

(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
2022年6月30日(30.06.2022)



(10) 国際公開番号

WO 2022/138409 A1

(51) 国際特許分類:
C08G 64/02 (2006.01) *C08G 64/40* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2021/046403

(22) 国際出願日: 2021年12月16日(16.12.2021)

(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 2020-213981 2020年12月23日(23.12.2020) JP

(71) 出願人: 住友精化株式会社(SUMITOMO SEIKA
CHEMICALS CO., LTD.) [JP/JP]; 〒6750145 兵
庫 県 加 古 郡 播 磨 町 宮 西 3 4 6 番 地
の 1 Hyogo (JP).

(72) 発明者: 舟 田 敦 司 (FUNADA, Atsushi);
〒6728076 兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番
地 住友精化株式会社内 Hyogo (JP). 八軒 静
香(HACHIKEN, Shizuka); 〒6728076 兵庫県姫
路市飾磨区入船町 1 番地 住友精化株式会
社内 Hyogo (JP). 幸田 徳士(KODA, Tokushi);
〒6728076 兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番
地 住友精化株式会社内 Hyogo (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人三枝国際特許事務
所(SAEGUSA & PARTNERS); 〒5410045 大阪
府 大 阪 市 中 央 区 道 修 町 1 - 7 - 1 北
浜コニシビル 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, DJ, DK, DM, DO, DZ,
EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN,
HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH,
KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, WS, 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, ST, 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:

一 国際調査報告(条約第21条(3))

(54) Title: RESIN PURIFICATION METHOD

(54) 発明の名称: 樹脂精製方法

(57) Abstract: Provided is a method for efficiently removing impurities from an aliphatic polycarbonate resin while suppressing a decrease in the mass average molecular weight of the aliphatic polycarbonate resin. More specifically, provided is a method for purifying an aliphatic polycarbonate resin, wherein the method includes (A) mixing a resin solution obtained by dissolving an aliphatic polycarbonate resin in a good solvent with a poor solvent or a nonsolvent of the aliphatic polycarbonate resin and precipitating the aliphatic polycarbonate resin and (B) applying a wash solution obtained by mixing a good solvent with a poor solvent or a nonsolvent in a mass ratio of 7:3-3:7 to the precipitated aliphatic polycarbonate resin obtained in (A).

(57) 要約: 脂肪族ポリカーボネート樹脂の質量平均分子量の低下は抑制しつつ、脂肪族ポリカーボネート樹脂から効率的に不純物を取り除く方法が提供される。より具体的には、脂肪族ポリカーボネート樹脂の精製方法であって、(A) 脂肪族ポリカーボネート樹脂が良溶媒に溶解した樹脂溶液と、当該脂肪族ポリカーボネート樹脂の貧溶媒若しくは非溶媒とを混合し、脂肪族ポリカーボネート樹脂を析出させること、(B) 良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒とが、質量比7:3~3:7で混合された洗浄液を、(A)で得られた、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂に適用すること、を含む、方法が提供される。



WO 2022/138409 A1

明 細 書

発明の名称：樹脂精製方法

技術分野

[0001] 本開示は、樹脂精製方法等に関し、より詳細には脂肪族ポリカーボネート樹脂の精製方法等に関する。なお、本明細書に記載される全ての文献の内容は参照により本明細書に組み込まれる。

背景技術

[0002] 産業の発展に伴い、二酸化炭素の大量排出が問題となっていることから、二酸化炭素の排出を抑制する技術、あるいは、二酸化炭素を物理的又は化学的に固定化する技術に関する研究が盛んに行われている。中でも、二酸化炭素とエポキシドとの共重合反応を利用した脂肪族ポリカーボネートの製造技術は、二酸化炭素の化学的固定という観点のみならず、炭素資源としての二酸化炭素の有効利用という観点からも注目されている。

[0003] 脂肪族ポリカーボネートは、例えばバインダー（特に金属ペーストやセラミック等のバインダー）や、ポリオレフィンの樹脂改質等のために有用である。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：国際公開第2016／158175号

特許文献2：特開2017－78117号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] モノマーを重合させて脂肪族ポリカーボネートを調製するにあたり、モノマーそのものや副生成物が不純物として脂肪族ポリカーボネート樹脂に含有される場合があるが、このような不純物はできる限り除去する（すなわち精製する）ことが望ましい。但し、精製により、脂肪族ポリカーボネート樹脂の重合度が低下する（つまり、質量平均分子量が低下する）と脂肪族ポリカ

ーボネート樹脂の有する特性が失われるおそれもあるため、できるだけ重合度の低下が起こらないように精製することが望ましい。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明者らは、ポリカーボネート樹脂を溶解させ、これに貧溶媒若しくは非溶媒を加えてポリカーボネート樹脂を析出させ、更に特定の洗浄液により当該析出したポリカーボネート樹脂を洗浄することにより、ポリカーボネート樹脂の質量平均分子量の低下が抑制され、且つ効率的に不純物を取り除くことができる可能性を見だし、さらに改良を重ねた。

[0007] 本開示は例えば以下の項に記載の主題を包含する。

項 1.

