



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I885207 B

(45) 公告日：中華民國 114 (2025) 年 06 月 01 日

(21) 申請案號：110133803

(22) 申請日：中華民國 110 (2021) 年 09 月 10 日

(51) Int. Cl. : C07C51/43 (2006.01)

C07C57/07 (2006.01)

(30) 優先權：2020/09/11 日本

JP2020-153288

(71) 申請人：日商日本觸媒股份有限公司 (日本) NIPPON SHOKUBAI CO., LTD. (JP)

日本

(72) 發明人：木村隼人 KIMURA, HAYATO (JP)；迎真志 MUKAE, MASASHI (JP)；松田敬幸

MATSUDA, TAKAYUKI (JP)

(74) 代理人：閻啓泰；林景郁

(56) 參考文獻：

JP 2005-509010A

審查人員：吳侓宸

申請專利範圍項數：15 項 圖式數：1 共 33 頁

(54) 名稱

化合物之製造方法及純化裝置

(57) 摘要

本發明提供一種安全且穩定地獲得高品質之製品之方法。本發明係一種化合物之製造方法，其包括：將含有化合物結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔之步驟；自該液壓式洗滌塔抽出含有結晶之循環漿料，並使抽出之循環漿料所含之結晶熔融的步驟；使用過濾器自該液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液的步驟；及將該母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度以上的液體，自液壓式洗滌塔之外部導入至設置於液壓式洗滌塔之噴嘴的步驟，該噴嘴不包含於含有該熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液之回送口處設置的噴嘴、及將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路。

無



I885207

【發明摘要】**【中文發明名稱】** 化合物之製造方法及純化裝置**【英文發明名稱】** 無**【中文】**

本發明提供一種安全且穩定地獲得高品質之製品之方法。本發明係一種化合物之製造方法，其包括：將含有化合物結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔的步驟；自該液壓式洗滌塔抽出含有結晶之循環漿料，並使抽出之循環漿料所含之結晶熔融的步驟；使用過濾器自該液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液的步驟；及將該母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度以上的液體，自液壓式洗滌塔之外部導入至設置於液壓式洗滌塔之噴嘴的步驟，該噴嘴不包含於含有該熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液之回送口處設置的噴嘴、及將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路。

【英文】

無

【指定代表圖】 無**【代表圖之符號簡單說明】**

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】 化合物之製造方法及純化裝置

【英文發明名稱】 無

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種化合物之製造方法。更詳細而言，本發明係關於一種化合物之製造方法、化合物之純化方法、及純化裝置。

【先前技術】

【0002】 化合物、例如(甲基)丙烯酸等易聚合性化合物在工業上被廣泛用作樹脂之原料等。於此種情況，要求安全且穩定地獲得高品質化合物，為此研究了各種更優異之純化技術。

【0003】 在工業上，化合物之純化前之粗製化合物大多數經由連續式純化步驟而純化。例如，業界揭示了一種丙烯酸之製造方法，其係使原料氣體進行接觸氣相氧化反應而獲得含丙烯酸之氣體，對該含丙烯酸之氣體進行捕集、晶析純化，對殘留母液中所含之丙烯酸之麥可加成物進行分解並送回至捕集步驟（例如參照專利文獻1）。於此種純化步驟中，要求使裝置安全且穩定地運轉。

【0004】 於上述純化步驟中，有時使用液壓式洗滌塔（HWC[Hydraulic wash column]）等洗滌塔。專利文獻2、3中提出了使用以往之洗滌塔之純化方法。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0005】 專利文獻1：日本特開2007-182437號公報

專利文獻2：日本特表2013-507427號公報

專利文獻3：日本特表2005-509010號公報

【發明內容】**【0006】 [發明所欲解決之課題]**

如上所述，於製造化合物時要求更優異之純化技術，期待在使裝置安全且穩定地運轉之同時獲得高品質之製品(化合物)。本發明係鑒於上述現狀而完成者，其目的在於提供一種安全且穩定地獲得高品質之製品之方法。

[解決課題之技術手段]

【0007】 本發明人等對化合物之製造方法進行了研究，著眼於在化合物之純化中使用洗滌效率較高之液壓式洗滌塔。並且發現，使用過濾器自液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液並進行回收，將剛抽出之母液之溫度以上的液體流入至設置於液壓式洗滌塔之噴嘴，藉此可防止凝固，可更安全且穩定地使裝置運轉，從而達成了本發明。

【0008】 即，本發明係一種化合物之製造方法，其包括：將含有化合物結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔的步驟；自該液壓式洗滌塔抽出含有結晶之循環漿料，並使抽出之循環漿料所含之結晶熔融的步驟；使用過濾器自該液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液的步驟；及將該母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度以上的液體，自液壓式洗滌塔之外部導入至設置於液壓式洗滌塔之噴嘴的步驟，該噴嘴不包含於含有該熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液之回送口處設置的噴嘴、及將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路。

【0009】 再者，於上述專利文獻2、3中所記載之發明中，對於預防液壓式洗滌塔內之噴嘴內液體或噴嘴周圍液體之凝固，並未作任何記載或提示。再者，若僅利用夾套或間接伴熱管自外部對儀器之設置部分（為儀器在液壓式洗滌塔內外之連接部，通常設置有噴嘴）進行保溫，則無法抑制該設置部之噴嘴內液體或噴嘴周圍液體之滯留，無法充分地防止其凝固。

[發明之效果]

【0010】 根據本發明之純化裝置，可安全且穩定地獲得高品質之製品。

【圖式簡單說明】

【0011】

[圖1]係例示本發明之純化裝置之使用狀態之示意圖。

【實施方式】

【0012】 以下，對本發明進行詳細說明。

再者，將以下所記載之本發明之各個較佳之特徵組合2個以上而成者亦為本發明之較佳之形態。

【0013】 以下，首先對本發明之化合物之製造方法進行記載。其次，依序對本發明之化合物之純化方法、本發明之純化裝置進行說明。

【0014】 (本發明之化合物之製造方法)

本發明係一種化合物之製造方法，其包括：將含有化合物結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔之步驟；自該液壓式洗滌塔抽出含有結晶之循環漿料，並使抽出之循環漿料所含之結晶熔融的步驟；使用過濾器自該液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液的步驟；及將該母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度以上的液體，自液壓式洗滌塔之外部導入至設置於液壓式洗滌塔之噴嘴的步驟，該噴嘴不包含於含有該熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液之回送口處設置的噴嘴、及將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路。

【0015】 於本發明之化合物之製造方法中，上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴較佳為選自由儀器用噴嘴、取樣噴嘴、壓力調整閥用噴嘴、內插管插入用噴嘴、及緊急投入用噴嘴所組成之群中之至少一種。

例如，若儀器用噴嘴發生凝固、堵塞，則會引起儀器之誤指示，而有成為意料之外之危險運轉狀態之虞。又，若取樣噴嘴等發生凝固、堵塞，則無法準確地掌握內部狀態，而有無法控制所獲得之製品（化合物）之品質等之虞。並且，若壓力調整閥用噴嘴或緊急投入用噴嘴發生凝固、堵塞，則有無法發揮作為在緊急情況的安全裝置之作用。關於各噴嘴，將於下文進行詳細敘述。

