

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5495664号
(P5495664)

(45) 発行日 平成26年5月21日(2014.5.21)

(24) 登録日 平成26年3月14日(2014.3.14)

(51) Int.Cl.	F 1
B01J 4/00	(2006.01) B01J 4/00 105D
C07C 51/43	(2006.01) C07C 51/43
C07C 57/04	(2006.01) C07C 57/04
C08F 6/24	(2006.01) C08F 6/24

請求項の数 6 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2009-184492 (P2009-184492)
(22) 出願日	平成21年8月7日(2009.8.7)
(65) 公開番号	特開2011-36761 (P2011-36761A)
(43) 公開日	平成23年2月24日(2011.2.24)
審査請求日	平成24年7月23日(2012.7.23)

(73) 特許権者	000006035 三菱レイヨン株式会社 東京都千代田区丸の内一丁目1番1号
(74) 代理人	100064908 弁理士 志賀 正武
(74) 代理人	100108578 弁理士 高橋 詔男
(74) 代理人	100089037 弁理士 渡邊 隆
(74) 代理人	100094400 弁理士 鈴木 三義
(74) 代理人	100107836 弁理士 西 和哉
(74) 代理人	100108453 弁理士 村山 靖彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 固体生成方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

固体生成手段内で原料を含む液(A)を処理して原料に由来する固体を含む液(B)を得る工程と、

固体生成手段内の固体を含む液(B)を抜出現路から抜き出す工程と
を有する固体生成方法において、

固体生成手段から固体を含む液(B)を抜き出す前、および/または、抜き出す間、抜出現路に、抜出現路の途中に合流する流体供給流路から流体(C)を供給し、

流体供給流路との合流点よりも下流側の抜出現路に設けられた抜出弁および流体供給流路に設けられた流体供給弁の開閉を、抜出弁および流体供給弁に接続された制御手段によつて下記(I)~(IV)のように制御することを特徴とする固体生成方法。

(I) 抜出弁については、下記条件(a)を満足する開放と、下記条件(b)を満足する完全閉止ないし略閉止とを繰り返す。

条件(a)：固体生成手段からの固体を含む液(B)の抜き出し速度V_e(kg/時間)
が固体生成手段への原料を含む液(A)の平均供給速度V_{sAv}の200%以上となる。
流体(C)として液体を用いる場合には、平均供給速度V_{sAv}は、流体(C)中の液体を含んだ平均供給速度とする。

条件(b)：固体生成手段からの固体を含む液(B)の抜き出し速度V_e(kg/時間)
が固体生成手段への原料を含む液(A)の平均供給速度V_{sAv}の0~10%となる。

(II) 前記条件(a)を満足する抜出弁の開放の頻度を、10分あたり1回以上とする

。

(III) 前記条件 (a) を満足する抜出弁の開放の合計時間を、原料を含む液 (A) の処理開始から処理終了までの時間の 0.1 ~ 20 % とする。

(IV) 流体供給弁については、抜出弁の開放の 1 ~ 60 秒前から抜出弁の開放まで、または、抜出弁の開放の 1 ~ 60 秒前から抜出弁の完全閉止ないし略閉止までの間は開放し、それ以外は閉止する。

【請求項 2】

原料を含む液 (A) が、アクリル酸溶液、またはアクリル酸の結晶を含むスラリーであり、

固体を含む液 (B) が、アクリル酸の結晶を含むスラリーである、請求項 1 に記載の固体生成方法。 10

【請求項 3】

原料を含む液 (A) が、メタクリル酸溶液、またはメタクリル酸の結晶を含むスラリーであり、

固体を含む液 (B) が、メタクリル酸の結晶を含むスラリーである、請求項 1 に記載の固体生成方法。

【請求項 4】

流体 (C) が、アクリル酸溶液である、請求項 2 に記載の固体生成方法。

【請求項 5】

流体 (C) が、メタクリル酸溶液である、請求項 3 に記載の固体生成方法。 20

【請求項 6】

流体 (C) として、さらに不活性ガスを供給する、請求項 4 または 5 に記載の固体生成方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、晶析方法、重合方法等の固体生成方法に関する。

【背景技術】

【0002】

固体生成手段内で原料を含む液を処理して原料に由来する固体を含む液を得た後、固体生成手段内の固体を含む液を抜き出す際に、固体が抜き出し路に詰まることがある。 30

【0003】

例えば、(メタ)アクリル酸の精製を目的に、晶析装置内で(メタ)アクリル酸溶液を冷却して、(メタ)アクリル酸の結晶を含むスラリーを得ることが行われる(特許文献1)。そして、晶析装置内の、(メタ)アクリル酸の結晶を含むスラリーを抜き出し路から抜き出す際に、(メタ)アクリル酸の結晶が抜き出し路に詰まることがある。なお、本明細書において(メタ)アクリル酸とは、アクリル酸またはメタクリル酸をいうものとする。

【0004】

また、重合装置内で、水にモノマーを懸濁させた懸濁液を加熱し、モノマーを重合させて、ポリマーを含むスラリーを得た後、重合装置内の、ポリマーを含むスラリーを抜き出し路から抜き出す際に、ポリマーが抜き出し路に詰まることがある。 40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特許第3559523号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、固体生成手段内の固体を含む液を抜き出し路から抜き出す際に、固体が抜き出し路

50

路に詰まりにくい固体生成システムおよび固体生成方法を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明の固体生成方法は、固体生成手段内で原料を含む液(A)を処理して原料に由来する固体を含む液(B)を得る工程と、固体生成手段から固体を含む液(B)を抜出現路から抜き出す工程とを有する固体生成方法において、固体生成手段から固体を含む液(B)を抜き出す前、および/または、抜き出す間、抜出現路に、抜出現路の途中に合流する流体供給流路から流体(C)を供給し、流体供給流路との合流点よりも下流側の抜出現路に設けられた抜出弁および流体供給流路に設けられた流体供給弁の開閉を、抜出弁および流体供給弁に接続された制御手段によって下記(I)~(IV)のように制御することを特徴とする。10

(I) 抜出弁については、下記条件(a)を満足する開放と、下記条件(b)を満足する完全閉止ないし略閉止とを繰り返す。

条件(a)：固体生成手段からの固体を含む液(B)の抜き出し速度 V_e (kg / 時間)が固体生成手段への原料を含む液(A)の平均供給速度 V_{SAV} の200%以上となる。流体(C)として液体を用いる場合には、平均供給速度 V_{SAV} は、流体(C)中の液体を含んだ平均供給速度とする。

条件(b)：固体生成手段からの固体を含む液(B)の抜き出し速度 V_e (kg / 時間)が固体生成手段への原料を含む液(A)の平均供給速度 V_{SAV} の0~10%となる。

(II) 前記条件(a)を満足する抜出弁の開放の頻度を、10分あたり1回以上とする。20

(III) 前記条件(a)を満足する抜出弁の開放の合計時間を、原料を含む液(A)の処理開始から処理終了までの時間の0.1~20%とする。

(IV) 流体供給弁については、抜出弁の開放の1~60秒前から抜出弁の開放まで、または、抜出弁の開放の1~60秒前から抜出弁の完全閉止ないし略閉止までの間は開放し、それ以外は閉止する。

