[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C08F 6/10 (2006.01)

[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03815644.X

[45] 授权公告日 2007 年 5 月 16 日

[11] 授权公告号 CN 1315879C

[22] 申请日 2003.7.2 [21] 申请号 03815644.X

[30] 优先权

[32] 2002. 7. 3 [33] JP [31] 194913/2002

[86] 国际申请 PCT/JP2003/008414 2003.7.2

[87] 国际公布 WO2004/007567 日 2004.1.22

[85] 进入国家阶段日期 2004.12.31

[73] 专利权人 JSR 株式会社

地址 日本东京

共同专利权人 财团法人国际环境技术转让研究中心

[72] 发明人 山口智大 内村和美 和田刚史 熊井现二

[56] 参考文献

JP1121311A 1999.1.26

CN1141968A 1997.2.5

CN1071933A 1993.5.12

JP2002-3523A 2002.1.9

审查员 艾变开

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所

代理人 陈 昕

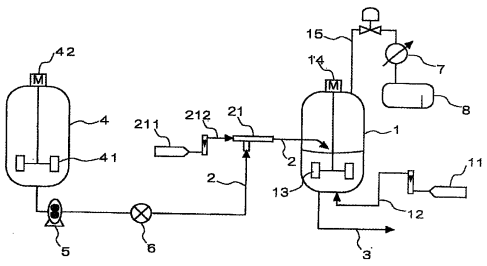
权利要求书 5 页 说明书 25 页 附图 16 页

[54] 发明名称

聚合物溶液的脱溶剂方法和脱溶剂装置

[57] 摘要

本发明涉及将溶剂从溶液聚合生成的聚合物溶液中高效除去的脱溶剂方法和脱溶剂装置。本发明的聚合物溶液的脱溶剂方法是使聚合物溶液与蒸汽接触，通过蒸汽提馏将溶剂除去，其包括将聚合物的一部分供给到将聚合物溶剂转移到脱溶剂槽 1 的配管 2 中的工序、和将蒸汽的剩余部分供给到脱溶剂槽内的工序。当将蒸汽的总量计为 100 质量%时，特别优选供给到配管中的蒸汽为 10～90 质量%。作为聚合物溶液中含有的聚合物，可以列举丁二烯橡胶、苯乙烯－丁二烯橡胶、乙烯－α－烯烃－非共轭二烯共聚橡胶等各种聚合物。此外，溶剂优选为正己烷、正庚烷、环己烷、甲苯等。



1. 聚合物溶液的脱溶剂方法，该脱溶剂方法通过使聚合物溶液与蒸汽接触，采用蒸汽提馏将溶剂除去，其包括将该蒸汽的一部分供给到将该聚合物溶液转移到脱溶剂槽的配管中的工序，和将该蒸汽的剩余部分供给到该脱溶剂槽内的工序；

其特征在于：该蒸汽的总量相对于该聚合物溶液中含有的溶剂100质量份为100质量份以上，将该蒸汽的总量记为100质量%时，该蒸汽的一部分为10～50质量%。

2. 权利要求1所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中，气液混合器设置在上述配管中，将上述蒸汽的一部分供给到该气液混合器中。

3. 聚合物溶液的脱溶剂方法，该脱溶剂方法通过使聚合物溶液与蒸汽接触，采用蒸汽提馏将溶剂除去，其包括将该蒸汽的一部分供给到将该聚合物溶液转移到脱溶剂槽的聚合物溶液转移用配管中的工序，和将该蒸汽的剩余部分供给到该脱溶剂槽内的工序；

其特征在于，上述聚合物溶液转移用配管连接设置有冲洗喷嘴，

该脱溶剂槽具备从下述（1）、（2）和（3）的部件中选取的至少1种：

（1）分割部件，其设置在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴开口位置的下方侧，从而将该脱溶剂槽的气相部分分割为上下两部分，用以抑制从该冲洗喷嘴排出的溶剂蒸汽向下流入液相侧；

（2）洒水器，其设置在上述脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制聚合物的附着或使附着的聚合物向下流入液相部；

（3）下述（a）～（e）的任一项所述的冲洗喷嘴结构，用于使从与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴排出的聚合物溶液的冲洗速度降低，并且抑制溶剂蒸汽向下流入液相侧：

（a）冲洗喷嘴结构，其由顶端侧设置了支管的冲洗喷嘴构成，

（b）冲洗喷嘴结构，其具备至少向上述脱溶剂槽的下方开口的筒体、和与上述聚合物溶液转移用配管连接设置并且在该筒体的内壁面

附近向该筒体的径向开口的冲洗喷嘴，

（c）冲洗喷嘴结构，其在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置并且沿上述脱溶剂槽的上下方向形成螺旋状的螺旋管中向该脱溶剂槽的下方设置有开口，

（d）冲洗喷嘴结构，其具备顶端部设置有大直径管的冲洗喷嘴和设置在该大直径管内部的挡板，

（e）冲洗喷嘴结构，其由顶端部设置了具有弯曲管部分的弯曲管的冲洗喷嘴构成。

4. 权利要求 3 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中气液混合器设置在上述配管中，将上述蒸汽的一部分供给到该气液混合器中。

5. 脱溶剂装置，其具备脱溶剂槽、一端侧开口于该脱溶剂槽，用于将聚合物溶液转移到该脱溶剂槽的聚合物溶液转移用配管、与该聚合物溶液转移用配管连接并且将蒸汽供给该配管的配管用蒸汽供给配管和一端侧开口于该脱溶剂槽的槽用蒸汽供给配管；

其特征在于：上述聚合物溶液转移用配管连接设置有冲洗喷嘴，

该脱溶剂槽具备分割部件，该分割部件设置在与该聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴开口位置的下方侧，从而将该脱溶剂槽的气相部分割为上下两部分，用以抑制从该冲洗喷嘴排出的溶剂蒸汽向下流入液相侧。

6. 权利要求 5 所述的脱溶剂装置，其中，上述分割部件具有从上述脱溶剂槽的内壁侧向着中心侧向下方倾斜的玉米型的形状，并且只在中心部具有开口。

7. 权利要求 5 所述的脱溶剂装置，其具备设置于上述聚合物溶液转移用配管中的气液混合器、和与该聚合物溶液转移用配管或该气液混合器连接并且将蒸汽供给该气液混合器的气液混合器用蒸汽供给配管。

8. 权利要求 7 所述的脱溶剂装置，其中，上述分割部件具有从上述脱溶剂槽的内壁侧向着中心侧向下方倾斜的玉米型的形状，并且只在中心部具有开口。

9. 脱溶剂装置，其具备脱溶剂槽、一端侧开口于该脱溶剂槽，用于将聚合物溶液转移到该脱溶剂槽的聚合物溶液转移用配管、与该聚合物溶液转移用配管连接并且将蒸汽供给该配管的配管用蒸汽供给配管和一端侧开口于该脱溶剂槽的槽用蒸汽供给配管；

其特征在于：具备洒水器，该洒水器设置在该脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制碎屑的附着或使附着的碎屑向下流入液相部。

10. 权利要求 9 所述的脱溶剂装置，其具备设置于上述聚合物溶液转移用配管中的气液混合器、和与该聚合物溶液转移用配管或该气液混合器连接并且将蒸汽供给该气液混合器的气液混合器用蒸汽供给配管。

11. 脱溶剂装置，其具备脱溶剂槽、一端侧开口于该脱溶剂槽，用于将聚合物溶液转移到该脱溶剂槽的聚合物溶液转移用配管、与该聚合物溶液转移用配管连接并且将蒸汽供给该配管的配管用蒸汽供给配管和一端侧开口于该脱溶剂槽的槽用蒸汽供给配管；

其特征在于：具备下述（a）~（e）的任一项所述的冲洗喷嘴结构，用于使从与该聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴排出的聚合物溶液的冲洗速度降低，并且抑制溶剂蒸汽向下流入液相侧：

（a）冲洗喷嘴结构，其由顶端侧设置了支管的冲洗喷嘴构成，

（b）冲洗喷嘴结构，其具备至少向上述脱溶剂槽的下方开口的筒体、和与上述聚合物溶液转移用配管连接设置并且在该筒体的内壁面附近向该筒体的径向开口的冲洗喷嘴，

（c）冲洗喷嘴结构，其在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置并且沿上述脱溶剂槽的上下方向形成螺旋状的螺旋管中向该脱溶剂槽的下方设置有开口，

（d）冲洗喷嘴结构，其具备顶端部设置有大直径管的冲洗喷嘴和设置在该大直径管内部的挡板，

（e）冲洗喷嘴结构，其由顶端部设置了具有弯曲管部分的弯曲管的冲洗喷嘴构成。

12. 权利要求 11 所述的脱溶剂装置，其具备碎屑飞散抑制部件，

该碎屑飞散抑制部件安装在顶端侧设置了支管的上述冲洗喷嘴的顶端部，并且向上述脱溶剂槽的下方开口。

13. 权利要求 11 所述的脱溶剂装置，其具备设置于上述聚合物溶液转移用配管中的气液混合器、和与该聚合物溶液转移用配管或该气液混合器连接并且将蒸汽供给该气液混合器的气液混合器用蒸汽供给配管。

14. 权利要求 13 所述的脱溶剂装置，其具备碎屑飞散抑制部件，该碎屑飞散抑制部件安装在顶端侧设置了支管的上述冲洗喷嘴的顶端部，并且向上述脱溶剂槽的下方开口。

15. 脱溶剂装置，其具备脱溶剂槽、一端侧开口于该脱溶剂槽，用于将聚合物溶液转移到该脱溶剂槽的聚合物溶液转移用配管、与该聚合物溶液转移用配管连接并且将蒸汽供给该配管的配管用蒸汽供给配管和一端侧开口于该脱溶剂槽的槽用蒸汽供给配管；

其特征在于：上述聚合物溶液转移用配管连接设置有冲洗喷嘴，

该脱溶剂槽具备分割部件，其设置在与该聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴开口位置的下方侧，从而将该脱溶剂槽的气相部分割为上下两部分，用以抑制从该冲洗喷嘴排出的溶剂蒸汽向液相侧的对流；

洒水器，其设置在该脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制聚合物的附着或使附着的聚合物向下流入液相部。

16. 权利要求 15 所述的脱溶剂装置，其具备设置于上述聚合物溶液转移用配管中的气液混合器、和与该聚合物溶液转移用配管或该气液混合器连接并且将蒸汽供给该气液混合器的气液混合器用蒸汽供给配管。

17. 脱溶剂装置，其具备脱溶剂槽、一端侧开口于该脱溶剂槽，用于将聚合物溶液转移到该脱溶剂槽的聚合物溶液转移用配管、与该聚合物溶液转移用配管连接并且将蒸汽供给该配管的配管用蒸汽供给配管和一端侧开口于该脱溶剂槽的槽用蒸汽供给配管；

其特征在于具备：

洒水器，其设置在该脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制聚合物的附着或使附着的聚合物向下流入液相部；

下述（a）～（e）的任一项所述的冲洗喷嘴结构，用于使从与该聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴排出的聚合物溶液的冲洗速度降低，并且抑制溶剂蒸汽向下流入液相侧：

（a）冲洗喷嘴结构，其由顶端侧设置了支管的冲洗喷嘴构成，

（b）冲洗喷嘴结构，其具备至少向上述脱溶剂槽的下方开口的筒体、和与上述聚合物溶液转移用配管连接设置并且在该筒体的内壁面附近向该筒体的径向开口的冲洗喷嘴，

（c）冲洗喷嘴结构，其在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置并且沿上述脱溶剂槽的上下方向形成螺旋状的螺旋管中向该脱溶剂槽的下方设置有开口，

（d）冲洗喷嘴结构，其具备顶端部设置有大直径管的冲洗喷嘴和设置在该大直径管内部的挡板，

（e）冲洗喷嘴结构，其由顶端部设置了具有弯曲管部分的弯曲管的冲洗喷嘴构成。

18. 权利要求 17 所述的脱溶剂装置，其具备设置于上述聚合物溶液转移用配管中的气液混合器、和与该聚合物溶液转移用配管或该气液混合器连接并且将蒸汽供给该气液混合器的气液混合器用蒸汽供给配管。

19. 聚合物溶液的脱溶剂方法，该脱溶剂方法通过使聚合物溶液与蒸汽接触，采用蒸汽提馏将溶剂除去，其包括将该蒸汽的一部分供给到将该聚合物溶液转移到脱溶剂槽的配管中的工序，和将该蒸汽的剩余部分供给到该脱溶剂槽内的工序；

其特征在于：该蒸汽的总量相对于该聚合物溶液中含有的溶剂 100 质量份为不足 100 质量份，将该蒸汽的总量记为 100 质量%时，该蒸汽的一部分为 30～80 质量%。