脂肪族ポリカーボネート樹脂の精製方法であって、

(A) 脂肪族ポリカーボネート樹脂が良溶媒に溶解した樹脂溶液と、当該脂肪族ポリカーボネート樹脂の貧溶媒若しくは非溶媒とを混合し、脂肪族ポリカーボネート樹脂を析出させること、

(B) 良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒とが、質量比 7 : 3 ~ 3 : 7 で混合された洗浄液を、(A) で得られた、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂に適用すること、

を含む、方法。

項 2.

(A) における樹脂溶液に用いられる良溶媒と、(B) の洗浄液に用いられる良溶媒とが、同じ溶媒であり、

(A) において用いられる貧溶媒若しくは非溶媒と、(B) の洗浄液に用いられる貧溶媒若しくは非溶媒とが、同じ溶媒である、

項 1 に記載の方法。

項 3.

(A) で得られた混合液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比を $X : Y$ (但し $X + Y = 10$) としたとき、洗浄液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比が、 $(X - 1) : (Y + 1) \sim (X + 1) :$

(Y-1)である、項1又は2に記載の方法。

項4.

前記洗浄液が、前記良溶媒と前記貧溶媒若しくは非溶媒とが、質量比5 : 5 ~ 3 : 7で混合された洗浄液である、項1 ~ 3のいずれかに記載の方法。

項5.

前記良溶媒が、ケトン系溶媒、ハロゲン化炭化水素系溶媒、エーテル系溶媒、エステル系溶媒、アミド系溶媒、及びカーボネート系溶媒からなる群より選択される少なくとも1種である、項1 ~ 4のいずれかに記載の方法。

項6.

前記貧溶媒若しくは非溶媒が、水、アルコール系溶媒、及び脂肪族炭化水素系溶媒からなる群より選択される少なくとも1種である、項1 ~ 5のいずれかに記載の方法。

項7.

脂肪族ポリカーボネート樹脂が、ポリエチレンカーボネート樹脂、ポリプロピレンカーボネート樹脂、ポリブチレンカーボネート樹脂、ポリ(プロピレン・シクロヘキセン)カーボネート共重合樹脂、及びポリシクロヘキセンカーボネート樹脂からなる群より選択される少なくとも1種である、項1 ~ 6のいずれかに記載の方法。

項8.

(A) 脂肪族ポリカーボネート樹脂が良溶媒に溶解した樹脂溶液と、当該脂肪族ポリカーボネート樹脂の貧溶媒若しくは非溶媒とを混合し、脂肪族ポリカーボネート樹脂を析出させること、

(B) 良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒とが、質量比7 : 3 ~ 3 : 7で混合された洗浄液を、(A)で得られた、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂に適用すること、

を含む、

脂肪族ポリカーボネート樹脂における、脂肪族ポリカーボネートのモノマー及び脂肪族カーボネートの合計濃度が6500 ppm以下であり、脂肪族ポ

リカーボネート樹脂の平均分子量低下率が25%以下である、
不純物低減脂肪族ポリカーボネート樹脂の製造方法。

項9.

(A)における樹脂溶液に用いられる良溶媒と、(B)の洗浄液に用いられる良溶媒とが、同じ溶媒であり、

(A)において用いられる貧溶媒若しくは非溶媒と、(B)の洗浄液に用いられる貧溶媒若しくは非溶媒とが、同じ溶媒である、

項8に記載の方法。

項10.

(A)で得られた混合液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比を $X:Y$ (但し $X+Y=10$)としたとき、洗浄液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比が、 $(X-1):(Y+1) \sim (X+1):(Y-1)$ である、項8又は9に記載の方法。

発明の効果

[0008] 脂肪族ポリカーボネート樹脂の質量平均分子量の低下は抑制しつつ、脂肪族ポリカーボネート樹脂から効率的に不純物を取り除くことができる。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]本開示の方法を押出機を用いて行った場合の、押出機への供給及び押出機からの排出の概要を示す。

発明を実施するための形態

[0010] 以下、本開示に包含される各実施形態について、さらに詳細に説明する。
本開示は、脂肪族ポリカーボネート樹脂の精製方法あるいは不純物低減脂肪族ポリカーボネート樹脂の製造方法等を好ましく包含するが、これらに限定されるわけではなく、本開示は本明細書に開示され当業者が認識できる全てを包含する。

[0011] 本開示に包含される脂肪族ポリカーボネート樹脂の精製方法は、下述する(A)及び(B)の各工程を含む。以下、本開示に包含される当該精製方法を「本開示の精製方法」ということがある。なお、当該精製方法により、不

