

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成 17 年 11 月 24 日 (2005.11.24)

【公開番号】特開 2005-120372 (P2005-120372A)

【公開日】平成 17 年 5 月 12 日 (2005.5.12)

【年通号数】公開・登録公報 2005-018

【出願番号】特願 2004-296440 (P2004-296440)

【国際特許分類第 7 版】

C 08 G 63/88

【F I】

C 08 G 63/88

【手続補正書】

【提出日】平成 17 年 10 月 7 日 (2005.10.7)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

溶融ポリエステルポリマーを、そのポリエステルポリマーの T_g より高い液体媒体温度において、液体媒体中に導入することを含んでなるポリエステルポリマーの結晶化方法。

【請求項 2】

前記ポリエステルポリマーが、添加された全ジオールのモルに基づき、少なくとも 60 モル % のエチレン単位及び添加された全ジカルボン酸のモルに基づき少なくとも 60 モル % のテレフタレート単位又はナフタレート単位を含み、且つ溶融ポリマーの $I_t \cdot V$ が少なくとも 0.55 dL/g である請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記ポリエステルポリマーが、アルキレンテレフタレート以外の反復単位 40 % 又はそれ以下で改質されたポリアルキレンテレフタレートホモポリマー又はコポリマーを含む請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記溶融ポリエステルポリマーを溶融相重縮合法で製造し、そして前記溶融ポリエステルポリマーがその T_g 未満の温度に低下する前に溶融相から液体媒体中に導入し、且つ前記溶融ポリエステルポリマーの $I_t \cdot V$ が少なくとも 0.55 dL/g である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項 に記載の方法。

【請求項 5】

前記液体媒体が水を含む請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項 に記載の方法。

【請求項 6】

前記液体媒体がポリアルキレングリコールを含む請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項 に記載の方法。

【請求項 7】

$I_t \cdot V$ が少なくとも 0.55 dL/g の結晶化ポリエステルポリマーを液体媒体から分離する方法であって、溶融ポリエステルポリマーを前記ポリマーの T_g より高い温度を有する熱液体媒体中で結晶化させて結晶化ポリエステルポリマーを形成せしめ、前記液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力下で前記熱液体媒体から前記結晶化ポリマーを分離し、且つ分離前の結晶化ポリマーに対して、前記熱液体媒体の温度より温度が低い冷液体流を送ることを含んでなる方法。

【請求項 8】

熱液体媒体の温度が少なくとも 130 であり、前記ポリエステルポリマーがポリエチレンテレフタレートポリマー又はコポリマーを含む請求項 7に記載の方法。

【請求項 9】

前記結晶化ポリエステルポリマーが分離装置に向かう流れを有し、且つ冷液体媒体が結晶化ポリエステルポリマーの流れの方向に対して向流として進む請求項 7 又は 8に記載の方法。

【請求項 10】

結晶化ポリエステルポリマーの小球から前記熱液体媒体を分離し、その後に小球間の細隙に残留熱液体媒体が残留し、且つ前記冷液体が、残留熱液体媒体を含む小球に向けて送られて、前記残留熱液体媒体の少なくとも一部が、分離前の小球間の細隙から排除される請求項 7 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

a) 溶融ポリエステルポリマーを、ダイを通して送り；そして

b) 前記溶融ポリエステルポリマーの温度がその T_g 未満に低下する前に、最初に、液体媒体温度がポリエステルポリマーの T_g よりも高い時に前記溶融ポリエステルを液体媒体と接触させ、そして前記溶融ポリエステルポリマーを結晶化させることを含んでなる溶融ポリエステルポリマーの結晶化方法。

【請求項 12】

前記溶融ポリエステルポリマーが、ポリエチレンテレフタレート又はナフタレンホモポリマー若しくはコポリマーであり、少なくとも 0.55 の I_t・V₁ を有する請求項 11に記載の方法。

【請求項 13】

a) 溶融ポリエステルポリマーを、ダイを通して送り；

b) 前記溶融ポリエステルポリマーの温度がその T_g 未満に低下する前に、少なくとも 10% の結晶化度を有する結晶化ポリエステルポリマーを生成するのに十分な時間、前記溶融ポリエステルを、前記ポリエステルポリマーの T_g よりも高い液体媒体温度の液体媒体と接触させ；次いで

c) 前記液体媒体の蒸気圧に等しいかそれ以上の圧力で、前記結晶化ポリスチレンポリマーを前記液体媒体から分離することを含んでなるポリエステルポリマーの結晶化方法。

【請求項 14】

前記溶融ポリエステルポリマーが、ポリエチレンテレフタレート又はナフタレンホモポリマー若しくはコポリマーであり、少なくとも 0.55 dL/g の I_t・V₁ を有する請求項 13に記載の方法。

