

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4723701号
(P4723701)

(45) 発行日 平成23年7月13日(2011.7.13)

(24) 登録日 平成23年4月15日(2011.4.15)

(51) Int.Cl.

F I

F 2 6 B 3/00 (2006.01)

F 2 6 B 3/00

F 2 6 B 7/00 (2006.01)

F 2 6 B 7/00

請求項の数 6 (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平11-120261
 (22) 出願日 平成11年4月27日(1999.4.27)
 (65) 公開番号 特開2000-310482(P2000-310482A)
 (43) 公開日 平成12年11月7日(2000.11.7)
 審査請求日 平成17年11月16日(2005.11.16)
 審判番号 不服2007-31771(P2007-31771/J1)
 審判請求日 平成19年11月22日(2007.11.22)

(73) 特許権者 000004178
 J S R株式会社
 東京都港区東新橋一丁目9番2号
 (73) 特許権者 000004215
 株式会社日本製鋼所
 東京都品川区大崎一丁目11番1号
 (74) 代理人 100094190
 弁理士 小島 清路
 (74) 代理人 100117134
 弁理士 萩野 義昇
 (74) 代理人 100111752
 弁理士 谷口 直也
 (72) 発明者 高見 信安
 東京都中央区築地二丁目11番24号 ジ
 エイエスアル株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリマーの回収方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

脱水スリットを有し、該脱水スリットが形成された位置よりも押出側にベントを有しない二軸押出機に、水を30～70重量%含むポリマーを供給し、

該押出機内において上記ポリマーを供給側から押出側に移動させつつ加圧しかつ加熱し、

その後、該押出機の押出側端部において、該ポリマーを押出機先端内部から押出機外部に押し出すことにより、該ポリマー中の水分を瞬時に気化させて、該ポリマーを乾燥させるポリマーの回収方法。

【請求項 2】

上記押出機外部に押し出される直前において上記ポリマーの含水率は5～40重量%である請求項1記載のポリマーの回収方法。

【請求項 3】

上記二軸押出機のスクリュウは、長さ(L)と径(D)との比(L/D)が5～25である請求項1または2記載のポリマーの回収方法。

【請求項 4】

上記押出機の先端内部の圧力が0.5～10MPaGである請求項1乃至3のいずれかに記載のポリマーの回収方法。

【請求項 5】

下記式により表される上記押出機外部への押し出し時におけるダイス孔通過時のポリマ

10

20

一線速は $0.03 \sim 1 \text{ m/s}$ である 1 乃至 4 のいずれかに請求項記載のポリマーの回収方法。

(ダイス孔通過時のポリマー線速)

$$= (\text{ポリマー押し出し容積流量}) / (\text{ダイス孔全開孔面積})$$

【請求項 6】

上記押出機外部の圧力は $0 \sim 0.1 \text{ MPaG}$ である請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載のポリマーの回収方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、水を含むポリマーを脱水・乾燥させて、ポリマーを回収する方法に関する。なお、本発明において「水を含むポリマー」とは、粉状のポリマーに水が付着して湿った状態、スポンジ状のポリマーに水が吸収された状態、塊状ポリマーの内部に水分が巻き込まれた状態、ポリマーが水スラリーとなった状態などにおいて、高分子量化合物としてのポリマー自体とこれに付随する水との全体を指す。また、ポリマーの「含水率」とは、(水分量) / (乾燥ポリマー重量 + 水分量) $\times 100$ (%) をいう。

【0002】

【従来の技術】

ゴム状重合体などのポリマーの製造は、一般に乳化重合、溶液重合あるいは懸濁重合などによって行われている。これらの重合法により得られた重合液からポリマーを回収する方法として、乳化重合の場合には一般に、凝固剤を含む熱水に重合液を接触させるなどの方法により、エマルジョン粒子を凝集させてポリマーを水スラリーとし、これを脱水し乾燥する方法が用いられている。また、溶液重合の場合には、スチームストリッピングなどの方法により有機溶剤などを除去するとともにポリマーを析出させて水スラリーを得、これを脱水し乾燥する方法が用いられている。

