプラントに供給を行う供給タンクの底部との間に十分な滞留時間を有する。従って、次のバッチが作られている間は、三方弁 6 0 は、流体が供給タンク 8 2 を通って流れないように切り替える。この配置は、全ての攪拌機及び供給タンク 8 2 の液位制御を排除する。供給タンクを屋根に配置すると、高低差から付加的な流れ圧力が得られる。流れは、ステーション 5 7 及び 5 8 の流量計及びコントロールバルブによって制御する。この配置もまた、設備に必要とされる空間を減少させる。

10

【0192】

2つの供給ステーションのそれぞれを通して 100 l b s / 時を消費する典型的な系に関して、パイプ 7 2 は、7 2 フィートの長さの 1 4 インチ・スケジュール 10 パイプであることができる。ポンプは 50 ガロン／分であることができ、パイプ 7 2 は直径 3 又は 4 インチであることができる。この場合のタンク 8 2 は、7 5 f t³ を収容し、直径及び高さが 3 . 5 フィートの近似寸法を有する。

【0193】

20

従って、本発明の前記流体混合及び分配系は、垂直に配置された細長い第 1 の流体貯蔵容器；第 1 容器と流体連通する第 2 の流体貯蔵及び分配容器（前記第 2 容器は、第 1 容器よりも垂直方向上方に配置する）；第 1 容器及び第 2 容器と流体連通する循環ポンプ（前記循環ポンプは、系に流体流を流し且つ第 1 容器から第 2 容器へ及び第 1 容器から第 1 容器へと流体を循環させるように組み立てられ且つ配列される）；並びに循環ポンプ、第 1 容器及び第 2 容器と個々に流体連通するコントロールバルブを含む。コントロールバルブは、流体流を第 1 容器から第 2 容器へ及び第 1 容器から第 1 容器へと選択的に誘導するように組み立てられ且つ配列される。第 2 容器は、プラントプロセス分配系と流体連通している。第 2 容器中に収容された流体によって形成される静圧ヘッドは、第 2 容器からプラントプロセス分配系に流体を送るのに用いられる。

30

【0194】

従って、本発明の一態様は、第 1 容器が更に流体液位モニターを含む。流体液位モニターは、第 1 容器内の所定の流体液位の検出時にコントロールバルブを作動させるように組み立て且つ配列させる。別の態様においては、容器の両方又は一方が断熱される。別の態様において、第 1 容器は温度制御し、第 1 容器からの流体流を、第 2 容器の温度の制御に用いる。温度調節器は更に、必要に応じて第 1 容器内の流体にスチーム及び水を選択的に添加してその温度を上昇及び低下させる手段を含む。別の態様において、第 2 容器は更に、コントロールバルブと流体連通する流体入口（それによって、流体は入口を通して第 2 容器に入る）及び第 1 容器と流体連通する、入口の垂直方向上方に配置された流体出口（それによって、第 2 容器中に収容された過剰の流体は全てそこから第 1 容器にオーバーフローする）を含む。更に別の態様において、第 1 容器内の流体が所定の基準まで混合されるまで、系を通る流体流はコントロールバルブによって第 1 容器から第 1 容器に戻るよう誘導し、それから、混合流体流を、コントロールバルブによって第 1 容器から第 2 容器に選択的に誘導する。

40

【0195】

系の別の実施態様は、第 1 流体貯蔵容器；第 2 流体混合及び貯蔵容器；第 1 容器及び第 2 容器と流体連通する循環ポンプ（前記循環ポンプは系を通して第 1 容器から第 2 容器に流体を循環させるように組み立て且つ配列し、前記第 2 容器は第 1 容器及びプラントプロセス分配系の両者よりも垂直方向上方に配置する）；並びに循環ポンプ、第 1 容器及び第 2 容器と個々に流体連通するコントロールバルブ（前記コントロールバルブは、流体流を

50

選択的に、第1容器から第1容器に戻し且つ第1容器から第2容器に誘導するように組み立てられ且つ配列される)を含む。第2容器は、プラントプロセス分配系と流体連通し、第2容器内に収容された流体によって形成される静水圧ヘッドは、第容器からプラントプロセス分配系に流体を送るのに使用される。

【0196】

流体混合及び分配系内における流体の混合及び分配方法は、少なくとも1種の流体を、垂直に配置した細長い第1の流体貯蔵容器中に入れ；前記流体を第1容器から、垂直に配置した細長い第2の流体混合貯蔵容器（前記第2流体容器は第1容器及びプラントプロセス分配系の両者よりも垂直方向上方に配置する）中に、第1容器及び第2容器と流体連通する循環ポンプによって送り（前記循環ポンプは流体を系に通すように組み立て且つ配列する）；循環ポンプ、第1容器及び第2容器と流体連通するコントロールバルブを用いて、流体を第1容器から第1容器及び第2容器の一方へ選択的に誘導し；そして流体を第2容器からプラントプロセス分配系に選択的に送る（前記第2容器は、その内部に貯蔵された流体を前記プラントプロセス分配系に送るのに使用する静圧ヘッドを形成する）ことを含む。

10

【0197】

この方法の更なる態様は、第1容器内の少なくとも1種の流体に少なくとも1種の固体又は第2の液体を添加し且つ前記第1容器内でそれらの組み合わせを混合し；第1容器内の材料が互いに混合されるまで第1容器を通して流体を循環させ；第1容器内の材料が互いに混合されたら、第1容器から第2容器に前記流体を送り；第1容器内の流体の温度を制御し；必要に応じて、第1容器内の温度を上昇及び低下させるためのスチーム及び水を選択的に添加することによって、第1容器内の流体の温度を制御し；流体液位モニターによって第1容器内の流体液位を測定し；流体液位モニターが、第1容器内の所定の流体液位の検知時にコントロールバルブを作動させ；第2容器から第1容器に全てのオーバーフロー流体を戻すことを含む。

20

【0198】

再循環を用いた反応体の注入

本発明はまた、パイプ型反応器を通して流れる反応体及びモノマーの一部を再循環させる手段を含む。前述のように、酸ペースト混合タンク又は混合タンクは、エステル交換用パイプ型反応器上の再循環又は再循環ループで置き換えることができる。

30

【0199】

本発明の好ましい実施態様において、再循環手段は、流入液及び流出液を有する再循環ループを含む。流入液は、エステル化反応器入口の近傍、エステル化反応器出口の近傍、エステル化反応器の入口と出口の間の点、プレポリマー反応器への入口の近傍、プレポリマー反応器への出口の近傍、プレポリマー反応器の入口と出口の間の点、重縮合反応器への入口又は出口の近傍及び重縮合反応器の入口と出口の間の点を含む（これらに限定するものではないが）エステル化又は重縮合プロセスに沿った任意の点でパイプ型反応器と流体連通している。流出液は、独立して、エステル化反応器入口の近傍、エステル化反応器出口の近傍、エステル化反応器の入口と出口の間の点、プレポリマー反応器への入口の近傍、プレポリマー反応器への出口の近傍、プレポリマー反応器の入口と出口の間の点、重縮合反応器への入口又は出口の近傍、及び重縮合反応器の入口と出口の間の点を含む（これらに限定されるものではない）エステル化又は重縮合プロセスに沿った任意の点でパイプ型反応器と流体連通している。一態様において、流出液は、エステル化用パイプ型反応器と、その入口の近傍若しくは隣接して、その出口の近傍若しくは近すぐ傍で、又はエステル化反応器の入口と出口の間の点で流体連通している。一態様では、再循環からの流出液は、エステル化反応器の入口の近傍でエステル化反応器に誘導され、別の態様では、流出液は反応器とその入口に隣接して流体連通し、別の態様では、流出液は、反応器とその入口と出口の間で流体連通し、別の態様では、再循環からの流出液は、エステル化反応器の入口の上流でエステル化反応器に誘導され、別の態様では、流入液がエステル化反応器とその入口と出口の間で流体連通し、別の態様では、流入液がエステル化反応器とその出

40

50

口の近傍で流体連通し、別の態様では、流入液が、エステル化反応器の下流にある第2反応器と流体連通し、別の態様では、再循環への流入液が重縮合反応器と流体連通し、別の態様では、再循環への流入液が重縮合反応器とその出口の近傍で流体連通し、別の態様では、再循環工程が、流入液及び流出液を有する再循環ループを用いて実施され（前記流出液はパイプ型反応器とその入口の近傍で流体連通し、再循環ループを通して流れる流体はそれぞれ再循環流体である）、別の態様では、流入液は、パイプ型反応器とその入口と出口の間で又はその出口の近傍で流体連通する。ここでは、再循環ループを通して流れる反応体及びモノマー並びに任意の他の流体、例えばオリゴマー及びポリマーを「再循環流体」と称する。

【0200】

別の実施態様において記載するように、モノマーは重縮合反応器から再循環ループに供給することができ、このことは以下に解説する。即ち、この実施態様において、再循環ループへのインフィードは、再循環ループの流出液が排出される、エステル化用パイプ型反応器からではない（又はそれだけからではない）。

【0201】

図13A及び図13Bに示される、本発明のいくつかの実施態様において、再循環ループ91は、そこを通して流れる再循環流体の圧力を増加させるために、その流入液93及び流出液94の中間に配置された再循環ポンプ92を含む。再循環ポンプ92は、好ましくは適当な有効吸入ヘッド（「NP SH」）を得るために、流入液の垂直方向下方に配置されたインライン遠心ポンプである。これは、再循環流体が、蒸気除去手段に関して以下により詳細に記載するように、大気圧及び溶液沸点にあるか、それに近いためである。他のポンプを代わりに用いることもできるが、ポンプ輸送の特性に基づき、遠心ポンプが望ましい。

【0202】

再循環流体が流入液及び再循環ループを通して、圧力を増大させたら、再循環流体の圧力を、少なくとも一時的に、再循環ポンプから下流の位置で低下させるのが望ましい場合がある。圧力の低下の利点は、1種又はそれ以上の反応体のような他の材料を再循環ループ中に引き込むことができる点である。圧力は、好ましくは再循環流体の少なくとも一部が中を流れるエダクター95のような減圧装置を用いて低下させる。エダクターは、そのスロートにおいてわずかな真空又は減圧を引く。当業者にはまた、エダクター95が、サイフォン；排出装置；ベンチュリノズル；ジェット；及び／若しくはインジェクター又は他の同様な減圧装置と同義で 사용할ことが理解されるであろう。

【0203】

反応体を再循環ループに送り込む又は供給するためには、エダクターに隣接して再循環ラインと流体連通する排出端を有する供給導管96を用いる。供給される反応体は、エダクターによって生じた再循環流体の減圧から再循環ラインに引き込まれる。供給導管はまた、排出端に対向する受け端を含む。エダクターのスロートの真空は、プロセスライン中に進む固形分中に蒸気がロフトアップするのを防ぐ。蒸気は固形分上で凝縮し、混合物は非常に粘着性になって、系を塞ぐであろう。エダクター拡張ゾーンは、激しい混合を行い且つTPAのような反応体を分離するので、反応体はエステル化配管中で塊にならない。固体反応体はそれと一緒に気体を反応器中に引きずる可能性がある。この気体は、エダクター後の別の蒸気離脱系によって除去することができる。代わりに、反応器系への液体供給材料が固体供給ホッパー中に供給することができる。液体は気体にとって代わり、その時、不活性物質はエダクターに入らないであろう。

【0204】

固体反応体又は改質剤、触媒などのような他の成分を再循環ループ中に計量しながら選択的に供給するのに、供給系を用いる。供給系の一実施態様は、図13A及び13Bに示す。供給系の第1成分は、再循環ループに供給される固体反応体の貯蔵に使用される、サイロ、ダストコレクター又はバグハウスのような固体反応体貯蔵装置97である。液体は固体反応器及び貯蔵装置に添加して、固形分に同伴される気体を減少させるか又は排除す

10

20

30

40

50

ることができる。ダストコレクターを用いる場合には、スケール上の搬送単位が固体で重量によって計量することができ、搬送用コンテナがインベントリー（残留量）（inventory）装置の役割を果たす。更に、サイロが重量式の短期インベントリーの役割を果たす。固体原料がオフサイトから搬送される場合には、搬送系は必要ない。固体反応体貯蔵装置 97 からの反応体を収容する固体計量装置 98、例えばロータリーエアロック、ピストン及びバルブ（ホッパー）、二重バルブ、バケットコンベヤー、ブロータンクなどが固体反応体貯蔵装置 97 の下部に配置される。供給系の次の成分は、固体計量装置 98 と流体連通し、また、供給導管 96 の受け端とも流体連通する、96 及び 98 の中間にあるロスインウェイトフィーダー（loss in weight feeder）（又は定量供給機）99 である。従って、反応体は固体反応体貯蔵装置 97 から再循環ループ中に供給され、固体計量装置 98 に向かい、ロスインウェイトフィーダー 99 に入り、次に供給導管 96 を通り、エダクターに隣接した再循環ループ中に引き込まれるか又は直接エダクター中に入る。ロスインウェイトフィーダー 99 はまた、固体反応体貯蔵装置 97 に又は 97 の上流に配置し且つ 97 に送り込まれる供給タンク（図示せず）に配置することができる。エダクターのような減圧装置に隣接した固体化学成分の添加は、所定の化学製造プロセス内に見られる任意の反応流体中への固体化学成分の直接添加を可能にする。例えば、再循環流体の圧力を低下させる手段としてエダクターを用いる実施態様において、エダクターのスロートの真空は、プロセスラインに投入されている固形分中に蒸気がロフトアップするのを防ぐであろう。本発明以前は、蒸気は固形分上に凝縮し、混合物は非常に粘着性になり、その結果、系全体を詰まらせた。しかし、本発明によれば、エダクター拡張又は発散ゾーンは、非常に激しい混合をもたらし、テレフタル酸のような固体成分の十分な分離を持続し、その結果、種々の反応器ゾーンで塊にならない。この目的を達するために、当業者は、最良の結果を得るには、エダクターのような減圧装置中に、その発散又は拡散ゾーンの任意の点で固体成分を直接、供給するのが好ましいことがわかるであろう。

【0205】

供給系は、1 種より多くの固体反応体を供給することができる。また、複数の供給系を並列又は直列に運転できる。具体的な実施態様において、ポリマーは複数の固形分から作ることができ、これらは、それぞれ別個に、直列又は並列の個々の減圧装置に供給することができ、あるいはポリマー固形分の全てが、1 つの減圧装置に注ぐ 1 つの供給ホッパー中に計量供給することもできる。固体ポリマーはまた、固体反応器に入るために装置 97 へ一緒に計量供給することもできた。従って、この系は、重力流のために、圧縮機及び搬送系の必要をなくすることができる。

【0206】

一態様において、固体反応体貯蔵装置は、ロスインウェイトフィーダーの役割を果たす計量セル上にあることができる。また、ロスオブウェイトフィーダーとして計量セルの代わりに、ベルトフィード、ホッパーウェイトスケール、容積型スクリュウ、マスフローホッパー、コリオリス（coriolis）流量計、ホッパー又は供給ビン減量などを用いることができる。

【0207】

再循環ループに添加された反応体が再循環ループの流出液へと流れる場合には、反応体及び他の再循環流体は、パイプ型反応器 101 にその入口 100 の近傍又は隣接して再び入る。従って、反応体を再循環ループに添加することによって反応体を入口近くから出発させ且つ出口に向かってトラバースさせるこの方法は、少なくとも 1 つの型の反応体をパイプ型反応器の入口に添加する機能を果たし、これは本発明の方法における初期工程の 1 つである。再循環ループの流出液へと流れる前に固体反応体が再循環流体、特にモノマー又はオリゴマーによって溶解されるように、固体反応体を供給系を介して再循環ループ中に供給することが有利である。

【0208】

また、再循環ループ中に追加の流体反応体を添加することも考えられる。流体反応体は

、再循環ループの流出液に到達する前に再循環流体中への固体反応体の溶解を助けるために、又は追加反応体をパイプ型反応器の入口で別個に添加する必要があるように便利のように添加することができる。

【0209】

流体反応体は好ましくはエダクターの上流で（固体反応体の添加点の前で）再循環ループ中に添加するが、流体反応体はエダクターの下流にも同様に添加することができる。流体反応体は再循環ポンプ92のシールを経て再循環ループ中に添加することが考えられる。反応体はまた、再循環ポンプ92の上流で添加することができる。固体反応体が供給系を通して添加し且つ流体反応体もまた、再循環ループ中に添加する場合には、これらのプロセスは、再循環ループの流出液を供給するパイプ型反応器の入口の近傍でパイプ型反応器中に少なくとも2つの型の反応体を添加することになる。

10

【0210】

固体反応体材料の溶解は、温度を上昇させることによって、及び再循環系中の固体反応体に対するポリエステルモノマーの比率を変え、供給モル比を変え、且つ／又は系の圧力を変えることによって、促進することができる。

【0211】

具体例を挙げると、供給系を経て再循環ループに供給される反応体の1つの型は、室温で固体のPTAであることができる。再循環設計はペーストタンクの使用とそれに固有の問題を回避する。流体反応体は、例えばエチレングリコールであることができる。従って、EG及びPTAだけがモノマーの形成のために添加される反応体である場合には、流出液は、パイプ型反応器に添加される唯一の反応体供給源としてパイプ型反応器の入口に直接供給することができる。言うまでもなく、再循環ループからパイプ型反応器の入口の近傍に添加されるEG及びPTAに加えて、より多くのEG反応体をパイプ型反応器の入口にポンプ輸送するような、この設計の変形も考えられる。別の態様において、EGのようなジオールは、再循環ラインを経て再循環ループポンプの前若しくは後に又は再循環ラインへのPTA供給ラインの前若しくは後に、あるいはPTA供給材料と共に減圧装置の上流であるが、隣接して供給することができる。

20

【0212】

図13Aに、エステル化プロセスの末端からの流出液が106でティーオフされ且つ流出液の一部が再循環ループに送られる1つの実施態様を示す。図13Bに示されるような別の実施態様においては、T継手106が完全エステル化プロセス用パイプ型反応器101及び102の中間にあり、それによって再循環ループへの流入液がエステル化プロセスの末端からではなく、エステル化プロセス中の中間点からもたらされる。図13A及び13Bにおいて、エステル化プロセスからの最終流出液はライン103にある（ライン104における蒸気除去後）。

30

【0213】

別の実施態様において、再循環ループの流出液は、パイプ型反応器の入口の下流に配置される。この実施態様は、再循環ループの流入液に入るモノマー又は供給ステーションにおける添加の結果として形成されるスラリーが、流出液がパイプ型反応器の入口に直接供給されるとした場合に起こるよりも短い滞留時間を必要とする場合に好ましい。

40

【0214】

種々の実施態様において、再循環ループへの流入液は、エステル化プロセス又は重縮合プロセスから来る。具体的には、種々の態様において、再循環ループへの流入液は、エステル化反応器の中間の点（図13Bに示す）、エステル化反応器の末端（図13Aに示す）、プレポリマー反応器の出口からの生成物、仕上げ反応器の出口からの生成物、又はエステル化プロセスの最初から重縮合プロセスの出口からの最終生成物までの任意の点から得ることができる。従って、再循環流体は、種々の態様において、再循環ループからの流入液がどこから始まったかに応じて、反応体、ポリエステルモノマー、ポリエステルオリゴマー及び／又はポリエステルポリマーを含む。再循環系は、1つの再循環ループの使用に限定されず、代わりに、直列で、並列で又はその組合せで配置された2つ又はそれ以上

50

の再循環ループを含む。

【0215】

また、再循環ループに関しては、それはパイプ型反応器に関して前述した他の特徴、例えば再循環ループ用の加熱手段及び蒸気除去手段を含み、それが同じ特徴及び実施態様を包含する前述した同じ成分及び装置であることができると考えられる。図13Aに示すように、モノマーがパイプ型反応器の出口に隣接して除去される場合は、蒸気除去手段は再循環ループに加える必要はない。別の方法では、圧力が大気圧に近くなり且つ蒸気が蒸留系から除去されるまで、液体の高さが上昇又は低下する。

【0216】

具体的に蒸気除去手段に目を向けると、再循環ループの一実施態様において、設計は、例えば図7A～7Gに示されるパイプ型反応器に関して前述したのと同様である。また、必要ではないが、反応体の添加前に蒸気が除去されるように、再循環ループの流入液の近傍にガス抜き機構を配置するのが好ましい。このような設計は図13A及び13Bにおいて、図13Aでは104で、図13Bでは105で示す。

10

【0217】

再循環ループに関する利点は前記記載の基づいて当業者には明らかであるが、本発明の範囲内に入るパイプ型反応器用の再循環ループを組み込むことは必要ない。代わりに、最初に記載した成分、例えば流体反応体用のポンプ及び固体反応体用のペースト混合タンクを使用できる。しかし、再循環ループを用いるこの実施態様は、設計者がペースト混合タンク、ポンプ、器具類、攪拌機などをポンプ及びエダクターのような減圧装置で置き換えることを可能にする。

20

【0218】

当業者ならば、また、再循環ループは固体反応体を注入するために最も有利であるが、流体反応体のみを添加する場合（例えばDMT及びEGからPETモノマーを形成する場合）にはそれほど有利でないことがわかるであろう。再循環ループを用いて固体反応体を溶解させると、系中の固形分によって引き起こされる摩耗が減少する。例えば固体PTAは、従来型のペーストタンクを用いるのではなく、再循環ループ中のモノマーによって溶解されることができる。従来型のペーストタンクプロセスにおいては、固体PTAをプロセスに供給し、未溶解の状態の研磨成分であり続ける。実際に、流体反応体のみを加工するパイプ型反応器は、再循環ループを含む付加的な複雑性によって益を得ることがないかもしれない。しかし、再循環ループは、エステル化プロセスへの熱伝達を向上させることができる。

30

【0219】

堰 (weir)

エステル化用パイプ型反応器の上部に、液位を制御するための手段を組み込むことができる。一実施態様において、エステル化用パイプ型反応器の内面に少なくとも1つの堰を取り付け、エステル化流体を堰からオーバーフローさせる。図4に示すように、望ましい制御手段は堰110である。堰は、好ましくはパイプ型反応器の出口の近傍に配置する。

【0220】

堰は、縁で囲まれた本体部分を有する。縁の一部は、接続縁と称され、縁の残りの部分は上縁である、接続縁は、パイプ型反応器の内面の一部によって補完的に受けられ且つそれに取り付けられる大きさである。従って、好ましい実施態様においては内面の断面は円形であるので、接続縁もまた、補完的接触のため及び内面とかみ合うために円形である。

40

【0221】

引き続き図4を参照すると、点111から堰を超えて点112を流れる反応体及び／又はモノマーが示されている。堰は反応体及び／モノマーのバリヤとして働き、その結果、流体材料は堰の上縁を越えて流れる。従って、堰は流体の粘度、流量及び堰の前のパイプの長さと共に液体の深さを制御する。堰を通り越した後、流体は113においてパイプ反応器出口から流れ出る。堰は、下記のように、流れを均一にし且つ完全な排出を行うためにその中に又は底部に開口部を有することができる。これは、上部が傾斜した、V字形に

50

切り込まれたなどの堰を含むであろう。堰は好ましくは、パイプ型反応器の出口からパイプ直径の5倍～10倍の距離に配置する。一態様においては、堰の上部を傾斜させることによって、堰は、より速い及びより遅い流れ並びにより高い及びより低い粘度の影響を打ち消すことができる。

【0222】

別の実施態様においては、コントロールバルブ、シールレグ、レベル装置、例えば差圧、放射線、超音波、キャパシタンス又は点検窓を用いるもの（これらに限定するものではない）のような公知の任意の液位コントローラーによって液位を制御することができる。レベル装置の他の具体例は、Perry's Chemical Engineer's Handbook, 7th ed, p. 8～49に記載されており、これを引用することによってその内容を本明細書中に組み入れる。

10

【0223】

添加剤

本発明の別の任意の態様は、パイプ型反応器の入口と出口の間に1種又はそれ以上の添加剤を投入する手段を含む。このような添加剤は前述の通りであり、その例としては以下のものが挙げられるが、これらに限定するものではない。触媒、着色剤、トナー、顔料、カーボンブラック、ガラス繊維、充填剤、耐衝撃性改良剤、酸化防止剤、安定剤、難燃剤、再加熱助剤、アセトアルデヒド低減用化合物、酸素掃去用化合物、紫外線吸収化合物、バリア向上用添加剤、例えば小板粒子、黒色酸化鉄、モノマー、それらの混合物など。添加剤は固体、液体又は気体であることができる。添加剤は、系に入る前に予熱することができ、それには、反応器に熱を与えるための、蒸気状態へのEG液体の加熱のような相変化が含まれる。

20

【0224】

図12A及び12Bに示される好ましい実施態様において、投入手段は、外面と内面との流体連通を可能にするパイプ型反応器を貫通する図12A及び12B中で矢印のいずれかによって示される密封可能な流路、並びにパイプ型反応器内を流れる材料（即ち、反応体及び／又はモノマー）中に添加剤を注入するためのインジェクターを含む。インジェクターは、ポンプ、又はパイプ型反応器内部に添加剤を注入するための、予め加圧された、高低差による、重力駆動の注入のような他の手段を含むことができ、それは、パイプ型反応器内の密封可能な流路の位置において材料の圧力より高い圧力で実施しなければならない。

30

【0225】

用語「密封可能な流路」とは、パイプ型反応器の外側から内部への連通を可能にする任意の開口部を包含することを意味する。「密閉可能な流路」は、添加剤がパイプ型反応器中に注入されない場合には、反応体及び／又はモノマーがパイプ型反応器から漏出しないように閉鎖できることが好ましい。密封可能な流路は、プラグなど、及びパイプ型反応器から漏出を起こさないインジェクターで「密封」することができる。