【請求項 15】

液体媒体の蒸気圧又はそれ以上の圧力で少なくとも 0.55 dL/g の I_t・V₁ を有する結晶化ポリマーを前記液体媒体から分離し；分離された結晶化ポリエステルポリマーを乾燥させ；そして分離後であって乾燥前に、分離された結晶化ポリエステルポリマーに対して、前記分離結晶化ポリエステルポリマーの温度よりも低い温度の冷液体流を送ることを含んでなるポリエステルポリマーを液体媒体から分離する方法。

【請求項 16】

液体媒体供給材料にポリエステルポリマーを導入し、前記液体媒体中でポリマーを結晶化させ、前記ポリマーを前記液体媒体から分離し、分離ポリマー上又はその周囲の残留液体媒体を乾燥機中で除去し、そして乾燥機から除去された液体媒体の少なくとも一部分を液体媒体供給材料に又は液体媒体供給材料として再循環させることを含んでなるポリエステルポリマーの結晶化方法。

【請求項 17】

I_t・V₁ が少なくとも 0.55 dL/g の溶融ポリエステルポリマーとして前記ポリエステルポリマーを導入する請求項 16に記載の方法。

【請求項 18】

前記液体媒体温度が 100 より高い請求項 17 又は 18 に記載の方法。

【請求項 19】

前記ポリエステルポリマーが、添加された全ジオールのモルに基づき、少なくとも 60 モル%のエチレン単位及び、添加されたジカルボン酸のモルに基づき、少なくとも 60 モル%のテレフタレート単位若しくはナフタレート単位を含む請求項 17 又は 18 に記載の方法。

【請求項 20】

前記液体媒体が水を含む請求項 17 ~ 19 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 21】

前記ペレットが 0.7 ~ 1.15 dL / g の範囲の $I_t \cdot V$ を有する請求項 17 ~ 20 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 22】

前記晶析装置が少なくとも 15 : 1 のアスペクト比を有する管を含む請求項 17 ~ 21 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 23】

ポリエステルポリマーを液体媒体供給材料に導入し、前記液体媒体中において前記ポリマーを結晶化させ、前記ポリマーと前記液体媒体を互いに分離し、そして分離された液体媒体の少なくとも一部を液体媒体供給材料に又は液体媒体供給材料として送ることを含んでなるポリエステルポリマーの結晶化方法。

【請求項 24】

前記ポリエステルポリマーが、エチレンテレフタレート以外の 1 種又はそれ以上の反復単位 40 % 又はそれ以下で改質されたポリエチレンテレフタレート若しくはナフタレンホモポリマー又はコポリマーを含む請求項 23 に記載の方法。

【請求項 25】

前記溶融ポリエステルポリマーに結晶化を引き起こすのに十分な液体媒体温度の液体媒体と $I_t \cdot V$ が 0.70 dL / g 又はそれ以上の溶融ポリエステルポリマーとを接触させ、前記溶融結晶化ポリマーを冷却してペレットにし、固体状態においてペレットの分子量を増加させずにペレットを単離し、そしてペレットを溶融加工して造形品にする製品の製造方法。

【請求項 26】

d) 溶融ポリエステルポリマーから結晶化されたポリエステルペレットを乾燥させ；

e) 乾燥されたペレットを押出ゾーンにて導入して、溶融 PET ポリマーを形成させ；
そして

f) 押出された溶融 PET ポリマーからシート、ストランド、繊維又は成形品を形成させることを含んでなるペレットから成形品又はシートを製造する方法。

【請求項 27】

a) 溶融ポリエステルポリマーをダイを通して送り、そして

b) 前記溶融ポリエステルポリマーの温度がその T_g 未満に低下する前に、

i) カッターを用いてポリマーを小球に切断し；

ii) 前記小球を、前記ポリエステルポリマーの T_g より高い液体媒体温度の液体媒体流と接触させて、スラリー流を形成し；

iii) 前記スラリー流をカッターから晶析装置に向けて送り、小球に少なくとも 10 % の結晶化度を与えるのに十分な時間、小球を結晶化ゾーン中において液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力下に滞留させることによって結晶化小球を形成し；そして

c) 分離装置中、前記液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力下で、結晶化された小球又は得られたペレットを前記液体媒体から分離して、結晶化ポリエステルポリマー流及び分離液体媒体流 [i) 工程 b ii) の液体媒体流の供給源の少なくとも一部がこの分離液体媒体流であり；且つ ii) この結晶化ポリエステルポリマー流が、結晶化ポリマー上又は結晶化ポリマー中の残留液体の少なくとも一部を除去するために乾燥機に送られる] を形成することを含んでなるポリエステルポリマーの結晶化方法。