ここで、脱水乾燥前のポリマーは粉状またはクラム状などの形状をなし、内部に大量の水分を含有している。このように含水率の高いポリマーの乾燥においては、遠心分離などの方法によって低減しうる含水率には限界があるため、熱源を用いた熱風乾燥によって水分を蒸発させている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、この熱風乾燥手段によると、膨大なエネルギーを必要とするばかりでなく、長時間高温にさらされるのでポリマー自体が劣化する場合があった。しかも、その設備に膨大な設備費がかかる上、これら設置スペースの増大につながるなど種々の問題があった。

【0004】

一方、特公昭 41 - 4462 号公報には、スクリュウ式の脱水機によりポリマーを予備脱水し、このポリマーを乾燥用の押出機に供給し、この押出機内で加熱および加圧したポリマーを低圧領域（例えば大気中）に押し出すことにより水分を気化させて乾燥させる機械的脱水・乾燥方法およびその装置が開示されている。しかし、上記公報において具体的に記載された装置によると、含水率の高いポリマーを処理する場合には脱水機のスクリュウへのポリマーの食い込み不良、ポリマー押出量の不足などの問題が生じやすく、また押出機において脈動（サージング）を起こす、乾燥が不十分となるなどの問題があった。特に、低ムーニー粘度のゴム状重合体をこの装置により脱水・乾燥する場合には、脱水機のスリットからの漏れによる製品のロスが大きい、脱水機出口においてゴムが切断できないために予備脱水後のポリマーを乾燥用の押出機へ供給できないなどの問題があり、生産が著しく困難であった。

【0005】

本発明の目的は、エネルギー効率が良く、かつ脱水・乾燥設備の小型化が可能なポリマーの回収方法を提供することにある。

【 0 0 0 6 】

【課題を解決するための手段】

上記の課題を解決するために、本発明のポリマーの回収方法は、脱水スリットを有し、該脱水スリットが形成された位置よりも押出側にベントを有しない二軸押出機に、水を30～70重量%含むポリマーを供給し、該押出機内において上記ポリマーを供給側から押出側に移動させつつ加圧しかつ加熱し、その後、該押出機の押出側端部において、該ポリマーを押出機先端内部（高圧領域）から押出機外部（低圧領域）に押し出すことにより、該ポリマー中の水分を瞬時に気化させて、該ポリマーを乾燥させることを特徴とする。

【 0 0 0 7 】

本発明の回収方法によると、予備脱水のためのスクリュウ式脱水機などを押出機と別体に設ける必要がなく、押出機の一部に設けられた脱水スリットと押出圧力により予備脱水を行う。したがって、予備脱水後のポリマーを切断する必要がないのでこのポリマーの切断困難性に基づく従来の問題が解消されるとともに、脱水乾燥工程のための設備面積を縮小することができる。また、脱水および乾燥を押出機一基で行うのでエネルギー効率も向上する。そして、本発明において用いる押出機は「二軸」であるため、一軸の場合に比べて押出機のスクリュウへのポリマーの食い込み性が良い。このため、十分なポリマー押出量が得られ、またサージングも防止される。

【 0 0 0 8 】

また、本発明の方法では、上記低圧領域に押し出される直前において上記ポリマーの含水率は5～40重量%とすることができる。

【 0 0 0 9 】

本発明の回収方法ではベントからの脱水を行わないので、脱水スリットにより含水率5～40重量%まで予備脱水された後、ポリマー中に残った水分はそのまま押出機先端まで持ち込まれ、ポリマーとともに低圧領域に押し出されたときにポリマー中から除去される。この方法によると、予備脱水後に残った水分をベントから除去する場合に比べて、押出機のスクリュウの長さ（ L ）と径（ D ）との比（ L/D ）（以下、「 L/D 比」という。）を短くすることができる。これにより、押出機の小型化が可能となり、エネルギー効率も向上する。また、押出直前におけるポリマーの含水率を上記範囲とすることにより、低圧領域に押し出された瞬間に気化した水分がポリマーを発泡させて多孔質状とするので、ポリマー全体を均一かつ十分に乾燥させることができる。

