(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)特許出願公表番号
特表2004-501238
(P2004-501238A)
(43)公表日　平成16年1月15日(2004.1.15)

(51)Int.Cl.[7]	F I	テーマコード（参考）
C08F 6/12	C08F 6/12	4J100

審査請求 未請求　予備審査請求 有　（全 27 頁）

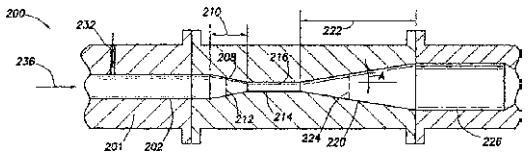
(21)出願番号	特願2001-587884(P2001-587884)
(86)(22)出願日	平成13年5月31日(2001.5.31)
(85)翻訳文提出日	平成14年11月29日(2002.11.29)
(86)国際出願番号	PCT/US2001/017563
(87)国際公開番号	WO2001/091877
(87)国際公開日	平成13年12月6日(2001.12.6)
(31)優先権主張番号	60/208,183
(32)優先日	平成12年5月31日(2000.5.31)
(33)優先権主張国	米国(US)
(81)指定国	EP(BE,DE,ES,FR,GB,IT,NL),BR,JP,US

(71)出願人　501140348
クレイトン・ポリマーズ・リサーチ・ベー・ベー
オランダ国、エヌ・エル－１０３１・セー・エム・アムステルダム、バドハイスウエヒ・３
(74)代理人　100062007
弁理士　川口　義雄
(74)代理人　100105131
弁理士　井上　満
(74)代理人　100113332
弁理士　一入　章夫
(74)代理人　100114188
弁理士　小野　誠

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ポリマークラムを形成するための装置および方法

(57)【要約】
本発明は、ポリマーセメントから溶媒を除去するためのコンタクタ装置および方法を提供する。結果として得られるポリマーは、溶媒が実質的に無く、そして改善された間隙率および一層一様な粒子サイズ分布を示す。一つの実施形態において、コンタクタ装置は、高圧セクション、収束セクション、高速セクション、発散セクション、および放出セクションを有する円筒状のケーシングを有している。前記ポリマーセメントは、溶媒除去を充分に且つ予想外に改善するために、前記高圧セクションに導入される。前記収束および発散セクションは、好ましくは、約４°から約７５°の角度に対応する断面面積を有している。前記ポリマーセメントは、高圧スチームと混合される。収束の後に、前記ポリマーセメントは、スチームの高シアーに起因して、より一様な小滴を形成する。発散および放出セクションにおいて、前記ポリマーは、実質的に揮発分が除去されている。



【特許請求の範囲】
【請求項１】
ポリマーセメントから溶媒を分離するためのコンタクタ装置であって、
前記ポリマーセメントのための引き入れ口を有する第１のセクションと、
収束する断面面積を有する第２のセクションと、
前記第１のセクションに比較して、より小さな断面面積を有する第３のセクションと、
発散する断面面積を有する第４のセクションと、
前記第３のセクションに比較して、より大きな断面面積を有する放出セクションとを具備する、装置。
【請求項２】
前記第２のセクションは、約４°から約７５°の収束角度を有し、且つ前記第４のセクションは、約４°から約７５°の発散角度を有する、請求項１に記載の装置。
【請求項３】
前記第２のセクションは、約４°と約４５°の間の収束角度を有し、且つ前記第４のセクションは、約４°と約６３°の間の発散角度を有する、請求項２に記載の装置。
【請求項４】
前記第１のセクション対前記第３のセクションの範囲の断面面積の比は、少なくとも５：１であり、且つ前記放出セクション対前記第３のセクションの断面面積の比は、少なくとも１０：１である、請求項１に記載の装置。
【請求項５】
前記第３のセクションは、少なくとも８：１の長さ対直径の比を有している、請求項４に記載の装置。
【請求項６】
前記第２のセクションは、漸減する内径を有し、且つ前記第４のセクションは、漸増する内径を有している、請求項１に記載の装置。
【請求項７】
前記第２のセクションは、漸増する外径を有するプラグを収容しており、且つ前記第４のセクションは漸増する内径を有している、請求項１に記載の装置。
【請求項８】
前記ポリマーセメントのための前記引き入れ口は、スロットである、請求項１に記載の装置。
【請求項９】
コンタクタ装置内でポリマーセメントから溶媒を分離するための方法であって、
高圧スチームおよび前記ポリマーセメントを第１のセクション内に導入することと、
前記第１のセクション内で、前記スチームとポリマーセメントを混合することと、
収束する断面面積を有する第２のセクションを通して、前記混合物を流通させることと、
前記溶媒を有する小滴を形成させることと、
少なくとも８：１の長さ対直径の比を有する第３のセクションを通して前記混合物を流通させることと、
発散する断面面積を有する第４のセクションを通して、前記混合物を流通させることと、
前記ポリマーから前記溶媒を急速に気化させることと、
放出セクションを通して、前記ポリマーおよび前記溶媒を流通させることと、
前記溶媒から、改善された粒子サイズ分布および間隙率を有するポリマー粒子を分離させることとを有する方法。
【請求項１０】
前記第２のセクションは、約４°から約７５°の収束角度を有し、且つ前記第４のセクションは、約４°から約７５°の発散有効角度を有する、請求項９に記載の方法。
【請求項１１】
前記第２のセクションは、約４°と約４５°の間の収束角度を有し、且つ前記第４のセクションは、約４°と約６３°の間の発散角度を有する、請求項１０に記載の方法。

【請求項１２】
前記第１のセクション対前記第３のセクションの範囲の断面面積の比は、少なくとも５：１であり、且つ前記放出セクション対前記第３のセクションの断面面積の比は、少なくとも１０：１である、請求項１０に記載の方法。
【請求項１３】
前記ポリマーセメントは、スロットを通して前記第１のセクション内に導入される、請求項１２に記載の方法。
【請求項１４】
前記第２のセクションは、漸減する内径を有し、且つ前記第４のセクションは、漸増する内径を有する、請求項９に記載の方法。
【請求項１５】
前記第２のセクションは、漸増する外径を有するプラグを収容しており、且つ前記第４のセクションは漸増する内径を有している、請求項９に記載の方法。
【請求項１６】
前記溶媒は、前記第４のセクションにおいて、揮発分除去を開始する、請求項９に記載の方法。
【請求項１７】
前記ポリマーは、ポリマーまたはコーポリマーの共役のジエンである、請求項９に記載の方法。
【請求項１８】
前記ポリマー粒子は、重量で約９０％と約９８．５％の間のポリマーを有する、請求項９に記載の方法。
【請求項１９】
前記高圧スチームは、約１００ｐｓｉｇから約３５０ｐｓｉｇである、請求項９に記載の方法。
【請求項２０】
高圧スチームは、０．４：１から約１：１までの重量比にて、ポリマーセメントと混合される、請求項９に記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
（技術分野）
この発明は、ポリマーセメントから溶媒を除去するための装置および方法に関する。より詳細には、本発明は、ポリマーセメントから揮発分を除去するための有効な装置および方法に関する。
【０００２】
（関連技術の背景）
モノマーの溶液重合の後、その溶媒からポリマーを単離することが必要となる。ポリマーおよびコーポリマーの共役のジエンのような、特定のポリマーのための単離の方法は、高シアーミキサーを用い、それによってポリマー溶液すなわち「セメント」が、円筒状チューブの混合ゾーン内において高圧スチームと混合される。前記スチームの温度は、溶媒の最高沸点より上で且つポリマーが、高シアー接触の条件下で明らかな分解の証拠を示すであろう温度より下である。混合ゾーンにおけるスチーム対溶液の比および滞留時間は、溶媒の少なくとも約９０％を蒸発させるのに充分である。ポリマーは、それによって、例えばポリマークラムのように、溶液から分離される。シアーされた混合物は、それから、前記ポリマーがスチームから、そして任意の気化された溶媒から分離されるサイクロン分離ゾーン内へ進められる。このプロセスは、ここに引用により組み込まれた１９７４年４月１６日に発行された、米国特許第３，８０４，１４５号に記述されている。
【０００３】
米国特許第３，８０４，１４５号もまた、そこに搭載された調整可能なフローコンストリクターを備える中央ゾーンを有する高シアーコンタクタを教示している。前記セメントは