20. 权利要求 19 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中气液混合器设置在上述配管中，将上述蒸汽的一部分供给到该气液混合器中。

聚合物溶液的脱溶剂方法和脱溶剂装置

技术领域

本发明涉及聚合物溶液的脱溶剂方法和脱溶剂装置。更具体地说，本发明涉及将溶剂从溶液聚合生成的聚合物溶液中高效除去的脱溶剂方法和其中使用的脱溶剂装置。

背景技术

溶液聚合生成的聚合物溶液中含有的聚合物的回收通常是通过将该聚合物溶液水洗，将催化剂残渣等分解并除去后，进行脱挥处理，从聚合物溶液中将溶剂和未反应单体，或残留的少量水等挥发成分除去而进行。此外，在脱挥处理中，以往采用蒸汽提馏进行脱溶剂，该蒸汽提馏通过通常将蒸汽从其底部供给到脱溶剂槽中，使溶剂和蒸汽接触而进行。

但是，在将蒸汽从底部等供给到1个脱溶剂槽的蒸汽提馏法中，存在的倾向是体系内为平衡状态，不能高效地进行脱溶剂。此外，在使用气液混合器等使聚合物溶液和蒸汽接触，进行脱溶剂的方法中，也同样难于高效地进行脱溶剂。

本发明的目的在于提供将溶剂从溶液聚合法生成的聚合物溶液中高效除去的聚合物溶液的脱溶剂方法和在该脱溶剂中使用的脱溶剂装置。

发明内容

为了抑制由于脱溶剂槽内达到平衡状态而产生的脱溶剂效率的降低，尝试了使脱溶剂槽内的气相和液相成为不同的平衡状态，将一个槽内拟似地分割为多段进行脱溶剂。具体地说，将蒸汽的一部分供给配管，从脱溶剂槽的底部供给剩余部分，使液相所含有的气泡中的溶剂分压降低，实现脱溶剂效率的增高。在该方法中，溶剂在配管中便气化，在投入到脱溶剂槽内的阶段可以使溶剂和碎屑（crumb）在某

种程度上分离，由于还从底部供给另外的蒸汽，因此液相中溶剂分压比气相侧低，进而被脱溶剂。结果，整体上更高效地进行脱溶剂。

本发明以这些见识为基础而提出。

本发明如下所述。

1. 聚合物溶液的脱溶剂方法，该脱溶剂方法通过使聚合物溶液与蒸汽接触，采用蒸汽提馏将溶剂除去，其特征在于：包括将该蒸汽的一部分供给到将该聚合物溶液转移到脱溶剂槽的配管中的工序；和将该蒸汽的剩余部分供给到该脱溶剂槽内的工序。

2. 上述 1 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中气液混合器设置在上述配管中，将上述蒸汽的一部分供给到该气液混合器中。

3. 上述 1 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中将上述蒸汽的总量记为 100 质量%时，供给上述配管的蒸汽量为 10～90 质量%。

4. 上述 1 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中上述聚合物溶液中含有的聚合物为丁二烯橡胶、异戊二烯橡胶、苯乙烯-丁二烯橡胶、苯乙烯-异戊二烯橡胶、乙烯-α-烯烃共聚橡胶、乙烯-α-烯烃-非共轭二烯共聚橡胶、丁基橡胶、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物、氢化苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物、丁二烯树脂或丙烯酸树脂。

5. 上述 1 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中上述溶剂为从环己烷、环戊烷、环庚烷、甲苯、苯、二甲苯、正己烷、正戊烷、异戊烷、正庚烷、正辛烷、正癸烷、二氯甲烷中选取的至少 1 种。

6. 上述 1 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中在压力 0.1MPa 下上述溶剂的沸点为 25～180℃。

7. 上述 1 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中将上述聚合物溶液连续地供给到上述脱溶剂槽中，并且连续地进行该聚合物溶液中含有的聚合物的回收。

8. 上述 1 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中供给到上述配管的蒸汽量为上述溶剂蒸发所需的理论量的 0.5～2 倍。

9. 上述 1 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中上述脱溶剂槽具备从下述（1）、（2）和（3）的部件中选取的至少 1 种：

（1）分割部件，其设置在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴（flush nozzle）开口位置的下方侧，从而将该脱溶剂槽的气相部分分割为上下两部分，用以抑制从该冲洗喷嘴排出的溶剂蒸汽向下流入液相侧；

（2）洒水器，其设置在上述脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制聚合物的附着或使附着的聚合物向下流入液相部；

（3）冲洗喷嘴结构，用于使从与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴排出的聚合物溶液的冲洗速度（flush speed）降低，并且抑制溶剂蒸汽向下流入液相侧。

10. 上述 2 所述的聚合物溶液的脱溶剂方法，其中上述脱溶剂槽具备从下述（1）、（2）和（3）的部件中选取的至少 1 种：

（1）分割部件，其设置在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴开口位置的下方侧，从而将该脱溶剂槽的气相部分分割为上下两部分，用以抑制从该冲洗喷嘴排出的溶剂蒸汽向下流入液相侧；

（2）洒水器，其设置在上述脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制聚合物的附着或使附着的聚合物向下流入液相部；

（3）冲洗喷嘴结构，用于使从与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴排出的聚合物溶液的冲洗速度降低，并且抑制溶剂蒸汽向下流入液相侧。

11. 脱溶剂装置，其特征在于：具备脱溶剂槽、一端侧开口于该脱溶剂槽，用于将聚合物溶液转移到该脱溶剂槽的聚合物溶液转移用配管、与该聚合物溶液转移用配管连接并且将蒸汽供给到该配管的配管用蒸汽供给配管和一端侧开口于该脱溶剂槽的槽用蒸汽供给配管。

12. 上述 11 所述的脱溶剂装置，其具备设置于上述聚合物溶液转移用配管中的气液混合器、和与该聚合物溶液转移用配管或该气液混合器连接并且将蒸汽供给到该气液混合器的气液混合器用蒸汽供给配管。

13. 上述 11 所述的脱溶剂装置，其具备分割部件，该分割部件设置在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴开口位置的

下方侧，从而将该脱溶剂槽的气相部分分割为上下两部分，用以抑制从该冲洗喷嘴排出的溶剂蒸汽向下流入液相侧。

14. 上述 13 所述的脱溶剂装置，其中上述分割部件具有从上述脱溶剂槽的内壁侧到中心侧向下方倾斜的玉米型(corn-type)的形状，并且只在中心部具有开口。

15. 上述 12 所述的脱溶剂装置，其具备分割部件，该分割部件设置在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴开口位置的下方侧，从而将该脱溶剂槽的气相部分分割为上下两部分，用以抑制从该冲洗喷嘴排出的溶剂蒸汽向下流入液相侧。

16. 上述 15 所述的脱溶剂装置，其中上述分割部件具有从上述脱溶剂槽的内壁侧到中心侧向下方倾斜的玉米型的形状，并且只在中心部具有开口。

17. 上述 11 所述的脱溶剂装置，其具备洒水器，该洒水器设置在上述脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制碎屑的附着或使附着的碎屑向下流入液相部。

18. 上述 12 所述的脱溶剂装置，其具备洒水器，该洒水器设置在上述脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制碎屑的附着或使附着的碎屑向下流入液相部。

19. 上述 11 所述的脱溶剂装置，其具备冲洗喷嘴结构，该冲洗喷嘴结构用于使从与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴排出的聚合物溶液的冲洗速度降低，并且抑制溶剂蒸汽向下流入液相侧。

20. 上述 19 所述的脱溶剂装置，其中上述冲洗喷嘴结构为顶端侧设置了支管的冲洗喷嘴。

21. 上述 20 所述的脱溶剂装置，其具备碎屑飞散抑制部件，该碎屑飞散抑制部件安装在上述冲洗喷嘴的顶端部，并且向上述脱溶剂槽的下方开口。

22. 上述 19 所述的脱溶剂装置，其具备上述冲洗喷嘴结构至少向上述脱溶剂槽的下方开口的筒体、和与上述聚合物溶液转移用配管

连接设置并且在该筒体的内壁面附近向该筒体的径向开口的冲洗喷嘴。

23. 上述 19 所述的脱溶剂装置，其中上述冲洗喷嘴结构为在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置并且沿上述脱溶剂槽的上下方向形成螺旋状的螺旋管中设置有向该脱溶剂槽下方的开口。

24. 上述 12 所述的脱溶剂装置，其具备冲洗喷嘴结构，该冲洗喷嘴结构用于使从与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴排出的聚合物溶液的冲洗速度降低，并且抑制溶剂蒸汽向下流入液相侧。

25. 上述 24 所述的脱溶剂装置，其中上述冲洗喷嘴结构为顶端侧设置了支管的冲洗喷嘴。

26. 上述 25 所述的脱溶剂装置，其具备碎屑飞散抑制部件，该碎屑飞散抑制部件安装在上述冲洗喷嘴的顶端部，并且向上述脱溶剂槽的下方开口。

27. 上述 24 所述的脱溶剂装置，其具备上述冲洗喷嘴结构至少向上述脱溶剂槽的下方开口的筒体、和与上述聚合物溶液转移用配管连接设置并且在该筒体的内壁面附近向该筒体的径向开口的冲洗喷嘴。

28. 上述 24 所述的脱溶剂装置，其中上述冲洗喷嘴结构为在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置并且沿上述脱溶剂槽的上下方向形成螺旋状的螺旋管中设置有向该脱溶剂槽下方的开口。

29. 上述 11 所述的脱溶剂装置，其具备：

分割部件，其设置在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴开口位置的下方侧，从而将该脱溶剂槽的气相部分分割为上下两部分，用以抑制从该冲洗喷嘴排出的溶剂蒸汽向液相侧对流；

洒水器，其设置在上述脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制聚合物的附着或使附着的聚合物向下流入液相部。

30. 上述 12 所述的脱溶剂装置，其具备：

分割部件，其设置在与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲

洗喷嘴开口位置的下方侧，从而将该脱溶剂槽的气相部分割为上下两部分，用以抑制从该冲洗喷嘴排出的溶剂蒸汽向液相侧对流；

洒水器，其设置在上述脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制聚合物的附着或使附着的聚合物向下流入液相部。

31. 上述 11 所述的脱溶剂装置，其具备：

洒水器，其设置在上述脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制聚合物的附着或使附着的聚合物向下流入液相部；

冲洗喷嘴结构，用于使从与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴排出的聚合物溶液的冲洗速度降低，并且抑制溶剂蒸汽向下流入液相侧。

32. 上述 12 所述的脱溶剂装置，其具备：

洒水器，其设置在上述脱溶剂槽的内部，喷洒温水以抑制聚合物的附着或使附着的聚合物向下流入液相部；

冲洗喷嘴结构，用于使从与上述聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴排出的聚合物溶液的冲洗速度降低，并且抑制溶剂蒸汽向下流入液相侧。

采用本发明的聚合物溶液的脱溶剂方法，可以高效地从聚合物溶液中将溶剂除去。

此外，将蒸汽的总量记为 100 质量%时，当供给到配管的蒸汽为 10～90 质量%时，可以更高效地将溶剂除去。

此外，当聚合物溶液中含有的聚合物为特定物质时，可以得到残留溶剂更少的聚合物。

此外，当溶剂为特定物质时，可以更容易地使残留溶剂浓度降低。

此外，当溶剂在压力 0.1MPa 下的沸点为特定的范围内时，通过与蒸汽接触可以更高效地进行脱溶剂。

此外，当连续进行聚合物溶液向脱溶剂槽中的供给和聚合物从聚合物溶液中的回收时，可以高效地得到残留溶剂少的聚合物。

此外，当供给到配管的蒸汽量为溶剂蒸发所需的理论量的 0.5～2 倍时，可以更确实地进行脱溶剂。

采用本发明的装置，不仅其为简易的装置，而且可以高效地将溶剂从聚合物溶液中除去。

此外，当气液混合器设置在聚合物溶液转移用配管中时，可以更高效地将溶剂除去。

此外，当设置分割部件，特别是只在中心部具有开口的分割部件时，从聚合物分离的溶剂不易在脱溶剂槽内下降，能更高效地将溶剂除去。

此外，当设置喷洒温水的洒水器用以抑制碎屑的附着或使附着的碎屑向下流入液相部时，可以充分防止碎屑附着到脱溶剂槽的内壁面等上。

此外，当具备顶端侧设置了支管的冲洗喷嘴、旋风型的冲洗喷嘴或螺旋型的冲洗喷嘴等特定的冲洗喷嘴结构时，容易向下方的液相部冲洗碎屑，可以防止碎屑附着到脱溶剂槽的内壁面上。