【 0 0 1 0 】

そして、本発明のポリマーの回収方法では、上記二軸押出機のスクリュウを、 L/D 比が5～25とすることができる。

【 0 0 1 1 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

【 0 0 1 2 】

本発明の回収方法の一例につき、溶液重合により得られたポリマーを回収する場合を例として、その概要を図1を用いて説明する。

重合反応が完了した重合体液は、中間タンクもしくは重合槽1からポンプ2により昇圧されてストリッパー3にはいる。ストリッパー3には導管4により熱水またはスチームが導入される。ストリッパー3の頂部からは蒸発した溶媒蒸気および水蒸気が導管6を通して凝縮器7に入り、ここで冷却されて液化し、タンク8に貯蔵された後、排出管9より回収される。ストリッパー3で殆ど脱溶媒された重合体は微粒子になって熱水中に分散してスラリー状になる。このスラリー状のポリマーは、ポンプ10によって導管5および導管11を通じて輸送され、水切り装置12によって水を一旦切ってから押出機14に供給される。ポリマーから分離された水は排水13として排出される。

【 0 0 1 3 】

この水切り装置12としては、スクリュウ式脱水機や遠心式脱水機などの脱水機ではなく、通常はスリットスクリーンや振動式スクリーンなどが用いられる。これらのスクリーン

10

20

30

40

50

におけるスリットの間隔は0.1～1mmとすることが好ましい。

【0014】

押出機14は、フィード口18および脱水スリット15が設けられ水切り後のポリマーを予備脱水する脱水ゾーンと、この脱水ゾーンよりも押出側に位置しており予備脱水されたポリマーを加圧かつ加熱した後に低圧領域へと押し出す乾燥ゾーンとに大別される。押出機に供給されたポリマーは、スクリュウの回転により脱水ゾーンを経て乾燥ゾーンへと送られる。この場合、脱水と乾燥とを押し出機一基で連続的に行うので、予備脱水後のポリマーを切断あるいは粉碎する必要はない。

【0015】

この押出機14としては二軸押出機が用いられる。二本のスクリュウの構成は、かみ合い型、非かみ合い型のいずれでもよく、完全かみ合い型を用いることが好ましい。また、スクリュウの回転方向は同方向でも異方向でもよい。異方向回転の二軸押出機を用いる場合には、同方向回転の場合に比べてポリマーをスクリュウに巻き込ませやすいという利点がある。一方、同方向回転の二軸押出機を用いる場合には、硬いポリマーを処理する場合などにもスクリュウの軸振れが少なく、ポリマーを安定して押し出すことができる。本発明においては、同方向回転の二軸押出機を用いることが好ましい。

【0016】

押出機14のフィード口18から投入されるポリマーは、上述のように水切り装置12で簡単に水を除去しただけの状態であるため、通常は10～70重量%の水を含んでいる。押出機14に供給されたポリマーは、脱水ゾーンにおいて絞り脱水され、この予備脱水で遊離した水は脱水スリット15から排水16として排出される。この脱水ゾーンに位置するスクリュウは、通常の押出機で用いられるニーディングディスクや逆フライトスクリュウ、あるいはシールリング等の抵抗体を用いて構成される。

このとき、予備脱水の条件を厳しくしすぎると、分子切断によってポリマーの品質が低下する恐れがある。また、この時点で含水率を低下させすぎると、押し出機先端まで持ち込まれる水分量が不足して、低圧領域に押し出されたときにポリマーが旨く発泡しきれず、これにより乾燥不良を起こす場合がある。したがって、予備脱水後の水分が好ましくは5～40重量%、さらに好ましくは5～30重量%、特に好ましくは10～20重量%になるように抵抗体を組み合わせてスクリュウを構成する。

【0017】

脱水スリットを形成する位置については、押し出機の軸方向に対して、1 フィード口が設けられた位置、2 フィード口よりも後流側（図1における右側）、3 フィード口よりも前流側（図1における左側）のいずれでもよく、上記1～3から選択された二つ以上の箇所に跨がって一個または二個以上の脱水スリットを設けてもよく、また上記1～3から選択された二つ以上の箇所にそれぞれ一個または二個以上の脱水スリットを設けてもよい。本発明においては、図1に示すように、脱水スリット15をフィード口18よりも後流側に設けることが好ましい。

脱水スリットの数および長さは、フィード口から供給されるポリマーの含水率および脱水ゾーンにおけるポリマーの脱水程度を考慮して決定されるが、通常は1～2箇所に、スリットの長さ(L)とスクリュウの径(D)との比(L/D)が0.8～5程度のスリットを設ければよい。脱水スリットの間隔は2mm以下が好ましく、1mm以下がさらに好ましく、0.5mm以下が特に好ましい。スリットの間隔が大きすぎると、スリットからポリマーが漏れて製品のロスとなる。

