

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5254781号

(P5254781)

(45) 発行日 平成25年8月7日(2013.8.7)

(24) 登録日 平成25年4月26日(2013.4.26)

(51) Int.Cl.

F I

C O S G 63/78 (2006.01)

C O S G 63/78

請求項の数 25 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2008-510049 (P2008-510049)	(73) 特許権者	594055158
(86) (22) 出願日	平成18年4月25日 (2006.4.25)		イーストマン ケミカル カンパニー
(65) 公表番号	特表2008-540735 (P2008-540735A)		アメリカ合衆国 37660 テネシー州
(43) 公表日	平成20年11月20日 (2008.11.20)		キングスポート ウイルコックス ドラ
(86) 国際出願番号	PCT/US2006/015771		イブ サウス 200
(87) 国際公開番号	W02006/121616	(74) 代理人	100099759
(87) 国際公開日	平成18年11月16日 (2006.11.16)		弁理士 青木 篤
審査請求日	平成21年3月24日 (2009.3.24)	(74) 代理人	100077517
(31) 優先権主張番号	11/122,376		弁理士 石田 敬
(32) 優先日	平成17年5月5日 (2005.5.5)	(74) 代理人	100087413
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 古賀 哲次
		(72) 発明者	ヨーント, トーマス ロイド
			アメリカ合衆国, テネシー 37664,
			キングスポート, ノーラ レーン 320
			8

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 堅型段階式重合反応器用バッフルアセンブリモジュール

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリマー溶融物から遊離された蒸気の逃散を可能にするように適合された、複数の側面開口部を有する支持構造体並びに

支持構造体内に配置された、ポリマー流を細分割するための供給物スプリッター及び2個又はそれ以上の垂直に配置されたバッフルの列を含んでなり、

2個又はそれ以上の垂直に配置された列が、最高に配置された列、最低に配置された列及び任意的な中間に配置された1個又はそれ以上の列を有し、2個又はそれ以上の垂直に配置された列のそれぞれの列が複数のバッフルを含み、その複数のバッフルが、ポリマー溶融物が複数のバッフルの1個のバッフルに接触したとき、ポリマー溶融物が重力下で下方向に移動するように角度を付けられ、同じ方向に傾いており、そして最低に配置された列以外の、2個又はそれ以上の垂直に配置された列のそれぞれの列が、ポリマー溶融物を、より低い垂直に隣接する列に輸送するように適合されている高い粘度を有するポリマー溶融物を重合するための、堅型重力流駆動重合反応器用のモジュール式アセンブリ。

【請求項 2】

2個又はそれ以上の垂直に配置された列のそれぞれの列が複数の平行なバッフルを含む請求項1に記載のアセンブリ。

【請求項 3】

単一の列内の複数のバッフルのそれぞれのバッフルの間の距離が、定常状態運転の間に、ポリマー溶融物がアセンブリを貫通して流れるとき、ポリマー溶融物が水平に隣接する

バッフルの間の距離の少なくとも 10% の厚さである請求項 1 に記載のアセンブリ。

【請求項 4】

複数のバッフルのそれぞれのバッフルが、水平面から測定したとき、10～80度の角度で配置されている請求項 1 に記載のアセンブリ。

【請求項 5】

2 個又はそれ以上の垂直に配置された列のそれぞれの列が 8～60 個のバッフルを含む請求項 1 に記載のアセンブリ。

【請求項 6】

垂直に配置された列が複数のバッフルを含み、1 列内の複数のバッフルのそれぞれのバッフルが 2.54～25.4 cm (1～10 インチ) の最小距離で分離されている請求項 1 に記載のアセンブリ。

10

【請求項 7】

垂直に配置された列が複数のバッフルを含み、1 列内の複数のバッフルのそれぞれのバッフルが 5.08～20.32 cm (2～8 インチ) の最小距離で分離されている請求項 1 に記載のアセンブリ。

【請求項 8】

最低に配置された列以外の 2 個又はそれ以上の垂直に配置された列のそれぞれの列が、それぞれのバッフルがポリマー溶融物を最も近い下にある垂直に配置されたバッフルに輸送するように、ポリマー溶融物を、より低い垂直に隣接する列に輸送するように適合されている請求項 1 に記載のアセンブリ。

20

【請求項 9】

ポリマー溶融物を最も近い下にある垂直に配置されたバッフルに輸送するそれぞれのバッフルが、更に、1 個又はそれ以上のバッフル延長部を含む請求項 8 に記載のアセンブリ。

【請求項 10】

1 個又はそれ以上のバッフル延長部が、それぞれのバッフルの底縁から伸びている複数のロッド状突起を含み、この突起がポリマー溶融物を最も近い下にある垂直に配置されたバッフルに輸送するように適合されている請求項 9 に記載のアセンブリ。

【請求項 11】

支持構造体が対面する側面の第一対及び対面する側面の第二対を含み、2 個又はそれ以上の垂直に配置されたバッフルの列が対面する側面の第一対の間に配置され、そして複数のバッフルのそれぞれのバッフルが対面する側面の第二対の間に配置されている請求項 1 に記載のアセンブリ。

30

【請求項 12】

対面する側面の第二対に、ポリマー溶融物から遊離された蒸気の逃散を可能にするように適合された複数の開口部が含まれている請求項 11 に記載の支持構造体。

【請求項 13】

ポリマー溶融物から遊離された蒸気の逃散を可能にするように適合された、複数の開口部が、複数のバッフルの 2 個の隣接するバッフルの間の隙間に隣接している請求項 12 に記載の支持構造体。

40

【請求項 14】

供給物スプリッターから又は 1 個又はそれ以上のポリマー入口から流れるポリマー溶融物を分割するように適合された、1 個又はそれ以上のポリマー溶融物流分割器を更に含む請求項 1 に記載のアセンブリ。

【請求項 15】

垂直に配置された格納手段内に配置されている請求項 1 に記載のアセンブリを含んでなる重合反応器。

【請求項 16】

a) ポリマー溶融物を、ポリマー溶融物の重合度を増加させるために十分な温度及び圧力で、アセンブリの中に導入する工程（このアセンブリは供給物スプリッター及び 2 個又