、開口を通して、前記中央ゾーン内に前記コンストリクターによって形成される高シアー環状空間内に供給される。前記セメントは、溶媒が気化し始める前記環状空間内でスチームと接触される。スチーム、気化された溶媒およびポリマーの混合物は、それから音速に近いスピードで、前記コンタクタの開口端を出る。

【０００４】

米国特許第３，２０２，６４７号は、高シアー部分を有するミキサーを用いる方法を教示している。特に、この文献は、炭化水素溶液からエラストマーを回収するためのプロセスを教示しており、そこではスチームおよびポリマーセメントが一緒に混合され且つスチームジェットシステムによって湯容器の底部内に注入される。前記特許内に記述されたスチームイジェクターは、概して、ペンバーシースチームイジェクターの構造のように収束－発散形状の形態をなしている。米国特許第３，２０２，６４７号によって教示されるシステム記述は、引用によってここに組み込まれている。

【０００５】

前述の設計は、あるポリマーセメントを溶媒から分離するのに向いているが、前記設計は、高分子量ブロックコーポリマーのように、いくらかのポリマーからの溶媒の除去のためには少ししか有効でない。例えば、共役されたジエンの大きな水素添加されたブロックおよび２つのポリスチレン端部ブロックを有するエラストマーのブロックポリマーのクラムを形成するとき、従来技術の設計のコンタクタは、貧弱な粒子サイズ分布および貧弱な間隙率を引き起こすポリマークラムを結果として生ずる。理想的には、ポリマー粒子の粒子サイズ分布は、大部分の粒子が、処理を促進する範囲内となり、例えば、大きなまたは小さな粒子が少量であることを示すであろう。クラム間隙率は、クラムが、しばしば前記ポリマークラムとしばしば混合されるミネラルオイルのような液体をそこで吸収するであろうスピードを決定するので、重要である。間隙率は、同様の粒子サイズ分布条件下におけるクラムのかさ密度に間接的に関連付けられており、それによってかさ密度が高いほど、より中実でより低い間隙率の構造を示す。

【０００６】

容認できないほど高い溶媒含有量に加えて、従来技術のコンタクタは、それらのスチームの使用において効率が低い。スチーム消費は、商用ポリマー仕上げ操作における主要な経費である。従来技術のコンタクタにおいて、充分な溶媒の除去を達成するために、約１．２：１．０から１．５：１．０のスチーム対セメント重量比が必要とされる。換言すれば、前記従来技術コンタクタにおいて扱われるポンド毎のポリマーセメントについて、１．２から１．５ポンドの高圧スチームが消費される。

【０００７】

それゆえ、より有効な溶媒除去を結果として生ずるその溶媒からポリマーを分離するための方法および装置の必要性がある。

【０００８】

（発明の概要）

本発明は、高圧スチームを使用して溶媒からポリマーを分離するための改善された方法および装置を提供する。本発明の一つの態様において、コンタクタは、高圧セクション、収束セクション、高速セクション、発散セクションおよび放出セクションを有する円筒状のケーシングを有している。前記ポリマーセメントは、それをスチームと混合し且つ小滴に形成し始める前記高圧セクションに導入される。前記収束および発散セクションは、好ましくは、約４°から約６５°の有効角度に対応して断面面積の変化を提供すべく先細になっている。前記高速セクションは、一様な小滴サイズを形成し且つ混合物が時期尚早に急速蒸発しまたは揮発分除去することを防止する。前記混合物が前記高速セクションを通過するにつれて、前記混合物は、超音速に達し、前記発散セクションにおいて近真空状態を作り且つ前記ポリマーセメントから揮発分を除去させる。急速蒸発混合物は、発散セクションを通過して放出セクションへ流れ続けるので、急速蒸発溶媒は、実質的にポリマーから分離される。

【０００９】

本発明の他の態様においては、コンタクタは、約４°から約６５°の望ましい有効角度に対応する断面面積の変化を提供すべく種々の環状領域をその中に形成する複合的な直径を有するプラグを含んでいる。

【００１０】

本発明のさらに他の態様においては、コンタクタ装置内でポリマーセメントから溶媒を分離するための方法であって、高圧スチームおよび前記ポリマーセメントを実質的に一定の断面面積を有する第１のセクション内に導入することと、前記第１のセクション内で、前記スチームとポリマーセメントを混合することとを有する。それから、前記混合物は、好ましくは約４°から約７５°の収束の角度に対応する収束する断面面積を有する第２のセクションを通って流れる。前記混合物は、それから実質的に一定の断面面積を有する第３のセクションを通って流れ、それから、好ましくは約４°から約７５°の発散角度に対応する発散する断面面積を有する第４のセクションに続く。前記溶媒は、前記第４のセクションにおいて、前記ポリマーから急速に気化され、前記混合物は、実質的に溶媒の無いポリマーを回収する前に、実質的に一定の断面面積を有する放出セクションを通って流れる。

【００１１】

本発明は、残留溶媒および水レベルが低く下流プロセスの単純化を可能とする細かく分離されたポリマー粒子を生産する。低減された残留溶媒成分は、また粘性または粘着性およびポリマーが塊状になろうとする傾向をも低減する。記述された方法および装置は、従来技術によっては容易に処理され得なかった、高分子量ブロックコーポリマーの粉末状の形態での分離を可能とする。

【００１２】

方法における本発明の上述された特徴、利点、および目的が得られ且つ詳細に理解されるように、上に簡単に要約された、本発明のより詳細な説明が、添付された図面に図解された実施形態を参照することにより、得られるであろう。

【００１３】

しかしながら、前記添付された図面は、この発明の典型的な実施形態のみを図解するものであり、それゆえ、本発明が他の等価的に有効な実施形態の余地を残すために、その範囲を限定することは想定されていない。

【００１４】

（好ましい実施形態の詳細な説明）

図１は、本発明に従ったコンタクタ装置２００の一つの実施形態を描いている。コンタクタ２００は、高圧セクション２０２、収束セクション２０８、高速セクション２１４、発散セクション２２０、および放出セクション２２６を有する円筒状ケーシング２０１を含んでいる。高圧セクション２０２は、ポリマーセメントがコンタクタ２００内に供給される個所であるセメントエントリーポート２３２を含んでいる。セメントエントリーポート２３２は、好ましくは、スロット設計を有しており、そして第１のセクション２０２に沿うどの場所にも配置され得る。好ましくは、セメントエントリーポートは、収束セクション２０８の始点から、少なくとも４インチ、好ましくは４インチから７インチ、に配置される。高圧セクション２０２におけるセメントエントリーポート２３２の配置は、非常に多種多様のコンタクタについて溶媒除去を有意的に且つ予想外に改善する。