なお、本明細書において平均供給速度(平均抜き出し速度)は、1時間あたりの供給量(抜き出し量)をいい、単なる供給速度(抜き出し速度)は、ある時点における瞬間的な流量(すなわち瞬間速度)をいうものとする。

【0010】

本発明の固体生成方法においては、原料を含む液(A)が、アクリル酸溶液、またはアクリル酸の結晶を含むスラリーであり、固体を含む液(B)が、アクリル酸の結晶を含むスラリーであることが好ましい。この場合、流体(C)は、アクリル酸溶液であることが好ましい。

本発明の固体生成方法においては、原料を含む液(A)が、メタクリル酸溶液、またはメタクリル酸の結晶を含むスラリーであり、固体を含む液(B)が、メタクリル酸の結晶を含むスラリーであることが好ましい。この場合、流体(C)は、メタクリル酸溶液であることが好ましい。

【0012】

流体(C)として、さらに不活性ガスを供給することが好ましい。40

【発明の効果】

【0013】

本発明の固体生成システムによれば、固体生成手段内の固体を含む液を抜出現路から抜き出す際に、固体が抜出現路に詰まりにくい。

本発明の固体生成方法によれば、固体生成手段内の固体を含む液を抜出現路から抜き出す際に、固体が抜出現路に詰まりにくい。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】本発明の固体生成システムの基本構成を示す構成図である。

【図2】本発明の固体生成システムの一実施形態である、晶析システムの一例を示す構成50

図である。

【図3】本発明の固体生成システムの一実施形態である、重合システムの一例を示す構成図である。

【図4】実施例における各弁の開閉のインターバルを示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0015】

(固体生成システム)

図1は、本発明の固体生成システムの基本構成を示す構成図である。固体生成システム1は、原料を含む液(A)を処理して原料に由来する固体を含む液(B)を得る固体生成手段2と; 固体生成手段2から固体を含む液(B)を抜き出す抜出し路3と; 抜出し路3に設けられた抜出し弁4と; 固体生成手段2と抜出し弁4との間の抜出し路3に合流して流体(C)を供給する流体供給路5と; 流体供給路5に設けられた流体供給弁6と; 抽出弁4および流体供給弁6の開閉を制御する制御手段7とを具備する。ただし、流体(C)を供給する流体供給路5は必要に応じて抜出し弁4の下流側の閉塞を抑制するために、抜出し弁4の下流側にも併せて接続してもよい。

10

【0016】

固体生成システム1としては、晶析システム、重合システム等が挙げられる。

固体生成システム1が晶析システムの場合の固体生成手段2としては、晶析装置等が挙げられる。

固体生成システム1が重合システムの場合の固体生成手段2としては、重合装置等が挙げられる。

20

抜出し弁4および流体供給弁6としては、電磁弁、電動弁、エアー駆動弁等が挙げられる。

【0017】

制御手段7は、処理部(図示略)とインターフェイス部(図示略)と記憶部(図示略)とを具備する。

インターフェイス部は、抜出し弁4および流体供給弁6と、処理部との間を電気的に接続するものである。

処理部は、記憶部に記憶された所定のインターバル、供給速度、抜き出し速度等に基づいて抜出し弁4および流体供給弁6のそれぞれの開閉を制御するものである。

30

【0018】

なお、該処理部は専用のハードウェアにより実現されるものであってもよく、また、該処理部はメモリおよび中央演算装置(CPU)によって構成され、処理部の機能を実現するためのプログラムをメモリにロードして実行することによりその機能を実現させるものであってもよい。

また、制御手段7には、周辺機器として、入力装置、表示装置等が接続されるものとする。ここで、入力装置とは、ディスプレイタッチパネル、スイッチパネル、キーボード等の入力デバイスのことをいい、表示装置とは、CRT、液晶表示装置等のことをいう。

【0019】

(固体生成方法)

40

つぎに、固体生成システム1を用いた固体生成方法について説明する。

まず、固体生成手段2内で原料を含む液(A)を処理して原料に由来する固体を含む液(B)を得る。

ついで、固体生成手段2内の固体を含む液(B)を抜出し路3から抜き出す。

【0020】

本発明においては、固体生成手段2から固体を含む液(B)を抜き出す前、および/または、抜き出す間、抜出し路3に、流体供給路5から流体(C)を供給することに特徴がある。固体を含む液(B)を抜き出す前および抜き出す間、抜出し路3に流体(C)を供給し、抜出し路3から固体生成手段2に向かって流体(C)を逆流させることによって、抜出し路3の入口および内部における固体の詰まりを十分に抑制できる。

50

【0021】

固体生成方法が、晶析方法のように、原料を含む液（A）を固体生成手段2に連続的に（場合によっては断続的に）供給し、固体を含む液（B）を固体生成手段2から断続的に抜き出す方法の場合、固体を含む液（B）の抜き出しの開始ならびに終了、および流体（C）の供給の開始ならびに終了は、制御手段7の記憶部に記憶されたインターバル、供給速度、抜き出し速度等に基づいて、制御手段7の制御部により抜出弁4および流体供給弁6のそれぞれの開閉を下記（I）～（IV）のように制御することにより行うことが好ましい。

【0022】

（I）抜出弁4については、下記条件（a）を満足する開放と、下記条件（b）を満足する完全閉止ないし略閉止とを繰り返す。10

条件（a）：固体生成手段2からの固体を含む液（B）の抜き出し速度 V_e （kg/時間）が固体生成手段2への原料を含む液（A）の平均供給速度 V_{SAV} の200%以上となる。流体（C）として液体を用いる場合には、平均供給速度 V_{SAV} は、流体（C）中の液体を含んだ平均供給速度とする。

条件（b）：固体生成手段2からの固体を含む液（B）の抜き出し速度 V_e （kg/時間）が固体生成手段2への原料を含む液（A）の平均供給速度 V_{SAV} の0～10%となる。

（II）条件（a）を満足する抜出弁4の開放の頻度を、10分あたり1回以上とする。

（III）条件（a）を満足する抜出弁4の開放の合計時間を、原料を含む液（A）の処理開始から処理終了までの時間の0.1～20%とする。20

（IV）流体供給弁6については、抜出弁4の開放の1～60秒前から抜出弁4の開放まで開放し、それ以外は閉止してもよく、抜出弁4の開放の1～60秒前から抜出弁4の開放まで、および抜出弁4の開放から抜出弁4の完全閉止ないし略閉止までの間は開放し、それ以外は閉止してもよい。

【0023】

条件（a）を満足する開放と、条件（b）を満足する完全閉止ないし略閉止とを繰り返すことによって、固体を含む液（B）を連続的に一定の抜き出し速度で抜き出す場合に比べ、抜出流路3における固体を含む液（B）の流れにメリハリが付き、これにより抜出流路3の入口および内部に付着あるいは滞留した固体が押し出され、抜出流路3の入口および内部における固体の詰まりを十分に抑制できる。30