本發明之化合物之製造方法可充分地防止各種噴嘴之凝固、堵塞，藉由充分地防止凝固、堵塞，可準確地掌握液壓式洗滌塔內部之狀態（溫度、壓力等），從而可實現更安全之運轉。

【0016】 再者，上述各步驟中，上述供給步驟、及上述熔融步驟係基本上按照該順序對純化對象進行者（例如，如圖1所示，含有結晶之漿料11a經由供給管線11、管路4被供給至液壓式洗滌塔1之結晶室15後，自液壓式洗滌塔1之底部之循環漿料的抽出口20抽出含有結晶之循環漿料，該含有結晶之循環漿料通過將循環漿料之抽出口20與熔融設備22連接之抽出管線21後，於使循環漿料中所含之結晶熔融之設備22中熔融。再者，至於含有經熔融設備22熔融而獲得之熔融液之循環液，其至少一部分通過製品抽出管線23作為製品23a自純化裝置中抽出。剩餘之循環液可通過將熔融設備22與上述回送口25連接之回送管線24而回送至液壓式洗滌塔1）。又，對於供給至結晶室15之含有結晶之漿料，可使用過濾器2進行過濾，使用連接於過濾器2之管路3抽出母液（濾液），並使用母液捕集室14進行捕集後，對該母液進行回收、再利用。以下，首先對將剛抽出之母液之溫度以上的液體導入至設置於液壓式洗滌塔之特定噴嘴的步驟進行說明，其次，依序對上述供給步驟、上述熔融步驟、上述母液抽出步驟、其他步驟進行說明。再者，於連續式純化步驟中，通常從純化裝置整體上來看，各步驟是同時進行的。

本說明書中，「化合物」意指藉由本發明之製造方法而獲得之化合物，並非意指本發明之製造方法中之原料或副產物、溶劑。「化合物」可另稱為「目標化

合物」或「目標物」。

【0017】 <導入步驟>

本發明之化合物之製造方法包括以下步驟：將母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度以上的液體，自液壓式洗滌塔之外部導入至設置於液壓式洗滌塔之噴嘴，該噴嘴不包含於含有該熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液之回送口處設置的噴嘴、及將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路。

於本發明之化合物之製造方法中，藉由將上述母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度以上的液體導入至上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴，可抑制噴嘴內液體或噴嘴周圍液體之滯留，可充分地防止其凝固。

上述導入步驟可另稱為將母液之溫度以上的液體自上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴導入至液壓式洗滌塔的步驟。

【0018】 上述母液之溫度以上的液體較佳為比該母液高1°C以上之溫度，更佳為高2°C以上之溫度，進而較佳為高3°C以上之溫度，尤佳為高5°C以上之溫度。

上述母液之溫度以上的液體較佳為比該母液高40°C以下之溫度，更佳為高35°C以下之溫度，進而較佳為高30°C以下之溫度，尤佳為高20°C以下之溫度。換言之，上述母液之溫度以上的液體之溫度高於上述母液之溫度，其差較佳為40°C以下，更佳為35°C以下，進而較佳為30°C以下，尤佳為20°C以下。

若導入至上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴之液體之溫度低於上述母液之溫度，則無法獲得本發明之效果，若比上述母液之溫度高超過40°C，則有可能對運轉條件產生影響，例如使液壓式洗滌塔之結晶熔融等。

【0019】 又，上述母液之溫度以上的液體之溫度可根據上述化合物之熔點進行適當設定，例如可設為10~100°C之範圍內。

例如於上述化合物為(甲基)丙烯酸之情形時，上述母液之溫度以上的液體之

溫度較佳為5°C以上，更佳為10°C以上。又，該溫度較佳為50°C以下，更佳為40°C以下。

再者，上述母液之溫度例如可於0~80°C之範圍內進行適當調整。

例如於上述化合物為(甲基)丙烯酸之情形時，上述母液之溫度較佳為5~13°C，更佳為7~11°C。

再者，上述母液之溫度以上的液體之溫度等係藉由以下方式而測定者，即，對即將投入至上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴之前之液體之溫度等進行測定。又，上述母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度等係藉由以下方式而測定者，即，對連接於上述過濾器之管路之母液之溫度等進行測定。

【0020】 於本發明之化合物之製造方法中，上述母液之溫度以上的液體較佳為含有上述化合物及/或水。

上述母液之溫度以上的液體中，上述化合物之含有比率較佳為85質量%以上，更佳為88質量%以上，進而較佳為90質量%以上。

上述母液之溫度以上的液體中，上述化合物之含有比率較佳為99質量%以下，更佳為98質量%以下，進而較佳為97質量%以下。

【0021】 關於將上述母液之溫度以上的液體投入至上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴之量，並無特別限定，但於工業規模之液壓式洗滌塔內，例如每1根噴嘴為 $3 \times 10^1 \sim 1 \times 10^3$ kg/h。

【0022】 如上所述，於本發明之化合物之製造方法中，設置於液壓式洗滌塔之噴嘴較佳為選自由儀器用噴嘴、取樣噴嘴、壓力調整閥用噴嘴、內插管插入用噴嘴、及緊急投入用噴嘴所組成之群中之至少一種。

上述儀器用噴嘴係用以安裝液壓式洗滌塔中之溫度計(多點式等)、壓力計、界面計(光學式等)等儀器類之噴嘴。

上述取樣噴嘴係用於對液壓式洗滌塔內之漿料等進行採集之噴嘴。

上述壓力調整閥用噴嘴係供安裝能夠對液壓式洗滌塔內部之壓力進行調整之閥之噴嘴，該閥例如為於液壓式洗滌塔內部之壓力上升時用於自動或手動地解除並調整壓力之閥、安全閥、在抽出液壓式洗滌塔液體時用於將系統向大氣打開之閥等。

上述緊急投入用噴嘴係於液壓式洗滌塔內部發生異常聚合等時，用於自外部投入聚合抑制劑、穩定劑、溶劑等之噴嘴。換言之，上述緊急投入用噴嘴為添加劑及/或溶劑之投入用噴嘴。

上述內插管插入用噴嘴用於向內部插入將漿料等移送至液壓式洗滌塔內部之管路，且具有比該管路之外徑更大之內徑。

【0023】 於本發明之化合物之製造方法中，上述母液之溫度以上的液體較佳為含有上述母液抽出步驟中所抽出之母液的至少一部分。

例如，上述母液之溫度以上的液體更佳為含有70質量%以上之上述母液抽出步驟中所抽出之母液，進而較佳為含有80質量%以上，尤佳為直接使用母液（100質量%）。

【0024】 於本發明之化合物之製造方法中，上述母液之溫度以上的液體較佳為含有對上述母液抽出步驟中所抽出之母液的至少一部分進行加熱所得者。

上述加熱溫度只要根據上述化合物之熔點進行適當設定即可，例如可於10～100℃之範圍內進行適當調整。

例如於上述化合物為(甲基)丙烯酸之情形時，上述加熱溫度較佳為15℃以上，更佳為18℃以上。又，該加熱溫度較佳為50℃以下，更佳為40℃以下。

上述加熱溫度係加熱器之溫度，於使用熱媒進行加熱之情形時，上述加熱溫度為該熱媒之溫度。

上述加熱時間只要根據上述化合物之熔點進行適當設定即可。

如圖1所示，利用母液移送管線16a、16b來移送上述母液抽出步驟中所抽出

之母液的至少一部分，並利用母液移送管線16a、16b所具備之加熱器17a、17b進行加熱，藉此可容易地獲得上述母液之溫度以上的液體。

【0025】 於本發明之化合物之製造方法中，上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴貫通對上述母液抽出步驟中所抽出之母液進行捕集的母液捕集室，並與液壓式洗滌塔內之被供給含有結晶之漿料的結晶室連接，於上述情形時，本發明之效果變得明顯。