【0018】

脱水ゾーンで予備脱水されたポリマーは、押し出機内をそのまま乾燥ゾーンへと移動され、ここで供給側から押し出側へと移動されつつ漸次加圧しかつ加熱される。そして、押し出機先端に取付けられたダイスのダイス孔などを通じて、押し出機先端内部（高圧領域）から押し出機外部（低圧領域）へとポリマーが押し出され、ポリマー中の水分が瞬時に気化することによりポリマーが乾燥される。このように、押し出機14によって脱水・乾燥されたポリマーは、乾燥クラム17となって回収される。

10

20

30

40

50

このとき、低圧領域に押し出された瞬間に、気化した水分によってポリマーが発泡するような条件で乾燥ゾーンにおける加圧、加熱および押し出しを行うことが好ましい。押し出されたポリマーが発泡して多孔質状となる場合には、気化した水分がこの孔を通じてポリマーから速やかに除去されるので、ポリマー全体を均一かつ十分に乾燥させることができる。

【0019】

低圧領域に押し出された瞬間にポリマーを良好に発泡させるためには、乾燥ゾーンにおいて、押出機先端内部の圧力が $0.5 \sim 10 \text{ MPaG}$ 、さらに好ましくは $1.0 \sim 5.0 \text{ MPaG}$ 、特に好ましくは $1.0 \sim 4.0 \text{ MPaG}$ となるように昇圧を行うことが好ましい。この昇圧の程度は、ダイス孔形状の選定やスクリュウ構成などにより調節される。ダイス孔形状は特に限定されず、丸孔、十字孔、長方形孔（スロット）等を使用することができる。

10

【0020】

また、ポリマーの発泡性は、低圧領域への押し出し時におけるダイス孔通過時のポリマー線速にも影響される。この「ダイス孔通過時のポリマー線速」は下記式により表される。

（ダイス孔通過時のポリマー線速）

$$= (\text{ポリマー押し出し容積流量}) / (\text{ダイス孔全開孔面積})$$

このダイス孔通過時のポリマー線速が、通常 $0.03 \sim 1 \text{ m/s}$ 、好ましくは $0.03 \sim 0.5 \text{ m/s}$ 、さらに好ましくは $0.05 \sim 0.5 \text{ m/s}$ 、特に好ましくは $0.1 \sim 0.4 \text{ m/s}$ となるようにダイス孔の数および形状を決定することにより、押し出されたポリマーを良好に発泡させることができる。

20

この低圧領域の圧力は、通常 $0 \sim 0.1 \text{ MPaG}$ であり、好ましくは $0 \sim 0.05 \text{ MPaG}$ である。また、この低圧領域の温度は通常 $10 \sim 200$ であり、好ましくは $20 \sim 180$ である。

【0021】

本発明において使用する押出機はベントをもたない。この場合、予備脱水後にポリマー中に残った水分はそのまま押出機先端まで持ち込まれる。したがって、押出機先端内部におけるポリマーの好ましい含水率は、予備脱水後の好ましい水分と同じく $5 \sim 40$ 重量%であり、さらに好ましくは $5 \sim 30$ 重量%、特に好ましくは $10 \sim 20$ 重量%である。押出直前におけるポリマーの含水率を上記範囲とすることにより、低圧領域に押し出された瞬間にポリマーを良好に発泡させることができる。一方、ベントを有する押出機を用いると、予備脱水後のポリマーが押出機先端まで移動される間にベントから脱水されるので、押出機先端における含水量が不足してポリマーが発泡しにくくなり、このため乾燥が不十分となる場合がある。

30

なお、上記「ベントをもたない押出機」とは、ベントを閉じて運転されるベント押出機を含む意味である。

【0022】

本発明においては、水を含むポリマーを供給側から押出側へ移動させる間に圧力および熱を加え、好ましくはこのポリマーを移動させつつ漸次加圧しかつ加熱して、このポリマー中の水分量を維持させたまま押出側端部まで移動させ、押出側端部においてこのポリマーを高圧領域から低圧領域に急に逸出させてポリマー中の水分を瞬時的に気化させることによりポリマーを乾燥させる。この方法によると、ベントを有する押出機を用いてこの押出機内を移動させながらポリマー中の水分を順次ベントから除去する方法に比べて、スクリュウの L/D 比を短くすることができる。すなわち、ベントを有する押出機を用いる場合には通常 $L/D = 28 \sim 45$ 程度は必要となるのに対して、本発明においてはそれよりも L/D 比の小さいスクリュウを有する押出機を用いてポリマーを十分に乾燥させることが可能である。具体的には、請求項3記載のように、本発明においては押出機のスクリュウの L/D 比を $5 \sim 25$ とすることができ、さらに $L/D = 5 \sim 15$ のスクリュウを用いることも可能である。このように L/D 比の小さなスクリュウを備えた押出機を用いることにより、比エネルギーが小さくて済むため省エネルギー化を図ることができ、また押出機