純物が低減された脂肪族ポリカーボネート樹脂を製造することができることから、当該精製方法の説明は、そのまま不純物低減脂肪族ポリカーボネート樹脂の製造方法にも当てはまる。特に本開示に包含される不純物低減脂肪族ポリカーボネート樹脂の製造方法を、「本開示の製造方法」とよぶことがある。

[0012] 本開示の精製方法は、下述する（Ａ）及び（Ｂ）の各工程を含む。

（Ａ）脂肪族ポリカーボネート樹脂が良溶媒に溶解した樹脂溶液と、当該脂肪族ポリカーボネート樹脂の貧溶媒若しくは非溶媒とを混合し、脂肪族ポリカーボネート樹脂を析出させること

（Ｂ）前記良溶媒と前記貧溶媒若しくは非溶媒とが、質量比 7 : 3 ~ 3 : 7 で混合された洗浄液を、（Ａ）で得られた、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂に適用すること

[0013] 工程（Ａ）では、脂肪族ポリカーボネート樹脂溶液と貧溶媒若しくは非溶媒とを混合し、脂肪族ポリカーボネート樹脂を析出させる。脂肪族ポリカーボネート樹脂溶液は、脂肪族ポリカーボネート樹脂が、当該脂肪族ポリカーボネート樹脂の良溶媒に溶解した溶液である。良溶媒としては、脂肪族ポリカーボネート樹脂が溶解する限り特に限定はされないが、例えば、アセトン、メチルエチルケトン等のケトン系溶媒、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、1,1-ジクロロエタン、1,2-ジクロロエタン、エチルクロリド、トリクロロエタン、1-クロロプロパン、2-クロロプロパン、1-クロロブタン、2-クロロブタン、1-クロロ-2-メチルプロパン、クロロベンゼン、ブロモベンゼン等のハロゲン化炭化水素系溶媒；ジメトキシエタン、テトラヒドロフラン、2-メチルテトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン、1,3-ジオキソラン等のエーテル系溶媒；酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸n-プロピル、酢酸イソプロピル等のエステル系溶媒；N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド等のアミド系溶媒；ジメチルカーボネート、エチルメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、プロピレンカーボネート等のカーボネート系溶媒等が挙げられる。中でもアセトン、メチルエチルケトン、塩化メチレン、

酢酸メチル、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート等が好ましい。

良溶媒は、1種単独で又は2種以上を組み合わせる用いることができる。

[0014] また、用いる貧溶媒若しくは非溶媒は、脂肪族ポリカーボネート樹脂を溶解させ難く、脂肪族ポリカーボネート樹脂溶液と混合することで脂肪族ポリカーボネート樹脂を析出させることができる限り、特に限定はされないが、例えば水のほか、メタノール、イソプロピルアルコール、ブタノール等のアルコール系溶媒、ノルマルヘキサン、ノルマルヘプタン等の脂肪族炭化水素系溶媒等があげられる。中でもメタノール、イソプロピルアルコール、ノルマルヘキサン等が好ましい。貧溶媒若しくは非溶媒は、1種単独で又は2種以上を組み合わせる用いることができる。

[0015] 工程（A）において、用いられる貧溶媒若しくは非溶媒の量は、脂肪族ポリカーボネート樹脂溶液と混合することで脂肪族ポリカーボネート樹脂を析出させることができる限り、特に限定はされない。例えば、脂肪族ポリカーボネート樹脂溶液に含まれる良溶媒1質量部に対して0.1～10質量部程度が例示される。当該範囲の上限又は下限は、例えば0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8、0.9、1、1.1、1.2、1.3、1.4、1.5、1.6、1.7、1.8、1.9、2、2.1、2.2、2.3、2.4、2.5、2.6、2.7、2.8、2.9、3、3.1、3.2、3.3、3.4、3.5、3.6、3.7、3.8、3.9、4、4.1、4.2、4.3、4.4、4.5、4.6、4.7、4.8、4.9、5、5.1、5.2、5.3、5.4、5.5、5.6、5.7、5.8、5.9、6、6.1、6.2、6.3、6.4、6.5、6.6、6.7、6.8、6.9、7、7.1、7.2、7.3、7.4、7.5、7.6、7.7、7.8、7.9、8、8.1、8.2、8.3、8.4、8.5、8.6、8.7、8.8、8.9、9、9.1、9.2、9.3、9.4、9.5、9.6、9.7、9.8、又は9.9質量部であってもよい。例えば当該範囲は0.5～8程度であってもよい。

[0016] なお、ある脂肪族ポリカーボネートの良溶媒とは、25℃において当該脂

脂肪族ポリカーボネートを5質量%以上溶解する溶媒であり、ある脂肪族ポリカーボネートの貧溶媒とは、25℃において当該脂肪族ポリカーボネートを5質量%未満しか溶解しないが膨潤させる溶媒であり、ある脂肪族ポリカーボネートの貧溶媒とは、25℃において当該脂肪族ポリカーボネートを5質量%未満しか溶解せず膨潤もさせない溶媒である。

