



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0045486
(43) 공개일자 2021년04월26일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 8/38 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
B01J 8/382 (2013.01)
B01J 2208/003 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2021-7009747
- (22) 출원일자(국제) 2019년11월28일
심사청구일자 2021년04월01일
- (85) 번역문제출일자 2021년04월01일
- (86) 국제출원번호 PCT/EP2019/082862
- (87) 국제공개번호 WO 2020/109446
국제공개일자 2020년06월04일
- (30) 우선권주장
18209106.6 2018년11월29일
유럽특허청(EPO)(EP)

- (71) 출원인
보레알리스 아게
오스트리아 비엔나 에이-1220 바그라머스트라제
17-19 아이지디 타워
- (72) 발명자
알-하즈, 모하마드 알리
핀란드, 06101 포르보, 피오 박스 330, 보레알리스
폴리머스 오이 내
알라스탈로, 카우나
핀란드, 06400 포르보, 칼야폴쿠 4
- (74) 대리인
특허법인 티앤아이

전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 입자를 함유하는 균질한 슬러리를 제공하기 위한 공정

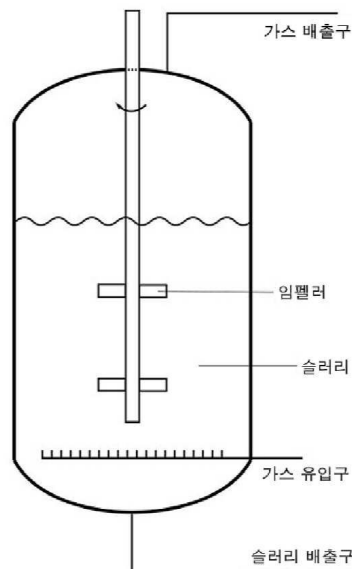
(57) 요약

본 발명은 포함하는 균질한 입자-함유 슬러리를 제공하기 위한 공정에 관한 것이며, 상기 공정은:

(a) 용기의 수직축을 중심으로 회전하는 적어도 하나의 임펠러를 포함하는 용기를 제공하는 단계, 여기서 상기 적어도 하나의 임펠러의 회전 속도 n_1 은 식(1)에 따른 n_{min} 보다 높고, 상기 용기는 유입구와 배출구를 더 포함하

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



며;

- (b) 입자-함유 슬러리를 상기 용기로 도입하거나, 입자-함유 슬러리를 형성하는 성분을 상기 용기로 도입하는 단계;
- (c) 상기 슬러리 내에서의 균질화 및/또는 균질한 입자 분포를 유지하기 위하여, 상기 적어도 하나의 임펠러를 적어도 상기 수직축을 중심으로 회전시키는 단계;
- (d) 상기 배출구를 통하여 상기 균질한 입자-함유 슬러리를 인출하는 단계;
- (e) 상기 적어도 하나의 임펠러의 회전 속도 n_1 를 감소된 회전 속도 n_{red} 로 감소시키되, n_{red} 는 n_1 보다 낮으며 식 (1)에 따른 n_{min} 과 같거나 더 높은 것인 단계;를 포함한다.

$$n_{min} = \frac{Sv^{0.1} D_p^{0.2} \left(\frac{g \Delta \rho}{\rho_f} \right)^{0.45} B^{0.13}}{D_a^{0.85}} \quad (1)$$

(52) CPC특허분류

B01J 2208/00867 (2013.01)

B01J 2219/00189 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

균질한 입자-함유 슬러리를 제공하기 위한 공정으로서,

- (a) 용기의 수직축을 중심으로 회전하는 적어도 하나의 임펠터를 포함하는 용기를 제공하는 단계, 여기서 상기 적어도 하나의 임펠터의 회전 속도 n_1 은 식(1)에 따른 n_{min} 보다 높고, 상기 용기는 유입구와 배출구를 더 포함하며;
- (b) 입자-함유 슬러리를 상기 용기로 도입하거나, 입자-함유 슬러리를 형성하는 성분을 상기 용기로 도입하는 단계;
- (c) 상기 슬러리 내에서의 균질화 및/또는 균질한 입자 분포를 유지하기 위하여, 상기 적어도 하나의 임펠터를 적어도 상기 수직축을 중심으로 회전시키는 단계;
- (d) 상기 배출구를 통하여 상기 균질한 입자-함유 슬러리를 인출하는 단계;
- (e) 상기 적어도 하나의 임펠터의 회전 속도 n_1 을 감소된 회전 속도 n_{red} 로 감소시키되, n_{red} 는 n_1 보다 낮으며 식(1)에 따른 n_{min} 과 같거나 더 높은 것인 단계;를 포함하는, 공정:

$$n_{min} = \frac{Sv^{0.1}D_p^{0.2}\left(g\frac{\Delta\rho}{\rho_f}\right)^{0.45}B^{0.13}}{D_a^{0.85}} \quad (1)$$

여기서,

n_{min} = 임펠터의 최소 회전 속도,

S = 임펠터의 형상 계수,

v = 동적 점도,

D_p = 슬러리 내 평균 입자 크기,

g = 중력 상수,

$\Delta\rho$ = 슬러리 내 입자 밀도 ρ_p 와 액체 밀도 ρ_f 간의 차이 ($\rho_p - \rho_f$),

ρ_f = 슬러리의 액체상 밀도,

B = 100 * 고체 중량/액체 중량,

D_a = 임펠터의 직경.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

단계 (e)에서 n_{red} 는 n_{min} 인 것인, 공정.