40

50

の設置面積を小さくすることができる。

【 0 0 2 3 】

押出機のスクリュウ回転数およびバレルの加熱条件は、押出機の押出能力およびポリマーの製品物性を勘案して決定されるが、スクリュウ回転数は 1 0 ~ 6 0 0 r p m、加熱条件は押出機先端内部におけるポリマーの温度が 1 0 0 ~ 2 5 0 となる範囲から通常選ばれる。

【 0 0 2 4 】

本発明の方法により回収されるポリマーは特に限定されないが、通常の乳化重合、溶液重合あるいは懸濁重合などによって作られる重合体が例示される。具体例としては、ブタジエンゴム (B R)、ブタジエン樹脂 (R B)、スチレン - ブタジエンゴム (S B R)、イソpreneゴム (I R)、エチレン - プロピレンゴム (E P R)、アクリロニトリル - ブタジエンゴム (N B R)、アクリルゴムなどの重合体が挙げられる。

【 0 0 2 5 】

本発明の回収方法を実施することにより、例えば含水率 0 . 1 ~ 5 重量 % まで乾燥されたポリマーが得られる。この方法により回収されたポリマーに対し、必要に応じて後乾燥を行ってポリマーをさらに乾燥させてもよい。この後乾燥方法としては、熱風乾燥や流動乾燥などの従来の乾燥方法を用いることができる。

なお、押出機に供給されるポリマーは、通常は水のみならず重合溶媒、未反応モノマーなどをも含んでいる。本発明の回収方法によると、ポリマーが高圧領域から低圧領域に押し出されたときに、このポリマー中に含まれていた水とともに重合溶媒、未反応モノマーなども気化するので、これらをポリマーから除去することができる。例えば、溶液重合にスチームストリッピング処理を行ったポリマーは、脱水乾燥前においては通常 1 ~ 5 重量 % 程度の有機溶媒を含んでいるが、本発明の回収方法を実施した後は残存溶媒量を 1 0 0 0 p p m 以下にまで低減することが可能である。

【 0 0 2 6 】

【 実施例 】

以下、実施例および比較例を挙げて本発明の回収方法を具体的に説明する。

【 0 0 2 7 】

(実施例 1)

シクロヘキサン溶媒中で n - ブチルリチウムを開始剤として共重合したスチレン含量 2 0 重量 %、数平均分子量 3 8 0 , 0 0 0、ムーニー粘度 (M L ₁₊₄) 7 0 であるスチレン - ブタジエン共重合体の 3 5 重量 % シクロヘキサン溶液を試料としてポリマーの回収実験を行った。

上記共重合体溶液をスチームストリッピング処理により脱溶剤および洗浄し、ストリッパー底部から共重合体濃度 1 0 重量 % の熱水スラリーを連続して取り出し、水切り装置で遊離水を切った後、フィード口の後流側に 1 段の脱水スリットを有する二軸押出機へ供給した。

使用した二軸押出機は、スクリュウ径 6 9 m m、スクリュウの L / D 比 1 4 であり、脱水スリットの目開きサイズは 1 m m である。押出機のシリンダーは電気ヒーターにより 1 7 0 に加熱した。この押出機を、スクリュウ回転数 1 0 0 回転 / 分、2 0 0 回転 / 分、3 0 0 回転 / 分の各条件で運転し、ポリマーを大気中へと押し出して乾燥させた。なお、この運転条件では、押出機先端内部においてポリマーは 1 5 0 ~ 1 7 0 程度まで加熱される。

【 0 0 2 8 】

(実施例 2)

実施例 1 で用いた共重合体溶液に代えて、スチレン含量 3 5 重量 %、数平均分子量 4 0 0 , 0 0 0、ムーニー粘度 (M L ₁₊₄) 6 0 の共重合体の 3 5 重量 % シクロヘキサン溶液を試料として用いた。この点以外は実施例 1 と同様にしてポリマーの回収実験を行った。