母液捕集室通常設置於結晶室之上部。於上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴貫通對上述母液抽出步驟中所抽出之母液進行捕集的母液捕集室，並與液壓式洗滌塔內之被供給含有結晶之漿料的結晶室連接之情形時，貫通母液捕集室之噴嘴部位之保溫或溫度控制較為困難，噴嘴內液體或噴嘴周圍液體容易滯留，容易凝固。若為本發明之形態，則可防止噴嘴內液體或噴嘴周圍液體之滯留，可充分地防止此種凝固，從而可穩定地製造化合物。

【0026】 上述母液捕集室係對上述母液抽出步驟中所抽出之母液進行捕集之部位（空間）。

於上述液壓式洗滌塔包含上述母液捕集室之情形時，液壓式洗滌塔內之被供給含有化合物結晶之漿料之部位（空間）亦稱為結晶室。再者，於該情形時，於下述將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔的管路，換言之即為將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔之結晶室之管路。

【0027】 於上述導入步驟中，例如，如圖1所示，可使用過濾器2對液壓式洗滌塔1之結晶室15內之含有結晶之漿料進行過濾，使用連接於過濾器2之管路3抽出母液（濾液），利用母液捕集室14進行捕集後，利用母液移送管線16a、16b移送該母液之一部分，並利用加熱器17a、17b進行加熱後，導入至噴嘴13a、13b。再者，於圖1中，噴嘴13a為儀器用噴嘴，噴嘴13b為壓力調整閥用噴嘴。壓力調整閥用噴嘴與壓力調整管線19連接。壓力調整管線19例如為與壓力計連動，使壓

力調整閥開啟及關閉以調整內壓，於壓力調整閥打開時抽取塔內之母液之管線。又，可利用管線18移送剩餘之母液，與含有結晶之漿料11a進行混合後，供給至液壓式洗滌塔（於本說明書中，由含有結晶之漿料11a與剩餘之母液混合而成者亦稱為含有結晶之漿料）。

【0028】 <供給步驟>

於上述供給步驟中，將含有化合物結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔。該含有結晶之漿料係化合物結晶與母液之懸濁液，換言之，向液壓式洗滌塔供給之含有化合物結晶之漿料之液體部分為母液。再者，如下所述，該含有結晶之漿料可於含化合物之溶液（例如(甲基)丙烯酸水溶液或粗(甲基)丙烯酸溶液）中生成結晶而獲得，但該含化合物之溶液可為自己製備者，亦可為自它處獲得者。再者，此處所述之含化合物之溶液中亦含有粗製化合物。

【0029】 上述向液壓式洗滌塔供給之含有結晶之漿料，結晶之質量比率較佳為1質量%以上，更佳為3質量%以上，進而較佳為5質量%以上。

上述結晶之質量比率較佳為50質量%以下，更佳為40質量%以下，進而較佳為30質量%以下，尤佳為20質量%以下。

再者，於本說明書中，當僅提及「向液壓式洗滌塔供給之含有結晶之漿料」時，向液壓式洗滌塔供給之含有結晶之該漿料係指即將向液壓式洗滌塔供給之含有結晶之漿料，例如係指將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔的管路內之含有結晶之漿料。

【0030】 上述向液壓式洗滌塔供給之含有結晶之漿料較佳為在其母液中含有上述化合物。作為上述母液，可列舉上述化合物、上述化合物之水溶液等。再者，上述母液通常含有除上述化合物、水以外之雜質。

於本發明之化合物之製造方法中，上述向液壓式洗滌塔供給之含有結晶之漿料較佳為其母液中之上述化合物的純度（質量比率）為97質量%以下。

上述母液中之化合物之質量比率更佳為96質量%以下。

上述母液中之化合物之質量比率較佳為85質量%以上，更佳為88質量%以上，進而較佳為90質量%以上。

【0031】 於本發明之製造方法中，上述化合物之熔點較佳為0~80°C，更佳為1~50°C，進而較佳為3~40°C，尤佳為5~20°C。

又，上述化合物較佳為具有反應性雙鍵之易聚合性化合物。

其中，於本發明之製造方法中，上述化合物更佳為不飽和羧酸，進而較佳為(甲基)丙烯酸，尤佳為丙烯酸。於本說明書中，(甲基)丙烯酸係指丙烯酸及/或甲基丙烯酸。

【0032】 上述母液中，水之質量比率更佳為0.1質量%以上，更佳為0.5質量%以上，進而較佳為1質量%以上。

上述母液中，水之質量比率較佳為8質量%以下，更佳為6質量%以下，進而較佳為4質量%以下。

【0033】 上述母液中，除上述化合物、水以外之雜質之質量比率較佳為0.1質量%以上，更佳為0.4質量%以上，進而較佳為0.8質量%以上。

上述母液中，除上述化合物、水以外之雜質之質量比率較佳為8質量%以下，更佳為6質量%以下，進而較佳為4質量%以下。

【0034】 於上述化合物為(甲基)丙烯酸之情形時，作為除上述化合物、水以外之雜質，例如可列舉：乙酸、糠醛等。

於該情形時，上述母液中乙酸之質量比率較佳為0.1質量%以上，更佳為0.3質量%以上，進而較佳為0.7質量%以上。

上述母液中乙酸之質量比率較佳為8質量%以下，更佳為6質量%以下，進而較佳為4質量%以下。

【0035】 於上述化合物為(甲基)丙烯酸之情形時，上述母液中糠醛之質量

比率更佳為0.01質量%以上，更佳為0.05質量%以上，進而較佳為0.1質量%以上。

上述母液中糠醛之質量比率較佳為2質量%以下，更佳為1質量%以下，進而較佳為0.5質量%以下。

【0036】 於上述供給步驟中，含有結晶之漿料之供給速度並無特別限定，於工業規模之液壓式洗滌塔中，例如為 $0.2 \times 10^3 \sim 4.0 \times 10^5$ kg/h。

【0037】 於上述供給步驟中，含有結晶之漿料之供給溫度可根據上述化合物之熔點等進行適當設定，例如可於 $0 \sim 80^\circ\text{C}$ 之範圍內進行適當調整。

例如於上述化合物為(甲基)丙烯酸之情形時，含有結晶之漿料之供給溫度較佳為 $5 \sim 13^\circ\text{C}$ ，更佳為 $6 \sim 12^\circ\text{C}$ 。