50

はそれ以上の垂直に配置されたバッフルの列を含み、2個又はそれ以上の垂直に配置された列は最高に配置されたバッフルの列、最低に配置されたバッフルの列及び任意的な中間に配置された1個又はそれ以上のバッフルの列を有し、2個又はそれ以上の垂直に配置された列のそれぞれの列は複数のバッフルを含み、複数の平行なバッフルは、ポリマー溶融物が複数のバッフルの1個のバッフルに接触したときに、ポリマー溶融物が重力下で下方方向に移動するように角度を付けられ、同じ方向に傾いており、そして最低に配置された列以外の、2個又はそれ以上の垂直に配置された列のそれぞれの列は、ポリマー溶融物を、より低い垂直に隣接する列に輸送するように適合されている)

b) 最高に配置されたバッフルの列をポリマー溶融物と接触させる工程、

c) 任意的な中間のバッフルの列をポリマー溶融物と接触させる工程、

d) 最低に配置されたバッフルの列をポリマー溶融物と接触させる工程並びに

e) ポリマー溶融物をアセンブリから取り出す工程(ここで、アセンブリから取り出されたポリマー溶融物は、ポリマー溶融物がアセンブリの中に導入されたときよりも高い重合度を有する)

を含んでなるポリマー溶融物中の重合度の増加方法。

【請求項17】

温度が250～320℃である請求項16に記載の方法。

【請求項18】

圧力が0.2～30トールである請求項16に記載の方法。

【請求項19】

2個又はそれ以上の垂直に配置された列のそれぞれの列が複数の本質的に平行なバッフルを含む、請求項16に記載の方法。

【請求項20】

複数のバッフルのそれぞれのバッフルの間の距離が、定常状態運転の間に、ポリマー溶融物がアセンブリを貫通して流れるとき、ポリマー溶融物が、水平に隣接するバッフルの間の距離の少なくとも10%の厚さである請求項16に記載の方法。

【請求項21】

最低に配置された列以外の、2個又はそれ以上の垂直に配置された列のそれぞれの列が、それぞれのバッフルがポリマー溶融物を最も近い下にある垂直に配置されたバッフルに輸送するように、ポリマー溶融物を、より低い垂直に隣接する列に輸送するように適合されている請求項16に記載の方法。

【請求項22】

ポリマー溶融物を最も近い下にある垂直に配置されたバッフルに輸送するそれぞれのバッフルが1個又はそれ以上のバッフル延長部を更に含む請求項21に記載の方法。

【請求項23】

1個又はそれ以上のバッフル延長部が、それぞれのバッフルの底縁から伸びている複数のロッド状突起を含み、この突起がポリマー溶融物を最も近い下にある垂直に配置されたバッフルに輸送する請求項22に記載の方法。

【請求項24】

支持構造体が対面する側面の第一対及び対面する側面の第二対を含有する囲いを含み、2個又はそれ以上の垂直に配置されたバッフルの列が対面する側面の第一対の間に配置され、そして複数のバッフルのそれぞれのバッフルが対面する側面の第二対の間に配置されており、そして対面する側面の第二対にポリマー溶融物から遊離された蒸気の逃散を可能にするように適合された複数の開口部が含まれている請求項16に記載の方法。

【請求項25】

ポリマー溶融物から遊離された蒸気の逃散を可能にするように適合された、複数の開口部が複数のバッフルの2個の隣接するバッフルの間の隙間に隣接している請求項24に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

20

30

40

50

【0001】

本発明は重縮合生成物、例えば線状ポリエステル及びコポリエステル製造用の装置に関する。更に詳しくは、本発明は縦型配置重合反応器内で使用するための改良された反応器内部コンポーネントの設計に関する。

【背景技術】

【0002】

重縮合反応によるポリマー材料、例えばポリエステル及びコポリエステルの製造方法には、分子のポリマー官能基が互いに反応して、より長い分子鎖分子を製造するとき、副生物の遊離が含まれる。典型的には、ポリマーの分子増大を駆動するために、反応混合物からのこれらの遊離された副生物分子の抽出が必要である。副生物化合物が除去されなかった場合には、化学平衡によって、形成されたポリマー鎖の長さが抑制される。これらの重縮合反応系の多くに於いて、遊離された副生物を抽出するための好ましい方法は副生物を反応混合物から蒸発除去することである。

10

【0003】

副生物の蒸発及び重縮合材料の付随する製造を容易にするために、種々の反応器設計及び多段反応システムが設計され、そして運転されてきた。(少なくとも、低乃至中分子量ポリマー材料の製造のための)このような重縮合反応のための最も経済的な設計は、一連の攪拌槽反応器である。熱移動及び液体-蒸気表面積更新を増強するために、機械的攪拌、熱サイフォンリボイラー及び/又は単純なバブル攪拌を使用する、これらの反応器システムに於いて、大量の材料を製造することができる。都合の悪いことに、重合度(「DP」)が増加するとき、ポリマー溶融物の粘度が劇的に増加する。従って、攪拌機設計の実際的制限のために、これらの材料の高い粘度によって、液体-蒸気表面を更新する容量が大きく減少し、従って、攪拌槽反応器の物質移動効率が低下する。

20

【0004】

上記の特徴に加えて、他の運転パラメーターが、重縮合方法に於いて制限され得る。例えば反応速度論及び反応副生物の揮発度を増加させるために、より高い温度が望ましい。副生物の、より高い揮発度は、反応混合物中の副生物濃度を低下させ、それによって重合反応を促進する。しかしながら、分解反応に対するポリマー材料の温度感受性は、重合度を促進する手段としての、ますます高い温度の使用を制限する。同様に、副生物の揮発性は、低い運転圧力の使用によって更に上昇させることができる。しかしながら、極めて低い運転圧力の使用は、低い運転圧力を達成するコスト及び真空源の中へのポリマーの伴出を防止するために必要である反応器蒸気空間の量によって制限される。更に、ポリマープールの深さは、低圧重縮合反応器内の反応体積の有効使用を阻害し得る。特に、反応混合物の過剰の深さは、揮発性副生物が流出する前に通らなくてはならない拡散及び対流通路を増加させる。更に、ポリマープールの深さが増加したとき、プールのより深い部分は、より大きい静水圧力を受ける。液体内のより高い局部圧力は、副生物泡の形成を阻害し、副生物の遊離を妨害し、重合を促進するための反応体積の有効使用を妨害する。

30

【0005】

上記の理由のために、重合度を増加させることによって、単純な攪拌槽反応器を、特殊化した反応装置によって置き換えることが必要になる。このような特殊化した反応装置は、所望の重合度を達成するために、前記の運転制限の1個又はそれ以上を克服しなくてはならない。現在、動的アプローチ及び静的アプローチとして最善であると記載されている、増強した液体-蒸気表面更新のための2個の基本的アプローチが存在する。

