

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2008-161848

(P2008-161848A)

(43) 公開日 平成20年7月17日(2008.7.17)

(51) Int.Cl.

B01J 19/18 (2006.01)
C07C 51/487 (2006.01)
C07C 51/47 (2006.01)
C07C 57/075 (2006.01)
B01F 7/18 (2006.01)

F 1

B01J 19/18
C07C 51/487
C07C 51/47
C07C 57/075
B01F 7/18

Z

テーマコード(参考)

4G037
4G075
4G078
4H006

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2007-42(P2007-42)

(22) 出願日

平成19年1月4日(2007.1.4)

(71) 出願人 000006035

三菱レイヨン株式会社
東京都港区港南一丁目6番41号(72) 発明者 佐藤 俊裕
広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン株式会社大竹事業所内(72) 発明者 黒田 徹
広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン株式会社大竹事業所内(72) 発明者 杉山 美栄治
広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン株式会社大竹事業所内(72) 発明者 丸本 武弘
広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン株式会社大竹事業所内

最終頁に続く

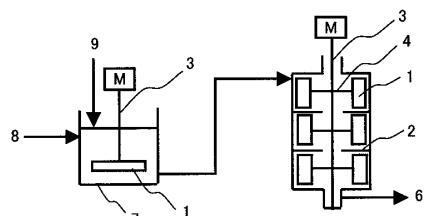
(54) 【発明の名称】縦型多段翼反応槽及び(メタ)アクリル酸の精製方法

(57) 【要約】

【課題】反応槽の壁面への反応生成物の付着が少ない縦型多段翼反応槽を提供し、着色が少なく、重合性の良好な(メタ)アクリル酸製品を効率良く商業規模生産できる(メタ)アクリル酸の精製方法を提供する。

【解決手段】縦型の筒内に複数の仕切りを設けて複数の仕切り槽を形成し、各仕切り槽に攪拌翼を設置した縦型多段翼反応槽であって、前記攪拌翼が攪拌時に槽の壁面に付着した付着物を掻き取るブレード式である縦型多段翼反応槽。及び、粗(メタ)アクリル酸に第1級及び/又は第2級のアミノ基含有化合物を添加する工程と、次いでアミノ基含有化合物が添加された粗(メタ)アクリル酸混合物を完全混合槽列モデルで2槽以上の流れ特性を有する反応装置(A)で処理する工程とを有する(メタ)アクリル酸の精製方法。また、更に、強酸性陽イオン交換樹脂と接触処理させ、更には、ホルムアルデヒド含有物を添加処理する方法。

【選択図】図5



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

縦型の筒内に複数の仕切りを設けて複数の仕切り槽を形成し、各仕切り槽に攪拌翼を設置した縦型多段翼反応槽であって、前記攪拌翼が攪拌時に槽の壁面に付着した付着物を掻き取るブレード式である縦型多段翼反応槽。

【請求項 2】

粗(メタ)アクリル酸に第1級及び/又は第2級のアミノ基含有化合物を添加する工程と、次いでアミノ基含有化合物が添加された粗(メタ)アクリル酸混合物を完全混合槽列モデルで2槽以上の流れ特性を有する反応装置(A)で処理する工程とを有する(メタ)アクリル酸の精製方法。

【請求項 3】

アミノ基含有化合物が添加された粗(メタ)アクリル酸混合物を反応装置(A)で処理する工程の後に、反応装置(A)で処理された粗(メタ)アクリル酸混合物を強酸性陽イオン交換樹脂と接触処理させる工程を有する請求項2に記載の(メタ)アクリル酸の精製方法。

【請求項 4】

強酸性陽イオン交換樹脂と接触処理させる工程の後に、強酸性陽イオン交換樹脂と接触処理させた粗(メタ)アクリル酸混合物に、強酸性陽イオン交換樹脂の存在下でホルムアルデヒド含有物を添加処理する工程を有する請求項3に記載の(メタ)アクリル酸の精製方法。

【請求項 5】

粗メタクリル酸が、イソブタン、イソブチレン、第3級ブチルアルコール、メチル第3級ブチルエーテル、メタクロレイン、イソブチルアルデヒド、イソ酪酸からなる群から選ばれる少なくとも一種の化合物の気相接触酸化反応で得られたものである請求項2~4のいずれか一項に記載の(メタ)アクリル酸の精製方法。

【請求項 6】

反応装置(A)として請求項1に記載の縦型多段翼反応槽を使用する請求項2~5のいずれか一項に記載の(メタ)アクリル酸の精製方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は縦型の多段翼反応槽及び(メタ)アクリル酸を精製する方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