【0226】

添加剤は、図12A及び12Bに示すように、パイプ型反応器の任意の部分に沿った任意の点で投入又は注入することができる。適当な添加点の例としては、パイプ型反応器の水平向きのセクションの上部、側部若しくは底部又は各エルボの底部の部分を通してシールレグ中のび熱交換器より前までトラバースする密封可能な流路が挙げられる。図12Bに示すように、エルボ中への注入は、パイプ型反応器の内側で高濃度の渦を生じることなく、最大の混合並びに反応体及び／又はモノマー中への添加剤の迅速な取り込みが得られるので有利である。

40

【0227】

注入手段の別の態様は、インジェクターの排出端又は出口にノズルを含むものである。ノズルは、パイプ型反応器内の密封可能な流路の位置で流れを誘導することができる。例えば、ノズルは、パイプ型反応器内のその位置で流動している反応体及び／又はモノマーに対して並流で、対向流で又は垂直に添加剤を注入できる。

50

【0228】

エステル化用パイプ型反応器の設計に戻ると、パイプの垂直高さ、パイプの直径、パイプの全長、並びに入口及び出口における圧力は、生成される生成物、プラントの容量及び運転条件によって広範囲に変化し得る。当業者ならば、本明細書中の開示と共に工学的設計の原理を用いてこれらのパラメーターを容易に決定できるであろう。

【0229】

重縮合工程

以下の「重縮合工程」の項の記載に関しては、そうでないことが特に述べられない限り、この項に以下に記載する本発明の方法及び装置は、エステル化方法及び装置に等しく適用でき、且つ使用できる。

10

【0230】

前記の「概要」の項に記載したように、本発明の方法の第2工程は重縮合工程であり、それは一実施態様において重縮合用パイプ型反応器中で行われる。重縮合工程は、モノマーをオリゴマーに、次いでポリエステルポリマーに反応させることを含む。モノマーは、前記のエステル化反応器中の第1工程から又は先行技術の方法から供給することができる。別法として、オリゴマーがプレポリマー第1工程で実施的に形成されるならば、オリゴマーは直接反応してポリマーを形成する。

【0231】

具体的な実施態様において、PETポリマーが形成される場合には、PETモノマーを重縮合用パイプ型反応器に供給する。PETモノマーは重縮合用パイプ型反応器中で反応させられて、PETオリゴマーを生成し、次いで好ましくは同じ重縮合用パイプ型反応器内で更に反応させられて、PETポリマーを生成する。PETに関して本発明において使用するモノマーは3未満の鎖長を有し、オリゴマーは約7～約50の鎖長を有し（4～6単位の鎖長を有する成分はモノマー又はオリゴマーと見なすことができる）、ポリマーは約50超の鎖長を有する。二量体、例えばEG-TA-EG-TA-EGは、2の鎖長を有し、三量体は3を有するなどである。従って、本発明の縮合用パイプ型反応器は、プレポリマー反応器と最仕上げ反応器（これらの用語は先行技術において使用され、前に定義した通りである）の両者の代わりをすることができる。

20

【0232】

図4は、液位コントロールのための、堰を越えて移動して、本発明の第2工程の重縮合反応中に入るパイプ型反応器のアウトプットを示している。また、図4及び6を参照すると、当業者は、エステル化又はエステル交換反応器と重縮合反応器との間の圧力制限装置（例えばバルブ、オリフィスなど（これらに限定されるものではない））は使用できるが必要ではないことがわかるであろう。

30

【0233】

一実施態様において、シールレグ（seal leg）が、エステル化／エステル交換反応器と重縮合反応器との間に使用される。シールレグはまた、重縮合段階の一部又は全ての間に使用できる。エステル化プロセスに関して前述したように、重縮合プロセスに関しても、シールレグの近傍に若しくはすぐ近傍に又はその中にさえ、熱交換器を配置でき、それによって、エステル化と重縮合の間において又は重縮合段階若しくはゾーンの間において流体に熱を移動させることができる。

40

【0234】

シールレグに静的に等価なものは圧力計である。反応器の2つのゾーン間の圧力差は、「U」字形パイプ中の流体によって維持される。圧力差は、「低圧側の流体高さ×密度－高圧側の流体高さ×密度」に相当する。当業者ならば、高低差が充分大きくない場合には、ゾーン間の圧力差がシールレグから流体を押出し且つ両ゾーンが平衡圧に達することがわかるであろう。これには、シールレグの高さが、高い圧力差を有するゾーン間において非常に高いことが必要である。更に、低圧側のシールレグの側部は一般に、減圧において沸騰しているので、低圧側の密度は蒸気の空隙率によって低下するであろう。

【0235】

50

幸いにも、流体はシールレグを通して流れるので、シールレグは動的気圧装置である。この流体流はそれと関連した圧力降下を有し、この流体流を用いて低圧側の圧力降下を増大させることができる。オリフィス、バルブ又は小径配管のような流路制限をシールレグの低圧レグに加えることによって、高さ単位当たりの低圧側の圧力降下は増大させることができる。熱がシールレグに伝達される前の点に流れ制限が挿入される場合には、流体は2相ではなく、しかもその密度はより大きいであろう。これらの方法を用いて、低圧シールレグの圧力降下を増加させると、シールレグの全高が低下するであろう。

【0236】

本発明は、第1の端部、第2の端部及び内径を規定する内面を有する重縮合反応器を提供する。モノマー並びに形成された全てのオリゴマー及びポリマーが重量によって第1の端部から第2の端部に動かされるように、第1の端部は第2の端部の垂直方向上方に配置されることができる。

10

【0237】

図2に示すように、重縮合反応器は、正面図において蛇行状であることができる（しかし、流れはエステル化用パイプ型反応器に比較して反対方向である—即ち、重縮合プロセスの場合には流入液は11であり、流出液は12である）。それにもかかわらず、エステル化用パイプ型反応器と同様に、エステル化用パイプ型反応器に関して前述した設計のような他のプロフィールも、蛇行状設計の他に考えられる。また、複数のエルボを組み込むのが好ましく、各エルボは重縮合反応器内の流体流の方向を変える。重縮合反応器を形成するのに使用する材料は、エステル化用パイプ型反応器を形成するのに使用するものと同じであることができる。

20

【0238】

即ち、好ましくは流体の形態であるモノマーが、重縮合反応器を通して下向きに流れるように、重縮合反応器の第1の端部に誘導される。モノマーは重縮合反応器内で反応してオリゴマーを、次いで最終ポリマーを形成し、その結果、ポリマーが重縮合反応器の第2の端部から出て行く。当業者にはわかるように、モノマー及び／又はオリゴマーの全てが、本発明の範囲内であるように反応しなければならないわけではない。重縮合反応器を通して流れるモノマー、オリゴマー及び／又はポリエステルポリマーを重縮合流体と称する。

【0239】

30

また、重縮合反応器は、モノマー並びに形成されるオリゴマー及びポリマーの物質移動／混合を改善するために第1の端部と第2の端部との間で非直線であるのが好ましい。一般に、そして後述するように、重縮合物質移動は、オリゴマー（低分子量ポリマー）表面の物質移動によって及びポリマー内から発生する気体の発泡作用によって達成される。この気体は、壁面における加熱及びポリマー内部の反応から発生する。液体は反応器の各セクションで任意の堰を越えて落下するので、物質移動は更に改善される。ポリマーの物理的パラメーターが許すならば、反応器は重縮合反応器を用いずに組み立てることができる。

【0240】

40

重縮合反応器は、モノマー、オリゴマー及び／又はポリマーが重縮合反応器の第1の端部から第2の端部にトラバースしながら各セクションの内面を通して流れる複数の隣接した相互接続セクションとして形成することができる。反応器の隣接セクションは好ましくは互いに非直線性角度を形成する。

【0241】

重縮合反応器は、好ましくは垂直面と0°より大きい角度を形成する。即ち、各セクションは垂直基準面に平行ではなく、従って、垂直向きではない。更に詳しくは、各セクションが垂直面と形成する角度は約1°（ほとんど垂直向き）と90°（水平向き）との間である。好ましい角度は水平（90°）から垂直の約26°以内であるが、当業者ならば、好ましい角度が重縮合反応器内の粘度及び線速度（流量）に基づくことがわかるであろう。好ましくは、セクションは互い異なった角度をとることができ、好ましくは最初のセ

50

クションは水平又はほぼ水平の角度を有し、重縮合が進行し且つ流体の粘度が増加するにつれて垂直勾配を増加させるように角度が増加して、重縮合用パイプ型反応器を通る流体の輸送を促進する。

【0242】

一態様において、上端における重縮合反応は、流体が低粘度であるので低勾配（より水平）を有し、下端は、流体が高粘度であるので高勾配（より垂直）を有する。最適の効果をj得るために、流体の粘度及び密度のようなパラメーターに応じて勾配を変えることができる。別の態様においては、勾配は重縮合反応器に関して水平配置では用いない。

【0243】

一態様において、重縮合反応器は垂直向きではなく、一般的な水平向きである。この水平向きは、重縮合流体を重力によって系全体に下向きに流す若干の垂直高さを含む。種々の態様において、水平配置に関しては、パイプ型反応器は少なくとも10フィート、少なくとも20フィート、少なくとも30フィート、少なくとも40フィート、少なくとも50フィート、少なくとも60フィート、少なくとも100フィート又は少なくとも200フィートの長さを有することができる。他の態様において、長さは10～500フィート、20～250フィート、50～200フィート、60～100フィート、又は60～80フィートである。長さの上限は、製造設備において利用可能な水平空間の実際量によってのみ制限される。一実施態様においては、標準の最大長さの市販パイプが約60フィートであるので、少なくとも約60フィートのパイプ型反応器を使用する。

【0244】

一態様において、重縮合用パイプ型反応器の内面は、断面図が円形、正方形又は長方形であり、好ましくは内径を形成するように円形である。

【0245】

物質移動／混合を助けるために、本発明は、重縮合反応器を通して流れるオリゴマー及びポリマーの加熱手段を更に含む。好ましい加熱手段は、第1工程のエステル化パイプ反応器に関して記載したのと同じであり、即ち、熱媒体が、少なくとも重縮合反応器の第1の端部と第2の端部との間の部分に沿った重縮合反応器の外面の一部と又はジャケット付き若しくはジャケットなしパイプと直列の熱交換器と熱連通している。好ましい実施態様において、熱媒体は前述と同じである。一態様において、熱交換器は、好ましくは重縮合ゾーンの間に使用できる。特定の実施態様において、熱交換器はシールレグと併用される。例えば、熱交換器は、ゾーンの分離に使用されるシールレグの近傍に、隣接して又はその内部に設けることによって使用する。

【0246】

前述のエステル化用パイプ型反応器と同様に、一態様において、本発明の重縮合反応器は、その内面に取り付けられた少なくとも1つの堰を更に含む。重縮合流体は堰を越えて流れる。堰はモノマー／オリゴマー／ポリマーのためのバリアの役割をし、それによってモノマー／オリゴマー／ポリマーは重縮合反応器の第1の端部から第2の端部へ流れる際に堰の上縁を越えて流れる。堰は、エステル化の項において前述したのと同じ堰の設計及び／又は配置とすることができる。一態様においては、堰は重縮合器の各ゾーンの間に使用し、別の態様においては、堰は、重縮合反応器の全てのゾーンではなく、その一部のゾーンの間に使用する。

【0247】

堰は、反応器の各パイプレベル中の液位を制御する。これらの堰は、半円のように単純であることもできるし、又は別の複雑性を含むこともできる。一態様においては、堰の上部を傾斜させることによって、堰はより速い流れ及びより遅い流れ並びにより高い粘度及びより低い粘度の影響を打ち消すことができる。一態様において、重縮合用パイプ型反応器の設計は、これらの要因の影響を打ち消すように全ての堰設計を一体化できる。また、各堰の本体部分を貫通する少なくとも1つの開口部を設けることが考えられ、それによって、モノマー／オリゴマー／ポリマーはその開口部を通して、また、堰の近くを流れる場合には堰の上縁を越えて流れる。堰中のこれらの開口部又は孔は、流れを改善すると共に

、流れのよどんだゾーンを減少させる。更に別の実施態様においては、堰の本体部分のセクションが脱着式に除去可能であって、流れを堰を越えて移動させるではなく、堰のセクションに通すことができる。例えば、セクションは、堰中の「V」字形ノッチ又は「V字形スロット」であることができる。パイプの内側からパイプの中央までの各堰の中央の「V字形スロット」は、運転停止時に反応器を空にすることができる。これらの設計は、堰の側をトラバースする際には流体の混合を増加させる。

【0248】

各ゾーンの第1パイプは、水平であることができ、堰がなくとも作動できるが、堰は、表面積及び滞留時間の両者によって系の効率を増加させる利点を有する。更に、重縮合用パイプは、下向きに傾斜させることができ、流体の IV が $0.5dl/g$ 又はそれ以上に近い場合に関しては特にそうである。

10

【0249】

前述のエステル化用パイプ型反応器と同様な本発明の別の態様は、重縮合反応器が、好ましくは重縮合反応器中の蒸気圧を低下させる手段、例えば重縮合反応器の内面と流体連通する脱ガス機構を含むことである。

【0250】

同様に、重縮合反応器に使用される脱ガス機構は、エステル化の項で前述した設計と同様なガス抜き手段及び／又はスタンドパイプを含むことができる。注目すべきことに、脱ガス用スタンドパイプのガス抜き端は好ましくは真空源と流体連通し、それによってスタンドパイプ内及び重縮合反応器の内面には減圧が存在する。真空源は、真空ポンプ、エダクター、エジェクター又は公知の同様な装置によって維持することができる。各蒸気除去ラインの真空を用いて、重縮合反応器のゾーン中の圧力を制御できる。

20

【0251】

ここで、特に分離液体のための任意のフローインバーター系を用いる堰／脱ガス系の一実施態様を示す図9を参照すると、重縮合反応器は、また、T継手128の内部の堰124のすぐ下流に配置されたレジューサー123を含むことができる。一実施態様においては、少なくとも1種の重縮合流体が堰の近傍の下流にあるフローインバーターを通して流れる。レジューサーは重縮合反応器の内径よりも小さい直径を有し、レジューサーは、上流セクションと下流セクションで形成された2つの相互接続セクションの接合部の一部を形成する。レジューサーは上流セクションに接続され、下流セクション中に伸長する。レジューサー127の下端は開口 (aperture) を有する。モノマー／オリゴマー／ポリマーは、上流セクションから下流セクションにトラバースする際に開口を通して流れる。レジューサー127の下端は、下流セクションの内面から間隔を開けて配置され、それによって、流体が重力によって下流セクションの内面に落下するので、混合が改善される。実際には、レジューサーの下端が、下流セクションを通して流れるモノマー／オリゴマーの上部又は上面から間隔を開けて配置されることによって、レジューサーを通して流れる流体がモノマー／オリゴマー／ポリマーの上部又は上面で飛び散るのがより好ましい。

30

【0252】

つまり、引き続き図9を参照すると、一実施態様においては、内側と外側の流路を、フローインバーターの使用によって混合することができる。堰124を越えてレジューサー123中に落下してから次のエルボ125に入ることによって、液体モノマー／オリゴマー／ポリマーは内側から外側へ及び外側から内側へ混合することができる液体は、パイプ中において左120から流れ、堰124を越えて送られ、堰が液体の深さを制御する。蒸気はT継手128の右側の121から外へと進み続ける。脱ガスされた液体は、同心レジューサー123中に流入する。同心レジューサー123は、直径のより大きいパイプのパイプキャップ126を貫通する。縮径パイプは、次のパイプの液体プールの深さより上方で終了する。この配置が上部パイプの壁から液体を引き出し、次のパイプの中央に流体を導入し、122で外へと導く。図9は、フローインバーター系142の実施態様の1つに過ぎず；公知の他のフローインバーターも使用できる。当業界で使用される典型的な

40

50

フローインバーターは、例えば、Chemical Engineers' Handbook, Perry and Chilton, Ed., 6th Edition, p. 5～23に記載されている。気体は流体を混合する傾向があるので、フローインバーターは一般にエステル化プロセスには必要ではない。しかし、必要ならば、エステル化プロセスにフローインバーターを用いることができる。

【0253】

例えば、図8の蒸気離脱系は、フローインバーターを用いることなく、使用することができる。その態様では、一実施態様において、図8のT継手139は、図9に示したような堰を含むが、セクション143は全く直線のパイプであり、セクション140はエルボであることができ、そこにはフローインバーターは含まれない。従って、その態様において、図8及び18のセクション142は、図9のフローインバーター系を含まない。

10

【0254】

図2に示した重縮合反応器の代表的な実施態様に戻ると、重縮合反応器のパイプの高度は、上部から底部へ連続的に傾斜することができる。液体粘度及びパイプ長（長さに沿った反応）が液位に対する角度を厳密に制御するので、この配置は、所望の液位を得るための角度の計算において非常な注意を必要とする。配管の各液位に堰を設けることによって、堰は計算の誤りを補正することができる。堰を用いても、液体はオーバーフローし、重縮合配管の傾斜した水平スパイラルを回り続ける。しかし、層流が同じ液体を流路の外側と内側に保持する。

【0255】

20

本発明の重縮合用パイプ型反応器において、反応器ゾーンの間にも重縮合用パイプ型反応器のセクションの間にもポンプは必要ない。従って、本発明は、一態様において、ゾーンの間の追加のポンプの必要をなくす。一態様において、反応器の重縮合ゾーン中のオリゴマー及びポリマーは、重力によって1つのセクションから次のセクションへと流れ、反応器間には圧力制限装置が配置されない。好ましくは、以下に記載するように反応器間の圧力差を維持するのにシールレグが用いられる。

【0256】

ここで、図17A及び17Bを参照すると、重縮合反応器は好ましくは、上部セクション235、中間セクション236及び下部セクション237を含み、少なくとも1つの脱ガス機構が重縮合反応器中に組み入れられる。このような脱ガス機構は、図8及び図18中の一態様において系133として示される。重縮合プロセスには必要な真空系は、1つだけであり、必要な減圧も1つだけである。しかし、真空系を1つだけ用いる場合には、蒸気速度が極めて速くなるおそれがあり、液体を蒸気と共に真空系中に注ぎ込むので好ましくないであろう。同伴を最小限に抑えるために少なくとも2つ、より好ましくは3つの真空レベルを用いることができる。究極的には、1つの真空系が必要な1つ又はそれ以上の減圧を供給できる。

30

【0257】

スプレー系を1つだけ用いる場合には、これは、最も圧力の高いゾーンへの真空はコントロールバルブで制御することが必要である。反応器とコントロールバルブとの間にスプレー凝縮器を用いない場合には、このバルブが詰まるであろう。組合された圧力が低い方の2つの真空系には主たるスプレー系を且つ圧力が高い方の真空系には別のスプレー系を用いて3つの真空レベルを使用する場合には、コントロールバルブは、高真空スプレー系の後に設ける。このバルブは詰まらないであろう。1つの真空システムで充分であるが、典型的には2つのスプレー系が必要とされる。

40

【0258】

図17A及び17Bを参照すると、エステル化反応器からの流出液は、235において重縮合反応器に入り、重縮合プロセスからの最終生成物は239において系から出る。重縮合反応器の内面の内側においてトラバースする流体はまた、重縮合反応器の第1の端部から第2の端部に流れる際に、少なくとも1つ（1つが最低であり、追加の脱ガス機構は蒸気速度を減少させ、それによって蒸気中への液体連行が減少させる）の各脱ガス機構の

50

そば順次流れる。ここで、図示される3つの脱ガス機構は、重縮合反応器の上部セクション、中間セクション及び下部セクションにそれぞれ配置される。上部、中間及び下部セクションは、好ましくは互いに異なる圧力に保持する（好ましくはシールレグを用いて）。好ましくは、PETの生産に関しては、上部セクションの圧力は40～120 mmHg、中間セクションの圧力は2～25 mmHg、下部セクションの圧力は0.1～5 mmHgである。シールレグ及び真空源の一実施態様は、米国特許第5,466,765号及び第5,753,190号に開示され、これらは引用することによってその全体を本明細書中に組み入れる。また、3つの脱ガス機構は1つのガス抜き系と流体連通するのが好ましい。重縮合用パイプ型反応器が減圧下にある場合には、このような真空源は、真空ポンプ又はエジェクター（これらに限定されない）のような任意の真空発生源であることができる。好ましい脱ガス機構133は図8中に分解部品配列図として示されている。一態様においては、層流混合系142を使用でき、図9に分解部品配列図として示されている。重縮合反応器の異なるゾーンの高低差により、重縮合反応器システムの内部のポンプを全て排除できる。重縮合用パイプ型反応器は実際に、ポンプを使用しないにもかかわらず、入口の乱れを弱める。

10

【0259】

別法として、1つの段階からの流出液（下部）が次の段階の流入液（上部）にポンプ輸送されるように、重縮合の種々の段階を分割することができる。これにより、各段階の高さが重力供給系全体の高さよりも低いので、系全体の高さを減少させることができる。従って、異なる真空セクションは次のセクションの下で終わる必要がない。一態様において、シールレグ中において制御される圧力の差は、重縮合反応器の次のセクションを、より圧力の高いセクションの出口より上方に上昇させるのに用いることができる。全てのゾーンが同じ高さで開始できるように、重縮合真空圧力ゾーンにはポンプを設けられることができる。これによって、重縮合設備のための建物の全高が低くなる。

20

【0260】

図18を参照すると、重縮合反応器の1つのゾーンが示されている。即ち、図17A及び17Bを参照すると、図18はゾーンP1、P2又はP3のうちの1つを表す。あるいは、図18は、重縮合プロセス全体であることもできる。典型的に、ゾーンP1、P2及びP3のそれぞれはポリエステル生産産効率を最大にするために異なる圧力である。例えばPET又はPETGの製造には、1個～多数のある程度のゾーン、例えば2個、3個、4個、5個又はそれ以上のゾーンを使用でき、典型的には3つのゾーンが使用される。図18におけるゾーンへの入口は147にあり、出口は148にある。重縮合流体は、パイプ型反応器中を通して、図示した実施態様においては、線状及び非線状流路に沿って入口から出口まで反応しながら流れる。図7に示され且つ図8において重縮合の一実施態様に関して具体的に示されるように（これらはエステル化用パイプ型反応器の説明において前にも参照した）、蒸気は133においてエステル化プロセスと同様な配管配列を有する重縮合反応器から離脱される。図8は、図18のセクション133の拡大図を示す。離脱系133には、液体及び気体が入る。図9は、図8及び図18のセクション142の拡大図を示す。図18は、5つの蒸気離脱セクション133を示す。しかし、個々のゾーンには、1個、2個、3個から、この系を効率的にガス抜きするのに必要な数までの任意の数の蒸気離脱セクション133を使用できる。図18はまた、フローインバーター系142を用いた層流混合が用いられる実施態様を示し、これは図9において拡大されている。更に、角度90°とそれに続く2つの角度45°がベント系の好ましい角度として示されている。他の角度も使用できる。

30

40

【0261】

重縮合プロセス中の蒸気又は気体は、好ましくは液体から離脱しなければならない。例えば、一実施態様において、EG副生成物は重縮合反応から蒸気として追い出し、それを離脱させ、そして系から除去するのが好ましい。離脱の程度は、例えば平行パイプの数を増加させて離脱を増大することによって影響される可能性がある。

【0262】

50

図 8 及び 9 を参照すると、重縮合反応器 1 3 8 の各高度の末端において、液体は T 継手 1 3 9 の内側の堰 1 2 4 を越えて流れ、レグ 1 4 3 が液体を地面の方向にエルボ 1 4 0 まです誘導し、次いで液体は 1 4 1 において水平に流れる。重縮合反応器ゾーン中の堰（又は流体粘度及びパイプ長）は液位 L を、配管の約半分が満たされるレベルに保持する。これによって表面積が増大する。反応器中の流体が、液位の維持に堰が必要ないほど高粘度になったら、パイプが半分満たされた状態を維持しても、表面積又は物質移動速度は最大にならない。T 継手の第 2 のレグ 1 3 8 は流れの方向である。T 継手の第 3 のレグ 1 4 4 は、水平面には流体流から離れる方向で示されている。一態様において、蒸気と同伴液体とは、非直線パイプを通して流れることによって離脱される。一態様において、非直線パイプは、第 3 のレグ 1 4 4 から蒸気出口への角度が直線路に沿って進まないようなパイプである。このような角度は、同伴液体のための衝突板を作り出す。この衝突板は、同伴液体を蒸気から離脱させ、液体系に戻す。図 7、8 及び 1 8 を参照すると、この同伴液体／蒸気分離器の種々の実施態様が示されている。第 3 の T 継手レグからの短い水平ランの後、蒸気ラインはエルボ 1 3 4、好ましくは 90° のエルボを有し、蒸気は地面から離れた方向に誘導される。水平ゾーン 1 4 4 は、蒸気を遅い速度で流し、液体を離脱させ本流に戻す。蒸気エルボ 1 3 4 からの短い垂直ラン 1 4 5 の後、好ましい 45° のエルボ 1 3 5（最大離脱ベクトルを有する普通のパイプ成分）を設置し、好ましくは 45° のエルボ 1 4 6 には、1 3 7 において再び水平になる蒸気ラインを取り付ける。角度をなすパイプは、高粘度液体を非常に短い滞留時間で反応器中に引き戻すのに必要なエネルギーを与える急勾配を有する。蒸気は、液体を含まずに、角度を成すパイプ中を上向きに進む。次に、この水平パイプ 1 3 7 は他の蒸気ラインと合流させるか、又は凝縮器又は真空系に向ける。蒸気はライン 1 3 7 を通って出て行き、液体はライン 1 4 1 の次のレベルに進む。急勾配は同伴液体の衝突板になる。液体は堰を越えて流れ、次のゾーンに向かって落下する。次のライン 1 4 1 において更なる重縮合を行うことができる。パイプの物理的配置は、内部部品（堰以外の）又は複雑な配置がなくても、望ましい機能（流れ、圧力など）を生じる。