【 0 0 2 9 】

(実施例 3)

実施例 1 で用いた共重合体溶液に代えて、トルエン溶媒中でトリエチルアルミニウムを開始剤として重合した数平均分子量が 200,000 でムーニー粘度 (ML_{1+4}) 35 のブタジエンゴムの 20 重量%トルエン溶液を試料として用いた。この点以外は実施例 1 と同様にしてポリマーの回収実験を行った。

【0030】

実施例 1 ~ 3 につき、各運転条件における脱水スリットからの排水量、押出機先端からのポリマーの押出量、押出機先端内部におけるポリマーの圧力、比エネルギー、残存水分量および残存溶媒量を、押出機の運転状況と併せて表 1 に示す。なお、表 1 中の実験 No. 1、2、3 はそれぞれスクリュウ回転数 100 rpm、200 rpm および 300 rpm に対応する。また、「供給時含水率」とは押出機に供給されるポリマーの含水率（水切り装置を経た後の含水率）を指し、「先端圧力」および「先端水分量」とはそれぞれ押出機先端内部におけるポリマーの圧力および含水率を指し、「残存水分量」および「残存溶媒量」はそれぞれ回収されたポリマーに残存する水および有機溶媒の量を指す。

10

【0031】

【表 1】

表 1

実施例	実験No.	供給時含水率 (wt%)	脱水スリット 排水量 (kg/h)	押出量 (kg/h)	先端 圧力 (MPaG)	先端 水分量 (wt%)	比エネルギー (kWh/kg)	残存 水分量 (wt%)	残存 溶媒量 (ppm)	運転状況
1	1	55	170	150	0.20	20	0.09	0.2	200	問題なし
	2		350	300	0.23	23	0.08	0.2	200	同上
	3		526	450	0.25	30	0.07	0.3	300	同上
2	1	60	210	150	0.10	20	0.06	0.2	200	同上
	2		430	300	0.15	25	0.06	0.2	200	同上
	3		649	450	0.15	30	0.05	0.3	300	同上
3	1	30	62	150	0.25	8	0.08	0.3	400	同上
	2		123	300	0.27	15	0.07	0.3	500	同上
	3		185	450	0.30	20	0.06	0.4	500	同上

【0032】

表1から判るように、本発明の方法により回収された実施例1～3のポリマーは、いずれも残存水分量および残存溶媒量がそれぞれ0.5%以下および500ppm以下まで低減されていた。また、押出機において脱水スリットからの漏れやサージングも無く、運転状態は良好であった。また、実施例1～3のいずれにおいても比エネルギーは0.15kWh/kg以下と小さく、省エネルギー化が図られている。

なお、この実施例1～3の回収方法において、押出機から押し出されたポリマーの発泡状態はいずれも良好であった。

【0033】

10

20

30

40

50

(比較例 1)

実施例 1 で用いた共重合体溶液を試料として、実施例 1 と同様にストリップ処理を実施した後、実施例 1 と同様の水切り装置を経て含水率 55 重量%のポリマーを得た。このポリマーを、まず一軸の絞り脱水機（スクリュウ径 100 mm、 $L/D = 3.7$ ）により含水率 11 重量%まで脱水し、その後、一軸のメカニカル乾燥機（スクリュウ径 65 mm、 $L/D = 1.2$ ）を用いて、スクリュウ回転数 100 回転/分、200 回転/分、300 回転/分の各条件でポリマーを大気中に押し出して乾燥させた。その結果を表 2 に示す。なお、表 2 中の「比エネルギー合計」とは、脱水機と押出機との合計の比エネルギーを指す。この比較例 1 では乾燥機においてサージングを起こした。また、脱水機と乾燥機の比エネルギーの合計が 0.18 ~ 0.19 kWh/kg となり、実施例 1 ~ 3 に比べて大きかった。

10

【0034】

(比較例 2)