上述含有結晶之漿料之供給溫度係指即將向上述液壓式洗滌塔供給之含有結晶之漿料中之母液之溫度。

【0038】 <熔融步驟>

於上述熔融步驟中，自液壓式洗滌塔抽出含有結晶之循環漿料，使抽出之循環漿料所含之結晶熔融。

結晶源自在液壓式洗滌塔之下部所形成之結晶床。關於結晶之抽出，可使用下文所述之自液壓式洗滌塔內之結晶床抽出結晶之機構而進行。

於結晶之抽出中，通常而言循環液亦會被一同抽出，其作為含有結晶之循環漿料被抽出，進入熔融步驟。

【0039】 上述循環液自液壓式洗滌塔內作為含有結晶之循環漿料被抽出，然後，其一部分作為含有熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液被回送至液壓式洗滌塔，藉此上述循環液係在液壓式洗滌塔內通過而循環者，換言之，其係流經在液壓式洗滌塔內通過之循環路徑者。再者，於本說明書中，流經循環路徑之循環漿料中之液狀成分亦稱為循環液。

此處，循環漿料係指化合物結晶與循環液之懸濁液，且流經循環路徑。

【0040】 例如，上述自液壓式洗滌塔抽出之含有結晶之循環漿料中，結晶之質量比率較佳為0.5質量%以上，更佳為1質量%以上，進而較佳為3質量%以上，尤佳為5質量%以上。

上述結晶之質量比率較佳為40質量%以下，更佳為30質量%以下，進而較佳為20質量%以下，尤佳為10質量%以下。

再者，於本說明書中，上述自液壓式洗滌塔抽出之含有結晶之循環漿料係指自液壓式洗滌塔剛抽出之含有結晶之循環漿料，例如，係指將循環漿料之抽出口與熔融設備連接之抽出管線（管路）內之含有結晶之循環漿料。

將上述液壓式洗滌塔內之結晶抽出口與熔融設備連接之抽出管線、將熔融設備與上述液壓式洗滌塔內之上述回送口連接之回送管線係供循環漿料或含有熔融液之循環液進行循環。於本說明書中，該循環路徑亦稱為熔體迴路。

【0041】 自液壓式洗滌塔抽出之含有結晶之循環漿料之抽出速度並無特別限定，但於工業規模之液壓式洗滌塔中，例如為 $2 \times 10^3 \sim 5 \times 10^5$ kg/h。

【0042】 可使用加熱器對抽出之結晶進行熔融。作為加熱器，可列舉能有效率地對含有結晶之漿料傳遞熱量之構造，例如垂直多管式熱交換器、水平多管式熱交換器、雙管式熱交換器、螺旋熱交換器、平板熱交換器、電熱器等。該加熱器設置於熔體迴路中，循環漿料（熔融後為循環液）較佳為利用熔體迴路中所設置之泵進行循環之強制循環式。

上述熔融步驟中之加熱溫度只要根據上述化合物之熔點進行適當設定即可，例如可於 $10 \sim 100^\circ\text{C}$ 之範圍內進行適當調整。

例如於上述化合物為(甲基)丙烯酸之情形時，上述熔融步驟中之加熱溫度較佳為 15°C 以上，更佳為 18°C 以上。又，該加熱溫度較佳為 50°C 以下，更佳為 40°C 以下。

於對該熔融設備供給熱媒而進行加熱之情形時，上述熔融步驟中之加熱溫

度為該熱媒之供給溫度。

又，較佳為將上述熔融步驟（熔融設備）出口之含有熔融液之循環液的溫度設定為比含有該熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液（例如含有通過熱交換器等時漿料中之結晶熔融而獲得之熔融液的循環液）之熔點高1~10°C之溫度。

上述熔融步驟中之熔融時間只要適當設定為能夠使結晶充分熔融之程度即可。

【0043】 <母液抽出步驟>

本發明之製造方法進而包括以下步驟：使用過濾器自上述液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液。例如，本發明之製造方法較佳為包括以下步驟：使用過濾器對液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料進行過濾，使用連接於該過濾器之管路抽出母液。又，於上述母液抽出步驟中，較佳為亦將下述洗滌液之一部分與母液一同抽出。因此，較佳為所抽出之母液含有洗滌液之一部分。

所抽出之母液可循環再利用。可對所抽出之母液例如進行加熱後，作為上述導入步驟中之上述母液之溫度以上的液體而使用。又，藉由將所抽出之母液作為例如向液壓式洗滌塔供給之含有結晶之漿料之至少一部分進行再利用，亦可進一步提高上述化合物之品質。

再者，於結晶之密度較母液大之情形時，供給步驟中所供給之漿料中所含之母液從上向下流動，與從下向上流動之洗滌液相撞並被壓回，通過過濾器而被抽出。

【0044】 上述過濾器之材質並無特別限定，例如可採用由不鏽鋼等金屬所構成者、由聚四氟乙烯（PTFE）、聚醚醚酮（PEEK）、四氟乙烯-全氟烷基乙烯基醚共聚物（PFA）、聚醚酮（PEK）等樹脂所構成者，較佳為後者。又，上述管路之材質並無特別限定，較佳為由金屬或合金所構成。

【0045】 上述母液抽出步驟中抽出之母液通常含有上述化合物。作為上述

母液，可列舉：上述化合物熔融後所得之液體、上述化合物之水溶液等。再者，上述母液通常含有水以外之雜質。

再者，上述母液抽出步驟中所抽出之母液係指於上述母液抽出步驟中剛通過過濾器後之母液。

【0046】 上述母液抽出步驟可使用泵等而適當進行。

【0047】 <回送步驟>

本發明之製造方法較佳為包括以下步驟：將含有上述熔融步驟中所獲得之熔融液之循環液之一部分回送至液壓式洗滌塔。

【0048】 上述循環液含有上述熔融步驟中所獲得之熔融液。即，抽出之循環漿料之結晶被熔融而成為熔融液，因此懸濁之循環漿料成為不懸濁之循環液。

上述熔融步驟中所獲得之熔融液係指自液壓式洗滌塔抽出之循環漿料所含之結晶在熔融步驟中被熔融而獲得之液體，不包含曾為循環漿料中所含之循環液（液狀成分）者。

【0049】 藉由將含有上述熔融步驟中所獲得之熔融液之循環液之一部分回送至液壓式洗滌塔，所回送之循環液之一部分成為液壓式洗滌塔內之洗滌結晶之洗滌液。

上述洗滌液係指被回送至液壓式洗滌塔之循環液之一部分，其於被回送至液壓式洗滌塔後，未自液壓式洗滌塔之抽出口被抽出在循環路徑內進行再循環，而是例如通過液壓式洗滌塔之結晶床之結晶之間隙，以相對於結晶之移動方向成為對流之方式（較佳為向上地）進行流動，而對液壓式洗滌塔內之結晶進行洗滌。

再者，伴隨於上述回送步驟而抽出製品之製品抽出速度於工業規模之液壓式洗滌塔中為 $5 \text{ kg/h} \sim 4.0 \times 10^4 \text{ kg/h}$ 。