【0 2 6 3】

T 継手 3 6 から出るエステル交換又はエステル化配管は、90° のエルボ 1 3 4 が蒸気を垂直に向けた後は重縮合配管と同じであることができ、それは図 7 G に示す。図 7 G に示されるように、液体は、角度をなしたパイプにぶつかって脱離されて、液体プールに流れて戻る。図 1 8 に示されるように、角度をなすパイプ 1 3 6 は急勾配をなして、高粘度の液体を非常に短い滞留時間で反応器中に引き戻すのに必要なエネルギーを与える。蒸気は、液体を含まずに、角度をなしたパイプ中を上向きに進む。気体はパイプの上方に向かって蒸気処理装置へと進む。

【0 2 6 4】

重縮合ゾーンに先立つ圧力降下ゾーンは高い混合度を有する。反応器間の減圧ゾーンもまた高混合を有し、この反応器中に使用し得る。

【0 2 6 5】

窒素又は蒸気若しくは気体を、1 種又はそれ以上の重縮合反応器セクションの液体全体に又はその液体中にパーズすることができる。この操作の考えられる利点の 1 つは、ジオールの分圧の低下とそれによる重縮合速度の増加である。

【0 2 6 6】

ここで、本発明の更に別の実施態様である図 6 を参照すると、1 6 4 に入口がある複数の平行パイプ型反応器の流通導管 1 6 5 及び 1 6 6 に分かれるエステル化反応器が示されている。平行エステル化反応器の出口は重縮合反応器へと流れる。第 1 端部と第 2 端部と間において複数の実質的に平行な流通導管 1 6 0、1 6 1 及び 1 6 2 に分かれる重縮合反応器が示されている。重縮合反応器を通して流れる流体は、複数の流通導管のうち 1 つを通して進みながら、第 1 端部から第 2 端部へと流れる。図示されるように、流通導管の少なくとも 1 つは更に、それと流体連通する注入ライン 1 6 3 を含み、注入ラインは、その中を流れるモノマーに添加剤を添加するように作られる。考えられる添加剤は、前に挙げたもののいずれかであることができる。

【0267】

引き続き図6を参照すると、本発明の重縮合反応器は、分割ラインから複数の生成物を製造するのに使用できる。反応器は、種々の添加剤、反応体又は生成物特質（例えばインヘレント粘度（IV））の取り入れを可能にする多くの場所で分割することができる。例えば、図6において、1つのモノマー又はオリゴマーが1つのエステル化セクション164で製造され（2つの平行反応器165及び166で示す）、2つの異なる重縮合反応器160及び161へと供給され、2つの異なる溶融相生成物が製造される。重縮合反応は、条件、反応体、添加剤、寸法又はこれらの特徴若しくは他の特徴の組み合わせにおいて同じであることもできるし、異なることもできる。前述の通り、ライン163は添加ラインであり、モノマーは分割されたものとして示され、DEGのような追加反応体を163において添加して、162の1つの重縮合反応器がより高DEG生成物のような異なる生成物を生成できる。分割の数は、2つに限られず；任意の数に分割が可能である。同様に、プラントは、一部のゾーンを空にし且つ稼働しない状態で運転でき、プラントを複数の能力で運転できる。

10

【0268】

重縮合用パイプ型反応器の設計に戻ると、パイプの垂直高さ、パイプの直径、パイプの全長並びに入口及び出口における圧力は、生成する生成物、プラント能力及び運転条件によって広範囲に変化させることができる。当業者ならば、本明細書中の開示と共に基本的な工学的設計原理を用いてこれらのパラメーターを容易に決定できるであろう。パイプの垂直高さは典型的に重要ではなく、建物の寸法に基づくことができる。

20

【0269】

H TMサブグループ

ほとんどのポリエステルプラントは、多数のH TM（油のような熱媒体（Heat Transfer Media））サブグループを有する。これらのポンプは、メインループヘッダー温度よりも低い個々のループの温度制御を可能にする。H TM温度を低下させると、壁温度が低下し、ポリマーの色が改良され、分解が減少し、より良好な温度制御が可能になる。

【0270】

本発明においては、反応器中の最も高温のゾーン及び他のゾーンへのバルブによってヘッダー温度を制御できるので、これらのポンプは排除できる。2番目に高温のゾーンは、第1ゾーンから出るH TMによって加熱する。2つのゾーンの間に、1つのコントロールバルブが戻りH TMヘッダーへの流れを可能にし、次いで第2のコントロールバルブが供給H TMヘッダーからの流れを可能にする。これは、サブグループポンプで得ることができるのと等しい温度制御を提供する。各逐次ゾーンも同様に温度制御される。パイプ型反応器はジャケット付きパイプであることができるので反応器全体におけるH TMの圧力降下（ ΔP ）は低いので、これは全て可能になる。他方、従来の方法では、CSTRは反応器及びジャケット付き反応器中のコイルに依存し、それは反応器全体においてH TMの大きい ΔP を引き起こす。

30

【0271】

図14を参照すると、メインH TMヘッダー中の流量は減少させることができ、H TMの戻り温度はサブグループ制御系よりも低い。熱媒体はヘッダー173において供給し、ヘッダー174において炉又は熱源に戻す。流体流に推進力を与えるために、ヘッダー173と174との間に差圧を適用する。供給ヘッダー173の圧力は、また、直列に配管されたゾーンの全ての付加的圧力降下を超えなければならず、更に戻りヘッダー174中の圧力に打ち勝たなければならない。戻りヘッダー174は、ヘッダーポンプに適正な有効吸い込みヘッドを提供しなければならない。熱媒体（H TM）は温度又は流量調節バルブを介してゾーン172に供給する。172から出たH TMはゾーン171に進む。流体の温度が高すぎるか、流量が大きすぎる場合には、H TMはヘッダー174に戻す。流体の温度が低すぎる場合には、ヘッダー173から流体を加える。バルブのサイジングによって得られるよりも高い温度が流体に必要な場合には、ヘッダー174に流体を除去して、ヘ

40

50

ッダー１７３からの流体を置き換えることができる。

【０２７２】

従って、第１の実施態様において、熱媒体制御系は、第１熱媒体流を通す第１熱媒体ヘッダー；第２熱媒体流を通す第２熱媒体ヘッダー；第１ヘッダーから第２ヘッダーに個々に熱媒体を通すことができる第１熱媒体サブグループ；並びにヘッダーの選択された一方及び第１サブグループと流体連通するコントロールバルブを含む。第１熱媒体流の圧力は第２熱媒体流の圧力よりも高く、コントロールバルブは、第１熱媒体流の圧力を用いるだけで第１熱媒体流の少なくとも一部を第１サブグループに選択的に誘導して、第１サブグループに熱媒体を通し、且つまた、そこに通す熱媒体流の温度及び圧力を制御する。系の別の態様は、第１サブグループとは別個に形成され且つそれと流体連通する第２熱媒体サブグループ；及び第２サブグループと流体連通する第２コントロールバルブを含む。第２コントロールバルブは、第１熱媒体流の圧力を用いて、第１熱媒体流の少なくとも一部を選択的に第２サブグループに誘導して、そこに通される熱媒体の温度及び圧力を制御する。

10

【０２７３】

第２の実施態様において、熱媒体制御系は、第１熱媒体流を通す第１熱媒体ヘッダー；第２熱媒体流を通す第２熱媒体ヘッダー；熱媒体を第１ヘッダーから第２ヘッダーに通すことができる第１熱媒体サブグループ；第１ヘッダー及び第１サブグループと流体連通する第１コントロールバルブ；並びに第１サブグループ及び第２ヘッダーと流体連通する第２コントロールバルブを含む。第２ヘッダー内の第２熱媒体流の圧力より高い第１ヘッダー内の第１熱媒体流の圧力とコントロールバルブの一方又は両方を用いて、第１熱媒体流の少なくとも一部を第１サブグループに選択的に誘導して、前記熱媒体を第１サブグループに通し、且つまた、第１サブグループに通す熱媒体流の温度及び圧力を制御する。

20

【０２７４】

本発明の第２の実施態様の更なる態様は、第１サブグループと別個に形成され且つそれと流体連通する第２熱媒体サブグループを、第２サブグループと流体連通する第２コントロールバルブと共に加えることを含む。第２コントロールバルブは、第１熱媒体流の圧力を用いて第１熱媒体流の少なくとも一部を第２サブグループに選択的に誘導して、そこを通る熱媒体の温度及び圧力を制御する。第２コントロールバルブは、第１サブグループに通す熱媒体の温度及び圧力を低下させるのに使用する。本発明の別の態様は、第２サブグループと流体連通する第３コントロールバルブを含み、第３コントロールバルブは、第１熱媒体流の圧力を用いて第１熱媒体流の少なくとも一部を第２サブグループに選択的に誘導して、そこに通す熱媒体の温度及び圧力を制御する。

30

【０２７５】

熱媒体制御系の更に別の態様は、第２サブグループに通す熱媒体の圧力が第１サブグループに通す熱媒体の圧力よりも低いものである。更に、第２サブグループに通す熱媒体の温度及び圧力を増加させるのに、第２コントロールバルブを使用するものとする。従って、別の態様において、系は、密封流体連通の状態第１サブグループから第２サブグループまで伸長する導管を含み、それによって、第１サブグループに通す熱媒体は、第２サブグループに通す。第２コントロールバルブは、第１サブグループ及び第２サブグループのそれぞれと個々に流体連通し且つ第１サブグループから第２サブグループに送られる熱媒体の温度及び圧力の制御に用いる。第２コントロールバルブもまた、第１サブグループから第２サブグループに送られる熱媒体の温度及び圧力を低下させるのに使用できる。

40

【０２７６】

この系の更に別の態様は、一連の熱媒体サブグループを含み、従って、後のサブグループはそれぞれ、そこからの熱媒体を受ける直前のサブグループと流体連通している。これは、一連の熱媒体サブグループに通す熱媒体の流体圧が、後のサブグループのそれぞれにおいて、直前のサブグループに比べて低い態様を特徴付ける。また、この系のこの実施態様の態様は、一連の熱媒体サブグループに通す熱媒体の温度が、後のサブグループにおいては直前のサブグループに比較して低いものである。別の態様は、一連のサブグループの各熱媒体サブグループが、そこに通される熱媒体の温度及び圧力を増加させるための、第１ヘッダー及び前記サブ

50

ループと流体連通する第1コントロールバルブと、そこの通される熱媒体の温度及び圧力を低下させるためのサブループ及び第2ヘッダーと流体連通する第2コントロールバルブを有するものである。

【0277】

熱媒体制御系の別の態様は、熱媒体循環ポンプのない状態で熱媒体が第1ヘッダーから第1サブループに送り込まれ、更にそれを通過させるもの、及びまた、熱媒体循環ポンプのない状態で熱媒体が第1サブループから第2ヘッダー中に送り込まれるものである。同様に、熱媒体が第1ヘッダーから第1サブループ中に送り込まれ、それを通過し、そして第1サブループから第2ヘッダーに送り込まれ、それらがそれぞれ熱媒体循環ポンプのない状態で行われることも、この実施態様の別の態様である。

10

【0278】

熱媒体を熱媒体系に通す方法は、第1熱媒体流を第1熱媒体ヘッダーに通し；第2熱媒体流を第2熱媒体ヘッダーに通し；熱媒体循環ポンプのない状態で、第1ヘッダー及び第1サブループと流体連通する第1コントロールバルブを用いて第1ヘッダーから第1熱媒体サブループに熱媒体を通し；そして熱媒体循環ポンプのない状態で、第1サブループ及び第2ヘッダーと流体連通する第2コントロールバルブを用いて第1サブループから第2ヘッダー中に熱媒体を送り込むことを含む。重縮合流体は、ポンプのない状態で、パイプ型反応器の第1端部からその第2端部に送られる。

【0279】

装置の最小化

20

必要に応じて、液体原料供給タンクの使用はポリエステルプロセスから排除できる。周知の通り、原料は、パイプライン、軌道車又はトレイラートラックを含む多くの既知の型の輸送手段によってプロセスプラントに送る。本発明では、原料が輸送時に輸送手段から直接、プラントにポンプ輸送することができる。この方法の基本原理はポンプのNPSH曲線である。周知の通り、例えばトレイラートラックを使用する流体を輸送する場合、NPSHは、トレイラートラック内の流体レベル及び流体からポンプへの圧力降下の関数である。圧力降下は、流体速度、流体粘度及び使用される配管配置の関数である。これに比べて、供給タンクからのヘッド圧は、液体の高さと密度の関数である。系の配管配置はいずれの場合も一定とする。液体の密度及び粘度の変化は、周囲温度が変化しても小さくならないが、密度及び粘度の変化が大きい場合には、それらはコリオリ質量流量計によって公知の方法で求めることができる。

30

【0280】

従って、質量流量が流量計からわかる場合には、公知の構成のプロセス制御コンピューター（図示せず）がこのデータ入力並びに前述のような、必要とされ得る全ての追加入力を受け取ることができ、入口のポンプ圧を用いてトレイラートラック内の流体質量を計算できる。入口のポンプ圧及び流れは、トレイラートラック内の流体の質量を継続的に算出するのに使用される。機能点検の間に、トレイラートラック内の流体レベルと圧力及び流れとの関係が確認されて、コンピューター概算の不備が全て補正される。

【0281】

ここで、図21に示した流体輸送系に関して、運転プロセスを以下に記載する。第1トレイラー265は、ポンプステーション「P」に駐車される。トレイラーは1組のバルブ251、252、253、257、261及び276をそれぞれ開けることによってポンプ263に接続され且つポンプ263への流れが調節される。同時に、もう1組のバルブ258、259、272、274及び275がそれぞれ閉じられる。ポンプ263が作動し、トレイラー265にさかのぼることによってプライムされる。自動バルブ272を開けると、系はすでにプラント運転の準備ができています。第2トレイラー266もまた、ポンプステーションに駐車され、1組のバルブ254、255、256、260、262及び273をそれぞれ開けることによって第2のポンプ264に接続し且つポンプ264への流れを調節する。同時に、バルブ258、259、271、274及び275が閉じられる。ポンプ264が作動し、トレイラー266にさかのぼることによってプライムされ

40

50

る。ポンプ 2 6 4 系はすでにプラント運転の準備ができているが、待機モードのままである。

【0 2 8 2】

バルブ 2 7 2 を開け、プラントを作動させる。トレーラー 2 6 5 中のレベルが、そのフルレベルの 1 0 % のような一定レベルであることが測定されたら、バルブ 2 7 2 を閉じると同時に、流体をプラントにとぎれずに供給するためにバルブ 2 7 1 を開ける。ここでは、ポンプ 2 6 3 がトレーラー 2 6 5 に戻って再循環中であり、ポンプ 2 6 4 はトレーラー 2 6 6 からプラントに供給中である。プラントは、トレーラー 2 6 6 中のレベルが、フルレベルの 8 5 % のような一定レベルにあることが測定されるまで、プラントはトレーラー 2 6 6 から流体を消費しながら運転し続ける。これが行われたら、コンピューターがバルブ 2 7 5 を開けて、バルブ 2 7 6 を閉じる。これによって、トレーラー 2 6 5 内の流体内容物の残りをトレーラー 2 6 6 にポンプ輸送する。ポンプ 2 6 3 は低ワットで自動的に停止する。この時、プロセス制御コンピューターがバルブ 2 7 5 を閉じる。

【0 2 8 3】

第 1 トレーラー 2 6 5 は、ポンプステーションから取り外され、所望のプロセス流体が満たされた別のトレーラー 2 6 5 がポンプステーションに駐車する。ポンプ 2 6 3 がトレーラー 2 6 5 からプライムされて、このプロセスが繰り返される。次いで、トレーラートラック 2 6 6 内の流体レベルが、例えばフルレベルの 1 0 % のような一定レベルであると測定されたら、バルブ 2 7 1 が閉じて、バルブ 2 7 2 を開ける。トレーラー 2 6 5 中の流体レベルが、例えば 8 5 % のような一定レベルであると測定されるまで、トレーラー 2 6 5 中の流体レベルが用いられ、トレーラー 2 6 6 内の流体の残りがトレーラー 2 6 5 にポンプ輸送される。次いで、トレーラー 2 6 6 がポンプステーションから取り外され、別の満杯のトレーラーが、元のトレーラーの位置に駐車する。ポンプ 2 6 4 に新しいトレーラー 2 6 6 から供給及びプライムされ、プロセスがこのようにして続けられる。

【0 2 8 4】

従って、前記流体輸送系の第 1 の実施態様は、ポンプステーションに配置された少なくとも 1 つの輸送用コンテナ、及びこの少なくとも 1 つの輸送用コンテナと流体連通する少なくとも 1 つのポンプを含み、この少なくとも 1 つの輸送用コンテナはバルブトレインと流体連通し、バルブトレインはプロセスプラントパイプ系と流体連通する。他の場合には少なくとも 1 つの輸送用コンテナからの流体を受け且つ貯蔵する流体輸送供給及び貯蔵タンクのない状態において、流体は、少なくとも 1 つの輸送用コンテナからバルブトレインを通してプロセスプラントパイプ系に直接、選択的にポンプ輸送する。更に、この系は、ポンプステーションに配置された第 2 の輸送用コンテナと第 2 の輸送用コンテナと流体連通する第 2 のポンプを含み、これらの輸送用コンテナ及びポンプのそれぞれはバルブトレインと個々に流体連通している。バルブトレインは選択的に操作可能な複数のコントロールバルブからなり且つプロセスプラントパイプ系と流体連通しており、それによって、流体は、流体輸送供給及び貯蔵タンクのない状態で、第 1 の輸送用コンテナ及び第 2 の輸送用コンテナからそれぞれバルブトレインを通してプロセスプラントパイプ系に直接、選択的にポンプ輸送する。

【0 2 8 5】

この系の別の態様は、第 1 ポンプ及び第 2 ポンプに個々に且つバルブトレイン内のコントロールバルブの少なくとも 1 つに作動可能なように連結されるプロセス制御コンピューターと；第 1 輸送用コンテナ及び第 2 輸送用コンテナのそれぞれと個々に流体連通し且つプロセス制御コンピューターに作動可能なように連結される質量流量計を含み；前記質量流量計は、輸送用コンテナのいずれか一方からプロセス制御コンピューターにポンプ輸送される流体の流体質量流量を測定し且つ伝えるように組み立てられ且つ配列され；プロセス制御コンピューターは、輸送用コンテナの選択された一方内の流体質量を、流体質量流量及び測定された入口ポンプ圧を用いて計算する。更に、プロセス制御コンピューターは入口ポンプ圧及び流体流量流を用いて、輸送用コンテナの選択された一方内の流体の質量を継続的に測定する。

【0286】

プロセス制御コンピューターは、第1自動コントロールバルブを開けてプロセスプラントの運転を開始し；第1輸送用コンテナ中の流体レベルが、プロセス制御コンピューターによって第1の所定流体レベルであることが算出されたら、第1自動コントロールバルブを閉じる。別の態様では、第2自動コントロールバルブがプロセス制御コンピューターによって同時に開き、それによって、第1ポンプが第1輸送用コンテナからの流体を第1輸送用コンテナに再循環させて戻し、且つ第2ポンプが第2輸送用コンテナからプロセスプラントに流体を供給する。その後、流体レベルがプロセス制御コンピューターによって第2の所定流体レベルであることが測定されるまで、プラントには第2輸送用コンテナからプロセス流体を供給する。その後、プロセス制御コンピューターは、第1コントロールバルブを開け、第2コントロールバルブを閉じ、それによって、第1輸送用コンテナ内の流体内容物の残りが第2輸送用コンテナにポンプ輸送する。プロセス制御コンピューターが第1コントロールバルブを閉じたら、第1輸送用コンテナは、ポンプステーションにおいて代替りの新しい輸送用コンテナと取り替えることができる。本発明の別の態様は、第2コントロールバルブを再び開け且つ第1コントロールバルブを閉じるプロセス制御コンピューターを含み、それによってプラントには第2輸送用コンテナからのプロセス流体を供給する。

10

【0287】

従って、本発明の記載された方法は、第1ポンプと流体連通する第1輸送用コンテナをポンプステーションに配置し；第2ポンプと流体連通する第2輸送用コンテナを前記ポンプステーションに配置し；そして各輸送用コンテナのそれぞれからの流体を、バルブトレイン中に及びプロセスプラントパイプ系に直接、選択的にポンプ輸送する態様を含む。この方法は、第1ポンプ及び第2ポンプに個々に及びバルブトレイン内のコントロールバルブの少なくとも1つにプロセス制御コンピューターを作動可能なように連結し；そして第1輸送用コンテナ及び第2輸送用コンテナのそれぞれと個々に流体連通し且つプロセス制御コンピューターに作動可能なように連結された質量流量計を用いて、第1ポンプ及び第2ポンプによってそれらから送られる流体流をそれぞれ測定する態様を含む。このプロセス制御コンピューターは、流体質量流量及び測定された入口ポンプ圧を用いて輸送用コンテナの選択された1つの内部の流体質量を計算し、且つまた、入口ポンプ圧及びその流体流量の流れを用いて、輸送用コンテナの選択された1つの内部の流体の質量を継続的に算出する。プロセス制御コンピューターは、輸送用コンテナの選択された1つの内部の流体の質量の測定に反応して、第1自動コントロールバルブを開け、プロセスプラントの運転を開始する。

20

30

【0288】

この方法の別の態様はまた、プロセス制御コンピューターが、第1輸送用コンテナ内の流体レベルがプロセス制御コンピューターによって第1の所定流体レベルであることが測定されたら、第1自動コントロールバルブを閉じ、それによって第1ポンプが第1輸送用コンテナ中に流体を再循環して戻し；それと同時に第2自動コントロールバルブを開け、それによって第2ポンプが第2輸送用コンテナからプロセスプラントに流体を供給し；流体レベルがプロセス制御コンピューターによって第2の所定流体レベルであることが算出されるまで、第2輸送用コンテナからプロセスプラントにプロセス流体を供給し；プロセス制御コンピューターが、第2コントロールバルブを開け且つ第2コントロールバルブを閉め、それによって第1輸送用コンテナ内の流体内容物の残りが第2輸送用コンテナ中にポンプ輸送され；プロセス制御コンピューターが、第1コントロールバルブを閉め且つポンプステーションにおいて第1輸送用コンテナを新しい輸送用コンテナと交換し；次いで、第1輸送用コンテナから第2輸送用コンテナに流体の残りを移し；その後、第1流体輸送用コンテナを取り替えながら、第2輸送用コンテナからプロセスプラントにプロセス流体をし続けることを含む。

40

【0289】

周知の通り、典型的なポリエステル加工設備には、3つの異なる蒸留カラム：水カラム

50

、ストリッパーカラム及びMGMカラム（混合グリコール及びモノマーカラム又はエチレングリコール凝縮液カラム）が存在する。エステル化反応器からの蒸気は水カラムに送られる。そこで、エチレングリコールから水を分離する。低沸点溶剤（水を含む）は、カラムの上部で除去し、ストリッパーカラムに送る。他方、エチレングリコール及び他の高沸点溶剤は、カラムの底部で除去し、ペーストタンク、反応器に送り戻され、他のユーザーに向けられ、また、ここに記載されるように、再循環ループに戻されることができる。

【0290】

ストリッパーカラムは、廃水処理施設に送ることができないパラジオキサンをストリッパーカラムの上部で分離し、そのパラジオキサンを水の共沸混合物と合し、次いでそれが他の低沸点成分と共に炉又は酸化装置に送る。ストリッパーカラムの底部からの流体は、廃水処理施設に送る。本発明の一実施態様においては、水カラムは、低沸点溶剤をストリッパーカラムではなく、炉に送ることによって維持し、ストリッパーカラムは排除することができる。この場合には、水カラムは、低沸点溶剤をストリッパーカラムに送るのではなく、炉にガス抜きされる。MGMカラムも炉にガス抜きされる。

【0291】

また、従来型のポリエステル加工設備においては、有機廃棄物とプロセスから生じる液圧負荷（水流）を処理するには廃水処理施設が必要であることが知られている。本発明の前述の一態様においては、有機廃棄物は炉にガス抜きされ、そこで焼却される。本発明の別の態様においては、ここで詳細に記載するように、ポリエステル形成プロセスから多くのユニットをなくし且つプラントを一体化し、それによってよりコンパクトなプラントを作ることによって、プロセスプラント全体に屋根を置くことができ、その結果、雨水はもはやプロセス装置及び／又は溢れた全てのプロセス流体と接触することがないので、廃水処理施設に液圧負荷を送らなくてよい。従って、本発明の更に別の態様においては、炉に送ることによる有機廃棄物の除去、及び設備サイズの縮小と設備上への屋根の設置とを組合せることによってプラントを一体化することによる液圧負荷又は廃水の排除が、他の方法ではポリエステル加工プラントの整備に必要とされる廃水処理施設の必要をなくす。