[0017] 脂肪族ポリカーボネート樹脂は特に限定されないが、例えば、ポリアルキレンカーボネート樹脂が好ましく、二酸化炭素とエポキシドとを反応（共重合反応）させて得られるポリアルキレンカーボネートがより好ましい。

[0018] エポキシドとしては、特に限定されるものではないが、例えば、エチレンオキシド、プロピレンオキシド、1-ブテンオキシド、2-ブテンオキシド、イソブチレンオキシド、1-ペンテンオキシド、2-ペンテンオキシド、1-ヘキセンオキシド、1-オクテンオキシド、1-デセンオキシド、シクロペンテンオキシド、シクロヘキセンオキシド、スチレンオキシド、ビニルシクロヘキサンオキシド、3-フェニルプロピレンオキシド、3,3,3-トリフルオロプロピレンオキシド、3-ナフチルプロピレンオキシド、3-フェノキシプロピレンオキシド、3-ナフトキシプロピレンオキシド、ブタジエンモノオキシド、アリルグリシジルエーテル、3-ビニルオキシプロピレンオキシドおよび3-トリメチルシリルオキシプロピレンオキシド等が挙げられる。中でも、高い反応性を有する観点から、エチレンオキシドおよびプロピレンオキシドが好ましい。これらのエポキシドは、それぞれ単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

[0019] 二酸化炭素の使用圧力は、特に限定されないが、通常、0.1~20 MPaであることが好ましく、0.1~10 MPaであることがより好ましく、0.1~5 MPaであることがさらに好ましい。二酸化炭素は一括で供給しても良いし、間欠的に、もしくは連続的に供給しても良い。

[0020] なお、二酸化炭素とエポキシドとを反応（共重合反応）させる際、触媒を用いてもよい。このような触媒としては、二酸化炭素とエポキシドとを反応させるために用いられる公知の触媒を用いることができる。例えば、無機亜

鉛化合物を用いることができ、より具体的には例えば無機亜鉛化合物と脂肪族ジカルボン酸と脂肪族モノカルボン酸とを反応させて得られる有機亜鉛化合物を用いることができる。

[0021] 前記共重合反応に用いられる溶媒としては、特に限定されるものではなく、種々の有機溶媒を用いることができる。このような有機溶媒としては、具体的には、例えば、ペンタン、ヘキサン、オクタン、デカン、シクロヘキサン等の脂肪族炭化水素系溶媒；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素系溶媒；ジクロロメタン、クロロホルム、1, 2-ジクロロエタン、クロロベンゼン、ブロモベンゼン等のハロゲン化炭化水素系溶媒；酢酸エチル、酢酸イソプロピル、酢酸ブチル等のエステル系溶媒；テトラヒドロフラン、1, 4-ジオキサン等のエーテル系溶媒；ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、プロピレンカーボネート等のカーボネート類系溶媒等が挙げられる。

[0022] 前記溶媒の使用量は、特に制限されるものではないが、反応を円滑にさせる観点および使用量に見合うだけの効果を得る観点から、例えばエポキシド 100質量部に対して500～10000質量部であることが好ましい。また、溶媒を使用しなくてもよい。

[0023] 当該共重合反応の反応温度は、特に限定されないが、例えば20～100℃であるのが好ましく、40～80℃であるのがより好ましい。反応時間は、反応温度により異なるために一概には言えないが、例えば、2～40時間である。

[0024] 前記亜鉛触媒組成物と二酸化炭素とエポキシドとの混合方法は、特に限定されるものではないが、混合の容易さから、例えば前記亜鉛触媒組成物とエポキシドとを混合した後に二酸化炭素を添加する方法がある。

[0025] また、かくして得られるポリアルキレンカーボネートは、例えば、ろ過あるいは希酸水溶液や希アルカリ水溶液を用いた洗浄により触媒等を除去した後、必要に応じて再沈殿した後に、減圧乾燥法等を用いて乾燥することにより単離することができる。