【請求項 28】

いずれも、入口及び出口を有するハウジング内に含まれる、カッターに向けて配置された内面を有するダイプレートを含み、第一の温度を有する熱液体媒体流を入口を通して連続的に送って、出口から出し、且つ第一の温度よりも低い第二の温度を有する冷液体媒体流をハウジング中に連続的に送ることを含んでなる溶融ポリエステルポリマーを流体下で切断する方法。

【請求項 29】

液体媒体中の溶融ポリエステルポリマーの流れをアスペクト比 L/D が少なくとも 1.5 : 1 の管を通して送ることを含み、前記溶融ポリエステルポリマーを前記ポリエステルポリマーの T_g より高温の液体媒体温度において管内で結晶化させる管中の溶融ポリエステルポリマーの熱結晶化方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0145

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0145】

以上の通り、本発明に従えば、ポリエチレンテレフタレートのような溶融ポリエステルポリマーを短時間かつ小エネルギー消費で液体媒体中から結晶化させることができるので、製品コストを低下させることができ、飲料又は食品容器用として或いはその他の用途としての利用性が極めて高い。

以下に本発明の好ましい態様を列挙する。

1. 溶融ポリエステルポリマーを、そのポリエステルポリマーの T_g より高い液体媒体温度において、液体媒体中に導入することを含んでなるポリエステルポリマーの結晶化方法。

2. 前記液体媒体温度が 100 以上より高い態様 1 に記載の方法。

3. 前記液体媒体温度が 130 以上より高い態様 2 に記載の方法。

4. 前記液体媒体温度が 140 ~ 180 である態様 3 に記載の方法。

5. 前記ポリエステルポリマーが、添加された全ジオールのモルに基づき、少なくとも 60 モル % のエチレン単位及び添加された全ジカルボン酸のモルに基づき少なくとも 60 モル % のテレフタレート単位又はナフタレート単位を含み、且つ溶融ポリマーの $I_t \cdot V$ が少なくとも 0.55 dL/g である態様 1 に記載の方法。

6. 前記ポリエステルポリマーが、アルキレンテレフタレート以外の反復単位 40 % 又はそれ以下で改質されたポリアルキレンテレフタレートホモポリマー又はコポリマーを含む態様 1 に記載の方法。

7. 前記溶融ポリエステルポリマーを溶融相重縮合法で製造し、そして前記溶融ポリエステルポリマーがその T_g 未満の温度に低下する前に溶融相から液体媒体中に導入し、且つ前記溶融ポリエステルポリマーの $I_t \cdot V$ が少なくとも 0.55 dL/g である態様 1 に記載の方法。

8. 固体ポリエステルペレットを 190 以上より高い温度に加熱することによって前記溶融ポリエステルポリマーを得、次いで、得られた溶融ポリエステルポリマーを、その温度がそのポリマーの T_g 未満まで低下する前に、液体媒体と接触させる態様 1 に記載の方法。

9. 前記溶融ポリエステルポリマーを、押出機中で、押出機ノズルで測定した温度が 190 又はそれ以上でダイを通して押出する態様 1 に記載の方法。

10. 前記溶融ポリエステルポリマーを、ダイを通して送り、次いで、ダイから出る際に溶融ポリエステルポリマーを切断する態様 1 に記載の方法。

11. 前記溶融ポリエステルポリマーが液体媒体において流体下で切断され、そして前記溶融ポリエステルポリマーの $I_t \cdot V$ が少なくとも 0.55 である態様 1 に記載の方法。

12. 前記溶融ポリエステルポリマーを流体下で切断して小球にする態様11に記載の方法。

13. 前記溶融ポリエステルポリマーが最初に液体媒体に接触する時の液体媒体温度が前記ポリエステルポリマーの T_g より高く、そして前記溶融ポリエステルの $I_t \cdot V$ が少なくとも0.55である態様1に記載の方法。