【0024】

条件（a）を満足する開放の頻度を10分あたり1回以上とすることによって、抜出流路3の入口および内部に付着あるいは滞留する固体の量を抑えることができる。

【0025】

抜出弁4の開放の合計時間を、原料を含む液（A）の処理開始から処理終了までの時間の0.1%以上とすることにより、所定の量を安定的に抜き出せる。

抜出弁4の開放の合計時間を、原料を含む液（A）の処理開始から処理終了までの時間の20%以下とすることにより、抜出流路3の径を大きくできるため、抜出流路3の閉塞の頻度を少なくできる。40

【0026】

流体供給弁6の開放開始を、抜出弁4の開放の1秒前およびそれ以前に開始することにより、固体を含む液（B）を抜き出す前および抜き出し開始直後の、抜出流路3における固体の詰まりを取り除き、抜出流路3の閉塞を十分に抑制できる。

流体供給弁6の開放開始を、抜出弁4の開放の60秒前およびそれ以降に開始することにより、流体（C）の流量が抑えられる。抜出流路3の閉塞を抑制できる範囲であれば、流体（C）の流量は低く抑える方が好ましい。

流体供給弁6を、抜出弁4の開放から抜出弁4の完全閉止ないし略閉止までの間、開放することにより、固体を含む液（B）を抜き出している間の、抜出流路3における固体の詰まりを十分に抑制できる。50

【0027】

なお、前記(I)～(III)の範囲内で、固体生成手段2からの固体を含む液(B)の抜き出し速度Ve(kg/時間)が固体生成手段2への原料を含む液(A)の平均供給速度Vs_{A,V}の10%超200%未満となるような抜出弁4の開放を適宜行ってもよい。

【0028】

(晶析システム)

図2は、本発明の固体生成システムの一実施形態である、晶析システムの一例を示す構成図である。晶析システム10は、原料を含む液(A)を冷却して原料の晶析物を含む液(B)を得る第1の晶析装置12と；原料を含む液(A)を冷却して原料の晶析物を含む液(B)を得る第2の晶析装置14と；原料の晶析物を含む液(B)を原料の晶析物とろ液とに分離する固液分離装置16と；ろ液を貯留するろ液タンク18と；原料を含む液(A)を第1の晶析装置12に供給する原料供給流路20と；原料の晶析物を含む液(B)を第1の晶析装置12から抜き出し、原料を含む液(A)として第2の晶析装置14に供給する第1の抜出流路22と；原料の晶析物を含む液(B)を第2の晶析装置14から抜き出し、固液分離装置16に供給する第2の抜出流路24と；固液分離装置16から原料の晶析物を晶析システム10の後段へ移送する移送装置26と；固液分離装置16からろ液をろ液タンク18へ移送する移送流路28と；ろ液タンク18からろ液を、原料を含む液(A)として晶析システム10よりも前段に返送する返送流路30と；原料供給流路20から分岐し、第1の抜出流路22の途中に原料を含む液(A)を流体(C)として供給する第1の流体供給流路32と；ガスタンク33から第1の抜出流路22の途中にガスを流体(C)として供給する第2の流体供給流路34と；返送流路30から分岐し、第1の抜出流路22の途中にろ液を流体(C)として供給する第3の流体供給流路36と；第1の流体供給流路32から分岐し、第2の抜出流路24の途中に原料を含む液(A)を流体(C)として供給する第4の流体供給流路38と；第2の流体供給流路34から分岐し、第2の抜出流路24の途中にガスを流体(C)として供給する第5の流体供給流路40と；第3の流体供給流路36から分岐し、第2の抜出流路24の途中にろ液を流体(C)として供給する第6の流体供給流路42と；第1の流体供給流路32が分岐する位置よりも下流側の原料供給流路20の途中に設けられた原料供給弁44と；第1の流体供給流路32、第2の流体供給流路34および第3の流体供給流路36が合流する位置よりも下流側の第1の抜出流路22の途中に設けられた第1の抜出弁46と；第4の流体供給流路38、第5の流体供給流路40および第6の流体供給流路42が合流する位置よりも下流側の第2の抜出流路24の途中に設けられた第2の抜出弁48と；第3の流体供給流路36が分岐する位置よりも下流側の返送流路30の途中に設けられた返送弁50と；第4の流体供給流路38が分岐する位置よりも下流側の第1の流体供給流路32の途中に設けられた第1の流体供給弁52と；第5の流体供給流路40が分岐する位置よりも下流側の第2の流体供給流路34の途中に設けられた第2の流体供給弁54と；第6の流体供給流路42が分岐する位置よりも下流側の第3の流体供給流路36の途中に設けられた第3の流体供給弁56と；第4の流体供給流路38の途中に設けられた第4の流体供給弁58と；第5の流体供給流路40の途中に設けられた第5の流体供給弁60と；第6の流体供給流路42の途中に設けられた第6の流体供給弁62と；第1の流体供給流路32が分岐する位置よりも上流側の原料供給流路20の途中に設けられた原料供給ポンプ64と；第3の流体供給流路36が分岐する位置よりも上流側の返送流路30の途中に設けられた返送ポンプ66と；前記各弁の開閉を制御する制御手段68とを具備する。

第1の抜出流路22への流体(C)の供給箇所は、第1の抜出弁46よりも上流側が好ましく、第2の抜出流路24への流体(C)の供給箇所は、第2の抜出弁48よりも上流側が好ましい。ただし、流体(C)を供給する各ライン(32、34、36、38、40、42)は必要に応じて抜出弁(46、48)の下流側の閉塞を抑制するために、一部、抜出弁(46、48)の下流側にも併せて接続してもよい。

【0029】

第1の晶析装置12および第2の晶析装置14は、それぞれ、晶析槽70と；晶析槽7

10

20

30

40

50

0の外側から晶析槽70およびその内部を冷却するジャケット72と、晶析槽70の内部を攪拌する攪拌翼74を有する攪拌機76と、晶析槽70内の液面の高さを検出する液面検出手段78とを具備する。液面検出手段78は、制御手段68に電気的に接続される。液面検出手段78としては、超音波センサ、フロート式センサ、圧力式センサ、静電容量式センサ等が挙げられる。

【0030】

固液分離装置16としては、ベルト式脱水機、ドラム式脱水機、遠心脱水機等が挙げられる。

移送装置26としては、スクリューフィーダ、ベルトコンベア等が挙げられる。

各弁としては、電磁弁、電動弁、エアー駆動弁等が挙げられる。

10

【0031】

制御手段68は、処理部(図示略)とインターフェイス部(図示略)と記憶部(図示略)とを具備する。

インターフェイス部は、前記各弁ならびに液面検出手段78と処理部との間を電気的に接続するものである。

処理部は、記憶部に記憶された所定のインターバル、供給速度、抜き出し速度等に基づいて前記各弁のそれぞれの開閉を制御するものである。

【0032】

(晶析方法)

つぎに、晶析システム10を用いた晶析方法について説明する。

20

まず、原料供給弁44を開き、原料供給ポンプ64を駆動させて、原料供給流路20経由で原料を含む液(A)を第1の晶析装置12に、1時間あたりの供給量が所定量となるように連続的に(場合によっては断続的に)供給する。流体(C)として液体を用いる場合には、流体(C)中の液体量も考慮して所定流量となるようとする。

