(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2013 年 12 月 27 日(27.12.2013)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2013/190794 A1

(51) 国際特許分類:
B01D 17/00 (2006.01) *B01D 1/00* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2013/003604

(22) 国際出願日: 2013 年 6 月 7 日(07.06.2013)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2012-137907 2012 年 6 月 19 日(19.06.2012) JP

(71) 出願人: 花王株式会社 (KAO CORPORATION) [JP/JP]; 〒1038210 東京都中央区日本橋茅場町１丁目１４番１０号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 難波　正典(NAMBA, Masanori); 〒6408580 和歌山県和歌山市湊１３３４　花王株式会社 和歌山研究所内 Wakayama (JP). 齊藤　淳之介 (SAITO, Junnosuke); 〒6408580 和歌山県和歌山市湊１３３４　花王株式会社　和歌山研究所内 Wakayama (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人前田特許事務所(MAEDA & PARTNERS); 〒5410053 大阪府大阪市中央区本町２丁目５番７号　大阪丸紅ビル５階 Osaka (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

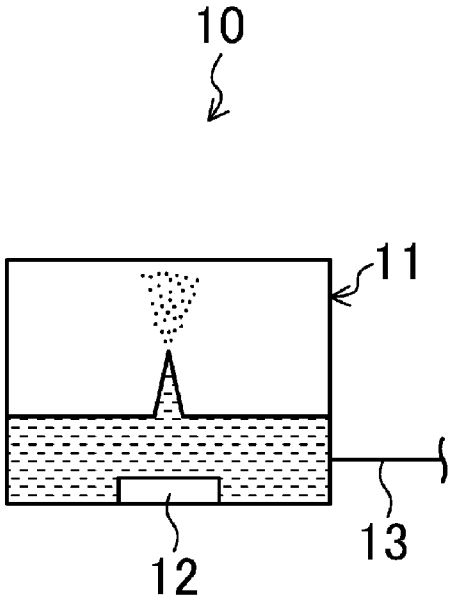
添付公開書類:
— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

WO 2013/190794 A1

(54) **Title**: METHOD FOR PREPARING CONCENTRATED AQUEOUS SOLUTION OF ORGANIC COMPOUND

(54) 発明の名称 : 有機化合物の濃縮水溶液の製造方法

[図1]



(57) **Abstract**: A method for preparing a concentrated aqueous solution of an organic compound, said method comprising: adjusting an aqueous solution, which contains an organic compound having two or more hydrophilic groups per molecule at a concentration less than 40 mass%, to a concentration of the aforesaid organic compound of 40 mass% or greater; and then dehydrating and concentrating the aqueous solution, which has been adjusted to a concentration of the aforesaid organic compound of 40 mass% or greater, by irradiating the same with ultrasonic waves and thus atomizing water therein.

(57) 要約: 分子内に親水基を２個以上有する有機化合物を濃度４０質量%未満で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量%以上となるように調整した後、前記有機化合物の濃度が４０質量%以上となるように調整した水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する。

明　細　書

発明の名称 ： 有機化合物の濃縮水溶液の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、有機化合物の濃縮水溶液の製造方法及びその脱水濃縮方法に関する。

背景技術

[0002] 有機化合物の水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水する技術が研究開発されている。

[0003] 例えば、特許文献１及び２には、植物系原料の発酵物に超音波を照射して水を霧化させることにより乳酸を分離する技術が開示されている。

[0004] また、特許文献３には、粘度が２５ｍＰａ・ｓ以下のグリセリン水溶液に超音波を照射することにより水を霧化させて脱水濃縮する濃縮グリセリンの製造方法が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開２０１０－１１５１６５号公報

特許文献2：特開２０１０－２３３５４３号公報

特許文献3：特開２０１２－１４４５３０号公報

発明の概要

[0006] 本発明は、分子内に親水基を２個以上有する有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整する濃度調整ステップと、前記濃度調整ステップにおいて前記有機化合物の濃度を４０質量％以上に調整した水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する脱水濃縮ステップとを含む有機化合物の濃縮水溶液の製造方法である。

[0007] 本発明は、分子内に親水基を２個以上有する有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるよ

うに調整した後、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整した水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する脱水濃縮方法である。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]態様１で用いる超音波霧化装置の構成を示すブロック図である。

[図2]態様２及び３で用いる超音波霧化装置の構成を示すブロック図である。

[図3]態様２Ａ及び３Ａで用いる超音波霧化装置の構成を示すブロック図である。

[図4]（ａ）～（ｃ）は、態様２Ａ及び３Ａで用いる別の超音波霧化装置の構成を示すブロック図である。

[図5]実施例で用いた実験用の超音波霧化装置の構成を示すブロック図である。

発明を実施するための形態

[0009] 以下、実施形態について詳細に説明する。

[0010] 本実施形態に係る有機化合物の濃縮水溶液の製造方法は、濃度調整ステップと脱水濃縮ステップとを含む。そして、濃度調整ステップでは、分子内に親水基を２個以上有する有機化合物（以下、本出願では「有機化合物Ａ」とも称する。）を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を原料とし、その原料水溶液を、有機化合物Ａの濃度が４０質量％以上となるように調整する。脱水濃縮ステップでは、濃度調整ステップにおいて有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した水溶液（以下、本出願では「高濃度原料水溶液」とも称する。）に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する。

[0011] 本発明者らは、有機化合物の水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する場合、分子内に親水基を２個以上有する有機化合物では、水溶液における有機化合物の濃度が一定の境界濃度までは濃度上昇と共に超音波を照射した際に発生する霧滴に含まれる有機化合物の濃度も上昇し、一方、超音波を照射する水溶液における有機化合物の濃度がその境界濃度を超えると、超音波を照射した際に発生する霧滴に含まれる有機化合物の濃

度が低下するということを見出した。そして、有機化合物が分子内に親水基を２個以上有する場合、水溶液における有機化合物の濃度が４０質量％以上であれば、超音波を照射した際に発生する霧滴に含まれる有機化合物の濃度が極めて低いことを発見した。

[0012] このように霧滴に含まれる有機化合物の濃度が低くなる理由は定かではないが、分子内に親水基を２個以上有する有機化合物は、親水基を多く持つことから、分子内に親水基を１個有する有機化合物に比べて相互作用する有機化合物の分子が多く、また、有機化合物同士の相互作用が強く、そのために霧化されにくくなる。また、有機化合物は、水溶液中の濃度が高くなると、有機化合物同士の相互作用の頻度が有機化合物と水の相互作用の頻度よりも多くなり、そのために霧化されにくくなる。これらの因子の相乗効果により、分子内に親水基を２個以上有する有機化合物の場合、水溶液における有機化合物の濃度が４０質量％以上であれば、超音波を照射した際に発生する霧滴に含まれる有機化合物の濃度が極めて低くなり、水溶液からは水が選択的に除去され、その結果として、超音波の照射による脱水濃縮の効率を高めることができるのであると考えられる。

[0013] 以上のことから、本実施形態に係る有機化合物の濃縮水溶液の製造方法によれば、脱水濃縮前に、原料水溶液における有機化合物Ａの濃度を、４０質量％未満から４０質量％以上に調整するので、それによってその濃度調整した高濃度原料水溶液に超音波を照射した際に発生する霧滴に含まれる有機化合物Ａの濃度が低下し、高濃度原料水溶液からは水が選択的に除去されることとなり、その結果として、超音波の照射による脱水濃縮の効率、すなわち、超音波を照射した際のエネルギーあたりの脱水効率を高めることができる。

[0014] ＜原料水溶液＞

原料水溶液は、分子内に親水基を２個以上有する有機化合物Ａを含有する。

[0015] 有機化合物Ａの分子内の炭素数は、超音波の照射による脱水濃縮が高効率

であるという観点から、好ましくは２以上、より好ましくは３以上である。有機化合物Ａの分子内の炭素数は、水への溶解性の観点から、好ましくは２２以下、より好ましくは１２以下、更に好ましくは６以下である。

[0016] 有機化合物Ａの分子量は、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から、好ましくは５０以上、より好ましくは６０以上、更に好ましくは７０以上である。有機化合物Ａの分子量は、水への溶解性の観点から、好ましくは４００以下、より好ましくは３００以下、更に好ましくは２００以下である。

[0017] 有機化合物Ａは分子内に親水基を２個以上有する。親水基とは、静電的相互作用や水素結合等によって水分子と弱い結合を作り、水に対して親和性を示すイオン性或いは高度の極性を有する官能基である。具体的には、親水基としては、例えば、水酸基、カルボキシル基、カルボニル基、エステル基、アセタール基、ヘミアセタール基、エーテル基、アミノ基、アンモニウム基、アミド基、スルホン酸基、硫酸エステル基、ホスホン酸基、リン酸基、ウレイド基等が挙げられる。

[0018] 超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から、親水基は、好ましくは水酸基、カルボキシル基、カルボニル基、アセタール基、ヘミアセタール基、アミノ基、アンモニウム基、スルホン酸基、硫酸エステル基、ホスホン酸基、及びリン酸基からなる群から選ばれる１種又は２種以上であり、より好ましくは水酸基、カルボキシル基、カルボニル基、アセタール基、ヘミアセタール基、アミノ基及びスルホン酸基からなる群から選ばれる１種又は２種以上、更に好ましくは水酸基及びカルボキシル基からなる群から選ばれる１種又は２種以上である。

[0019] 有機化合物Ａの分子内の親水基の個数は、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から２個以上である。有機化合物Ａの親水基の個数は、同様の観点及び経済効率の観点から、好ましくは１０個以下、より好ましくは８個以下、更に好ましくは５個以下、より更に好ましくは３個以下である。

[0020] 有機化合物Ａは、同一の炭素原子に複数の親水基が結合していてもよく、また、隣接した炭素原子又は１個若しくは複数個のメチレン基等を隔てた炭素原子にそれぞれ親水基が結合していてもよく、更にこれらの両方の特徴を備えていてもよい。これらのうち好ましい有機化合物Ａは、同一の炭素原子に複数の親水基が結合している有機化合物、隣接した炭素原子にそれぞれ親水基が結合している有機化合物である。

[0021] 有機化合物Ａは、分子内に１種の親水基を２個以上有していてもよく、また、分子内に２種以上の親水基を有していてもよく、更にこれらの両方の特徴を備えていてもよい。

[0022] また、有機化合物Ａは、任意に水と相溶するものである場合、超音波の照射による脱水濃縮の効果が顕著である。有機化合物Ａの２５℃における水１００ｇ当たりの溶解度（以下「溶解度」と略す。）は、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から、好ましくは６７ｇ以上、より好ましくは１００ｇ以上、更に好ましくは１５０ｇ以上であり、有機化合物Ａと水とがあらゆる比率で相溶する溶解度であることがより更に好ましい。

[0023] 分子内に１種の親水基を２個以上有する有機化合物Ａとしては、例えば、水酸基を２個以上有する多価アルコール、カルボキシル基を２個以上有する多価カルボン酸、アミノ基を２個以上有する多価アミン等が挙げられる。

[0024] 多価アルコールとしては、例えば、分子内に水酸基を２個有するエチレングリコール、ジエチレングリコール、１，２－プロパンジオール（プロピレングリコール）、１，３－プロパンジオールなどのジオール；分子内に水酸基を３個有するグリセリン、トリメチロールプロパン、１，２，４－ブタントリオールなどのトリオール；分子内に水酸基を４個有するペンタエリスリトールなどのテトラオール；グルコースやキシロースなどの糖類等が挙げられる。

[0025] 多価カルボン酸としては、例えば、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、マレイン酸、フマル酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、フランジカルボン酸などのジカルボン酸；クエン酸、トリメリット酸（ベンゼン－１，２

，４－トリカルボン酸）、ベンゼン－１，３，５－トリカルボン酸などのトリカルボン酸；エチレンテトラカルボン酸、ベンゼン－１，２，４，５－テトラカルボン酸などのテトラカルボン酸等が挙げられる。

[0026] 多価アミンとしては、例えば、エチレンジアミン、パラフェニレンジアミンなどのジアミン；ジエチレントリアミンなどのトリアミン；トリエチレンテトラアミンなどのテトラアミン等が挙げられる。