実施例 3 で用いた重合体溶液を試料として、実施例 1 と同様にストリップ処理を実施した後、実施例 1 と同様の水切り装置を経て含水率 30 重量%のポリマーを得た。このポリマーを、比較例 1 と同じ絞り脱水機により含水率 13 重量%まで脱水し、その後、比較例 1 と同じ一軸メカニカル乾燥機により、スクリュウ回転数 100 回転/分、200 回転/分、300 回転/分の各条件で乾燥させた。その結果を表 2 に示す。この比較例 2 では、絞り脱水機においてポリマーがスリット漏れを起こした。また、乾燥機においては比較例 1 よりも激しくサージングを起こした。そして、脱水機と乾燥機の比エネルギーの合計も 0.17 ~ 0.20 kWh/kg と大きかった。

20

【0035】

【表 2】

表 2

比較例	実験 No.	脱水機		乾燥機		比エネルギー合計 (kWh/kg)	残存水分量 (wt%)	残存溶媒量 (ppm)	運転状況
		供給時含水率 (wt%)	供給時含水率 (wt%)	供給時含水率 (wt%)	押出量 (kg/h)				
1	1	55	11		150	0.19	0.2	200	サージングあり
	2				300	0.18	0.2	200	サージングあり
	3				450	0.18	0.3	300	サージングあり
2	1	30	13		150	0.17	0.2	200	サージングおよびスリット漏れ
	2				300	0.18	0.2	200	サージングおよびスリット漏れ
	3				450	0.20	0.3	300	サージングおよびスリット漏れ

【 0 0 3 6 】

なお、上記実施例および比較例はいずれも溶液重合により得られたポリマーを回収する方法であるが、本発明の方法は乳化重合、懸濁重合などにより得られたポリマーの回収にも好適に利用される。

【 0 0 3 7 】

10

20

30

40

50

【発明の効果】

本発明のポリマーの回収方法では、脱水スリットを有する押出機により脱水および乾燥を行うので、脱水機と押出機とを別々に設ける必要がない。このため、設備面積が縮小されるとともに、エネルギー効率が向上する。また、押出機としては二軸押出機を用いるので、ポリマーのスクリュウへの食い込み性が良く、サージングも防止される。押出機先端におけるポリマーの含水率を所定の範囲内とすることにより、押し出されたポリマーが気化した水分により発泡するので、ポリマーを均一かつ十分に乾燥させることができる。

【図面の簡単な説明】

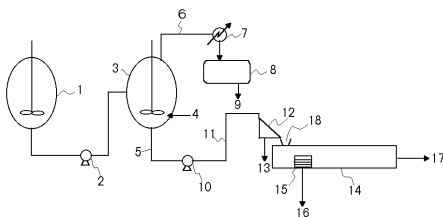
【図 1】本発明の回収方法を実施するための装置の一構成例を示す模式図である。

【符号の説明】

- 3 ストリッパー
- 4 熱水またはスチーム
- 7 凝縮器
- 8 タンク
- 1 2 水切り装置
- 1 4 押出機
- 1 5 脱水スリット
- 1 7 乾燥コラム
- 1 8 フィード口

10

【図 1】



フロントページの続き

- (72)発明者 松永 和行
東京都中央区築地二丁目 1 1 番 2 4 号 ジェイエスアール株式会社内
- (72)発明者 吉岡 邦雄
東京都中央区築地二丁目 1 1 番 2 4 号 ジェイエスアール株式会社内
- (72)発明者 川合 伸和
東京都中央区築地二丁目 1 1 番 2 4 号 ジェイエスアール株式会社内
- (72)発明者 栗原 正夫
広島県広島市安芸区船越南一丁目 6 番 1 号 株式会社日本製鋼所内

合議体

審判長 岡本 昌直
審判官 富岡 和人
審判官 青木 良憲

- (56)参考文献 特開平 4 - 1 7 5 1 0 9 (J P , A)
特開平 2 - 2 8 6 2 0 8 (J P , A)
特開平 1 - 2 0 2 4 0 6 (J P , A)
特開平 3 - 2 2 2 7 0 3 (J P , A)
特開平 9 - 2 0 7 1 9 9 (J P , A)
特開平 9 - 6 7 4 0 9 (J P , A)
特開昭 5 6 - 2 4 1 1 9 (J P , A)
特開平 1 1 - 8 0 4 9 5 (J P , A)
国際公開第 9 8 / 1 3 4 1 2 パンフレット (W O , A 1)
特公昭 4 1 - 4 4 6 2 (J P , B 1)
特開昭 5 6 - 2 4 1 1 9 (J P , A)
特開平 2 - 2 2 2 4 0 3 (J P , A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

F26B3/00

F26B7/00