【００１５】

図１に示される実施形態において、高速セクション２１４は、好ましくは、少なくとも８：１の長さ対直径の比を有している。高速セクション２１４は、好ましくは、発散セクション２２０における音速を達成するために充分な流れ制限を提供する。高圧セクション２０２の断面面積対高速セクションの断面面積の比は、好ましくは少なくとも５：１である。放出セクション２２６の断面面積対高速セクション２１４の断面面積の比は、好ましくは、少なくとも１０：１である。収束セクション２０８は、長さ２１０で且つ収束セクション２０８の長さ２１０に沿って、約４°から約７５°、好ましくは約４°から約４５°、の収束角に対応する漸減する断面面積を提供する漸減する内径２１２を有している。発

散セクション２２０は、長さ２２２で且つセクション２２０の長さ２２２に沿って、約４°から約７５°、好ましくは約４°から約６３°の有効発散角に対応する漸増する断面面積を提供する内径２２４を有する。

【００１６】

収束および発散は、図１に関連して説明されるようにコンタクタの内部寸法を変化させることによって、図２に関連して以下に説明されるようにコンタクタ内のプラグの外部寸法を変化させることによって、あるいは、それらの組み合わせによって、達成され得る。そのように、環状処理領域の収束または発散の角度は、ケーシング２０１の内径における変化およびいずれかのプラグの外径におけるいかなる変化をも説明する。収束または発散の角度は、円形断面と仮定した場合のコンタクタの長さに沿う断面面積の有効な半径をプロットすることによって示される。そのように、プラグを有する収束および発散セクションを有するパイプの断面図は、収束および発散の角度、例えば図１における角度Ａ、を直接的に示している。

【００１７】

動作においては、高圧スチームが、高圧セクション２０２の端部２３６に導入される。前記コンタクタにおけるスチームの温度は、約３３５°Ｆと約５５０°Ｆの間、好ましくは約３６５°Ｆと約５５０°Ｆの間、そしてより好ましくは、約４００°と５５０°Ｆの間である。前記コンタクタにおける前記スチームの圧力は、１００ｐｓｉｇから４５０ｐｓｉｇ、好ましくは１５０ｐｓｉｇから３５０ｐｓｉｇである。ポリマーセメントは、セメントエントリーポート２３２を通してコンタクタ２００に供給される。前記セメント濃度は、重量で、約５パーセントポリマーから約６０パーセントポリマーまで変化してもよい。より望まれるのは、重量で、約５パーセントポリマーから約２５パーセントポリマーまで変化するセメントとしてもよい。特に望まれるのは、重量で、約１０パーセントポリマーから約２０パーセントポリマーのセメント濃度である。前記セメントエントリーポートを横切る圧力低下は、好ましくは初期セメント滴サイズをコントロールするために、少なくとも１０ｐｓｉとすべく設計されている。

【００１８】

高圧２０２および収束セクション２０８内において、前記スチームと前記セメントが混合され、且つ密に接触される。前記コンタクタ装置を通過するセメント対スチーム比は、ポリマー粒子のサイズを決定する。高シアーミキサーを経由して下流処理設備に入るスチーム対セメントの比は、約０．３：１．０から約１．５：１．０まで変動してもよい。下限は、取得する分離粒子の問題によって決定される。最大比率は、溶媒蒸気とスチームを除去するための下流処理設備の経済的条件および能力によって決定される。実質的に０．３：１．０よりも低いスチーム対セメント比においては、ポリマーは、もはや分離粒子を形成せずに、大きな塊を形成する。前記コンタクタにおいてスチーム対セメント比が高ければ高いほど、粒子サイズが小さくなる。このサイズは、ポリマー／溶媒タイプ、セメント濃度、そしてスチーム温度に依存するが、断然、ポリマーサイズを変化させる最も影響のある方法が、スチーム対セメント比を変化させることによって達成され得る。受容可能な粒子サイズは、約０．３：１．０から約１．５対１．０、好ましくは約０．５：１．０と約１．５：１．０の間、そしてさらに好ましくは約０．５：１．０と約０．８：１．０の間のスチーム／セメント比において達成される。

【００１９】

セメントとスチームが混合されるにつれて、溶媒小滴が高速スチームからのシアリング効果に起因して、形成し始める。混合物が、高速セクション２１４内に流れるとき、セメント小滴が壊れ、且つ小滴の相対的に一様な分布が確立される。材料は、それが高速セクション２１４を通り発散セクション２２０に入るときに、超音速に加速される。発散セクション２２０内の突然の容積の拡大に起因して、圧力差によって近真空が生成される。この急激な圧力低下は、結果として溶媒の速やかな揮発分の除去、そしてポリマークラムからの蒸発溶媒の充分な分離を生じる。

【００２０】

図２は、本発明のコンタクタ３００の代替の実施形態を示している。この実施形態においては、コンタクタ３００は、円筒状ケーシング３０１、ケーシング３０１内に配置されるプラグ３０８、およびケーシング３０１の内壁３０４とプラグ３０８の外壁３０６の間に形成される環状部３０２を含んでいる。プラグ３０８は、図示されるように溶媒引き入れ口３０５に近いコンタクタ３００の端壁３０３を通って延在し得るか、またはプラグは、１つまたはそれより多くのスペーサー（図示されていない）によって、適正位置に保持され得る。

【００２１】

円筒状ケーシング３０１は、第１、第２、そして第３の部分３１０、３１２、３１４を有している。第１の部分３１０および第３の部分３１４は、一定の内径を有している。第２の部分３１２は、漸増する内径エリアを有している。プラグ３０８は、第１、第２、および第３の部分３２６、３２７、３２８を有している。第１および第３の部分３２６、３２８は、一定の外径を有している。第２の部分３２７は、漸増する外径を有している。

【００２２】

環状部３０２は、図１について説明された通りの断面面積の望ましい比率を有する環状部３０２の対応する部分と共に、混合、収束、高シアー、発散および放出セクション３５０、３５５、３６０、３６５、３７０を有している。混合セクション３５０は、ケーシング３０１の第１の部分３１０の一定の内径とプラグ３０８の第１の部分３２６の一定の外径の間の環状スペースを有し、そして実質的に一定の断面面積を有している。実質的に一定とは、断面面積の収束または発散の有効な角度が０°から約４°であることを意味している。収束セクション３５５は、ケーシング３０１の第１の部分３１０の一定の内径とプラグ３０８の第２の部分３２７の漸増する外径の間の環状スペースを有し、約４°から約７５°、好ましくは約４°から約４５°の収束角度を有する収束断面面積を有する。高シアーセクション３６０は、ケーシング３０１の第１の部分３１０の一定の内径と、プラグ３０８の第３の部分３２８の一定の外径の間の環状スペースを有し、そして実質的に一定の断面面積を有している。発散セクション３６５は、ケーシング３０１の第２の部分３１２の漸増する内径とプラグ３０８の第３の部分３２８の一定の外径の間の環状スペースを有し、約４°から約７５°、好ましくは約４°から約６３°の発散角度を有する発散収束断面面積を有する。放出セクション３７０は、ケーシング３０１の第３の部分３１４の一定の内径とプラグ３０８の第３の部分３２８の一定の外径の間の環状スペースを有し、実質的に一定の断面面積を有する。

【００２３】

ポリマーセメントは、引き入れ口ポート３３６を通してケーシング３０１の第１の部分３０１内に導入される。引き入れ口ポート３３６は、好ましくはポリマーセメントを、ケーシング３０１のまわりのスロット３４０を通るように向ける環状スペース３３８内に導入する。スロット３４０の幅は、少なくとも１０ｐｓｉの所望の圧力低下を提供すべく調整され得る。