【0050】 於本發明之製造方法中，上述液壓式洗滌塔可利用熱媒等對其外

壁面進行加熱，作為該加熱中所使用之熱媒之溫度，只要根據所要處理之物質、即目標化合物進行適當設定即可。

作為上述熱媒，可使用任意液體或氣體，例如可列舉：水、防凍液、甲醇水（甲醇水溶液）、氣體等。上述熱媒只要考慮所純化之化合物之凝固點等而適當選擇即可。

藉由對上述液壓式洗滌塔之外壁面進行加熱，可充分地防止凝固，從而可更穩定地製造上述化合物。

上述加熱可利用熱媒等對上述液壓式洗滌塔之一部分進行加熱，但較佳為對上述液壓式洗滌塔之實質整體進行加熱（夾套式）。

再者，上述液壓式洗滌塔內基本上在加壓下（較佳為處於0.05~1.0 MPa之範圍內）運行。

【0051】 <獲得含有結晶之漿料的步驟>

本發明之製造方法較佳為進而包括以下步驟：由含化合物之溶液獲得含有化合物結晶之漿料。

含化合物之溶液可如下獲得，即，對於利用化學合成器所獲得之反應產物即化合物之氣體，例如利用吸收塔進行捕集而獲得含化合物之溶液，又，對捕集所得者進行純化而獲得之粗製化合物亦屬於含化合物之溶液。含化合物之溶液並不限於自己進行合成而獲得者，亦可為自它處獲得者。

對於含化合物之溶液，例如可進行冷卻而獲得含有化合物結晶之漿料。

【0052】 上述含化合物之溶液含有除上述化合物、水以外之雜質。

於本發明之製造方法中，上述含化合物之溶液較佳為(甲基)丙烯酸水溶液或粗(甲基)丙烯酸溶液。

(甲基)丙烯酸水溶液係指(甲基)丙烯酸溶解於水中後所得之溶液。粗(甲基)丙烯酸溶液係指由(甲基)丙烯酸所構成，且含有(甲基)丙烯酸製造時之副產物等

雜質之溶液。

再者，作為上述雜質，例如可列舉：丙酸、乙酸、順丁烯二酸、苯甲酸、丙烯酸二聚物等酸類，丙烯醛、糠醛、甲醛、乙二醛等醛類，丙酮、甲基異丁基酮、甲苯、原白頭翁素等。

【0053】 <獲得含化合物之溶液的步驟>

於本發明之製造方法中，上述製造方法較佳為進而包括以下步驟：由原料獲得含化合物之溶液。

【0054】 關於上述獲得含化合物之溶液的步驟，只要可獲得含化合物之溶液，便無特別限定，於上述化合物為(甲基)丙烯酸之情形時，例如可藉由日本特開2007-182437號公報（專利文獻1）中所記載之丙烯酸之合成步驟、丙烯酸之捕集步驟等而適當地進行。

於本發明之化合物之製造方法中，上述原料較佳為選自由丙烷、丙烯、丙烯醛、異丁烯、甲基丙烯醛、乙酸、乳酸、異丙醇、1,3-丙二醇、丙三醇、及3-羥基丙酸所組成之群中之至少一種。又，上述(甲基)丙烯酸及/或原料可以由可再生原料衍生而生成生物基(甲基)丙烯酸。

【0055】 再者，於上述獲得含化合物之溶液的步驟中，基本上會產生副產物等雜質。例如於上述化合物為(甲基)丙烯酸之情形時，會以雜質之形式產生水或丙酸、乙酸、順丁烯二酸、苯甲酸、丙烯酸二聚物等之酸類，丙烯醛、糠醛、甲醛、乙二醛等醛類，丙酮、甲基異丁基酮、甲苯、原白頭翁素等，但藉由本發明之製造方法之利用液壓式洗滌塔進行純化等，可安全且穩定地獲得高品質之製品。

【0056】 （化合物之純化方法）

又，本發明亦為一種化合物之純化方法，其包括：將含有化合物結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔的步驟；自該液壓式洗滌塔抽出含有結晶之循環漿料，並使

抽出之循環漿料所含之結晶熔融的步驟；使用過濾器自該液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液的步驟；及將該母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度以上的液體，自液壓式洗滌塔之外部導入至設置於液壓式洗滌塔之噴嘴的步驟，該噴嘴不包含於含有該熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液之回送口處設置的噴嘴、及將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路。

根據本發明之純化方法，可安全且穩定地對含有結晶之漿料進行純化。

本發明之純化方法中之較佳之形態與上述本發明之製造方法中之較佳之形態相同。

【0057】 （純化裝置）

進而，本發明亦為一種純化裝置，其係對結晶進行純化者，其構成為包含：液壓式洗滌塔，其設置有含有結晶之循環漿料的抽出口及含有所抽出之結晶之熔融液之循環液之回送口；將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔的管路；自液壓式洗滌塔之含有結晶之漿料抽出母液的過濾器；連接於該過濾器且移送母液之管路；設置於將液體導入至液壓式洗滌塔的導入口之噴嘴，該噴嘴不包含該回送口處設置的噴嘴、及將含有該結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路；及使自該抽出口抽出之循環漿料所含之結晶熔融的設備。

【0058】 本發明之純化裝置除將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔的管路以外，另外還包含設置於將液體導入至液壓式洗滌塔內之導入口之噴嘴，該噴嘴不包含於該回送口處設置的噴嘴、及將含有該結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路，藉此可防止噴嘴內液體或噴嘴周圍液體之滯留，可防止凝固。

於本發明之純化裝置中，設置於上述導入口之噴嘴較佳為選自由儀器用噴嘴、取樣噴嘴、壓力調整閥用噴嘴、內插管插入用噴嘴、及緊急投入用噴嘴所組成之群中之至少一種。

【0059】 於本發明之純化裝置中，設置於上述導入口之噴嘴較佳為位於上

述液壓式洗滌塔之上表面。

上述液壓式洗滌塔之上表面容易成為低溫，藉由使設置於上述導入口之噴嘴位於液壓式洗滌塔之上表面，從而可防止噴嘴內液體或噴嘴周圍液體之滯留，可防止凝固之效果變得明顯。

上述上表面只要為液壓式洗滌塔內之上表面，便無特別限定，例如於液壓式洗滌塔內，可將與供形成結晶床之面對向之面設為上表面。

其中，設置於上述導入口之噴嘴更佳為位於上述液壓式洗滌塔之最上表面。

【0060】 本發明之純化裝置進而包含對所抽出之母液進行捕集之母液捕集室，於設置於上述導入口之噴嘴貫通母液捕集室，並與液壓式洗滌塔內之被供給含有結晶之漿料的結晶室連接時，本發明之效果變得明顯。

如上所述，上述母液捕集室通常位於液壓式洗滌塔之上部。設置於上述導入口之噴嘴貫通母液捕集室，並與液壓式洗滌塔內之被供給含有結晶之漿料的結晶室連接，因此貫通母液捕集室之噴嘴部位之保溫或溫度控制較為困難。若為本發明之形態，則可防止噴嘴內液體或噴嘴周圍液體之滯留，可防止凝固之效果變得明顯。

【0061】 本發明之純化裝置較佳為進而包含對所抽出之母液進行移送之管線，且該管線與設置於上述導入口之噴嘴連接。具體而言，較佳為設置於上述導入口之噴嘴之前方為將液體導入至液壓式洗滌塔之導入口，設置於上述導入口之噴嘴之後方與上述母液移送管線連接。藉此，可有效地利用所抽出之母液而發揮本發明之效果。