[0027] 分子内に２種以上の親水基を有する有機化合物Ａとしては、例えば、水酸基及びカルボキシル基を有するヒドロキシ酸、カルボキシル基及びアミノ基を有するアミノ酸、水酸基及びカルボニル基を有するヒドロキシアルデヒド等が挙げられる。

[0028] ヒドロキシ酸は、水酸基及びカルボキシル基が同一の炭素原子に結合した乳酸や２－ヒドロキシ酪酸などのα－ヒドロキシ酸であってもよく、また、水酸基及びカルボキシル基が異なる炭素原子に結合した３－ヒドロキシ酪酸などのβ－ヒドロキシ酸や４－ヒドロキシ酪酸などのγ－ヒドロキシ酸であってもよい。

[0029] ヒドロキシ酸は、脂肪族ヒドロキシ酸であってもよく、また、芳香族ヒドロキシ酸であってもよい。脂肪族ヒドロキシ酸としては、例えば、２－ヒドロキシ酪酸、グリコール酸、乳酸、グリセリン酸、リンゴ酸、酒石酸、クエン酸等が挙げられる。芳香族ヒドロキシ酸としては、例えば、サリチル酸等が挙げられる。

[0030] アミノ酸は、カルボキシル基及びアミノ基が同一の炭素原子に結合したグリシンやα－アラニン、グルタミン、グルタミン酸、アスパラギン酸などのα－アミノ酸であってもよく、また、カルボキシル基及びアミノ基が異なる炭素原子に結合したβ－アラニンなどのβ－アミノ酸やγ-アミノ酪酸などのγ－アミノ酸であってもよい。

[0031] アミノ酸は、脂肪族アミノ酸であってもよく、また、芳香族アミノ酸であってもよい。脂肪族アミノ酸としては、例えば、グリシン、アラニン、グルタミン酸、アスパラギン酸等が挙げられる。芳香族アミノ酸としては、例え

ば、フェニルアラニン等が挙げられる。

[0032] ヒドロキシアルデヒドとしては、例えば、ヒドロキシメチルフルフラールなどが挙げられる。

[0033] これらのうち、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から、好ましくは、水酸基を２個以上有する多価アルコール、水酸基及びカルボキシル基を有するヒドロキシ酸、水酸基及びカルボニル基を有するヒドロキシアルデヒド、複素環及びカルボニル基を有する複素環アルデヒドであり、より好ましくはグリセリン（溶解度：∞）、乳酸（溶解度：６１４ｇ以上）、グルコース（溶解度：９１ｇ）、ヒドロキシメチルフルフラール（溶解度：∞）である。

[0034] 原料水溶液における有機化合物Ａの濃度は４０質量％未満であるが、濃度調整ステップが高効率になるという観点から、好ましくは３５質量％以下、より好ましくは３０質量％以下、更に好ましくは２５質量％以下、より更に好ましくは２０質量％以下である。原料水溶液における有機化合物Ａの濃度は、同様の観点から、好ましくは０．１質量％以上、より好ましくは０．５質量％以上、更に好ましくは１質量％以上、更に好ましくは３質量％以上、より更に好ましくは５質量％以上である。

[0035] なお、原料水溶液には、超音波の照射による脱水濃縮の効率を高める効果を損なわない範囲において、有機化合物Ａの他に、メタノール等、超音波の照射によって除去される成分や除去されずに残留する成分が含まれていてもよい。

[0036] ＜濃度調整ステップ＞

有機化合物Ａの濃度が４０質量％未満の原料水溶液を、その濃度が４０質量％以上の高濃度原料水溶液に調整する手段は特に限定されない。

[0037] その濃度調整手段としては、例えば、（ａ）有機化合物Ａの濃度が４０質量％未満の原料水溶液と、有機化合物Ａ又は有機化合物Ａの濃度が４０質量％よりも高い水溶液（以下、本出願では「高濃度水溶液」とも称する。）とを混合する方法、（ｂ）有機化合物Ａの濃度が４０質量％未満の原料水溶液

を脱水濃縮する方法が挙げられる。これらのうちプロセスの効率が高いという観点からは（ａ）の方法が好ましい。

[0038] （ａ）の方法では、高濃度水溶液における有機化合物Ａの濃度は、原料水溶液の濃度調整が高効率になるという観点から、好ましくは４５質量％以上、より好ましくは５０質量％以上、更に好ましくは６０質量％以上である。また、高濃度水溶液における有機化合物Ａの濃度は、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点及び高濃度水溶液を容易に入手できるという観点から、好ましくは９９質量％以下、より好ましくは９５質量％以下、更に好ましくは９０質量％以下、更に好ましくは８０質量％以下、より更に好ましくは７０質量％以下である。

[0039] また、本実施形態に係る有機化合物の濃縮水溶液の製造方法におけるプロセスの効率を高める観点からは、高濃度水溶液として、当該プロセスによる生成物、すなわち超音波の照射により脱水濃縮した有機化合物Ａの濃縮水溶液を使用することが好ましい。

[0040] （ｂ）の方法では、原料水溶液を脱水濃縮して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に上昇させることにより高濃度原料水溶液の濃度調整を行えばよい。脱水濃縮手段は、超音波の照射であってもよく、また、それ以外の加熱による水分の蒸発等であってもよい。

[0041] 濃度調整ステップでは、（ａ）の方法又は（ｂ）の方法により有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を、超音波振動子が設けられた霧化槽に仕込んでもよく、また、（ａ）の方法又は（ｂ）の方法による濃度調整を、超音波振動子が設けられた霧化槽を備えた超音波霧化装置において行ってもよい。

[0042] 濃度調整後の高濃度原料水溶液における有機化合物Ａの濃度は４０質量％以上であるが、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から、好ましくは４５質量％以上、より好ましくは５０質量％以上、更に好ましくは６０質量％以上である。濃度調整後の高濃度原料水溶液における有機化合物Ａの濃度は、同様の観点から、好ましくは９９質量％以下、より好まし

くは９５質量％以下、更に好ましくは９０質量％以下、更に好ましくは８０質量％以下、より更に好ましくは７０質量％以下である。

[0043] ＜脱水濃縮ステップ＞

濃度調整した高濃度原料水溶液に超音波を照射すると、液面から高濃度原料水溶液の液柱が立ち、その液柱から水が霧化し、その結果、高濃度原料水溶液が脱水濃縮される。なお、この脱水濃縮ステップは、濃度調整ステップ後に時間間隔をおいて行ってもよく、また、濃度調整ステップと同時進行的に連動して行ってもよい。

[0044] ここで、高濃度原料水溶液に照射する超音波の振動数は、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から、好ましくは２０ｋＨｚ以上、より好ましくは１ＭＨｚ以上である。高濃度原料水溶液に照射する超音波の振動数は、同様の観点から、好ましくは１０ＭＨｚ以下、より好ましくは５ＭＨｚ以下である。高濃度原料水溶液への超音波の照射は、高濃度原料水溶液を貯留する霧化槽に設けた超音波振動子により行うことができる。

[0045] 超音波照射時における高濃度原料水溶液の温度は、高濃度原料水溶液が液体の状態であれば特に制限されるものではないが、超音波の照射による霧化の効率を高めると共にエネルギー消費を軽減する観点から、好ましくは１０℃以上、より好ましくは２０℃以上、更に好ましくは３０℃以上、更に好ましくは４０℃以上、より更に好ましくは５０℃以上である。超音波照射時における高濃度原料水溶液の温度は、加圧や温調等の設備負荷を低減する観点から、好ましくは１００℃以下、より好ましくは９０℃以下、更に好ましくは８０℃以下、より更に好ましくは７０℃以下である。高濃度原料水溶液の温度調整は、高濃度原料水溶液を貯留する霧化槽に付設された温調機構により行うことができる。

[0046] 超音波の照射により高濃度原料水溶液から霧化した液滴はキャリアガスと共に排出することができる。キャリアガスとしては、特に限定されるものではないが、例えば、空気、窒素ガス、その他の不活性ガス等を用いることができる。キャリアガスの温度は、超音波を照射している高濃度原料水溶液の

温度と極端な差がなければ特に制限されないが、常温又は高濃度原料水溶液と同じ温度であることが好ましい。

[0047] 超音波照射時における高濃度原料水溶液中の有機化合物Ａの濃度は、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から、好ましくは４０質量％以上、より好ましくは４５質量％以上、更に好ましくは５０質量％以上、より更に好ましくは６０質量％である。超音波照射時における高濃度原料水溶液中の有機化合物Ａの濃度は、同様の観点から、好ましくは９９質量％以下、より好ましくは９０質量％以下、更に好ましくは８０質量％以下、より更に好ましくは７０質量％以下である。なお、脱水濃縮ステップでは、超音波の照射による脱水濃縮の効果に影響がない範囲で、上記の濃度範囲を外れても構わない。

[0048] 霧化した液滴における有機化合物Ａの濃度は、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から、好ましくは５質量％以下、より好ましくは３質量％以下、更に好ましくは１質量％以下、更に好ましくは０．５質量％以下、より更に好ましくは０．２５質量％以下である。

[0049] 超音波照射時における高濃度原料水溶液の粘度は、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から、超音波照射時における温度において、好ましくは２５ｍＰａ・ｓ以下、より好ましくは２０ｍＰａ・ｓ以下、更に好ましくは１５ｍＰａ・ｓ以下である。超音波照射時における高濃度原料水溶液の粘度は、同様の観点から、より好ましくは５０℃において、好ましくは２５ｍＰａ・ｓ以下、より好ましくは２０ｍＰａ・ｓ以下、更に好ましくは１５ｍＰａ・ｓ以下である。超音波照射時における高濃度原料水溶液の粘度は、国際標準化機構ＩＳＯ１２０５８に準拠して求めることができる。具体的には、高濃度原料水溶液の粘度は、高濃度原料水溶液で満たしたキャピラリーを傾斜させて重力の影響下でボールが落下するのに要する時間を測定し、その時間に基づいて求めることができる。

[0050] 脱水濃縮後における濃縮水溶液中の有機化合物Ａの濃度は、超音波の照射による脱水濃縮が高効率であるという観点から、好ましくは４０質量％以上

、より好ましくは４５質量％以上、更に好ましくは５０質量％以上、より更に好ましくは６０質量％以上である。脱水濃縮後における濃縮水溶液中の有機化合物Ａの濃度は、環境負荷を低減すると共に経済効率を高める観点から、好ましくは１００質量％以下、より好ましくは９８質量％以下、更に好ましくは９５質量％以下である。

[0051] 脱水濃縮後における濃縮水溶液の粘度は、超音波の照射による脱水濃縮を経済的に行うという観点から、超音波を照射する温度において、好ましくは２５ｍＰａ・ｓ以下、より好ましくは２０ｍＰａ・ｓ以下、更に好ましくは１５ｍＰａ・ｓ以下である。脱水濃縮後における濃縮水溶液の粘度は、同様の観点から、より好ましくは５０℃において、好ましくは２５ｍＰａ・ｓ以下、より好ましくは２０ｍＰａ・ｓ以下、更に好ましくは１５ｍＰａ・ｓ以下である。

[0052] ＜回収ステップ＞

本実施形態に係る有機化合物の濃縮水溶液の製造方法は、脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮した有機化合物Ａの濃縮水溶液を回収する回収ステップを更に含んでいてもよい。

[0053] この回収ステップは、脱水濃縮ステップ後に行ってもよく、また、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行ってもよく、さらに、濃度調整ステップ及び脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行ってもよい。回収ステップを、脱水濃縮ステップ、或いは、濃度調整ステップ及び脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行うことにより、有機化合物Ａの濃縮水溶液を連続的に製造することができる。この回収ステップでの濃縮水溶液の回収は連続的に行ってもよく、また、間欠的に行ってもよい。

[0054] なお、回収ステップで回収して得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液は、上述した通り、濃度調整ステップにおいて、濃度調整のために用いる高濃度水溶液として用いることができる。