第1の晶析装置12内で、原料を含む液(A)を冷却して原料の晶析物を含む液(B)を得る。

所定のインターバルで第1の抜出弁46の開閉や抜出量の調整を行い、第1の抜出流路22経由で原料の晶析物を含む液(B)を第1の晶析装置12から後述する条件(a1)を満足するように断続的に抜き出し、原料を含む液(A)として第2の晶析装置14に断続的に供給する。

30

【0033】

第2の晶析装置14内で、原料を含む液(A)を冷却して原料の晶析物を含む液(B)を得る。

所定のインターバルで第2の抜出弁48の開閉や抜出量の調整を行い、第2の抜出流路24経由で原料の晶析物を含む液(B)を第2の晶析装置14から後述する条件(a2)を満足するように断続的に抜き出し、固液分離装置16に断続的に供給する。

【0034】

固液分離装置16内で、原料の晶析物を含む液(B)を原料の晶析物とろ液とに分離しながら、移送装置26によって、固液分離装置16から原料の晶析物を晶析システム10の後段へ移送し、かつ移送流路28経由で、固液分離装置16からろ液をろ液タンク18へ移送する。

40

必要に応じて、返送弁50を開き、返送ポンプ66を駆動させて、返送流路30経由でろ液タンク18からろ液を、原料を含む液(A)として晶析システム10よりも前段に返送する。

【0035】

本発明においては、第1の晶析装置12の晶析槽70から原料の晶析物を含む液(B)を抜き出す前および抜き出す間、第1の抜出流路22に、第1の流体供給流路32、第2の流体供給流路34および第3の流体供給流路36からなる群から選ばれる1つ以上の流体供給流路から、流体(C)を供給することに特徴がある。

【0036】

50

また、第2の晶析装置14の晶析槽70から原料の晶析物を含む液(B)を抜き出す前および抜き出す間、第2の抜出路24に、第4の流体供給流路38、第5の流体供給流路40および第6の流体供給流路42からなる群から選ばれる1つ以上の流体供給流路から、流体(C)を供給することに特徴がある。

【0037】

原料の晶析物を含む液(B)を抜き出す前および抜き出す間、第1の抜出路22および第2の抜出路24に流体(C)を供給し、各抜出路から各晶析装置の晶析槽70に向かって流体(C)を逆流させることによって、各抜出路の入口および内部における晶析物の詰まりを十分に抑制できる。

【0038】

第1の抜出路22への流体(C)の供給は、第1の流体供給流路32、第2の流体供給流路34および第3の流体供給流路36からなる群から選ばれる1つ以上の流体供給流路から行えばよい。1つの流体供給流路から流体(C)を供給する場合は、第1の流体供給流路32から原料を含む液(A)または第3の流体供給流路36からろ液を、流体(C)として供給することが好ましく、2つの流体供給流路から流体(C)を供給する場合は、第1の流体供給流路32から原料を含む液(A)または第3の流体供給流路36からろ液を、流体(C)として供給し、同時に第2の流体供給流路34からガスを流体(C)として供給することが好ましい。

【0039】

第2の抜出路24への流体(C)の供給は、第4の流体供給流路38、第5の流体供給流路40および第6の流体供給流路42からなる群から選ばれる1つ以上の流体供給流路から行えばよい。1つの流体供給流路から流体(C)を供給する場合は、第4の流体供給流路38から原料を含む液(A)または第6の流体供給流路42からろ液を、流体(C)として供給することが好ましく、2つの流体供給流路から流体(C)を供給する場合は、第4の流体供給流路38から原料を含む液(A)または第6の流体供給流路42からろ液を、流体(C)として供給し、同時に第5の流体供給流路40からガスを流体(C)として供給することが好ましい。

【0040】

第1の抜出路22からの原料の晶析物を含む液(B)の抜き出しの開始ならびに終了、および第1の抜出路22への流体(C)の供給の開始ならびに終了は、制御手段68の記憶部に記憶されたインターバル、供給速度、抜き出し速度等に基づいて、制御手段68の制御部により第1の抜出弁46の開閉と、第1の流体供給弁52、第2の流体供給弁54および第3の流体供給弁56からなる群から選ばれる1つ以上の流体供給弁の開閉を下記(I)~(IV)のように制御することにより行うことが好ましい。

【0041】

(I) 第1の抜出弁46については、下記条件(a1)を満足する開放と、下記条件(b1)を満足する完全閉止ないし略閉止とを繰り返す。

条件(a1)：第1の晶析装置12の晶析槽70からの原料の晶析物を含む液(B)の抜き出し速度 V_{e1} (kg/時間)が第1の晶析装置12の晶析槽70への原料を含む液(A)の平均供給速度 V_{s1AV} の200%以上となる。流体(C)として液体を用いる場合には、平均供給速度 V_{s1AV} は、流体(C)中の液体を含んだ平均供給速度とする。

条件(b1)：第1の晶析装置12の晶析槽70からの原料の晶析物を含む液(B)の抜き出し速度 V_{e1} (kg/時間)が第1の晶析装置12の晶析槽70への原料を含む液(A)の平均供給速度 V_{s1AV} の0~10%となる。

(II) 条件(a1)を満足する第1の抜出弁46の開放の頻度を、10分あたり1回以上とする。

(III) 条件(a1)を満足する第1の抜出弁46の開放の合計時間を、第1の晶析装置12の晶析槽70における原料の晶析開始から晶析終了までの時間の0.1~20%とする。

10

20

30

40

50

(IV) 流体供給弁については、第1の抜出弁46の開放の1~60秒前から第1の抜出弁46の開放までの間は開放し、それ以外は閉止してもよく、第1の抜出弁46の開放の1~60秒前から第1の抜出弁46の完全閉止ないし略閉止までの間は開放し、それ以外は閉止してもよい。

【0042】

条件(a1)を満足する開放と、条件(b1)を満足する完全閉止ないし略閉止とを繰り返すことによって、原料の晶析物を含む液(B)を連続的に一定の抜き出し速度で抜き出す場合に比べ、第1の抜出流路22における原料の晶析物を含む液(B)の流れにメリハリが付き、これにより第1の抜出流路22の入口および内部に付着あるいは滞留した晶析物が押し出され、第1の抜出流路22の入口および内部における晶析物の詰まりを十分に抑制できる。10

【0043】

条件(a1)を満足する開放の頻度を10分あたり1回以上とすることによって、第1の抜出流路22の入口および内部に付着あるいは滞留する晶析物の量を抑えることができる。

【0044】

条件(a1)を満足する第1の抜出弁46の開放の合計時間を、原料の晶析開始から晶析終了までの時間の0.1%以上とすることにより、所定の量を安定的に抜き出せる。

条件(a1)を満足する第1の抜出弁46の開放の合計時間を、原料の晶析開始から晶析終了までの時間の20%以下とすることにより、第1の抜出流路22の径を大きくできるため、第1の抜出流路22の閉塞の頻度を少なくできる。20