反応液や反応生成物中に粘着性を有するものや固形物を含有する反応系では、反応槽への付着、滞留を抑制する点で、完全混合型の処理装置が好ましい。

【0003】

また、メタクリル酸の合成で得られた不純分を含む粗メタクリル酸は、抽出、蒸留等の通常の手段により精製処理することにより不純物の少ない製品とすることができます。しかしながら、上記の方法では、微量に存在する、合成時の副反応生成物である不純分(以下「副反応不純分」という)を除去することが難しく、メタクリル酸製品が着色する、又は重合阻害を生じさせるといった問題が生じている。

【0004】

この問題を解決するために、特許文献1では、粗メタクリル酸を、少量のアミノ基含有化合物で処理し、強酸性陽イオン交換樹脂処理した後に、ホルムアルデヒド含有物添加後に強酸性陽イオン交換樹脂処理する方法が提案されている。この方法により、アミノ基含有化合物とメタクリル酸との反応を抑制してメタクリル酸の回収率を低下させないようにし、且つ不純分を除去し易い状態にして精製できる。

【0005】

また、粗メタクリル酸を少量のアミノ基含有化合物で処理する場合、副反応不純分とア

10

20

30

40

50

ミノ基含有化合物との反応生成物は粘着性を有するもの又は固体物であることが多い。

【0006】

更に、商業規模での生産方式としては、高生産性とするために、通常、完全混合型の連続生産方式が採用されることが多い。

【0007】

しかしながら、上記各種処理工程において、完全混合型の連続生産方式では未処理状態の液が次の工程に流れ出て行き、出来るだけ少量のアミノ基含有化合物で不純分を処理することが難しい。

【0008】

このような状況において、商業規模生産で、着色が少なく、重合性の良好なメタクリル酸製品を効率良く生産できる方法が望まれている。また、商業規模生産で安定に連続生産できるようにするために反応槽の壁面に反応生成物が付着しないようにすることが望まれている。

【特許文献1】特開平11-60536号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明の目的は、反応槽の壁面に反応生成物が付着しないようにすることが可能な縦型多段翼反応槽を提供すると共に、商業規模生産の連続生産において、着色が少なく、重合性の良好な(メタ)アクリル酸製品を効率良く生産することにある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明は、縦型の筒内に複数の仕切りを設けて複数の仕切り槽を形成し、各仕切り槽に攪拌翼を設置した縦型多段翼反応槽であって、前記攪拌翼が攪拌時に槽の壁面に付着した付着物を掻き取るブレード式である縦型多段翼反応槽を第1の発明とする。

【0011】

また、本発明は、粗(メタ)アクリル酸に第1級及び/又は第2級のアミノ基含有化合物を添加する工程(以下「アミン添加工程」という)と、次いでアミノ基含有化合物が添加された粗(メタ)アクリル酸混合物を完全混合槽列モデルで2槽以上の流れ特性を有する反応装置(A)で処理する工程(以下「反応工程」という)とを有する(メタ)アクリル酸の精製方法を第2の発明とする。

【0012】

また、本発明は、更に、反応装置(A)で処理された粗(メタ)アクリル酸混合物(以下「反応処理粗(メタ)アクリル酸混合物」という)を強酸性陽イオン交換樹脂と接触処理させる工程(以下「イオン交換樹脂処理工程」という)を有する(メタ)アクリル酸の精製方法を第3の発明とする。

【0013】

更に、強酸性陽イオン交換樹脂と接触処理させた粗(メタ)アクリル酸混合物(以下「接触処理粗(メタ)アクリル酸混合物」という)に、強酸性陽イオン交換樹脂の存在下でホルムアルデヒド含有物を添加処理する工程(以下「イオン交換樹脂・HCHO処理工程」という)を有する(メタ)アクリル酸の精製方法を第4の発明とする。

【発明の効果】

【0014】

本発明の縦型多段翼反応槽を使用することにより、反応液や反応生成物中に粘着性を有するものや固体物を含有する反応系においても反応槽の壁面への反応生成物の付着を抑制して長期運転することが可能である。また、本発明の精製方法により、商業規模生産において、着色が少なく、重合性の良好なアクリル酸及び/又はメタクリル酸(以下、「(メタ)アクリル酸」という)製品を効率良く生産することが可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

10

20

30

40

50

[縦型多段翼反応槽]