[0055] （具体的実施態様）

本実施形態に係る有機化合物の濃縮水溶液の製造方法の具体的態様につい

て説明する。

[0056] ＜態様１：回分操作＞

態様１－（ｉ）の回分操作では、図１に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１外において、有機化合物Ａの濃度が４０質量％未満の原料水溶液と有機化合物Ａ又は有機化合物Ａの濃度が４０質量％よりも高い高濃度水溶液とを混合して、有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製した後、或いは、原料水溶液を脱水濃縮して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製した後、その高濃度原料水溶液を超音波霧化装置１０の霧化槽１１に仕込む（濃度調整ステップ）。後者の濃度調整のための脱水濃縮方法としては、例えば、超音波の照射による水の霧化、加熱による水分の蒸発等が挙げられる。そして、霧化槽１１において、霧化槽１１内に設けられた超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。

[0057] 態様１－（ii）の回分操作では、図１に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１に有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を仕込み、そこに原料水溶液を添加して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製する（濃度調整ステップ）。そして、霧化槽１１において、超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。

[0058] 態様１－（iii）の回分操作では、図１に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１に原料水溶液を仕込み、そこに有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を添加して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製する（濃度調整ステップ）。そして、霧化槽１１において、超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。

[0059] 態様１－（ｉ）～（iii）のいずれの回分操作でも、脱水濃縮後、得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を、霧化槽１１から延びる濃縮水溶液排出管１３

を介して排出して回収してもよい（回収ステップ）。

[0060] ＜態様２：半回分操作＞

［態様２Ａ］

―態様２Ａ-（ｉ）―

態様２Ａ-（ｉ）の半回分操作では、図２～４に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１外において、有機化合物Ａの濃度が４０質量％未満の原料水溶液と有機化合物Ａ又は有機化合物Ａの濃度が４０質量％よりも高い高濃度水溶液とを混合して、有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製した後、或いは、原料水溶液を脱水濃縮して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製した後、それを直接超音波霧化装置１０の霧化槽１１に仕込む（濃度調整ステップ－初期）。後者の濃度調整のための脱水濃縮方法としては、例えば、超音波の照射による水の霧化、加熱による水分の蒸発等が挙げられる。そして、霧化槽１１に初期に仕込んだ高濃度原料水溶液とは別に、有機化合物Ａを濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、有機化合物Ａの濃度が４０質量％以上となるように調整した高濃度原料水溶液を調製し（濃度調整ステップ）、霧化槽１１において、その高濃度原料水溶液を、原料槽１４から延びて霧化槽１１に接続された原料供給管１５を介して連続的又は間欠的に供給しながら、霧化槽１１内に設けられた超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。

[0061] 原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給するための高濃度原料水溶液の調製方法として、原料槽１４外において、原料水溶液に有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を混合して、有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製し、或いは、原料水溶液を脱水濃縮して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製し、その高濃度原料水溶液を原料槽１４に仕込んで貯留してもよい（態様２Ａ-（ｉ）-ａ）。この態様２Ａ-（ｉ）-ａにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行ってもよい。その場合、前者

の方法において、原料水溶液に混合する高濃度水溶液の一部又は全部が、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液であってもよい。また、後者の濃度調整のための脱水濃縮方法としては、例えば、超音波の照射による水の霧化、加熱による水分の蒸発等が挙げられる。原料槽１４に仕込む高濃度原料水溶液は、初期に霧化槽１１に仕込む高濃度原料水溶液と同一であってもよい。

[0062] 原料槽１４に有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を仕込み、そこに原料水溶液を添加することにより有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様２Ａ－（ｉ）－ｂ）。この態様２Ａ－（ｉ）－ｂにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行ってもよい。その場合、原料水溶液に混合する高濃度水溶液の一部又は全部が、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液であってもよい。例えば、図３に示す超音波霧化装置１０を用い、濃縮水溶液排出管１３から分岐して原料槽１４に接続された戻り管１６を介して、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を原料槽１４に供給し、それによって原料槽１４に仕込む高濃度水溶液の一部又は全部が、有機化合物Ａの濃縮水溶液になるようにしてもよい（態様２Ａ－（ｉ）－ｂ’）。

[0063] 原料槽１４に原料水溶液を仕込み、そこに有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を添加することにより有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様２Ａ－（ｉ）－ｃ）。この態様２Ａ－（ｉ）－ｃにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行ってもよい。その場合、原料水溶液に混合する高濃度水溶液の一部又は全部が、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液であってもよい。例えば、図３に示す超音波霧化装置１０を用い、濃縮水溶液排出管１３から分岐して原料槽１４に接続された戻り管１６を介して、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を原料槽１４に供給し、それによって原料槽１４に仕込んだ原料水溶液に添

加する高濃度水溶液の一部又は全部が、有機化合物Ａの濃縮水溶液になるようにしてもよい（態様２Ａ－（ｉ）－ｃ’）。

[0064] 原料槽１４に原料水溶液を仕込み、それを脱水濃縮して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様２Ａ－（ｉ）－ｄ）。濃度調整のための脱水濃縮方法としては、例えば、超音波の照射による水の霧化、加熱による水分の蒸発等が挙げられる。

[0065] この高濃度原料水溶液の調製は、原料水溶液を原料槽１４から原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給する過程において行ってもよい。

[0066] 例えば、図４（ａ）に示す超音波霧化装置１０を用い、原料槽１４に原料水溶液を仕込み、その原料水溶液を、原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給する過程において、原料供給管１５に接続された有機化合物Ａ供給管１７を介して有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を合流させることにより、その有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様２Ａ－（ｉ）－ｅ）。この態様２Ａ－（ｉ）－ｅにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行われる。

[0067] 図４（ｂ）に示す超音波霧化装置１０を用い、原料槽１４に原料水溶液を仕込み、その原料水溶液を、原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給する過程において、濃縮水溶液排出管１３から分岐して原料供給管１５に接続された戻り管１８を介して、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を合流させることにより、その有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様２Ａ－（ｉ）－ｆ）。この態様２Ａ－（ｉ）－ｆにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行われる。また、原料水溶液に混合する高濃度水溶液として、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液が用いられる。

[0068] 図４（ｃ）に示す超音波霧化装置１０を用い、原料槽１４に原料水溶液を仕込み、その原料水溶液を、原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給する

過程における原料供給管１５に介設された濃度調整部１９において、その有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様２Ａ－（ｉ）－ｇ）。この態様２Ａ－（ｉ）－ｇにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行われる。また、濃度調整部１９では、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を用いて濃度調整を行ってもよい。

[0069] 濃度調整部１９は、原料水溶液を超音波霧化により脱水濃縮する霧化槽で構成されていてもよい。その場合、各々、超音波振動子が設けられた霧化槽が連設され、上流側の濃度調整部１９を構成する霧化槽では原料水溶液の濃度調整を行うと共に、下流側の霧化槽１１において、濃度調整した高濃度原料水溶液の脱水濃縮を行う。また、濃度調整部１９は、超音波霧化による脱水濃縮手段以外の手段であってもよく、例えば、原料水溶液の加熱による水分の蒸発により脱水濃縮する加熱槽で構成されていてもよい。

[0070] －態様２Ａ－（ｉｉ）－

態様２Ａ－（ｉｉ）の半回分操作では、図２～４に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１に有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を仕込み、そこに原料水溶液を添加して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製する（濃度調整ステップ－初期）。そして、霧化槽１１に初期に仕込んだ高濃度原料水溶液とは別に、有機化合物Ａを濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、有機化合物Ａの濃度が４０質量％以上となるように調整した高濃度原料水溶液を調製し（濃度調整ステップ）、霧化槽１１において、その高濃度原料水溶液を、原料供給管１５を介して連続的又は間欠的に供給しながら、超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。

[0071] 原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給するための高濃度原料水溶液の調製方法としては、態様２Ａ－（ｉ）－ａ、態様２Ａ－（ｉ）－ｂ、態様２Ａ－（ｉ）－ｂ’、態様２Ａ－（ｉ）－ｃ、態様２Ａ－（ｉ）－ｃ’、態様２Ａ－（ｉ）－ｄ、態様２Ａ－（ｉ）－ｅ、態様２Ａ－（ｉ）－ｆ、及び態様２Ａ－（ｉ）－ｇに

準じた態様２Ａ－（ｉｉ）－ａ、態様２Ａ－（ｉｉ）－ｂ、態様２Ａ－（ｉｉ）－ｂ’、態様２Ａ－（ｉｉ）－ｃ、態様２Ａ－（ｉｉ）－ｃ’、態様２Ａ－（ｉｉ）－ｄ、態様２Ａ－（ｉｉ）－ｅ、態様２Ａ－（ｉｉ）－ｆ、及び態様２Ａ－（ｉｉ）－ｇの方法が挙げられる。

[0072] －態様２Ａ－（ｉｉｉ）－

態様２Ａ－（ｉｉｉ）の半回分操作では、図２～４に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１に原料水溶液を仕込み、そこに有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を添加して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製する（濃度調整ステップ－初期）。そして、霧化槽１１に初期に仕込んだ高濃度原料水溶液とは別に、有機化合物Ａを濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、有機化合物Ａの濃度が４０質量％以上となるように調整した高濃度原料水溶液を調製し（濃度調整ステップ）、霧化槽１１において、その高濃度原料水溶液を、原料供給管１５を介して連続的又は間欠的に供給しながら、超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。

[0073] 原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給するための高濃度原料水溶液の調製方法としては、態様２Ａ－（ｉ）－ａ、態様２Ａ－（ｉ）－ｂ、態様２Ａ－（ｉ）－ｂ’、態様２Ａ－（ｉ）－ｃ、態様２Ａ－（ｉ）－ｃ’、態様２Ａ－（ｉ）－ｄ、態様２Ａ－（ｉ）－ｅ、態様２Ａ－（ｉ）－ｆ、及び態様２Ａ－（ｉ）－ｇに準じた態様２Ａ－（ｉｉｉ）－ａ、態様２Ａ－（ｉｉｉ）－ｂ、態様２Ａ－（ｉｉｉ）－ｂ’、態様２Ａ－（ｉｉｉ）－ｃ、態様２Ａ－（ｉｉｉ）－ｃ’、態様２Ａ－（ｉｉｉ）－ｄ、態様２Ａ－（ｉｉｉ）－ｅ、態様２Ａ－（ｉｉｉ）－ｆ、及び態様２Ａ－（ｉｉｉ）－ｇの方法が挙げられる。

[0074] －態様２Ａ－（ｉｖ）－

態様２Ａ－（ｉｖ）の半回分操作では、図２～４に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１外で調製した高濃度原料水溶液を、原料供給管１５を介して霧化槽１１に仕込む（濃度調整ステップ）。そして、それに引き続き、霧化槽１１において、高濃度原料水溶液を、原料供給管１５を介して連続的又

は間欠的に供給しながら、超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。従って、この態様２Ａ－（ｉｖ）の半回分操作では、霧化槽１１に初期に仕込む高濃度原料水溶液と脱水濃縮ステップにおいて供給する高濃度水溶液とが同一となる。

[0075] 高濃度原料水溶液の調製方法としては、態様２Ａ－（ｉ）－ａ、態様２Ａ－（ｉ）－ｂ、態様２Ａ－（ｉ）－ｃ、態様２Ａ－（ｉ）－ｄ、態様２Ａ－（ｉ）－ｅ、及び態様２Ａ－（ｉ）－ｇに準じた態様２Ａ－（ｉｖ）－ａ、態様２Ａ－（ｉｖ）－ｂ、態様２Ａ－（ｉｖ）－ｃ、態様２Ａ－（ｉｖ）－ｄ、態様２Ａ－（ｉｖ）－ｅ、及び態様２Ａ－（ｉｖ）－ｇの方法が挙げられる。また、濃度調整ステップと脱水濃縮ステップとを同時進行的に連動して行う場合には、原料水溶液と混合する高濃度水溶液として、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を用いる態様２Ａ－（ｉ）－ｂ’、態様２Ａ－（ｉ）－ｃ’、及び態様２Ａ－（ｉ）－ｆに準じた態様２Ａ－（ｉｖ）－ｂ’、態様２Ａ－（ｉｖ）－ｃ’、及び態様２Ａ－（ｉｖ）－ｆの方法を採用することもできる。