- [0026] 本開示の精製方法で精製される脂肪族ポリカーボネート樹脂としては、より具体的には、例えばポリエチレンカーボネート樹脂、ポリプロピレンカーボネート樹脂、ポリブチレンカーボネート樹脂、ポリ（プロピレン・シクロヘキセン）カーボネート共重合樹脂、ポリシクロヘキセンカーボネート樹脂等が挙げられる。また、2種以上のエポキシドを用いた脂肪族ポリカーボネート樹脂は、ランダム重合体でもよいし、ブロック重合体でもよい。より詳細には、エポキシドと CO_2 とで一つのユニットであるとし、2種以上のユニットが、ランダム重合していても、ブロック重合していてもよい。例えば、エポキシドがプロピレンオキシド（PO）及びシクロヘキセンオキシド（CHO）とすると $\text{PO}-\text{CO}_2$ ユニット及び $\text{CHO}-\text{CO}_2$ ユニットのそれぞれがランダムに連結していてもよいし、ブロックを形成していてもよい。
- [0027] また、脂肪族ポリカーボネートは、分子鎖中（主鎖末端や側鎖中）にヒドロキシ基、カルボキシ基、アミノ基、エステル基などの官能基を有していてもよい。
- [0028] 脂肪族ポリカーボネート樹脂溶液における脂肪族ポリカーボネート樹脂の濃度は、特に限定はされない。例えば、5～30質量％程度を挙げることができる。当該範囲の上限又は下限は例えば6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、16、17、18、19、20、21、22、23、24、25、26、27、28、又は29質量％であってもよい。例えば当該範囲は10～20質量％程度であってもよい。
- [0029] 工程（B）では、（A）で得られた、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂に洗浄液を適用する。
- [0030] 洗浄液は、良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒とが、質量比7：3～3：7で混合された液である。当該質量比は、例えば、6.5：3.5～3：7、6：4～3：7、5.5：4.5～3：7、5：5～3：7、4.5：5.5～3：7、又は4：6～3：7であってもよい。なお、ここで洗浄液は脂肪族ポリカーボネート樹脂の良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒の混合液であれば特に限定されないが、脂肪族ポリカーボネート樹脂溶液に用いた良溶媒と同

じ溶媒と、脂肪族ポリカーボネート樹脂を析出させるために脂肪族ポリカーボネート樹脂溶液に混合した貧溶媒若しくは非溶媒と同じ溶媒との組み合わせが好ましい。

[0031] また、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂へ洗浄液を適用するにあたり、工程（A）で得られた混合液（脂肪族ポリカーボネート樹脂が析出している）の上澄液を除去してあってもよい。換言すれば、本開示の精製方法においては、工程（A）と（B）との間に、工程（a 1）（A）で得られた混合液から上澄みを除去すること、が含まれていてもよい。この場合は、例えば、上澄液が除去されて残った、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂へ洗浄液を加えることで、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂に洗浄液を適用することができる。また、工程（a 1）を含まない場合であっても、工程（A）で得られた混合液に洗浄液を加えることによって、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂に洗浄液を適用することができる。本開示の精製方法は、工程（a 1）を含む物が好ましい。

[0032] 工程（B）の後に、（b 1）さらに上澄液を除去すること、が含まれることが好ましい。当該上澄液は、工程（B）で適用した洗浄液若しくは洗浄液を含む液である。工程（B）及び（b 1）をワンセットとして、一回の洗浄工程と考えた場合、洗浄工程は1回又は2以上（例えば2、3、又は4回）繰り返してもよい。例えば、本開示の精製方法が、（a 1）工程を含み、且つ洗浄工程を2回繰り返す場合、具体的には、（A）→（a 1）→（B）→（b 1）→（B）→（b 1）という工程がこの順に行われることになる。

[0033] なお、洗浄工程を2回以上繰り返す場合、用いる洗浄液の組成は同一であっても異なってもよく、同一であることが好ましい。

[0034] また、洗浄液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比は、（A）で得られた混合液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比と類似することが好ましい。より具体的には、（A）で得られた混合液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比を $X : Y$ （但し $X + Y = 10$ ）としたとき、洗浄液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量

比が、 $(X-1) : (Y+1) \sim (X+1) : (Y-1)$ であることが好ましい。例えば、(A)で得られた混合液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比が4 : 6であるとする、洗浄液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比が、3 : 7 ~ 5 : 5であることが好ましい。当該 $(X-1) : (Y+1) \sim (X+1) : (Y-1)$ の比は、例えば、 $(X-n) : (Y+n) \sim (X+n) : (Y-n)$ と表記したときに、 $n=0$ 、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8、又は0.9である比であってもよい。なお、ここで $n=0$ とは、洗浄液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比は、(A)で得られた混合液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比と同じであることを意味する。

[0035] なお、特に限定はされないが、洗浄工程が終了した段階で得られるゲル状の樹脂の硬さが、0.05 ~ 100N程度であることが好ましく、0.1 ~ 80N程度であることがより好ましい。当該範囲の上限又は下限は、例えば0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8、0.9、1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、16、17、18、19、20、21、22、23、24、25、26、27、28、29、30、31、32、33、34、35、36、37、38、39、40、41、42、43、44、45、46、47、48、49、50、51、52、53、54、55、56、57、58、59、60、61、62、63、64、65、66、67、68、69、70、71、72、73、74、75、76、77、78、又は79Nであってもよい。例えば当該範囲は0.5 ~ 50N程度であってもよい。当該樹脂の硬さが柔らかすぎると洗浄性が若干低くなり、硬すぎると分量の低下抑制が若干弱くなる傾向がある。