本発明の縦型多段翼反応槽は、縦型の筒内に複数の仕切りを設けて複数の仕切り槽を形成し、各仕切り槽に攪拌翼を設置したものであって、前記攪拌翼が攪拌時に槽の壁面に付着した付着物を掻き取るブレード式である。

【0016】

攪拌翼としては、例えば図1に示すようなH型のブレード式のもの及び図2に示す平羽根状のものが挙げられる。攪拌翼の大きさ、形状は、反応装置の容量、攪拌翼回転速度等の各種条件に応じて任意に設定することができる。

【0017】

例えば、各攪拌翼は、攪拌翼が筒壁と上下の仕切りと接触せず、且つクリアランスを小さくすることが好ましい。また、攪拌翼の高さは出来るだけ仕切り槽の高さに近いことが好ましい。

【0018】

各仕切り槽における攪拌翼の枚数は1枚以上が用いられ、例えば、図1に示すように、攪拌翼支持具(4)に攪拌翼(1)2枚を攪拌軸(3)に対して対称となるように設置したものが挙げられる。

【0019】

仕切り槽を構成する仕切り(2)の形状は、次の槽との間が完全に仕切られていなくてよく、例えば、攪拌翼(1)と接触しないようにドーナツ状の円盤状物が挙げられる。仕切り(2)と攪拌翼(1)との隙間は、目的とする反応生成物の付着性及び混合効率に併せて任意に設定できる。

【0020】

仕切り槽の数は、目的に応じて設定できるが、反応生成物の排出性の点から2~10槽が好ましい。

【0021】

[粗(メタ)アクリル酸]

本発明で使用される粗(メタ)アクリル酸は、気相接触酸化反応又は液相接触酸化反応で得られたものが使用される。

【0022】

気相接触酸化反応の場合には、イソブタン、イソブチレン、第3級ブチルアルコール、メチル第3級ブチルエーテル、メタクロレン、イソブチルアルデヒド、イソ酪酸からなる群から選ばれる少なくとも一種の化合物から得られた粗メタクリル酸が挙げられる。

【0023】

粗メタクリル酸の純度としては、50%以上が好ましく、90%以上がより好ましい。更に好ましくは99%以上である。

【0024】

[アミン添加工程]

本発明では、粗メタクリル酸に第1級及び/又は第2級のアミノ基含有化合物が添加される。

【0025】

[アミノ基含有化合物]

アミノ基含有化合物は脂肪族又は芳香族アミンのいずれでもよく、1分子中に複数個のアミノ基を有するアミン、アンモニア、ヒドラジン及びその誘導体、更にはヒドロキシリルアミン及びその無機酸塩等の化合物が挙げられる。

【0026】

アミノ基含有化合物の具体例としては、プロピルアミン、ブチルアミン、ペンチルアミン、ヘキシリルアミン、ジエチルアミン、ジ-n-プロピルアミン、ジイソプロピルアミン、メチルエチルアミン、エチレンジアミン、トリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、N,N'-ジフェニルエチレンジアミン、エタノールアミン、ジエタノールアミン、ヘキサメチレンジアミン、ジエチレントリアミン、テトラエ

10

20

30

40

50

チレンペニタミン、アニリン、トルイジン、N-エチルアニリン、N-プロピルアミン、ジフェニルアミン、フェニレンジアミン、N-メチルフェニレンジアミン、ベンジルアミン、フェネチルアミン、アニシジン等が挙げられる。

【0027】

アミノ基含有化合物は単独で又は2種以上を組み合わせて用いることができる。また、アミノ基含有化合物の添加量は、粗メタクリル酸100質量部に対して、0.001~1質量部が好ましく、0.005~0.8質量部がより好ましい。

【0028】

アミン添加工程で使用される容器及びアミノ基含有化合物の添加方法は任意の容器及び方法でよく、連続で生産する場合には、例えばオーバーフロー方式の容器を使用することが出来る。

【0029】

商業規模生産での連続生産の場合、必要に応じてアミン添加工程と反応工程との間に少なくとも1つの混合工程を設けることが出来る。この混合工程の有無、混合工程数は、粗(メタ)アクリル酸とアミノ基含有化合物との混合攪拌に必要な時間に応じて設置することができる。また、混合工程の設定条件は必要に応じて決めることが可能、アミン添加工程と同一でも異なっていても良い。

【0030】

[反応工程]

反応工程で使用される反応装置(A)は、完全混合槽列モデルで2槽以上の流れ特性を有するもので、例えば、図1又は図2に示すような、縦型の筒内に複数の仕切りを設けて複数の仕切り槽とし、各仕切り槽に攪拌翼を設置した縦型多段翼反応槽、図3に示すような、複数の反応槽を連結した横型多段反応槽が挙げられる。