청구항 3

청구항 1 또는 2에 있어서,

상기 적어도 하나의 임펠터는 상기 적어도 하나의 임펠터의 수직축에 대한 수직방향의 상단 및 상기 용기의 수

직축에 대한 수직방향의 하단을 가지고,

여기서, 인출 동안의 슬러리 레벨이 상기 적어도 하나의 임펠러의 수직방향의 상단보다 $0.5 \cdot D_a$ 내지 $0.1 \cdot D_a$ 범위 내로 높은 경우 상기 임펠러의 회전 속도의 감소를 초래하고, 적어도 하나의 임펠러의 수직방향의 하단보다 $0.1 \cdot D_a$ 내지 $0.05 \cdot D_a$ 범위 내로 낮을 때까지 상기 임펠러의 회전 속도의 감소가 계속되는 것인, 공정.

청구항 4

선행하는 청구항 중 어느 하나에 있어서,

상기 용기는 상기 용기의 수직축에 대하여 상이한 높이 레벨에서 하나 이상의 임펠러를 포함하고, 상기 하나 이상의 임펠러의 회전 속도 n_1 은 단계 (e)에 따라 감소되는 것인, 공정.

청구항 5

선행하는 청구항 중 어느 하나에 있어서,

각각의 임펠러의 회전 속도는 나머지 임펠러에 대하여 독립적으로 감소될 수 있는 것인, 공정.

청구항 6

선행하는 청구항 중 어느 하나에 있어서,

상기 적어도 하나의 임펠러는 상기 수직축에 직교하는 수평면으로 적어도 부분적으로 연장되고, 상기 수직축 방향으로 적어도 부분적으로 추가 연장되는 것인, 공정.

청구항 7

선행하는 청구항 중 어느 하나에 있어서,

상기 공정은 자동으로 제어되는 것인, 공정.

청구항 8

청구항 7에 있어서,

상기 공정은 제어 장치, 레벨 센서 및 추론 제어 시스템을 포함하는 제어 시스템을 포함하는 것인, 공정.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 교반-탱크 용기(stirred-tank vessel)에서 입자를 함유하는 균질한 슬러리를 제공하기 위한 공정에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 슬러리 반응기는 고분자의 제조, 특히 올레핀 기반의 고분자의 제조에 널리 사용된다. 이러한 반응기의 바람직한 구현에는 연속 교반 탱크 반응기(continuous stirred tank reactors, CSTR)이다. 이러한 반응기는 하나 이상의 임펠러가 장착된 회전 가능한 수직축으로 제공되는 혼합기가 장착되어 있다. 이들 반응기에 있어서, 상기 임펠러는 슬러리 내 입자의 침전을 방지하거나 최소화하기 위하여 회전을 유지한다.

[0003] EP 1 133 350 A1은 플러그(plugs) 또는 폐색(blockages)의 형성을 유발하는 분리판을 이용한 이들 반응기의 문제점들과 관련이 있다. 폐색의 존재는 이후의 슬러리 내의 림프 형성 또는 반응기 용기 내의 열점(hot spots)의 형성을 유발할 수 있다. 게다가, 분리판의 존재는 더 넓은 체류 시간 분포 패턴을 초래한다. EP 1 133 350 A1은 혼합을 돕기 위해 칸막이(baffles)가 세로로 늘어선 단일 비-분할된 반응 챔버(single non-partitioned reaction chamber)로부터 형성된 반응기를 해결책으로서 제공한다.

[0004] EP 0 446 059 A1은 연속 교반 탱크 반응기를 이용하여 촉매 슬러리를 제조하고, 이는 예비 중합 구역에서 제조된 예비 중합체 현탁액의 형태로 상기 반응기에 도입되어, 상기 반응기로 도입된 촉매와 형성된 중합체가, 가스 상의 스트림에 의하여 혼입될 수 있고 재순환 가스 파이프를 막을 수 있는, 지나치게 미세한 입자를 함유하는

것을 방지하게 한다.

[0005] 그러나, 이러한 반응기는 여전히 단점을 가진다. 예를 들어, 슬러리 레벨이 임펠러를 통과하는 경우, 예를 들어 용기로부터 슬러리를 인출하는 동안, 용기의 벽 상에 슬러리의 스플래싱(splashing)이 유발된다. 결과적으로, 촉매 머드/페이스트는 용기의 벽 상에 축적된다. 이 축적된 덩어리는 떨어지고 (바람직하게는 용기의 바닥에 위치한) 배출구를 막을 수 있다.