40

【0006】

第一のアプローチは、それが、液体-蒸気表面更新を増強するための可動機械的デバイスの使用を含む点で、動的アプローチと呼ぶことができる。前記のように、増強された液体-蒸気表面更新によって、副生物の遊離が容易になる。動的アプローチで、反応器壁を貫通する回転シャフト又はシャフト群の周りに、シールが必要である。これらのシールは、空気が、反応器の中に漏洩するのを防止するように維持しなくてはならない。また、動的アプローチで、容器のサイズ及び生成物の粘度が増加するとき、機械的コンポーネント

50

のサイズは、荷重に於ける増加を扱うために増加しなくてはならない。第二のアプローチは、液体－蒸気表面更新のために、可動デバイスが使用されない点で、静的アプローチとして参照することができる。この後者のアプローチは、薄いポリマー膜を作るために、垂直落下と組み合わせて重力を使用する。典型的には、このようなポリマー膜は、垂直落下の間にトレイの間を流れる。垂直落下膜によって作られた剪断及び表面折り返し(turnover)効果と組合された薄いポリマー膜は、副生物の遊離を増強することによって重合反応を駆動する。

【0007】

垂直落下と組合せて重力を使用することを開示している先行技術の特許には、特許文献1、特許文献2、特許文献3、特許文献4、特許文献5及び特許文献6が含まれる。以前のトレイ設計では、容器の断面積の大部分を使用した、垂直方向に空間が設けられた円形トレイ（中空円形及び分裂された円形と組合せた全円形）が使用された。これらの円形トレイ反応器では、液体ホールドアップのために、利用可能な圧力容器の水平断面の大部分が使用される。幾つかの設計に於いて、円形トレイの次に中空円形トレイが設けられ、そうしてディスクアンドードーナツ配置が形成されていた。従って、ポリマーは、それがトレイからトレイに通過するとき、円形縁を越えて流れた。従って、遊離したガス副生物は、円形開口部及び環状開口部を通して流れた。他の設計に於いて、トレイは分裂されて、ポリマーが、次のトレイに落下する前にオーバーフローするための直線縁が設けられていた。分裂されたトレイ設計によって、また、ポリマーがそれを越えて流れる直線縁と容器壁との間の、ガス副生物が通過できる開口領域も設けられた。しかしながら、両方の設計で、トレイからの蒸発した副生物は、ポリマー溶融物が流れるとき、同じ空間を通過して流れるように強制された。この問題に取り組むために、円形トレイの直径は、反応器容器の直径よりも幾らか小さく製造された。得られた環状空間は、蒸気移動を、それぞれのトレイから流出させ、そしてポリマー流れの通路の外側にある通路に沿って、反応器容器の蒸気排出ノズルの方に移動させるために使用された。単純な円形トレイ設計の欠点は、非常に遅い移動又はトレイ上の淀んだ領域の存在である。これらの淀んだ領域内のポリマーは、加熱され過ぎ、過剰に粘稠になり、架橋し及び／又は分解し、その結果としてゆっくり固化する傾向がある。最終的結果は有効反応体積の損失である。

【0008】

次の世代の設計者はトレイの形状を円形から他の幾何学的形状に変化させた。彼らは反応体積として全部が有効ではないデッドゾーンを取り除いた。デッドゾーンは、ポリマーの過剰加熱のために分解生成物の高いレベルをもたらす領域であるので、デッドゾーンの除去によって、また、生成物品質が改良された。都合の悪いことに、これらの非円形状トレイは円筒形圧力容器の断面積の有効使用を増加させなかった。

【0009】

特許文献1及び特許文献2のより最近の発明の基本は、液体デッドゾーン領域を最小にし、そしてチャネリングを防止するポリマー溶融物流通路を与えながら、円筒形圧力容器の断面積を一層効率的に使用することである。この最終的結果は、非円形状トレイに比較したとき、液体保持のために利用可能なトレイ領域に於ける約40%の増加である。このトレイ内の中央開口部はそれを通して蒸気副生物が除去される煙突を与えた。

【0010】

しかしながら、前述のように、ポリマープールの深さは、また、低い運転圧力での反応体積の有効な使用を阻害し得る。所定の運転圧力（真空レベル）で、より深いポリマー深さの負の影響は重合度に比例して増加する。これは、ポリマー鎖の成長によって、ポリマー末端基の濃度が低下するので、重合のための化学平衡駆動力が低下するためである。従って、許容できる結果を得るために、ポリマー溶融物から重縮合副生物を遊離するための機構は、更に増強されなくてはならない。より高い重合度で、これは、十分に低いレベルの副生物が溶融物中に残って、重合が効率的に進行できるように必要である。しかしながら、他の重要な要因は、重合が、より高い重合度まで進行したとき、粘度が実質的に増加することである。

【0011】

十分に高い粘度で、本質的に水平のトレイを利用するトレイ設計は、高いポリマー生産量と浅いポリマー深さとの両方の所望の組合せを達成できない。特許文献3に於けるLewis等の設計は、ポリマー流の下方への傾斜トレイを有することによって、ポリマー深さに対する制御の度合を達成している。成功したトレイの傾斜は、ポリマーがその過程に沿って重合するとき、ポリマーの予想増加粘度のために増加している。特許文献3で特許請求されている発明は、より高い生産量、更に高い粘度及び／又はより浅い開口深さを有する、ポリマー系のためのこれらの傾斜したトレイ設計の拡張である。

【0012】

特許文献3のトレイ（ルーフ・アンド・トラフ(roof-and-trough)トレイ）は、また、ポリマー流を、反応器の頂部から底部の方に、傾斜したトレイの上を移動する2個の等しい流れ（一方の流路は他方の流路の鏡像である）に分割することによって、ポリマーの深さの制御度合を達成した。単純な傾斜したトレイを超える特許文献3の設計革新は、真空環境の中にトレイを包み込むために必要な反応器容器体積の減少であった。ポリマー流を分割することによって、所望の勾配を達成するために、トレイについて必要な垂直寸法（垂直落下）及び従って所望のポリマー深さが減少した。ルーフ・アンド・トラフ形状は、トレイの水平長さを切断し、ポリマー流のそれぞれの半分は、次のトレイの方に落下する前に移動しなくてはならない。ポリマー流のそれぞれの半分は水平距離の半分を移動するので、それぞれについての滞留時間は、より短い全垂直高さを使用しながら、単純な傾斜したトレイとほぼ同じである。