【0292】

プラントからの環境放出は、プロセス（即ち、蒸留カラム、スクラバー、吸着装置、真空ポンプなど）の全てのガス抜き及び加圧ベントヘッダーへのタンクベントによって減少させることができる。ベントヘッダーは、HTM炉に流れ、焼却処分される。従って、このようなベント全てがこのヘッダーに接続される場合には、プラントからの未酸化排気ガスは99%超減少されるであろう（典型的には、酸化排気ガスは、二酸化炭素呼び水である）。更に、このプロセスにはストリッパーカラムの必要がない。

【0293】

本発明の更に別の態様では、従来の方法において使用されるベース容積よりも各蒸留カラムのベース部分の容積を増加させることによって、蒸留カラムに出入りする生成物のタンクを排除できる。これによって、流体収容領域の量及びこのような貯蔵タンク全てに関連するコストが減少される。ベースの高さ又は直径を増すと、蒸留カラムの容積を増加させることができる。カラムには追加の機器が必要ない。本発明の一態様において、水カラムのベースは、従来型の水カラムのベースよりも直径又は高さが少なくとも40%大きい。この態様において、全高は少なくとも約3%増加する。別の態様において、ベースは直径又は高さが少なくとも50%増加される。

【0294】

前述のように、廃水処理施設はプラントの一体化によって排除できる。これは特に、環境排出の排除及び前記貯蔵タンクの廃止によって可能になる。更に、プラントは、全てのプロセス・ビルディング、トレイラーポンプ／アンローディングステーション、HTM炉、及び／又はCODの可能性のある他の全ての領域に屋根を設けて組み立てられる。ペレタイザー及び冷却塔からの廃水は、他の全ての廃水流から分離して、プラントの排水口に回す。前記の屋根領域全体からの水を含む全ての雨水もプラントの排水口に回す。プロセスプラントとHTM炉との間には溝、好ましくは二重壁の溝が造られる。これは好ましく

はふた付きの溝である。残りの全ての汚染廃水は、溝に入る。溝内部の回収された廃水は全て、溝からH T M炉にポンプ輸送され、そこで廃水が焼却される。水の他の供給源全てが限られる場合には、廃水処理プラントの資本コスト及び運転コストの削減によって熱使用コストが相殺される。

【0295】

また、プラントの配置が適切に設計される場合には、溶融相設備用のペレット又はチップには搬送系が1つだけ必要である。最終反応器の出口は、カッターによって造ることができるペレットがカッターの下方に配置された分析ビン中に重力によって落下できる十分な高さを有する。一実施態様において、分析ビンは排除される。ペレットは配合用サイロの上部に搬送され、配合用サイロの底部は包装用ビンの上方に配置される。包装用ビンの底部の位置及び高さは、包装用ビンの内容物を重力によってシーバルク (Sea bulk)、トラック又は貨車に供給するのに十分な高さである。包装用ビンはまた、サイロから包装用装置に直接供給を行うことによって排除できる。バルクバッグ、箱、ドラム缶及び大形袋に包装される単位を、包装用ビンの下の十分に近い位置に配置することによって、それらもまた、重量によって充填することができる。搬送系の縮小は、装置、ユーティリティコストを減少させ、製品品質を向上させると共に、ペレットの溶融及びストリーミングのための機構を排除する。

10

【0296】

本発明の更に別の態様において、プラント中の給水系統は、安全シャワー、冷却塔、カッター水及びH T Mポンプ冷却器を組合せることによって最小化できる。

20

【0297】

典型的に、プラントの安全シャワー系は自給式である。これには、水道供給源からレベル制御系が提供される。これはまた、停電の場合の加圧系及び予備の加圧ガスを有する。冷却塔は、蒸発による水の損失のため及び高沸点成分の濃縮又は沈澱を防ぐためのブローダウン (パージ) のための水位保持に使用される給水を有する。冷却塔系は、水のpH、硬度、生物の増殖などを目標値に保つ化学薬品添加系を有する。カッター給水系はカッターに水を供給する (ペレットを作る)。高温のポリマーストランドとの接触時に水が蒸発するので、カッター給水系には補給水が必要となる。この系は通常はパージを行わず、不純物は一般にペレット上に残るが、これは問題を引き起こすおそれがある。カッター系はまた、化学薬品添加系を有する。H T Mポンプは、圧力降下の大きい冷却器を有する。標準型の冷却塔ヘッダーは、H T Mポンプ上の圧力降下の大きい冷却器を通過するのに十分な圧力を供給しない。

30

【0298】

これらの問題に対処するためには、典型的に4つの選択肢がある。

【0299】

- 1) ワンススルー冷却として供給水を用いる;
- 2) 資本コスト及びポンプ輸送コストを増加させるが、冷却塔水ヘッダーの圧力を増加させる;
- 3) 資本コスト及びポンプ輸送コストを増加させるが、別の高圧冷却塔ヘッダーを造る;
- 4) 資本コストを増し且つ被保証人を失うが、ポンプ用に圧力降下の少ない冷却器を購入する。

40

【0300】

これらの系を一体化すれば、資本コスト及び運転コストを削減できるであろう。H T M系の一体化及び全てのサブループポンプの廃止によって、メインループのH T Mポンプのみが残される。これらのH T Mポンプに必要な冷却水流は、必要とされる冷却塔補給水よりもわずかに少ない (過剰な水も許容され得る)。カッター給水系は、カッターに入るためのより高い水圧を有し、その圧力は、H T Mポンプ冷却器と共に使用するのに十分に高いものである。しかし、H T Mポンプを通過後、H T Mの漏れは生成物を汚染されるであろうから、水はカッター系に戻ってはいけない。従って、H T Mポンプからのこの水は冷

50

却塔に回されなくてはならない。冷却塔の化学薬品をカッター給水系に添加したら、カッター給水系が保護され、化学薬品添加系の1つが廃止され、更にこのパージによって冷却塔に化学薬品が供給されるであろう。カッター給水系におけるパージは不利ではなく、有益であり得るであろう。カッター給水系からH T Mポンプ冷却器、次いで冷却塔を経て水をポンプ輸送することにより、H T Mポンプに必要な追加冷却系を配置し、化学処理系を排除し、そして3つの用途全てに必要な水が提供される。水は更にカッター給水系及び安全シャワーに供給されなければならないであろう。

【0301】

安全シャワー系は、水がよどむのを防ぐために週に1回パージする必要がある。これより頻繁なパージも有益であり、自動パージはコストを削減する。安全シャワータンクを高くする場合には、タンクのための加圧系及び予備の加圧系は必要ない。水が安全シャワータンクに入り且つタンクの上部からオーバーフローする場合には、タンクは満タンの状態が続き、レベル系は必要ない。カッター給水系用のレベルコントロールバルブが、安全シャワータンクに供給を行うラインにあり且つ安全シャワータンクがカッター水タンク中にオーバーフローする場合には、安全シャワーが連続的にパージされながら、カッター水及び冷却塔給水系の両者に関して水が補給量で流れるであろう。この配置は、安全シャワー系に関する全ての労力及び機器が排除するであろう。

【0302】

前記問題に対処し且つプラント作業者の要求を満足させる、本発明の新規一体化プラント配水系が図22に示される。ここで図22を参照すると、安全シャワー用水貯蔵タンク290には、現場から離れた水道供給源(図示せず)のような適当な水源「W」から清浄で新鮮な水が供給される。安全シャワータンクは、プラント安全シャワー及び洗眼器(図示せず)に必要な全ての水を供給し、且つまた、第1パイプライン291を経て、独立したカッター／ペレタイザー水タンク294の一部として設けられる濾過器及び水貯蔵タンクアセンブリ294まで水を供給する。配水ループ中に導入された後、水は濾過器及び水貯蔵タンクアセンブリ294中に入って通り抜ける。ここから、濾過された冷たい水が、適当なポンプ295によってペレタイザー配水ループを通り、次いでポンプを通過した後に、下流の熱交換器296に通されて、水を冷却する。濾過器298を、ポンプの下流のペレタイザー配水ループ中に配置して、そこに同伴されるであろう全ての汚れ及び／又は小粒子を除去する。下流の化学薬品添加ステーション299は、ペレタイザー配水ループ中の水が、実施されるプロセスに必要とされ、且つまた、場所又は系に供給される水の特性のためのプロセスに必要な、制御された有機体増殖、水硬度、水溶解度及び腐食性基準の範囲内に保たれるようにペレタイザー配水ループの一部として設けられる。ペレタイザー配水ループの最後の成分は、カッター／ペレタイザーステーション300であり、その機能については後述する。

【0303】

プラントからの溶融ポリマーは、ポリマー供給ライン316を経て、カッター／ペレタイザーステーション300においてポリマー押出ダイヘッド317に供給し、ダイヘッドは公知の方法で複数の溶融ポリマー스트ランド318を押出する。溶融ポリマーストランドは、溶融ポリマーストランドをペレット化及び／又は切断するためのカッター／ペレタイザーステーション300中で、ペレタイザー配水ループを通して供給された冷たい濾過水によって冷却される。その後、ここで加熱された「汚れた」水は、濾過及び水貯蔵タンクアセンブリに送られて、カッター／ペレタイザーステーションにおける蒸発によって失われる水のための、安全シャワー水貯蔵タンクから添加される補給水(ポンプ303へのパージにも使用される)によって冷却される。フィルター及び水貯蔵タンクアセンブリに送られた水は次に、前述のようにペレタイザー配水分ループを経て再利用のために戻される。

【0304】

別個の給水ライン302がペレタイザー配水ループから送り込まれ、冷却塔304に水を送るのに使用される下流のポンプ303まで伸長する。冷却塔には、冷却塔アセンブリ

10

20

30

40

50

の一部として形成された集水桝 307 中に収容される水の水位を維持するのに使用する液位コントロール 306 を設ける。液位コントロール 306 は、充分な量の水がポンプ 303 に最低限必要な冷却流に絶えず供給されることを保証する最小の流れ設定を有する。冷却塔は、そこを通ってる水を冷却し、水は集水桝から冷却塔水供給ロープ 308 を経て送られる。

【0305】

冷却塔水供給ループを通る水の予想される用途には、ここでは「廃水」である水を冷却塔水供給ループに戻すことができる、所望の任意の数の下流冷却水ユーザー 311 を含む。下流では使用されない全ての水を水冷却塔中に戻して通し、必要に応じて集水桝／溜め 307 内の失われた水を補うために、レベルコントロールバルブ 306 がペレタイザー配水ループから水を引き込む。

10

【0306】

下流のユーザーから冷却塔水供給ループ中に戻される廃水は、冷却塔 304 中に戻して通し、その中で蒸発させる。このように、水の蒸発が固形分を濃縮し、且つ／又は冷却塔水供給ループを通る水流内に汚染をもたらすので、水は必要に応じて、コントローラー 314 によって水パーズライン 312 を経てループから排水口（図示せず）にパーズされる。ポンプ 310 は、ありとあらゆるユーザーに、冷却水をそれに通すのに使用される力を供給する。

【0307】

安全シャワー水貯蔵タンク 290 は、水レベルコントロール 315 によって制御される。この装置は、タンク 290 内の水位を適当な水位に保持する。安全シャワー水貯蔵タンク 290 からの過剰の水は、ここから給水ライン 291 を経てペレタイザー配水ループ 292 の濾過器及び水貯蔵タンクアセンブリ 294 に送られ、そこで水が前述のようにして処理される。ペレタイザー配水ループ 292 及び冷却塔水ループ 308 に供給される水は全て、前述のような適当な水供給源 W（飲料水）から供給される。これは、下流のユーザー 311 によって並びにカッター／ペレタイザーステーション 300 及び冷却塔 304 中の水の蒸発によって失われた全ての水のために各系に添加される全ての水を含む。

20

【0308】

従って、本発明の一体型プラント配水系は、第 1 の実施態様において、水源と流体連通し且つ水源から水が供給される安全シャワー水貯蔵タンク；安全シャワー水貯蔵タンクと流体連通し且つ安全シャワー水貯蔵タンクから水が供給される第 1 配水ループ；第 1 配水ループと流体連通する第 2 配水ループ；及び第 2 配水ループに水を供給するために、第 1 配水ループから選択的に水を引き出すための 1 つ又は複数のコントロールバルブを含む。この系の態様は、別個の安全シャワー及び洗眼系と流体連通する安全シャワー水貯蔵タンク；安全シャワー水貯蔵タンクから第 1 水分分配ループまで密封流体連通した状態で伸長する水パイプラインを含む。安全シャワー水貯蔵タンクから水がオーバーフローして第 1 水分分配ループに回されるので、第 1 配水ループには安全シャワー水貯蔵タンクからの水が供給される。第 1 配水ループは、溶融されたプラスチックポリマーのペレット化に使用されるペレット化ステーションに水を供給するように組み立てられ且つ配列されたペレタイザー水ループ；濾過器及び水貯蔵タンク；水貯蔵タンクから第 1 配水ループを経て水をポンプ輸送するように組み立てられ且つ配列されたポンプ；熱交換器；濾過器；並びに化学薬品添加ステーションを含む。熱交換器をポンプの下流に配置し、濾過器を熱交換器の下流に配置し、化学薬品添加ステーションを濾過器の下流に配置し、ペレット化ステーションを化学薬品添加ステーションの下流に配置し、そして濾過器及び水貯蔵タンクがペレット化ステーションの下流に配置する。

30

40

【0309】

一体型プラント配水系の別の態様は、濾過器及び水貯蔵タンクと流体連通する水位コントロール、並びに水位コントロール及び安全シャワー水貯蔵タンクのそれぞれと流体連通する、それらの中間にあるコントロールバルブを含む。水位コントロールは、水源から直接、濾過器及び水貯蔵タンクに選択的に補給水を添加するように組み立て且つ配列する。

50

水位コントロールはまた、濾過器及び水貯蔵タンクへの水の供給を選択的に制御して所定の水位に保持するように組み立て且つ配列する。

【0310】

第2配水ループは、冷却塔を含む冷却塔水ループ；冷却塔から第2配水ループを経て水をポンプ輸送するように組み立てられ且つ配列されたポンプ；及び少なくとも一人の冷却塔水ユーザーを含む。冷却塔は、そこを通る水を回収するために冷却塔の一部として形成された集水桝を更に含む。冷却塔水ループのポンプは、集水桝の下流に配置され、少なくとも一人の冷却塔水ユーザーが、ポンプの下流であって冷却塔の上流に配置される。第2配水ループは更に、それと流体連通するパージライン及び第2配水ループからの水を選択的に通すための、パージラインと流体連通するコントロールバルブを含む。第2水パイプラインは、第1配水ループから第2配水ループまで密封流体連通した状態で伸長して、第2配水ループに水を供給する。

10

【0311】

第1配水ループから第2配水ループまで水を選択的に引く手段の一態様は、第1配水ループから第2配水ループまで水を引くように構成された、第2水パイプラインと流体連通する第2ポンプを含む。水を選択的に引くための手段の別の態様は、冷却塔の集水桝と流体連通する水位コントロール及び第2ポンプ及び冷却塔の集水桝のそれぞれと流体連通する、それらの中間にあるコントロールバルブである。冷却塔の集水桝のための水位コントロールは、第2水パイプラインから冷却塔集水桝に選択的に補給水を添加するように組み立て且つ配列し、且つまた、十分な量の水が第2ポンプに最低限必要な冷却流に絶えず供給することを保証する最小の水流設定がなされるように組み立て且つ配列する。

20

【0312】

従って、本発明の別の態様は、一体型プラント配水系を通して水を分配する方法である。この方法の態様は、安全シャワー水貯蔵タンクに水を供給し、安全シャワー水貯蔵タンクから第1配水ループに水を送り、そして第1配水ループから第2配水ループまで選択的に水を送ることを含む。この方法は、水源から直接、第1配水ループに選択的に水を添加し；第1配水ループ中の水を溶融ポリマーペレット化ステーションに通し；第2配水ループ中の水を水冷却塔に通し；第2配水ループから、第2ループと密封流体連通する水パージを経て選択的に水を送り；そして第1配水ループから、第2配水ループの一部を形成する冷却塔集水桝中に選択的に水を送る更なる態様を特徴づける。

30

【0313】

前記プロセス／プロセスプラント用の一体型真空系の好ましい一実施態様を図23に示す。図示された一体型真空系を用いることよって、EGジェットの数を減少させることができ、冷却給水系は、場合によっては排除されないとしても最小限に抑えられ、最後の重縮合反応器中の2つの真空段階を得るのに必要な成分の数も最小限に抑えられる。

【0314】

図17A及び17Bにそれぞれ示すように、重縮合は通常、3つの真空段階を有する。ここで、本発明の独特の設計が、これらの最後の2つの真空段階、即ち、中圧真空段階及び低圧真空段階を一体化する。第3の真空段階の圧力は高すぎ、他の方法ではEG蒸気ジェットに、運転にとって適切な差圧を持たせることができないであろうから、第3の真空段階は一体化させることができない。蒸気ライン中へのバルブの設置は、プラギングの問題を生じ、確実な解決法ではない。それにもかかわらず、2つの真空段階は効果的に連結することができる。

40

【0315】

ここで図23を参照すると、適当な且つ他の点では簡単な真空ポンプ320が、EG及び他の凝縮可能物質のような成分を凝縮させるのに使用される中間凝縮器321上で真空を引く。第1のEG蒸気ジェット322が、スプレー凝縮器324と中間凝縮器との間に設置される。この蒸気ジェットは通常、6～8の圧縮比を有する。中間凝縮器の排出液は、浸漬容器とも称する液体シール容器325に回す。真空ポンプからの排出物はまた、スプレー凝縮器からの排出液と同様に、このシール容器に、又は任意の他の型の所望の容器

50

に回すことができる。浸漬容器からの液体は次に、濾過器 3 2 6、冷却器 3 2 8 を経てポンプ輸送し、(1) 中間凝縮器 3 2 1 又はスプレー凝縮器 3 2 4 に戻されるか、あるいは (b) 3 3 1 においてこの系から、例えば、水カラム (図示せず) に排出される。処理される生成物によっては、周知の通り、真空を制御するために、また、低沸点成分及び中間沸点成分の蓄積を制御するために、系の温度を上昇又は低下されるべきである。

【0 3 1 6】

本発明の一体型真空系の真空ポンプは、図示するように、重縮合中圧真空段階又はゾーン P 2 からライン 2 4 4 を経てスプレー凝縮器の上部又は上部領域中に真空を引く。最終重縮合反応器の上部からのこの中圧真空／蒸気流は、凝縮器の上部ゾーン内の液体冷却ノズル (図示せず) の下方でスプレー凝縮器に接続する。図示されるように、スプレー凝縮器から第 1 E G ジェットまで伸長する真空接続はスプレー凝縮器の上部にもあり、それは、E G ジェットまで進む前に重縮合蒸気を凝縮させる。これは、ジェットの能力を向上させる望ましい効果を有する。

10

【0 3 1 7】

最終重縮合反応器の重縮合低圧真空段階又はゾーン P 3 は、ライン 2 4 5 によって第 2 の E G ジェット 3 3 0 に接続し、そこからスプレー凝縮器の底部又は底部領域に伸長する。従って、この第 2 E G ジェットからの蒸気は、その底部液体冷却ノズル (図示せず) より下の点でスプレー凝縮器 3 2 4 に入る。これによって、重縮合反応器の上部の真空を他の方法で弱めたり減少させることなく、第 2 の E G ジェットからの重縮合蒸気及び最終反応器の底部からの重縮合低圧真空が凝縮される。

20

【0 3 1 8】

引き続いて図 2 3 を参照すると、本発明の一体型真空系は、また、真空ポンプ 3 2 0 を用いて、重縮合高圧真空段階又はゾーン P 1 を通して真空を引くのに必要な成分を含む。従って、高圧真空ゾーンは、真空ライン 2 4 3 を経て凝縮器 3 3 5 中に配管される。高圧段階からの蒸気は、公知の方法で凝縮器 3 3 5 中で冷却する。凝縮器内に回収される液体／液体凝縮物は、凝縮器と流体連通する第 2 シール容器 3 3 6 中に送る。

【0 3 1 9】

この第 2 シール容器は、そこから液体／液体凝縮物を引き且つ下流の濾過器 3 3 9 に通すポンプ 3 3 7 と流体連通する。凝縮物を下流の濾過器 3 3 9 に通す。その後、液体は、濾過器と流体連通する冷却装置 3 4 0 内で冷却し、液体は再利用のために凝縮器 3 3 5 に戻すか、又は必要に応じて、プラント内の他のユーザーに送る。真空ライン 3 3 4 は、凝縮器 3 3 5 の上部から伸長し、コントロールバルブ 3 4 3 を経て真空ポンプ 3 2 0 と流体連通する。

30

【0 3 2 0】

従って、この設計は、1 つの E G ジェット系統、1 つのスプレー凝縮器及びポンプ輸送系を排除し、1 系統当たり総 E G ジェットを 3 個ではなく 2 個しか有さない。中圧真空ゾーン及び低圧真空ゾーン用のシールレグの全てを同一シール容器に連結することによって、シール容器の数は半分未満に削減された。例えばデュアルシステムが 5 個のシールタンクを有するのに対し、シングルシステムは通常 3 つのシールタンクを有する。従って、この構成は、不要な装置、機器を排除すると共に、より大きい真空系を運転するのに他の方法では必要とされるエネルギー消費を削減する。

40

【0 3 2 1】

従って、前述のように、本発明の一体型真空系は、重縮合反応器の中圧真空ゾーン及び低圧真空ゾーンのそれぞれと個々に流体連通するスプレー凝縮器；スプレー凝縮器と流体連通する中間凝縮器；並びに中間凝縮器と流体連通する真空ポンプを含む。この系の別の態様は、スプレー凝縮器、中間凝縮器及び真空ポンプのそれぞれと個々に流体連通するシール容器；並びにスプレー凝縮器及び中間凝縮器のから個々に液体を回収し、濾過し、冷却し且つスプレー凝縮器及び中間凝縮器のそれぞれからスプレー凝縮器及び中間凝縮器に個々に液体を分配するように組み立てられ且つ配列された液体分配系を含む。他の態様は、真空ポンプから液体を回収するように組み立てられ且つ配列された液体分配系；スプレ

50

一凝縮器及び中間凝縮器のそれぞれから個々に液体を回収するように組み立てられ且つ配列された単一シール容器から成る液体分配系；並びに必要なに応じて、冷却液を他のユーザーに選択的に送るように組み立てられ且つ配列された、液体分配系と流体連通するコントロールバルブを含む。

【0322】

この系の更に他の態様は、スプレー凝縮器の底部に入る低圧真空ゾーンからの流体；スプレー凝縮器の間隔をあけられた上部に入る中圧真空ゾーンからの流体；重縮合反応器の高圧真空ゾーンと流体連通し且つ真空ポンプとも流体連通する第2スプレー凝縮器；第2スプレー凝縮器及び真空ポンプのそれぞれと流体連通する、それらの中間に配置されたコントロールバルブ；並びに第2スプレー凝縮器から少なくとも第2スプレー凝縮器に送られる液体を回収し、濾過し、冷却し及び分配するように組み立てられ且つ配列された第2液体分配系を含む。

10

【0323】

本発明の一体型真空系の更に別の態様は、重縮合反応器の中圧真空ゾーン及び低圧真空ゾーンのそれぞれと個々に流体連通するスプレー凝縮器；スプレー凝縮器と流体連通する第1EGジェット；第1EGジェットと流体連通する中間凝縮器；中間凝縮器と流体連通する真空ポンプ；並びに低圧真空ゾーン及びスプレー凝縮器と個々に流体連通する第2EGジェットを含む。本発明のこの実施態様の別の態様は、スプレー凝縮器の底部に入る低圧真空ゾーンからの流体、及びスプレー凝縮器の間隔を開けられた上部に入る中圧真空ゾーンからの流体；スプレー凝縮器の上部から伸長する第1EGジェット；低圧真空ゾーン及びスプレー凝縮器の底部と流体連通する第2EGジェット；並びにスプレー凝縮器、中間凝縮器及び真空ポンプと個々に流体連通し、且つ液体及び液体凝縮物を回収するように組み立てられ且つ配列されたシール容器を含む。更に多くの態様が、回収された液体をポンプ輸送するためのシール容器と流体連通するポンプ；ポンプと流体連通する濾過器；濾過器と流体連通し、且つ中を通る液体を冷却するように組み立てられ且つ配列された冷却装置（冷却装置はスプレー凝縮器及び中間凝縮器のそれぞれと個々に流体連通し、冷却装置によって冷却された液体はスプレー凝縮器及び中間凝縮器にそれぞれ送られる）；必要に応じて、冷却された液体を他のユーザーに選択的に送るように組み立てられ且つ配列された、冷却装置と流体連通するコントロールバルブ；スプレー凝縮器、中間凝縮器及び真空ポンプからの液体及び液体凝縮物をそれぞれ回収、濾過及び冷却し且つスプレー凝縮器及び中間凝縮器にそれぞれ冷却された液体を再分配するように組み立てられ且つ配列された液体回収及び冷却系を含む。従って、最終重縮合反応器からの液体回収方法は、前記反応器の少なくとも中圧重縮合真空ゾーン及び低圧重縮合真空ゾーンから、中圧真空ゾーン及び低圧真空ゾーンのそれぞれと個々に密封流体連通する単一スプレー凝縮器中に流体を送り；そして中間凝縮器と流体連通する真空ポンプを用いて、スプレー凝縮器と流体連通する中間凝縮器を通して流体を引くことを含む。この方法の別の態様は、低圧重縮合真空ゾーンからの流体をスプレー凝縮器の底部に送り且つ中圧重縮合真空ゾーンの流体をスプレー凝縮器の間隔を開けられた上部に送り；スプレー凝縮器の上部から中間凝縮器に流体を送り；スプレー凝縮器の上部から、スプレー凝縮器及び中間凝縮器と流体連通する第1EGジェットを通して液体を送り；低圧重縮合真空ゾーンから、低圧重縮合真空ゾーン及びスプレー凝縮器と個々に流体連通する第2EGジェットを通して流体を送り；スプレー凝縮器及び中間凝縮器から、スプレー凝縮器及び中間凝縮器のそれぞれと流体連通するシール容器中に液体及び液体凝縮物を回収し；シール容器中に回収された液体を濾過及び冷却し且つ冷却された液体をスプレー凝縮器及び中間凝縮器に個々に戻し；所望ならば、他の場所で使用するために、冷却された液体の少なくとも一部を、それと流体連通する少なくとも1つのコントロールバルブに選択的に通し；そして高圧真空ゾーンから、真空ポンプと密封流体連通する第2スプレー凝縮器中に流体を送ることを含む。