14. 前記溶融ポリエステルポリマーが、最初に、前記ポリエステルポリマーの T_g 未満の温度の液体媒体に接触し、そして前記溶融ポリエステルの温度が前記ポリエステルポリマーの T_g 未満に低下する前は、前記液体媒体の温度が前記ポリエステルポリマーの T_g より高い態様1に記載の方法。

15. 前記溶融ポリエステルポリマーを、前記ポリエステルポリマーの温度が少なくとも190である時に、流体下で切断する態様1に記載の方法。

16. $I_t \cdot V$ が少なくとも0.55 dL/gの溶融ポリエステルポリマーをダイプレートを通して送り、そしてカッターブレードとダイプレートの表面が液体媒体と接触するように液体媒体ゾーンに配置されたカッターを用いて、ダイから出た前記溶融ポリエステルポリマーを切断することを含む態様1に記載の方法。

17. 前記方法が入口と出口を含むハウジング中に配置されたダイプレート及びカッターを含む液体媒体ゾーン並びに入口を通してハウジング中に入る液体媒体の流れを含み； $I_t \cdot V$ が少なくとも0.55 dL/gの溶融ポリエステルポリマーがダイプレートを通して送られ、カッター上のカッターブレードで切断されて小球を形成し、そして液体媒体流の推進力によって小球としてハウジングの出口まで送られる態様1に記載の方法。

18. ハウジングの入口における前記液体媒体の温度がハウジングの出口を超えた液体媒体の温度よりも低い態様17に記載の方法。

19. ハウジングの入口及び出口の液体媒体の温度がポリエステルポリマーの T_g より高い態様17に記載の方法。

20. 前記溶融ポリエステルポリマーを流体下で切断する態様17に記載の方法。

21. 前記方法が、前記溶融ポリエステルポリマーをダイプレートを通して送り、そしてダイから出る際に溶融ポリエステルポリマーを流体下でカッターによって切断することを含み；カッター及びダイプレートの内面が、ポリエステルポリマーの T_g よりも高い液体媒体温度の熱液体媒体流が供給されるハウジング内に、含まれ、そして液体媒体が本質的に水である態様1に記載の方法。

22. 前記液体媒体の温度が140～180である態様21に記載の方法。

23. 前記溶融ポリエステルポリマーに少なくとも15%の結晶化度を与えるのに十分な時間、前記溶融ポリエステルポリマーを前記ポリエステルポリマーの T_g より高い液体媒体温度の液体媒体中に滞留させることを含む態様1に記載の方法。

24. 前記結晶化度が25%より高い態様23に記載の方法。

25. 前記液体媒体が水を含む態様1に記載の方法。

26. 前記液体媒体がポリアルキレングリコールを含む態様1に記載の方法。

27. 溶融ポリエステルと接触する液体媒体の温度が1気圧における液体媒体の沸点よりも高い態様1に記載の方法。

28. 液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれより高い液体媒体の圧力において、液体媒体中で溶融ポリエステルポリマーを結晶化させることを含む態様1に記載の方法。

29. 25 psiaより高い液体媒体に対する圧力を含んでなる態様1に記載の方法。

30. 52～145 psiaの圧力を含む態様29に記載の方法。

31. 前記液体媒体が溶融ポリエステルポリマーから得られた小球を液面下に沈める流れを有する態様1に記載の方法。

32. 20%又はそれ以上の結晶化度を得るための、溶融ポリエステルポリマー又は溶融ポリエステルポリマーから作られた小球の液体媒体中での滞留時間が、10分又はそれ以下である態様1に記載の方法。

33. 前記結晶化度が4分又はそれ以下の滞留時間において30%又はそれ以上である態様32に記載の方法。

34. 前記結晶化度が40%又はそれ以上である態様32に記載の方法。

35. 前記液体媒体温度が140～180であり、そして25%又はそれ以上の結晶化度を得る滞留時間が0秒超～約8分又はそれ以下である態様32に記載の方法。

36. 機械的回転による攪拌を用いずに結晶化を実施する態様1に記載の方法。

37. 結晶化されたポリエステルポリマー又は得られたペレットを含む液体媒体に液体媒体温度より低温の液体供給材料を導入することを含む態様1に記載の方法。

38. 溶融ポリエステルポリマーを液体媒体中で結晶化し、次いで、液体媒体温度をポリエステルポリマーのT_gより高温としながら、結晶化された溶融ポリマーポリエステルから液体媒体を分離することを含む態様1に記載の方法。