[0076] 態様２Ａ－（ｉ）～（ｉｖ）のいずれの半回分操作でも、脱水濃縮後、得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を、霧化槽１１から延びる濃縮水溶液排出管１３を介して排出して回収してもよい（回収ステップ）。

[0077] ［態様２Ｂ］

態様２Ｂの半回分操作では、図２に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１に有機化合物Ａ又は有機化合物Ａの濃度が４０質量％よりも高い高濃度水溶液を貯留する。そして、霧化槽１１において、原料槽１４に貯留された有機化合物Ａの濃度が４０質量％未満の原料水溶液を、原料槽１４から延びて霧化槽１１に接続された原料供給管１５を介して連続的又は間欠的に供給し、原料水溶液と高濃度水溶液とを混合させることにより有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製しながら（濃度調整ステップ）、霧化槽１１内に設けられた超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水

濃縮ステップ）。このとき、原料水溶液の供給流量を、霧化槽１１内の高濃度原料水溶液における有機化合物Ａの濃度が４０質量％以上となるように制御する。

[0078] この態様２Ｂの半回分操作では、霧化槽１１内で濃度調整ステップと脱水濃縮ステップとを同時進行的に連動して行う。このとき、霧化槽１１では、超音波の照射による脱水濃縮により高濃度原料水溶液における有機化合物Ａの濃度が上昇するため、原料供給管１５を介した霧化槽１１への原料水溶液の供給流量を少なくすることにより、霧化槽１１内の高濃度原料水溶液における有機化合物Ａの濃度を高く維持することができる。なお、初期に霧化槽１１において高濃度水溶液の濃度調整を行ってもよいが、操作時間を短縮する観点からは、霧化槽１１に有機化合物Ａ又は超音波霧化装置１０外で濃度調整した高濃度水溶液を仕込むことが好ましい。

[0079] 態様２Ｂの半回分操作では、脱水濃縮後、得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を、霧化槽１１から延びる濃縮水溶液排出管１３を介して排出して回収してもよい（回収ステップ）。

[0080] ＜態様３：連続操作＞

［態様３Ａ］

―態様３Ａ-（ｉ）―

態様３Ａ-（ｉ）の連続操作では、図２～４に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１外において、有機化合物Ａの濃度が４０質量％未満の原料水溶液と有機化合物Ａ又は有機化合物Ａの濃度が４０質量％よりも高い高濃度水溶液とを混合して、有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製した後、或いは、原料水溶液を脱水濃縮して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製した後、それを直接超音波霧化装置１０の霧化槽１１に仕込む（濃度調整ステップ－初期）。後者の濃度調整のための脱水濃縮方法としては、例えば、超音波の照射による水の霧化、加熱による水分の蒸発等が挙げられる。そして、霧化槽１１に初期に仕込んだ高濃度原料水溶液とは別に、有機化合物Ａを濃度４０質

量％未満で含有する水溶液を、有機化合物Ａの濃度が４０質量％以上となるように調整した高濃度原料水溶液を調製し（濃度調整ステップ）、霧化槽１１において、その高濃度原料水溶液を、原料槽１４から延びて霧化槽１１に接続された原料供給管１５を介して連続的又は間欠的に供給しながら、霧化槽１１内に設けられた超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。また、脱水濃縮後の有機化合物Ａの濃縮水溶液を、霧化槽１１から延びる濃縮水溶液排出管１３を介して連続的又は間欠的に排出して回収する（回収ステップ）。

[0081] 原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給するための高濃度原料水溶液の調製方法として、原料槽１４外において、原料水溶液に有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を混合して、有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製し、或いは、原料水溶液を脱水濃縮して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製し、その高濃度原料水溶液を原料槽１４に仕込んで貯留してもよい（態様３Ａ－（ｉ）－ａ）。この態様３Ａ－（ｉ）－ａにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行ってもよい。その場合、前者の方法において、原料水溶液に混合する高濃度水溶液の一部又は全部が、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液であってもよい。また、後者の濃度調整のための脱水濃縮方法としては、例えば、超音波の照射による水の霧化、加熱による水分の蒸発等が挙げられる。原料槽１４に仕込む高濃度原料水溶液は、初期に霧化槽１１に仕込む高濃度原料水溶液と同一であってもよい。

[0082] 原料槽１４に有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を仕込み、そこに原料水溶液を添加することにより有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様３Ａ－（ｉ）－ｂ）。この態様３Ａ－（ｉ）－ｂにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行ってもよい。その場合、原料水溶液に混合する高濃

度水溶液の一部又は全部が、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液であってもよい。例えば、図３に示す超音波霧化装置１０を用い、濃縮水溶液排出管１３から分岐して原料槽１４に接続された戻り管１６を介して、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を原料槽１４に供給し、それによって原料槽１４に仕込む高濃度水溶液の一部又は全部が、有機化合物Ａの濃縮水溶液になるようにしてもよい（態様３Ａ－（ｉ）－ｂ’）。

[0083] 原料槽１４に原料水溶液を仕込み、そこに有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を添加することにより有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様３Ａ－（ｉ）－ｃ）。この態様３Ａ－（ｉ）－ｃにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行ってもよい。その場合、原料水溶液に混合する高濃度水溶液の一部又は全部が、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液であってもよい。例えば、図３に示す超音波霧化装置１０を用い、濃縮水溶液排出管１３から分岐して原料槽１４に接続された戻り管１６を介して、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を原料槽１４に供給し、それによって原料槽１４に仕込んだ原料水溶液に添加する高濃度水溶液の一部又は全部が、有機化合物Ａの濃縮水溶液になるようにしてもよい（態様３Ａ－（ｉ）－ｃ’）。

[0084] 原料槽１４に原料水溶液を仕込み、それを脱水濃縮して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様３Ａ－（ｉ）－ｄ）。濃度調整のための脱水濃縮方法としては、例えば、超音波の照射による水の霧化、加熱による水分の蒸発等が挙げられる。

[0085] この高濃度原料水溶液の調製は、原料水溶液を原料槽１４から原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給する過程において行ってもよい。

[0086] 例えば、図４（ａ）に示す超音波霧化装置１０を用い、原料槽１４に原料水溶液を仕込み、その原料水溶液を、原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給する過程において、原料供給管１５に接続された有機化合物Ａ供給管１

７を介して有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を合流させることにより、その有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様３Ａ－（ｉ）－ｅ）。この態様３Ａ－（ｉ）－ｅにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行われる。

[0087] 図４（ｂ）に示す超音波霧化装置１０を用い、原料槽１４に原料水溶液を仕込み、その原料水溶液を、原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給する過程において、濃縮水溶液排出管１３から分岐して原料供給管１５に接続された戻り管１８を介して、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を合流させることにより、その有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様３Ａ－（ｉ）－ｆ）。この態様３Ａ－（ｉ）－ｆにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行われる。また、原料水溶液に混合する高濃度水溶液として、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液が用いられる。

[0088] 図４（ｃ）に示す超音波霧化装置１０を用い、原料槽１４に原料水溶液を仕込み、その原料水溶液を、原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給する過程における原料供給管１５に介設された濃度調整部１９において、その有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製してもよい（態様３Ａ－（ｉ）－ｇ）。この態様３Ａ－（ｉ）－ｇにおける高濃度原料水溶液の濃度調整ステップは、脱水濃縮ステップと同時進行的に連動して行われる。また、濃度調整部１９では、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を用いて濃度調整を行ってもよい。

[0089] 濃度調整部１９は、原料水溶液を超音波霧化により脱水濃縮する霧化槽で構成されていてもよい。その場合、各々、超音波振動子が設けられた霧化槽が連設され、上流側の濃度調整部１９を構成する霧化槽では原料水溶液の濃度調整を行うと共に、下流側の霧化槽１１において、濃度調整した高濃度原料水溶液の脱水濃縮を行う。また、濃度調整部１９は、超音波霧化による脱

水濃縮手段以外の手段であってもよく、例えば、原料水溶液の加熱による水分の蒸発により脱水濃縮する加熱槽で構成されていてもよい。

[0090] －態様３Ａ－（ｉｉ）－

態様３Ａ－（ｉｉ）の連続操作では、図２～４に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１に有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を仕込み、そこに原料水溶液を添加して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製する（濃度調整ステップー初期）。そして、霧化槽１１に初期に仕込んだ高濃度原料水溶液とは別に、有機化合物Ａを濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、有機化合物Ａの濃度が４０質量％以上となるように調整した高濃度原料水溶液を調製し（濃度調整ステップ）、霧化槽１１において、その高濃度原料水溶液を、原料供給管１５を介して連続的又は間欠的に供給しながら、超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。また、脱水濃縮後の有機化合物Ａの濃縮水溶液を、濃縮水溶液排出管１３を介して連続的又は間欠的に排出して回収する（回収ステップ）。

[0091] 原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給するための高濃度原料水溶液の調製方法としては、態様３Ａ－（ｉ）－ａ、態様３Ａ－（ｉ）－ｂ、態様３Ａ－（ｉ）－ｂ’、態様３Ａ－（ｉ）－ｃ、態様３Ａ－（ｉ）－ｃ’、態様３Ａ－（ｉ）－ｄ、態様３Ａ－（ｉ）－ｅ、態様３Ａ－（ｉ）－ｆ、及び態様３Ａ－（ｉ）－ｇに準じた態様３Ａ－（ii）－ａ、態様３Ａ－（ii）－ｂ、態様３Ａ－（ii）－ｂ’、態様３Ａ－（ii）－ｃ、態様３Ａ－（ii）－ｃ’、態様３Ａ－（ii）－ｄ、態様３Ａ－（ii）－ｅ、態様３Ａ－（ii）－ｆ、及び態様３Ａ－（ii）－ｇの方法が挙げられる。

[0092] －態様３Ａ－（iii）－

態様３Ａ－（iii）の連続操作では、図２～４に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１に原料水溶液を仕込み、そこに有機化合物Ａ又は高濃度水溶液を添加して有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整して高濃度原料水溶液を調製する（濃度調整ステップー初期）。そして、霧化槽１１に初期

に仕込んだ高濃度原料水溶液とは別に、有機化合物Ａを濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、有機化合物Ａの濃度が４０質量％以上となるように調整した高濃度原料水溶液を調製し（濃度調整ステップ）、霧化槽１１において、その高濃度原料水溶液を、原料供給管１５を介して連続的又は間欠的に供給しながら、超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。また、脱水濃縮後の有機化合物Ａの濃縮水溶液を、濃縮水溶液排出管１３を介して連続的又は間欠的に排出して回収する（回収ステップ）。

[0093] 原料供給管１５を介して霧化槽１１に供給するための高濃度原料水溶液の調製方法としては、態様３Ａ-（ｉ）-ａ、態様３Ａ-（ｉ）-ｂ、態様３Ａ-（ｉ）-ｂ’、態様３Ａ-（ｉ）-ｃ、態様３Ａ-（ｉ）-ｃ’、態様３Ａ-（ｉ）-ｄ、態様３Ａ-（ｉ）-ｅ、態様３Ａ-（ｉ）-ｆ、及び態様３Ａ-（ｉ）-ｇに準じた態様３Ａ-（iii）-ａ、態様３Ａ-（iii）-ｂ、態様３Ａ-（iii）-ｂ’、態様３Ａ-（iii）-ｃ、態様３Ａ-（iii）-ｃ’、態様３Ａ-（iii）-ｄ、態様３Ａ-（iii）-ｅ、態様３Ａ-（iii）-ｆ、及び態様３Ａ-（iii）-ｇの方法が挙げられる。

[0094] －態様３Ａ-（iv）－

態様３Ａ-（iv）の連続操作では、図２～４に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１外で調製した高濃度原料水溶液を、原料供給管１５を介して霧化槽１１に仕込む（濃度調整ステップ）。そして、それに引き続き、霧化槽１１において、高濃度原料水溶液を、原料供給管１５を介して連続的又は間欠的に供給しながら、超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。従って、この態様３Ａ-（iv）の連続操作では、霧化槽１１に初期に仕込む高濃度原料水溶液と脱水濃縮ステップにおいて供給する高濃度水溶液とが同一となる。また、脱水濃縮後の有機化合物Ａの濃縮水溶液を、濃縮水溶液排出管１３を介して連続的又は間欠的に排出して回収する（回収ステップ）。