此外，当在冲洗喷嘴的顶端部安装了抑制碎屑分散的碎屑分散抑制部件时，可以更为高效地抑制碎屑附着到脱溶剂槽的内壁面上。

作为上述“聚合物溶液”，可以使用含有溶液聚合生成的聚合物和溶剂的溶液。

作为该聚合物，如果为溶液聚合生成的聚合物，则并无特别限定，可以列举例如丁二烯橡胶、异戊二烯橡胶、苯乙烯-丁二烯橡胶等苯乙烯-丁二烯共聚物、苯乙烯-异戊二烯橡胶等苯乙烯-异戊二烯共聚物、乙烯-α-烯烃共聚橡胶、乙烯-α-烯烃-非共轭二烯共聚橡胶等乙烯-α-烯烃类共聚物、丁基橡胶、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物、氢化苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物、丁二烯树脂或丙烯酸树脂等。其中，优选丁二烯橡胶、苯乙烯-丁二烯橡胶、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物、氢化苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物。

此外，为了高效地进行脱溶剂，聚合物溶液的温度为 0～150℃，特别优选为 30～100℃。

此外，为了高效地进行脱溶剂，聚合物的数均分子量（Mn）为 5000～5000000，特别优选 20000～1000000，进一步优选 50000～

500000。

此外，溶剂的种类并无特别限定，可以列举在溶液聚合中通常使用的环己烷、环戊烷、环庚烷等脂环族烃溶剂，甲苯、二甲苯、苯等芳香族烃溶剂，正己烷、正戊烷、异戊烷、正庚烷、正辛烷、正癸烷等脂肪族烃溶剂和二氯甲烷等卤代烃溶剂等。其中，优选正己烷、正庚烷、环己烷和甲苯。该溶剂可以只为1种，也可以为包含2种以上溶剂的混合溶剂。

该溶剂在压力 0.1MPa 下的沸点为 25～180℃，特别优选 60～120℃。如果为具有该范围沸点的溶剂，在脱溶剂时容易与水共沸，可以更容易地进行充分的脱溶剂。

此外，供给脱溶剂时的聚合物溶液的粘度并无特别限定，为了高效地进行脱溶剂，优选为 0.001～300Pa·秒，特别优选 0.005～200Pa·秒，进一步优选 0.01～100Pa·秒。

此外，聚合物的含量也无特别限定，当将聚合物溶液计为100质量%时，优选为 0.1～80 质量%，特别优选为 1～50 质量%，进一步优选 5～30 质量%。该含量如果过多，配管等有时阻塞，如果过少，从高效回收聚合物的观点出发，不优选。

上述“蒸汽”的一部分供给到将聚合物溶液转移到脱溶剂槽的配管中，在配管内，蒸汽与聚合物溶液接触，溶剂气化，当聚合物溶液被投入脱溶剂槽的上部的气相部时，该气化的溶剂的一部分从聚合物中分离、脱溶剂（这样在聚合物溶液与蒸汽接触后，成为气、液、固混合物，但其也称为聚合物溶液。此外，聚合物溶液转移用配管在聚合物溶液与蒸汽接触后，也转移气、液、固混合物，配管的该部分也称为聚合物溶液转移用配管）。此外，残留有少量溶剂的聚合物落入混合到脱溶剂槽的下部的液相部，通过供给到该液相部的蒸汽的残余部分进行的蒸汽提馏，进一步脱溶剂。这样，通过将蒸汽供给到配管和脱溶剂槽的底部等的方法，可以更高效地进行脱溶剂。例如，通过该脱溶剂可以高效地使残留溶剂浓度降低到3质量%以下，特别地降低到 2.5 质量%以下，进一步降低到 2 质量%以下。

此外，将聚合物溶液转移到脱溶剂槽的配管的结构并无特别限定，例如，如图 1 所示，可以将在图 2 中将其外观放大表示的气液混合器 21 配置在聚合物溶液转移用配管 2 中。当这样将气液混合器 21 配置在聚合物溶液转移用配管 2 中时，将蒸汽从气液混合器用蒸汽供给配管 212 供给到气液混合器 21 内的聚合物溶液中，通过使聚合物和蒸汽充分接触，使聚合物成为数 mm、特别是 4～7mm 左右直径的碎屑，可以更高效地使聚合物脱溶剂，因此优选。

此外，在配管内蒸汽和聚合物溶液接触前，还优选向聚合物溶液中供给温水。这样，其后的蒸汽和聚合物溶液的接触效率提高，能更高效地进行脱溶剂。供给该温水的位置如果是在蒸汽和聚合物溶液接触前，则并无特别限定，例如，如图 28 所示，可以通过温水供给用配管 221，采用泵等供给工具（未图示）从温水供给源 22 供给到聚合物溶液转移用配管 2 中。该供给位置越接近于蒸汽和聚合物溶液接触的位置则越优选。

供给到配管中的蒸汽的压力和温度只要不对本发明的效果造成损害，则并无特别限定，以表压计，压力优选为 0.1～10MPa。特别优选 0.2～2MPa，温度优选 110～420℃，特别优选 140～300℃。

供给到配管中的蒸汽量优选为使溶剂蒸发所需理论量的 0.5～2 倍，特别优选 0.7～1.5 倍，进一步优选 0.8～1.2 倍，更优选实质上为理论量（理论量的 0.9～1.1 倍）。这里，所谓理论量，意味着具有使溶剂蒸发所需热量（全部潜热和全部显热的合计量）的蒸汽量。当聚合物溶液从配管被供给到配管的蒸汽投入到脱溶剂槽时，溶剂容易被分离，与采用脱溶剂槽中蒸汽提馏的脱溶剂并用，可以充分地降低回收的聚合物中残留的溶剂。使溶剂蒸发（气化）所需的蒸汽的理论量因溶剂的种类和供给的聚合物溶液的温度等而变化，通常相对于溶液，以质量比表示为 0.2～0.4。例如，在环己烷的情况下，该理论量为 0.25～0.32 左右。

此外，当将蒸汽的总量计为 100 质量%时，供给到配管的蒸汽也由溶剂的种类和脱溶剂槽的个数等决定，优选为 10～90 质量%。优选

供给到该配管的蒸汽量与溶剂蒸发所需的理论量接近，当蒸汽的总量相对于溶剂 100 质量份多达 100 质量份以上时，应供给到配管的蒸汽量的比例减小，当蒸汽的总量少时（不足 100 质量份），应供给到配管的蒸汽量的比例增大。具体地说，相对于溶剂的蒸汽总量相对于溶剂 100 质量份多达 100 质量份以上时，优选将蒸汽总量 100 质量%中的 10～50 质量%，特别优选 15～40 质量%供给到配管中。另一方面，当相对于溶剂的蒸汽总量少（不足 100 质量份）时，优选将蒸汽总量 100 质量%中的 20～90 质量%，特别优选 30～80 质量%供给到配管中。

此外，供给到配管或气液混合器和脱溶剂槽中的蒸汽的合计量由溶剂的种类和作为目标的残留溶剂浓度等决定，当将聚合物溶液中含有的溶剂计为 100 质量份时，当脱溶剂槽为 1 个时，优选为 50～200 质量份，特别优选为 60～150 质量份。当蒸汽的合计量不足 50 质量份时，存在着不能充分地脱溶剂的倾向。此外，当 2 个以上（通常为 3 个以下）的脱溶剂槽连接，在各个脱溶剂槽中进行蒸汽提馏时，可以使蒸汽总量减少，蒸汽的合计量可以为 30～100 质量份，特别地可以为 30～70 质量份。当蒸汽的合计量不足 30 质量份时，存在不能充分脱溶剂的倾向。

此外，当将温水供给到聚合物溶液转移用配管中时，温水的供给量因聚合物和溶剂的种类等而定，并无特别限定，相对于聚合物溶液，质量比可以为 0.1～2 倍，优选为 0.2～1 倍。该温水的温度也可以为聚合物溶液的温度以上，并无特别限定，通常为 60～110℃，优选 70～100℃。

此外，本发明的聚合物溶液的脱溶剂方法可以采用具有后述的分割部件、洒水器和特定的冲洗喷嘴结构中的至少 1 种部件的脱溶剂装置实施。此外，在特定的冲洗喷嘴结构中也可以安装后述的碎屑飞散抑制部件。此外，也可以将各个分割部件、洒水器和特定的冲洗喷嘴结构中的至少 1 种以及碎屑飞散抑制部件与上述温水供给组合使用。

此外，在该脱溶剂方法中，脱溶剂槽只有 1 个就能够充分高效地进行脱溶剂，也可以进一步将投入聚合物溶液的脱溶剂槽与其他脱溶

剂槽连接，进行多段脱溶剂。在这种情况下，通过进行压力调整以使投入含有少量溶剂的溶剂含有聚合物的后段侧的槽的压力比前段侧的槽的压力高，可以整体上更高效地进行脱溶剂。

本发明的脱溶剂装置具备脱溶剂槽、一端侧开口于该脱溶剂槽，用于将聚合物溶液转移到脱溶剂槽的聚合物溶液转移用配管、与该聚合物溶液转移用配管连接并且将蒸汽供给到该配管的配管用蒸汽供给配管和一端侧开口于脱溶剂槽的槽用蒸汽供给配管。

此外，在聚合物溶液转移用配管中可以设置气液混合器。将供给到聚合物溶液转移用配管的蒸汽供给到该气液混合器中，或从与气液混合器连接的蒸汽供给配管将蒸汽供给到该气液混合器中。作为气液混合器，如果具有混合蒸汽和聚合物溶液的功能，则并无特别限定，优选混合效率高的气液混合器。

此外，上述各个蒸汽供给配管分别与蒸汽源连接，在各个配管中设置用于从蒸汽源送出蒸汽的泵等蒸汽供给工具。该蒸汽的送出、供给也可以通过蒸汽源和各个蒸汽供给处的压力差进行。

此外，聚合物溶液从聚合用槽或贮存聚合物溶液的中间槽中送出，通过聚合物溶液转移用配管内转移。在聚合槽和中间槽中通常设置用于在各个槽内搅拌的搅拌桨等搅拌设备。作为搅拌桨，可以使用以往使用的搅拌桨，例如圆盘汽轮桨（disk turbine wing）、倾斜搅炼桨（slant puddle wing）等。此外，优选使用图 3 的 corn cave 型搅拌桨 13a。当使用该 corn cave 型搅拌桨时，蒸汽的扩散良好，聚合物和蒸汽的接触充分进行，可以更高效地进行脱溶剂，也可以使脱溶剂所需的蒸汽量减少。

此外，如图 4 和图 5 所示，可以在脱溶剂槽中设置分割部件 101 从而将其气相部分割为上下两部分。该分割部件通常设置在与聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴开口位置的下方侧。在这种情况下，分割部件的整体可以位于冲洗喷嘴开口位置的下方，也可以冲洗喷嘴的一部分或整体在分割部件的上方侧在上下方向上与其位置重叠。此外，分割部件 101 至少在中心部具有开口 1011，碎屑从该开口

落入液相部。另一方面，如果上述开口和分割部件与槽的内壁之间开口，蒸汽和溶剂就会从该开口上升到槽的顶部。如果碎屑容易落入液相部，则分割部件 101 的形状并无特别限定，但优选为从脱溶剂槽 1 的内壁侧向着中心侧向下方倾斜的玉米型等的形状。在这种情况下，倾斜角并无特别限定，但相对于脱溶剂槽 1 的横截面优选为 10～60°，特别优选为 20～50°。

此外，在上述开口 1011 中插入搅拌浆的轴。

该分割部件 101 优选只在中心部具有开口，在内壁侧没有开口。如果只在中心部具有开口，可以抑制蒸汽和溶剂在槽内的对流，可以从槽的上方部，特别是从顶部高效地回收蒸汽和溶剂。该只在中心部具有开口的分割部件，例如，如图 6 和图 7 所示，可以通过在玉米型等分割部件的周缘和槽的内壁之间设置圆盘状的隔板 1012 等形成。

分割部件的材质并无特别限定，可以由金属、树脂等形成。作为金属，可以使用不锈钢、铝等。作为树脂，可以使用氟树脂、聚酰胺树脂、聚酯树脂等耐溶剂性优异，并且在脱溶剂时的温度下不产生变形等的耐热性高的树脂。作为氟树脂，可以列举聚四氟乙烯、氟化乙烯聚丙烯共聚物等。作为聚酰胺树脂，可以列举聚酰胺 6、聚酰胺 66 等。作为聚酯树脂，可以列举聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚萘二甲酸乙二醇酯等。在这些树脂中，特别优选耐溶剂性、耐热性和剥离性等优异的氟树脂。