20

30

40

【0324】

吸着系

一部の実施態様においては、蒸留カラムを吸着装置に代えるのが望ましい場合がある。

50

吸着装置は、脱着に高温の不活性ガスを用いることができる。不活性ガスは、存在する条件下で反応体と反応しない任意の気体である。高温ガスの脱着によって、極めて低濃度の水を含むグリコールが生成され、それはエステル交換又はエステル化の転化率を向上させるであろう。一態様においては、少なくとも1種の反応体がジオール化合物であり、ジオール化合物の少なくとも一部が、蒸気、液体又は蒸気及び液体の両方としてプロセスから除去され、吸着系に暴露されて、ジオール化合物が選択的に回収される。

【0325】

図19に示すように、このプロセスからの流体は第1吸着装置182に供給する。第1吸着装置182に送られたプロセス流体は典型的に蒸気、液体又はそれらの混合物を含む。このプロセス流体は通常、エステル化プロセスからの蒸気流に由来し、液体は重縮合、及びポンプパージ、ポンプシール、真空ポンプ、蒸発器パージ、インターコンデンサー（intercondenser）などのような他の流れに由来する。プロセス流体流は、回収に望ましい成分が床を押しつけて通るまで、第2吸着装置に進み続ける。吸着装置から出る前記プロセス蒸気流体は全て、ライン184を経て焼却用のHTM炉に送られる。この段階で、床は飽和される。

【0326】

吸着を用いることによって、カラム、装置、タンク、攪拌機、ポンプなどが減り、一実施態様においてはそれらは、少数の簡単な大形パイプ又はタンク、圧縮機及び2つの熱交換器に代えられる。吸着は、典型的に生成物除去速度に等しい還流速度を有する蒸留カラムのように還流を必要としないので、エネルギーを節約する。蒸留より優れた吸着の別の利点は、ジオールの純度がより高いため、生成物中の副生成物が少なく、例えば、DEGが減少し、着色が少ないことにある。また、エステル交換又はエステル化反応器中において副生成物が、例えば、エステル化反応器において水が減少する。水は反応器に重要な影響を与える可能性があるので、エステル化反応器は小型化できる。

【0327】

プロセス流体は吸着装置の床181に流れ189として入り、流れ190中に出て行く。流れ190は、連続監視装置（例えば、FTIR（Fourier Transform Infrared Analysis）：ただし、経験と共に単一の波長が適当になるであろう。また、経験後にはタイマーによるスイッチングをすることができるであろう。また、監視はマニュアル・グラブサンプルを用いて実施できる）を有する。この装置は、保存すべき成分が床から出ようとする時期を示す。所望の成分が出るまで、他の成分は全て、流れ190を経て流れ184に送られる。流れ184は、熱媒体炉、熱酸化装置、触媒酸化装置などのような熱破壊装置へと進む。床181に装填され且つ所望の成分が流れ190から出始めたら、プロセス流体は次の吸着床に送られる。

【0328】

同じ図面を用いるために、ここでは床181は、反応器から流れ189を経て装填されつつある、部分的に装填された床として示されている。床182は、前パラグラフに記載された、完全に装填された床である。床183は、完全に脱着された床である。床181は、第1パラグラフに記載されたように装填されつつある。床182は、窒素、二酸化炭素、アルゴンなどのような不活性ガスの高温流を有する。このような高温ガスは、流れを加熱している熱交換器188から来る流れ191を経て床に供給される。スチーム、電気、高温気体又は蒸気、熱媒体のような高温液体などのような、任意の都合良い熱源を使用できる。熱は凝縮器流187、191、192、193と流れ199との間で交換することもできる。都合良い空気対空気熱交換器及び固体床交換器を使用できる。不活性ガス流の推進力は圧縮機又は送風機186に由来するが、不活性補給流197と共にエダクター装置も使用できる。成分186の入口の圧力は、不活性流197及び再循環流195の添加によって維持される。

【0329】

床182に入る高温不活性ガスは、床から成分を脱着する。あるいは、スチーム又は他の凝集可能な高温蒸気も使用できるが、これは、出て行く流れの純度を低下させ、且つま

た、流れのための別の分離装置を必要とする。当業者ならば、流れ191の流量及び温度を制御して、床182を正確に脱着させ流ことによって、脱着された成分が高純度の離散パルスに分離されることがわかるであろう。流れ192中のこれらのパルスは、流れ190に使用される同様な装置によって監視される。望ましくない成分が床182から流れ192中に除去されたら、三方弁又は複数の二方弁を切り替え、流れ192を流れ198、流れ184を経て熱酸化装置に送る。あるいは、流れ192は冷却されていない凝縮器185を通過して、熱酸化のために流れ184に進むことができる。所望の成分が床182から流れ192中に除去されたら、バルブを切り替え、流れ192が流れ199に進み、凝縮器185中に入る。凝縮器185は、空気、冷水、冷却ガスを用いて、膨張冷却によって、又は他の適当な手段によって冷却することができる。冷却された流れ199は、飽和温度未満に低下し、所望の成分が流れから液体として凝縮する。流れ187中の液体は、その生成物に適当な貯蔵容器に誘導される。流れ192が望ましくない成分を再び含むようになったら再び、バルブを切り替えて、流れ192を熱酸化装置に送る。望ましい成分と望ましくない成分との間のこの切り替えプロセスは、床182が完全に脱着されるまで続く。床182は次に待機状態に入る。

10

【0330】

流れ193中の凝縮器185からの気体は、回収すべき所望の成分を含むが、凝縮器185の飽和温度以下である。従って、流れ193は、完全に脱着された床183に送る。床183は所望の成分を吸着し、流れ193を清浄にする。流れ193は床183から流れ194として出る。流れ194は流れ195として送風機又は圧縮機186に向けられる。流れ197は、圧縮機186の入口圧を一定に保持するために補給不活性ガスを加える。

20

【0331】

床181が飽和され且つ床182が既に脱着され終わったら、床の機能が循環される。床181がこの循環において床182の代わりをし、床182が床183の代わりをし、床183が床181の代わりをする。第2相の間に、床181が脱着され、床182は凝縮器185から所望の成分を捕らえるであろう。床183は反応器蒸気で飽和されるであろう。床181が脱着され且つ床183が飽和されたら、次の相が始まる。

【0332】

系の大きさ及び生成される生成物に基づき、更なる付加拡張機能が必要な場合がある。各機能について、複数の吸着床並びに複数の冷却器、圧縮機、加熱装置及び熱交換器が必要とされる場合がある。反応器からの流れ189は、床の吸着能を増加させるために床181に入る前に冷却することができる。

30

【0333】

ギアポンプの排除

ほとんどのポリエステルプラントは、プレポリマー反応器と仕上げ反応器との間にギアポンプを有する。圧力差は必要な流れを形成するのに十分な大きさではないので、ポンプが2つの反応器間の圧力降下を克服する。ポンプはまた、仕上げ機に均一な流れを供給する計量装置として用いられ、安定な運転を可能にする。必要な圧力差を提供するために、仕上げ機より高い位置に設けられたプレポリマー反応器を用いて構成される方法もある。これらのプラントの後には、仕上げ機への均一な流れが得られる。

40

【0334】

パイプ型反応器系は、配管設計がプラントの次のセクションへの材料の移動に必要な圧力を本質的に提供するので、重縮合系にポンプを必要としない。更に、パイプ型反応器は、ギアポンプによって抑えられていた混乱を系にもたらす液位又は圧力制御系を有さない。パイプ型反応器は入口の乱れを抑える。パイプ系は、追加の抑制を行わずに均一な流れを実現し且つ反応器のセクション間に流れを生じるのに必要なヘッド圧を提供するので、重縮合セクションにギアポンプを必要としない。

【0335】

組合されたエステル化用パイプ型反応器及び重縮合用パイプ型反応器

50

エステル化及び重縮合のための方法及び装置に関して前に列挙した個々のセクションは、以下の挙げる組合せ及び改良された実施態様にも当てはまり且つ使用できる。

【0336】

図6、17A及び17Bに示すように、本発明の2つの主要なパイプ型反応器の段階は、組合されて一体型ユニットにすることができる。図17Aは、本発明の一実施態様を示す。エステル化反応器及び重縮合反応器はいずれもパイプ型反応器である。反応性材料は、貯蔵し、タンク221から供給する。好ましい一実施態様において、反応性材料は再循環ライン224に直接供給される固体PTAである。反応性材料は、秤量セル223上にあるタンク221から固体計量装置222に進む。固体PTAは再循環ライン224に入り、そこで、ライン230を経て再循環された、エステル化反応器227からの反応性モノマーと混合される。混合物は熱交換器226に入り、そこで加熱する。混合物は次に、パイプ型反応器227に供給する。反応混合物の一部は、ライン230に再循環して、ポンプ225の流入液へ戻す。反応体のような追加の液体添加物はライン240を経て好ましくはポンプ225の流入液中に供給することができる。ポンプ225の流出液は減圧装置246を経て供給され、タンク221からのPTAの固体供給が促進される。エステル化反応器は、ライン231及び232においてガス抜きすることができる。蒸気は好ましくは精製に送られる。図17Bは、追加ガス抜きライン229が存在する点で図17Aと異なる。一態様におけるガス抜きライン229は、図17Bにおいて示される再循環T継手の直前に配置されて、いくつかの態様では、プロセスから水を除去する。反応混合物の他の部分は、追加のパイプ型反応器のエステル化プロセス228を通して流れる。エステル化プロセスからの流出液は次に場合によっては、234において追加液体添加物と混合し、熱交換器233を経て供給し、次いで重縮合反応器235、236及び237に供給する。流出液、又は完成したポリエステル若しくはポリマーはギアポンプ238を介して送られて、239において系から出ていく。PET及びPETGプロセスにおける圧力、特に真空は、ベント又は真空ヘッダー243、244及び245を用いて制御することができる。ベント又はヘッダー243～245は、HTM炉、焼却炉又は熱酸化装置のような酸化装置に供給することができる。エステル化セクション又はゾーン(E1/E2)と重縮合セクション又はゾーン(P1/P2/P3)の間の圧力差は、シールレグ247のような圧力差装置を用いて制御することができ、重縮合段階235、236及び237のそれぞれの間の圧力は、241及び242のそれぞれにおいてシールレグのような圧力差装置を用いて制御することができる。別の実施態様においては、エステル化プロセスから来る再循環流入液の代わりに、再循環流入液は、重縮合プロセス流出液から、例えば流出液239からの後流(slip stream)としてもたらされることができる。これは、液体ポリマーの均一性を増すことができる。

【0337】

当業者ならばまた、本発明の反応器を、新しいプラントの建設に及び既存のプラントの機能拡張若しくは改善に又は容量の増加に使用できることがわかるであろう。パイプ型反応器は、技術的又は容量の制限を引き起こしている既存のプラントの1つのセクション又は複数のセクションの代わりに用いることもできるし、あるいはその中に挿入することもできる。一態様において、エステル化用パイプ型反応器、重縮用パイプ型反応器合、又は両パイプ型反応器の装置は、ポリエステルモノマー又はポリマーの製造のための従来型の装置と流体連通して設置されるように、組み立て且つ配列する。例えば、図5は、第2エステル化反応器212が重縮合反応器213にその最高容量で供給するには十分な容量を有さない場合に考えられる配置を示す。この場合、パイプ型反応器214が、第1エステル化反応器と第2エステル化反応器(それぞれ211及び212)の間に加えることができる。第1重縮合反応器213において更なる滞留時間が必要とされる場合には、パイプ型反応器215が、第1重縮合反応の上部の上方に設置されることができる。同様に、ジャケット付きパイプを離脱表面積の増加のために追加して、液体の同伴を減少させることができる。系から除去される蒸気は、ライン216及び217から引き出される。更なるパイプを加えて、伝熱面積を増加することもできる。これらの配管の改良は、両端の接続

を除いて、プラントを運転させながら加えることができる（パイプは設置に十分なスペースがある外壁に経路設定されることさえできる）。次に、短い運転停止の間に、接続が行われて、容量又は性能を効果的に改善することができる。これらのパイプ型反応器の後付けは、既存の設備 C S T R 又は他の従来型の反応器に直列又は並列であることができる。パイプ型反応器の後付けが従来型の反応器に並列である場合には、各パイプ型反応器及び従来型の反応器のそれぞれは、一度には反応器のいずれか一方のみが動作しているように選択的に運転されることもできるし、又は反応器の両方が同時に運転されることもできる。

【0338】

別法として、パイプ型反応器の後付け装置は、既存の反応器に取って代わることもできる。一実施態様において、従来型のポリエステル反応器を含む従来のポリエステルプロセスに後付けされた本発明のパイプ型反応器を含むポリエステル製造系であって、従来型の反応器が製造系から実施不能 (d i s a b l i n g) にされている系が提供される。一態様において、従来のポリエステルプロセスにパイプ型反応器を後付けする方法であって、（a）従来型のポリエステル反応器を含む従来のポリエステルプロセスに本発明のパイプ型反応器を後付けし；そして（b）前記プロセスから従来型反応器を無効にすることを含む方法が提供される。本明細書中で使用される、従来のプロセスに関する「無効にする」とは、例えば、従来型の反応器に入口の上流及び出口の下流のバルブを設け且つ従来のプロセスの流れを切るか又はプロセス系から従来型の反応器の入口及び出口を切り離すことによって、従来のプロセスに流体が流れないようにすることを意味する。

【0339】

本明細書中に記載した方法及び装置には、1つより多いエステル化段階若しくはゾーン及び／又は1つより多い重縮合段階若しくはゾーンを存在させることができる。

【0340】

前の項は、本発明のパイプ型反応器系を設計するためのパラメーターを記載した。大形プラントに関しては、反応器を建設し且つパラメーターを満足させるのに十分なパイプ直径を得るのが可能でない場合がある。このようなプラントの場合には、複数のパイプ型反応器を並列に運転することができる。複数の並列パイプ型反応器をゾーン内又はゾーン間の種々の場所で設置し且つ組合せることができる。コストを最小限に抑えるために、反応器系の初期始動セクションは分割の前に混合することができる。これは、追加供給系の購入を排除する。蒸気ラインは全て同じ真空系統に進むことができる。重縮合反応器は、同じ真空及び凝縮器系を共有できる。従って、必要とされる追加配管だけが、追加装置及び発生コストである。

【0341】

別の実施態様においては、1つのパイプ型反応器が、初期のプレモノマー反応体からポリエステルポリマーを生成する。このパイプ型反応器において、モノマーを生成するための反応体は一方の末端に供給し、ポリエステルポリマー生成物是他方の末端からの出力である。これは、別々のエステル化工程及び重縮合工程を有さないポリエステルプロセスに特に適用できる。この実施態様において、別々のエステル化及び重縮合反応器及びプロセスに関する前記態様は、この単一パイプ型反応器のプロセス、例えば堰、蒸気除去及び液体離脱の使用、パイプ型反応器の幾何学的配置などに適用できる。

【0342】

従って、一態様において、パイプ型反応器は、入口及び出口の間において伸長する実質的に平行な複数の流通導管に分かれ、パイプ型反応器中を流れる反応体は、反応器を流れて流れながら複数の流通導管の1つを通る。別の態様においては、少なくとも2つの別個のエステル化用パイプ型反応器が設けられ、各反応器は、同じ又は異なるポリエステルモノマーを生成し、各エステル化用パイプ型反応器から出た流体ポリエステルモノマーは、重縮合用パイプ型反応器の第1端部に誘導される。別の態様においては、少なくとも2つの重縮合用パイプ型反応器が設けられ、各反応器は同じ又は異なるポリエステルポリマーを生成し、各エステル化用パイプ型反応器から出た各流体ポリエステルモノマーは、少な

くとも1つの各重縮合用パイプ型反応器の第1の端部に誘導される。別の態様においては、エステル化用パイプ型反応器は、共通の入口を有する、互いに並列に配置された複数のエステル化反応器を含む。別の態様においては、重縮合用パイプ型反応器は、共通の第1の端部を有する、互いに並列に配置された複数の重縮合反応器を含む。この態様において、共反応体は複数の重縮合反応器の少なくとも1つには添加できるが、重縮合反応器の全てに添加できるわけではなく、それによって少なくとも2つの異なるポリエステル生成物が生成されることができる。

【0343】

本発明のいくつかの期待される利点

本発明の1つの利点は、設計が、障害を含む領域における反応器の組立てを可能にすることである。パイプはカラム、ビーム、他のパイプ、他の反応器、蒸留カラムなどの周囲に作ることができる。

【0344】

また、本発明の多くの実施態様は、圧力又は液位コントロールを必要としない。エステル化又はエステル交換反応器の底部の圧力は、摩擦、反応器流体内容物からの静圧ヘッド及び反応器から出る蒸気ライン上の背圧による圧力損失によって制御される。目的は、所定の圧力プロフィールで反応器中の圧力を低下させることであるので、反応器の配管は、このプロフィールを生じるように構成される。これは、バルブによる圧力制御の必要性をなくす。しかし、蒸留又は蒸気排気圧を制御し且つこのデルタ圧力をエステル化反応器又はエステル交換反応器全体に加えることが可能である。

【0345】

従来型の重合システムのほぼ全ての態様が、本発明のパイプ型反応器によって著しく単純化される。必要とされる器具類、バルブ及び制御ループが著しく減少し且つポンプ、反応器攪拌機、反応器スクリー、及び関連シール系が排除される。ポンプを除いて、1つが再循環グループに用いられても、本発明のパイプ型反応器は可動部をほとんど有さないか、又は全く有さない。プラントからのこれらの成分の減少及び除去は、必要なコンピューター及び制御装置の量、資本コスト、維持費及びユーティリティ消費を著しく減少させる。パイプ型反応器はガasketを用いずに溶接することができ、それによって反応器から排出物質と反応器への空気漏れが減少し、その結果、製品品質が改善される。装置及び制御系の実質的な減少は、運転コストを減少させる。

【0346】

本発明のパイプ型反応器は、反応容器よりも短い時間で組み立てられ且つ設置されることができる。配管は、工場又は現場で予め作られることができる。パイプ型反応器の大きさは、コストと時間がかかる、オーバーサイズ又は過重量の船積み許可を得なくても、標準トラック、搬送用コンテナ、大型トラックなどによって反応器のセクションを搬送できるように設計することができる。予め作ることによってモジュラープラント設計が可能になる。モジュラープラント設計では、現場での組立て時間を減らし且つより低コストで工場配管を組立て、圧力試験し且つ断熱することができる。

【0347】

本発明のポリエステルパイプ型反応器設計に必要な液体容量は、従来のポリエステルプロセスよりも実質的に少ない。更に、生成する個々の副生成物の量は、本発明のパイプ型反応器設計を用いることによって著しく減少させることができる。PETが生成される本発明の別の態様において、本発明は、1.2重量%未満、別の態様では1.0重量%又はそれ以下、別の態様では0.74~1.0重量%の最終生成物中DEG不純物レベルを達成できる。これは、DEG不純物レベルに典型的な範囲が1.2重量%~2.0重量%である代表的な従来のPET製造方法とは対照的である。実際に、このような最終生成物中DEG不純物の量の減少は、本発明のポリエステルパイプ型反応器設計によって達成可能な液体容量の大幅な減少と同時に達成されることができる。

【実施例】

【0348】

以下の実施例は、添付した「特許請求の範囲」に記載された化合物、組成物、製品、装置及び／又は方法の製造及び／又は実施並びに評価の方法を当業者に示すために記載し、本発明の単なる代表例であって、本発明者らが自身の発明と見なすものの範囲を限定することを目的としない。数値（例えば量、温度など）に関しては正確を期するために尽力したが、若干の誤差及び偏差があることを明らかにしなければならない。特に断らない限り、部は重量部であり、温度は℃又は周囲温度であり、圧力は大気圧又はほぼ大気圧である。

【0349】

ASPENモデリングを以下のデータに用いた。実施例中においてASPENモデリングに言及する場合、以下において指示する場合を除いて、ASPEN 10.2、サービ

10

【0350】

例 1

ASPENモデリングを用いて、PET及びPETGのそれぞれのためのパイプ型反応器系に関して、代表的なパイプ長さ及び熱交換器の面積を計算した。結果を以下の表 I に示す。

【0351】

【表 1】

20

表 I

		エステル化	重縮合		
パイプ直径	in	14	12	14	16
PETプラント パイプ長	ft	733		1775 段階 1	1905 段階 2
PETプラント 熱交換器領域	ft ²	2200		2000	
PETGプラント パイプ長	ft	79	75 段階 1	255 段階 2	680 段階 3
PETGプラント 熱交換器領域	ft ²	2200		1900	

30

【0352】

例 2

ポリエステル用パイプ型反応器の設計に必要な液体容量は、従来のポリエステルプロセスよりもかなり少ない。例えば、ASPENモデリングは、年当たり300,000,000ポンドのPETボトル用プラントに相当するように実施した。結果を以下の表IIに示す。

40

【0353】

【表 2】

表 II

エステル化	
標準プラント	1 0 0 m ³
パイプ型反応器	8. 4 m ³
減少%	9 2 %
重縮合	
標準プラント	3 5. 6 m ³
パイプ型反応器	1 4. 2 m ³
減少%	6 0 %
総プラント	
標準	1 3 5. 6 m ³
パイプ型反応器	2 2. 6 m ³
減少%	8 3 %

10

【0 3 5 4】

例 3 ～ 7

20

本発明の種々のポリエステルに関する運転条件及び性能結果を算出するために、種々の A S P E N モデリングを実施した。モデリングは、以下の表中に記載したように図 1 7 A 又は図 1 7 B の本発明の装置に基づいた。インヘレント粘度 (I . V .) は、ポリマー 0 . 2 5 g を、フェノール 6 0 重量%及び 1, 1, 2, 2 - テトラクロロエタン 4 0 重量% からなる溶媒 5 0 m L 中に溶解させることによって測定する。測定は、2 5 °C において V i s c o t e k D i f f e r e n t i a l 又は M o d i f i e d D i f f e r e n t i a l V i s c o m e t e r を用いて、A S T M D 5 2 2 5, " S t a n d a r d T e s t M e t h o d f o r M a k i n g S o l u t i o n V i s c o s i t y o f P o l y m e r s w i t h a D i f f e r e n t V i s c o m e t e r " に従って測定する。例 3 ～ 7 の結果を、それぞれ、以下の表 III ～ VII に示す。

30

【0 3 5 5】

【表 3】

表 III

HOMO PET-ボトルポリマー				
再循環速度	モノマー5重量部 /PTA 1重量部			
生産速度	300,000,000 ポンド/年			
EG対PTA供給 モル比	1.6			
反応器 (図17A)	エステル化	重縮合ゾーン 1	重縮合ゾーン 2	重縮合ゾーン 3
温度 (°C)	296	296	296	296
圧力 (psig)	10→2			
圧力 (torr abs)		61	10	0.5
液体容量 (m ³)	16.2	3.7	3.3	9.9
	E1	P1	P2	P3
12inパイプ (ft)	632	253		
14inパイプ (ft)		935	830	
16inパイプ (ft)				1875
熱交換器 (ft ²)	2200	2200		
完成品				
IV	0.60dL/g			
DEG	0.78wt%			
酸末端	33モル当量/100万 g			
ビニル末端	1.5モル当量/100万 g			

【0 3 5 6】

【表 4】

表IV

PETGコポリエステル (20.5wt%CHDM)				
再循環速度	モノマー10重量部 ／PTA 1重量部			
生産速度	95,000,000 ポンド／年			
EG対PTA供給 モル比	3.5			
反応器 (図17A)	エステル化	重縮合ゾーン 1	重縮合ゾーン 2	重縮合ゾーン 3
温度 (°C)	255	255	275	275
圧力 (psig)	47→25			
圧力 (torr abs)		120	5	0.5
液体容量 (m ³)	4.6	4.0	5.0	3.2
	E1	P1	P2	P3
12inパイプ (ft)	213	85		
14inパイプ (ft)		201	254	
16inパイプ (ft)				680
熱交換器 (ft ²)	2000	2000		
完成品				
IV	0.75dL／g			

【0 3 5 7】

【表 5】

表V

HOMO PETーボトルポリマー				
再循環速度	モノマー5重量部 ／PTA 1重量部			
生産速度	300, 000, 000 ポンド／年			
EG対PTA供給 モル比	1. 6			
反応器 (図17B)	エステル化	重縮合ゾーン 1	重縮合ゾーン 2	重縮合ゾーン 3
温度 (°C)	296	296	296	296
圧力 (psig)	10→2			
圧力 (torr abs)		11	10	0. 5
液体容量 (m ³)	8. 4	1. 7	2. 7	9. 8
	E1	E2	P1	P2
12inパイプ (ft)	318	127		
14inパイプ (ft)			630	1005
16inパイプ (ft)				1875
熱交換器 (ft ²)	2000	2000		
完成品				
IV	0. 60dL／g			
DEG	0. 94wt%			
酸末端	35モル当量／100万 g			
ビニル末端	1. 5モル当量／100万 g			