[0095] 高濃度原料水溶液の調製方法としては、態様３Ａ-（ｉ）-ａ、態様３Ａ-（

ｉ）－ｂ、態様３Ａ－（ｉ）－ｃ、態様３Ａ－（ｉ）－ｄ、態様３Ａ－（ｉ）－ｅ、及び態様３Ａ－（ｉ）－ｇに準じた態様３Ａ－（iv）－ａ、態様３Ａ－（iv）－ｂ、態様３Ａ－（iv）－ｃ、態様３Ａ－（iv）－ｄ、態様３Ａ－（iv）－ｅ、及び態様３Ａ－（iv）－ｇの方法が挙げられる。また、定常時において、濃度調整ステップと脱水濃縮ステップとを同時進行的に連動して行う場合には、原料水溶液と混合する高濃度水溶液として、脱水濃縮ステップにおいて得られた有機化合物Ａの濃縮水溶液を用いる態様３Ａ－（ｉ）－ｂ’、態様３Ａ－（ｉ）－ｃ’、及び態様３Ａ－（ｉ）－ｆに準じた態様３Ａ－（iv）－ｂ’、態様３Ａ－（iv）－ｃ’、及び態様３Ａ－（iv）－ｆの方法を採用することもできる。

[0096] ［態様３Ｂ］

態様３Ｂの連続操作では、図２に示す超音波霧化装置１０を用い、霧化槽１１に有機化合物Ａ又は有機化合物Ａの濃度が４０質量％よりも高い高濃度水溶液を貯留する。そして、霧化槽１１において、原料槽１４に貯留された有機化合物Ａの濃度が４０質量％未満の原料水溶液を、原料槽１４から延びて霧化槽１１に接続された原料供給管１５を介して連続的又は間欠的に供給し、原料水溶液と高濃度水溶液とを混合させることにより有機化合物Ａの濃度を４０質量％以上に調整した高濃度原料水溶液を調製しながら（濃度調整ステップ）、霧化槽１１内に設けられた超音波振動子１２により高濃度原料水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する（脱水濃縮ステップ）。また、脱水濃縮後の有機化合物Ａの濃縮水溶液を、霧化槽１１から延びる濃縮水溶液排出管１３を介して連続的又は間欠的に排出して回収する（回収ステップ）。このとき、原料水溶液の供給流量及び濃縮水溶液の回収流量を、霧化槽１１内の高濃度原料水溶液における有機化合物Ａの濃度が４０質量％以上となるように制御する。

[0097] この態様３Ｂの連続操作では、霧化槽１１内で濃度調整ステップと脱水濃縮ステップとを同時進行的に連動して行う。このとき、霧化槽１１では、超音波の照射による脱水濃縮により高濃度原料水溶液における有機化合物Ａの濃度が上昇するため、原料供給管１５を介した霧化槽１１への原料水溶液の

供給流量を少なくすることにより、霧化槽１１内の高濃度原料水溶液における有機化合物Ａの濃度を高く維持することができる。なお、初期に霧化槽１１において高濃度水溶液の濃度調整を行ってもよいが、操作時間を短縮する観点からは、霧化槽１１に有機化合物Ａ又は超音波霧化装置１０外で濃度調整した高濃度水溶液を仕込むことが好ましい。

[0098] 上述した実施形態に関し、更に以下の濃縮水溶液の製造方法及び濃縮方法を開示する。

[0099] ＜１＞分子内に親水基を２個以上有する有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整する濃度調整ステップと、前記濃度調整ステップにおいて前記有機化合物の濃度を４０質量％以上に調整した水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する脱水濃縮ステップと、
を含む、有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0100] ＜２＞前記原料水溶液における前記有機化合物の濃度が、好ましくは３５質量％以下、より好ましくは３０質量％以下、更に好ましくは２５質量％以下、より更に好ましくは２０質量％以下であり、好ましくは０．１質量％以上、より好ましくは０．５質量％以上、更に好ましくは１質量％以上、更に好ましくは３質量％以上、より更に好ましくは５質量％以上である、前記＜１＞に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0101] ＜３＞前記濃度調整ステップにおいて濃度調整した水溶液における前記有機化合物の濃度が、好ましくは４５質量％以上、より好ましくは５０質量％以上、更に好ましくは６０質量％以上であり、また、好ましくは９９質量％以下、より好ましくは９５質量％以下、更に好ましくは９０質量％以下、更に好ましくは８０質量％以下、より更に好ましくは７０質量％以下である、前記＜１＞又は＜２＞に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0102] ＜４＞前記濃度調整ステップにおける濃度調整を、前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液と、前記有機化合物又は前記有機化合物の濃度が４０質量％よりも高い水溶液とを混合することにより行う、前記有機

化合物又は前記有機化合物の濃度が４０質量％よりも高く、好ましくは４５質量％以上、より好ましくは５０質量％以上、更に好ましくは６０質量％以上であり、また、好ましくは９９質量％以下、より好ましくは９５質量％以下、更に好ましくは９０質量％以下、更に好ましくは８０質量％以下、より更に好ましくは７０質量％以下である水溶液とを混合することにより行う、前記＜１＞～＜３＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0103] ＜５＞前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮して得られた前記有機化合物の濃縮水溶液を回収する回収ステップを更に含む、前記＜１＞～＜４＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0104] ＜６＞前記濃度調整ステップにおける濃度調整を、超音波振動子が設けられた霧化槽を備えた超音波霧化装置において行う、前記＜１＞～＜５＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0105] ＜７＞前記濃度調整ステップにおいて、前記有機化合物の濃度を４０質量％以上に調整した水溶液を、超音波振動子が設けられた霧化槽に仕込む、前記＜１＞～＜６＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0106] ＜８＞前記有機化合物の濃縮水溶液の製造を回分操作で行う、前記＜１＞～＜７＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0107] ＜９＞前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液に、前記濃度調整ステップにおいて前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整した水溶液を連続的又は間欠的に供給し、前記有機化合物の濃縮水溶液の製造を半回分操作で行う、前記＜１＞～＜７＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0108] ＜１０＞前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液に、前記濃度調整ステップにおいて前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるよう

に調整した水溶液を連続的又は間欠的に供給すると共に、前記有機化合物の濃縮水溶液を連続的又は間欠的に回収し、前記有機化合物の濃縮水溶液の製造を連続操作で行う、前記＜１＞～＜７＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0109] ＜１１＞前記脱水濃縮ステップにおいて前記有機化合物の水溶液に連続的又は間欠的に供給する水溶液の前記濃度調整ステップにおける濃度調整を、前記脱水濃縮ステップと同時進行的に、前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液と、前記有機化合物の濃度が４０質量％よりも高く、好ましくは４５質量％以上、より好ましくは５０質量％以上、更に好ましくは６０質量％以上であり、また、好ましくは９９質量％以下、より好ましくは９５質量％以下、更に好ましくは９０質量％以下、更に好ましくは８０質量％以下、より更に好ましくは７０質量％以下である水溶液とを混合することにより行う、前記＜９＞又は＜１０＞に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0110] ＜１２＞前記有機化合物の濃度が４０質量％よりも高い水溶液の一部又は全部が、前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮して得られた前記有機化合物の濃縮水溶液である、前記＜１１＞に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0111] ＜１３＞前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液に、前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を連続的又は間欠的に供給し、このとき、有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液の供給流量を、前記脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液における前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように制御することにより前記濃度調整ステップを実施し、前記有機化合物の濃縮水溶液の製造を半回分操作で行う、前記＜１＞～＜７＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0112] ＜１４＞前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液に、前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を連続的又

は間欠的に供給すると共に、前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮して得られた前記有機化合物の濃縮水溶液を連続的又は間欠的に回収し、このとき、前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液の供給流量及び前記濃縮水溶液の回収流量を、前記脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液における前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように制御することにより前記濃度調整ステップを実施し、前記有機化合物の濃縮水溶液の製造を連続操作で行う、前記＜１＞～＜７＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0113] ＜１５＞前記脱水濃縮ステップにおいて、超音波照射時における水溶液中の前記有機化合物の濃度が、好ましくは４０質量％以上、より好ましくは４５質量％以上、更に好ましくは５０質量％以上、より更に好ましくは６０質量％であり、また、好ましくは９９質量％以下、より好ましくは９０質量％以下、更に好ましくは８０質量％以下、より更に好ましくは７０質量％以下である、前記＜１＞～＜１４＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0114] ＜１６＞前記脱水濃縮ステップにおいて、霧化した液滴における前記有機化合物の濃度が、好ましくは５質量％以下、より好ましくは３質量％以下、更に好ましくは１質量％以下、更に好ましくは０．５質量％以下、より更に好ましくは０．２５質量％以下である、前記＜１＞～＜１５＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0115] ＜１７＞前記脱水濃縮ステップにおいて、超音波照射時における水溶液の粘度が、好ましくは２５ｍＰａ・ｓ以下、より好ましくは２０ｍＰａ・ｓ以下、更に好ましくは１５ｍＰａ・ｓ以下である、前記＜１＞～＜１６＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0116] ＜１８＞前記脱水濃縮ステップにおいて、脱水濃縮後における濃縮水溶液中の前記有機化合物の濃度が、好ましくは４０質量％以上、より好ましくは４５質量％以上、更に好ましくは５０質量％以上、より更に好ましくは６０質量％以上であり、また、好ましくは１００質量％以下、より好ましくは９

８質量％以下、更に好ましくは９５質量％以下である、前記＜１＞～＜１７＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0117] ＜１９＞前記脱水濃縮ステップにおいて、脱水濃縮後における前記有機化合物の濃縮水溶液の粘度が、好ましくは２５ｍＰａ・ｓ以下、より好ましくは２０ｍＰａ・ｓ以下、更に好ましくは１５ｍＰａ・ｓ以下である、前記＜１＞～＜１８＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0118] ＜２０＞前記脱水濃縮ステップにおいて超音波を照射する水溶液の温度を、好ましくは１０℃以上、より好ましくは２０℃以上、更に好ましくは３０℃以上、より更に好ましくは４０℃以上とし、また、好ましくは１００℃以下、より好ましくは９０℃以下、更に好ましくは８０℃以下、より更に好ましくは７０℃以下とする、前記＜１＞～＜１９＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0119] ＜２１＞前記脱水濃縮ステップにおいて超音波を照射する水溶液の温度を５０℃以上１００℃以下とする、前記＜２０＞に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0120] ＜２２＞前記脱水濃縮ステップにおいて水溶液に照射する超音波の振動数が、好ましくは２０ｋＨｚ以上、より好ましくは１ＭＨｚ以上であり、また、好ましくは１０ＭＨｚ以下、より好ましくは５ＭＨｚ以下である、前記＜１＞～＜２１＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0121] ＜２３＞前記有機化合物が、親水基として、水酸基、カルボキシル基、カルボニル基、エステル基、アセタール基、ヘミアセタール基、エーテル基、アミノ基、アンモニウム基、アミド基、スルホン酸基、硫酸エステル基、ホスホン酸基、リン酸基、及びウレイド基からなる群から選ばれる１種又は２種以上、好ましくは水酸基、カルボキシル基、カルボニル基、アセタール基、ヘミアセタール基、アミノ基、アンモニウム基、スルホン酸基、硫酸エステル基、ホスホン酸基、及びリン酸基からなる群から選ばれる１種又は２種