[0036] 洗浄工程が終了した段階で得られるゲル状の樹脂は、さらに乾燥させてもよい。例えば、減圧乾燥法等を用いて乾燥することができる。当該乾燥を、別の押出機（特に二軸押出機）で行ってもよいし、同じ押出機の後半部分を

用いて行っても（つまり、同じ押出機の後半で乾燥工程を行っても）よい。

[0037] 本開示の精製方法により、脂肪族ポリカーボネート樹脂の質量平均分子量の低下は抑制しつつ、脂肪族ポリカーボネート樹脂から効率的に不純物を取り除くことができる。

[0038] 好ましくは、本開示の精製方法により、脂肪族ポリカーボネート樹脂における、脂肪族ポリカーボネートのモノマー及び環状脂肪族カーボネート（副生成物）の合計濃度を、6500 ppm以下とすることができる。より好ましくは、6400、6300、6200、6100、6000、5900、5800、5700、5600、5500、5400、5300、5200、5100、5000、4900、4800、4700、4600、4500、4400、4300、4200、4100、4000、3900、3800、3700、3600、3500、3400、3300、3200、3100、3000、2900、2800、2700、2600、2500、2400、2300、2200、2100、2000、1900、1800、1700、1600、1500、1400、1300、1200、1100、1000、900、800、700、600、500、400、又は300 ppm以下であってもよい。

[0039] また、好ましくは、本開示の精製方法により精製された脂肪族ポリカーボネート樹脂の質量平均分子量の低下率は25%以下である。好ましくは、24、23、22、21、20、19、18、17、16、15、14、13、12、11、10、9、8、7、6、5、4、3、2、又は1%以下であってもよい。なお、本開示の精製方法に供される前の脂肪族ポリカーボネート樹脂の質量平均分子量を100%としたときの、本開示の精製方法により精製された脂肪族ポリカーボネート樹脂の質量平均分子量が α %である場合、低下率は $(100 - \alpha)$ %である。

[0040] なお、質量平均分子量は、脂肪族ポリカーボネート樹脂の濃度が0.5%のN，N-ジメチルホルムアミド溶液を調製し、高速液体クロマトグラフを用いて測定し、同一条件で測定した質量平均分子量が既知のポリスチレンと

比較することにより算出した値である。なお、測定条件は、次の通りとする。

カラム：GPCカラム（昭和電工株式会社の商品名、Shodex OHP ac SB-800シリーズ）

カラム温度：40℃

溶出液：0.005 mol/L 臭化リチウム-N,N-ジメチルホルムアミド溶液

流速：1.0 mL/min

[0041] 特に制限されるわけではないが、本開示の精製方法は、押出機（例えば二軸押出機）を用いて行うことが好ましい。なお、押出機（例えば二軸押出機）等を用いて行う場合、工程（A）においては、ポリカーボネート樹脂溶液と貧溶媒若しくは非溶媒とは、それぞれ一定の速度で押出機に供給されることが好ましい。それぞれが一定の速度で供給されることにより、混合された際、得られる混合液における良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との組成（特に質量比）が同じに保たれるため、一定の品質を管理するという観点から好ましい。また、二軸押出機としては、例えば、脂肪族ポリカーボネート樹脂溶液及び貧溶媒若しくは非溶媒を同一口から供給するため、共有口が1つ備わっているものであってもよいし、あるいは、脂肪族ポリカーボネート樹脂溶液及び貧溶媒若しくは非溶媒を別々に供給するために、供給口が2つ又はそれ以上備わっているものであってもよい。また、上澄液を除去するために、排出口が1つ又は2つ以上（例えば2、3、又は4）備わっているものが好ましい。

[0042] なお、本明細書において「含む」とは、「本質的にからなる」と、「からなる」をも包含する（The term "comprising" includes "consisting essentially of" and "consisting of."）。また、本開示は、本明細書に説明した構成要件を任意の組み合わせを全て包含する。

[0043] また、上述した本開示の各実施形態について説明した各種特性（性質、構造、機能等）は、本開示に包含される主題を特定するにあたり、どのように組み合わせられてもよい。すなわち、本開示には、本明細書に記載される組

み合わせ可能な各特性のあらゆる組み合わせからなる主題が全て包含される。

実施例

[0044] 以下、例を示して本開示の実施形態をより具体的に説明するが、本開示の実施形態は下記の例に限定されるものではない。

[0045] [製造例 1] (有機亜鉛触媒の製造)