[0006] 이런 문제에 대한 한가지 가능한 해결책은 '*Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*', 편집: Paul, E., Atiemo-Obeng, V., Kresta, S. John Wiley and Sons, 2004. pp. 345-390. 뿐 아니라 '*Unit Operations of Chemical Engineering*', McCabe, W., Smith, J., Harriott, P., 및 McGraw-Hill, 1993.에서 기술된 바와 같이 다운-펌핑 구성을 위하여 다운- 및/또는 업-펌핑 수중익(hydrofoil) 임펠러를 이용하는 것이다. 이러한 임펠러는 일반적으로 용기 내부의 혼합을 향상시키고, 용기 벽으로의 슬러리의 스플래싱을 감소시킨다. 그럼에도 불구하고, 슬러리 레벨이 임펠러 레벨일 때 스플래싱이 여전히 발생한다.

발명의 내용

[0007] **본 발명의 목적**

[0008] 그러므로, 전술한 종래 기술의 문제점을 감안하여, 본 발명의 목적은, 특히 슬러리 레벨이 임펠러 레벨에 가까운 경우 연속 교반 탱크 반응기에서의 감소된 스플래싱을 가지는, 입자를 함유하는 균질한 슬러리를 제공하기 위한 공정을 제공하는 것이다.

[0009] 슬러리 레벨이 더 높은 임펠러 레벨 또는 더 낮은 임펠러 레벨에 가까울 때 임펠러의 회전 속도가 감소되어, 연속 교반-탱크 반응기에서 슬러리의 스플래싱 효과가 현저하게 감소될 수 있다는 것이 발명자들에 의하여 놀랍게도 이제 발견되었다.

[0010] 그러나, 임펠러의 회전 속도를 현저하게 감소시키는 것은 슬러리상(slurry phase) 내 슬러리 입자의 침전을 유발할 수 있다. 반면에, 용기의 배출구를 막을 수 있고, 반응기의 수율을 감소시키거나 반응기의 교반을 추가로 막아 시스템 전체의 고장을 유발할 수 있기 때문에, 침전은 방지되어야 한다.

[0011] **본 발명의 요약**

[0012] 슬러리 레벨이 더 높거나 더 낮은 임펠러 레벨에 가까울 때 임펠러의 회전 속도를 소정의 속도로 감소시켜 침전을 방지한다면, 연속 교반-탱크 반응기에서의 스플래싱 효과가 현저하게 감소될 수 있고, 동시에 슬러리 내에서 입자의 침전이 방지될 수 있는 것이 발명자들에 의하여 놀랍게도 이제 발견되었다.

[0013] 그러므로, 본 발명은 균질한 입자-함유 슬러리(homogeneous particle-containing slurry)를 제공하기 위한 공정을 제공하고, 상기 공정은:

[0014] (a) 용기의 수직축을 중심으로 회전하는 적어도 하나의 임펠러를 포함하는 용기를 제공하는 단계, 여기서 상기 적어도 하나의 임펠러의 회전 속도 n_1 은 식(1)에 따른 n_{min} 보다 높고, 상기 용기는 유입구와 배출구를 더 포함하며;

[0015] (b) 입자-함유 슬러리를 상기 용기로 도입하거나, 입자-함유 슬러리를 형성하는 성분을 상기 용기로 도입하는 단계;

[0016] (c) 상기 슬러리 내에서의 균질화 및/또는 균질한 입자 분포를 유지하기 위하여, 상기 적어도 하나의 임펠러를 적어도 상기 수직축을 중심으로 회전시키는 단계;

[0017] (d) 상기 배출구를 통하여 상기 균질한 입자-함유 슬러리를 인출하는 단계;

[0018] (e) 상기 적어도 하나의 임펠러의 회전 속도 n_1 을 감소된 회전 속도 n_{red} 로 감소시키되, n_{red} 는 n_1 보다 낮으며 식 (1)에 따른 n_{min} 과 같거나 더 높은 것인 단계;를 포함한다.

[0019]
$$n_{min} = \frac{Sv^{0.1} D_p^{0.2} \left(g \frac{\Delta\rho}{\rho_f} \right)^{0.45} B^{0.13}}{D_a^{0.85}} \quad (1)$$

[0020] 정의

[0021] 본 명세서에서 사용되는 용어 스플래싱(splashing)은 임펠러에 의하여 슬러리의 일부를 분배(distribution)하는 제어되지 않은 공정으로 이해되어야 하고, 이에 따라 상기 슬러리는 용기의 벽 상에 퍼뜨려진다. 임펠러가 슬러리 레벨에 가까워지면, 스플래싱이 주로 발생한다. 그러므로, 임펠러는 슬러리의 액체 매개체(carrier)와 가스상 간의 상계면(phase boundary)에 가까이 회전하여, 슬러리의 일부를 상기 가스상 내 및 용기의 벽 상으로 내던진다.