以、上、より好ましくは水酸基、カルボキシル基、カルボニル基、アセタール基、ヘミアセタール基、アミノ基及びスルホン酸基からなる群から選ばれる１種又は２種以上、更に好ましくは水酸基及びカルボキシル基からなる群から選ばれる１種又は２種以上を有する、前記＜１＞～＜２２＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0122] ＜２４＞前記有機化合物が多価アルコールを含む、前記＜２３＞に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0123] ＜２５＞前記有機化合物である多価アルコールが、分子内に水酸基を２個有するジオール、分子内に水酸基を３個有するトリオール、分子内に水酸基を４個有するテトラオール、及び糖類からなる群から選ばれる１種又は２種以上である、前記＜２４＞に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0124] ＜２６＞前記有機化合物がカルボキシル基を有する有機化合物を含む、前記＜２３＞～＜２５＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0125] ＜２７＞前記カルボキシル基を有する有機化合物が、分子内にカルボキシル基を２個以上有する多価カルボン酸、分子内に水酸基及びカルボキシル基を有するヒドロキシ酸、並びに分子内にカルボキシル基及びアミノ基を有するアミノ酸からなる群から選ばれる１種又は２種以上である、前記＜２６＞に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0126] ＜２８＞前記有機化合物の分子に含まれる炭素数が、好ましくは２以上、より好ましくは３以上であり、また、好ましくは２２以下、より好ましくは１２以下、更に好ましくは６以下である、前記＜１＞～＜２７＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0127] ＜２９＞前記有機化合物の分子量が、好ましくは５０以上、より好ましくは６０以上、更に好ましくは７０以上であり、また、好ましくは４００以下、より好ましくは３００以下、更に好ましくは２００以下である、前記＜１＞～＜２８＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0128] ＜３０＞前記有機化合物の分子内の親水基の個数が、好ましくは１０個以下、より好ましくは８個以下、更に好ましくは５個以下、より更に好ましくは３個以下である、前記＜１＞～＜２９＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0129] ＜３１＞前記有機化合物は、同一の炭素原子に複数の親水基が結合している有機化合物、又は、隣接した炭素原子にそれぞれ親水基が結合している有機化合物である、前記＜１＞～＜３０＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0130] ＜３２＞前記有機化合物の２５℃における水１００ｇ当たりの溶解度が、好ましくは６７ｇ以上、より好ましくは１００ｇ以上、更に好ましくは１５０ｇ以上である、前記＜１＞～＜３１＞のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[0131] ＜３３＞分子内に親水基を２個以上有する有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整した後、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整した水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する脱水濃縮方法。

実施例

[0132] （分析方法）

［高速液体クロマトグラフ（ＨＰＬＣ）の測定条件］

採取した有機化合物水溶液中の有機化合物の濃度を、高速液体クロマトグラフ（ＨＰＬＣ）を用いて定量した。ＨＰＬＣの分析条件は、次の通りである。

・装置名：LaChrom Elite (HITACHI製)

・カラム：ICSep ICE-ION-300

・溶離液：０．００８５規定 硫酸、０．４ｍＬ／ｍｉｎ

・検出法：RI (HITACHI、L-2490)

・カラム温度：４０℃

・注入液量：２０μＬ

・保持時間：４０ｍｉｎ

（実験用超音波霧化装置）

図５は、下記の実験で用いた実験用の超音波霧化装置２０を示す。

[0133] この実験用の超音波霧化装置２０は、温調機構が付設された霧化槽２１を備え、霧化槽２１内には超音波振動子２２（振動数：２．４ＭＨｚ、出力：３０Ｗ）が設けられている。霧化槽２１の下部には原料槽２４から延びる原料供給管２５が結合していると共に、霧化槽２１の下部からは、図示しない送液ポンプが介設された戻り管２６が延びて原料槽２４に結合しており、これにより原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して水溶液が循環するように構成されている。霧化槽２１の上部には図示しないガス源から延びるキャリアガス供給管２７が結合している。霧化槽２１の天部からは霧回収管２８が延びて霧回収器２９に結合している。

[0134] （実験１）

＜実施例１＞

グリセリン（炭素数：３、分子量：９２、親水基：３個）の濃度が２０．７質量％のグリセリン水溶液にグリセリンを添加して濃度を４８質量％に調整した。そして、この濃度を４８質量％に調整したグリセリン水溶液８４１ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、グリセリン水溶液の温度を６０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を９．０時間行った。そして、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のグリセリンの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のグリセリンの濃度を測定した。

[0135] ＜実施例２＞

グリセリンの濃度が１０．１質量％のグリセリン水溶液にグリセリンを添加して濃度を５９質量％に調整した。そして、この濃度を５９質量％に調整したグリセリン水溶液８０４ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽

２４に仕込み、グリセリン水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を２．５時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びそこに含まれるグリセリンの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のグリセリンの濃度を測定した。

[0136] ＜実施例３＞

乳酸（炭素数：３、分子量：９０、親水基：２個）の濃度が５．００質量％の乳酸水溶液に乳酸を添加して濃度を４４質量％に調整した。そして、この濃度を４４質量％に調整した乳酸水溶液８０５ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、乳酸水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を６．０時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中の乳酸の濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中の乳酸の濃度を測定した。

[0137] ＜実施例４＞

グルコース（炭素数：６、分子量：１８０、親水基：５個）の濃度が５．００質量％のグルコース水溶液にグルコースを添加して濃度を６２質量％に調整した。そして、この濃度を６２質量％に調整したグルコース水溶液８００ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、グルコース水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を１．０時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のグルコースの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のグルコースの濃度を測定した。

[0138] ＜実施例５＞

１，２－プロパンジオール（炭素数：３、分子量：７６、親水基：２個）

の濃度が５．００質量％の１，２－プロパンジオール水溶液に１，２－プロパンジオールを添加して濃度を５１質量％に調整した。そして、この濃度を５１質量％に調整した１，２－プロパンジオール水溶液５０４ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、１，２－プロパンジオール水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を０．５時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中の１，２－プロパンジオールの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中の１，２－プロパンジオールの濃度を測定した。

[0139] ＜実施例６＞

キシロース（炭素数：５、分子量：１５０、親水基：４個）の濃度が５．００質量％のキシロース水溶液にキシロースを添加して濃度を４２質量％に調整した。そして、この濃度を４２質量％に調整したキシロース水溶液８０１ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、キシロース水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を０．４時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のキシロースの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のキシロースの濃度を測定した。

[0140] ＜実施例７＞

ヒドロキシメチルフルフラール（炭素数：６、分子量：１２６、親水基：３個）の濃度が５．００質量％のヒドロキシメチルフルフラール水溶液にヒドロキシメチルフルフラールを添加して濃度を５１質量％に調整した。そして、この濃度を５１質量％に調整したヒドロキシメチルフルフラール水溶液６００ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、ヒドロキシメチルフルフラール水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回

分操作で超音波の照射による脱水濃縮を１．５時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のヒドロキシメチルフルフラールの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のヒドロキシメチルフルフラールの濃度を測定した。

[0141] ＜比較例１＞

グリセリンの濃度が２２質量％のグリセリン水溶液８０１ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、グリセリン水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を２．３時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のグリセリンの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のグリセリンの濃度を測定した。

[0142] ＜比較例２＞

乳酸の濃度が４．８質量％の乳酸水溶液８５７ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、乳酸水溶液の温度を７０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を１．７時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中の乳酸の濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中の乳酸の濃度を測定した。

[0143] ＜比較例３＞

乳酸の濃度が２０質量％の乳酸水溶液７０１ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、乳酸水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を２．０時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中の乳酸の濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中の乳酸の濃度を測定した。

[0144] ＜比較例４＞

グルコースの濃度が２０質量％のグルコース水溶液８０１ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、乳酸水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を０．９時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のグルコースの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のグルコースの濃度を測定した。

[0145] ＜比較例５＞

グリセリンの濃度が３０質量％のグリセリン水溶液８０１ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、乳酸水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を０．３時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のグリセリンの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のグリセリンの濃度を測定した。

[0146] ＜比較例６＞

１，２－プロパンジオールの濃度が３１質量％の１，２－プロパンジオール水溶液４０２ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、乳酸水溶液の温度を５０℃に調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を０．４時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中の１，２－プロパンジオールの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中の１，２－プロパンジオールの濃度を測定した。

[0147] ＜比較例７＞

キシロースの濃度が３０質量％のキシロース水溶液８０２ｇを上記実験用の超音波霧化装置２０の原料槽２４に仕込み、乳酸水溶液の温度を５０℃に

調温して原料槽２４と霧化槽２１との間を原料供給管２５及び戻り管２６を介して循環させながら、回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を０．５時間行った。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のキシロースの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のキシロースの濃度を測定した。

[0148] （実験結果１）

表１及び２は上記の実験結果を示す。

[0149] [表1]

	実施例						
	1	2	3	4	5	6	7
操作方法	回分	回分	回分	回分	回分	回分	回分
有機化合物Ａ	ｸﾞﾘｾﾘﾝ	ｸﾞﾘｾﾘﾝ	乳酸	ｸﾞﾙｺｰｽ	1,2-ﾌﾟﾛﾊﾟﾝｼﾞｵｰﾙ	ｷｼﾛｰｽ	ﾋﾄﾞﾛｷｼﾒﾁﾙﾌﾙﾌﾗｰﾙ
霧化時の水溶液の温度（℃）	60	50	50	50	50	50	50
霧化時間（時間）	9.0	2.5	6.0	1.0	0.5	0.4	1.5
水溶液の仕込量（ｇ）	841	804	805	800	504	801	600
水溶液中のＡの濃度（質量％）	48	59	44	62	51	42	51
霧として回収した液滴の量（ｇ）	413	83.8	414	54.8	27.4	73.0	58.2
回収液滴中のＡの濃度（質量％）	0.19	0	0.64	0	0.91	0.91	0.11
濃縮水溶液中のＡの濃度（質量％）	93	66	83	67	55	49	58

[0150] [表2]

	比較例						
	1	2	3	4	5	6	7
操作方法	回分	回分	回分	回分	回分	回分	回分
有機化合物Ａ	ｸﾞﾘｾﾘﾝ	乳酸	乳酸	ｸﾞﾙｺｰｽ	ｸﾞﾘｾﾘﾝ	1,2-ﾌﾟﾛﾊﾟﾝｼﾞｵｰﾙ	ｷｼﾛｰｽ
霧化時の水溶液の温度（℃）	50	70	50	50	50	50	50
霧化時間（時間）	2.3	1.7	2.0	0.9	0.3	0.4	0.5
水溶液の仕込量（ｇ）	801	857	701	801	801	402	802
水溶液中のＡの濃度（質量％）	22	4.8	20	20	30	31	30
霧として回収した液滴の量（ｇ）	434	444	311	110	51.0	41.0	86.0
回収液滴中のＡの濃度（質量％）	8.8	2.4	12	6.8	4.2	3.1	3.0
濃縮水溶液中のＡの濃度（質量％）	36	8.2	26	24	32	34	34

[0151] 霧回収器２９に回収された液滴の量は、実施例１が４１３ｇ、実施例２が

８３．８ｇ、実施例３が４１４ｇ、実施例４が５４．８ｇ、実施例５が２７．４ｇ、実施例６が７３．０ｇ、及び実施例７が５８．２ｇ、並びに、比較例１が４３４ｇ、比較例２が４４４ｇ、比較例３が３１１ｇ、比較例４が１１０ｇ、比較例５が５１．０ｇ、比較例６が４１．０ｇ、及び比較例７が８６．０ｇであった。

[0152] 霧回収器２９に回収された液滴に含まれる有機化合物の濃度は、実施例１のグリセリンが０．１９質量%、実施例２のグリセリンが０質量%、実施例３の乳酸が０．６４質量%、実施例４のグルコースが０質量%、実施例５の１，２－プロパンジオールが０．９１質量%、実施例６のキシロースが０．９１質量%、及び実施例７のヒドロキシメチルフルフラールが０．１１質量%、並びに、比較例１のグリセリンが８．８質量%、比較例２の乳酸が２．４質量%、比較例３の乳酸が１２質量%、比較例４のグルコースが６．８質量%、比較例５のグリセリンが４．２質量%、比較例６の１，２－プロパンジオールが３．１質量%、及び比較例７のキシロースが３．０質量%であった。

[0153] 霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中の有機化合物の濃度は、実施例１のグリセリンが９３質量%、実施例２のグリセリンが６６質量%、実施例３の乳酸が８３質量%、実施例４のグルコースが６７質量%、実施例５の１，２－プロパンジオールが５５質量%、実施例６のキシロースが４９質量%、及びに実施例７のヒドロキシメチルフルフラールが５８質量%、並びに、比較例１のグリセリンが３６質量%、比較例２の乳酸が８．２質量%、比較例３の乳酸が２６質量%、比較例４のグルコースが２４質量%、比較例５のグリセリンが３２質量%、比較例６の１，２－プロパンジオールが３４質量%、及びに比較例７のキシロースが３４質量%であった。