【0031】

また、本発明においては、反応装置(A)として、前記2種の反応槽だけでなく、図4に示すように、複数の反応槽を設置して連続多槽型のものとし、全体として完全混合槽列モデルで2槽以上の流れ特性とすることができる。

【0032】

反応工程における処理条件としては、完全混合槽列モデルで2槽以上、好ましくは3槽以上の流れ特性を有するように設定すればよい。

【0033】

具体的な処理条件としては、温度は50~150が好ましく、80~130がより好ましい。

【0034】

また、時間は5分~5時間が好ましく、15分~3時間がより好ましい。処理の方法は目的に応じて設定すればよく、例えば、粗(メタ)アクリル酸にアミノ基含有化合物を添加して、所定の温度に加熱した後、混合物を攪拌しながら一定時間保持する方法が挙げられる。

【0035】

本発明においては、図5に示すように、前記アミン添加工程で使用されるアミノ基含有化合物を添加する容器を反応装置(A)の1つとして使用することができる。

【0036】

反応工程で処理された反応処理粗(メタ)アクリル酸混合物は、次のイオン交換樹脂処理工程の前に蒸留工程を有していても良い。

【0037】

[イオン交換樹脂処理工程]

反応工程での処理だけでは(メタ)アクリル酸の精製が不十分な場合には、反応工程の後にイオン交換樹脂処理工程を有することが好ましい。

【0038】

強酸性陽イオン交換樹脂としては、例えば、三菱化学(株)製RCP-160H、Ro

10

20

30

40

50

h m & Haas 社製アンバーリスト 15 wet 等のスルホン酸基を有するものが挙げられる。

【0039】

イオン交換樹脂処理の方式は、回分式及び／又は連続式を選択できるが、例えば、強酸性陽イオン交換樹脂を充填した固定床中に反応処理粗（メタ）アクリル酸混合物を通過させる連続式が好ましい。

【0040】

強酸性陽イオン交換樹脂の使用量は、回分式では反応処理粗（メタ）アクリル酸混合物 100 質量部に対して 0.1 ~ 50 質量部が好ましく、1 ~ 30 質量部がより好ましい。

【0041】

また、連続式では、反応処理粗（メタ）アクリル酸混合物の流通量が強酸性陽イオン交換樹脂に対して空間速度で 0.01 ~ 50 L/L·hr となる強酸性陽イオン交換樹脂の量が好ましく、0.05 ~ 30 L/L·hr となる速度がより好ましい。強酸性陽イオン交換樹脂処理温度は 20 ~ 150 が好ましく、40 ~ 130 がより好ましく、40 ~ 100 が特に好ましい。強酸性陽イオン交換樹脂処理時間は 5 分 ~ 5 時間が好ましく、15 分 ~ 3 時間がより好ましい。

【0042】

[イオン交換樹脂・HCHO処理工程]

イオン交換樹脂処理工程での処理を実施しても（メタ）アクリル酸の精製が不十分な場合には、イオン交換樹脂処理工程の後に、更に、イオン交換樹脂・HCHO 処理工程を有することが好ましい。

【0043】

使用されるホルムアルデヒド含有物としては、ホルムアルデヒド、ホルムアルデヒド溶解溶液、及びパラホルムアルデヒド等のホルムアルデヒドを生成し得る化合物が挙げられる。

【0044】

ホルムアルデヒド含有物の使用量は、接触処理粗（メタ）アクリル酸混合物中のホルムアルデヒド含有率が 10 ~ 10,000 ppm となる量が好ましく、50 ~ 5,000 ppm となる量がより好ましい。

【0045】

ホルムアルデヒド含有物は、接触処理粗（メタ）アクリル酸混合物が強酸性陽イオン交換樹脂と接触する前又は接触中に、接触処理粗（メタ）アクリル酸混合物に添加することができる。ホルムアルデヒド含有物は、添加効果の点で、接触処理粗（メタ）アクリル酸混合物が強酸性陽イオン交換樹脂と接触する前に添加することが好ましい。

【0046】

本工程での強酸性陽イオン交換樹脂との接触処理は、前記のイオン交換樹脂処理工程と同様の処理が適用できる。

【0047】

本発明の方法で得られた（メタ）アクリル酸処理物は、常法の蒸留によって精製することができます。アミン含有化合物との反応物、アミン含有化合物又はホルムアルデヒド含有物の未反応物及びその他の不純分は、この蒸留により分離除去される。