【0 3 5 8】

【表 6】

表 VI

HOMO PET-繊維ポリマー				
再循環速度	モノマー5重量部 /PTA 1重量部			
生産速度	300, 000, 000 ポンド/年			
EG対PTA供給 モル比	1. 6			
反応器 (図17B)	エステル化	重縮合ゾーン 1	重縮合ゾーン 2	重縮合ゾーン 3
温度 (°C)	296	296	296	296
圧力 (psig)	10→2			
圧力 (torr abs)		11	10	0. 5
液体容量 (m ³)	8. 4	1. 9	2. 4	7. 7
	E1	E2	P1	P2
12inパイプ (ft)	313	125		
14inパイプ (ft)			704	893
16inパイプ (ft)				1473
熱交換器 (ft ²)	2000	2000		
完成品				
IV	0. 55dL/g			
DEG	0. 94wt%			

【0 3 5 9】

【表 7】

表VII

PETGコポリエステル (20.5wt%CHDM)				
再循環速度	モノマー10重量部 /PTA 1重量部			
生産速度	95,000,000 ポンド/年			
EG対PTA供給 モル比	3.5			
反応器 (図17B)	エステル化	重縮合ゾーン 1	重縮合ゾーン 2	重縮合ゾーン 3
温度 (°C)	255	255	275	275
圧力 (psig)	47→25			
圧力 (torr abs)		120	5	0.5
液体容量 (m ³)	2.3	2.5	5.0	3.2
	E1	P1	P2	P3
12inパイプ (ft)	106	43		
14inパイプ (ft)		125	254	
16inパイプ (ft)				680
熱交換器 (ft ²)	2000	2000		
IV	0.75dL/g			

【0360】

表IIIを表Vに比較することによって、以下のことが観察できる。確認方法において蒸気離脱を用いない場合には（表IIIのデータ）、DEG副生成物が0.78重量%であるのに対し、表Vのデータでは、反応及び操作のエステル化セクションに蒸気脱離を用い且つ0.94重量%のDEG副生成物が生成する。しかし、エステル化系において蒸気脱離を用いた場合には、液体容量は16.2 m³から8.4 m³に減少する（表Vと表IIIの比較）。表Vに示すように、エステル化プロセスの間に水を除去すると反応は、モノマーを生成する方向に向けられるが、反応はまた、更なるDEGを生成する方向にも向けられる。しかし、反応器の液体容量は劇的に減少する。この場合、PETに関しては、容量の減少はDEG生成の速度の増加に優先し、得られる最終生成物中のDEGはわずかに高いが、反応器の液体容量がほぼ50%減少される。これにより、PET製造のための資本投資と操業費用がかなり節約になると予想される。

【0361】

更に、表III及びVは共に、それぞれ0.78重量%及び0.94重量%のDEG副生成物は、従来のCSTRプロセスを用いた場合典型的に見られる1.2～2.0重量%よりも低いことを示している。

【0362】

更に、表III～VIに示されるように、反応器は従来型のCSTR反応器よりも高温で運転される。表III～VIに示される実施態様において、反応器は296℃で運転されたのに対し、従来型CSTR反応器は典型的に約262℃で運転される。意外にも、表III～VI

中の最終生成物のデータに示されるように、パイプ型反応器は、D E G生成の増加というマイナスの副作用を示さずにC S T Rよりも高温で運転できた。これは、C S T R反応器に比べてパイプ型反応器中の滞留時間が短いことによると理論づけることができる。また、反応温度が高いほど、プロセスからの水の蒸発を増加させることができることによって、プロセスが向上する。

【0363】

例8－実験室モデル比較

実験室規模の反応器

実験室環境におけるP T A及びE Gのこのようなエステル化を示すために、実験室規模のエステル化用パイプ型反応器を作った。実験室用ユニットは、電気トレーシングで加熱される0.5"の18BWGステンレス管664.75インチから作られたパイプ型反応器；パイプ型反応器のアウトプットを収容し且つ蒸気の除去を可能にする離脱ゾーンとして働く、攪拌機を有する1200mlの受け器；液体オリゴマーを受け器からパイプ型反応器の入口にポンプ輸送する再循環モノマーギアポンプ；及び原料を再循環ループに供給するP T A／E Gペースト供給系で構成された。反応器は、転化率約96%のP T Aを基材とするCHDM改質（2.5重量%）オリゴマーを受け器（C-01）に装入し、そしてパイプ型反応器に再循環モードでこのオリゴマーを充填することによって起動した。温度でオリゴマーを再循環後、P T A／E Gペースト供給材料を再循環流に投入した。反応器が定常状態に達した後、生成物生成速度と等しい速度でC-01受け器からサンプルを採取した。

【0364】

これらのサンプルを、プロトンNMR分析によって転化率%に関して分析して、パイプ型反応器中で行われている反応の進行度を確認した。エステルに基づく転化率%を、プロトンNMRによってトリフルオロ酢酸無水物法を用いて測定した：分析すべきサンプル10mgを、クロロホルム-dと0.05%テトラメチルシラン（TMS）／トリフルオロ酢酸-d／トリフルオロ酢酸無水物（容量比72／22／8）との溶媒混合物1ml中に溶解させる。混合物を50℃に加熱し、必要に応じて攪拌して、分析すべきサンプルを完全に溶解させる。

【0365】

適当量のサンプル溶液を5mmのNMR管に移し、管を蓋締めする。プロトンNMRシグナルを、64個のシグナル収集の平均を用いて記録する。定量的プロトンNMRシグナルを示し且つまた炭素13NMR周波数をデカップリングする、600MHz NMR及びNMRパルスシーケンスを用いたNMRシグナルを収集する。正確な面積を測定し且つその面積と以下の計算によって酸基のエステル基への転化率%を計算することによって、NMRスペクトルを分析する。

【0366】

TMSに関する以下の化学シフト点間の面積を測定し、下記式を用いて転化率%を計算する。

面積A = 7.92 ppm～8.47 ppm

面積B = 5.01 ppm～4.82 ppmと4.77 ppmとの間の谷

面積C = 4.82 ppm～4.74 ppmと4.69 ppmとの間の谷

面積D = 4.28 ppmと4.18 ppmとの間の谷～4.10 ppmと4.16 ppmとの間の谷

面積E = 4.10 ppmと4.16 ppmとの間の谷～4.0 ppmと4.08 ppmとの間の谷

面積F = 8.6 ppm～8.9 ppm

面積G = 7.55 ppm～7.8 ppm

転化率% = $100 * (B + (0.5 * C) + D + (0.5 * E)) / (A + F + G)$

【0367】

また、サンプルをD E Gの質量%に関してガスクロマトグラフによって分析して、副反

応の比率を算出した。滞留時間及び再循環比の影響を、ペースト供給流量を変えることによって確かめた。実験室試験からの結果は以下の表VIIIからわかる。

【0368】

【表8】

表VIII

実験	温度 (°C)	圧力 (psig)	再循環速度 (lbs/時)	ペースト 供給速度 (lbs/時)	供給モル比 (EG/PTA)	測定値 転化率%	測定値 DEG (重量%)
1	285	0	67	1	1.8	94.2%	1.1%
2	285	0	67	1	1.8	93.7%	1.1%
3	285	0	67	1	1.8	92.5%	1.4%
4	285	0	67	1.5	1.8	92.7%	1.0%
5	285	0	67	2	1.8	90.9%	0.6%
6	285	0	67	2.5	1.8	87.2%	0.7%
7	285	0	67	3	1.8	64.2%	0.2%
8	285	0	67	3.5	1.8	67.1%	0.6%
9	285	0	67	4	1.8	51.9%	0.3%
10	285	0	67	3.5	1.8	77.4%	0.3%

【0369】

モデル比較

この例中で前に記載した実験室用装置をシミュレートするためにASPENモデルを用いた。この場合には、例1～7に記載したのと同様なモデル配置によるモデリングのために、ASPEN 11.1とPolymers Plus及びASPEN's PET Technologyを用いた。モデル配置もソフトウェアも、例1～7で用いたものとそれほど異なっていなかった。実験室での種々の条件におけるPTAのオリゴマー中への溶解を正確にシミュレートするために、場合によっては、溶解反応速度論をこのモデルに加えることが必要であった。表IXは、溶解反応速度論を含まないモデルを用いる3つの実験室試験の比較を示す。このモデルは、これらの試験と同様に実験条件が完全に溶解された

P T Aを生じる場合に妥当な精度を有することがわかった。表IXはまた、溶解反応速度論を含むモデルを用いた実験室試験の2つの比較例を示す。溶解反応速度論を含むこのモデルは、これらの試験と同様に実験室規模のパイプ型反応器の末端に遊離型のP T Aが存在する場合に測定される転化率によく合致する。これに関連して、「転化率」は、反応器の出口で測定された、液相中のエステル化された反応性（このこと同様にP T Aを使用する場合には酸）末端基の百分率と定義する。

【0370】

【表9】

表IX

完全に溶解されたPTA—モデルに溶解速度論を用いない

ペースト 供給 (g/分)	モノマー 循環 (g/分)	温度 (°C)	ペースト モル比 (EG/PTA)	未反応PTA (重量%)	予想モデル (転化率%)	測定値 (転化率%)
8	507	263.2	1.8	0.00	97.053	95.170
8	507	253.9	1.8	0.00	96.645	93.750
15	507	265.5	1.8	0.00	96.269	91.630

完全には溶解されないPTA／モデルに溶解速度論を用いる

【0371】

本明細書全体にわたって、種々の出版物が参照されている。本発明が関連する最新技術をより詳細に説明するために、これらの出版物の開示全体を参照することによって本明細書中に組み入れる。

【0372】

本発明の範囲又は精神から逸脱しないならば本発明において種々の変更及び変形が可能なことは、当業者ならばわかるであろう。本発明の他の実施態様は、本明細書及び本明細書に開示された本発明の実施を考慮することにより、当業者には明らかになるであろう。本明細書及び実施例は本発明を単に例証するものであって、本発明の真の範囲及び精神は添付した「特許請求の範囲」において示されるものである。以下に本発明の態様を列挙する。

1. (a) 液状流体から気体状流体を発生させ；

(b) 液状流体及び気体状流体によってパイプ型反応器中に層状流動様式を形成せしめ；そして

(c) 液状流体と気体状流体が層状流をなしている場所の近傍において気体状流体の少なくとも一部を液状流体から分離することを含んでなる組成物の製造方法。

2. 前記工程 (a) において発生した気体状流体が層状流動様式で存在する実質的に唯一の気相流体である態様1に記載の方法。

3. 前記層状流動様式がパイプ型反応器の実質的に水平なセクションで形成される態様1に記載の方法。

4. 前記工程 (a) がパイプ型反応器中の液状流体の少なくとも一部を反応させ、それによって気体状流体を生成せしめることを含む態様1に記載の方法。

5. 前記反応がエステル化を含む態様4に記載の方法。

6. 前記反応が重縮合を含む態様4に記載の方法。

7. 前記反応が液状流体中で組成物を生成せしめることを含む態様4に記載の方法。

8. 前記組成物がテレフタレート部分を有する態様7に記載の方法。

9. 前記組成物が縮合ポリマーである態様7に記載の方法。
10. 前記組成物がポリエステルである態様7に記載の方法。
11. 前記組成物がPETである態様7に記載の方法。
12. 前記工程（a）が、液状流体を加熱し、それによってその一部を蒸発させることを含む態様1に記載の方法。
13. 前記工程（c）がパイプ型反応器から気体状流体の少なくとも一部をガス抜きすることを含む態様1に記載の方法。
14. 前記工程（c）が、液状流体及び気体状流体の流速を減少させ、それによって液状流体及び気体状流体の離脱を引き起こすことを含む態様1に記載の方法。
15. （d）パイプ型反応器中に圧力差を形成せしめることによって気体状流体及び液状流体を上向きに輸送することを更に含む態様1に記載の方法。 10
16. 前記パイプ型反応器が概ね蛇行性の配置を有する態様1に記載の方法。
17. （a）パイプ型反応器中で液体モノマー及び／又は液体オリゴマーを縮合させ、それによって気体縮合副生成物と縮合ポリマーを含む液体縮合混合物を生成せしめ；そして
- （b）液体縮合混合物と気体縮合副生成物を、層状流、波状流、スラグ流、栓流、気泡流、フロス流及びそれらの組合せからなる群から選ばれる流動様式でパイプ型反応器の少なくとも一部を通して流す
- ことを含んでなる縮合ポリマーの製造方法。
18. 前記流動様式が層状流である態様17に記載の方法。 20
19. （c）気体縮合副生成物の少なくとも一部を液体から離脱させる工程を更に含む態様17に記載の方法。
20. 前記工程（c）が気体縮合副生成物及び液体縮合混合物の流速を低下させることを含む態様19に記載の方法。
21. （d）離脱された気体縮合副生成物をパイプ型反応器から除去する工程を更に含む態様19に記載の方法。
22. 前記縮合ポリマーがポリエステルである態様17に記載の方法。
23. 前記縮合ポリマーがPETである態様17に記載の方法。
24. （e）別のパイプ型反応器中で液体モノマー及び／又は液体オリゴマーを生成せしめる工程を更に含む態様17に記載の方法。 30
25. 前記生成がエステル化を含む態様24に記載の方法。
26. （a）パイプ型反応器中で液体反応体をエステル化し、それによって気体反応副生成物と前記エステル化のエステル化反応生成物を含む液体反応混合物を生成せしめ；そして
- （b）液体反応混合物及び気体反応副生成物を、層状流、波状流、スラグ流、栓流、気泡流、フロス流及びそれらの組合せからなる群から選ばれる流動様式でパイプ型反応器の少なくとも一部を通して流す
- ことを含んでなる組成物の製造方法。
27. 前記流動様式が気泡流、フロス流、層状流及びそれらの組合せからなる群から選ばれる態様26に記載の方法。 40
28. 前記流動様式が層状流である態様26に記載の方法。
29. （c）液体反応混合物から気体反応副生成物の少なくとも一部を離脱させることを更に含む態様26に記載の方法。
30. 前記工程（c）が気体反応副生成物及び液体反応混合物の流速を低下させることを含む態様29に記載の方法。
31. （d）離脱された気体反応副生成物をパイプ型反応器から除去することを更に含む態様29に記載の方法。
32. 前記エステル反応生成物がテレフタレート部分を含む態様26に記載の方法。
33. （e）別のパイプ型反応器中でエステル反応生成物を重縮合させ、それによって縮合ポリマーを形成することを更に含む態様26に記載の方法。 50

34. 前記縮合ポリマーがPETである態様33に記載の方法。

35. (a) 第1の入口及び第1の出口を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し；そして

(b) 反応体がエステル化用パイプ型反応器中を通る液相及び気相流を形成するように、エステル化用パイプ型反応器中にその第1の入口の近傍において反応体を添加し且つ2相流を形成する（エステル化用パイプ型反応器は、気泡流、栓流、層状流、波状流、スラグ流、分散流及びフロス流からなる群から選ばれる少なくとも1つの流動様式で操作し、反応体の少なくとも一部がエステルモノマーを生成する）ことを含んでなる複数の反応体からのエステルの製造方法。

36. エステルモノマーの少なくとも一部をエステル化用パイプ型反応器中で反応させて、エステルオリゴマーを生成せしめる態様35に記載の方法。

37. (c) 重縮合用パイプ型反応器中で重縮合反応条件下でエステルオリゴマーを反応させて、オリゴマーの少なくとも一部がポリエステルを生成することを更に含む態様36に記載の方法。

38. (c) 重縮合用パイプ型反応器中で重縮合反応条件下でエステルモノマーを反応させて、エステルモノマーの少なくとも一部がエステルオリゴマーを生成することを更に含む態様35に記載の方法。

39. (d) 重縮合用パイプ型反応器中で重縮合反応条件下でエステルオリゴマーを反応させて、オリゴマーの少なくとも一部がポリエステルを生成することを更に含む態様38に記載の方法。

40. 前記反応体が二酸又は二酸発生物質又はジオール又はジオール発生物質を含む態様35に記載の方法。

41. 前記二酸又は二酸発生物質が炭素数8～14の芳香族ジカルボン酸、炭素数4～12の脂肪族ジカルボン酸及び炭素数8～12の脂環式ジカルボン酸並びにこれらの二酸のエステルからなる群から選ばれ、且つ前記ジオール又はジオール発生物質が炭素数6～20の脂環式ジオール及び炭素数3～20の脂肪族ジオールからなる群から選ばれる態様40に記載の方法。

42. 前記二酸又は二酸発生物質及び前記ジオール又はジオール発生物質がテレフタル酸、フタル酸、イソフタル酸、ナフタレン-2, 6-ジカルボン酸、シクロヘキサジカルボン酸、シクロヘキサン二酢酸、ジフェニル-4, 4'-ジカルボン酸、ジフェニル-3, 4'-ジカルボン酸、2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオール、ジカルボン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、テレフタル酸ジメチル、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1, 4-シクロヘキサジメタノール、プロパン-1, 3-ジオール、ペンタン-1, 5-ジオール、ヘキサン-1, 6-ジオール、ネオペンチルグリコール、3-メチルペンタンジオール-(2, 4)、2-メチルペンタンジオール-(1, 4)、2, 2, 4-トリメチルペンタンジオール-(1, 3)、2-エチルヘキサジジオール-(1, 3)、2, 2-ジエチルプロパンジオール-(1, 3)、ヘキサジジオール-(1, 3)、1, 4-ジ-(ヒドロキシエトキシ)-ベンゼン、2, 2-ビス-(4-ヒドロキシシクロヘキシル)-プロパン、2, 4-ジヒドロキシ-1, 1, 3, 3-テトラメチルシクロブタン、2, 2, 4, 4-テトラメチルシクロブタンジオール、2, 2-ビス-(3-ヒドロキシエトキシフェニル)-プロパン、2, 2-ビス-(4-ヒドロキシプロポキシフェニル)-プロパン、イソソルビド、ヒドロキノン、BDS-(2, 2-(スルホニルビス)4, 1-フェニレンオキシ)ビス(エタノール)及びそれらの混合物からなる群から選ばれる態様40に記載の方法。

43. 前記エステルがポリ(エチレンテレフタレート)である態様35～42のいずれか1項に記載の方法。

44. 前記二酸又は二酸発生物質がテレフタル酸及びテレフタル酸ジメチルからなる群から選ばれ且つ前記ジオールがエチレングリコールである態様40、41又は42に記載の方法。

10

20

30

40

50

45. 前記パイプ型反応器の少なくとも1つがプロセス流体の一部を再循環させる手段を有し且つ前記方法がプロセス流体の一部をエステル化用パイプ型反応器に再循環させることを含む態様35～39のいずれか1項に記載の方法。

46. 前記パイプ型反応器の少なくとも1つがプロセス流体の一部を再循環させる手段を有し且つ前記方法がプロセス流体の一部を重縮合用パイプ型反応器に再循環させることを含む態様37～39のいずれか1項に記載の方法。

47. 再循環されたプロセス流体中に少なくとも1種の反応体を添加することを更に含む態様45に記載の方法。

48. 重縮合用パイプ型反応器が複数のゾーン又は段階を有し且つ前記方法がゾーン又は段階の少なくとも2つを圧力差で操作することを含む態様37、38又は39のいずれか1項に記載の方法。

49. 蒸気の少なくとも一部を前記パイプ型反応器の少なくとも1つから除去することを更に含む態様35～39のいずれか1項に記載の方法。

50. 前記エステル化用パイプ型反応器を気泡又はフロス流様式で操作することを含む態様49に記載の方法。

51. 前記重縮合用パイプ型反応器を層状流動様式で操作することを含む態様48に記載の方法。

52. 触媒物質、着色剤、トナー、顔料、カーボンブラック、ガラス繊維、充填剤、耐衝撃性改良剤、酸化防止剤、安定剤、難燃剤、再加熱助剤、アセトアルデヒド低減用化合物、酸素掃去用化合物、紫外線吸収化合物、バリア向上用添加剤、黒色酸化鉄及びこれらの混合物から選ばれる少なくとも1種の物質を前記パイプ型反応器に添加することを更に含む態様35に記載の方法。

53. 前記パイプ型反応器が実質的に空のパイプである態様35～39、50又は51に記載の方法。

54. 前記エステル化用パイプ型反応器を、第1の入口と第1の出口との間の圧力プロファイルによって操作し、且つ第1の入口の圧力が第1の出口の圧力よりも大きい態様35～39のいずれか1項に記載の方法。

55. 前記圧力プロファイルがエステル化用パイプ型反応器の内側の静水圧によって作られる態様54に記載の方法。

56. エステル化用パイプ型反応器及び重縮合用パイプ型反応器と流体連通し且つそれらの間に配置されたシールレグを用いて、エステル化プロセスと重縮合プロセスとの間の圧力を制御することを更に含む態様37～39のいずれか1項に記載の方法。

57. 前記シールレグ中で流体を加熱することを更に含む態様56に記載の方法。

58. 前記シールレグ中の流体を沸点まで加熱する態様57に記載の方法。

59. 除去された蒸気から反応体を回収して、反応体の少ない塔頂生成物と反応体を多く含む塔底生成物を形成することを更に含む態様49に記載の方法。

60. 除去された蒸気を熱媒体炉、焼却炉又は熱酸化装置から選ばれた酸化装置中で酸化することを更に含む態様49に記載の方法。

61. 反応体の少ない塔頂生成物を、熱媒体炉、焼却炉又は熱酸化装置から選ばれた酸化装置中で酸化することを更に含む態様59に記載の方法。

62. 反応体を多く含む塔底生成物をエステル化用パイプ型反応器に再循環することを更に含む態様59に記載の方法。

63. 前記反応体の少なくとも1種がグリコールである態様59～62のいずれか1項に記載の方法。

64. 少なくとも1つの連続攪拌型タンク反応器を有する従来のポリエステルプロセスに、前記パイプ型反応器を後付けすることを更に含む態様35～39のいずれか1項に記載の方法。

65. (a) 第1の入口及び第1の出口を有するエステル化用パイプ型反応器を用意し

(b) 反応体がエステル化用パイプ型反応器を通る液相及び蒸気相流を形成するように

10

20

30

40

50

、エステル化用パイプ型反応器にその第1の入口の近傍においてエステル化反応条件下で反応体を添加し且つ二相流を形成し（エステル化用パイプ型反応器は気泡流、栓流、層状流、波状流、スラグ流、分散流及びフロス流からなる群から選ばれる少なくとも1種の流動様式で操作し且つ反応体の少なくとも一部はエステルモノマーを生成せしめ）；

（c）重縮合用パイプ型反応器中で重縮合反応条件下でモノマーを反応させて、エステルモノマーの少なくとも一部がオリゴマーを生成し；そして

（d）重縮合用パイプ型反応器中で重縮合反応条件下でオリゴマーを反応させて、オリゴマーの少なくとも一部がポリエステルを生成する

ことを含んでなる複数の反応体からのポリエステルの製造方法。

66．入口、出口及び少なくとも1種のエステルモノマー、エステルオリゴマー又はポリエステルの反応体を通る内部を有するパイプ型反応器を含んでなり且つ前記反応体を気泡流、栓流、層状流、波状流、スラグ流、分散流及びフロス流からなる群から選ばれる少なくとも1種の流動様式で反応させる少なくとも1種のエステルモノマー、エステルオリゴマー又はポリエステルの製造用装置。

67．前記パイプ型反応器が第1の入口、第1の出口、第1の内面及び反応体を通すための第1の内部を有するエステル化用パイプ型反応器である態様66に記載の装置。

68．前記パイプ型反応器が第2の入口、第2の出口、第2の内面及び反応体を通すための第2の内部を有する重縮合用パイプ型反応器である態様66に記載の装置。

69．前記パイプ型反応器が、

（a）第1の入口、第1の出口、第1の内面及び反応体を通すための第1の内部を有するエステル化用パイプ型反応器；並びに

（b）第2の入口、第2の出口、第2の内面及び反応体を通すための第2の内部を有する重縮合用パイプ型反応器

を含む態様66に記載の装置。

70．内面の少なくとも1つに取り付けられた流体制限手段を更に含む態様67～69のいずれか1項に記載の装置。

71．前記流体制限手段が流体の流れを部分的に遮断する堰を含む態様70に記載の装置。

72．第2の入口と第1の出口とが流体連通している態様69に記載の装置。

73．前記第1の出口が第1の入口の垂直方向上方に配置された態様67又は69のいずれか1項に記載の装置。

74．パイプ型反応器の少なくとも1つにおいて流体物質の少なくとも一部を再循環させる手段を更に含む態様67～69のいずれか1項に記載の装置。

75．流体物質の少なくとも一部を再循環させる手段を更に含み、前記再循環手段が流入液及び流出液を含み、且つ前記流出液がエステル化用パイプ型反応器と流体連通している態様67又は69に記載の装置。