[0154] 表１及び２から明らかなように、実施例１～７は、比較例１～７に比べ、回収された液滴中に含まれる有機化合物の濃度は低く、従って、霧化槽２１において有機化合物の水溶液が効率よく脱水濃縮されている。すなわち、超音波を照射した際のエネルギーあたりの脱水効率を高めることができる。

[0155] （実験２）

＜実施例８＞

グリセリンの濃度が２０質量％のグリセリン水溶液にグリセリンを添加して濃度を６０質量％に調整した。そして、この濃度を６０質量％に調整したグリセリン水溶液を、超音波霧化装置２０の原料槽２４に３００ｇ及び霧化槽２１に２００ｇそれぞれ仕込み、グリセリン水溶液の温度を５０℃に調温し、原料槽２４から霧化槽２１へのグリセリン水溶液の供給速度が１１３ｇ／ｈｒになるようにその供給流量を調整して、半回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を１．０時間行った（態様２Ａ-（ｉ）-ａ）。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のグリセリンの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のグリセリンの濃度を測定した。

[0156] ＜実施例９＞

グリセリンの濃度が３０質量％のグリセリン水溶液２０１ｇを超音波霧化装置２０の原料槽２４に、及び６０質量％のグリセリン水溶液２５１ｇを霧化槽２１にそれぞれ仕込んだ。そして、グリセリン水溶液の温度を５０℃に調温し、原料槽２４から霧化槽２１へのグリセリン水溶液の供給速度が３７ｇ／ｈｒになるようにその供給流量を調整することにより、霧化槽２１内のグリセリン水溶液のグリセリンの濃度を４０質量％以上に維持し、半回分操作で超音波の照射による脱水濃縮を１．１時間行った（態様２Ｂ）。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のグリセリンの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のグリセリンの濃度を測定した。

[0157] ＜実施例１０＞

グリセリンの濃度が２０質量％のグリセリン水溶液にグリセリンを添加して濃度を６０質量％に調整した。そして、この濃度を６０質量％に調整したグリセリン水溶液を超音波霧化装置２０の原料槽２４に３００ｇ及び霧化槽２１に２０１ｇそれぞれ仕込み、グリセリン水溶液の温度を５０℃に調温し

、原料槽２４から霧化槽２１へのグリセリン水溶液の供給速度が１０４ｇ／ｈｒになるようにその供給流量を調整すると共に、霧化槽２１からの濃縮されたグリセリン水溶液の排出速度が７４ｇ／ｈｒになるようにその回収流量を調整して、連続操作で超音波の照射による脱水濃縮を１．０時間行った（態様３Ａ-（ｉ）-ａ）。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のグリセリンの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のグリセリンの濃度を測定した。

[0158] ＜実施例１１＞

グリセリンの濃度が３０質量％のグリセリン水溶液２６２ｇを超音波霧化装置２０の原料槽２４に、及び６０質量％のグリセリン水溶液２５１ｇを霧化槽２１にそれぞれ仕込んだ。そして、グリセリン水溶液の温度を５０℃に調温し、原料槽２４から霧化槽２１へのグリセリン水溶液の供給速度が４０ｇ／ｈｒになるようにその供給流量を調整すると共に、霧化槽２１からの濃縮されたグリセリン水溶液の排出速度が６１ｇ／ｈｒになるようにその回収流量を調整することにより、霧化槽２１内のグリセリン水溶液のグリセリンの濃度を４０質量％以上に維持し、連続操作で超音波の照射による脱水濃縮を１．１時間行った（態様３Ｂ）。そして、実施例１と同様、霧回収器２９に回収された液滴の量及びその液滴中のグリセリンの濃度、並びに霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中のグリセリンの濃度を測定した。

[0159] （実験結果２）

表３は実施例８～１１の実験結果を示す。

[0160]

[表3]

	実施例			
	8	9	10	11
操作方法	半回分	半回分	連続	連続
有機化合物A	ｸﾞﾘｾﾘﾝ	ｸﾞﾘｾﾘﾝ	ｸﾞﾘｾﾘﾝ	ｸﾞﾘｾﾘﾝ
霧化時の水溶液の温度（℃）	50	50	50	50
霧化時間（時間）	1.0	1.1	1.0	1.1
原料槽への水溶液の仕込量（ｇ）	300	201	300	262
原料槽に仕込んだ水溶液中のＡの濃度（質量%）	60	30	60	30
霧化槽への水溶液の仕込量（ｇ）	200	251	201	251
霧化槽に仕込んだ水溶液中のＡの濃度（質量%）	60	60	60	60
原料槽から霧化槽への供給速度（ｇ／ｈｒ）	113	37	104	40
霧化槽からの排出速度（ｇ／ｈｒ）	-	-	74	61
霧として回収した液滴の量（ｇ）	18	16	26	21
回収液滴中のＡの濃度（質量%）	0	0	0	0
濃縮水溶液中のＡの濃度（質量%）	67	64	71	65

[0161] 霧回収器２９に回収された液滴の量は、実施例８が１８ｇ、実施例９が１６ｇ、実施例１０が２６ｇ、及び実施例１１が２１ｇであった。

[0162] 霧回収器２９に回収された液滴に含まれる有機化合物の濃度は、実施例８のグリセリンが０質量%、実施例９のグリセリンが０質量%、実施例１０のグリセリンが０質量%、及び実施例１１のグリセリンが０質量%であった。

[0163] 霧化槽２１内の脱水濃縮された濃縮水溶液中の有機化合物の濃度は、実施例８のグリセリンが６７質量%、実施例９のグリセリンが６４質量%、実施例１０のグリセリンが７１質量%、及び実施例１１のグリセリンが６５質量%であった。

[0164] 表３から明らかなように、半回分操作及び連続操作のいずれの超音波の照射によるグリセリン水溶液の脱水濃縮の場合も、回収された液滴中に含まれるグリセリンの濃度は低く、従って、霧化槽２１においてグリセリン水溶液が効率よく脱水濃縮されている。

産業上の利用可能性

[0165] 本発明は、有機化合物の濃縮水溶液の製造方法及びその脱水濃縮方法について有用である。

符号の説明

[0166] １０，２０　超音波霧化装置

１１，２１　霧化槽

１２，２２　超音波振動子

１３　濃縮水溶液排出管

１４，２４　原料槽

１５，２５　原料供給管

１６，１８，２６　戻り管

１７　有機化合物Ａ供給管

１９　濃度調整部

２７　キャリアガス供給管

２８　霧回収管

２９　霧回収器

請求の範囲

[請求項1] 分子内に親水基を２個以上有する有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整する濃度調整ステップと、

前記濃度調整ステップにおいて前記有機化合物の濃度を４０質量％以上に調整した水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する脱水濃縮ステップと、

を含む、有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項2] 前記濃度調整ステップにおける濃度調整を、前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液と、前記有機化合物又は前記有機化合物の濃度が４０質量％よりも高い水溶液とを混合することにより行う、請求項１に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項3] 前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮して得られた前記有機化合物の濃縮水溶液を回収する回収ステップを更に含む、請求項１又は２に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項4] 前記濃度調整ステップにおける濃度調整を、超音波振動子が設けられた霧化槽を備えた超音波霧化装置において行う、請求項１～３のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項5] 前記濃度調整ステップにおいて、前記有機化合物の濃度を４０質量％以上に調整した水溶液を、超音波振動子が設けられた霧化槽に仕込む、請求項１～４のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項6] 前記有機化合物の濃縮水溶液の製造を回分操作で行う、請求項１～５のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項7] 前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液に、前記濃度調整ステップにおいて前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整した水溶液を連続的又は間欠的に供給し、前記有機

化合物の濃縮水溶液の製造を半回分操作で行う、請求項１～５のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項8] 前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液に、前記濃度調整ステップにおいて前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整した水溶液を連続的又は間欠的に供給すると共に、前記有機化合物の濃縮水溶液を連続的又は間欠的に回収し、前記有機化合物の濃縮水溶液の製造を連続操作で行う、請求項１～５のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項9] 前記脱水濃縮ステップにおいて前記有機化合物の水溶液に連続的又は間欠的に供給する水溶液の前記濃度調整ステップにおける濃度調整を、前記脱水濃縮ステップと同時進行的に、前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液と、前記有機化合物の濃度が４０質量％よりも高い水溶液とを混合することにより行う、請求項７又は８に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項10] 前記有機化合物の濃度が４０質量％よりも高い水溶液の一部又は全部が、前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮して得られた前記有機化合物の濃縮水溶液である、請求項９に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項11] 前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液に、前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を連続的又は間欠的に供給し、このとき、有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液の供給流量を、前記脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液における前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように制御することにより前記濃度調整ステップを実施し、前記有機化合物の濃縮水溶液の製造を半回分操作で行う、請求項１～５のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項12] 前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮する前記有機化合物の水溶

液に、前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液を連続的又は間欠的に供給すると共に、前記脱水濃縮ステップにおいて脱水濃縮して得られた前記有機化合物の濃縮水溶液を連続的又は間欠的に回収し、このとき、前記有機化合物を濃度４０質量％未満で含有する水溶液の供給流量及び前記濃縮水溶液の回収流量を、前記脱水濃縮する前記有機化合物の水溶液における前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように制御することにより前記濃度調整ステップを実施し、前記有機化合物の濃縮水溶液の製造を連続操作で行う、請求項１～５のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項13] 前記脱水濃縮ステップにおいて超音波を照射する水溶液の温度を１０℃以上１００℃以下とする、請求項１～１２のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項14] 前記有機化合物が、親水基として、水酸基、カルボキシル基、カルボニル基、エステル基、アセタール基、ヘミアセタール基、エーテル基、アミノ基、アンモニウム基、アミド基、スルホン酸基、硫酸エステル基、ホスホン酸基、リン酸基、及びウレイド基のうちから選ばれる１種又は２種以上を有する、請求項１～１３のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項15] 前記有機化合物が多価アルコールを含む、請求項１４に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項16] 前記有機化合物がカルボキシル基を有する有機化合物を含む、請求項１４又は１５に記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

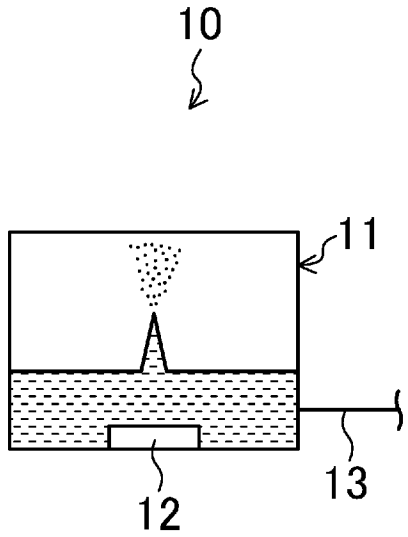
[請求項17] 前記有機化合物の分子内の炭素数が２以上、２２以下である、請求項１～１６のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

[請求項18] 前記有機化合物の分子量が５０以上、４００以下である、請求項１～１７のいずれかに記載された有機化合物の濃縮水溶液の製造方法。

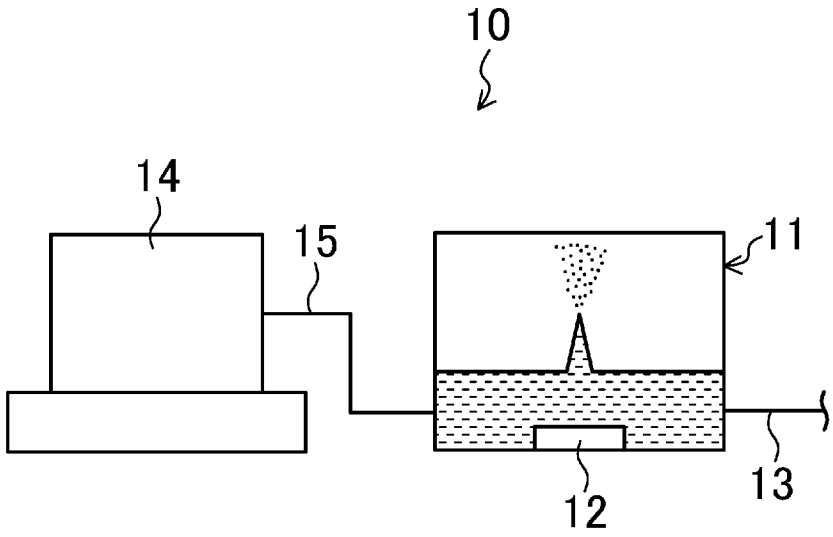
[請求項19] 分子内に親水基を２個以上有する有機化合物を濃度４０質量％未満

で含有する水溶液を、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整した後、前記有機化合物の濃度が４０質量％以上となるように調整した水溶液に超音波を照射して水を霧化させることにより脱水濃縮する脱水濃縮方法。