[0022] 본 명세서에서 사용되는 침전(sedimentation)은 액체에 가라앉고 용기 바닥에 안착하는 슬러리 내 입자의 경향을 나타낸다. 이 효과를 유발하는 힘은 중력이고, 이는 슬러리 전체로부터 상기 입자를 바닥으로 끌어당긴다. 그러므로, 다른 힘이 상기 입자에 영향을 주지 않는다면, 이들은 침전 시간으로 불리는 특정 시간 내에 가라앉을 것이다. 여기서, 상기 용어 침전 시간(sedimentation time)은 슬러리의 균질성을 상실할 정도의 침전이 달성되기 위해 필요한 시간으로서 이해된다. 본 명세서에서 사용되는 침전 시간은 입자가 용기의 면적(예를 들어, 용기 바닥에서 수직 방향의 용기의 높이)에 기초하여 결정되는 소정의 거리를 이동하기 위하여 필요한 시간으로서 이해되어야 한다.

[0023] 본 명세서에서 사용되는 용어 용기(vessel)는 유입구(inlet) 및 배출구(outlet)를 가지는 용기(container)를 나타내며, 상기 배출구는 바람직하게는 용기의 바닥(중략 방향)에 있다. 게다가, 상기 용기는 회전 가능한 수직축을 가지고, 이는 중력 방향에 대하여 수직하게 진행된다. 적어도 하나의 임펠러가 상기 축에 부착된다. 상기 용기(container)는 일반적으로 임의의 형상을 가진다. 원통 벽에 평행하게 진행되는 수직축을 가지는 원통 형상이 바람직하다.

[0024] 본 명세서에서 사용되는 용어 임펠러(impeller)는 용기 내의 액체 유동에 영향을 미치는 로터(rotor)로서 이해되어야 한다. 이에 의하여, 임펠러가 회전하는 경우 액체의 적어도 부분적인 방사류(radial flow)가 유발되는 한, 일반적으로 상기 로터는 임의의 형상을 가질 수 있다. 수중의 임펠러와 같은 액체의 부분적인 축류(axial flow)를 유도하는 임펠러도 본 명세서에서 바람직하다.

[0025] 용기의 수직축을 중심으로 하는 임펠러의 회전 속도는, 분 당 회전수(rpm)으로 명시되는, 시간으로 나눈 상기 임펠러의 회전 수로서 이해된다.

[0026] 임펠러의 감소된 회전 속도는, 상기 임펠러에 의하여 감소된 스플래싱이 관찰되거나 스플래싱이 관찰되지 않는 회전 속도를 나타낸다. 또한, 임펠러의 최소 회전 속도는 침전이 발생하지 않되, 여전히 스플래싱을 피하는 속도이다.

[0027] 용어 슬러리 레벨(level of the slurry)은 용기 내에서의 슬러리의 액체와 상기 슬러리 위의 가스상 층 간의 상계면을 나타낸다.

도면의 간단한 설명

- [0028]** 도 1: 본 발명에서 사용된 예시적인 용기.
- 도 2: 최소 회전 속도의 구현.
- 도 3: 임펠러들 주위의 간격(interval)에서의 최소 회전 속도의 구현.
- 도 4: 자동화된 작동을 위한 제어 알고리즘.
- 도 5: 제어 알고리즘의 기능.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0029]** 본 발명자들은 균질한 입자-함유 슬러리를 제공하기 위한 공정을 발견하였으며, 상기 공정은:
- [0030]** (a) 용기의 수직축을 중심으로 회전하는 적어도 하나의 임펠러를 포함하는 용기를 제공하는 단계, 여기서 상기 적어도 하나의 임펠러의 회전 속도 n_1 은 식(1)에 따른 n_{min} 보다 높고, 상기 용기는 유입구와 배출구를 더 포함하며;
- [0031]** (b) 입자-함유 슬러리를 상기 용기로 도입하거나, 입자-함유 슬러리를 형성하는 성분을 상기 용기로 도입하는 단계;

- [0032] (c) 상기 슬러리 내에서의 균질화 및/또는 균질한 입자 분포를 유지하기 위하여, 상기 적어도 하나의 임펠터를 적어도 상기 수직축을 중심으로 회전시키는 단계;
- [0033] (d) 상기 배출구를 통하여 상기 균질한 입자-함유 슬러리를 인출하는 단계;
- [0034] (e) 상기 적어도 하나의 임펠터의 회전 속도 n_1 를 감소된 회전 속도 n_{red} 로 감소시키되, n_{red} 는 n_1 보다 낮으며 식 (1)에 따른 n_{min} 과 같거나 더 높은 것인 단계를 포함한다.

[0035]
$$n_{min} = \frac{Sv^{0.1}D_p^{0.2}\left(g\frac{\Delta\rho}{\rho_f}\right)^{0.45} B^{0.13}}{D_a^{0.85}} \quad (1)$$

[0036] 여기서,

[0037] n_{min} = 임펠터의 최소 회전 속도,

[0038] S = 임펠터의 형상 계수,

[0039] v = 동적 점도,

[0040] D_p = 슬러리 내 평균 입자 크기,

[0041] g = 중력 상수,

[0042] $\Delta\rho$ = 슬러리 내 입자 밀도 ρ_p 와 액체 밀도 ρ_f 간의 차이 ($\rho_p - \rho_f$),

[0043] ρ_f = 슬러리의 액체상 밀도,

[0044] $B = 100 * \text{고체 중량/액체 중량}$,

[0045] D_a = 임펠터의 직경.