攪拌機、窒素ガス導入管、温度計、ディーンスターク装置、還流冷却装置を備えた 100 L 容の反応器に、酸化亜鉛 3.1 kg (38 mol)、グルタル酸 5.2 kg (39 mol)、酢酸 45.6 g (0.8 mol) およびトルエン 30.4 kg を仕込んだ。次に、反応系内に 20 L/min の流量で窒素を流しながら、55℃まで昇温し、同温度で 4 時間攪拌して反応させた。その後、110℃まで昇温し、さらに同温度で 2 時間攪拌して共沸脱水させ水分を除去した後、室温まで冷却して、有機亜鉛触媒を含むスラリー液を得た。

[0046] [製造例 2] (ポリプロピレンカーボネート樹脂の製造)

攪拌機、ガス導入管、温度計を備えた 100 L 容のオートクレーブの系内をあらかじめ窒素雰囲気中に置換した後、製造例 1 により得られた有機亜鉛触媒を含むスラリー液 5.9 kg (有機亜鉛触媒を 6.75 mol 含む)、酢酸エチル 28.8 kg、プロピレンオキシド 3.9 kg (67.1 mol) を仕込んだ。次に、攪拌下、二酸化炭素を加え、反応系内が 1.0 MPa となるまで二酸化炭素を充填した。その後、60℃に昇温し、反応により消費される二酸化炭素を補給しながら 24 時間重合反応を行なった。反応終了後、オートクレーブを冷却して脱圧し樹脂溶液を得た。このバッチ操作を 3 回行い、得られた樹脂溶液を混合し、ろ過した後、減圧乾燥してポリプロピレンカーボネート樹脂 18.0 kg を得た。得られたポリプロピレンカーボネート樹脂の質量平均分子量は、340,000 であった。また、得られた樹脂中に含まれる副生物、及び残存モノマーを分析したところ、副生物のプロピレンカーボネート = 10 (wt%)、残存モノマーのプロピレンオキシド

= N. D. (不検出)であった。

[0047] [製造例3] (ポリ(プロピレン・シクロヘキセン)カーボネート共重合樹脂の製造) 製造例2のプロピレンオキシド3.9kg(67.1mol)に代えて、プロピレンオキシド2.0kg(34.4mol)、シクロヘキセンオキシド3.4kg(34.7mol)を使用し、バッチ操作を1回とした以外は製造例2と同様の操作を行い、ポリ(プロピレン・シクロヘキセン)カーボネート共重合樹脂7.0kgを得た。得られたポリ(プロピレン・シクロヘキセン)カーボネート共重合樹脂の質量平均分子量は、340,000であった。また、得られた樹脂中に含まれる副生物、及び残存モノマーを分析したところ、副生物のプロピレンカーボネート=3(wt%)、シクロヘキセンカーボネート=N. D. (不検出)、残存モノマーのプロピレンオキシド=N. D. (不検出)、残存モノマーのシクロヘキセンオキシド=4(wt%)であった。

[0048] [製造例4] (ポリシクロヘキセンカーボネート樹脂の製造)

製造例2のプロピレンオキシド3.9kg(67.1mol)に代えて、シクロヘキセンオキシド6.6kg(67.3mol)を使用し、酢酸エチルを33.1kgと、重合反応時間を48時間と、バッチ操作を1回とした以外は製造例2と同様の操作を行い、ポリシクロヘキセンカーボネート樹脂8.0kgを得た。得られたポリシクロヘキセンカーボネート樹脂の質量平均分子量は、380,000であった。また、得られた樹脂中に含まれる副生物、及び残存モノマーを分析したところ、副生物のシクロヘキセンカーボネート=N. D. (不検出)、残存モノマーのシクロヘキセンオキシド=16(wt%)であった。

[0049] なお、上記製造例2～4で調製した樹脂の質量平均分子量は、下記「樹脂評価方法1」に記載の方法に従って求めた。また、副生物及び残存モノマー量については、下記「樹脂の評価方法2」に記載の方法に従って求めた。

[0050] [樹脂の評価方法1]

質量平均分子量は、樹脂の濃度が0.5%のN,N-ジメチルホルムアミド

溶液を調製し、高速液体クロマトグラフを用いて測定し、同一条件で測定した質量平均分子量が既知のポリスチレンと比較することにより算出した値である。なお、測定条件は、

カラム：GPCカラム（昭和電工株式会社の商品名、Shodex OHPac SB-800シリーズ）

カラム温度：40℃

溶出液：0.005 mol/L 臭化リチウム-N,N-ジメチルホルムアミド溶液

流速：1.0 mL/min

とした。

[0051] また、評価基準は次の通りとした。

◎（低減率抑制効果にとっても優れる）：分子量低下率10.0%未満

○（低減率抑制効果に優れる）：分子量低下率10.0%～25.0%

×（低減率抑制効果に劣る）：分子量低下率25.0%より大きい

[0052] [樹脂の評価方法2]