【0045】

各流体供給弁の開放開始を、条件(a1)を満足する第1の抜出弁46の開放の1秒前およびそれ以前に開始することにより、原料の晶析物を含む液(B)を抜き出す前および抜き出し開始直後の、第1の抜出流路22における晶析物の詰まりを取り除き、第1の抜出流路22の閉塞を十分に抑制できる。

各流体供給弁の開放開始を、条件(a1)を満足する第1の抜出弁46の開放の60秒前およびそれ以降に開始することにより、流体(C)の流量が抑えられる。第1の抜出流路22の閉塞を抑制できる範囲であれば、流体(C)の流量は低く抑える方が好ましい。30

各流体供給弁を、第1の抜出弁46の開放から第1の抜出弁46の完全閉止ないし略閉止までの間、開放することにより、原料の晶析物を含む液(B)を抜き出している間の、第1の抜出流路22における晶析物の詰まりを十分に抑制できる。

【0046】

また、第2の抜出流路24からの原料の晶析物を含む液(B)の抜き出しの開始ならびに終了、および第2の抜出流路24への流体(C)の供給の開始ならびに終了は、制御手段68の記憶部に記憶されたインターバル、供給速度、抜き出し速度等に基づいて、制御手段68の制御部により第2の抜出弁48の開閉と、第4の流体供給弁58、第5の流体供給弁60および第6の流体供給弁62からなる群から選ばれる1つ以上の流体供給弁の開閉を下記(I)~(IV)のように制御することにより行うことが好ましい。40

【0047】

(I) 第2の抜出弁48については、条件(a2)を満足する開放と、下記条件(b2)を満足する完全閉止ないし略閉止とを繰り返す。

条件(a2)：第2の晶析装置14の晶析槽70からの原料の晶析物を含む液(B)の抜き出し速度 V_{e2} (kg/時間)が第2の晶析装置14の晶析槽70への原料を含む液(A)の平均供給速度 V_{s2AV} の200%以上となる。流体(C)として液体を用いる場合には、平均供給速度 V_{s2AV} は、流体(C)中の液体を含んだ平均供給速度とする。

条件(b2)：第2の晶析装置14の晶析槽70からの原料の晶析物を含む液(B)の抜き出し速度 V_{e2} (kg/時間)が第2の晶析装置14の晶析槽70への原料を含む液(A)の平均供給速度 V_{s2AV} の0~10%となる。50

(II) 条件 (a 2) を満足する第 2 の抜出弁 4 8 の開放の頻度を、10 分あたり 1 回以上とする。

(III) 条件 (a 2) を満足する第 2 の抜出弁 4 8 の開放の合計時間を、第 2 の晶析装置 1 4 の晶析槽 7 0 における原料の晶析開始から晶析終了までの時間の 0.1 ~ 20 % とする。

(IV) 流体供給弁については、第 2 の抜出弁 4 8 の開放の 1 ~ 60 秒前から第 2 の抜出弁 4 8 の開放まで、および第 2 の抜出弁 4 8 の開放から第 2 の抜出弁 4 8 の完全閉止ないし略閉止までの間は開放し、それ以外は閉止する。

【0048】

条件 (a 2) を満足する開放と、条件 (b 2) を満足する完全閉止ないし略閉止とを繰り返すことによって、原料の晶析物を含む液 (B) を連続的に一定の抜き出し速度で抜き出す場合に比べ、第 2 の抜出流路 2 4 における原料の晶析物を含む液 (B) の流れにメリハリが付き、これにより第 2 の抜出流路 2 4 の入口および内部に付着あるいは滞留した晶析物が押し出され、第 2 の抜出流路 2 4 の入口および内部における晶析物の詰まりを十分に抑制できる。10

【0049】

条件 (a 2) を満足する開放の頻度を 10 分あたり 1 回以上することによって、第 2 の抜出流路 2 4 の入口および内部に付着あるいは滞留する晶析物の量を抑えることができる。

【0050】

条件 (a 2) を満足する第 2 の抜出弁 4 8 の開放の合計時間を、原料の晶析開始から晶析終了までの時間の 0.1 % 以上とすることにより、所定の量を安定的に抜き出せる。20

条件 (a 2) を満足する第 2 の抜出弁 4 8 の開放の合計時間を、原料の晶析開始から晶析終了までの時間の 20 % 以下とすることにより、第 2 の抜出流路 2 4 の径を大きくできるため、第 2 の抜出流路 2 4 の閉塞の頻度を少なくできる。

【0051】

各流体供給弁の開放開始を、条件 (a 2) を満足する第 2 の抜出弁 4 8 の開放の 1 秒前およびそれ以前に開始することにより、原料の晶析物を含む液 (B) を抜き出す前および抜き出し開始直後の、第 2 の抜出流路 2 4 における晶析物の詰まりを取り除き、第 2 の抜出流路 2 4 の閉塞を十分に抑制できる。30

各流体供給弁の開放開始を、条件 (a 2) を満足する第 2 の抜出弁 4 8 の開放の 60 秒前およびそれ以降に開始することにより、流体 (C) の流量が抑えられる。第 2 の抜出流路 2 4 の閉塞を抑制できる範囲であれば、流体 (C) の流量は低く抑える方が好ましい。

各流体供給弁を、第 2 の抜出弁 4 8 の開放から第 2 の抜出弁 4 8 の完全閉止ないし略閉止までの間、開放することにより、原料の晶析物を含む液 (B) を抜き出している間の、第 2 の抜出流路 2 4 における晶析物の詰まりを十分に抑制できる。

【0052】

なお、各抜出弁の開閉や流量調整、および各流体供給弁の開閉や流量調整のインターバルは、各晶析装置の晶析槽 7 0 に設けられた液面検出手段 7 8 からの液面の高さの情報に基づいて、前記 (I) ~ (IV) の範囲内で適宜調整してもよい。40

また、前記 (I) ~ (III) の範囲内で、晶析装置からの原料の晶析物を含む液 (B) の抜き出し速度 V_e (kg / 時間) が原料を含む液 (A) の平均供給速度 V_{SAV} の 10 % 超 200 % 未満となるような各抜出弁の開放を適宜行ってもよい。

【0053】

原料を含む液 (A) の原料は、冷却によって晶析するものであれば特に限定はされない。該原料としては、アクリル系モノマー（アクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル等）が好ましく、メタクリル酸がより好ましい。

【0054】

原料を含む液 (A) としては、アクリル系モノマー溶液、またはアクリル系モノマーの結晶を含むスラリーが好ましく、(メタ)アクリル酸溶液、または(メタ)アクリル酸の50

結晶を含むスラリーがより好ましい。必要に応じて被処理流体に結晶析出温度を調整するための成分を添加してもよい。例えば被処理流体として粗製(メタ)アクリル酸を用いる場合、第二成分として(メタ)アクリル酸と固溶体を形成しない極性有機物質を添加することにより、結晶析出温度を低下させることができる。極性有機物質の具体例としては、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等が挙げられる。該第二成分の添加量は1~35質量%の範囲内が好ましい。