[0046] 임펠터의 형상 계수 S 의 정의는 '*Comparing Impeller Performance for Solid-Suspension in the Transitional Flow Regime with Newtonian Fluids*', Chem. Eng. Res. Des., Vol. 77(8), Nov. 1999, pp. 721-727.에서 발견될 수 있다.

[0047] 바람직하게는, 인출 동안의 상기 슬러리 레벨이 상기 임펠터의 수직방향의 상단(vertically upper end)에 가까운 경우, 상기 수직축에 대하여 상기 임펠터의 하단(lower end)이 상기 슬러리 레벨보다 높을 때까지, 상기 감소시키는 단계가 초래된다.

[0048] 단순하게 하기 위하여, 상기 임펠터를 단지 멈출 수도 있다. 그러나, 상기 용기로부터 슬러리를 펌핑하여 빼내는 것이 일반적으로 느린 속도로 진행된다는 사실을 감안하면, 슬러리 레벨을 통과하도록 두기 위하여 필요한 상기 임펠터의 정지 시간은 상당히 길다. 그러므로, 상기 임펠터의 정지 동안 입자의 침전 가능성이 증가한다. 이는 우연히 형성될 수 있는 예외적으로 큰 입자가 존재하는 경우에 특히 관련이 있다.

[0049] 게다가, 침전이 발생하지 않도록 확실히 하는 상기 최소 회전 속도는 Zwietering 상관 관계식(식(1))을 이용하여 결정될 수 있고, 이는 예를 들어, '*Unit Operations of Chemical Engineering*', McCabe, W., Smith, J., Harriott, P., and McGraw-Hill, 1993. p. 265.에 기술된다.

[0050] 본 발명은 용기 벽 상의 슬러리의 스플래싱을 최소화하거나 심지어 제거하는 결과를 초래하는 연속 교반 탱크 반응기(예를 들어, 공급 용기)의 작동을 위한 공정을 개시한다. 이는 임펠터의 회전 속도가 최소값으로 감소되는 전술한 바와 같은 공정에 의하여 달성된다. 일반적으로, 이러한 공정은 최소한의 물질이 벽 상에 축적되는 것을 보장하고, 그 결과 용기의 배출구의 막힘 또는 상기 공정의 실패를 피하는 이점을 가진다. 또한, 이 공정은 입자 분리 및 침전으로 인하여 슬러리의 품질이 저하되지 않도록 보장한다. 특히, 이 공정은 장기간에 걸쳐 슬러리 인출이 요구되는 운영 전략에 더 적합하다.

[0051] 상기 임펠터의 수직축에 대하여 상기 슬러리 레벨이 상기 임펠터의 수직방향의 상단에 가까운 경우, 상기 임펠터의 회전 속도를 감소시키는 것은 특히 바람직하다. 이는 스플래싱이 발생할 때 상기 임펠터의 회전 속도를 감소시키는 것이 일어나는 것을 보장한다. 이러한 공정은 감소된 스플래싱에서의 개선된 균질화를 추가적으로 허

용한다.

[0052] 보다 더 바람직하게는, 본 발명에 따른 공정에 있어서, 인출 동안의 상기 슬러리 레벨이 상기 임펠러의 수직축에 대한 상기 임펠러의 수직방향의 상단보다 $0.5 \cdot D_a$ (임펠러의 직경) 높은 범위 내인 경우, 상기 임펠러의 회전 속도의 감소를 초래한다. 게다가, 상기 슬러리 레벨이 상기 임펠러의 수직축에 대한 상기 임펠러의 수직방향의 하단보다 $0.05 \cdot D_a$ 낮은 경우, 상기 감소를 멈추는 것이 바람직하다.

[0053] 일반적으로, 본 발명의 공정은 임의의 직경을 가지는 용기를 수반하여 작동한다.

[0054] 본 발명에 따른 상기 용기에 포함된 임펠러는 바람직하게는 상기 수직축에 직교하는 수평면으로 적어도 부분적으로 연장되고, 상기 수직축 방향으로 적어도 부분적으로 추가 연장된다. 이에 따라, 상기 수직축 방향을 따른 수평면의 배향에 따라, 업- 또는 다운-펌핑 효과가 달성될 수 있다. 상기 면(plane)이 수직축 방향을 따라 상기 용기의 상부를 향하여 배향되는 경우, 업-펌핑 임펠러가 제공된다. 이와 반대로, 상기 면(plane)이 상기 수직축 방향을 따라 상기 용기의 하부를 향하여 배향되는 경우, 다운-펌핑 임펠러가 제공된다. 본 발명에 따른 공정에 있어서, 다운-펌핑 임펠러가 바람직하다.

[0055] 본 발명에 따른 공정에서의 상기 용기는 단지 하나의 임펠러를 포함하거나 또는 바람직하게는 상기 용기의 수직축에 대하여 상이한 높이 레벨에서 하나 이상의 임펠러를 포함할 수 있다.