【００２４】

この代替的な実施形態の動作においては、高圧スチームは、ケーシング３０１内のスロット３４０に連通する引き入れ口ポート３３６を通してポリマーセメント材料が供給される間に、ケーシング３０１の第１の部分３１０を通って流れる。前記スチームとポリマーセメントは、スチームからのシアーリング効果に起因して溶媒小滴が形成し始める場所である混合セクション３５０において混合される。小滴は、さらに形成し且つ収束セクション３５５内で壊れる。混合物は、高シアーセクション３６０を通ってそれが流れるにつれて音速へ加速する。高速は、小滴を微小な粒子にシアーしまたは分離して、相対的に一様な分布を形成する。発散セクション３６５における容積の急激な拡大は、溶媒を速やかに蒸発させそれによってセメントを分離させる。

【００２５】

本発明は、コンタクタの幾何学的構造は、最低の残留溶媒のポリマー製品を生成すべく、高シアー率である滞留時間を許容するという発見に基づいている。発散セクションの長さ

ばかりでなく高速セクションにおける高シアー環状スペースがシアー率および滞留時間を決定しそれによってポリマー製品における残留溶媒を低減する。発散セクションの長さが増大されるにつれて、シアーリング条件下における滞留時間も増大され、それによってセメントの揮発分除去のためのより多くの時間を許容させる。

【００２６】

上に述べた高シアーコンタクタの最も有益な特徴の一つは、ポリマーの微小粒子サイズだけでなく、低残留溶媒および水成分、スチーム消費の最小化、にある。水レベルを下げれば下げるほど、より容易にポリマーが乾燥される。水が浮遊されて運ばれるセメントおよびセメントから溶媒を蒸発させるのに必要なスチームの圧縮によって水が生成される。低残留溶媒は、ポリマーが粘着性が低く、それによって乾燥操作法が可能であることを意味する。

【００２７】

スチームは、いかなる揮発分除去プロセスにおいても多くの費用を呈する。従来技術のコンタクタにおいては、セメントに対するスチームの関係は、セメント１ポンド毎に約１．２から１．５ポンドのスチームであった。本発明の装置は、近真空にてポリマーセメントを揮発分除去し、それゆえスチーム消費はかなり少なくなる。例えば、本発明のコンタクタ内のスチーム使用は、セメント１ポンド毎に、従来技術に比較して５０から６０％の節約となる、０．６ポンドのオーダーである。

【００２８】

かさ密度は、粒子サイズと間隙率に依存する。かさ密度は、サンプルポリマーの既知の重量の取得およびその体積の計測によって計測され得る。もしも粒子サイズ分布が同様であれば、かさ密度が小さければ小さいほど、ポリマーは、より多孔性となる。実際、種々のサンプルに対して行なわれるかさ密度検査は、本発明のコンタクタによって製造されるポリマークラムは、より一層低いかさ密度を有している。本発明のコンタクタによって作られるクラムのサンプルは、１３．２１ｂｓ／ｆｔ^{3}のかさ密度を有している。従来技術コンタクタによって結果としてクラムに作られるサンプルは、結果として１８１ｂｓ／ｆｔ^{3}のクラムかさ密度が生じる。それゆえ、図１および図２に示される本発明のコンタクタは、従来技術よりも良好な間隙率およびサイズの一様な分布を有するポリマークラムを一貫して生成している。

【００２９】

粒子サイズのコントロールのための方法を伴うこのポリマー回収法は、分解することまたはクロスリンクすることなしに高温スチームに耐え得るいかなるポリマー／溶媒セメント系についても有用である。それは、ポリオレフィン／炭化水素セメント、ポリアルケニル芳香族ポリマー／不活性溶媒セメント、ポリ共役ジエンポリマー／炭化水素セメント、共役ジエンのコーポリマーおよびブロックポリマー並びに不活性溶媒におけるアルケニル芳香族炭化水素、そして不活性溶媒における上述のコーポリマーおよびブロックポリマーの水素添加された、および部分的に水素添加された誘導体に、特に良好である。望ましいセメントは、２または多数ブロックのアルファアルケニル芳香族炭化水素／共役ジエンポリマーおよび好ましくは、アルケン、アルカン、アレーン、サイクロアルケン、またはサイクロアルカンのように、相対的に低い沸点を有する炭化水素溶媒にて溶解された前記ブロックポリマーの選択的に、または全体的に水素添加された誘導体である。これらは、例えば、混合されたペンテン、混合されたペンタン、サイクロヘクサン、トルエン、およびそれらの混合物を含み、唯一の基準は、本発明の装置およびプロセスにおいて採用された溶媒が、所定の温度のスチームに接触することによって容易に蒸発されるように、最大の沸点を有することである。特に望ましいセメントは、ポリスチレン／ポリブタジエン、ポリスチレン／ポリイソプレン、ポリスチレン／ポリブタジエン／ポリスチレン、ポリスチレン／ポリイソプレン／ポリスチレンブロックコーポリマー、またはそれらの水素添加された、あるいは部分的に水素添加された誘導体である。

【００３０】

上述は、本発明の望ましい実施形態に向けられており、本発明の他のそしてさらなる実施

形態が、その基本的な範囲から逸脱することなく工夫され、そしてその範囲は、特許請求の範囲によって決定される。

【図面の簡単な説明】

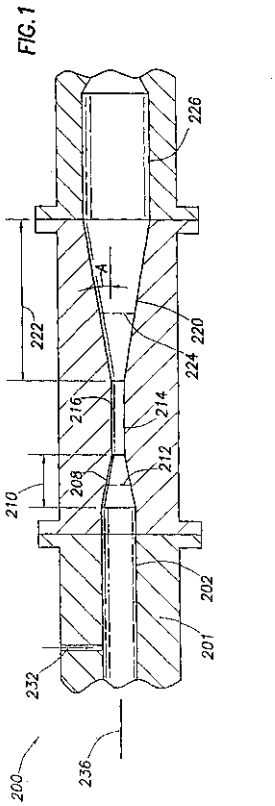
【図１】

図１は、本発明に従ったコンタクタ装置である。

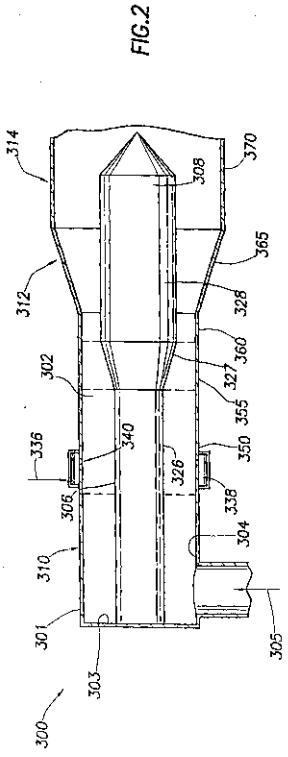
【図２】

図２は、コンタクタ装置の代替的な実施形態である。

【図１】



【図２】



【国際公開パンフレット】

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau

(43) International Publication Date
6 December 2001 (06.12.2001)

PCT

(10) International Publication Number
WO 01/91877 A2

(51) International Patent Classification⁷: B01D 19/00

(21) International Application Number: PCT/US01/17563

(22) International Filing Date: 31 May 2001 (31.05.2001)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
60/208,183 31 May 2000 (31.05.2000) US

(71) Applicant (*for all designated States except US*): KRATON POLYMERS RESEARCH, B.V. [NL/NL]; Badhuisweg 3, NL-1031 CM Amsterdam (NL).