76．前記再循環手段がエステル化用パイプ型反応器の第1の入口の近傍に配置された態様75に記載の装置。

77．前記内部の少なくとも一部から蒸気をガス抜きし、脱ガスし又は除去するための手段を更に含む態様66～69又は71に記載の装置。

78．前記ガス抜き又は脱ガス手段が、

（a）直線状スタンドパイプ；

（b）蒸気流路とインラインの同伴液体分離装置を有する直線状スタンドパイプ；

（c）パイプ型反応器の垂直方向上方に配置され且つそれぞれが隣接セクションと流体連通している3つの隣接セクションから形成された非直線状スタンドパイプ（3つの隣接セクションは、パイプ型反応器と流体連通する実質的に垂直の第1セクション；平面図において第1セクションに対して角度をなして配置された、第1セクションに連結された第2セクション；及び第2セクションに対して余角をなして配置された、第2セクションに連結された第3セクションを含み、第3セクションは非直線性によって蒸気中の液滴の全て又はほとんどがガス抜き配管の一部の面に衝突させられるように実質的に水平に配置す

10

20

30

40

50

る) ; 又は

(d) エダクター、サイホン、排気装置、ベンチュリノズル若しくはジェットから選ばれた減圧装置

の少なくとも1つを含む態様77に記載の装置。

79. 前記重縮合反応器が複数のゾーン、段階又はセクションを有し、1つのゾーンが相対的圧力差によって規定され、1つのシールレグが、反応器セクション間の圧力を制御するために、各ゾーン、段階又はセクションと流体連通し且つ反応器セクションの間に配置される態様68、69又は71に記載の装置。

80. 少なくとも1つのパイプ型反応器がフローインバーターを含む態様71に記載の装置。

81. 前記フローインバーターが堰の下流であってその近傍に配置される態様80に記載の装置。

82. 前記パイプ型反応器が長手方向に、その入口と出口との間に直線セクションと非直線セクションを交互に有する態様66に記載の装置。

83. パイプ型反応器中の反応体を加熱する手段を有する態様66～68のいずれか1項に記載の装置。

84. 前記加熱手段が、

(a) 熱媒体が循環される環状空間を規定する、パイプ型反応器の外面の周囲のジャケット ;

(b) パイプ型反応器の外面に巻き付けられた複数の電気加熱構成成分 ; 又は

(c) 副生成物を蒸発させながら温度を元に戻すために反応体を通す手段としての、パイプ型反応器の一部に沿った熱交換器

の少なくとも1つを含む態様83に記載の装置。

85. 前記熱媒体が油、水、蒸気又はそれらの混合物から選ばれる態様84に記載の装置。

86. 前記パイプ型反応器が、その入口と出口の間において伸長する、実質的に平行な複数の流れ導管に分割され、且つパイプ型反応器を通して流れる反応体が、反応器を通して流れる際に複数の流れ導管の少なくとも1つを通る態様66～68のいずれか1項に記載の装置。

87. 前記加熱手段が、第1の熱媒体流が通る熱媒体供給ループ及び第2の熱媒体流が通る熱媒体戻りループを有する熱媒体制御系を更に含み ; 第1の熱媒体流の温度が第2の熱媒体流の温度よりも高く ; 前記熱媒体制御系が、

(a) 第1の熱媒体流が通される第1熱媒体ヘッダー ;

(b) 第2の熱媒体流が通される第2熱媒体ヘッダー ;

(c) 熱媒体が個々に第1ヘッダーから第2ヘッダーへ送られることができる第1の熱媒体サブループ ;

(d) ヘッダーの選択された1つ及び第1のサブループと流体連通するコントロールバルブ

を含み ; 第1ヘッダー内の第1の熱媒体流の圧力が、第2ヘッダー内の第2の熱媒体流の圧力より高く ; 且つコントロールバルブが、第1の熱媒体流の圧力によって第1のサブループ中に第1の熱媒体流の少なくとも一部を選択的に誘導して、熱媒体を通し且つまた第1のサブループに通される熱媒体流の温度及び圧力を制御するのに用いられる態様84に記載の装置。

88. (a) 第1のサブループと別個に形成された、第1のサブループと流体連通する第2の熱媒体サブループ ; 及び

(b) 第2のサブループと流体連通する第2コントロールバルブ

を更に含んでなり ; 第2コントロールバルブが、第1の熱媒体流の少なくとも一部を第2のサブループ中に選択的に誘導して、第2のサブループが通される熱媒体の温度及び圧力を制御する態様87に記載の装置。

89. 前記パイプ型反応器が実質的に空のパイプである態様66～69、78、82、

10

20

30

40

50

8 4 又は 8 5 に記載の装置。

9 0. エステル化プロセスと重縮合プロセスとの間の圧力を制御するための、エステル化用パイプ型反応器及び重縮合用パイプ型反応器と流体連通し且つそれらの間に配置されたシールレグを更に含む態様 7 2 に記載の装置。

9 1. 前記シールレグがシールレグ内の流体を加熱する手段を含む態様 9 0 に記載の装置。

9 2. 前記加熱手段がシールレグに隣接して配置された熱交換器である態様 9 1 に記載の装置。

9 3. 前記加熱手段がシールレグとインラインで配置された熱交換器である態様 9 1 に記載の装置。

9 4. 反応体の少ない塔頂生成物及び反応体を多く含む塔底生成物を生成せしめるために、除去された蒸気から反応体を回収する手段を更に含む態様 7 7 に記載の装置。

9 5. 前記回収手段が水カラム、ストリッパカラム又は混合グリコール及びモノマーカラムのうち少なくとも 1 つを含む態様 9 4 に記載の装置。

9 6. 反応体の少ない塔頂生成物を酸化する手段を更に含み、且つ酸化装置が熱媒体炉、焼却炉又は熱酸化装置から選ばれる態様 9 4 に記載の装置。

9 7. 反応体の少ない塔頂生成物を酸化する手段を更に含み、且つ酸化装置が熱媒体炉、焼却炉又は熱酸化装置から選ばれる態様 7 7 に記載の装置。

9 8. 前記パイプ型反応器が少なくとも 1 つの連続攪拌型タンク反応器を有する従来のポリエステルプロセスに後付けされた態様 6 6 ~ 6 9、7 2、7 8、8 0、8 7、9 0 又は 9 4 に記載の装置。

9 9. 前記エステル化用パイプ型反応器を栓流様式で操作する態様 3 5 又は 4 9 に記載の方法。

1 0 0. 前記エステル化用パイプ型反応器を層状流動様式で操作する態様 4 9 に記載の方法。

1 0 1. 前記重縮合反応器を栓流様式で操作する態様 4 8 に記載の方法。

【図面の簡単な説明】

【0 3 7 3】

【図 1】典型的なポリエステル反応温度及び圧力プロフィールを示す。

【図 2】エステル化用又は重縮合用パイプ型反応器の一実施態様を示す。重縮合用パイプ型反応器モードにおいては、流入液と流出液とは逆である（1 1 に流入液及び 1 2 に流出液）。

【図 3】本発明の典型的なパイプ型反応器に関する設置コスト対公称パイプ直径（インチ）を示す。

【図 4】堰によって重縮合反応器の液位制御が行われるエステル交換又はエステル化反応器の上部である本発明の一実施態様を示す。

【図 5】既存のポリエステル製造設備が 1 つ又はそれ以上のパイプ型反応器で改良された、本発明の一実施態様を示す。

【図 6】並列の複数のエステル化及び重縮合用パイプ型反応器を用いるより大きいプラント、並びに 1 つの系内における複数の精製物の製造に関する、本発明の一実施態様を示す。

【図 7】エステル化及び重縮合プロセスの両方のための蒸気離脱の種々の実施態様を示す。

【図 8】重縮合蒸気離脱の一実施態様を示す。

【図 9】堰及び堰の下流の縮径パイプフローインバーター系を用いる重縮合ゾーン中における層流混合の実施態様を示す。

【図 1 0】種々の非直線配置を用いてエステル化又はエステル交換反応器の圧力プロフィールを変える種々の実施態様を示す。この図は、側面図であり、エステル化又はエステル交換反応器ラインが方向転換する毎の、それらのライン間の垂直方向の変位を示す。

【図 1 1】図 1 0 の配置に対応する圧力プロフィールのプロットである。

10

20

30

40

50

【図 1 2】プロセス内の添加位置の種々の態様を示す。

【図 1 3】再循環ループを用いることによってペーストタンクが排除された 2 つの異なる実施態様を示す。

【図 1 4】熱媒体サブーループポンプが排除された実施態様を示す。

【図 1 5 A】先行技術の典型的な混合及び供給系を示す。

【図 1 5 B】種々のタンクを排除する混合及び供給系並びに他の制御装置及びユニット操作に関する本発明の実施態様を示す。

【図 1 6】エステル交換用又は重縮合用パイプ型反応器に、低圧及び高圧が交互に存在する配置を用いる本発明の一実施態様を示す。

【図 1 7 A】エステル化用パイプ型反応器及び重縮合系用パイプ型反応器を一体化するポリエステルプラント設計に関する本発明の 2 つの実施態様を示す。 10

【図 1 7 B】エステル化用パイプ型反応器及び重縮合系用パイプ型反応器を一体化するポリエステルプラント設計に関する本発明の 2 つの実施態様を示す。

【図 1 8】重縮合用パイプ型反応器プロセスに関する一実施態様を示す。図 8 はエレメント 1 3 3 の分解部品配列図であり、図 9 はエレメント 1 4 2 の分解部品配列図である。

【図 1 9】蒸留を吸着で置き換えた実施態様である。

【図 2 0 A】水平パイプ中の 2 相流の種々の流動様式を示す。

【図 2 0 B】蒸気マスフロー：蒸気マスフロー上の液体の比、及び図 2 0 A からの水平パイプ中の 2 相流の各流動流式との関係を示す。

【図 2 1】廃液処理への水の排除と共に、資本コスト及びユニット操作を最小限に抑えるためにタンクを使用せずにトラックからアンローディングする本発明の実施態様を示す。 20

【図 2 2】設備中の給水系統を最小に抑えるために安全シャワー、冷却塔、カッター水及び H T M ポンプクーラーを組合せる本発明の実施態様を示す。

【図 2 3】本発明の一実施態様としての、E G ジェットを減少させ且つ冷水系を排除する一体型真空系を示す。

【図 2 4】P E T ホモポリマーの製造にパイプ型反応器を使用する、本発明の方法の一実施態様に関するエステル化及び重縮合のための 2 相様式を示す。

【符号の説明】

【0 3 7 4】

1 0	パイプ型反応器	30
1 1	出口	
1 2	入口	
2 1, 2 2, 2 3, 2 4, 2 5	プロフィール	
3 1	入口	
3 2	流体出口	
3 3	気体／蒸気出口	
3 4	入口	
3 5	出口	
3 6	T 継手	
3 7	平底偏心レジュースー	40
3 8	堰	
4 1	混合タンク	
4 2	供給タンクの液位	
4 3	ポンプ	
4 4	攪拌機	
4 5	温度調節器	
4 6	熱交換器	
4 7	スチーム	
4 8	水	
4 9	供給タンク 5 1 の液位	50

5 0	攪拌機	
5 1	供給タンク	
5 2, 5 3	ポンプ	
5 4	温度調節器	
5 5	スチーム	
5 6	水	
5 7, 5 8	供給系	
5 9	供給ヘッダー	
6 0	三方弁	
7 1	オーバーフローライン	10
7 2	ジャケットなしパイプ	
7 3	ジャケット付きパイプ	
7 4	循環ポンプ	
7 5	液位	
7 6	水	
7 7	温度調節器	
7 8	スチーム	
8 2	供給タンク	
9 1	再循環ループ	
9 2	再循環ポンプ	20
9 3	流入液	
9 4	ポンプ出口	
9 5	エダクター	
9 6	供給導管	
9 7	固体反応体貯蔵装置	
9 8	固体計量装置	
9 9	供給装置	
1 0 0	入口	
1 0 1, 1 0 2	パイプ型反応器	
1 0 3	生成物出口	30
1 0 4	蒸気出口	
1 0 6	T継手	
1 1 0	堰	
1 1 1	入口	
1 1 2	後堰 (p o s t w e i r)	
1 1 3	出口	
1 2 0	入口	
1 2 1	蒸気出口	
1 2 2	生成物出口	
1 2 3	レジューサー	40
1 2 4	堰	
1 2 5	次のエルボ	
1 2 6	パイプキャップ	
1 2 7	レジューサーパイプの下端	
1 2 8	T継手	
1 3 3	離脱系	
1 3 4	9 0 ° のエルボ	
1 3 5	9 0 ° 未満のエルボ	
1 3 6	直管	
1 3 7	9 0 ° 未満のエルボ	50

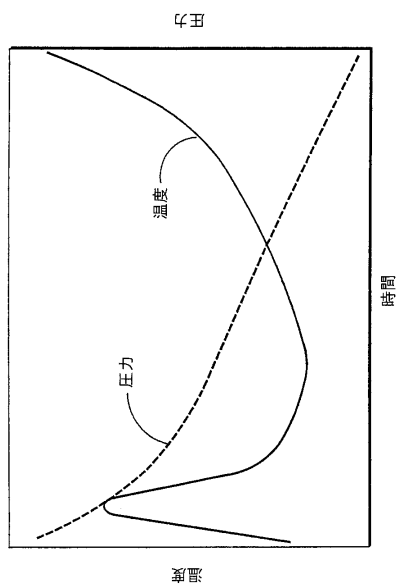
1 3 8	第 2 レグの直管	
1 3 9	T 継手	
1 4 0	エルボ	
1 4 1	直管ライン	
1 4 2	フローインバーター系	
1 4 3	レグ	
1 4 4	第 3 レグ	
1 4 5, 1 4 6	90°未満のエルボ	
1 4 7	蒸気出口	
1 4 8	生成物出口	10
1 6 0, 1 6 1, 1 6 2	流通導管	
1 6 3	注入ライン	
1 6 4	単一のエステル化セクション入口	
1 6 5, 1 6 6	平行パイプ型反応器流通導管	
1 7 1, 1 7 2	ゾーン	
1 7 3	戻りヘッダー	
1 7 4	供給ヘッダー	
1 8 1	吸着剤床	
1 8 2	吸着剤床	
1 8 3	吸着剤床	20
1 8 4	出口	
1 8 5	凝縮器	
1 8 6	圧縮機又は送風機	
1 8 7	凝縮流	
1 8 8	熱交換器	
1 8 9	入口	
1 9 0	1 8 1 の床 (b e d) の出口	
1 9 1	1 8 2 の床の入口	
1 9 2	1 8 2 の床の出口	
1 9 3	1 8 5 の凝縮器の出口 / 1 8 3 の床の入口	30
1 9 4	1 8 3 の床の出口	
1 9 5	1 8 3 の床の出口	
1 9 7	不活性補給流	
1 9 8	出口	
1 9 9	凝縮器への入口	
2 1 1, 2 1 2, 2 1 3	エステル化反応器	
2 1 4	パイプ型反応器	
2 1 5	パイプ型反応器	
2 1 6, 2 1 7	蒸気出口ライン	
2 2 1	固形分タンク	40
2 2 2	固形分計量装置	
2 2 3	重量フィーダー	
2 2 4	再循環ライン	
2 2 5	ポンプ	
2 2 6	熱交換器	
2 2 7	パイプ型反応器	
2 2 8	追加パイプ型反応器エステル化プロセス	
2 2 9	ベントライン	
2 3 0	再循環ライン	
2 3 1, 2 3 2	蒸気ライン	50

2 3 3	熱交換器	
2 3 4	供給点	
2 3 5, 2 3 6, 2 3 7	重縮合反応器	
2 3 8	ギアポンプ	
2 3 9	出口	
2 4 0	入口ライン	
2 4 1, 2 4 2	シールレグ	
2 4 3, 2 4 4, 2 4 5	ベント又は真空ヘッダー	
2 4 6	減圧装置	
2 4 7	シールレグ	10
2 5 1, 2 5 2, 2 5 3, 2 5 4, 2 5 5, 2 5 6, 2 5 7, 2 5 8, 2 5 9, 2 6 0		
, 2 6 1, 2 6 2	バルブ	
2 6 3	ポンプ	
2 6 4	第2ポンプ	
2 6 5	第1トレーラー	
2 6 6	第2トレーラー	
2 7 1, 2 7 2, 2 7 3, 2 7 4, 2 7 5, 2 7 6	自動バルブ	
2 9 0	安全シャワー水貯蔵タンク	
2 9 1	安全シャワー出口	
2 9 2	ペレタイザー配水ループ	20
2 9 4	濾過水貯蔵タンク	
2 9 5	適当なポンプ	
2 9 6	下流熱交換器	
2 9 8	濾過器	
2 9 9	下流化学薬品添加ステーション	
3 0 0	カッター／ペレタイザーステーション	
3 0 2	別個の給水ライン	
3 0 3	下流ポンプ	
3 0 4	冷却塔	
3 0 6	液位コントロール	30
3 0 7	集水桝	
3 0 8	冷却塔水供給ループ	
3 1 0	ポンプ	
3 1 1	下流冷却水ユーザー	
3 1 2	水パージライン	
3 1 4	パージコントローラーバルブ	
3 1 5	水位コントロール	
3 1 6	ポリマー供給ライン	
3 1 7	ポリマー押出ダイヘッド	
3 1 8	溶融ポリマーstrand	40
3 2 0	真空ポンプ	
3 2 1	中間凝縮器	
3 2 2	第1 E G 蒸気ジェット	
3 2 4	スプレー凝縮器	
3 2 5	液体シール容器	
3 2 6	濾過器	
3 2 8	冷却器	
3 3 0	第2 E G ジェット	
3 3 1	排出ライン	
3 3 4	真空ライン	50

- 3 3 5 凝縮器
- 3 3 6 第2シール容器
- 3 3 7 ポンプ
- 3 3 9 下流濾過器
- 3 4 0 冷却装置
- 3 4 3 コントロールバルブ
- 4 0 0 エステル化出発点
- 4 0 1 エステル化終了点
- 4 0 2 エステル化離脱
- 4 0 3 重縮合開始点
- 4 0 4 第1段階重縮合終了点
- 4 0 5 第2段階重縮合開始点
- 4 0 6 第2段階重縮合終了点

10

【図1】



ポリエステル反応温度及び圧カプロフィール

Fig.1

【図2】

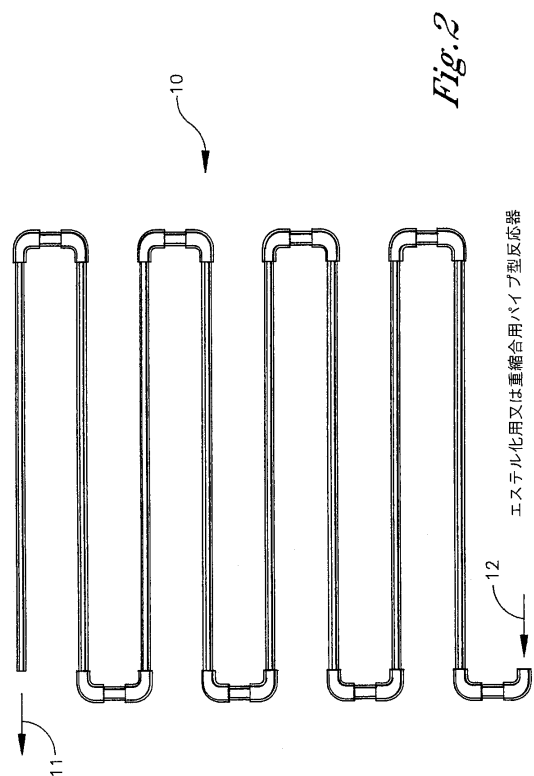
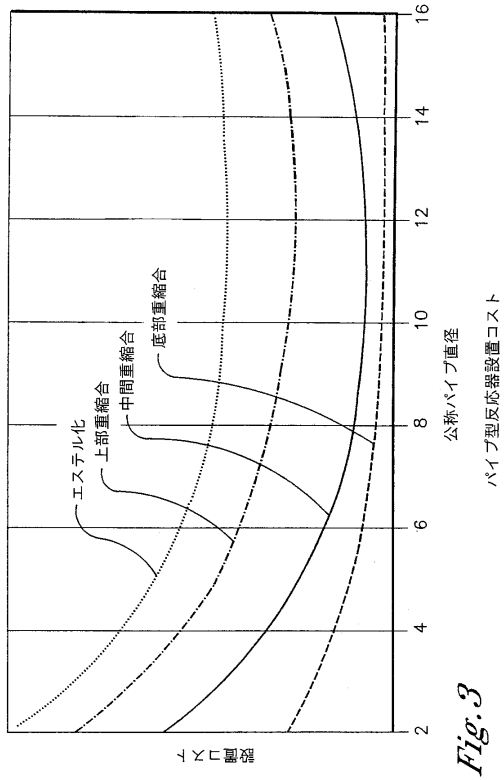
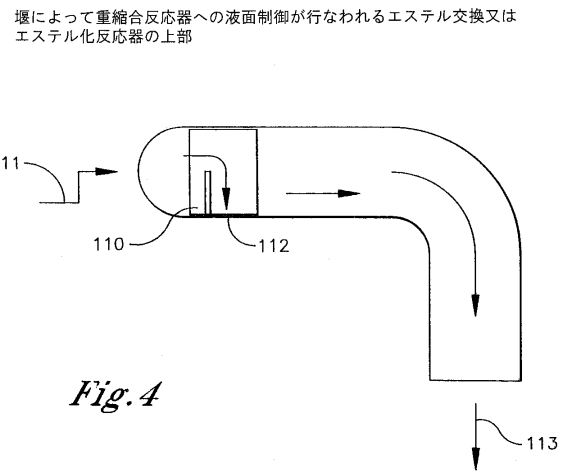