[0056] 하나 이상의 임펠러가 상기 용기에 포함되는 경우, 모든 연결된 임펠러가 동일한 회전 속도를 갖도록, 이들 임펠러는 회전 수직축에 연결될 수 있다. 이는, 예를 들어 상기 용기 내에 포함된 단지 하나의 회전축으로서 달성될 수 있다. 이러한 구현예에 있어서, 상기 슬러리의 스플래싱을 피하기 위하여 하나의 임펠러가 감소된 회전 속도를 가지는 경우, 모든 임펠러는 감소된 회전 속도를 가질 것이다.

[0057] 또 다른 보다 바람직한 구현예에 있어서, 하나 이상의 임펠러가 상기 용기 내에 존재할 수 있으며, 이들 모두는 각자의 회전 속도에 의하여 서로 독립적으로 구동될 수 있다. 이들 각각의 축은 상기 임펠러들의 개별적인 회전 속도를 허용하는 별도의 엔진에 의하여 구동될 수 있다. 이러한 구현예에 있어서, 단지 하나의 임펠러는 상기 슬러리의 스플래싱을 피하기 위한 감소된 회전 속도를 가질 수 있는 반면, 다른 임펠러는 그들 고유의 회전 속도를 여전히 유지한다. 바람직하게는, 이러한 구현예에 있어서, 인출 동안의 상기 슬러리 레벨이 상기 임펠러의 수직축에 대하여 상기 임펠러의 수직방향의 상단보다 $0.5 \cdot D_a$ (임펠러의 직경) 높은 범위로부터 상기 임펠러의 수직방향의 하단보다 $0.05 \cdot D_a$ 낮은 범위 내인 경우, 단지 하나의 임펠러의 회전 속도의 감소가 초래된다.

[0058] 본 발명에 따른 공정에 있어서, 단계 (e)에서, 상기 임펠러의 회전 속도는 식(1)에 따른 최소 회전 속도 n_{min} 로 감소된다. 이 공정은 더 낮은 슬러리 인출 속도에 특히 유용하다. 이는 슬러리 표면이 상기 임펠러 레벨을 통과하는 시간을 임의로 선택할 수 있도록 한다. 그러므로, 매우 느린 슬러리 인출을 수반한 구현예도 수행될 수 있다. 게다가, 일부 구현예는, 상기 슬러리가 다시 또 상승하거나 예상하지 못한 긴 시간 동안 상기 임펠러 레벨에서 유지되는 경우일 수 있다. 또한, 이러한 상황에 있어서, 상기 제2 공정은 현저하게 감소된 스플래싱 현상을 보장한다.

[0059] **실시예**

[0060] *실시예 1*

[0061] 본 실시예는 용기 내 입자의 침전을 유발하지 않고, 최소 회전 속도 n_{min} 를 구현한다. 상기 최소 회전 속도는 Zwietering 상관 관계식(식(1))을 이용하여 평가된다. 이 경우에 있어서, 상기 최소 회전 속도는 하기 표 1에서 나타나는 상이한 입경에 대하여 계산되었다.

[0062] 표 1: 6.13의 형상 계수 S에 대한 상이한 입경에 대한 최소 회전 속도, 2.1×10^{-5} m²/s의 동적 점도, 907 kg/m³의 슬러리의 액체상 밀도 ρ_f , 1300 kg/m³의 슬러리 입자 밀도 ρ_p , 30 %의 고체 중량/액체 중량 비 B, 및 0.5 m의 임펠러 직경 D_a 에 대하여 계산되었다.

표 1

[0063]