(72) Inventors; and
(75) Inventors/Applicants (*for US only*): FLORES, Joe, Jerry [US/US]; 3726 Greenfields Dr., Sugar Land, TX 77479 (US). JEAN, Rong-Her [US/US]; 5810 Wilkin's Lane, Sugar Land, TX 77479 (US). MA, Chin-Yau, George [US/US]; 16719 Rustic Colony Dr., Sugar Land, TX 77479 (US).

(74) Agent: TACKETT, Keith, M.; Thomason, Moser & Patterson, LLP, 3040 Post Oak Blvd., Suite 1500, Houston, TX 77056 (US).

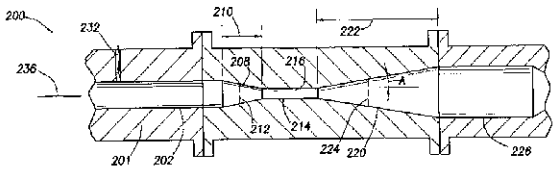
(81) Designated States (*national*): BR, JP, US.

(84) Designated States (*regional*): European patent (BE, DE, ES, FR, GB, IT, NL).

Published:
— *without international search report and to be republished upon receipt of that report*

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette

(54) Title: APPARATUS AND METHOD FOR FORMING POLYMER CRUMB



(57) Abstract: The present invention provides a contactor apparatus and method for removing solvent from a polymer cement. The resulting polymer is substantially free of solvent and exhibits improved porosity and more uniform particle size distribution. In one embodiment, a contactor apparatus consists of a cylindrical casing having a high pressure section, a convergence section, a high velocity section, a divergence section, and a discharge section. The polymer cement is introduced into the high pressure section to significantly and unexpectedly improve solvent removal. The convergence and divergence sections preferably have cross-sectional areas that correspond to an angle from about 4° to about 75°. The polymer cement is mixed with high pressure steam. After converging, the polymer cement forms more uniform droplets due to high shear of steam. In the divergence and discharge sections, the polymer is substantially devolatized.

WO 01/91877 A2

APPARATUS AND METHOD FOR FORMING POLYMER CRUMB

BACKGROUND OF THE INVENTION

Field of the Invention

This invention relates to an apparatus and method for removing a solvent from a polymer cement. More particularly, the invention relates to an efficient apparatus and method for devolatilizing polymer cement.

Background of the Related Art

After solution polymerization of a monomer, it becomes necessary to isolate the polymer from its solvent. A method of isolation for certain polymers, such as conjugated diene polymers and copolymers, utilizes a high shear mixer whereby the polymer solution or "cement" is combined with high-pressure steam in a mixing zone of a cylindrical tube. The temperature of the steam is above the maximum boiling point of the solvent and below the temperature at which the polymer will show evidence of appreciable decomposition under the conditions of high shear contact. The ratio of steam to solution and the residence time in the mixing zone are sufficient to vaporize at least about 90% of the solvent. The polymer is thereby isolated from the solution, *e.g.* as a polymer crumb. The sheared mixture is then passed into a cyclone separation zone wherein the polymer is separated from the steam and any vaporized solvent. This process is described in U.S. Patent No. 3,804,145, issued April 16, 1974, which is incorporated by reference herein.

U.S. Patent No. 3,804,145 also teaches a high shear contactor having a central zone with an adjustable flow constrictor mounted therein. The cement is fed through an opening into a high shear, annular space formed by the constrictor within the central zone. The cement is contacted with steam in the annular space where the solvent begins to vaporize. The mixture of steam, vaporized solvent, and polymer then exit the open end of the contactor at near sonic speeds.

U.S. Patent No. 3,202,647 teaches a method using a mixer having a high shear portion. In particular, the reference teaches a process for recovering elastomers from hydrocarbon solutions wherein the steam and polymer cement are mixed together and injected into the bottom of a hot water vessel by a steam jet system. The steam ejector described in the patent is generally in the configuration of a converge-diverge shape such as

the construction of a Penberthy steam ejector. The system description taught by U.S. Patent No. 3,202,647 is incorporated by reference herein.

While the foregoing designs are adequate for separating certain polymer cements from solvent, the designs are less efficient for removal of solvent from some polymers such as high molecular weight block copolymers. For example, when forming crumb of an elastomeric block polymer having a large hydrogenated block of a conjugated diene and two polystyrene end blocks, contactors of the prior art design result in polymer crumb that causes poor particle size distribution and poor porosity. Ideally, the particle size distribution of polymer particles will indicate that most particles fall within a range that facilitates processing, *e.g.*, small amounts of large or small particles. Crumb porosity is important because it determines the speed at which the crumb will absorb a liquid like mineral oil which is often blended with the polymer crumb. Porosity is indirectly related to the bulk density of the crumb under a similar particle size distribution condition whereby a higher bulk density is indicative of a more solid, less porous structure.

In addition to unacceptably high solvent content, the prior art contactors are inefficient in their use of steam. Steam consumption is a major expense in a commercial polymer finishing operation. To achieve sufficient solvent removal in a prior art contactor, a steam to cement weight ratio of about 1.2:1.0 to 1.5:1.0 is required. In other words, for every pound of polymer cement treated in the prior art contactor, 1.2 to 1.5 lbs of high pressure steam is consumed.

Therefore, there is a need for a method and apparatus for separating a polymer from its solvent which results in more efficient solvent removal.

SUMMARY OF THE INVENTION

The present invention provides an improved method and apparatus for separating polymer from solvent using high pressure steam. In one aspect of the invention, a contactor is comprised of a cylindrical casing having a high pressure section, a convergence section, a high velocity section, a divergence section, and a discharge section. The polymer cement is introduced into the high pressure section where it mixes with the steam and begins to form into droplets. The convergence and divergence sections are preferably tapered to provide a change in cross-sectional area corresponding to an effective angle from about 4° to about 65°. The high velocity section forms a uniform droplet size and prevents the mixture from flashing or devolatizing prematurely. As the mixture passes through the high velocity section,

the mixture reaches a supersonic speed creating a near vacuum in the divergence section and causing the polymer cement to devolatilize. As the flashing mixture continues to flow through the divergence section and into the discharge section, the flashing solvent is substantially separated from the polymer.

In another aspect of the invention, a contactor includes a plug having multiple diameters that form various annular regions therein to provide a change in cross-sectional area corresponding to a preferable effective angle from about 4° to about 65°.

In still another aspect of the invention, a method for separating solvent from a polymer cement in a contactor apparatus comprises introducing high pressure steam and the polymer cement into a first section having a substantially constant cross-sectional area; mixing the steam and polymer cement in the first section. The mixture then flows through a second section having a converging cross-sectional area corresponding to an angle of convergence preferably from about 4° to about 75°. The mixture then flows through a third section having a substantially constant cross-sectional area followed by a fourth section having a diverging cross-sectional area corresponding to an angle of divergence preferably from about 4° to about 75°. The solvent is flashed from the polymer in the fourth section and the mixture flows through a discharge section having a substantially constant cross-sectional area before recovering a polymer substantially free of the solvent.

The invention produces finely divided polymer particles with low residual solvent and water levels enabling down-stream process simplifications. Reduced residual solvent content also reduces the tack or stickiness and tendency for the polymer to agglomerate. The described method and apparatus enables the isolation in powdered form of high molecular weight block copolymers which cannot be easily processed by the prior art.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

So that the manner in which the above recited features, advantages and objects of the present invention are attained and can be understood in detail, a more particular description of the invention, briefly summarized above, may be had by reference to the embodiments thereof which are illustrated in the appended drawings.

It is to be noted, however, that the appended drawings illustrate only typical embodiments of this invention and are therefore not to be considered limiting of its scope, for the invention may admit to other equally effective embodiments.