【0013】

製造速度が増加すると、ルーフ・アンド・トラフ設計概念は、ポリマー流を、一般的に二進法で、更に多くの（2個、4個、8個、・・・）等しい流れに分割することによって拡張することができる。従って、反応器容器体積の良好な利用が、ポリマー生産量に適応するように、容器のサイズが増加するとき維持される。

【0014】

しかしながら、Lewisのルーフ・アンド・トラフトレイ設計によっても、所望の重合度はより高く進められ及び／又はより良い品質を達成するために、質量移動対滞留時間運転窓は狭くされるので、反応器容器体積の利用は低下する。目標重合度がより高く進められるとき、ポリマー粘度は増加する。従って、同じポリマー深さの必要条件を維持するために、より急なトレイ勾配が必要である。同様に、質量移動を、浅いポリマー深さを目標にすることによって増加させるべき場合、より急勾配のトレイが必要である。幾つかの点で、勾配は本質的に垂直（水平から60°よりも大きい勾配）になり、そして生産量と粘度との所定の組合せのための、かなりの程度の薄い深さは、勾配を更に変更することによって達成できない。高い生産量、目標とする浅い深さ及び高い粘度のこの領域に於いて、本明細書に記載した本発明のバッフルアセンブリモジュールは、所定の反応器容器断面積内のポリマーシートの数を増加させ、それによって高い生産量及びより良い質量移動を達成する。

【0015】

【特許文献1】米国特許第5,464,590号明細書

【特許文献2】米国特許第5,466,419号明細書

【特許文献3】米国特許第4,196,168号明細書

【特許文献4】米国特許第3,841,836号明細書

【特許文献5】米国特許第3,250,747号明細書

【特許文献6】米国特許第2,645,607号明細書

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0016】

従って、高い粘度、高い生産量及び浅いポリマー深さの組合せのための、堅型重力流駆動重合反応器に於ける空間の一層効率のよい利用を行う重縮合反応器のための、改良され

10

20

30

40

50

たトレイ設計についてのニーズが存在する。

【課題を解決するための手段】

【0017】

本発明は、一つの態様に於いて、高い粘度、高い生産量及び薄いポリマー溶融物膜の組合せのための、堅型重力流駆動重合反応器のための静止内部コンポーネントのバッフルアセンブリモジュールを提供することによって、先行技術の1個又はそれ以上の問題点を克服する。本発明は、所望の重合度を達成するために、また重力及び垂直落下のアプローチを使用した、以前の設計の増強である。このような以前の設計は、特許文献1、特許文献2、特許文献3、特許文献4、特許文献5及び特許文献6に開示されている。これらの特許の全部の開示を、引用して本明細書に含める。本発明は、バッフルアセンブリモジュールを含むコンポーネントの新規な配置の手段によって、重合が起こるために十分な液体ホールドアップ時間をなお達成しながら、その上で液体が反応器の雰囲気と接触状態にある増加した表面積を提供する。本発明のバッフルアセンブリモジュールには、支持構造体内に装着された静止供給物スプリッター及びバッフル又はトレイの静止配置が含まれる。供給物スプリッターは、流れるポリマー流を2個又はそれ以上の独立に流れる流に細分割して、自由表面の数が増加する結果になる、任意のデバイスである。ポリマー溶融物を分割することによって、それを、その下に配置されているバッフルの配列に一層均一に適用することができる。典型的には、その配列内のバッフル（トレイ）は、1列内のバッフルが一定の上昇（即ち高さ）になるようにして、列群内に整列されている。

10

【0018】

バッフルの配列によって、その上を、供給物スプリッターからのポリマー流が流れる固体表面が提供される。バッフル（トレイ）は、通常、水平面から少なくとも10度配向している。バッフルの列は、等しい高さで、複数の水平に空間を設けた平行な板を装着することによって形成することができる。このような配列のために、1列内の隣接するバッフルの間の直線又は垂直空間は好ましくは一定である。

20

【0019】

2個又はそれ以上のバッフル（トレイ）の列が、バッフルアセンブリモジュール内に垂直に配置されている。バッフルアセンブリモジュール内の垂直に配置されたバッフルの列は、典型的には最高に配置された列、最低に配置された列及び任意的な中間に配置された1個又はそれ以上の列を有する。次いで、それぞれの列には、ポリマー溶融物がバッフルに接触したとき、ポリマー溶融物が重力下で下方向に移動するように配置されている、1個又はそれ以上のバッフルが含まれている。更に、それぞれの列内のバッフルは、平行方式で配置されている。バッフルアセンブリモジュール内のバッフルの列の配置は、（最低の列を除く）それぞれの列が、ポリマー溶融物を、より低い垂直に隣接する次のバッフルの列に輸送するようなものである。バッフルアセンブリモジュール内のコンポーネントの垂直配置に従って、必要な場合に反応器内に追加のバッフルアセンブリモジュールを積み重ねることによって、ポリマー溶融物は、反応容器内部の垂直長さを段階的に落ちる。

30

【0020】

反応器容器は、バッフルアセンブリモジュールを取り囲む空間内で、圧力及び温度の両方を制御するための手段を提供する。バッフルアセンブリモジュールは、ポリマー溶融物の保持を与え、それによって、反応器内の液体滞留時間及び反応条件へのその露出を増加させるために、容器内に装着されている。液体滞留時間は、液体－蒸気表面積に於ける増加及びその再生の増強によって達成される増強された副生物遊離速度を維持するために十分な重合動力学のための時間を可能にするために必要である。この設計は、ポリマー溶融物のための一層自由な表面積を与えるのみならず、バッフル上のポリマーの深さが減少するように、一層平行な流路を提供する。

40

【0021】

バッフルアセンブリモジュールの頂上の供給物スプリッターの存在によって、1個のモジュールから続くより低いモジュールへの、バッフル（トレイ）の数又は配向を変更することが容易になる。

50

【発明を実施するための最良の形態】

【0022】

本発明者が現在知っている本発明を実施する最良の形態を構成する、現在好ましい本発明の組成又は態様及び方法を、詳細に参照する。

【0023】

本発明の態様に於いて、ポリマー溶融物を重合するための反応器内に設置されるように適合されたアセンブリが提供される。図1a、1b、2a及び2bを参照して、バッフルアセンブリモジュール10は、支持構造体12内に装着された静止供給物スプリッター及び静止バッフルからなっている。供給物スプリッター及びバッフルは、それらが移動部品を有しないし、それらが運転の間に移動もしないので、静止として参照される。