D_p [μ m]	n_{min} [rpm]
70	62
80	63

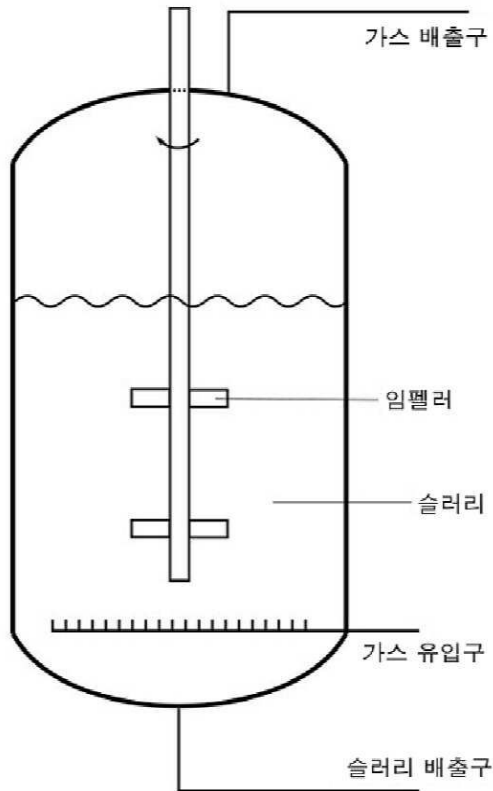
90	65
100	65

- [0064] 예를 들어, 90 μm 의 슬러리 내 평균 입경을 고려하면, 침전을 방지하기 위하여 요구되는 최소 회전 속도는 65 rpm이다. 도 2에 나타난 바와 같이, 제1 작동 모드에서 각각의 최소 회전 속도는 수직 방향으로의 제1 임펠러의 상부 레벨(upper level)에 슬러리 레벨이 도달하기 전에 한번에 조절될 수 있다. 이 최소 회전 속도는 슬러리 레벨이 수직 방향으로의 마지막 임펠러의 하부 레벨(lower level)을 통과할 때까지 유지된다.
- [0065] 이러한 작동 모드는 슬러리 레벨의 관찰이 곤란한 경우 및/또는 일반적으로 공정이 매우 단순한 방식으로 작동되어야 하는 경우에 특히 유리하다.
- [0066] 도 3은 슬러리 레벨이 두개의 임펠러 사이에 있는 경우, 회전 속도의 감소를 되돌리는 작동 모드를 나타낸다. 이 도면은 느린 속도로 공급 용기에서의 인출 동안의 용기 내 슬러리 레벨의 감소를 더 나타낸다. 이러한 작동 모드에서, 균질화는 반응기로부터의 슬러기의 인출 동안 더 개선된다. 게다가, 침전의 위험은 더욱 감소된다. 그러므로, 이 작동 모드는 상기 레벨이 임펠러에 가까울 경우 최소 침전 및 최소 스플래싱을 모두 보장한다.
- [0067] 상기 슬러리 레벨이 상기 임펠러의 수직방향의 상단보다 $0.5 \cdot D_s$ (임펠러의 직경) 높고, 상기 임펠러의 수직방향의 하단보다 $0.05 \cdot D_s$ 낮을 때 상기 회전 속도를 감소시키는 경우, 최적의 작동 모드가 달성된다. 상기 회전 속도가 상기 임펠러의 수직방향의 상단보다 $< 0.5 \cdot D_s$ 높은 슬러리 레벨에서 감소되고 및/또는 임펠러의 수직방향의 하단보다 $< 0.05 \cdot D_s$ 낮은 슬러리 레벨에서 다시 상승되는 경우, 스플래싱은 완전하게 피할 수 없다. 이와 반대로, 상기 회전 속도가 상기 임펠러의 수직방향의 상단보다 $> 0.5 \cdot D_s$ 높은 슬러리 레벨에서 감소되고 및/또는 임펠러의 수직방향의 하단보다 $> 0.05 \cdot D_s$ 낮은 슬러리 레벨에서 다시 상승되는 경우, 전체 작동은 현저하게 느려지고 심지어 입자 침전을 초래할 수 있다.
- [0068] 이러한 작동 모드는 모든 임펠러가 상기 수직축에 연결되어 다른 회전 속도로 작동될 수 없는 하나 이상의 임펠러를 가지는 용기의 경우에 특히 유리하다. 또한, 각각의 임펠러가 각각의 회전 속도로 작동될 수 있는 경우, 전술한 간격(interval)에서 각각의 임펠러에 대한 회전 속도의 감소를 달성하는 것이 최적의 모드이다.
- [0069] *실시예 2*
- [0070] 제안된 방법론의 수동 작동은 상기 공정의 효율성에 있어서 부정적인 효과를 가질 수 있다. 이러한 부정적 효과는 예를 들어 슬러리의 인출 속도의 변화 또는 심지어 상기 인출의 예상치 못한 중단으로 인하여 발생할 수 있다. 이러한 경우, 임펠러의 회전 속도가 감소되도록 조정하여야만 한다. 그러므로, 균질한 입자-함유 슬러리를 제공하는 제어된 공정을 적용하는 것이 바람직하다.
- [0071] 이러한 제어된 공정은 제어 시스템을 포함하는 도 4에 도시되어 있고, 상기 제어 시스템은: (a) 레벨 센서, 예를 들어 초음파 레벨 센서; (b) 제어 장치에 대한 설정치(set point)를 추정하기 위한 추론 제어 시스템(inferential control system); 및 (c) 제어 장치(controller), 예를 들어 임펠러의 회전 속도를 조절하기 위한 비례-적분-미분 제어 장치(proportional-integral-derivative controller, PID)를 포함한다.
- [0072] 평균 입자 크기, 점도, 밀도 및 교반기 설계 변수와 같은 시스템 특성으로부터, 상기 최소 회전 속도는 Zwietering 상관 관계식(식(1))을 이용하여 결정되고, 모터 회전 속도에 대한 설정치로서 제어 장치로 전달된다. 상기 용기의 작동 동안, 상기 용기 내 슬러리 레벨은 상기 레벨 센서에 의하여 측정되고, 또한 상기 제어 장치로 전달된다.
- [0073] 상기 슬러리가 상기 레벨 센서에 의하여 모니터링된 특정한 소정의 시발점(trigger point)을 통과하는 경우, 상기 제어 장치는 상기 슬러리 레벨에 가까운 임펠러의 회전 속도를 자동적으로 감소시킬 수 있다. 그러므로, 정상 작동 시, 상기 공정은 도 3에서 설명된 바와 같은 사전-정의된 패턴을 따른다.
- [0074] 그러나, 장애가 상기 공정에 영향을 미치는 경우, 제어 알고리즘은 센서에 의해 제어 시스템으로 제공된 데이터에 기초하여 상기 임펠러의 회전 속도를 감소시키는 트리거 시간을 조정한다. 도 5에서 슬러리 인출의 갑작스러운 정지가 발생한 경우(45 분 내지 60 분 사이)를 도시한다. 상기 제어 시스템은 정상 인출 속도로 재-설정하기 위하여 필요한 시간 지연으로 상기 임펠러 회전 속도의 감소에 반응하고 변환한다.
- [0075] 예를 들어, 대부분의 중합 촉매의 제조는 매우 긴 시간이 소요된다. 그러므로, 이들 공정을 수동으로 작동하는