上述母液移送管線與上述母液移送管路一同構成所抽出之母液之循環路徑之一部分。換言之，設置於上述導入口之噴嘴較佳為與所抽出之母液之循環路徑連接。

【0062】 於本發明之純化裝置中，上述母液移送管線較佳為具備加熱機

構。

作為上述加熱機構，可列舉如下機構作為較佳者：於上述母液移送管線之路徑中設置有使母液通過並進行加熱之加熱機器之機構；直接加熱上述母液移送管線而對通過該管線之母液進行加熱之機構；併用該等機構而成之機構。作為上述加熱機器，例如可列舉：垂直多管式熱交換器、水平多管式熱交換器、雙管式熱交換器、螺旋熱交換器、平板熱交換器等。作為直接加熱上述母液移送管線而對通過該管線之母液進行加熱之機構，可列舉於該管線例如設置有電熱器、蒸汽伴熱管、溫水伴熱管、蒸汽夾套、溫水夾套等之機構，關於直接加熱該管線之範圍，可為全部，亦可為一部分。

上述加熱機構之加熱溫度只要根據上述化合物之熔點進行適當設定即可，例如可於 $10\sim 100^{\circ}\text{C}$ 之範圍內進行適當調整。

例如於上述化合物為(甲基)丙烯酸之情形時，上述加熱機構之加熱溫度較佳為 15°C 以上，更佳為 18°C 以上。又，該加熱溫度較佳為 50°C 以下，更佳為 40°C 以下。

上述加熱機構之加熱溫度係上述加熱機構中之加熱溫度，於對該加熱機構供給熱媒而進行加熱之情形時，上述加熱機構之加熱溫度為該熱媒之溫度。

上述加熱機構之加熱時間只要適當決定即可。

【0063】 關於本發明之純化裝置所包含之液壓式洗滌塔，其大小並無特別限定，例如較佳為其塔內（結晶室內）之內徑為 $30\sim 2000\text{ mm}$ 。又，較佳為其高度為 $1000\sim 15000\text{ mm}$ 。

關於對本發明之液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料進行過濾的過濾器，其大小並無特別限定，例如較佳為其內徑為 $10\sim 30\text{ mm}$ 。又，較佳為其高度為 $20\sim 300\text{ mm}$ 。

作為上述過濾器，例如可列舉設置有大量圓形孔或狹縫（切口）、矩形孔者。

又，其形狀並無特別限定，可列舉與管路相同之形狀，例如圓柱形等。

於過濾器之孔形狀為圓形之情形時，其直徑只要根據結晶之尺寸適當調整即可，例如較佳為50~500 μm 。又，作為其孔數，並無特別限定，例如只要根據壓力損失等進行調整即可。

【0064】 連接於上述過濾器且移送母液之管路通常配置於過濾器之上側。

連接於上述過濾器且移送母液之管路並無特別限定，例如於工業規模之液壓式洗滌塔內，較佳為每1 m^2 液壓式洗滌塔截面面積中並列連接50~350根管路。

關於上述過濾器、及連接於該過濾器且移送母液之管路，如上文在本發明之製造方法中所述。

【0065】 本發明之純化裝置可進而包含對上述液壓式洗滌塔之外壁面進行加熱之機構。

作為對上述液壓式洗滌塔之外壁面進行加熱之機構，並無特別限定，例如可列舉熱媒、或公知之加熱器，例如可利用熱媒等對上述液壓式洗滌塔之一部分進行加熱，亦可對上述液壓式洗滌塔之實質整體進行加熱（夾套式）。

【0066】 於上述加熱機構例如為夾套式之情形時，其材質並無特別限定，可為金屬（例如SUS、碳鋼[Carbon steel]）製，亦可為樹脂製。

於上述夾套之外側，亦可進而設置保溫材或伴熱管等。

上述夾套之構造並無特別限定。

【0067】 於上述夾套內部，可設置折流板等促進熱傳遞之構造，但並無特別限定。

上述夾套之平均厚度（供熱媒流經之部分之空間之寬度）例如較佳為5~200 mm。

上述夾套之透過液壓式洗滌塔之壁面之熱通量較佳為超過100 W/m^2 ，更佳為超過200 W/m^2 ，進而較佳為超過500 W/m^2 。

上述夾套之透過液壓式洗滌塔之壁面之熱通量，其上限值並無特別限定，通常為 4000 W/m^2 以下。

可於上述夾套之側面壁設置窺鏡（觀察窗）或手孔（維護時用於使手進入內部之孔）。於該情形時，可利用防護罩將其等覆蓋。於設置窺鏡或手孔之情形時，其設置數並無限定。

【0068】 再者，作為上述熱媒，並無特別限定，可列舉：水、防凍液、甲醇水（甲醇水溶液）、氣體等。上述熱媒只要考慮所純化之化合物之凝固點等而適當選擇即可。

【0069】 至於將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔之管路、或可連接於管路前端之供給噴嘴（漿料供給口），其數量並無特別限定，可為1個，亦可為複數個（圖1中，示出了將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔之管路為1個之情形）。

上述供給噴嘴可於其前端具有使漿料分散之分散機構。

上述液壓式洗滌塔可進而包含分散室、或中央推開體（參照日本特表2005-509010號公報）。

【0070】 可於上述液壓式洗滌塔之本體或周邊設置溫度計（多點式等）、壓力計、界面計（光學式等）等儀器類。

又，上述液壓式洗滌塔本身可位於經調溫之套管（較大為建築物內等）中。

【0071】 本發明之純化裝置較佳為進而包含將上述液壓式洗滌塔中之含有結晶之循環漿料的抽出口與上述熔融設備連接之抽出管線、及將該熔融設備與上述液壓式洗滌塔中之上述回送口連接之回送管線。於使用本發明之純化裝置時，該抽出管線、該回送管線係供循環漿料或含有熔融液之循環液進行循環。如上所述，於本說明書中，該循環路徑亦稱為熔體迴路。

【0072】 本發明之純化裝置較佳為包含自液壓式洗滌塔內之結晶床抽出

結晶之機構。

自結晶床抽出結晶之機構並無特別限定，可列舉日本特表2005-509009號公報中所記載之轉子葉片或刮板、歐洲專利第1469926號說明書中所記載之基於液動壓之機構等，可使用其等中之一種或兩種以上。於使用上述轉子葉片或刮板之情形時，較佳為轉速20~60 rpm，材質較佳為不鏽鋼等金屬。

【0073】 作為上述熔融設備，通常使用加熱器。作為加熱器，可列舉能有效率地對含有結晶之漿料傳遞熱量之構造，例如垂直多管式熱交換器、水平多管式熱交換器、雙管式熱交換器、螺旋熱交換器、平板熱交換器、電熱器等。該加熱器設置於熔體迴路中，循環漿料（熔融後為循環液）較佳為利用熔體迴路中所設置之泵進行循環之強制循環式。

【0074】 本發明之純化裝置可包含回送機構，其係將含有上述結晶熔融設備中所獲得之熔融液之循環液之一部分回送至液壓式洗滌塔之機構。

上述回送機構只要為用於將上述循環液之一部分與循環液之另一部分分開，並回送至液壓式洗滌塔之機構即可，例如於具有「自將上述熔融設備與上述回送口連接之回送管線分支出而連接於製品抽出口」之製品抽出管線之情形時，可列舉該分支路。作為該分支路，例如可列舉T字路（丁字路）。