【0048】

尚、蒸留工程においては、例えば、フェノチアジン、ベンゾフェノチアジン等の重合禁止剤を添加しておくことが好ましい。

【実施例】

【0049】

以下、実施例を用いて本発明を詳細に説明する。また、以下において、部及び% は、それぞれ質量部及び質量% を示す。

【0050】

反応装置（A）の完全混合槽列モデルの槽数は、着色されたチェック液を装置内に流

10

20

30

40

50

入させ、装置出口における着色レベルの経時変化を測定して得られる着色分布（応答曲線）を用い、完全混合槽列モデルの各種槽数における着色分布との比較により求めた。（昭和63年3月18日丸善（株）発行、「改定版化学工学便覧」第988頁（i i i）完全混合槽列モデルに記載の方法に基づく。）

メタクリル酸の回収率は、下式により求めた。

【0051】

$$\text{回収率（%）} = B / A \times 100$$

A：精製処理前の粗製メタクリル酸含有物に含まれるメタクリル酸の質量

B：精製処理後の精製メタクリル酸に含まれるメタクリル酸の質量

誘導期間の測定は次のように行った。すなわち、試験管に測定対象の精製メタクリル酸 100 ml、ヒドロキノンモノメチルエーテル 5 mg 及び重合促進剤として過酸化ベンゾイル 0.1 g を加えて溶解した。これに水 10 ml を加え、温度 65 の恒温槽に浸漬し、熱電対を用いて試験管内の液温を測定した。液温が 65 より上昇した時点、即ち重合熱の発生し始めた時点を測定し、恒温槽に浸漬してから重合開始までに要した時間を誘導期間とした。重合性能は誘導期間が短いものほど優れている。

【0052】

[実施例1]

図1に示すように、縦型の筒内に3つの仕切り槽を有し、各仕切り槽に攪拌翼を設置した縦型多段翼反応槽を作製した。各攪拌翼は、筒壁と上下の仕切り部と接触せず、仕切り槽の高さとほぼ同じ長さで、幅が筒半径の 1/30 である攪拌翼（1）2枚を攪拌翼支持具（4）に攪拌軸（3）に対して対称となるように設置したものを使用した。この縦型多段翼反応槽の前に、図5に示すように、前記アミン添加工程で使用されるアミノ基含有化合物を添加する完全混合型の反応槽（7）を反応装置（A）の1つとして併用するタイプの反応装置（A）を設置した。

【0053】

イソブチレンを出発原料として気相接触酸化によって得られたメタクリル酸を抽出及び蒸留によって精製し、純度 99.2 % の粗メタクリル酸（8）を得た。この粗メタクリル酸（8）の色数は A P H A 75 であった。

【0054】

この粗メタクリル酸（8）を、内温 100 の反応槽（7）内に処理時間 30 分となる速度で供給した。同時に、粗メタクリル酸（8）100 部に対して、重合禁止剤としてフェノチアジンを 0.05 部及びアミノ基含有化合物としてエチレンジアミンを 0.05 部となる量で、この反応槽内に供給した。

【0055】

次いで、エチレンジアミンが添加された粗メタクリル酸混合物を、液温 100 、処理時間 90 分となる条件で縦型多段翼反応槽にて攪拌処理した。この処理条件では、反応装置（A）として完全混合槽列モデルで 3 槽の流れ特性を有していた。

【0056】

この処理液（6）を 10 mmHg 減圧下で単蒸留して精製メタクリル酸を得た。得られた精製メタクリル酸の回収率は 94.3 % 、色数は A P H A 3.5 、誘導期間は 8.2 分であった。また、半年間連続運転した後に、反応装置内の付着物の有無を調べてみたところ、付着物は非常に少なく、液の排出口が閉塞する心配もなく、良好な運転を継続できた。

【0057】

[実施例2及び3]

表1に記載の下記条件のイオン交換樹脂処理工程及び下記条件のイオン交換樹脂・HCl処理工程で処理する以外は実施例1と同様にして粗メタクリル酸の精製処理を実施した。また、半年間連続運転した後に、反応装置内の付着物の有無を調べてみたところ、付着物は非常に少なく、液の排出口が閉塞する心配もなく、良好な運転を継続できた。評価結果を表1に示す。

【0058】

10

20

30

40

50

<イオン交換樹脂処理>

強酸性陽イオン交換樹脂アンバーリスト15E (Rohm & Haas社製)を充填した筒内で、処理温度80°、空間速度1L/L・hrの条件でイオン交換樹脂処理した。