Fig.2

【図 3】

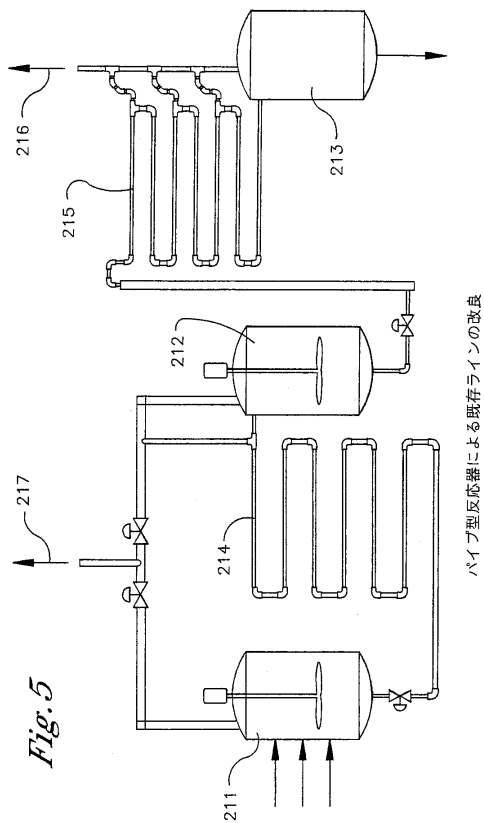


【図 4】

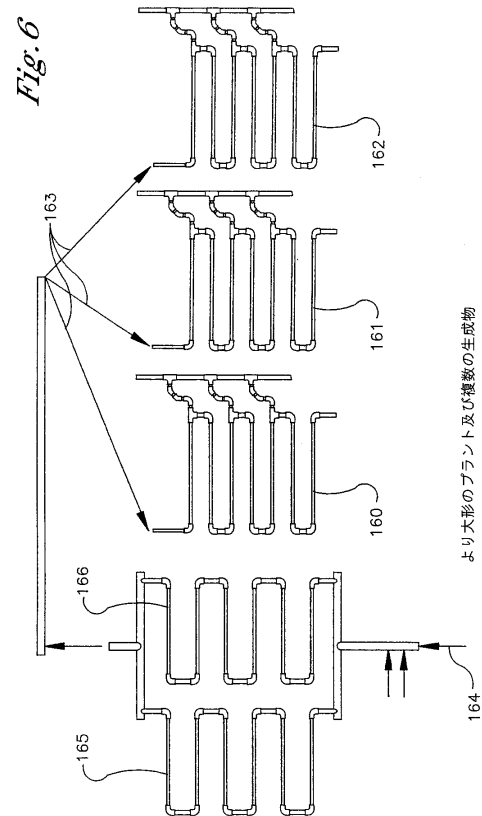


堰によって重縮合反応器への液面制御が行なわれるエステル交換又はエステル化反応器の上部

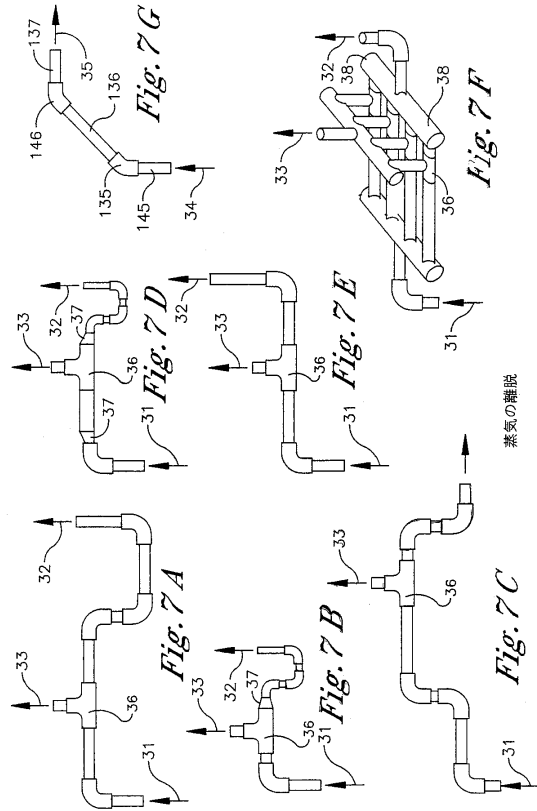
【図 5】



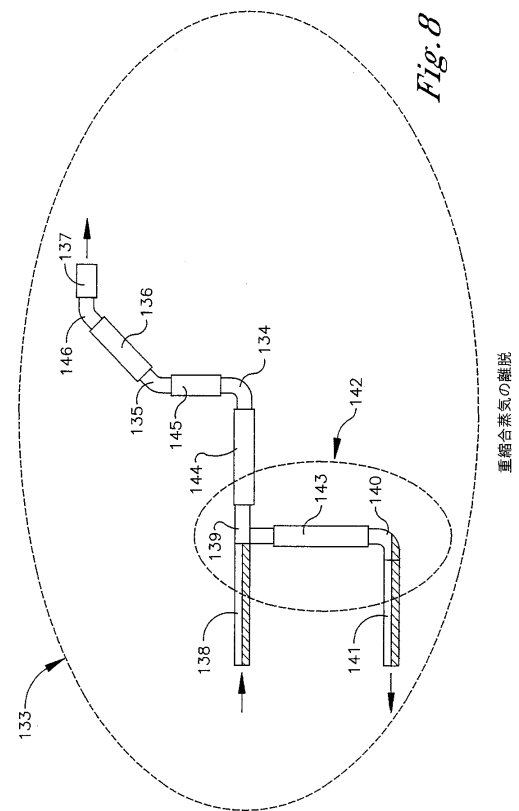
【図 6】



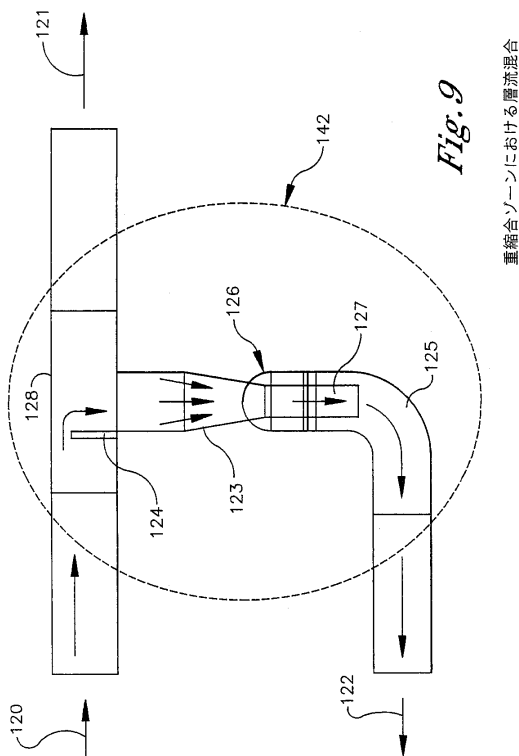
【図 7】



【図 8】



【図 9】



【図 10】

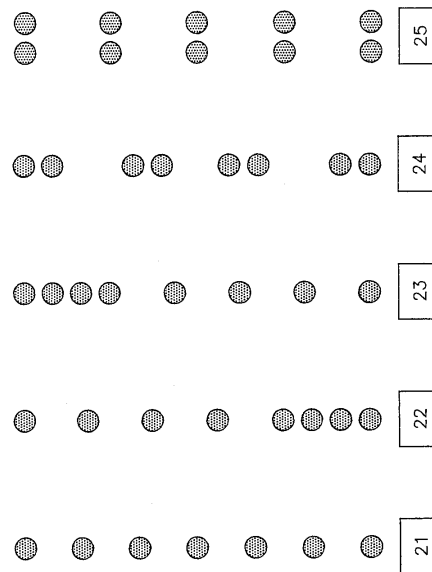


Fig. 10 エステル化及びエステル交換反応器の圧カプロファイルの変更

【図 1 1】

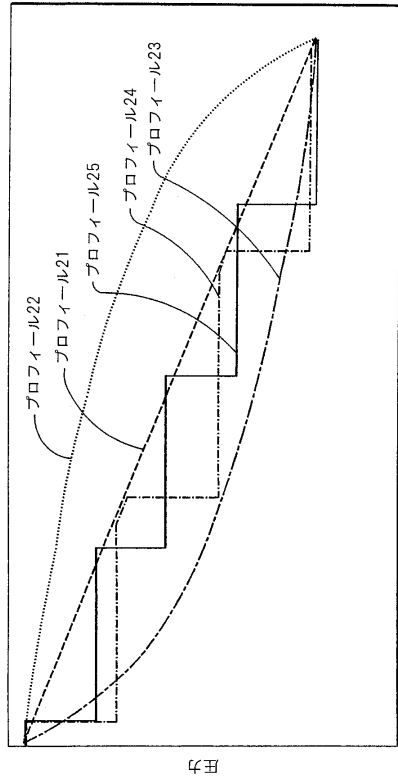


Fig. 11

パイプ配置の変化による圧力プロファイルの変化

【図 1 2】

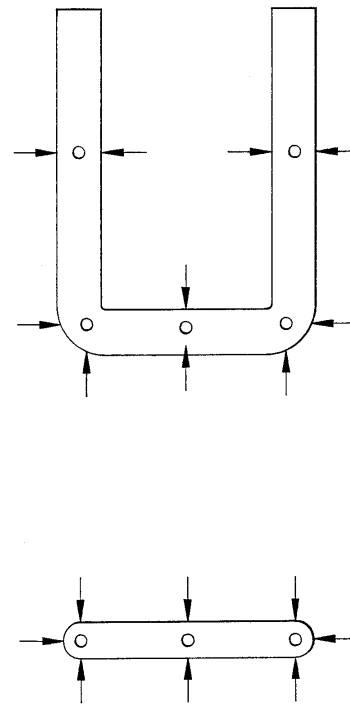


Fig. 12A

Fig. 12B

添加位置

【図 1 3】

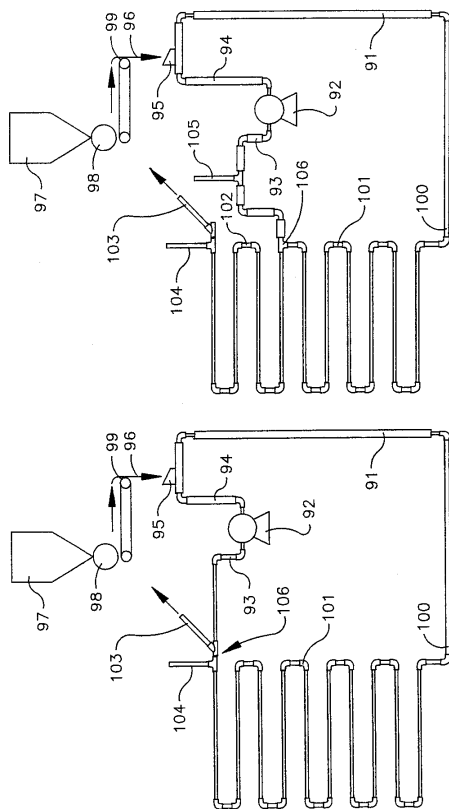


Fig. 13B

Fig. 13A

ベースタンクの排除

【図 1 4】

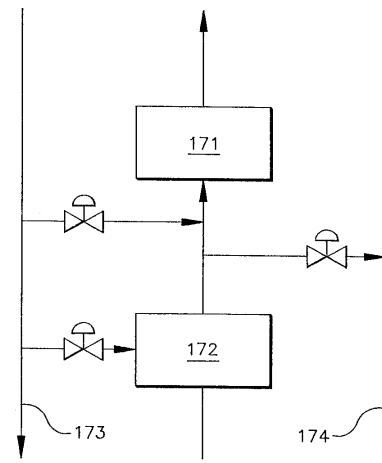
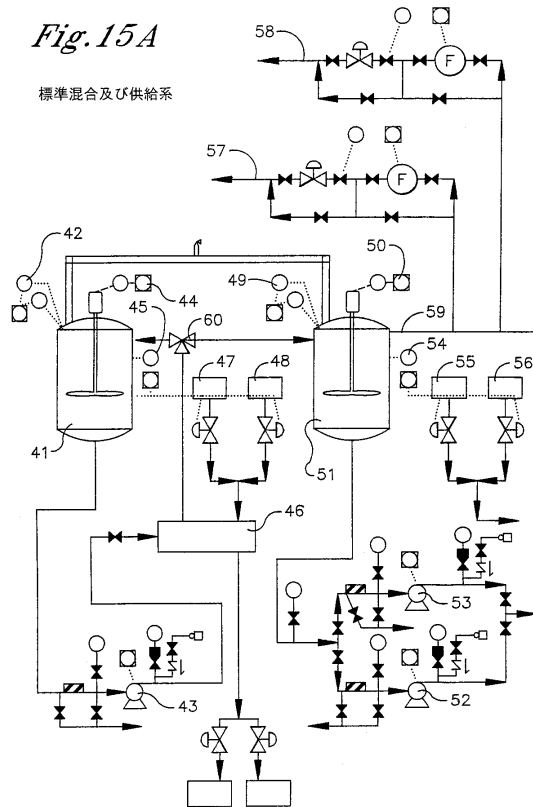


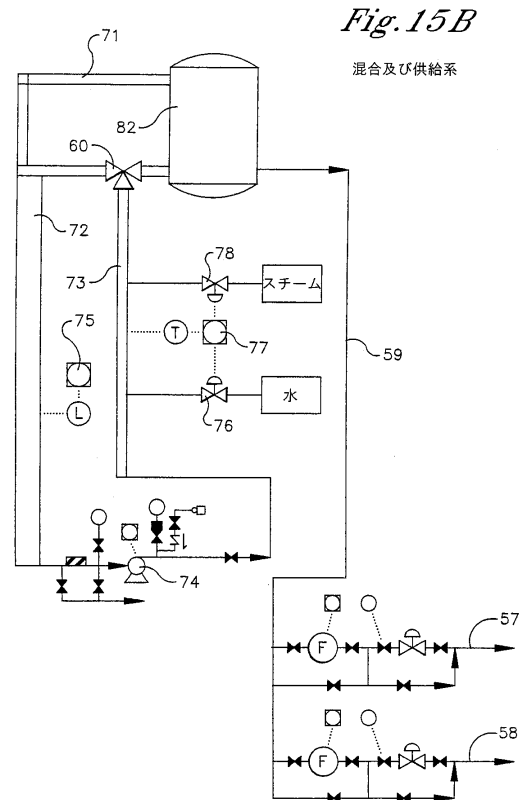
Fig. 14

サブループポンプの排除

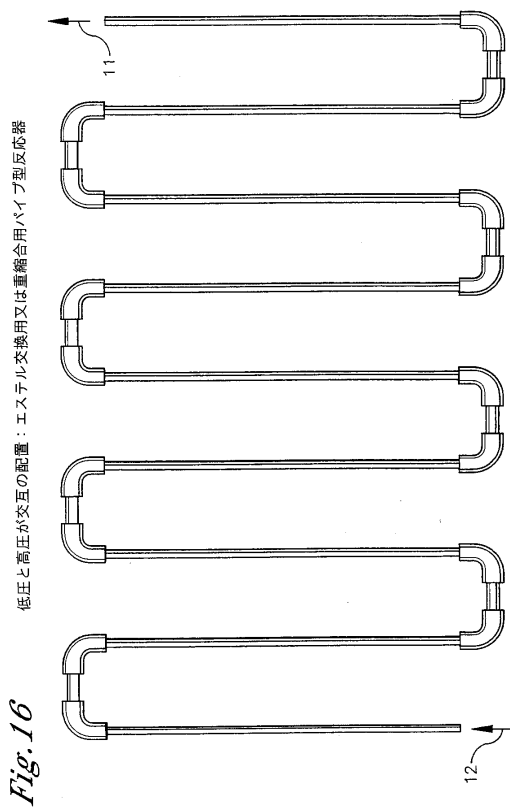
【図 15 A】



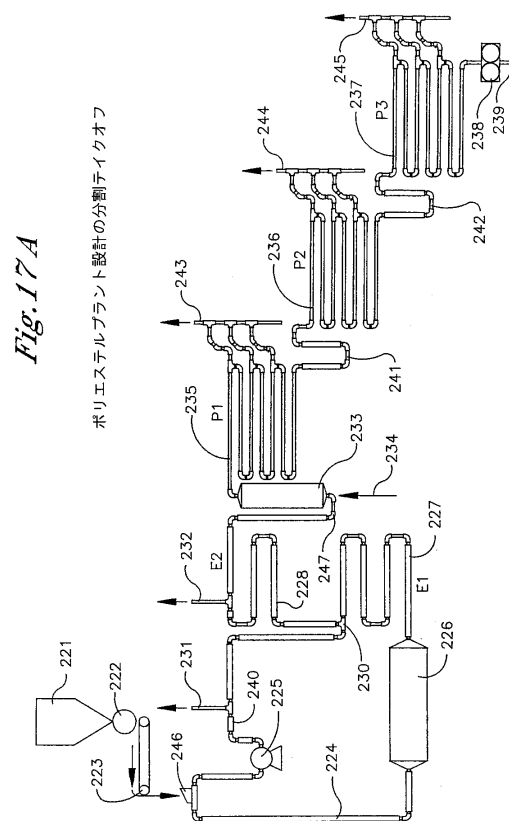
【図 15 B】



【図 16】



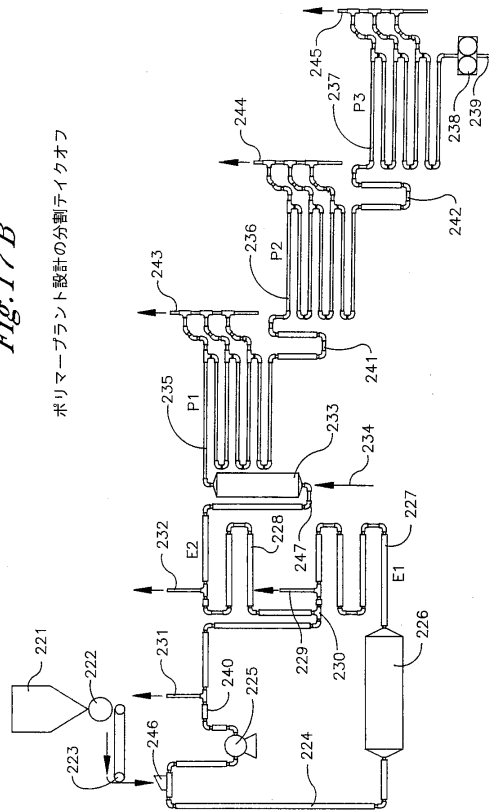
【図 17 A】



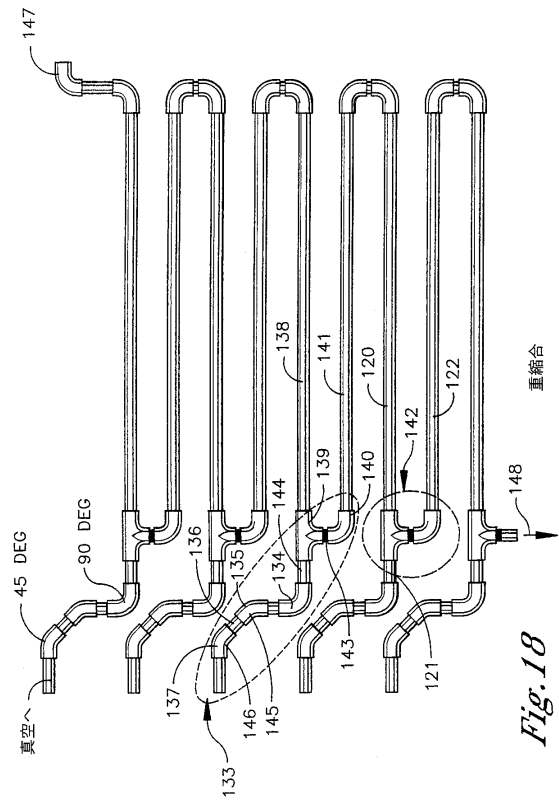
【図17B】

Fig. 17B

ポリマープラント設計の分割テイクオフ



【図18】



【図19】

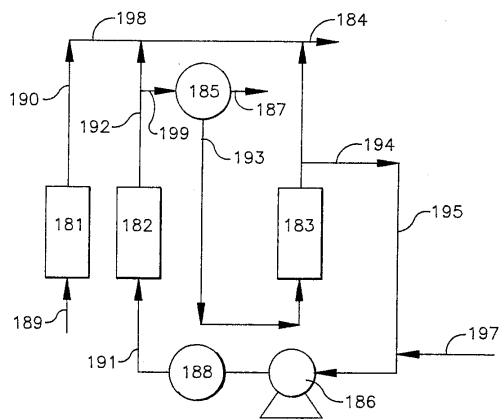


Fig. 19

蒸留の吸着への置き換え

【図20A】

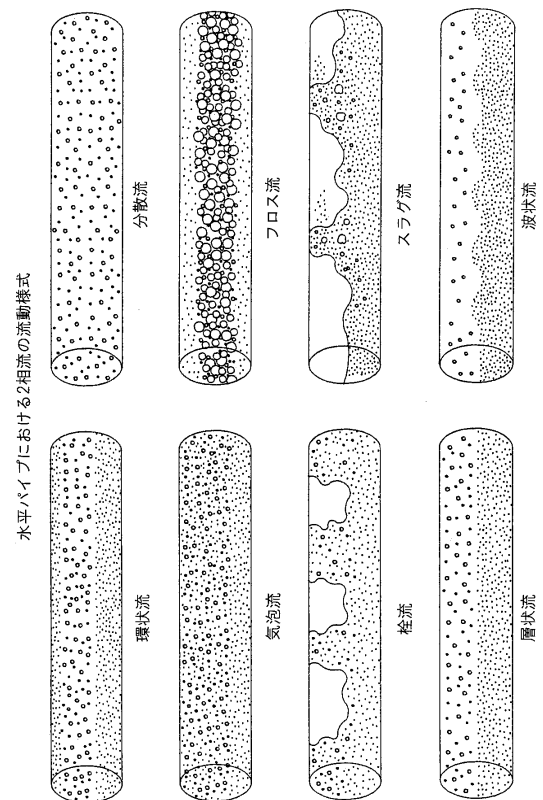
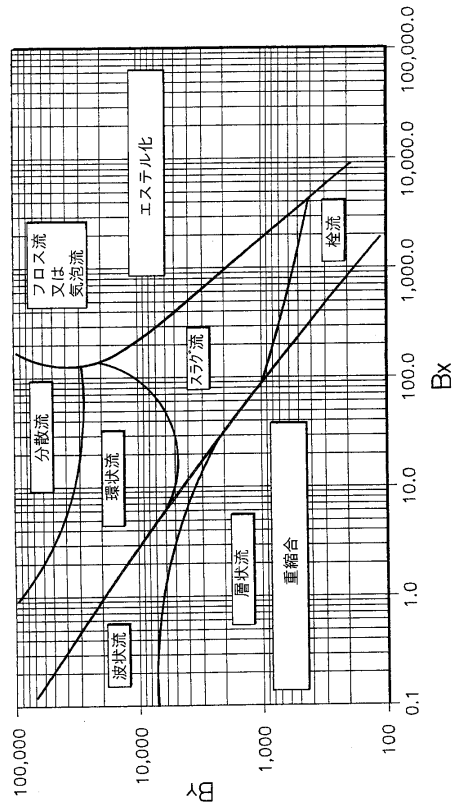


Fig. 20A

水平パイプにおける2相流の流動様式

【図 20B】



2相流ダイヤグラム

Fig. 20B

【図 21】

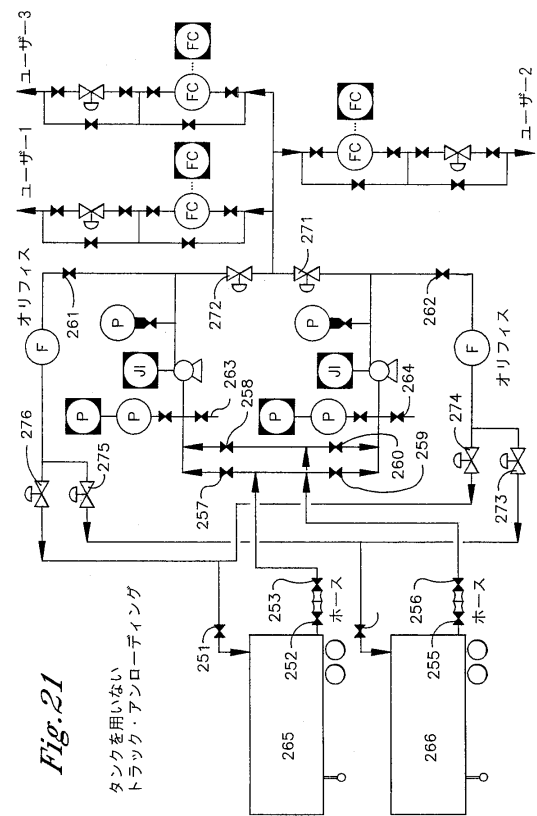


Fig. 21

タンクを用いない
トラック・アンローディング

【図 22】

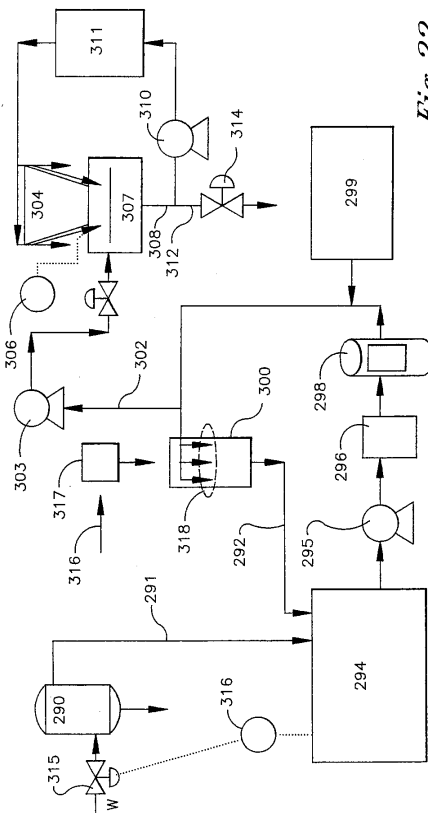


Fig. 22

安全シャワー、冷却塔、カッター水及HTMポンプ冷却装置の組合せ

【図 23】

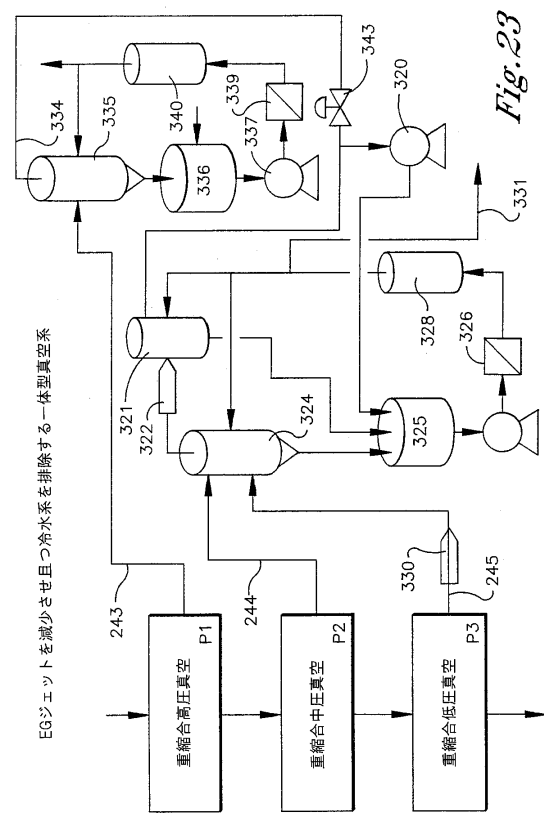


Fig. 23

EGジェットを減少させ且つ冷水系を排除する一体型真空系

【図 24】

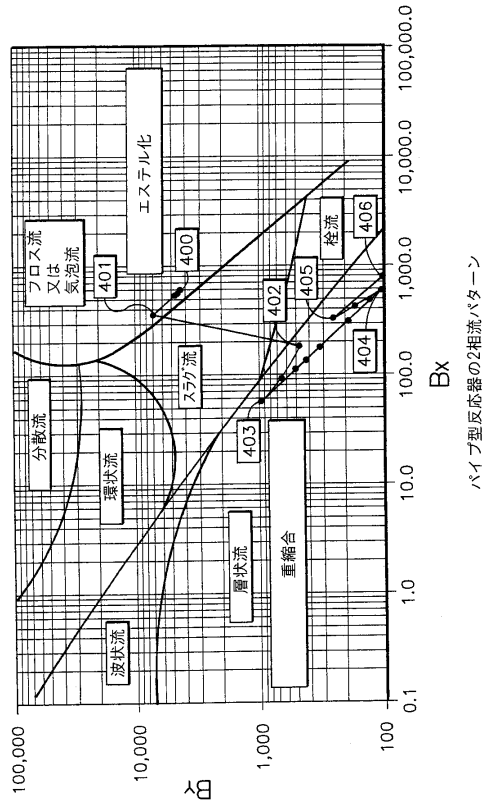


FIG. 24

フロントページの続き

(72)発明者 ディブブルーイン, ブルース ロジャー
アメリカ合衆国, テネシー 37663, キングスポート, ヘッジロウ コート 321

審査官 岡▲崎▼ 忠

(56)参考文献 国際公開第02/046266 (WO, A1)
特表2004-515585 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C08G 63/00-63/91