其中，上述回送機構較佳為將含有結晶熔融設備中所獲得之熔融液之循環液之一部分，以其至少一部分成為洗滌結晶之洗滌液之方式回送至液壓式洗滌塔之機構。

上述回送口較佳為以可向上地回送循環液之方式設置於液壓式洗滌塔之底部者。上述回送機構例如可為上述分支路、與設置於液壓式洗滌塔之底部之回送口的組合。

【0075】 本發明之純化裝置可進而包含：對上述循環液之回送量進行控制之機構。

本發明之純化裝置藉由進而包含：對上述循環液之回送量進行控制之機構（控制機構），例如可調整上述循環液之回送量，可視需要使雜質之分離效率變得優異，可效率良好地獲得製品。

作為上述控制機構，例如可列舉於上述回送機構（分支路）部分之管線處安裝之閥等。

上述控制機構可為直接地控制循環液之回送量之機構，亦可為間接地地控制循環液之回送量之機構。

於上述控制機構為直接地控制循環液之回送量之機構時，作為該控制機構，例如可列舉於圖1所示之回送管線24處安裝之閥（未圖示）。

再者，亦可於製品抽出管線23及回送管線24兩處設置閥。

進而，於將含有結晶之漿料11a供給至液壓式洗滌塔之供給管線11（包含管路4）、製品抽出管線23、回送管線24處設置流量計，根據流量而控制上述閥，藉此可適當調整流量。又，可根據製品抽出管線23或回送管線24處之流量來控制上述閥。又，亦可於液壓式洗滌塔內設置多點式溫度計，而根據內部溫度來控制上述閥。

【0076】 本發明之純化裝置較佳為進而包含製品抽出口。例如，本發明之純化裝置更佳為進而包含：自將上述熔融設備與上述回送口連接之回送管線分支出之製品抽出管線、及與製品抽出管線連接在一起之製品抽出口。

【0077】 於圖1示出本發明之純化裝置之一例。含有結晶之漿料11a經由將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔之供給管線11（包含管路4）被供給至液壓式洗滌塔1之結晶室15，雖未圖示，但結晶會堆積於結晶室15之下部而形成結晶床。使用過濾器2對液壓式洗滌塔1之結晶室15內之含有結晶之漿料進行過濾，使用連接於過濾器2之管路3抽出母液（濾液），並利用母液捕集室14進行捕集後，利用母液移送管線16a、16b移送該母液之一部分，利用加熱器17a、17b進行加熱

後，導入至儀器用噴嘴13a、壓力調整閥用噴嘴13b。又，可利用管線18移送剩餘之母液，與含有結晶之漿料11a進行混合後，作為含有結晶之漿料而供給至液壓式洗滌塔。

又，自液壓式洗滌塔1之底部，將結晶與在通過液壓式洗滌塔1之結晶室15之底部之熔體迴路中進行循環之循環液一同抽出，作為含有結晶之漿料，將其通過將結晶抽出口20與熔融設備22連接之抽出管線21而移送至熔融設備22。至於在熔融設備22中熔融而獲得之熔融液，其一部分通過將熔融設備22與上述回送口25連接之回送管線24而被回送至液壓式洗滌塔1之結晶室15。又，該熔融液之剩餘之至少一部分作為經純化之製品23a，通過自回送管線24分支出且連接於製品抽出口之製品抽出管線23，而自純化裝置中抽出。

【0078】（純化裝置之使用方法）

本發明亦為一種純化裝置之使用方法，其包括使用本發明之純化裝置對化合物進行純化之步驟。

[實施例]

【0079】 以下，列舉實施例來更具體地說明本發明，但本發明當然不受下述實施例限制，亦可於能夠符合上述、下述主旨之範圍內適當地施加變更而實施，其等均包含於本發明之技術範圍內。

再者，以下，於並無說明之情形時，「%」表示「質量%」，「份」表示「質量份」。

【0080】（丙烯酸水溶液之獲取方法）

依據國際公開第2010/032665號中所記載之方法，使丙烯進行接觸氣相氧化而獲得含丙烯酸之氣體，利用吸收塔對所獲得之含丙烯酸之氣體進行處理，藉此獲得丙烯酸水溶液。

【0081】（供給漿料之獲取方法）

向傳熱面積 1.4 m^2 之晶析槽供給丙烯酸水溶液。向晶析槽之周壁處所具備之夾套供給冷媒，將因間接地進行冷卻而附著於晶析槽之內表面的結晶，利用晶析槽之內部所具備之刮板來刮取，從而製備含有結晶之漿料（供給漿料）。

【0082】 （純化裝置）

作為純化裝置，使用構成為包含以下設備，且除了過濾器2及母液抽出管路3之根數不同以外均與圖1所示之純化裝置相同之純化裝置。

液壓式洗滌塔1：內徑60 mm，高度2000 mm

過濾器2：內徑25 mm，長度（高度）200 mm，根數1根，材質PEEK，過濾器部構造250 μm 直徑之圓形孔

連接於過濾器2且移送母液之管路3：內徑25 mm，長度1600 mm，根數1根，材質SUS

向液壓式洗滌塔1回送循環液：利用回送口25自塔底部向上回送

夾套構造：裝置整體（未圖示）

將含有結晶之漿料11a供給至液壓式洗滌塔1之管路4：內徑25 mm，根數1根

結晶之抽出管線等熔體迴路管線（抽出口20、抽出管線21、製品抽出管線23、回送管線24、回送口25）之內徑：25 mm

熔融設備22：雙管式熱交換器

【0083】 於熔體迴路中之製品抽出管線23處設置流量控制閥（未圖示）。

【0084】 （純化裝置之運轉方法）

如下所述進行純化裝置之運轉。

將含有丙烯酸結晶之漿料（供給漿料），於漿料濃度（結晶濃度）10%、漿料溫度 10.5°C 、流量220 kg/h之條件供給至所準備之上述液壓式洗滌塔。液壓式洗滌塔之運轉內壓設為0.4 MPa。又，向夾套內導入熱媒。

【0085】 利用設置於塔底部之刮板，自液壓式洗滌塔1之抽出口20將結晶

與循環液一同抽出，作為循環漿料以220 kg/h之流量送至作為熔融設備之加熱器（雙管式熱交換器）。

將雙管式熱交換器之熱媒溫度設定為30°C，加熱器之出口之液體（循環液）之溫度為20°C。一面將上述循環液之一部分作為製品從製品抽出管線23中抽出，一面將上述循環液之剩餘部分回送至液壓式洗滌塔。

【0086】 <實施例1>

自上述液壓式洗滌塔內，經由母液抽出管路以204.8 kg/h之流量抽出母液。剛抽出之母液之溫度為10°C。

將所抽出之母液利用母液捕集室14進行捕集後，利用母液移送管線16a移送其一部分，並利用雙管式加熱器17a進行加熱後，於16°C以35 kg/h導入至儀器用噴嘴13a，經由安裝有壓力計之儀器用噴嘴13a導入至液壓式洗滌塔1之結晶室15。又，利用母液移送管線16b移送所捕集之母液之一部分，並利用雙管式加熱器17b進行加熱後，於16°C以35 kg/h導入至壓力調整閥用噴嘴13b，經由壓力調整閥用噴嘴13b導入至液壓式洗滌塔1之結晶室15。又，利用管線18移送剩餘之母液，與含有結晶之漿料11a進行混合後，作為含有結晶之漿料而供給至液壓式洗滌塔。