金属、树脂等构成的分割部件可以直接使用，但为了抑制碎屑的附着，优选具有聚合物附着防止性。该聚合物附着防止性通过在金属等构成的分割部件的至少上面形成氟树脂等剥离性优异的树脂构成的层而给予。此外，通过用氟树脂等剥离性优异的材料形成分割部件，也可以成为具有聚合物附着防止性的分割部件。

此外，也可以在脱溶剂槽的内部设置喷洒温水的洒水器，该洒水器用于抑制碎屑的附着或使附着的碎屑向下流入液相部。该洒水器通常在脱溶剂槽的气相部被设置在冲洗喷嘴开口位置的上方侧，向脱溶剂槽的下方（可以是正下方，也可以是斜下方。当为斜下方时，可以

向槽的内壁面倾斜，也可以向槽的内部倾斜）喷洒温水。使用由该洒水器喷洒的温水，可以确实使碎屑向液相部落下，并且可以使附着在槽内壁面和分割部件上面等的碎屑向下流入液相部。温水优选在脱溶剂槽的横截面上均等地喷洒，洒水器优选具有可以进行这样喷洒的结构。该温水的温度并无特别限定，优选为脱溶剂槽内的温度[Tt(℃)]以上，更优选 Tt～（Tt+5）℃，特别优选 Tt～（Tt+10）℃。

该洒水器从温水供给口侧向槽内突出设置，狭缝（可以是在洒水器全长上连续的狭缝，也可以设置特定长度的多个狭缝）、孔（形状没有限定，可以为圆形、椭圆形、多边形等的任一种）等可以向脱溶剂槽的下方开口，其平面形状并无特别限定。该洒水器优选在槽的内壁面的整个圆周上可以均等地喷洒温水，例如，如图 8 和图 9 所示，可以列举在从温水供给口侧向槽内突出设置的环状洒水器 102 上形成洒水口。此外，如图 10 和图 11 所示，可以列举在从温水供给口侧向槽内突出设置为半圆弧状（两顶端部闭合）的洒水器 102 上形成洒水口。该洒水器可以从温水供给口侧向槽内突出设置，在与温水供给口侧相对的一侧为缺少一部分的 C 字形状（两顶端部闭合）。洒水口的结构并不如上所述那样特别限定，优选设置的狭缝能够向洒水器的下方（可以是正下方，也可以是斜下方。当为斜下方时，可以向槽的内壁面倾斜，也可以向槽的内部倾斜）喷洒温水。该洒水口可以是圆周方向上以适当间隔设置的多个孔。此外，当该洒水器 102 如图 12 和图 13 所示那样，与设置了隔板 1012 的分割部件 101 结合设置时特别有用，通过这样的结合设置，可以充分抑制碎屑附着到分割部件 101 的上面。

此外，也可以通过用于使从与聚合物溶液转移用配管连接设置的冲洗喷嘴排出的聚合物溶液的冲洗速度降低的特定冲洗喷嘴结构，促进碎屑向液相部落下。此外，通过该特定的冲洗喷嘴结构，也可以抑制溶剂蒸汽向下流入液相侧。

作为该冲洗喷嘴结构，可以列举例如顶端侧设置了支管的冲洗喷嘴。作为该支管，可以列举图 14 那样在冲洗喷嘴的顶端部的倒 Y 字管

201、图 15 那样在冲洗喷嘴的顶端部的倒 T 字管 202 等支管。当为该倒 T 字管时，可以为（1）狭缝 2021、孔等在横管（左右闭合）的两侧部向脱溶剂槽的下方开口的结构，也可以为（2）在横管的左右端部附近向下方连接设置了纵管的结构（tournament 结构）。在这些冲洗喷嘴结构中，通过在分支部聚合物溶液与管壁碰撞，并且通过使冲洗口的直径比管径大，冲洗速度得到抑制，并且冲洗的聚合物溶液的飞散也得到抑制。

作为冲洗喷嘴结构的其他例子，如图 16 和图 17 所示，可以列举具备至少向脱溶剂槽的下方开口的筒体 203 和与聚合物溶液转移用配管连接设置并且在筒体的内壁面附近 2031 沿筒体的径向开口的冲洗喷嘴 204。如果为该旋风型的冲洗喷嘴结构，被冲洗的碎屑沿筒体的内壁面以螺旋线下降，在冲洗速度得到抑制的同时，可以更确实地使碎屑落入到液相部。

冲洗喷嘴可以与筒体的内壁面相接设置，在碎屑能够沿筒体的内壁面以螺旋线下降的范围内，可以开口于与内壁面分离的位置上。

作为冲洗喷嘴结构的其他例子，如图 18 和图 19 所示，可以列举在脱溶剂槽 1 的上下方向形成螺旋状的螺旋管 205 上向脱溶剂槽的下方设置开口。在该螺旋形的冲洗喷嘴的情况下，开口可以为狭缝，也可以为以适当间隔设置在圆周方向上的多个孔。

此外，作为冲洗喷嘴结构的其他例子，如图 20 和图 21 所示，可以列举在冲洗喷嘴的顶端部设置的大径管 206 的内部设置的挡板 2061。在该冲洗喷嘴结构中，由于聚合物溶液与挡板碰撞，并且由于顶端部为大径管，因此冲洗速度得到抑制，并且碎屑的飞散也得到抑制。此外，由于挡板设置在大径管的内部，因此通过该大径管使碎屑的飞散得到进一步抑制，通过调整大径管的长度和开口直径以及挡板在上下方向的位置，可以在飞散的碎屑不附着于槽的内壁的情况下使全部量都落到液相部。该大径管的直径可以在全长上为一定值，也可以向下方扩径。当扩径时，也可以通过其扩张角度对碎屑的飞散进行调整。

此外，作为其他冲洗喷嘴结构的例子，可以列举设置在冲洗喷嘴的顶端部并且具有弯曲管部分的弯曲管（参照后述的图 25）。在该冲洗喷嘴结构中，通过在弯曲管部分聚合物溶液碰撞管壁，并且通过使顶端部为大直径，冲洗速度得到抑制，并且被冲洗的聚合物溶液的飞散也得到抑制。

上述各种冲洗喷嘴结构可以为进一步安装了碎屑飞散抑制部件的结构。该碎屑飞散抑制部件设置为夹持冲洗喷嘴结构或包围冲洗喷嘴结构，向脱溶剂槽的下方开口。这样，碎屑的飞散得到进一步抑制，碎屑在槽内壁面上的附着得到充分抑制。

作为该碎屑飞散抑制部件，当冲洗喷嘴结构为支管时，可以列举包围该支管部分并且向下方开口的裙座（skirt）部件。该裙座部件相对的壁面间的距离可以为一定，但更优选以适当的角度向脱溶剂槽的下方扩张的裙座部件。该扩张角度并无特别限定，但考虑从冲洗喷嘴到液相部的距离以及脱溶剂槽的直径等，更优选为在不使飞散的碎屑附着到槽的内壁面的情况下能落入液相部的角度。

此外，作为其他的碎屑飞散抑制部件的例子，可以列举相互对向设置以从两侧夹持支管，并且向下方开口的至少一对的板状体。各自构成对的板状体的间隔可以为等间隔，但优选向脱溶剂槽的下方以适当的角度扩张。该扩张的角度并无特别限定，但考虑从冲洗喷嘴到液相部的距离以及脱溶剂槽的直径等，更优选为在不使飞散的碎屑附着到槽的内壁面的情况下能落入液相部的角度。

作为该碎屑飞散抑制部件合并设置于冲洗喷嘴的具体例，如图 22 和图 23 所示，可以列举安装到在冲洗喷嘴的顶端部设置的倒 T 字管 202 上，以使裙座部件 301 向脱溶剂槽的下方开口。通过该裙座部件，碎屑的飞散得到抑制，通过调整扩张角度，可以在飞散的碎屑没有附着到槽的内壁面上的情况下使几乎全部量都落入液相部。

此外，作为其他碎屑飞散抑制部件的具体例，如图 24 所示，可以列举安装在具有支管的倒 T 字管 202 的各个支管的顶端，比各自的支管直径大的大径管 302。通过该大径管，碎屑的飞散得到抑制，通

过调整大径管的长度和开口直径，在飞散的碎屑没有附着到脱溶剂槽的内壁面上的情况下，可以使几乎全部量都落入液相部。该大径管在全长上直径可以为一定，也可以向下方扩径。当扩径时，也可以通过其扩张角度对碎屑的飞散进行调整。

此外，作为碎屑飞散抑制部件的其他例子，如图 25 所示，当冲洗喷嘴结构为弯曲管 207 时，可以列举安装在其顶端并且比弯曲管直径大的大径管 2071。通过该大径管，碎屑的飞散得到抑制，通过调整大径管的长度和开口直径，在飞散的碎屑没有附着到脱溶剂槽的内壁面上的情况下，可以使几乎全部量都落入液相部。此外，该大径管在全长上直径可以为一定，也可以向下方扩径。当扩径时，也可以通过其扩张角度对碎屑的飞散进行调整。此外，在图 25 中，表示了具有大致弯曲成直角的 2 处的弯曲部分的弯曲管，但不必为直角，可以根据将冲洗速度控制在何种程度上而使其为适当的角度。此外，2 处的弯曲部分的角度可以相同，也可以不同。

此外，作为碎屑飞散抑制部件的其他例子，如图 26 和图 27 所示，也可以用设置在聚合物溶液转移用配管顶端部的大径的冲洗管 303 形成冲洗喷嘴。在该冲洗喷嘴中，通过调整大径的冲洗管的长度和开口直径，在飞散的碎屑没有附着到脱溶剂槽的内壁面上的情况下，可以使全部量都落入液相部。该冲洗管在全长上直径可以为一定，也可以向下方扩径。当扩径时，也可以通过其扩张角度对碎屑的飞散进行调整。

本发明的脱溶剂装置可以使用上述所示的各种构成部件、[1]气液混合器、[2]分割部件、[3]洒水器和[4]冲洗喷嘴结构（不论有无碎屑飞散抑制部件）的全部组合。可以为例如（1）不具有气液混合器，设置了分割部件、洒水器或特定的冲洗喷嘴结构的脱溶剂装置；（2）不具有气液混合器，并设了分割部件、洒水器和特定的冲洗喷嘴结构中的任何 2 种的脱溶剂装置；（3）不具有气液混合器，并设了分割部件、洒水器和特定的冲洗喷嘴结构的脱溶剂装置。此外，可以为（4）具有气液混合器，设置了分割部件、洒水器或特定的冲洗喷嘴结构的

脱溶剂装置；（5）具有气液混合器，并设了分割部件、洒水器和特定的冲洗喷嘴结构中的任何2种的脱溶剂装置；（6）具有气液混合器，并设了分割部件、洒水器和特定的冲洗喷嘴结构的脱溶剂装置。在该（1）、（2）、（3）、（4）、（5）和（6）的各自情况下，特定的冲洗喷嘴结构可以为上述的倒Y字型、倒T字型等的支管，旋风型的冲洗喷嘴，螺旋型的冲洗喷嘴，在冲洗喷嘴的顶端部设置的大径管的内部设置了挡板的冲洗喷嘴，和顶端部具有弯曲管部分的弯曲管构成的冲洗喷嘴的任何一种。此外，当设置了特定的冲洗喷嘴结构时，也可以将碎屑飞散部件安装到该冲洗喷嘴结构上。该碎屑飞散抑制部件可以为上述裙座部件、和各种大径管中的任何一种，也可以根据冲洗喷嘴结构的构成安装适当的部件。

此外，在本发明的脱溶剂装置中，可以通过温水供给用配管采用泵等温水供给工具（未图示）将温水从温水供给源供给到聚合物溶液转移用配管中。此外，该温水供给装置可以进一步在上述所示的各种构成部件、[1]气液混合器、[2]分割部件、[3]洒水器和[4]冲洗喷嘴结构（不论有无碎屑飞散抑制部件）的全部组合中组合使用。在这种情况下，温水供给装置优选与气液混合器组合使用。此外，该温水供给装置也可以分别与上述（1）、（2）、（3）、（4）、（5）和（6）组合使用。此外，对于温水供给位置、温水的供给量、温水相对于聚合物溶液的质量比、温水的温度可以直接使用上述的说明。

以下，使用作为一连串系统记载的图 1，对聚合物溶液的脱溶剂中使用的本发明的脱溶剂装置和脱溶剂方法的一例进行说明。

聚合物槽4为聚合槽或贮存聚合物溶液的中间槽，通常具备聚合物槽用搅拌浆41（42为发动机）。聚合物溶液从聚合物槽4通过泵5被送出，通过流量计6进行计量，规定量的聚合物溶液被转移到聚合物溶液转移用配管2内。作为该泵，使用定量泵。作为该定量泵，可以列举例如齿轮泵、隔膜泵、柱塞泵等。