39. 前記液体媒体から分離後の結晶化溶融ポリエステルポリマー又は得られたペレット上に冷液体流を送ることを含み、前記冷液体流が結晶化溶融ポリエステルポリマー又は得られたペレットの温度より低い温度を有する態様38に記載の方法。

40. 液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力で溶融ポリエステルポリマーを結晶化させ、次いで得られた結晶化溶融ポリエステル又はペレットを減圧し、次いで前記液体媒体から前記ポリマー又はペレットを分離することを含む態様1に記載の方法。

41. 液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力で溶融ポリエステルポリマーを結晶化させ、次いで分離直前に液体に対する圧力を実質的に低下させることなく、前記液体媒体からポリマー又はペレットを分離することを含む態様1に記載の方法。

42. 分離前の液体媒体に対する圧力を1気圧超にししながら、得られた結晶化溶融ポリエステルポリマー又はペレットから液体媒体を分離することを含む態様1に記載の方法。

43. 前記ポリエステルポリマーのI_t・V_gが0.70dL/g又はそれ以上であり、前記液体媒体が水を含み、溶融ポリエステルポリマーが水中で切断され、そして結晶化ポリエステルポリマーが水の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力で水から分離される態様1に記載の方法。

44. 回転弁又はデュアル・ナイフゲート弁によって、液体媒体の蒸気圧又はそれ以上の圧力で液体媒体から結晶化溶融ポリエステルポリマー又はペレットを分離する態様1に記載の方法。

45. I_t・V_gが少なくとも0.55dL/gの結晶化ポリエステルポリマーを液体媒体から分離する方法であって、溶融ポリエステルポリマーを前記ポリマーのT_gより高い温度を有する熱液体媒体中で結晶化させて結晶化ポリエステルポリマーを形成せしめ、前記液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力で前記熱液体媒体から前記結晶化ポリマーを分離し、且つ分離前の結晶化ポリマーに対して、前記熱液体媒体の温度より温度が低い冷液体流を送ることを含んでなる方法。

46. 熱液体媒体の温度が少なくとも130であり、前記ポリエステルポリマーがポリエチレンテレフタレートポリマー又はコポリマーを含む態様45に記載の方法。

47. 前記結晶化ポリエステルポリマーが分離装置に向かう流れを有し、且つ冷液体媒体が結晶化ポリエステルポリマーの流れの方向に対して向流として進む態様45に記載の方法。

48. 結晶化ポリエステルポリマーの小球から前記熱液体媒体を分離し、その後に小球間の細隙に残留熱液体媒体が残留し、且つ前記冷液体が、残留熱液体媒体を含む小球に向けて送られて、前記残留熱液体媒体の少なくとも一部が、分離前の小球間の細隙から排除される態様45に記載の方法。

49. 結晶化ポリエステルポリマーの小球から前記熱液体媒体を分離し、その後に、分離装置に向かって進む小球間の細隙内部に残留熱液体媒体が残され、且つ残留熱液体媒体を含む小球に向けて送られた冷液体が、冷液体流の不存在下で分離される熱液体媒体の量に比較して多い量の熱液体媒体を分離するのに有効な流量を有する態様45に記載の方法。

50. a) 溶融ポリエステルポリマーを、ダイを通して送り；そして

b) 前記溶融ポリエステルポリマーの温度がそのT_g未満に低下する前に、最初に、液体媒体温度がポリエステルポリマーのT_gよりも高い時に前記溶融ポリエステルを液体媒

体と接触させ、そして前記溶融ポリエステルポリマーを結晶化させることを含んでなる溶融ポリエステルポリマーの結晶化方法。

51. 接触時の溶融ポリエステルポリマーの温度が液体媒体の温度よりも高い態様50に記載の方法。

52. 前記溶融ポリエステルポリマーが、ポリエチレンテレフタレート又はナフタレンホモポリマー若しくはコポリマーであり、少なくとも0.55のI t . V.を有する態様51に記載の方法。