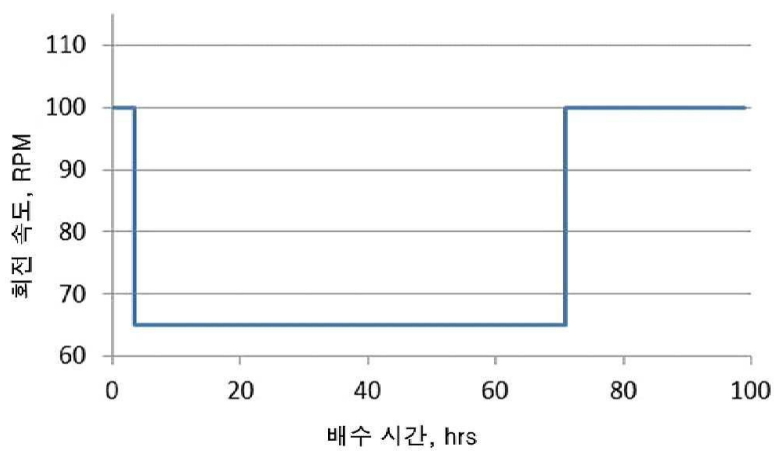
것은 비용이 많이 들고 오류가 발생하기 쉽다. 회전 속도 변경의 변화를 자동화하는 것은 오랜 시간에 걸쳐 효율적인 운영을 보장하기 위한 핵심이다. 게다가, 자동화는 상기 시스템의 운용성에 대한 정보를 수집하기 위하여 유리하게 더 이용될 수 있다. 이러한 정보는 상기 공정을 더 최적화하기 위하여 이용될 수 있다.

도면

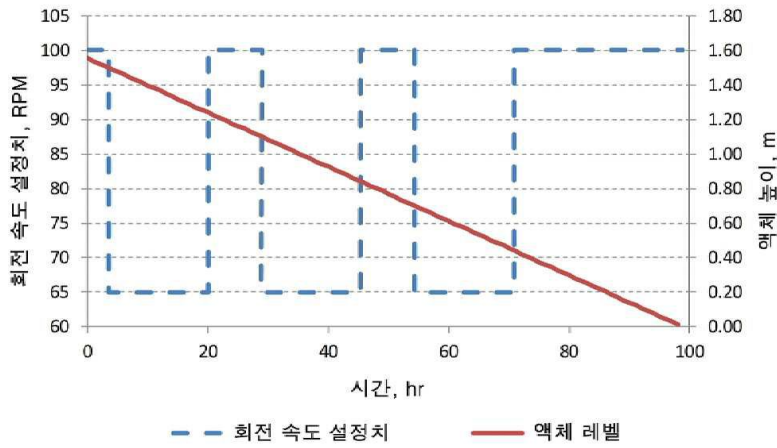
도면1



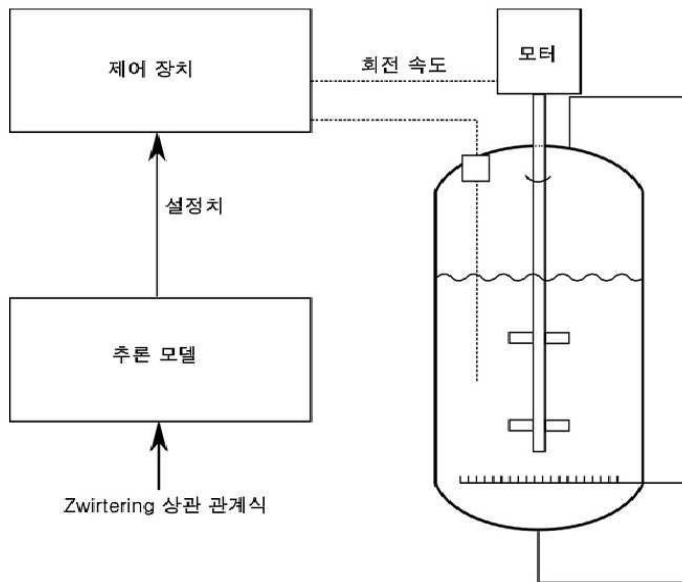
도면2



도면3



도면4



도면5