如图 28 中放大所示，可以通过用于使蒸汽和聚合物溶液更高效地接触并且使脱溶剂的效率进一步提高的温水供给用配管 221，将温

水供给到聚合物溶液转移用配管 2 中。

然后，聚合物溶液被供给到图 2 所示的气液混合器 21 中，在气液混合器 21 的内部，从气液混合器用蒸汽源 211 通过气液混合器用蒸汽供给配管 212 供给的蒸汽与聚合物溶液充分地接触，溶剂气化，聚合物成为碎屑状，当被投入脱溶剂槽 1 中时，气化的溶剂从聚合物中分离。然后，碎屑下落混入脱溶剂槽 1 的液相部，通过脱溶剂槽用搅拌浆 13（14 为发动机）对该液相部进行搅拌，并且通过由脱溶剂槽用蒸汽源 11 供给的蒸汽产生的蒸汽提馏，进一步进行脱溶剂，脱溶剂的聚合物被从脱溶剂槽 1 中抽取，转移到回收聚合物转移用配管 3 内，进行回收。此外，从脱溶剂槽 1 的顶部通过溶剂回收用配管 15 将从聚合物溶液中除去的溶剂回收，通过冷却器 7 进行冷却、液化后，转移到倾析器 8 中。在该倾析器 8 内，溶剂和固体成分分离，溶剂在被精制后回收。

此外，脱溶剂槽 1 内去往液相部的蒸汽可以从脱溶剂槽 1 的底部供给，也可以从侧部供给。此外，脱溶剂槽用蒸汽供给配管 12 在脱溶剂槽 1 中的开口部可以为配管直接开口的单纯结构，也可以为更高速供给蒸汽的结构。例如，具有比配管的直径小的直径的多个孔可以为特别设置为环状、开口的结构。此外，具有比配管小的直径的多个细管可以为特别在脱溶剂槽 1 的圆周方向沿同一方向开口的结构。

附图说明

图 1 为脱溶剂评价使用的装置的模式图。

图 2 为表示气液混合器一例的平面图。

图 3 为脱溶剂槽中设置的 corn cave 型搅拌浆的斜视图。

图 4 为表示设置了将气相部分分割为上下两部分的分割部件的脱溶剂槽的纵截面的说明图。

图 5 为表示设置了将气相部分分割为上下两部分的分割部件的脱溶剂槽的横截面的说明图。

图 6 为表示图 4 和图 5 的分割部件中进一步设置了隔板的脱溶剂槽的纵截面的说明图。

图 7 为表示图 4 和图 5 的分割部件中进一步设置了隔板的脱溶剂槽的横截面的说明图。

图 8 为表示从温水供给口侧向脱溶剂槽内突出设置的环状洒水器的纵截面的说明图。

图 9 为表示从温水供给口侧向脱溶剂槽内突出设置的环状洒水器的横截面的说明图。

图 10 为表示从温水供给口侧向脱溶剂槽内突出设置的半圆弧状洒水器的纵截面的说明图。

图 11 为表示从温水供给口侧向脱溶剂槽内突出设置的半圆弧状洒水器的横截面的说明图。

图 12 为表示图 6 和图 7 的脱溶剂槽中进一步并设了洒水器的脱溶剂槽的纵截面的说明图。

图 13 为表示图 6 和图 7 的脱溶剂槽中进一步并设了洒水器的脱溶剂槽的横截面的说明图。

图 14 为表示作为特定的冲洗喷嘴结构的倒 Y 字管的说明图。

图 15 为表示作为特定的冲洗喷嘴结构的倒 T 字管的说明图。

图 16 为表示设置了旋风型冲洗喷嘴结构的脱溶剂槽的纵截面的说明图。

图 17 为表示设置了旋风型冲洗喷嘴结构的脱溶剂槽的横截面的说明图。

图 18 为表示具备螺旋型冲洗喷嘴结构的脱溶剂槽的纵截面的说明图。

图 19 为表示具备螺旋型冲洗喷嘴结构的脱溶剂槽的横截面的说明图。

图 20 为表示在顶端部设置的大径管的内部设置了挡板的结构的冲洗喷嘴结构的纵截面。

图 21 为表示在顶端部设置的大径管的内部设置了挡板的结构的冲洗喷嘴结构的横截面。

图 22 为从正面观察以下结构的说明图：在作为特定的冲洗喷嘴

结构的 T 字管上安装了作为碎屑飞散抑制部件的裙座部件，以夹持向下方设置的开口。

图 23 为从横向观察以下结构的说明图：在作为特定的冲洗喷嘴结构的 T 字管上安装了作为碎屑飞散抑制部件的裙座部件，以夹持向下方设置的开口。

图 24 为表示在作为特定的冲洗喷嘴结构的倒 T 字管的各个支管上安装了作为碎屑飞散抑制部件的大径管的结构的说明图。

图 25 为表示在作为特定的冲洗喷嘴结构的弯曲管的顶端安装了作为碎屑飞散抑制部件的大径管的结构的斜视图。

图 26 为表示具备顶端部设置了大径的冲洗管的冲洗喷嘴的脱溶剂槽的纵截面的说明图。

图 27 为表示具备顶端部设置了大径的冲洗管的冲洗喷嘴的脱溶剂槽的横截面的说明图。

图 28 为放大表示温水供给源和温水供给用配管的说明图。

图 29 为表示供给到气液混合器的蒸汽量和残留溶剂浓度关系的曲线。

具体实施方式

[1]在改变相对于溶剂的蒸汽总量和改变各自供给到气液混合器和脱溶剂槽的蒸汽量的比例时对残留溶剂浓度的研究

实验例 1（实施例 1～4 和比较例 1～2）

使用 90 质量%环己烷和 10 质量%正庚烷组成的混合溶剂作为反应溶剂，使用图 1 所示的装置对聚合物溶液（温度 60℃）进行脱溶剂，该聚合物溶液含有 20 质量%使用正丁基锂作为聚合引发剂使苯乙烯和丁二烯共聚而得到的苯乙烯-丁二烯共聚物（苯乙烯含量：10 质量%）。即，边搅拌聚合物槽 4（不锈钢制、内容积 $3m^3$）内的苯乙烯-丁二烯共聚物溶液，边用泵 5（柱塞泵）送出，通过聚合物溶液转移用配管 2 内进行转移，以 130 升/小时的速度供给到内设在聚合物溶液转移用配管 2 中的作为气液混合器的线上混合器 21 中。此外，同时从蒸汽源 211 将蒸汽[压力（表压）1.2MPa、温度 220℃（以下蒸汽的压力、温

度均相同）]供给到气液混合器 21 中，使溶剂气化。然后，通过聚合物溶液转移用配管 2 将该聚合物溶液投入脱溶剂槽 1（不锈钢制、内容积 $2m^3$）的气相部进行脱溶剂，同时从脱溶剂槽 1 的底部通过脱溶剂槽用蒸汽供给配管 12 供给来自脱溶剂槽用蒸汽源 11 的蒸汽，通过蒸汽提馏进一步脱溶剂。此外，聚合物溶液转移用配管 2 的顶端侧的冲洗喷嘴为聚合物溶液转移用配管 2 那样的直管形状。

当将聚合物溶液中含有的溶剂计为 100 质量份时，使蒸汽供给到气液混合器中的供给量和供给到脱溶剂槽的供给量的合计为 100 质量份，并且如表 1 所示改变各自的供给量。此外，在该实验例中，相对于溶剂量的蒸汽的合计量的理论量为 0.27。

此外，脱溶剂槽内的压力以表压计为 0.04MPa。

实验例 2（实施例 5～6 和比较例 3～4）

当以聚合物溶液中含有的溶剂记为 100 质量份时，使供给到气液混合器中的蒸汽量和供给到脱溶剂槽的蒸汽量的合计为 150 质量份，并且如表 1 所示改变各自的供给量，除此之外与实施例 1 同样地进行脱溶剂。

实验例 3（实施例 7～9 和比较例 5～6）

使用 90 质量%环己烷和 10 质量%正庚烷组成的混合溶剂作为反应溶剂，使用聚合物溶液（温度 60℃），该聚合物溶液含有 15 质量%使用正丁基锂作为聚合引发剂使苯乙烯和丁二烯共聚而得到的苯乙烯-丁二烯橡胶（苯乙烯含量：35 质量%），当以聚合物溶液中含有的溶剂计为 100 质量份时，使供给到气液混合器中的蒸汽量和供给到脱溶剂槽的蒸汽量的合计为 70 质量份，并且如表 1 所示改变各自的供给量，除此之外与实施例 1 同样地进行脱溶剂。

此外，在这些实验例 1～3 中，所谓脱溶剂后的聚合物的残留溶剂浓度是指干燥聚合物中的溶剂浓度，用气相色谱仪（具有 FID 的装置）求得。

以上将实验例 1～3 的结果一并记于表 1 中。

蒸汽供给量栏括号内的数值为以蒸汽总量计为 100 质量%时各自

供给到气液混合器和脱溶剂槽中的蒸汽量的比例（单位：质量%）。

表 1

			蒸汽总量（质量份）	蒸汽供给量（质量%）		残留溶剂浓度（质量%）
				气液混合器	脱溶剂槽	
实验例 1	比较例 1		100	0（0）	100（100）	2.9
	实施例	1	100	20（20）	80（80）	2.2
		2		30（30）	70（70）	1.7
		3		40（40）	60（60）	2.4
		4		50（50）	50（50）	2.4
	比较例 2		100	100（100）	0（0）	3.7
实验例 2	比较例 3		150	0（0）	150（100）	1.6
	实施例	5	150	20（13.3）	130（86.7）	1.4
		6		30（20）	120（80）	1.2
	比较例 4		150	150（100）	0（0）	1.5
实验例 3	比较例 5		70	0（0）	70（100）	3.2
	实施例	7	70	30（42.9）	40（57.1）	1.7
		8		40（57.1）	30（42.9）	1.9
		9		50（71.4）	20（28.6）	3.0
	比较例 6		70	70（100）	0（0）	3.9

根据表 1 的结果，在实验例 1 的实施例 1～4 中，残留溶剂浓度为 1.7～2.4 质量%，与比较例 1 的 2.9 质量%和比较例 2 的 3.7 质量%相比优异。此外，在实验例 2 的实施例 5～6 中，残留溶剂浓度为 1.2～1.4 质量%，与比较例 3 的 1.6 质量%和比较例 4 的 1.5 质量%相比优异。此外，在实验例 3 的实施例 7～9 中，残留溶剂浓度为 1.7～3.0 质量%，与比较例 5 的 3.2 质量%和比较例 6 的 3.9 质量%相比优异。可以看到特别是如实验例 2 那样，当以相对于溶剂的蒸汽总量为多达 150 质量份供给蒸汽时，残留溶剂浓度进一步降低。

此外，根据表示残留溶剂浓度的图 29，使实验例 2 中供给气液混合器中的蒸汽量/蒸汽总量（Sf/St）变化时，Sf/St 为 0.3 时，残留溶剂浓度达到最低。该 0.3，即 30 质量份的蒸汽为与溶剂蒸发所需的理论量近似的供给量，可以看到无论 Sf/St 比其大或是比其小，残留溶剂浓度都升高。

[2]对脱溶剂槽内部结构的差异产生的残留溶剂浓度的研究

将相对于溶剂的蒸汽总量计为 100 质量份，使供给到气液混合器中的蒸汽量为 30 质量%，供给到脱溶剂槽中的蒸汽量为 70 质量%，除此之外与实验例 3 同样，如下所示改变脱溶剂槽的内部结构，进行脱溶剂。

实施例 10

使用聚合物溶液转移用配管的端部为原有喷嘴的直管型冲洗喷嘴，冲洗聚合物溶液，进行脱溶剂。

实施例 11

使用螺旋型的冲洗喷嘴结构（参照图 18 和图 19）冲洗聚合物溶液，进行脱溶剂，其中沿脱溶剂槽的上下方向形成螺旋状的螺旋管中设置大致沿其全长向中心部并向斜下方设置狭缝。

实施例 12

使用在聚合物溶液转移用配管的顶端设置了大径的冲洗管冲洗喷嘴（参照图 26 和图 27），冲洗聚合物溶液，进行脱溶剂。

实施例 13

使用具备玉米型的分割部件（参照图 4 和图 5）并且在该分割部件的上部设置了冲洗喷嘴的装置冲洗聚合物溶液，进行脱溶剂，其中玉米型分割部件的设置将脱溶剂槽的气相部分分割为上下两部分，并且从脱溶剂槽的内壁侧向中心侧向下方倾斜（倾斜角：45°）。