53. 前記液体媒体の温度が少なくとも130である態様52に記載の方法。

54. a) 溶融ポリエステルポリマーを、ダイを通して送り；

b) 前記溶融ポリエステルポリマーの温度がそのT g未満に低下する前に、少なくとも10%の結晶化度を有する結晶化ポリエステルポリマーを生成するのに十分な時間、前記溶融ポリエステルの、前記ポリエステルポリマーのT gよりも高い液体媒体温度の液体媒体と接触させ；次いで

c) 前記液体媒体の蒸気圧に等しいかそれ以上の圧力で、前記結晶化ポリエステルポリマーを前記液体媒体から分離することを含んでなるポリエステルポリマーの結晶化方法。

55. 前記溶融ポリエステルポリマーが、ポリエチレンテレフタレート又はナフタレンホモポリマー若しくはコポリマーであり、少なくとも0.55 d L / gのI t . V.を有する態様54に記載の方法。

56. 前記液体媒体の温度が少なくとも130である態様55に記載の方法。

57. 分離された結晶化ポリエステルポリマーを乾燥機に供給して、ポリマーから残留水分を除去する態様54に記載の方法。

58. 分離前の溶融ポリエステルポリマーに向けて冷液体流を送ることを含み、前記冷液体の温度が液体媒体の温度よりも低い態様54に記載の方法。

59. 分離された結晶化ポリエステルポリマーを乾燥させ、且つ分離後であって乾燥前の結晶化ポリエステルポリマーに向けて低温液体流を送ることを含んでなり、前記低温液体の温度が分離された結晶化ポリエステルポリマーの温度よりも低い態様55に記載の方法。

60. 液体媒体の蒸気圧又はそれ以上の圧力で少なくとも0.55 d L / gのI t . V.を有する結晶化ポリマーを前記液体媒体から分離し；分離された結晶化ポリエステルポリマーを乾燥させ；そして分離後であって乾燥前に、分離された結晶化ポリエステルポリマーに対して、前記分離結晶化ポリエステルポリマーの温度よりも低い温度の冷液体流を送ることを含んでなるポリエステルポリマーを液体媒体から分離する方法。

61. 前記ポリマーが少なくとも20%の結晶化度を有する態様59に記載の方法。

62. 液体媒体供給材料にポリエステルポリマーを導入し、前記液体媒体中でポリマーを結晶化させ、前記ポリマーを前記液体媒体から分離し、分離ポリマー上又はその周囲の残留液体媒体を乾燥機中で除去し、そして乾燥機から除去された液体媒体の少なくとも一部分を液体媒体供給材料に又は液体媒体供給材料として再循環させることを含んでなるポリエステルポリマーの結晶化方法。

63. ポリエステルポリマーを液体媒体供給材料に導入し、前記液体媒体中において前記ポリマーを結晶化させ、前記ポリマーと前記液体媒体を互いに分離し、そして分離された液体媒体の少なくとも一部を液体媒体供給材料に又は液体媒体供給材料として送ることを含んでなるポリエステルポリマーの結晶化方法。

64. I t . V. が少なくとも0.55 d L / gの溶融ポリエステルポリマーとして前記ポリエステルポリマーを導入する態様62に記載の方法。

65. 前記ポリエステルポリマーが、エチレンテレフタレート以外の1種又はそれ以上の反復単位40%又はそれ以下で改質されたポリエチレンテレフタレート若しくはナフタレンホモポリマー又はコポリマーを含む態様63に記載の方法。

66. 前記液体媒体温度が少なくとも130である態様64に記載の方法。

67. 前記溶融ポリエステルポリマーに結晶化を引き起こすのに十分な液体媒体温度の液体媒体とI t . V. が0.70 d L / g又はそれ以上の溶融ポリエステルポリマーとを

接触させ、前記溶融結晶化ポリマーを冷却してペレットにし、固体状態においてペレットの分子量を増加させずにペレットを単離し、そしてペレットを溶融加工して造形品にする製品の製造方法。

68. 前記液体媒体温度が100より高い態様66に記載の方法。

69. 前記液体媒体温度が140～180である態様67に記載の方法。

70. 前記ポリエステルポリマーが、添加された全ジオールのモルに基づき、少なくとも60モル%のエチレン単位及び、添加されたジカルボン酸のモルに基づき、少なくとも60モル%のテレフタレート単位若しくはナフタレート単位を含む態様66に記載の方法。

71. 押出機において190又はそれ以上の温度(押出機ノズルにおいて測定)において前記溶融ポリエステルポリマーをダイから押出する態様66に記載の方法。

72. 前記溶融ポリエステルポリマーを流体下で切断する態様66に記載の方法。

73. 前記液体媒体が水を含む態様71に記載の方法。

74. 前記溶融ポリエステルポリマーに少なくとも25%の結晶化度を与えるのに十分な時間、前記ポリエステルポリマーのTgより高い液体媒体温度の液体媒体中に前記溶融ポリエステルポリマーを滞留させることを含む態様66に記載の方法。