10

【0024】

バッフルアセンブリモジュール10には、最も高い垂直に配置された列であるバッフルの列24及び最も低い垂直に配置された列である他のバッフルの列26が含まれている。バッフルアセンブリモジュール10には、また、任意的に、1個又はそれ以上の、中間に配置された列28、30、32、34が含まれている。垂直に配置されたバッフルの列24～34のそれぞれの列には、複数のバッフル36、38、40、42、44、46が含まれている。典型的に、それぞれの列は、約8個～約60個のバッフルを有する。更に、複数のバッフル36～46のそれぞれのバッフルは、ポリマー溶融物が、複数のバッフル36～46の1個のバッフルに接触したとき、ポリマー溶融物が重力下で下方向に移動するように、角度を付けられ、同じ方向に傾いている。これに関連して、「同じ方向に傾いている」は、所定の列について複数のバッフルのそれぞれのバッフルが、ポリマー溶融物流を同じ感じで向けていること、即ち、バッフルを端部から観察するとき、列内のそれぞれのバッフルについての流れが、左から右へ又は右から左へであることを意味する。換言すると、それぞれの列内のバッフルは、実質的に平行であるか、さもないと1列内の2個のバッフルは、90度よりも大きい、それらの間の相対角度を有していない。更に、垂直に配置された列24～34のそれぞれの列は、最も下に位置する列を除いて、ポリマー溶融物を、より下の垂直に隣接する列の方に輸送する。更に、1個の列内のバッフルの間に、一致する間隔が存在している。本明細書で使用する用語「一致する間隔 (consistent clearance)」は、ポリマー溶融物46が、1個の列内の隣接するバッフルの間の隙間を埋めるのを防止するために十分な距離ほど、バッフルが分離されていることを意味する。

20

30

【0025】

供給物スプリッターは、ポリマー流をバッフルの上に均一に細分割するために使用することができる任意のデバイスである。供給物スプリッターは、適切に配置された開口部を加えることによって、板から形成することができる。また、ロッド、バー、パイプ、半パイプ及びアングルの列を、供給物スプリッターを形成するように、容易に配列することができる。

【0026】

バッフルアセンブリモジュール10には、孔あき板を使用して流を分割する供給物スプリッターボックスが含まれている。流分割ポート14、16、18及び20の列を通して流れた後、ポリマー溶融物は、追加の流分割器48、50、52、54の上に衝突する。これらの追加の分割器48、50、52及び54は、分割ポート14、16、18及び20の列の数が、1列内のバッフルの数の半分に等しいとき必要である。図示されているように分割器48、50、52及び54は、半円形板 (半パイプ) から製造される。しかしながら、曲がっている板 (即ちアングル) のような他の形状も使用できることが認められるべきである。支持構造体12には、典型的には、対面する側面60、62の第一対及び対面する側面64、66の第二対が含まれている。バッフルの列24～34は、対面する側面60、62の第一対の間に配置され、そしてバッフル列24～34のそれぞれのバッフルは、対面する側面64、66の第二対の間に配置されている。更に、対面する側面64、66の第二対には、ポリマー溶融物から遊離された蒸気の逃散 (escape of vapor) を可能にするように適合された、複数の開口部22が含まれている。

40

50

【0027】

図3を参照して、本発明のバッフルアセンブリモジュール内のポリマー溶融物の流を示す図解が提供される。ポート72を通して入るポリマー溶融物70は、バッフルアセンブリモジュール10の頂部で導入される。ポリマーは、板74上を下方に流れる。次いで、ポリマー溶融物70は、板74内に配置されている分割ポート14、16、18及び20の列を通して流れる。分割ポート14、16、18、20の列を通る流は、ポリマー溶融物70の流を分割するように作用する。次いで、ポリマー溶融物70は、流分割器48、50、52、54の上に衝突し、流れ分割器は、更に、この流を、流れ流76、78、80、82、84、86、88、90に分割し、これらの流れ流は、最上列24のバッフル36のそれぞれの上を流れる。次いで、ポリマー溶融物70は、バッフル36を下方に、次いでバッフル38の上に流れるように進み、流れ流76～90のそれぞれは、バッフル38の最も近いバッフルの上に流れる。この工程は、最も低いバッフル46の列に達するまで、バッフルのそれぞれの列について繰り返される。列24～34のそれぞれ内のバッフル36～46は、側面から見たとき、水平面から測定したとき角度 α ほど角度を付けられている。典型的に、 α は、水平面から測定したとき、約10度～約80度である。更に、側面から見たとき、バッフルの所定の列は、ポリマー溶融物70の流を、左から右へ又は右から左へ下方に向ける。更に、それぞれの列に於いて、左から右へ又は右から左へ進行する際の感じは、隣接する列の間で交替する。このバッフル（トレイ）設計の他の価値のある面は、それが、ルーフ・アンド・トラフトレイ設計のポリマー折り返し面を維持することである。ポリマーがバッフルからバッフルに流れるとき、層流状態にあるポリマー流の2個の側面は、交互に、蒸気-液体界面に露出される。1個のバッフルのポリマー流の上面にあったポリマーは、次のバッフルの床に対してプールの底にあり、逆の場合も同じであり、流の底にあったポリマーは、流れ流の上面にあり、次のバッフル上で蒸気に露出される。しかしながら、所定の列24～34のそれぞれのバッフルは、同じ感じで流を向けるであろう。従って、典型的には、列24～34の所定の列のそれぞれのバッフルは、実質的に平行であろう。平行ではないバッフルも、1個の列内の全てのバッフルの方向感じが同じである限り、本発明の範囲内である。

【0028】

流れ流76～90の厚さの、バッフル又はトレイ形状及び流体物理的特性に対する関係は、式（I）によって近似される。

【0029】

$$(3F\mu) / (\rho g d^3) = WN \sin(\alpha) \quad (I)$$

【0030】

式中、Fは反応器を通過するポリマーの全質量流であり、gは重力に起因する加速度であり、dは図3に示されるようなポリマー溶融物の厚さであり、 μ はポリマー溶融物動的粘度であり、 ρ はポリマー溶融物密度であり、Wはバッフルの幅であり、Nは1列内のバッフルの数であり、そして α は水平面に対するバッフルの勾配を規定する角度である。典型的には、角度 α は、水平面に対して、約10度～約80度であろう。