实施例 14

使用在实施例 13 中使用的玉米型分割部件的周缘和槽的内壁间设置圆盘状的隔板，只使分割部件的中心部开口并且在该分割部件的上述设置了冲洗喷嘴的装置（参照图 6 和图 7），冲洗聚合物溶液，

进行脱溶剂。

实施例 15

使用具备实施例 14 中使用的设置了圆盘状隔板的分割部件和在该分割部件的上部设置的冲洗喷嘴，而且在冲洗喷嘴上述安装了洒水器的装置（参照图 12 和图 13），以 400 升/小时的流量喷洒与脱溶剂槽同温度的温水，进行脱溶剂。

实施例 16

使用具备旋风型冲洗喷嘴结构的装置（参照图 16 和图 17），该装置具有向脱溶剂槽的下方开口的筒体、和与聚合物溶液转移用配管连接设置并且在筒体的内壁面向筒体的径向开口的冲洗喷嘴，冲洗聚合物溶液，进行脱溶剂。

将以上实施例 10～16 的结果记载到表 2 中。此外，将目视对聚合物在分割部件上面的附着情况进行观察的结果一并记载到表 2 中。该聚合物的附着情况用下述的 2 等级进行评价。

○：聚合物在分割部件的上面成为薄层堆积。

△：在分割部件的上面形成了厚的聚合物层。

表 2

		分割部件或冲洗喷嘴结构	冲洗喷嘴或冲洗喷嘴结构	洒水器	残留溶剂浓度（质量%）	聚合物在分割部件上的附着情况
实施例	10	—	直管型	—	1.7	—
	11	—	螺旋型	—	1.3	—
	12	—	圆筒型	—	1.5	—
	13	玉米型	直管型	—	1.1	△
	14	玉米型、并设隔板	直管型	—	0.4	△
	15	玉米型、并设隔板	直管型	有	0.4	○
	16	旋风型	直管型	—	0.7	—

将相对于溶剂的蒸汽总量计为 100 质量份，供给气液混合器 30 质量%，供给脱溶剂槽

70 质量%

根据表 2 的结果可以看到，在使冲洗喷嘴形状发生变化的实施例 11～12 中，残留溶剂浓度低达 1.3～1.5 质量%，与没有使冲洗喷嘴形状变化的实施例 10 相比优异。此外，在设置了玉米型分割部件的实施例 13 中，残留溶剂浓度低达 1.1 质量%，更为优异。此外，在设置了分割部件而且并设了隔板的实施例 14、15 中，残留溶剂浓度极低，为 0.4 质量%，特别优异。此外，在使用了具备旋风型冲洗喷嘴结构的装置的实施例 16 中，残留溶剂浓度也大幅度降低，为 0.7 质量%，是优异的。另一方面，对于聚合物的附着情况，在并设了分割部件和洒水器的实施例 15 的情况下，可以看到聚合物的堆积少，是优异的。此外，在实施例 14 和 15 中，残留溶剂浓度相同，但对于聚合物的附着情况，在设置了隔板的玉米型分割部件上进一步并设洒水器的实施例 15 更优异，附加了洒水器的效果。