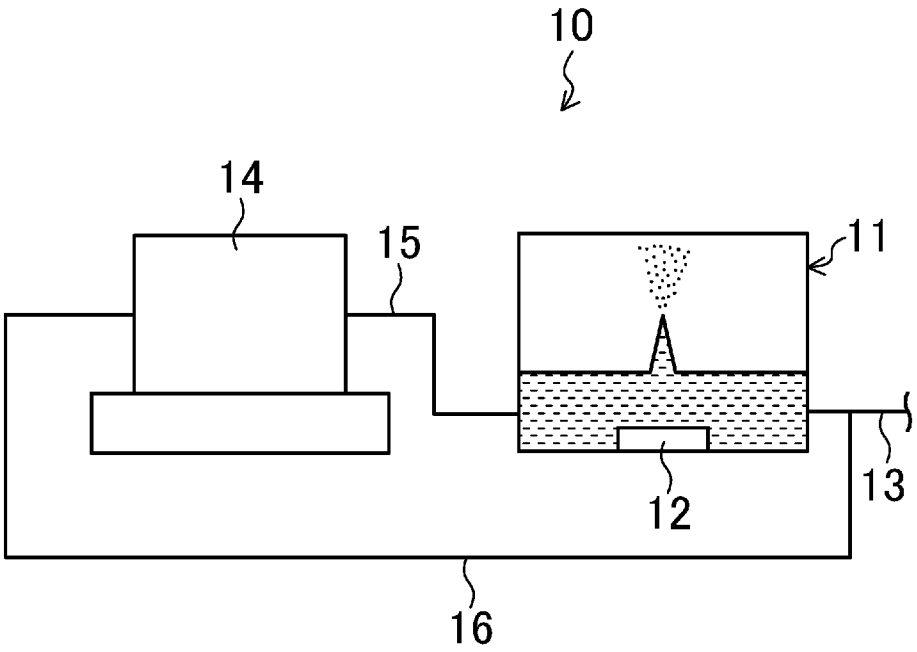
[図1]



[図2]

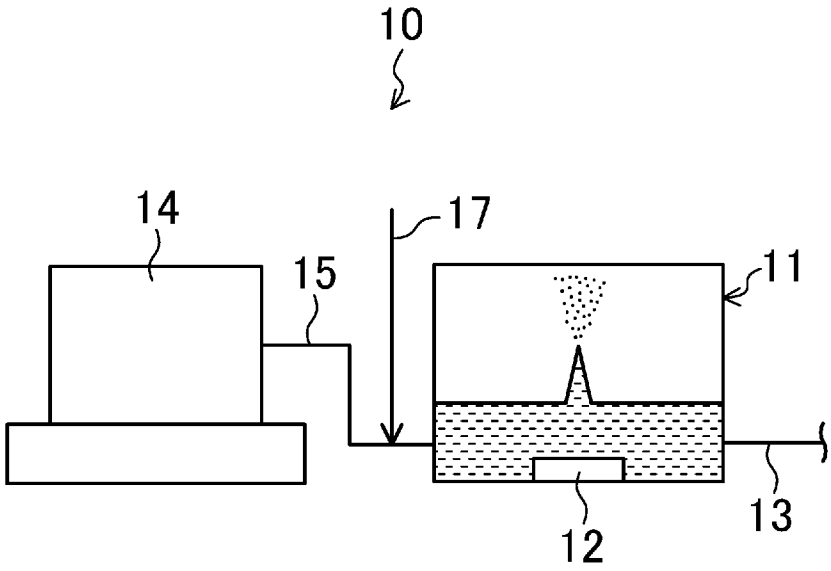


[図3]

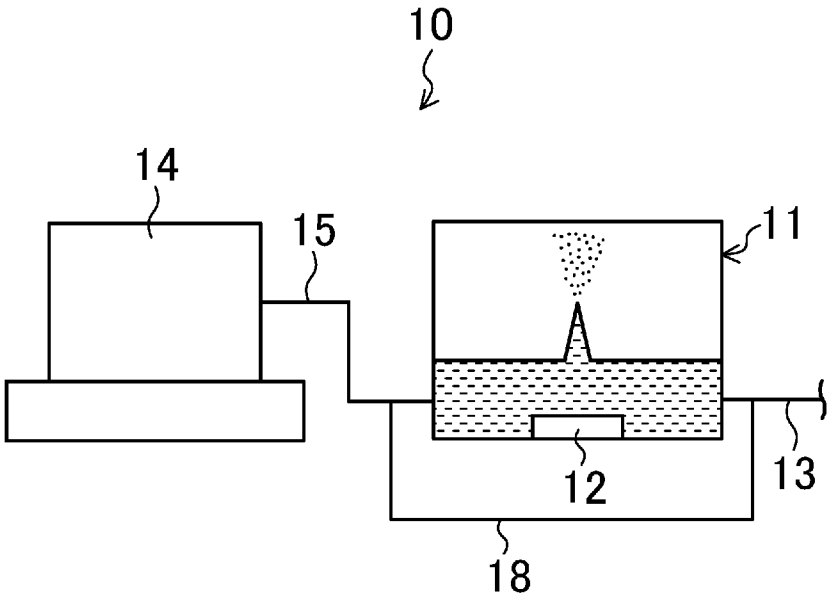


[図4]

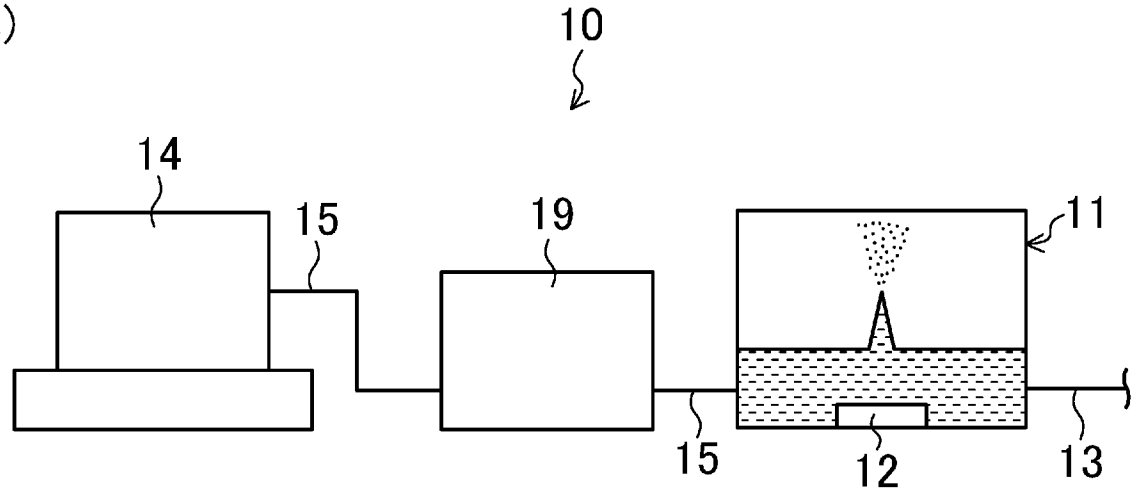
(a)



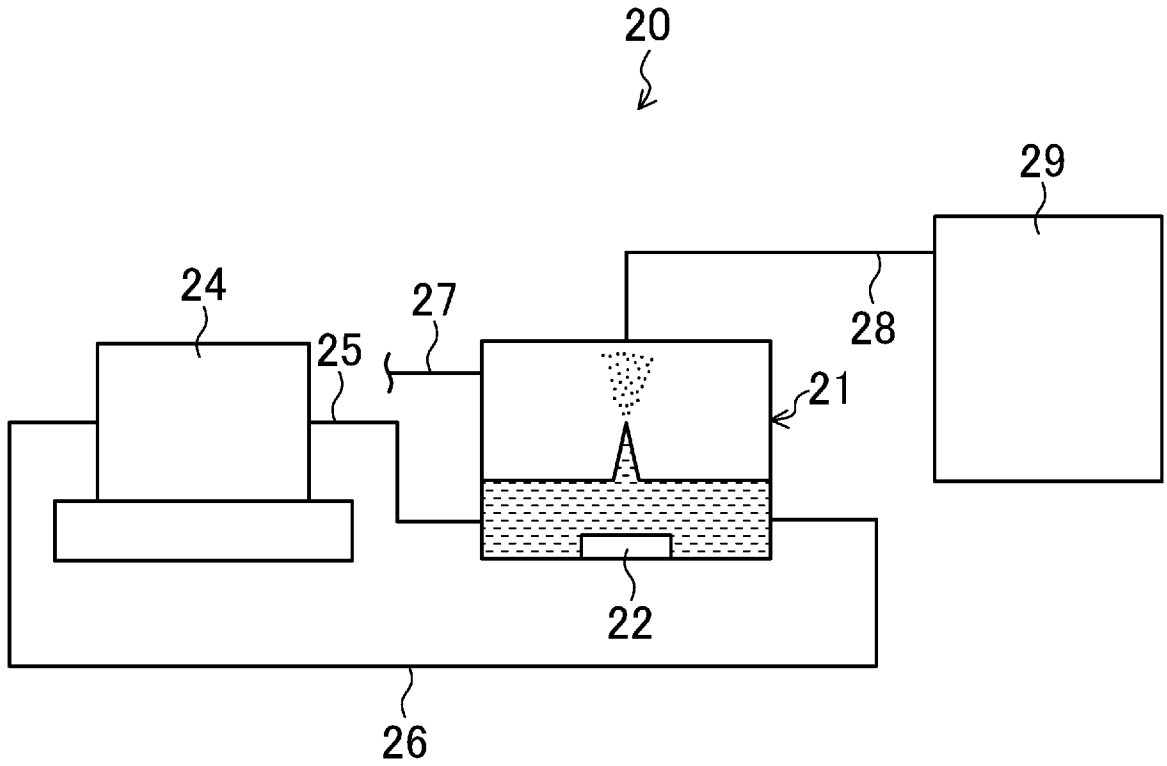
(b)



(c)



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2013/003604

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
B01D17/00(2006.01)i, *B01D1/00*(2006.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01D1/00-8/00, B01D17/00-17/12, B01J19/00-19/32, C07B31/00-63/04, C07C1/00-409/00/44, C12F1/00-1/08

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
JSTPlus(JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2012-096206 A (Ebara Corp.), 24 May 2012 (24.05.2012), claims; paragraphs [0010], [0029] to [0033] (Family: none)	1-18
A	Keiji YASUDA et al., "Separation by Ultrasonic Atomization", Kagaku Kogyo, 01 February 2005 (01.02.2005), vol.56, no.2, pages 34 to 37	1-18

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
02 September, 2013 (02.09.13)	10 September, 2013 (10.09.13)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１３／００３６０４

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　B01D17/00(2006.01)i, B01D1/00(2006.01)n

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　B01D1/00-8/00, B01D17/00-17/12, B01J19/00-19/32, C07B31/00-63/04, C07C1/00-409/00/44, C12F1/00-1/08

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１３年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１３年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１３年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus(JDreamIII)

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	JP 2012-096206 A（株式会社荏原製作所）2012.05.24，特許請求の範囲、段落【００１０】，【００２９】－【００３３】（ファミリーなし）	1-18
A	安田啓司、他３名，″超音波霧化による分離″，化学工業，2005.02.01，第56巻第２号，第３４－３７頁	1-18

☐　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 ０２．０９．２０１３	国際調査報告の発送日 １０．０９．２０１３
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｑ　３４３９ 神田　和輝 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４６８