【0031】

図4を参照して、バッフルの配置を示す線図が提供される。与えられた α について、 d_1 は、単一の列内のそれぞれのバッフルの間の垂直距離であり、 d_2 は、垂直に隣接するバッフルの列の間の水平オフセットの距離であり、 d_3 は隣接するバッフルの列の間の垂直オフセット又は隙間であり、 d_4 はそれぞれのバッフルの水平スパンであり、そして d_5 はそれぞれのバッフルの垂直落下である。距離 d_1 は、典型的には、約2.54～25.4 cm（約1～10インチ）である。他の変形に於いて、 d_1 は、約5.08～20.32 cm（約2～8インチ）である。更に他の変形に於いて、 d_1 は、約10.16～12.70 cm（約4～5インチ）である。典型的には、複数のバッフルのそれぞれのバッフルの間の距離は、定常状態運転の間に、ポリマー溶融物がバッフルアセンブリモジュールを貫通して流れるとき、ポリマー溶融物が、列内の隣接するバッフルの間の距離の少なくとも10%の厚さのものであるようなものである。典型的には、 d_2 は約2.54～12.

70 cm (約1～5インチ)であり、 d_3 は約0～15.24 cm (約0～6インチ)であり、 d_4 は約10.16～121.92 cm (約4～48インチ)であり、そして d_5 は約10.16～121.92 cm (約4～48インチ)である。他の変形に於いて、 d_2 は約5.08～10.16 cm (約2～4インチ)であり、 d_3 は約2.54～7.62 cm (約1～3インチ)であり、 d_4 は約15.24～30.48 cm (約6～12インチ)であり、そして d_5 は約20.48～60.96 cm (約8～24インチ)である。

他の変形に於いて、定常状態運転の間に、ポリマー溶融物は列内の隣接するバッフルの間の距離の少なくとも20%の厚さのものである。更に他の変形に於いて、定常状態運転の間に、ポリマー溶融物は列内の隣接するバッフルの間の距離の少なくとも40%の厚さのものである。

10

【0032】

本発明の変形に於いて、1個又はそれ以上のバッフル延長部が、ポリマー溶融物を次の垂直に配置されたバッフルに輸送する、それぞれのバッフルの底縁に取り付けられている。図5a～fを参照して、ポリマー溶融物流へのバッフル延長部の効果を示す図解が提供される。図5aに於いて、バッフル100は、ポリマー溶融物102をバッフル104に輸送するように設計されている。しかしながら、バッフル100の端部に如何なるバッフル延長部も無い或る種の条件下で、ポリマー溶融物102がバッフル104の上を飛び越える可能性が存在する。これは、ポリマーがバッフルを流れ落ちるとき、露出された上表面上の液体が、バッフルによって形成された床に沿って流れるポリマーよりも速く移動するという事実に起因する。従って、ポリマー流がバッフルの底に達したとき、ポリマー流は、ポリマーが離れるバッフル床の方に反り返る傾向がある。通常、これは、途方もなく大きい量の水平移動にはならない。しかしながら、バッフル下部は急な角度で同じ方向に傾斜しているので、ポリマーは、バッフルの長さよりも下のある距離で、この次のより低いバッフルに当たるか又はこのバッフルを完全に飛び越え得る。図5bに於いて、バッフル100には1個又はそれ以上のバッフル延長部106が含まれており、バッフル延長部は、図示されているように、流をバッフル104の上に向ける助けをする。従って、バッフル(トレイ)の底縁から伸びているロッド又はフィンガーからなるバッフル延長部は本発明の増強である。ロッド又はフィンガーの間隔はポリマーの予想される粘度及び流量に依存する。それらが結合しているバッフルから垂直下方に伸びているフィンガーは次のより低いバッフル上のポリマー深さの予想される高さの不足を止める。これらのフィンガーで、バッフルからのポリマーシートは、続くバッフルに向けられ、より多くの続くバッフル表面積を利用する。

20

30

【0033】

図5cを参照して、バッフル延長部無しに起こり得る他の非最適ポリマー溶融物流が示される。このシナリオに於いて、ポリマー溶融物102は、不連続方式(「雪玉」)でバッフル100を下方に進んで、従ってバッフル100からバッフル104の方に流れていくことが観察される。落下する材料102がバッフル104に接触する場所で、材料の、それ自身の上への幾らかの折り重なりが存在する。バッフル104の勾配と組み合わせた、この折り重なりの程度は、示される不連続流になり得る。図5dは、どのようにして、バッフル延長部106が、折り重なりが生じる程度を減少させることによってこの状況を改善するかを示す。

40

【0034】

図5eを参照して、バッフル100から流れるポリマー溶融物102の正面図(end-on view)が提供される。バッフル延長部の不存在で、落下する膜の幅は、ポリマー溶融物102がバッフル100の中央の方に引っ張られるので減少する。図5fに示されるように、バッフル延長部106は、この影響を軽減する傾向がある。典型的には、1個又はそれ以上のバッフル延長部は、それぞれのバッフルの底縁から伸びている複数のロッド状突起部からなっている。

【0035】

本発明の別の態様に於いて、1個又はそれ以上の前記のようなバッフルアセンブリモジ

50

ジュールを利用する重合反応器が提供される。図1及び6を参照して、重合反応器120には、バッフルアセンブリモジュール10及び垂直に配置された格納手段122が含まれている。ポリマー溶融物入口124が、外側シェル122の頂部126付近に取り付けられ、そしてポリマー溶融物出口128が、外側シェル122の底部130付近に取り付けられている。更に、重合反応器120には、また、外側シェル122に取り付けられた蒸気出口132が含まれている。最後に、重合反応器120には、前記のように、ポリマー溶融物入口からポリマー溶融物を受け取り、そしてポリマー溶融物をポリマー溶融物出口128の方に輸送する、バッフルアセンブリモジュール10が含まれている。この態様の他の変形に於いて、追加のバッフルアセンブリが重合反応器120内に存在してもよい。これらの追加のバッフルアセンブリは、バッフルアセンブリモジュール10と並べて及び／又はバッフルアセンブリモジュール10の下に重ねて置くことができる。重合反応器120には、また、ポリマー溶融物を流体状態に維持するためのヒーター（図示せず）及び重合反応器（図示せず）内の圧力を低下させるための真空ポンプ（図示せず）が含まれている。真空ポンプは、典型的に、蒸気出口132を通して作用するであろう。特に、バッフルアセンブリモジュール10には、2個又はそれ以上の垂直に配置された、バッフルの列24～34が含まれている。垂直に配置された列は、最高に配置された列24、最低に配置された列26及び任意的に、1個又はそれ以上の、中間に配置された列28～34を有する。更に、垂直に配置された列24～34のそれぞれの列には、ポリマー溶融物が、複数のバッフルの1個のバッフルに接触したとき、ポリマー溶融物が重力下で下方方向に移動するように角度を付けられている、複数のバッフルが含まれている。最後に、列のそれぞれは、最低に配置された列26を除いて、ポリマー溶融物を、より低い垂直に隣接する列に輸送するように適合されている。