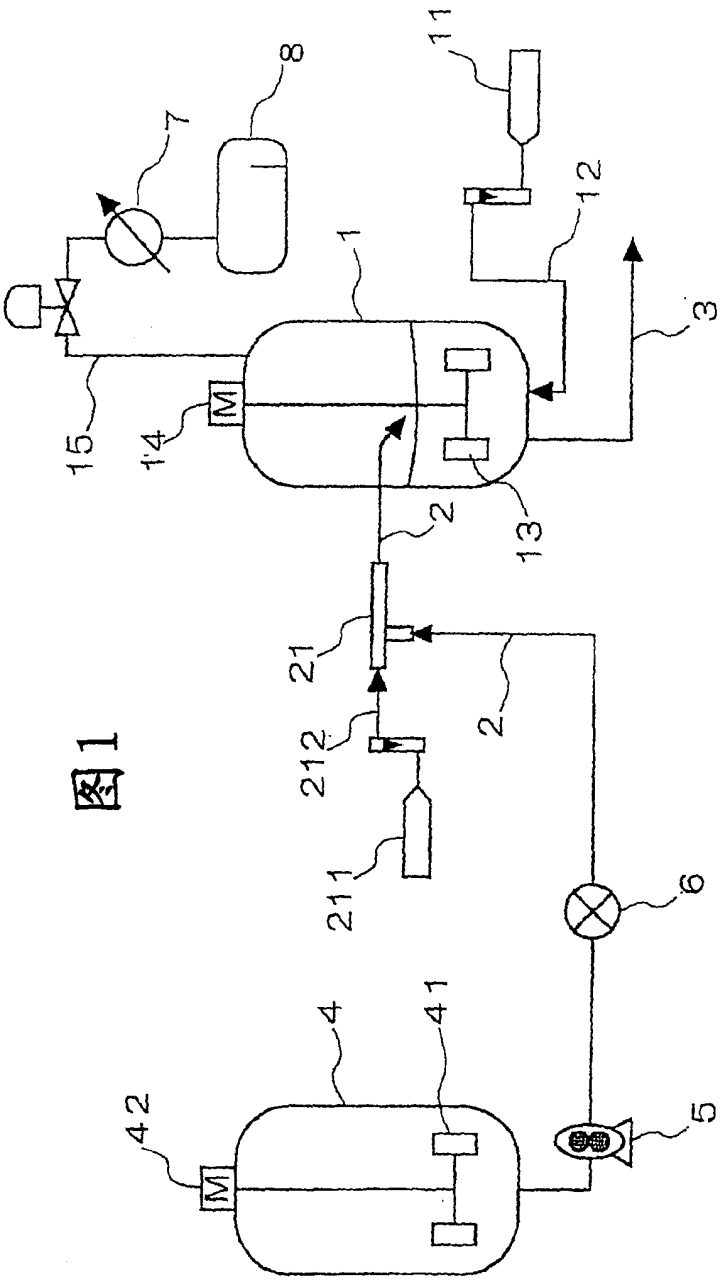


图1

图2

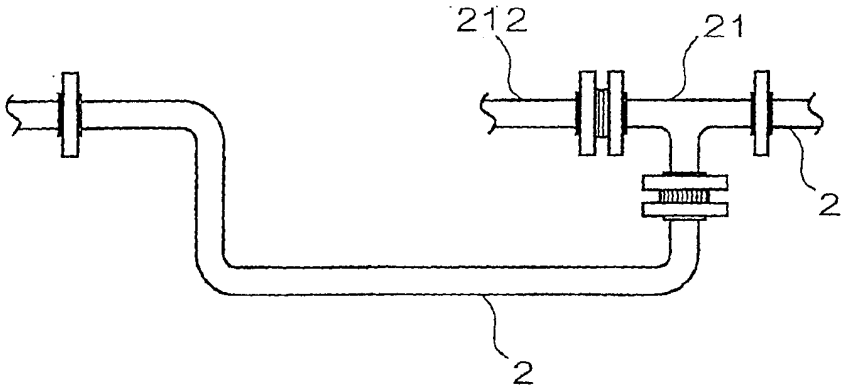


图3

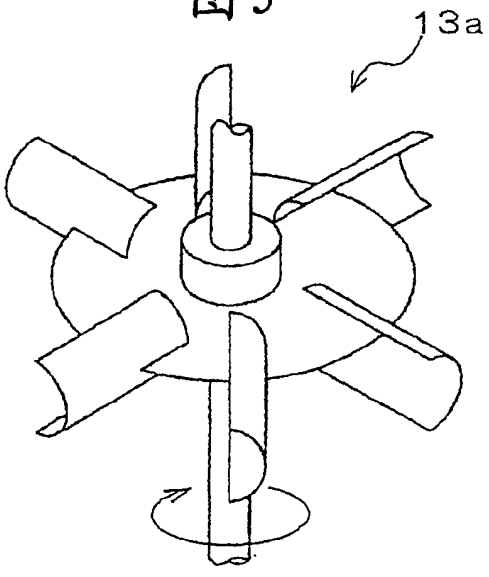


图4

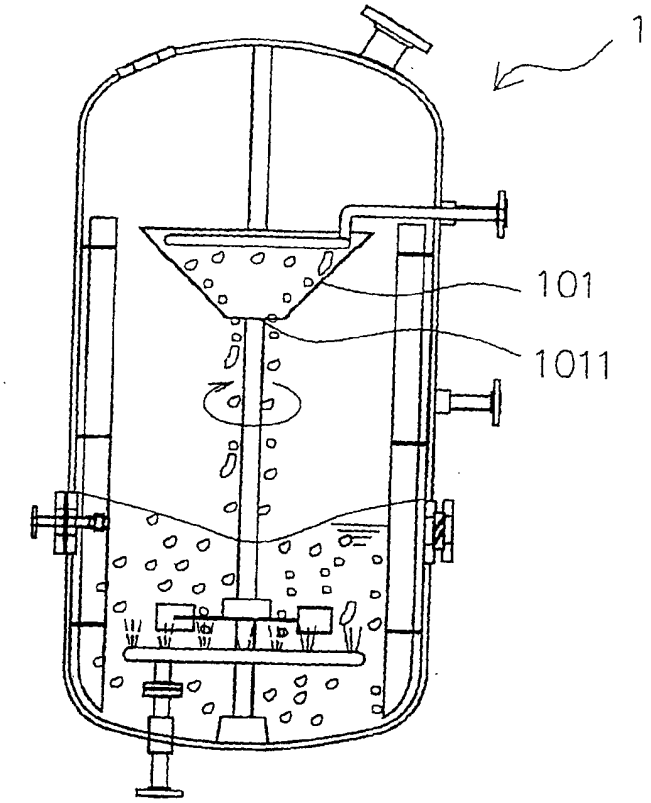


图5

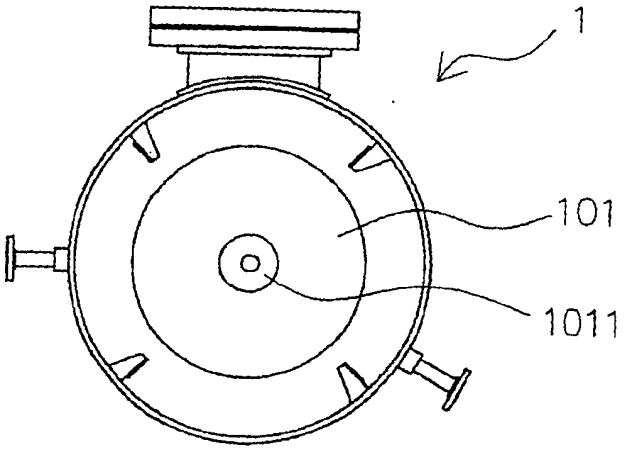


图6

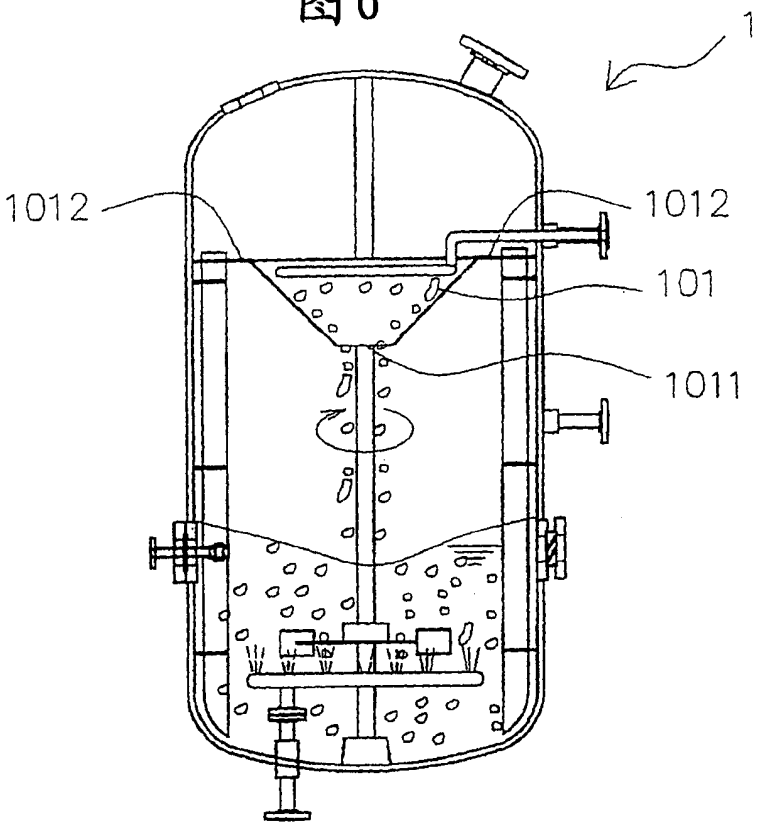


图7

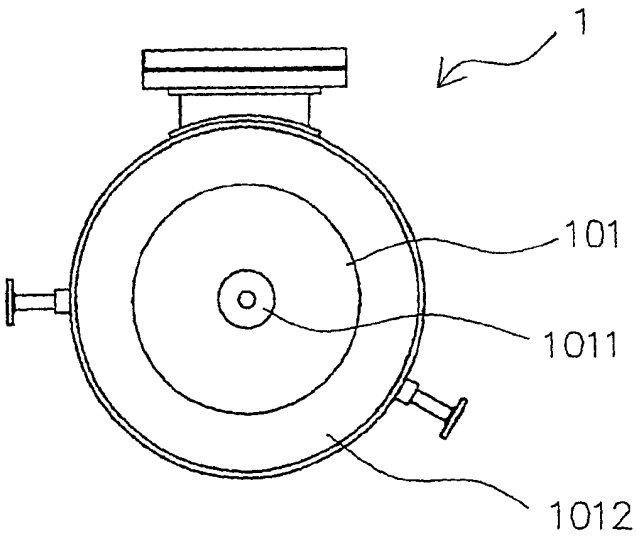


图8

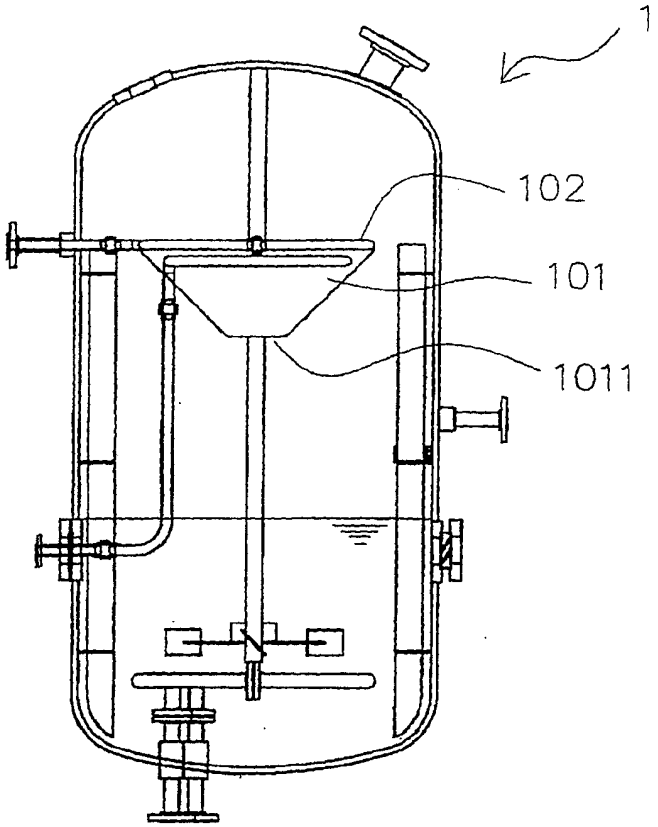


图9

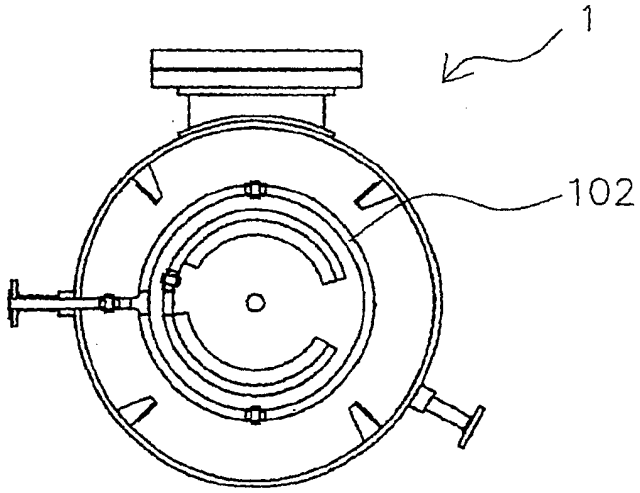


图10

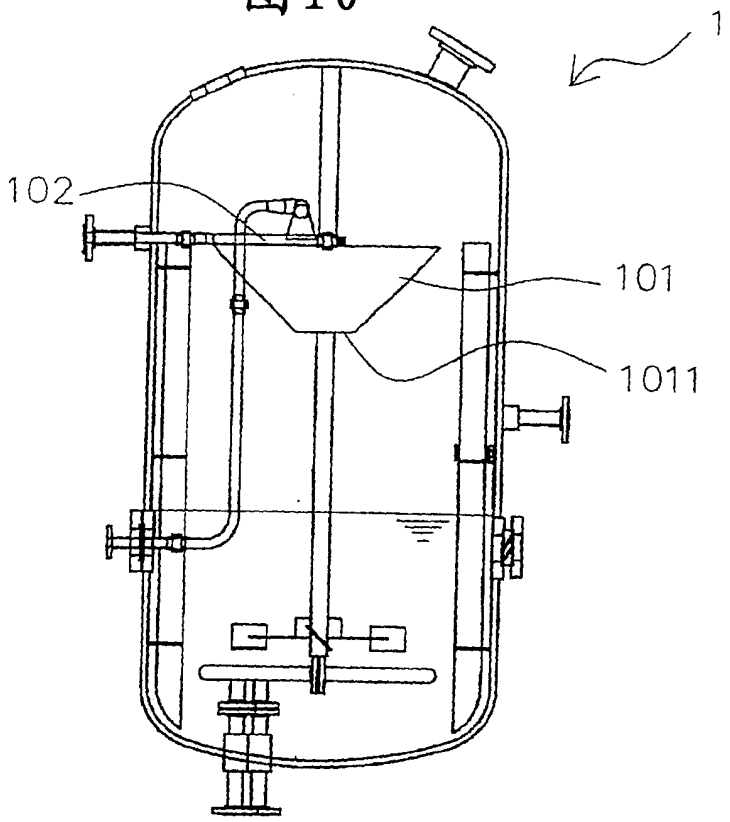


图11

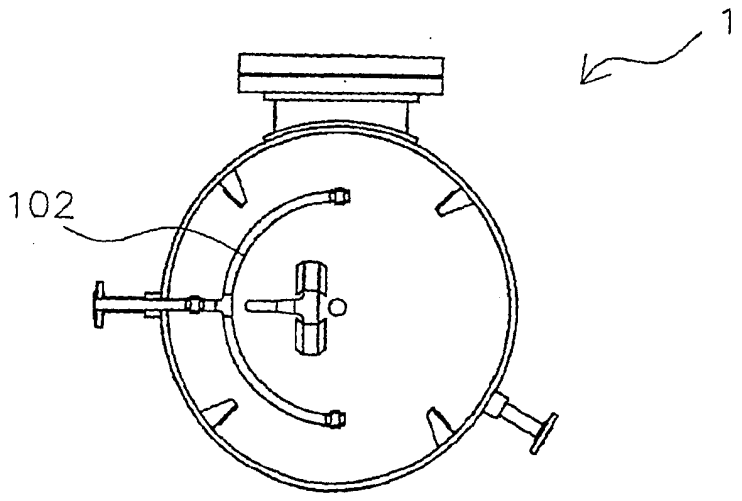


图12

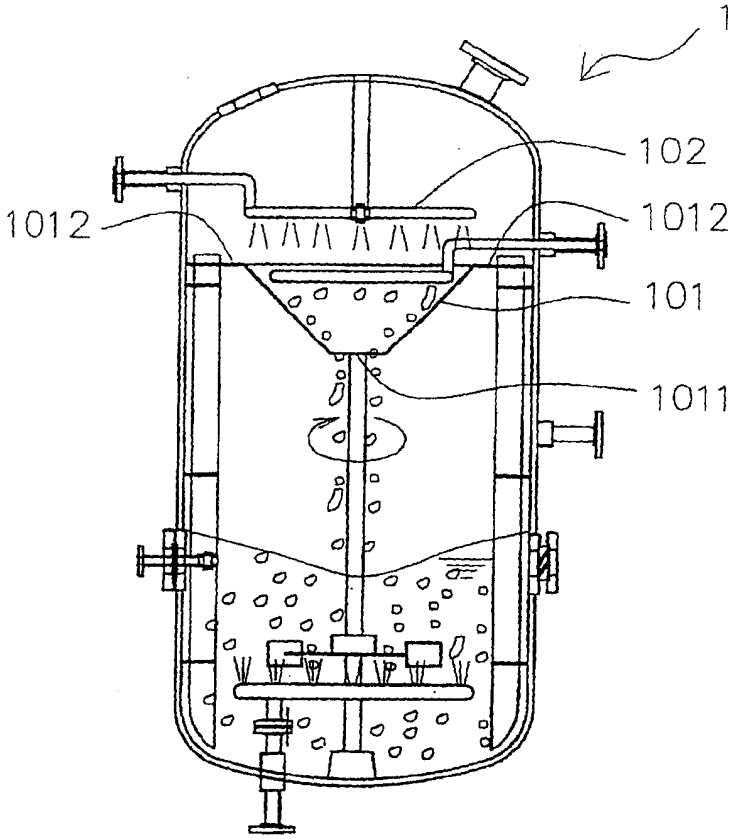


图13

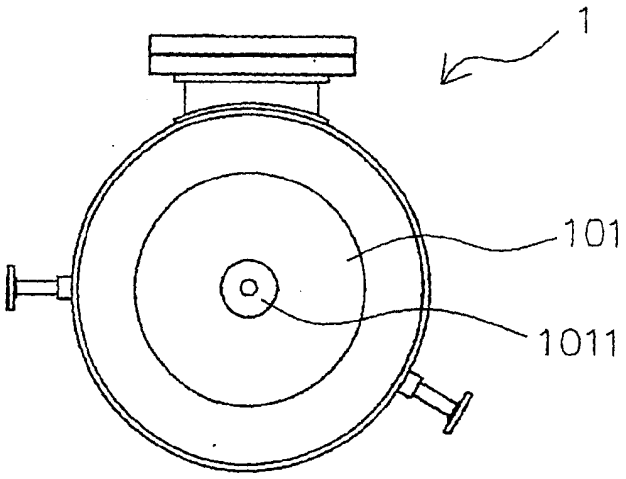


图14

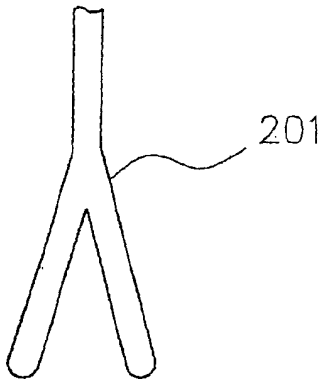


图15