Figure 1 is a contactor apparatus according to the present invention; and

Figure 2 is an alternative embodiment of the contactor apparatus.

DETAILED DESCRIPTION OF THE PREFERRED EMBODIMENT

Figure 1 depicts one embodiment of a contactor apparatus 200 according to the present invention. The contactor 200 includes a cylindrical casing 201 having a high pressure section 202; a convergence section 208; a high velocity section 214; a divergence section 220; and a discharge section 226. The high pressure section 202 includes a cement entry port 232 where the polymer cement is fed into the contactor 200. The cement entry port 232 preferably has a slot design and can be located anywhere along the first section 202. Preferably the cement entry port is located at least 4 inches, preferably from 4 inches to 7 inches, from the start of the convergence section 208. Location of the cement entry port 232 on the high pressure section 202 significantly and unexpectedly improves solvent removal for a wide variety of contactors.

In the embodiment shown in Figure 1, the high velocity section 214 preferably has a ratio of length to diameter of at least 8:1. The high velocity section 214 preferably provides sufficient flow restriction to achieve sonic velocity in the divergence section 220. The ratio of the cross-sectional area of the high pressure section 202 to the cross sectional area of the high velocity section preferably is at least 5:1. The ratio of the cross-sectional area of the discharge section 226 to the cross-sectional area of the high velocity section 214 is preferably at least 10:1. The convergence section 208 has a length 210 and a decreasing inner diameter 212 which provides a decreasing cross-sectional area that corresponds to an angle of convergence from about 4° to about 75°, preferably from about 4° to about 45°, along the length 210 of the convergence section 208. The divergence section 220 has a length 222 and an inner diameter 224 which provides an increasing cross-sectional area that corresponds to an effective angle of divergence from about 4° to about 75°, preferably from about 4° to about 63°, along the length 222 of the section 220.

Convergence and divergence can be achieved by varying the inner dimension of the contactor as described for Figure 1, by varying the outer dimension of a plug within the contactor as described below for Figure 2, or by combinations thereof. Thus, the angle of convergence or divergence of the annular processing region accounts for changes in the inner diameter of the casing 201 and any changes in the outer diameter of any plug. The angle of convergence or divergence is shown by plotting the effective radius of the cross-sectional area along the length of the contactor assuming a circular cross-section. Thus, a cross-

sectional view of a pipe having converging and diverging sections with a plug directly shows the angles of convergence and divergence, *e.g*, angle A in Figure 1.

In operation, high-pressure steam is introduced at the end 236 of the high pressure section 202. The temperature of the steam at the contactor is between about 335°F and about 550°F, preferably between about 365°F and about 550°F and more preferably between about 400° and 550°F. The pressure of the steam at the contactor is 100 psig to 450 psig, preferably 150 psig to 350 psig. Polymer cement is fed to the contactor 200 through the cement entry port 232. The cement concentration may vary from about 5 percent polymer to about 60 percent polymer by weight. More preferred are cements which vary from about 5 percent polymer to about 25 percent polymer by weight. Particularly preferred are cement concentrations from about 10 percent polymer to about 20 percent polymer by weight. The pressure drop across the cement entry port is preferably designed to be at least 10 psi to control the initial cement drop size.

Within the high pressure 202 and convergence sections 208, the steam and cement are mixed and intimately contacted. The cement to steam ratio passing through the contactor apparatus determines the size of the polymer particles. The ratio of steam to cement which enters down-stream processing equipment via the high shear mixer may vary from about 0.3:1.0 to about 1.5:1.0. The lower limit is determined by the problem of obtaining discrete particles. The maximum ratio is determined by economics and the ability of the down-stream processing equipment to remove the solvent vapor and steam. At steam to cement ratios substantially lower than 0.3:1.0, the polymer no longer forms discrete particles but forms large agglomerates. The higher the steam to cement ratio in the contactor, the smaller the particle size. This size is somewhat dependent on polymer/solvent type, cement concentration and steam temperature but, by far, the most influential method of varying the polymer size can be achieved by varying the steam to cement ratio. Acceptable particle sizes have been achieved at steam/cement ratios from about 0.3:1.0 to about 1.5:1.0, preferably between about 0.5:1.0 and about 1.5:1.0, and more preferably between about 0.5:1.0 and about 0.8:1.0.

As the cement and steam are mixed, solvent droplets begin to form due to the shearing effect from the high-speed steam. As the mixture flows into the high velocity section 214, the cement droplets are broken up and a relatively uniform distribution of droplets is established. The material accelerates to supersonic speed as it flows through the high velocity section 214 and enters the divergence section 220. Due to the sudden

enlargement of volume within the divergence section 220, a near vacuum is created by pressure differential. This sudden pressure drop results in a rapid de-volatilization of the solvent, and a sufficient separation of the flashing solvent from the polymer crumb.

Figure 2 shows an alternative embodiment of a contactor 300 of the present invention. In this embodiment, the contactor 300 includes a cylindrical casing 301, a plug 308 positioned within the casing 301, and an annulus 302 formed between an inner wall 304 of the casing 301 and an outer wall 306 of the plug 308. The plug 308 can extend through an end wall 303 of the contactor 300 near a solvent inlet 305 as shown, or a plug could be held in place with one or more spacers (not shown).

The cylindrical casing 301 has first, second, and third portions 310, 312, 314. The first portion 310 and third portion 314 have constant inner diameters. The second portion 312 has an increasing inner diameter area. The plug 308 has first, second, and third portions 326, 327, 328. The first and third portions 326, 328 have a constant outer diameter. The second portion 327 has an increasing outer diameter.

The annulus 302 has mixing, convergence, high shear, divergence, and discharge sections 350, 355, 360, 365, 370 with the corresponding portions of the annulus 302 having the preferred ratios of cross-sectional areas as described for Fig. 1. The mixing section 350 comprises the annular space between the constant inner diameter of the first portion 310 of the casing 301 and the constant outer diameter of the first portion 326 of the plug 308, and has a substantially constant cross-sectional area. Substantially constant means that the effective angle of convergence or divergence of the cross-sectional area is from 0° to about 4°. The convergence section 355 comprises the annular space between the constant inner diameter of the first portion 310 of the casing 301 and the increasing outer diameter of the second portion 327 of the plug 308, and has a converging cross-sectional area with an angle of convergence from about 4° to about 75°, preferably from about 4° to about 45°. The high shear section 360 comprises the annular space between the constant inner diameter of the first portion 310 of the casing 301 and the constant outer diameter of the third portion 328 of the plug 308, and has a substantially constant cross-sectional area. The divergence section 365 comprises the annular space between the increasing inner diameter of the second portion 312 of the casing 301 and the constant outer diameter of the third portion 328 of the plug 308, and has a diverging cross-sectional area with an angle of divergence from about 4° to about 75°, preferably from about 4° to about 63°. The discharge section 370 comprises the annular space between the constant inner diameter of the third portion 314 of the casing 301

and the constant outer diameter third portion 328 of the plug 308, and has a substantially constant cross sectional area.

The polymer cement is introduced through an inlet port 336 into the first portion 301 of the casing 301. The inlet port 336 preferably introduces the polymer cement into an annular space 338 that directs the polymer cement through a slot 340 around the casing 301. The width of the slot 340 can be adjusted to provide the desired pressure drop of at least 10 psi.