【0055】

原料の晶析物を含む液(B)としては、原料を含む液(A)と同種のアクリル系モノマーの結晶を含むスラリーが好ましく、(メタ)アクリル酸の結晶を含むスラリーがより好ましい。原料の晶析物を含む液(B)が原料をも含む場合は、該原料の晶析物を含む液(B)は、原料を含む液(A)として取り扱ってもよい。10

【0056】

流体(C)としては、原料を含む液(A)、ガス、原料の晶析物を含む液(B)から分離されたろ液(すなわち、再利用される原料を含む液(A))等が挙げられる。ガスとしては、窒素ガス、窒素と空気の混合ガス、ヘリウムガス等が挙げられ、窒素ガスが好ましい。1つの流体供給流路から流体(C)を供給する場合は、流体供給流路から原料を含む液(A)またはろ液を供給することが好ましい。2つの流体供給流路から流体(C)を供給する場合は、それぞれの流体供給流路から、原料を含む液(A)またはろ液、およびガスを供給することが好ましく、原料を含む液(A)と同種の(メタ)アクリル酸溶液および不活性ガス(窒素ガス、ヘリウムガス等)を供給することがより好ましい。20

【0057】

(重合システム)

図3は、本発明の固体生成システムの一実施形態である、重合システムの一例を示す構成図である。重合システム80は、水にモノマー(原料)を懸濁させた懸濁液(A)を加熱してモノマーを重合させ、ポリマー(固体)を含むスラリー(B)を得る重合装置82と；スラリー(B)をポリマーとろ液とに分離する固液分離装置84と；ろ液を貯留するろ液タンク86と；懸濁液(A)を重合装置82に供給する原料供給流路88と；スラリー(B)を重合装置82から抜き出し固液分離装置84に供給する抜出現路90と；固液分離装置84からろ液をろ液タンク86へ移送する移送流路94と；ろ液タンク86からろ液を、廃液として重合システム80から排出する排出流路96と；抜出現路90の途中に水を流体(C)として供給する第1の流体供給流路98と；ガスタンク100から抜出現路90の途中にガスを流体(C)として供給する第2の流体供給流路102と；排出流路96から分岐し、抜出現路90の途中にろ液を流体(C)として供給する第3の流体供給流路104と；原料供給流路88の途中に設けられた原料供給弁106と；第1の流体供給流路98、第2の流体供給流路102および第3の流体供給流路104が合流する位置よりも下流側の抜出現路90の途中に設けられた抜出现弁108と；第3の流体供給流路104が分岐する位置よりも下流側の排出流路96の途中に設けられた排出弁110と；第1の流体供給流路98の途中に設けられた第1の流体供給弁112と；第2の流体供給流路102の途中に設けられた第2の流体供給弁114と；第3の流体供給流路104の途中に設けられた第3の流体供給弁116と；原料供給弁106よりも上流側の原料供給流路88の途中に設けられた原料供給ポンプ118と；第3の流体供給流路104が分岐する位置よりも上流側の排出流路96の途中に設けられた排出ポンプ120と；第1の流体供給流路98の途中に設けられた流体供給ポンプ121と；前記各弁の開閉を制御する制御手段122とを具備する。ただし、流体(C)を供給する各ライン(112、114、116)は、必要に応じて抜出現弁108の下流側の閉塞を抑制するために、一部、抜出現弁108の下流側にも併せて接続してもよい。30

【0058】

重合装置82は、重合釜124と；重合釜124の外側から重合釜124およびその内部を冷却するジャケット126と、重合釜124の内部を攪拌する攪拌翼128を有する40

搅拌機 130とを具備する。

【0059】

固液分離装置 84としては、ベルト式脱水機、ドラム式脱水機、遠心脱水機等が挙げられる。

移送装置 92としては、スクリューフィーダ、ベルトコンベア等が挙げられる。

各弁としては、電磁弁、電動弁、エアー駆動弁等が挙げられる。

【0060】

制御手段 122は、処理部(図示略)とインターフェイス部(図示略)と記憶部(図示略)とを具備する。

インターフェイス部は、前記各弁と処理部との間を電気的に接続するものである。

10

処理部は、記憶部に記憶された所定のインターバル、供給速度、抜き出し速度等に基づいて前記各弁のそれぞれの開閉を制御するものである。

【0061】

(重合方法)

つぎに、重合システム 80を用いた重合方法について説明する。

まず、原料供給弁 106を開き、原料供給ポンプ 118を駆動させて、原料供給流路 88経由で、水にモノマーを懸濁させた懸濁液(A)を重合装置 82に供給する。

重合装置 82内で、懸濁液(A)を加熱してモノマーの重合を行い、ポリマーを含むスラリー(B)を得る。

モノマーの重合が完了した後、拔出弁 108を開き、拔出流路 90経由でスラリー(B)を重合装置 82から抜き出し、固液分離装置 84に供給する。

20

【0062】

固液分離装置 84内で、スラリー(B)をポリマーとろ液とに分離しながら、移送装置 92によって、固液分離装置 84からポリマーを重合システム 80の後段へ移送し、かつ移送流路 94経由で、固液分離装置 84からろ液をろ液タンク 86へ移送する。

必要に応じて、排出弁 110を開き、排出ポンプ 120を駆動させて、排出流路 96経由でろ液タンク 86からろ液を重合システム 80の外に排出する。

【0063】

本発明においては、重合装置 82の重合釜 124からスラリー(B)を抜き出す前および抜き出す間、拔出流路 90に、第1の流体供給流路 98、第2の流体供給流路 102および第3の流体供給流路 104からなる群から選ばれる1つ以上の流体供給流路から、流体(C)を供給することに特徴がある。

30

【0064】

スラリー(B)を抜き出す前および抜き出す間、拔出流路 90に流体(C)を供給し、拔出流路 90から重合装置 82の重合釜 124に向かって流体(C)を逆流させることによって、拔出流路 90の入口および内部におけるポリマーの詰まりを十分に抑制できる。

【0065】

拔出流路 90への流体(C)の供給は、第1の流体供給流路 98、第2の流体供給流路 102および第3の流体供給流路 104からなる群から選ばれる1つ以上の流体供給流路から行えよ。1つの流体供給流路から流体(C)を供給する場合は、第1の流体供給流路 98から水を流体(C)として供給することが好ましく、2つの流体供給流路から流体(C)を供給する場合は、第1の流体供給流路 98から水を流体(C)として供給し、同時に第2の流体供給流路 102からガスを流体(C)として供給することが好ましい。

40

【0066】

拔出流路 90からのスラリー(B)の抜き出しの開始ならびに終了、および拔出流路 90への流体(C)の供給の開始ならびに終了は、制御手段 122の記憶部に記憶されたインターバルに基づいて、制御手段 122の制御部により拔出弁 108の開閉と、第1の流体供給弁 112、第2の流体供給弁 114および第3の流体供給弁 116からなる群から選ばれる1つ以上の流体供給弁の開閉を制御することにより行うことが好ましい。