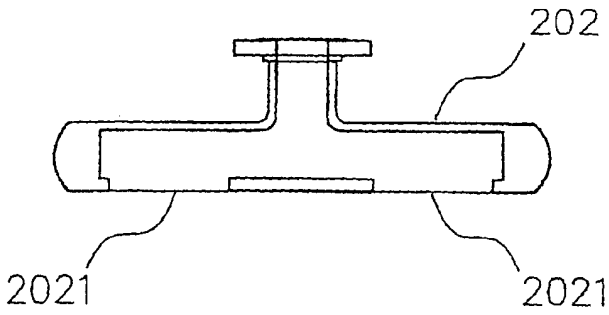


图16

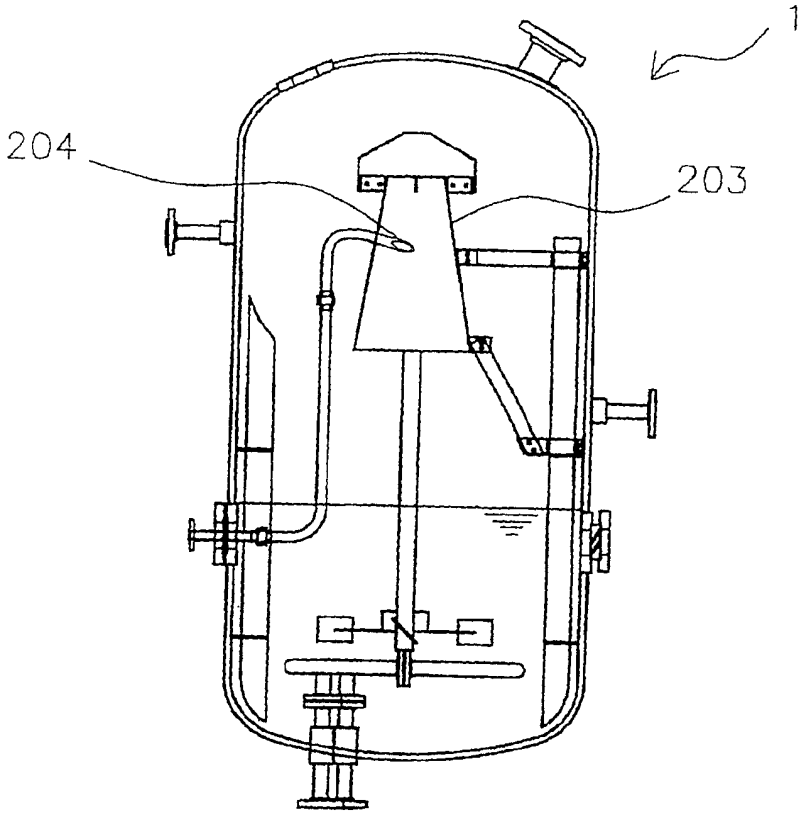


图17

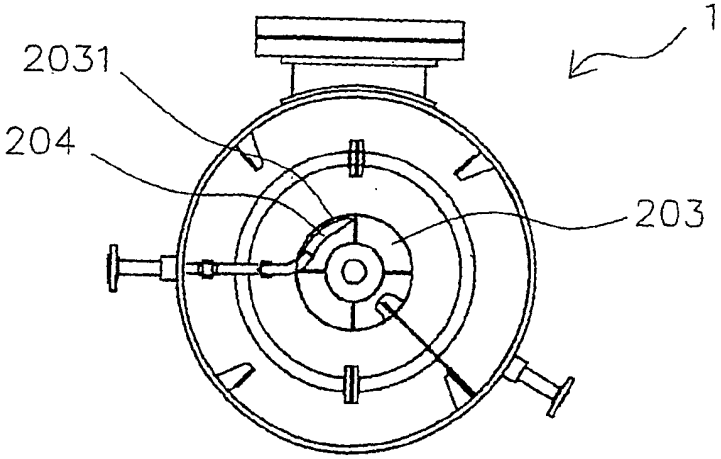


图18

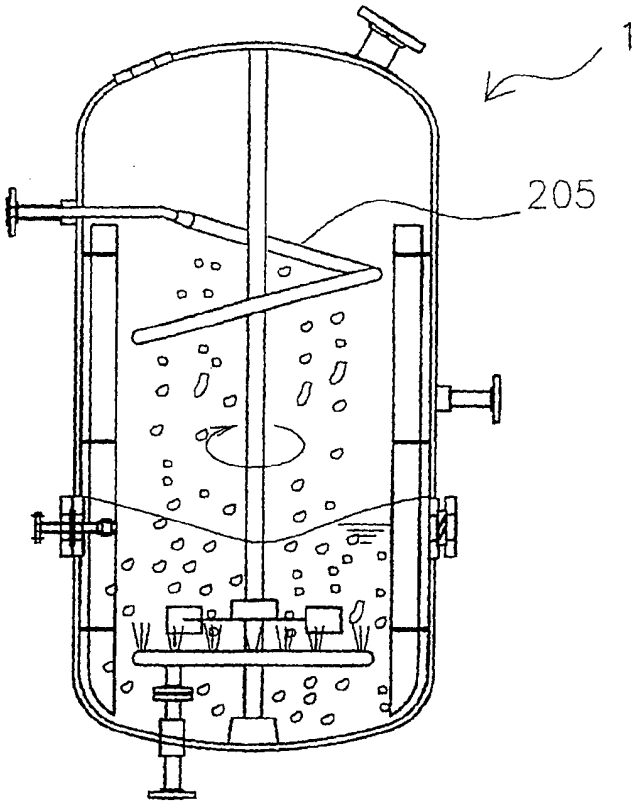


图19

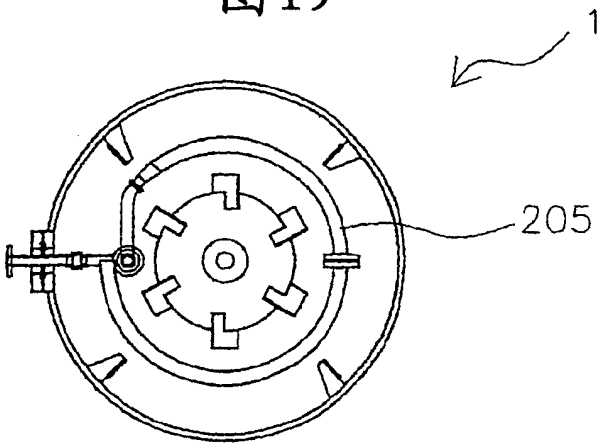


图20

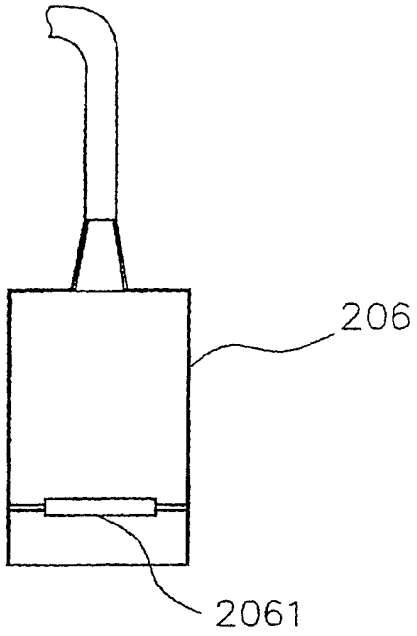


图21

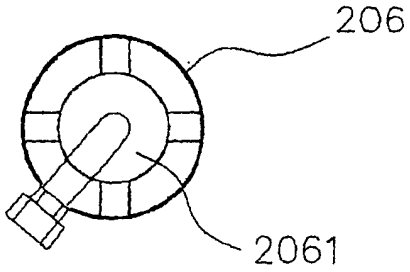


图22

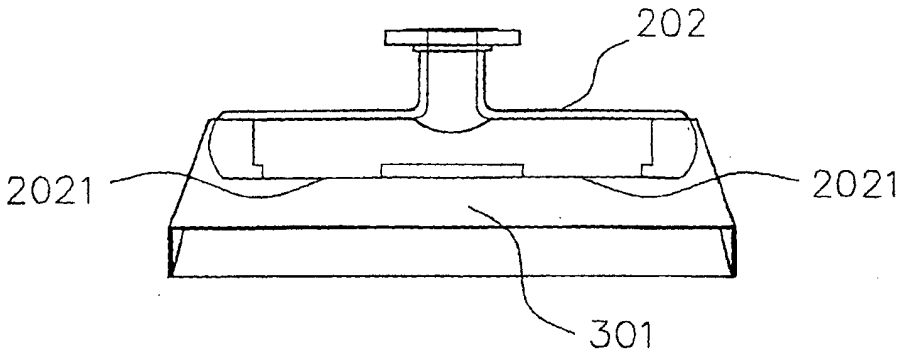


图23

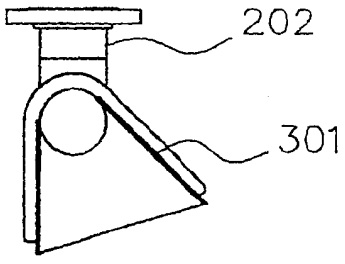


图24

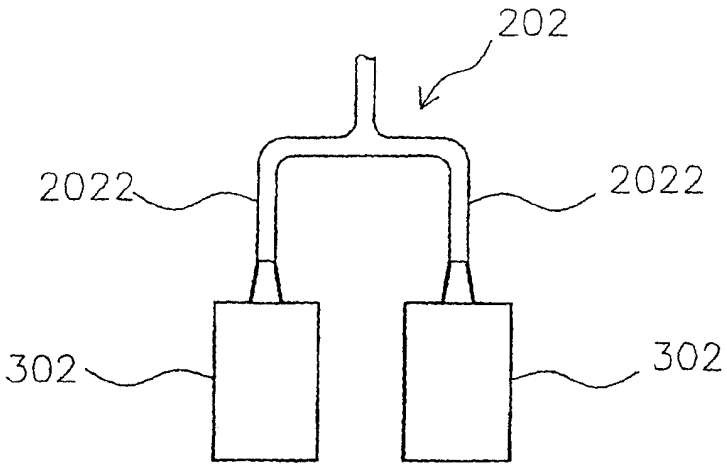


图25

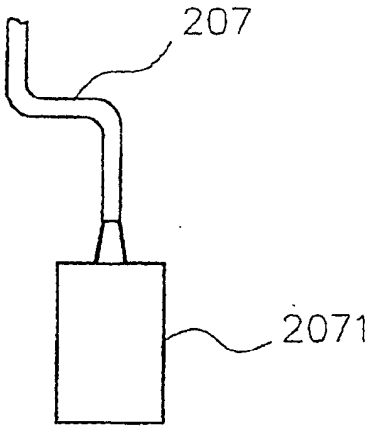


图26

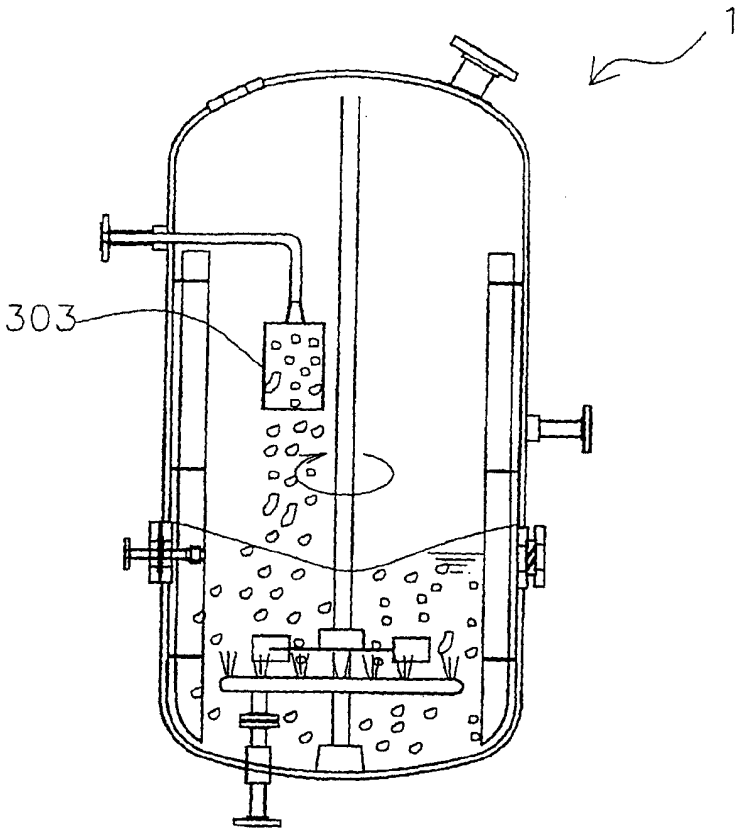


图27

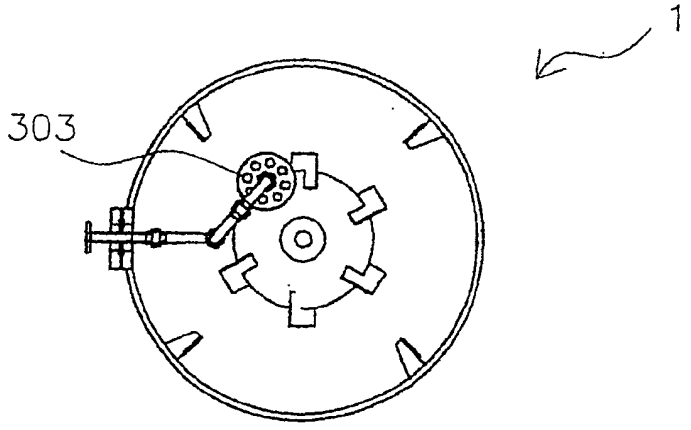


图28

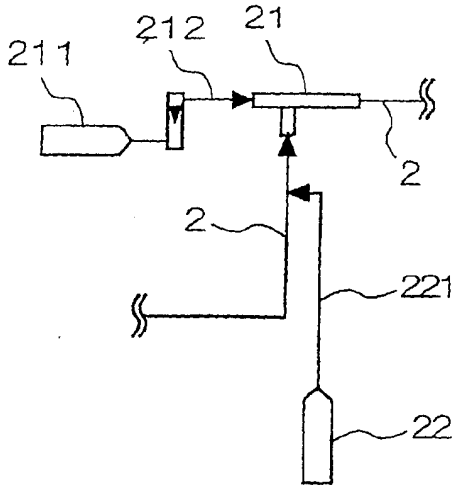


图29