In operation of this alternative embodiment, high-pressure steam flows through the first portion 310 of the casing 301 while a polymer cement material is fed through the inlet port 336 in communication with the slot 340 in the casing 301. The steam and polymer cement are mixed together in the mixing section 350 where solvent droplets begin to form due to the shearing effect from the steam. The droplets further form and breakup within the convergence section 355. The mixture accelerates to sonic speed as it flows through the high shear section 360. The high velocity shears or separates the droplets into tiny particles forming a relatively uniform distribution. The sudden enlargement of volume within the divergence section 365 rapidly flashes the solvent thereby separating the cement.

The present invention is based upon the finding that the contactor geometry allows a certain residence time at a high shear rate to produce a polymer product of lowest residual solvent. The high shear annular space in the high velocity sections as well as the length of the diverging sections determine the shear rate and the residence time thereby reducing residual solvent in the polymer product. As the length of the diverging sections is increased, the residence time under shearing conditions is also increased thus allowing more time for the cement de-volatization.

One of the most beneficial characteristics of the above described high shear contactor lies in the low residual solvent and water contents, minimization of steam consumption, as well as the fine particle size of the polymer. The lower the water level, the more easily the polymer is dried. Water is produced by the cement entrained water and the condensation of steam necessary to flash the solvent from the cement. The low residual solvent means that the polymer is less sticky, thus enabling a dry handling method.

Steam represents a large expense in any de-volatilization process. In prior art contactors, the relation of steam to cement has been about 1.2 to 1.5 pounds of steam for every pound of cement. The apparatus of the present invention de-volatizes polymer cement in a near vacuum therefore consuming considerably less steam. For example, steam usage

within the contactor of the present invention is on the order of 0.6 pounds of steam for every pound of cement, a savings of 50 to 60% compared to the prior art.

Bulk density is dependent on particle size and porosity. Bulk density can be measured by taking a known weight of sample polymer and measuring its volume. The smaller the bulk density is, the more porous the polymer is if the particle size distribution is similar. Indeed, bulk density tests performed upon the various samples show that the polymer crumb produced by the contactors of the present invention has a much lower bulk density. The samples of crumb made with the contactors of the present invention had a bulk density of 13.2 lbs/ft^3. The samples made with the prior art contactor resulted in a crumb bulk density of 18 lbs/ft^3. Thus, the contactors of the current invention, shown in Figures 1 and 2, have consistently produced polymer crumb having better porosity and uniform distribution of size than the prior art.

This polymer recovery method together with the method for controlling particle size is useable with any polymer/solvent cement system that can withstand the high temperature steam without decomposing or cross-linking. It is especially good with polyolefin/hydrocarbon cements, polyalkenyl aromatic polymers/inert solvent cements, polyconjugated diene polymer/hydrocarbon cements, copolymers and block-polymers of conjugated diene and alkenyl aromatic hydrocarbons in inert solvents and the hydrogenated and partially hydrogentated derivatives of the above co-polymers and block polymers in inert solvents. The preferred cements are the two and multiblock alpha alkenyl aromatic hydrocarbon/conjugated diene polymers and selectively or totally hydrogenated derivatives of said block polymers preferably dissolved in hydrocarbon solvents having relatively low boiling points such as alkenes, alkanes, arenes, cycloalkenes, or cycloalkanes. These include for example, mixed pentenes, mixed pentanes, cyclohexane, toluene, and mixtures thereof, the only criterion being that the solvent employed in the apparatus and process of the invention have a maximum boiling point such that it is readily vaporized upon contact with steam of a given temperature. The particularly preferred cements are the polystyrene/polybutadiene, polystyrene/polyisoprene, polystyrene/polybutadiene/polystyrene, polystyrene/polyisoprene/polystyrene block copolymers, or their hydrogenated or partially hydrogenated derivatives.

While foregoing is directed to the preferred embodiment of the present invention, other and further embodiments of the invention may be devised without departing from the basic scope thereof, and the scope thereof is determined by the claims that follow.

What is claimed is:

1. A contactor apparatus for separating solvent from a polymer cement comprising:
a first section having an inlet for the polymer cement;
a second section having a converging cross-sectional area;
a third section having a smaller cross-sectional area in comparison to the first section;
a fourth section having a diverging cross-sectional area; and
a discharge section having a larger cross-sectional area in comparison to the third section.

2. The apparatus of claim 1, wherein the second section has an angle of convergence from about 4° to about 75°, and the fourth section has an angle of divergence from about 4° to about 75°.

3. The apparatus of claim 2, wherein the second section has an angle of convergence between about 4° and about 45°, and the fourth section has an angle of divergence between about 4° and about 63°.

4. The apparatus of claim 1, wherein the ratio of cross-sectional areas of the first section to the third section ranges is at least 5:1, and the ratio of cross-sectional areas of the discharge section to the third section is at least 10:1.

5. The apparatus of claim 4, wherein the third section has a ratio of length to diameter of at least 8:1.

6. The apparatus of claim 1, wherein the second section has a decreasing inner diameter and the fourth section has an increasing inner diameter.

7. The apparatus of claim 1, wherein the second section contains a plug having an increasing outer diameter and the fourth section has an increasing inner diameter.

8. The apparatus of claim 1, wherein the inlet for the polymer cement is a slot.

9. A method for separating solvent from a polymer cement in a contactor apparatus comprising:

introducing high pressure steam and the polymer cement into a first section;

mixing the steam and polymer cement in the first section;

flowing the mixture through a second section having a converging cross-sectional area;

forming droplets comprised of the solvent;

flowing the mixture through a third section having a ratio of length to diameter of at least 8:1;

flowing the mixture through a fourth section having a diverging cross-sectional area;

flashing the solvent from the polymer;

flowing the polymer and the solvent through a discharge section; and

separating polymer particles having improved particle size distribution and porosity from the solvent.

10. The method of claim 9, wherein the second section has an angle of convergence from about 4° to about 75°, and the fourth section has an effective angle of divergence from about 4° to about 75°.

11. The method of claim 10, wherein the second section has an angle of convergence between about 4° and about 45°, and the fourth section has an angle of divergence between about 4° and about 63°.

12. The method of claim 10 wherein the ratio of cross-sectional areas of the first section to the third section ranges is at least 5:1, and the ratio of cross-sectional areas of the discharge section to the third section is at least 10:1.

13. The method of claim 12, wherein the polymer cement is introduced through a slot in the first section.

14. The method of claim 9, wherein the second section has a decreasing inner diameter and the fourth section has an increasing inner diameter.

15. The method of claim 9, wherein the second section contains a plug having an increasing outer diameter and the fourth section has an increasing inner diameter.

16. The method of claim 9, wherein the solvent begins to de-volatize in the fourth section.

17. The method of claim 9, wherein the polymer is a conjugated diene polymer or copolymer.

18. The method of claim 9, wherein the polymer particles comprise between about 90% to about 98.5% by weight of the polymer.

19. The method of claim 9, wherein the high pressure steam is about 100 psig to about 350 psig.

20. The method of claim 9, wherein high pressure steam is combined with the polymer cement according to a weight ratio of from 0.4:1 to about 1:1.