【0067】

50

懸濁液(A)のモノマーは、加熱によって重合するものであれば特に限定はされない。該モノマーとしては、アクリル系モノマー(アクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル等)、ビニル系モノマー(スチレン等)が挙げられる。

【0068】

流体(C)としては、水、ガス、スラリー(B)から分離されたる液等が挙げられる。ガスとしては、窒素ガス、空気、窒素と空気の混合ガス、ヘリウムガス等が挙げられる。1つの流体供給流路から流体(C)を供給する場合は、流体供給流路から水を供給することが好ましい。2つの流体供給流路から流体(C)を供給する場合は、それぞれの流体供給流路から水およびガスを供給することが好ましい。

【実施例】

10

【0069】

以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0070】

【実施例1】

図2に示す晶析システム10を用いて、粗メタクリル酸の精製を行った。

晶析槽70の内部の温度は4~7に調整した。

【0071】

粗メタクリル酸としては、メタクロレインを分子状酸素で接触気相酸化して得られた液体を蒸留して得られたものを用いた。

20

粗メタクリル酸にメタノールを加え、メタノール濃度が5質量%のメタクリル酸溶液を調製した。

【0072】

メタクリル酸溶液を第1の晶析装置12に平均供給速度 $V_{S1AV} = 1900\text{ kg/h}$ で連続的(一部断続的)に供給し、メタクリル酸溶液を冷却してメタクリル酸を晶析させ、メタクリル酸の結晶を含むスラリーを得た。

第1の晶析装置12には、原料供給流路20経由で供給されるメタクリル酸溶液(平均供給速度 $V_{S1-1AV} = 1800\text{ kg/h}$)と第1の流体供給流路32経由で供給されるメタクリル酸溶液(平均供給速度 $V_{S1-2AV} = 100\text{ kg/h}$)の合計として、平均供給速度 $V_{S1AV} = 1900\text{ kg/h}$ で供給した。

30

【0073】

メタクリル酸の晶析を行っている間、制御手段68により第1の抜出弁46を、図4に示す(i)のインターバルで開閉させ、これを繰り返し、第1の抜水流路22経由でメタクリル酸の結晶を含むスラリーを第1の晶析装置12から平均抜き出し速度 $V_{e1AV} = 1900\text{ kg/h}$ で断続的に抜き出し、第2の晶析装置14に平均供給速度 $V_{S2-1AV} = 1900\text{ kg/h}$ で断続的に供給した。

【0074】

この際、第1の抜出弁46の開放時における、第1の晶析装置12からのメタクリル酸の結晶を含むスラリーの抜き出し速度 V_{e1} (瞬間速度)は39900kg/hであり、メタクリル酸溶液の平均供給速度 V_{S1AV} の2100%であった。

40

また、開放時以外は、第1の抜出弁46は完全閉止(すなわち、抜き出し速度 V_{e1} (瞬間速度)は0kg/hであり、メタクリル酸溶液の平均供給速度 V_{S1AV} の0%)であった。

また、第1の抜出弁46の開放の頻度は、10分あたり9~10回であった。

また、第1の抜出弁46の開放の合計時間は、原料の晶析開始から晶析終了までの時間の4.8%であった。

【0075】

また同時に、制御手段68により第1の流体供給弁52および第2の流体供給弁54を、図4に示す(ii)のインターバルで開閉させ、これを繰り返し、第1の晶析装置12の晶析槽70からメタクリル酸の結晶を含むスラリーを抜き出す前および抜き出す間、第1

50

の抜出路 22 に、第1の流体供給路 32 および第2の流体供給路 34 から、それぞれメタクリル酸溶液（平均供給速度 $V_{S1-2AV} = 100 \text{ kg / 時間}$ （第1の流体供給弁 52 が開の間の供給速度 V_{S1-2} （瞬間速度）= 225 kg / 時間 ））および窒素ガス（第2の流体供給弁 54 が開の間の平均供給速度 = $1 \text{ m}^3 / \text{時間}$ ）を供給した。

【0076】

第2の晶析装置 14 内で、メタクリル酸の結晶を含むスラリーを冷却してメタクリル酸をさらに晶析させ、メタクリル酸の結晶を含むスラリーを得た。

【0077】

第2の晶析装置 14 には、第1の抜出路 22 経由で供給されるメタクリル酸の結晶を含むスラリー（平均供給速度 $V_{S2-1AV} = 1900 \text{ kg / 時間}$ ）と第4の流体供給路 38 経由で供給されるメタクリル酸溶液（平均供給速度 $V_{S2-2AV} = 100 \text{ kg / 時間}$ ）の合計として、平均供給速度 $V_{S2AV} = 2000 \text{ kg / 時間}$ で断続的に供給した。
10

メタクリル酸の晶析を行っている間、制御手段 68 により第2の抜出弁 48 を、図4に示す（i）のインターバルで開閉させ、これを繰り返し、第2の抜出路 24 経由でメタクリル酸の結晶を含むスラリーを第2の晶析装置 14 から平均抜き出し速度 $V_{e2AV} = 2000 \text{ kg / 時間}$ で断続的に抜き出し、固液分離装置 16 に断続的に供給した。

【0078】

この際、第2の抜出弁 48 の開放時における、第2の晶析装置 14 からのメタクリル酸の結晶を含むスラリーの抜き出し速度 V_{e2} （瞬間速度）は 42000 kg / 時間 であり、メタクリル酸溶液の平均供給速度 V_{S2AV} の 2100% であった。
20

また、開放時以外は、第2の抜出弁 48 は完全閉止（すなわち、抜き出し速度 V_{e2} （瞬間速度）は 0 kg / 時間 であり、メタクリル酸溶液の平均供給速度 V_{S2AV} の 0% ）であった。

また、第2の抜出弁 48 の開放の頻度は、10分あたり $9 \sim 10$ 回であった。

また、第2の抜出弁 48 の開放の合計時間は、原料の晶析開始から晶析終了までの時間の 4.8% であった。

【0079】

また同時に、制御手段 68 により第4の流体供給弁 58 および第5の流体供給弁 60 を、図4に示す（ii）のインターバルで開閉させ、これを繰り返し、第2の晶析装置 14 の晶析槽 70 からメタクリル酸の結晶を含むスラリーを抜き出す前および抜き出す間、第2の抜出路 24 に、第4の流体供給路 38 および第5の流体供給路 40 から、それぞれメタクリル酸溶液（平均供給速度 $V_{S2-2AV} = 100 \text{ kg / 時間}$ （第4の流体供給弁 58 が開の間の供給速度 V_{S2-2} （瞬間速度）= 225 kg / 時間 ））および窒素ガス（第5の流体供給弁 60 が開の間の平均供給速度 = $1 \text{ m}^3 / \text{時間}$ ）を供給した。
30

【0080】

固液分離装置 16 内で、メタクリル酸の結晶を含むスラリーを、メタクリル酸の結晶とろ液とに分離しながら、移送装置 26 によって、固液分離装置 16 からメタクリル酸の結晶を晶析システム 10 の後段へ移送し、かつ移送路 28 経由で、固液分離装置 16 からろ液をろ液タンク 18 へ移送した。
40