【0059】

<イオン交換樹脂・HCHO処理>

接触処理粗メタクリル酸混合物100部に対してホルムアルデヒド0.05部となる量のホルムアルデヒドを添加した。次いで、強酸性陽イオン交換樹脂アンバーリスト15E (Rohm & Haas社製)を充填した筒内で、処理温度80°、処理時間30分の条件でイオン交換樹脂・HCHO処理した。

10

【0060】

[比較例1]

縦型多段翼反応槽を使用する代わりに、図6に示すように完全混合型の反応槽を使用した反応装置(A)とする以外は実施例1と同様にして粗メタクリル酸の精製処理を実施した。この処理条件では、反応装置(A)として完全混合槽列モデルで1槽と2槽の中間に相当する流れ特性を有していた。評価結果を表1に示す。また、半年間連続運転した後に、反応装置内の付着物の有無を調べてみたところ、多くの付着物が確認され、液の排出口を開塞する心配があり、運転を止めて、付着物を除去する必要があった。

【表1】

20

	反応装置 (A)の完全 混合槽列モ デルの槽数	イオン交 換樹脂処 理工程	イオン 交換樹脂・ HCHO 処理工程	評価結果			
				連続運転後 の反応槽の 付着物	APHA (-)	誘導期間 (分)	回収率 (%)
実施例 1	3槽	なし	なし	非常に 少ない	3.5	8.2	94.3
実施例 2	3槽	あり	なし	非常に 少ない	3	7.5	94.1
実施例 3	3槽	あり	あり	非常に 少ない	2.5	7.1	94.4
比較例 1	1槽から 2槽の間	なし	なし	多い	-	-	-

30

【図面の簡単な説明】

【0061】

【図1】本発明の、ブレード式の縦型多段翼反応槽の一例を示す説明図である。

40

【図2】本発明に用いられる縦型多段翼反応槽の一例を示す説明図である。

【図3】本発明に用いられる横型多段翼反応槽の一例を示す説明図である。

【図4】本発明における連続多槽型の反応装置(A)の一例を示す説明図である。

【図5】本発明の縦型多段翼反応槽の前にアミノ基含有化合物を添加する容器を設置した本発明の一例を示す説明図である。

【図6】図5において、縦型多段翼反応槽を完全混合型反応槽に変更した場合の一例を示す説明図である。

【符号の説明】

【0062】

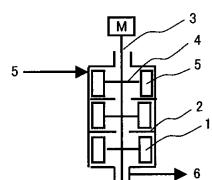
1：攪拌翼

2：仕切り

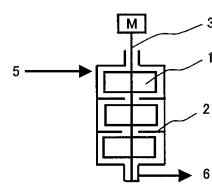
50

- 3 : 搅拌軸
 4 : 搅拌翼支持具
 5 : 液入り口
 6 : 液出口
 7 : アミノ基含有化合物を添加する容器
 8 : 粗(メタ)アクリル酸
 9 : アミノ基含有化合物

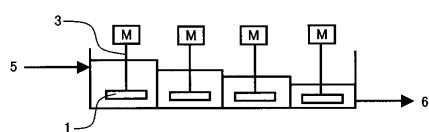
【図1】



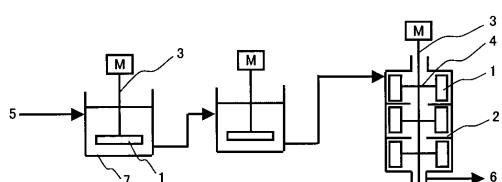
【図2】



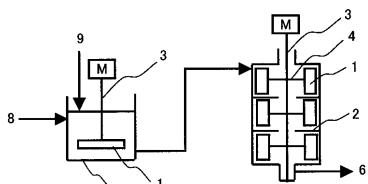
【図3】



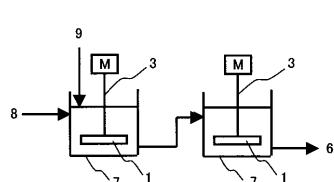
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(51) Int.CI.	F I	テーマコード(参考)
B 0 1 F 15/00 (2006.01)	B 0 1 F 15/00	D

F ターム(参考) 4G037 DA16
4G075 AA13 AA57 BA10 BD03 BD09 DA02 EB01 EC12
4G078 AA17 AB11 BA09 CA06 DA30
4H006 AA02 AD17 AD30 AD32 BS10