【0036】

本発明の更に別の態様に於いて、前記のバッフルアセンブリモジュールを使用する、ポリマー溶融物中の重合度の増加方法が提供される。本発明の方法は、ポリマー溶融物を、十分な温度及び圧力で、バッフルアセンブリモジュールの中に導入することを含む。このアセンブリの詳細は前述の通りである。この態様の方法は、ポリマー溶融物流を分割し、その後、最高に配置されたバッフルの列をポリマー溶融物と接触させることを含む。次に、任意的な中間のバッフルの列を、ポリマー溶融物と接触させる。最後に、最低に配置されたバッフルの列を、ポリマー溶融物と接触させる。最低に配置されたバッフルの列の上を通過した後、ポリマー溶融物は、バッフルアセンブリモジュールから流出する。バッフルアセンブリモジュールから取り出されたポリマー溶融物は、有利には、ポリマー溶融物をこのアセンブリの中に導入した時よりも高い重合度を有する。この態様の一つの変形に於いて、反応温度は約250℃～約320℃であり、そして反応圧力は約0.2トール～約30トールである。

【0037】

効率のよい空間利用を達成するために、バッフルの列内の水平空間を、液体（即ちポリマー溶融物）の溶融粘度に適合させることができる。従って、粘度が、反応器の頂部から底部の方に増加するとき、最小水平空間は、1列内の隣接するバッフルの間で増加するであろう。その結果、1列内のバッフルの数は、次のより低いバッフルアセンブリモジュールについて、より僅かであってよい。従って、それぞれのモジュール内に使用される供給物スプリッター設計は、1列内のバッフルの数に於ける任意の変化を考慮しなくてはならない。また、それぞれのモジュール内に供給物スプリッターを有する設計によって、バッフルの配向を変化させること、例えば反応器中心線の周りに90度回転している、次のモジュール内のバッフルを有することが容易になる。

【0038】

同様に当然のことながら、複数のバッフルアセンブリモジュールを積み重ねて、ポリマー溶融物のためのより長い流路を提供することができる。現在の例は、単一のモジュールアセンブリの使用を例示するが、随意の数のモジュールアセンブリを使用することができる。必要なモジュールアセンブリの実際の数、複数の要因に依存する。

【0039】

本発明の態様を例示し、説明したが、これらの態様は、本発明の全ての可能性のある形を例示し、説明することを意図していない。むしろ、本明細書中で使用した語は、限定ではなく説明の語で、本発明の精神及び範囲から逸脱することなく、種々の変更を行うことができることが理解される。