結果，可在噴嘴部分不發生凝固之情況穩定地運轉。

【0087】 <比較例1>

並不將所抽出之母液回送至儀器用噴嘴13a、壓力調整閥用噴嘴13b，而是將其全部作為供給漿料之一部分進行再循環，除此以外，均與實施例1同樣地進行而獲得作為製品之丙烯酸。

結果，噴嘴處發生凝固，壓力計儀器發生誤指示，從而無法準確地監視運轉狀態，因此為了消除凝固而停止了裝置。

【0088】 <比較例2>

於將所抽出之母液經由儀器用噴嘴13a及壓力調整閥用噴嘴13b導入至液壓

式洗滌塔1之結晶室15時，未利用雙管式加熱器進行加熱，除此以外，均與實施例1同樣地進行而獲得作為製品之丙烯酸。導入至各噴嘴之前之母液之溫度均為8°C。

結果，噴嘴處發生凝固，壓力計儀器發生誤指示，從而無法準確地監視運轉狀態，因此為了消除凝固而停止了裝置。

【0089】 根據以上之結果可知，化合物之製造方法包括：將含有化合物結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔的步驟；自該液壓式洗滌塔內抽出含有結晶之循環漿料，並使抽出之循環漿料所含之結晶熔融的步驟；使用過濾器自該液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液的步驟；及將該母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度以上的液體，自液壓式洗滌塔之外部導入至設置於液壓式洗滌塔之噴嘴的步驟，該噴嘴不包含於含有該熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液之回送口處設置的噴嘴、及將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路；因此可安全且穩定地獲得高品質之製品。

【符號說明】

【0090】

- 1:液壓式洗滌塔
- 2:對液壓式洗滌塔之結晶室內之含有結晶之漿料進行過濾之過濾器
- 3:連接於過濾器且移送母液之管路
- 4:將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔之結晶室之管路
- 11: (將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔之結晶室之) 供給管線
- 11a:含有結晶之漿料
- 13a: (儀器用) 噴嘴
- 13b: (壓力調整閥用) 噴嘴

- 14:母液捕集室
- 15:結晶室
- 16a,16b:母液移送管線
- 17a,17b:加熱器
- 18:管線
- 19:壓力調整管線
- 20:循環漿料之抽出口
- 21:將循環漿料之抽出口與熔融設備連接之抽出管線
- 22:熔融設備
- 23:（連接於製品抽出口之）製品抽出管線
- 23a:（經純化之）製品
- 24:（將熔融設備與上述回送口連接之）回送管線
- 25:（含有所抽出之結晶之熔融液的循環液之）回送口
- P1,P2:泵

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種化合物之製造方法，其包括：

將含有化合物結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔之步驟；

自該液壓式洗滌塔抽出含有結晶之循環漿料，並使抽出之循環漿料所含之結晶熔融的步驟；

使用過濾器自該液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液的步驟；及

將該母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度以上的液體，自液壓式洗滌塔之外部導入至設置於液壓式洗滌塔之噴嘴的步驟，該噴嘴不包含於含有該熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液之回送口處設置的噴嘴、及將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路，

上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴為選自由儀器用噴嘴、取樣噴嘴、壓力調整閥用噴嘴、內插管插入用噴嘴、及緊急投入用噴嘴所組成之群中之至少一種。

【請求項2】如請求項1之化合物之製造方法，其中，

上述母液之溫度以上的液體含有上述化合物及/或水。

【請求項3】如請求項1或2之化合物之製造方法，其中，

上述母液之溫度以上的液體含有上述母液抽出步驟中所抽出之母液的至少一部分。

【請求項4】如請求項1或2之化合物之製造方法，其中，

上述母液之溫度以上的液體含有對上述母液抽出步驟中所抽出之母液的至少一部分進行加熱而得者。

【請求項5】如請求項1或2之化合物之製造方法，其中，

上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴貫通對上述母液抽出步驟中所抽出之母液進行捕集的母液捕集室，並與液壓式洗滌塔之被供給含有結晶之漿料的結晶室連接。

【請求項6】如請求項1或2之化合物之製造方法，其進而包括：由含化合物之溶液獲得含有化合物結晶之漿料的步驟。

【請求項7】如請求項6之化合物之製造方法，其中，上述含化合物之溶液為(甲基)丙烯酸水溶液或粗(甲基)丙烯酸溶液。

【請求項8】如請求項1或2之化合物之製造方法，其進而包括：由原料獲得含化合物之溶液之步驟。

【請求項9】如請求項8之化合物之製造方法，其中，上述原料為選自由丙烷、丙烯、丙烯醛、異丁烯、甲基丙烯醛、乙酸、乳酸、異丙醇、1,3-丙二醇、丙三醇、及3-羥基丙酸所組成之群中之至少一種。

【請求項10】一種化合物之純化方法，其包括：

將含有化合物結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔的步驟；

自該液壓式洗滌塔抽出含有結晶之循環漿料，並使抽出之循環漿料所含之結晶熔融的步驟；

使用過濾器自該液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液的步驟；及

將該母液抽出步驟中剛抽出之母液之溫度以上的液體，自液壓式洗滌塔之外部導入至設置於液壓式洗滌塔之噴嘴的步驟，該噴嘴不包含於含有該熔融步驟中所獲得之熔融液的循環液之回送口處設置的噴嘴、及將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路，

上述設置於液壓式洗滌塔之噴嘴為選自由儀器用噴嘴、取樣噴嘴、壓力調整閥用噴嘴、內插管插入用噴嘴、及緊急投入用噴嘴所組成之群中之至少一種。

【請求項11】一種純化裝置，其係對結晶進行純化者，其構成為包含：

液壓式洗滌塔，其設置有含有結晶之循環漿料的抽出口及含有所抽出之結晶之熔融液之循環液的回送口；

將含有結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔的管路；

自液壓式洗滌塔內之含有結晶之漿料抽出母液之過濾器；

連接於該過濾器且移送母液之管路；

設置於將液體導入至液壓式洗滌塔之導入口的噴嘴，該噴嘴不包含該回送口處設置的噴嘴、及將含有該結晶之漿料供給至液壓式洗滌塔內之管路；及

使自該抽出口抽出之循環漿料中所含之結晶熔融的設備，

設置於上述導入口之噴嘴為選自由儀器用噴嘴、取樣噴嘴、壓力調整閥用噴嘴、內插管插入用噴嘴、及緊急投入用噴嘴所組成之群中之至少一種。

【請求項12】如請求項11之純化裝置，其中，

設置於上述導入口之噴嘴位於上述液壓式洗滌塔之上表面。

【請求項13】如請求項11或12之純化裝置，其進而包含對所抽出之母液進行捕集的母液捕集室，且

設置於上述導入口之噴嘴貫通母液捕集室，並與液壓式洗滌塔之被供給含有結晶之漿料的結晶室連接。

【請求項14】如請求項11或12之純化裝置，其進而包含對所抽出之母液進行移送的管線，且該管線與設置於上述導入口之噴嘴連接。

【請求項15】如請求項14之純化裝置，其中，

上述母液移送管線具備加熱機構。