75. 液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれより高い、液体媒体上の圧力において、液体媒体中で溶融ポリエステルポリマーを結晶化させることを含む態様66に記載の方法。

76. 25psiaより高い、液体媒体上の圧力を含む態様74に記載の方法。

77. 溶融ポリエステルポリマーを、前記溶融ポリエステルポリマーに少なくとも20%の重合度を与えるのに十分な時間、前記溶融ポリエステルポリマーを管中で結晶化させることを含み、前記溶融ポリエステルポリマーが管中において液体媒体と同一方向に流れる態様66に記載の方法。

78. 20%又はそれ以上の結晶化度を得るための、溶融ポリエステルポリマー又は溶融ポリエステルポリマーから作られた小球の液体媒体中の滞留時間が10分又はそれ以下である態様66に記載の方法。

79. 前記結晶化度が4分又はそれ以下の滞留時間において30%又はそれ以上である態様32に記載の方法。

80. 機械的回転による攪拌を用いずに結晶化を実施する態様66に記載の方法。

81. d) 溶融ポリエステルポリマーから結晶化されたポリエステルペレットを乾燥させ;

e) 乾燥されたペレットを押出ゾーンにて導入して、溶融PETポリマーを形成させ;そして

f) 押出された溶融PETポリマーからシート、ストランド、繊維又は成形品を形成させることを含んでなるペレットから成形品又はシートを製造する方法。

82. 前記ペレットが0.7～1.15dL/gの範囲のIt.V.を有する態様80に記載の方法。

83. 乾燥ゾーン中で少なくとも140のゾーン温度において前記ペレットを乾燥させる態様80に記載の方法。

84. 乾燥ゾーン中のペレットの滞留時間が0.50～16時間の範囲である態様80に記載の方法。

85. 乾燥ゾーン中の温度が140～180である態様80に記載の方法。

86. 前記PETペレットが25～50%の範囲の平均結晶化度を有する態様80に記載の方法。

87. 乾燥温度より40又はそれ以上低い温度において前記溶融ポリエステルポリマーを結晶化させる態様80に記載の方法。

88. ボトルプレフォームを形成することを含む態様80に記載の方法。

89. 熱成形可能なシートを形成することを含む態様80に記載の方法。

90. a) 溶融ポリエステルポリマーをダイを通して送り、そして

b) 前記溶融ポリエステルポリマーの温度がそのTg未満に低下する前に、

i) カッターを用いてポリマーを小球に切断し；

i i) 前記小球を、前記ポリエステルポリマーの T_g より高い液体媒体温度の液体媒体流と接触させて、スラリー流を形成し；

i i i) 前記スラリー流をカッターから晶析装置に向けて送り、小球に少なくとも 10 % の結晶化度を与えるのに十分な時間、小球を結晶化ゾーン中において液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力下に滞留させることによって結晶化小球を形成し；そして

c) 分離装置中、前記液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力下で、結晶化された小球又は得られたペレットを前記液体媒体から分離して、結晶化ポリエステルポリマー流及び分離液体媒体流 [i) 工程 b i i) の液体媒体流の供給源の少なくとも一部がこの分離液体媒体流であり；且つ i i) この結晶化ポリエステルポリマー流が、結晶化ポリマー上又は結晶化ポリマー中の残留液体の少なくとも一部を除去するために乾燥機に送られる] を形成することを含んでなるポリエステルポリマーの結晶化方法。

9 1 . ダイが液体媒体に面する内面を有し、溶融ポリマーがポリマーがオリフィスを出る時にカッターブレードで切断され、そしてカッターブレード及びダイプレートの内面の少なくとも一部分が液体媒体と接触している態様 8 9 に記載の方法。