【図面の簡単な説明】

【0040】

【図1a】支持構造体内の供給物スプリッター及び平行なバッフルの続く配列を示す、本発明のバッフルアセンブリモジュールの一態様の断面図である。

【図1b】本発明のバッフルアセンブリモジュールの頂部の供給物スプリッターボックスの平面図である。

10

【図2a】本発明のバッフルアセンブリモジュールの斜視図である。

【図2b】支持構造体の1個の壁を取り除いて内部バッフル配置を露出させた、本発明のバッフルアセンブリモジュールの斜視図である。

【図3a】ポリマー溶融物がその上を流れるバッフル部分の側面図である。

【図3b】供給物スプリッターを通過して、本発明のアセンブリ内の続くバッフルの上への、ポリマー溶融物の流を示す図解図である。

【図4】本発明のバッフルアセンブリモジュール内で使用されるバッフルの間の空間関係を示す線図である。

【図5a】ポリマー溶融物流がバッフルに当たり損ない得る機構を示す図解図である。

20

【図5b】ポリマー流がバッフルに当たり損なう（図5aに示すように）ことを防止するためのバッフル延長部の使用を示す図解図である。

【図5c】バッフル上での不連続ポリマー溶融物流を示す図解図である。

【図5d】不連続ポリマー流（図5cに示すようなもの）を防止するためのバッフル延長部の使用を示す図解図である。

【図5e】それがバッフルの間を落ちるときの、ポリマーシートの幅の減少を示す図解図である。

【図5f】ポリマーシート幅の減少（図5eに示すようなもの）を最小にするためのバッフル延長部の使用を示す図解図である。

【図6a】本発明のバッフルアセンブリモジュールを包み込む容器から構成された重合反応器の側面図である。

30

【図6b】ポリマー入口ノズル及びポリマー出口ノズル並びにガス除去用のノズルを示す、本発明のバッフルアセンブリモジュールを含有する重合反応器の平面図である。

【図 1】

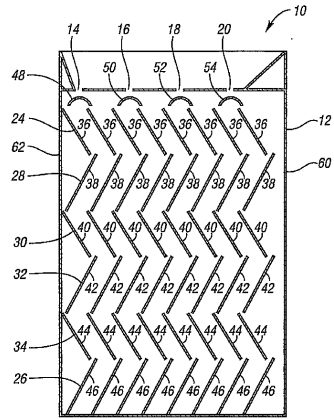


Figure 1

【図 1 b】

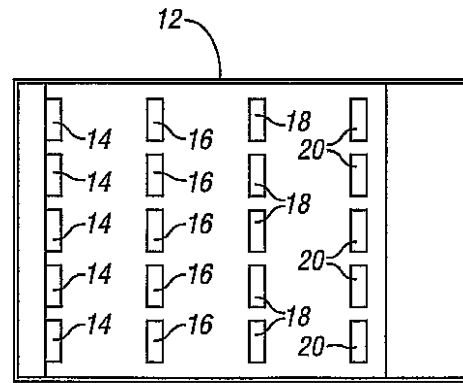


Figure 1b

【図 2 a】

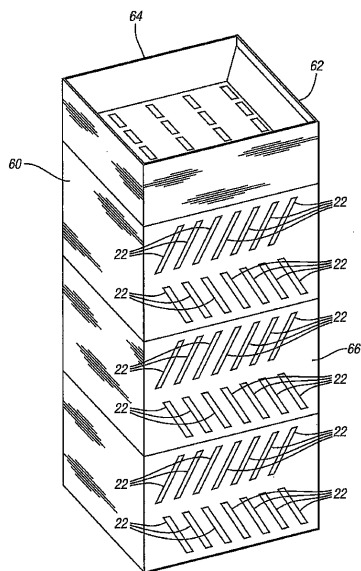


Figure 2a

【図 2 b】

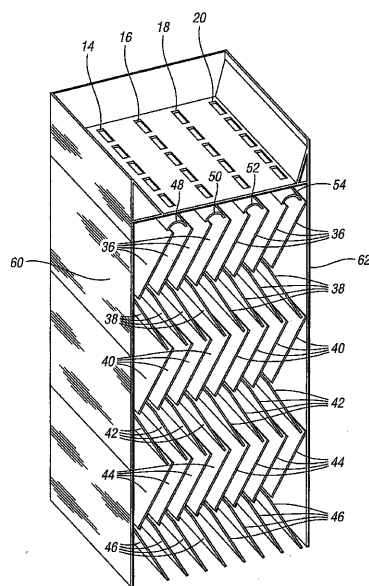


Figure 2b

【図 3 a】

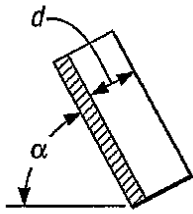


Figure 3a

【図 4】

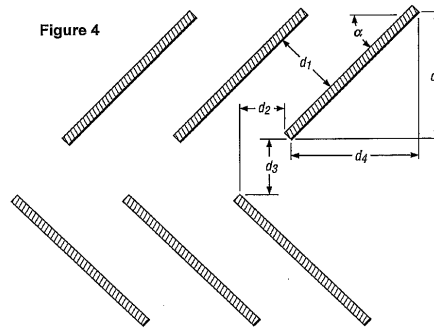


Figure 4

【図 3 b】

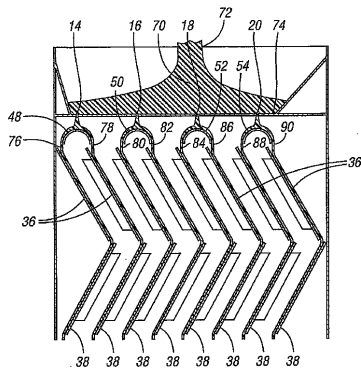


Figure 3b

【図 5 a】

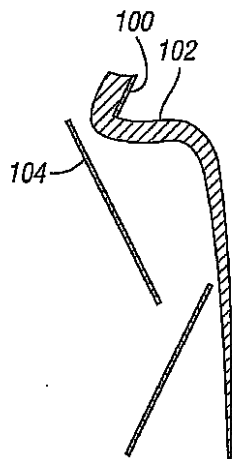


Figure 5a

【図 5 b】

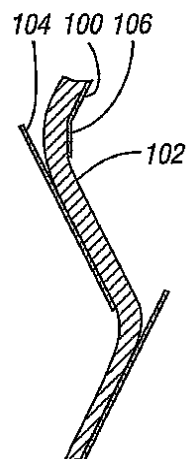


Figure 5b

【図 5 c】

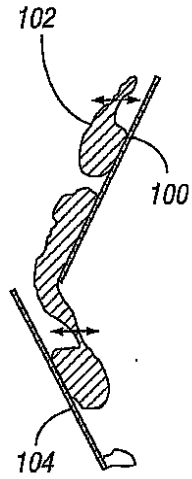


Figure 5c

【図 5 d】

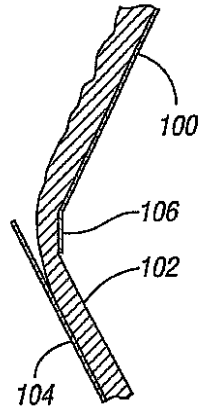


Figure 5d

【図 5 e】

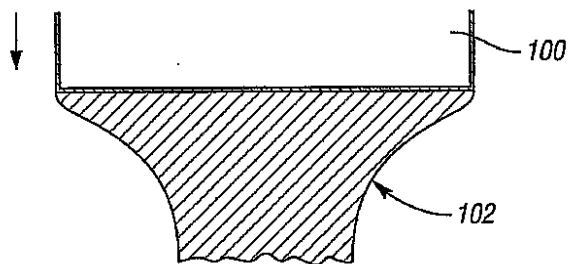


Figure 5e

【図 5 f】

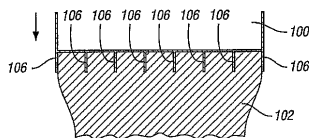


Figure 5f

【図 6 a】

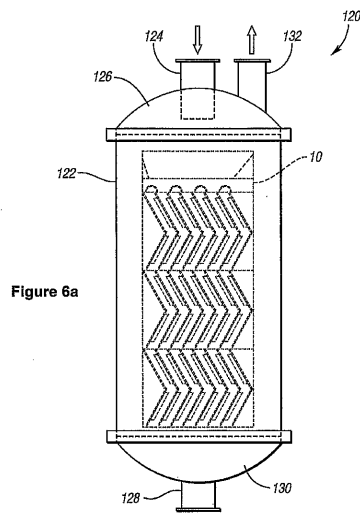


Figure 6a

【図 6 b】

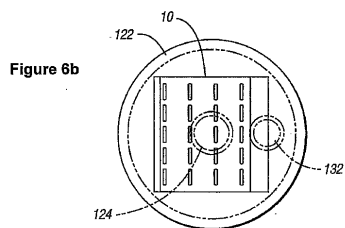


Figure 6b

フロントページの続き

- (72)発明者 シェラー, ポール キース
アメリカ合衆国, テネシー 37604, ジョンソン シティ, ノッティンガム プレイス 1
011
- (72)発明者 ウィンデス, ラリー ケイツ
アメリカ合衆国, テネシー 37664, キングスポート, ジェリー レーン 1212

審査官 米村 耕一

- (56)参考文献 特開昭51-050991 (JP, A)
特開平08-266893 (JP, A)
特表2004-516172 (JP, A)
米国特許第03250747 (US, A)
米国特許第03841836 (US, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- | | |
|------|-------------|
| C08G | 63/00-63/91 |
| B01J | 10/00-19/32 |
| B01D | 19/00-19/04 |