【0081】

200時間連続して粗メタクリル酸の精製を行ったが、各抜出路の入口および内部においてメタクリル酸の結晶が詰まることはなかった。

【0082】

〔比較例1〕

各流体供給路から各抜出路へメタクリル酸溶液および窒素ガスを供給しなかった以外は、実施例1と同様にして粗メタクリル酸の精製を行った。精製開始から20時間後、抜出路におけるメタクリル酸の結晶の詰まりが確認された。

【0083】

〔実施例2～3〕

各条件を表1のように変更した以外は、実施例1と同様にして粗メタクリル酸の精製を行った。200時間連続して粗メタクリル酸の精製を行ったが、各抜出口の入口および内部においてメタクリル酸の結晶が詰まることはなかった。

【0084】

【表1】

	単位	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
i) 開放時間	秒	3	10	3	3
i) 完全閉止ないし略閉止時間	秒	60	53	60	60
ii) 開放時間	秒	28	28	28	—
ii) 完全閉止ないし略閉止時間	秒	35	35	35	—
V _{s1_AV}	kg／時間	1900	1900	1900	1800
V _{s1-1_AV}	kg／時間	1800	1800	1800	1800
V _{s1-2_AV}	kg／時間	100	100	100	0
V _{s1-2(開)}	kg／時間	225	225	225	0
V _{e1(開)}	kg／時間	39900	11970	38000	37800
供給量に対して	%	2100	630	2000	2100
V _{e1(閉)}	kg／時間	0	0	95	0
供給量に対して	%	0	0	5	0
開放頻度	回／10分	9~10	9~10	9~10	9~10
開放時間割合	%	4.8	15.9	4.8	4.8
V _{s2_AV}	kg／時間	2000	2000	2000	1800
V _{s2-1_AV}	kg／時間	1900	1900	1900	1800
V _{s2-2_AV}	kg／時間	100	100	100	0
V _{s2-2(開)}	kg／時間	225	225	225	0
V _{e2(開)}	kg／時間	42000	12600	40000	37800
供給量に対して	%	2100	630	2000	2100
V _{e2(閉)}	kg／時間	0	0	100	0
供給量に対して	%	0	0	5	0
開放頻度	回／10分	9~10	9~10	9~10	9~10
開放時間割合	%	4.8	15.9	4.8	4.8
連続精製可能時間	時間	200以上	200以上	200以上	20

10

20

30

【産業上の利用可能性】

【0085】

固体生成システムおよび固体生成方法は、メタクリル酸の晶析に特に有用である。

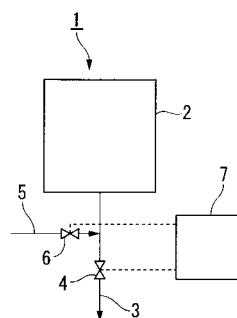
【符号の説明】

【0086】

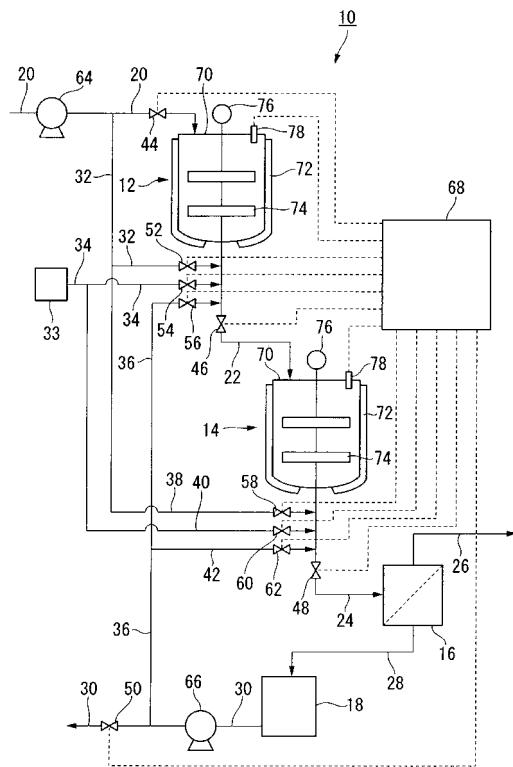
1 固体生成システム、2 固体生成手段、3 抜出流路、4 抜出弁、5 流体供給流路、6 流体供給弁、7 制御手段、10 晶析システム、12 第1の晶析装置、14 第2の晶析装置、22 第1の抜出流路、24 第2の抜出流路、32 第1の流体供給流路、34 第2の流体供給流路、36 第3の流体供給流路、38 第4の流体供給流路、40 第5の流体供給流路、42 第6の流体供給流路、46 第1の抜出弁、48 第2の抜出弁、52 第1の流体供給弁、54 第2の流体供給弁、56 第3の流体供給弁、58 第4の流体供給弁、60 第5の流体供給弁、62 第6の流体供給弁、68 制御手段、80 重合システム、82 重合装置、90 抜出流路、98 第1の流体供給流路、102 第2の流体供給流路、104 第3の流体供給流路、108 抜出弁、112 第1の流体供給弁、114 第2の流体供給弁、116 第3の流体供給弁、122 制御手段

40

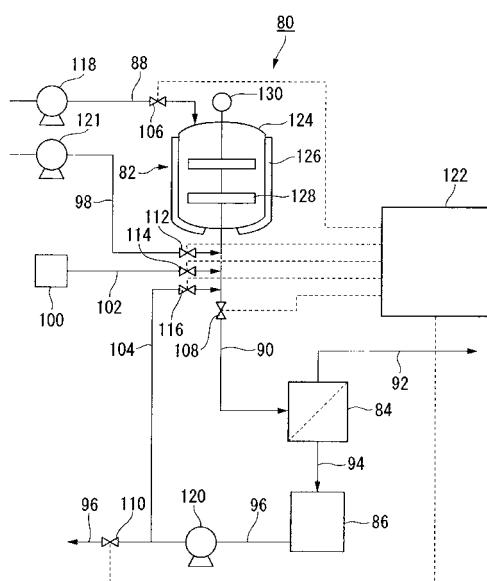
【図1】



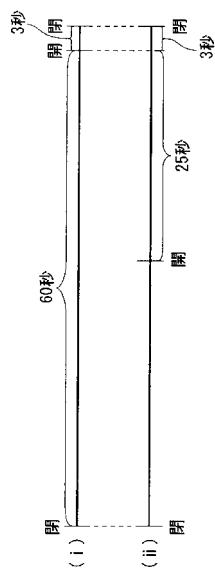
【 四 2 】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 福井 友基
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 富川 大輔
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 日野 智道
東京都港区港南一丁目6番41号 三菱レイヨン株式会社内

(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 百富 宣生
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

審査官 増田 健司

(56)参考文献 特開昭49-098369(JP,A)
特開平06-174200(JP,A)
特許第3559523(JP,B2)
特開昭51-121472(JP,A)
特開2003-103156(JP,A)
特開昭54-123575(JP,A)
特表2003-530376(JP,A)
特開2006-143612(JP,A)
国際公開第99/006348(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01J 4/00
C07C 51/43
C07C 57/04
C08F 6/24