FIG. 1

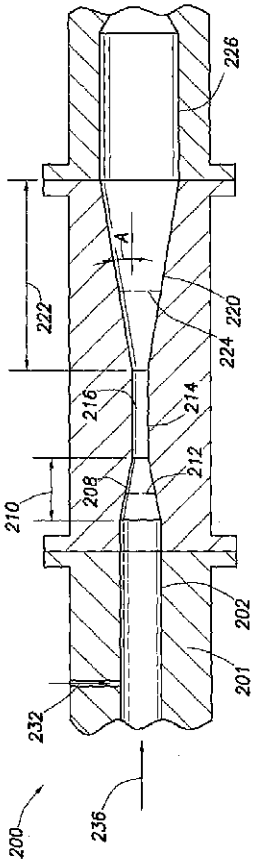
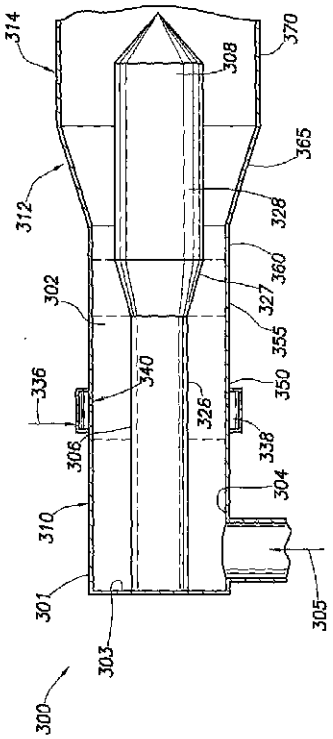

226
A
222
220
224
216
214
212
208
210
202
201
232
236
200

FIG. 2


314
308
370
365
312
328
360
327
302
355
350
336
340
326
338
306
304
310
301
305
303
300

【国際公開パンフレット（コレクトバージョン）】

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau

(43) International Publication Date
6 December 2001 (06.12.2001)

PCT

(10) International Publication Number
WO 01/91877 A3

(51) International Patent Classification⁷: B01D 19/00, C08F 6/00, B01D 3/06, B01F 5/04

(21) International Application Number: PCT/US01/17563

(22) International Filing Date: 31 May 2001 (31.05.2001)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
60/208,183 31 May 2000 (31.05.2000) US

(71) Applicant (*for all designated States except US*): **KRATON POLYMERS RESEARCH, B.V.** [NL/NL]; Badhuisweg 3, NL-1031 CM Amsterdam (NL).

(72) Inventors; and

(75) Inventors/Applicants (*for US only*): **FLORES, Joe, Jerry** [US/US]; 3726 Greenfields Dr., Sugar Land, TX 77479 (US). **JEAN, Rong-Her** [US/US]; 5810 Wilkin's Lane, Sugar Land, TX 77479 (US). **MA, Chin-Yan, George** [US/US]; 16719 Rustic Colony Dr., Sugar Land, TX 77479 (US).

(74) Agent: TACKETT, Keith, M.; Thomason, Moser & Patterson, LLP, 3040 Post Oak Blvd., Suite 1500, Houston, TX 77056 (US).

(81) Designated States (*national*): BR, JP, US.

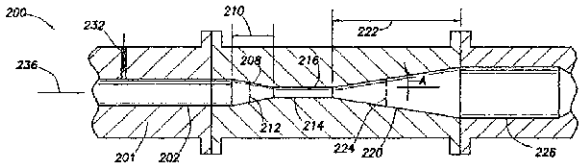
(84) Designated States (*regional*): European patent (BE, DE, ES, FR, GB, IT, NL).

Published:
— *with international search report*
— *before the expiration of the time limit for amending the claims and to be republished in the event of receipt of amendments*

(88) Date of publication of the international search report:
28 March 2002

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

(54) Title: APPARATUS AND METHOD FOR FORMING POLYMER CRUMB



(57) Abstract: Contactor apparatus and method (200) for removing solvent from a polymer cement. The resulting polymer is substantially free of solvent and exhibits improved porosity and more uniform particle size distribution. In one embodiment, a contactor apparatus (200) consists of a cylindrical casing (201) having a high pressure section (202), a convergence section (208) a high velocity section (214) a divergence section (220), and a discharge section (226). The polymer cement is introduced into the high pressure section (202) to significantly and unexpectedly improve solvent removal. The convergence (208) and divergence (220) sections preferably have cross-sectional areas that correspond to an angle from about 4° to about 75°. The polymer cement is mixed with high pressure steam. After converging, the polymer cement forms more uniform droplets due to high shear of steam. In the divergence (220) and discharge (226) sections, the polymer is substantially devolatized.

WO 01/91877 A3

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/US 01/17563

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 B01D19/00 C08F6/00 B01D3/06 B01F5/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 B01D B01F C08F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 3 246 683 A (JAN YAP KIE ET AL) 19 April 1966 (1966-04-19) column 1, line 41 - line 58 column 3, line 72 -column 4, line 34; figure 1	1-6, 9-12,14
X	EP 0 323 646 A (UNION CARBIDE CORP) 12 July 1989 (1989-07-12) column 5, line 42 -column 6, line 4 column 17, line 49 -column 19, line 3; figure 3	1-4,6
X	WO 95 24252 A (DOW CHEMICAL CO) 14 September 1995 (1995-09-14)	9-14
A	page 3, line 1 -page 4, line 23; figure 1	5

-/--

[X] Further documents are listed in the continuation of box C.

[X] Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
28 January 2002

Date of mailing of the international search report
04/02/2002

Name and mailing address of the ISA
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040 Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer
Van Belleghem, W

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/US 01/17563

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 804 145 A (ARNOLD K ET AL) 16 April 1974 (1974-04-16) cited in the application figure 1	7,8,13, 15

2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No
PCT/US 01/17563

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US 3246683	A	19-04-1966	DE	1442866 A1	05-12-1968
			GB	984202 A	24-02-1965
			NL	137124 C	
			NL	281308 A	
EP 0323646	A	12-07-1989	US	4861352 A	29-08-1989
			AT	90005 T	15-06-1993
			BR	8806967 A	29-08-1989
			CA	1339617 A1	06-01-1998
			DE	3881502 D1	08-07-1993
			DE	3881502 T2	23-09-1993
			EP	0323646 A2	12-07-1989
			ES	2040827 T3	01-11-1993
			GR	3008747 T3	30-11-1993
			JP	1297105 A	30-11-1989
			JP	1871849 C	06-09-1994
			JP	5086242 B	10-12-1993
			KR	9301596 B1	06-03-1993
			MX	168329 B	18-05-1993
			US	4931225 A	05-06-1990
WO 9524252	A	14-09-1995	US	5453158 A	26-09-1995
			AU	682254 B2	25-09-1997
			AU	1726195 A	25-09-1995
			CN	1143330 A ,B	19-02-1997
			DE	69501723 D1	09-04-1998
			DE	69501723 T2	15-10-1998
			EP	0749343 A1	27-12-1996
			ES	2113187 T3	16-04-1998
			HK	1004774 A1	04-12-1998
			JP	9509980 T	07-10-1997
			WO	9524252 A1	14-09-1995
US 3804145	A	16-04-1974	BE	768467 A1	14-12-1971
			CA	959615 A1	24-12-1974
			DE	2129472 A1	23-12-1971
			ES	392213 A1	01-02-1974
			FR	2096300 A5	11-02-1972
			GB	1352192 A	08-05-1974
			JP	54017780 B	03-07-1979
			NL	7108154 A ,B.	17-12-1971

フロントページの続き

(74)代理人 100103920
弁理士 大崎 勝真
(72)発明者 フローレス，ジヨー・ジエリー
アメリカ合衆国、テキサス・７７４７９、シユガー・ランド、グリーンフイールズ・ドライブ・３７２６
(72)発明者 ジーン，ロングーハー
アメリカ合衆国、テキサス・７７４７９、シユガー・ランド、ウイルキンズ・レーン・５８１０
(72)発明者 マ，チンーヤン・ジヨージ
アメリカ合衆国、テキサス・７７４７９、シユガー・ランド、ラステイツク・コロニー・ドライブ・１６７１９

Ｆターム(参考) 4J100 AB02P AS02Q AS03Q CA04 CA05 GC02 GC07