9 2 . 前記液体媒体が水を含む態様 8 9 に記載の方法。

9 3 . 前記液体媒体流が 1 ~ 8 f t / s の液体速度を有する態様 8 9 に記載の方法。

9 4 . 前記晶析装置が少なくとも 15 : 1 のアスペクト比を有する管を含む態様 8 9 に記載の方法。

9 5 . 晶析装置中の液体媒体温度が 100 ~ 190 である態様 8 9 に記載の方法。

9 6 . 晶析装置内のスラリーに対する圧力が 14 . 9 ~ 300 p s i a である態様 8 9 に記載の方法。

9 7 . 晶析装置が長さ 120 ~ 9600 f t、直径 4 ~ 8 インチの管を含む態様 8 9 に記載の方法。

9 8 . スラリーが前記管中を 30 秒 ~ 15 分間流れる態様 9 6 に記載の方法。

9 9 . 分離装置中の液体媒体レベルが分離装置内の少なくとも小球蓄積レベルまでである態様 8 9 に記載の方法。

100 . 分離装置内の圧力が晶析装置内の圧力と実質的に同じである態様 8 9 に記載の方法。

101 . 前記液体媒体の一部を分離装置から排出し、分離装置中の液体媒体温度未満に冷却し、次いで工程 b i i) の液体媒体流に供給する態様 8 9 に記載の方法。

102 . 乾燥機からの残留液体の少なくとも一部分を工程 b i i) の液体媒体流に再循環する態様 8 9 に記載の方法。

103 . 分離装置中で低温液体流を小球と接触させることを含み、前記低温液体が分離装置中の液体媒体より低い温度を有する態様 8 9 に記載の方法。

104 . 冷液体供給源に乾燥機中で除去された残留液体の少なくとも一部を再循環することを含む態様 102 に記載の方法。

105 . 冷液体流を、分離後で且つ乾燥機に入る前の結晶化ポリマー流と接触させることを含み、前記冷液体が結晶化ポリマー温度より低い温度を有する態様 8 9 に記載の方法。

106 . 低温液体供給源に乾燥機中で除去された残留液体の少なくとも一部を再循環することを含む態様 104 に記載の方法。

107 . いずれも、入口及び出口を有するハウジング内に含まれる、カッターに向けて配置された内面を有するダイプレートを含み、第一の温度を有する熱液体媒体流を入口を通して連続的に送って、出口から出し、且つ第一の温度よりも低い第二の温度を有する冷液体媒体流をハウジング中に連続的に送ることを含んでなる溶融ポリエステルポリマーを流体下で切断する方法。

108 . 冷液体媒体流をハウジング中の熱液体媒体を通してハウジング中に送り、そしてダイプレートの内面、カッター又はその両者に衝突し、ハウジング内の熱媒体流と冷液体媒体流が互いに接触する態様 90 に記載の方法。

109. 液体媒体中の溶融ポリエステルポリマーの流れをアスペクト比 L/D が少なくとも 15 : 1 の管を通して送ることを含み、前記溶融ポリエステルポリマーを前記ポリエステルポリマーの T_g より高温の液体媒体温度において管内で結晶化させる管中の溶融ポリエステルポリマーの熱結晶化方法。

110. 1 気圧における液体媒体の沸点より高い液体媒体温度において前記管中で前記溶融ポリエステルポリマーを結晶化させる態様 108 に記載の方法。

111. 少なくとも 140 の液体媒体温度において前記管中で前記溶融ポリエステルポリマーを結晶化させる態様 108 に記載の方法。

112. 管内の溶融ポリエステルポリマー及び液体媒体が液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力下にある態様 108 に記載の方法。

113. 前記管が少なくとも 25 : 1 のアスペクト比 L/D を有し、溶融ポリエステルポリマーが前記管内で少なくとも 140 の液体媒体温度において結晶化され、前記管内の溶融ポリエステルポリマー及び液体媒体が前記液体媒体の蒸気圧に等しいか又はそれ以上の圧力下にあり、且つ前記溶融ポリエステルポリマーが管内で少なくとも 20 % の結晶化度まで結晶化される態様 108 に記載の方法。

114. 前記固体溶融ポリエステルポリマーを前記管内で少なくとも 30 % の結晶化度まで結晶化することを含む態様 108 に記載の方法。

115. 前記溶融ポリエステルポリマーを管中に投入し、そして前記管中で 15 分又はそれ以下で少なくとも 30 % の結晶化度まで前記溶融ポリエステルポリマーを結晶化することを含む態様 108 に記載の方法。

116. 8 分又はそれ以下で結晶化することを含む態様 114 に記載の方法。

117. 前記管が、機械的回転パドル、インライン・ミキサー、せき又はじゃま板を有しない態様 108 に記載の方法。

118. 管内部の液体流速が 1 ~ 8 ft / s である態様 108 に記載の方法。