副生成物（具体的にはプロピレンカーボネート及びシクロヘキセンカーボネート）、及び残存モノマー（具体的にはプロピレンオキシド及びシクロヘキセンオキシド）は、樹脂及びNMR内部標準物質フェナントレンの濃度がそれぞれ1.0%の重クロロホルム溶液を調製し、これを¹H-NMRで分析して得られた結果から算出した。具体的には、2.7 ppm付近のプロピレンオキシドのメチン水素に由来するピークの積分値をA、3.1 ppm付近のシクロヘキセンオキシドのメチン水素に由来するピークの積分値をB、4.5 ppm付近のプロピレンカーボネートのメチン水素に由来するピークの積分値をC、4.0 ppm付近のシクロヘキセンカーボネートのメチン水素に由来するピークの積分値をD、8.7 ppm付近のフェナントレンの4位、及び5位の水素に由来するピークの積分値をEとし、次の等式を用いて算出した。

[0053] 製造例記載の乾燥後の樹脂については以下の等式を用いて算出した。

プロピレンオキシドの含有量（wt%）＝（フェナントレン重量[g] × A

$$\times 58 \times 100) / (E / 2 \times 178 \times \text{樹脂重量 [g]})$$

$$\text{シクロヘキセンオキシドの含有量 (wt\%)} = (\text{フェナントレン重量 [g]}$$

$$\times B \times 98 \times 100) / (E / 2 \times 178 \times \text{樹脂重量 [g]})$$

$$\text{プロピレンカーボネートの含有量 (wt\%)} = (\text{フェナントレン重量 [g]}$$

$$\times C \times 102 \times 100) / (E / 2 \times 178 \times \text{樹脂重量 [g]})$$

$$\text{シクロヘキセンカーボネートの含有量 (wt\%)} = (\text{フェナントレン重量 [g]} \times D \times 142 \times 100) / (E / 2 \times 178 \times \text{樹脂重量 [g]})$$

[0054] 実施例記載の精製後のゲル状の樹脂については以下の等式を用いて算出した。

$$\text{プロピレンオキシドの含有量 (wt\%)} = ((\text{フェナントレン重量 [g]} \times A \times 58 \times 100) / (E / 2 \times 178 \times \text{ゲル状の樹脂重量 [g]})) / (\text{ゲル状の樹脂の固形分濃度})$$

$$\text{シクロヘキセンオキシドの含有量 (wt\%)} = ((\text{フェナントレン重量 [g]} \times B \times 98 \times 100) / (E / 2 \times 178 \times \text{ゲル状の樹脂重量 [g]})) / (\text{ゲル状の樹脂の固形分濃度})$$

$$\text{プロピレンカーボネートの含有量 (wt\%)} = ((\text{フェナントレン重量 [g]} \times C \times 102 \times 100) / (E / 2 \times 178 \times \text{ゲル状の樹脂重量 [g]})) / (\text{ゲル状の樹脂の固形分濃度})$$

$$\text{シクロヘキセンカーボネートの含有量 (wt\%)} = ((\text{フェナントレン重量 [g]} \times D \times 142 \times 100) / (E / 2 \times 178 \times \text{ゲル状の樹脂重量 [g]})) / (\text{ゲル状の樹脂の固形分濃度})$$

[0055] 下述する「各樹脂の精製」に従って得られるゲル状の樹脂の固形分濃度は次のように求めた。

ゲル状の樹脂 0.3 g 及びアセトン 4.7 g を、蓋ができるサンプル瓶へ精秤し、完全に溶解するまで振とうし、樹脂溶解液を得た。当該樹脂溶解液をアルミ製のシャーレに精秤した。105℃、絶対圧 1 kPa 以下の条件下にて、1.5 時間乾燥させ、乾燥前後の重量と溶解時の秤量値から固形分濃度を算出した。具体的には以下の等式を用いて算出した。

ゲル状の樹脂の固形分濃度 (w t %) =

$$\left(\left(\text{乾燥後の樹脂の重量 [g]} \times 100 \right) / \text{乾燥前の樹脂溶解溶液の重量 [g]} \right) / \left(\text{ゲル状の樹脂の重量 [g]} / \left(\text{ゲル状の樹脂の重量 [g]} + \text{アセトン重量 [g]} \right) \right)$$

[0056] また、評価基準は次の通りとした。

◎ (洗浄性にとても優れる) : 樹脂中の副生成物及び残存モノマーの合計値が 5000 ppm 以下

○ (洗浄性に優れる) : 樹脂中の副生成物及び残存モノマーの合計値が 5000 ppm より高く 15000 ppm 以下

× (洗浄性に劣る) : 樹脂中の副生成物及び残存モノマーの合計値が 15000 ppm より高い

[0057] [樹脂の評価方法 3]

析出及び洗浄後の溶媒を含んだゲル状樹脂 (図 1 における「ゲル状の樹脂」) の硬さは、島津製作所製小型卓上試験機EZ-TESTシリーズ型番EZ-SXを用いて測定し、同一条件で測定した試験力の 5 回測定平均値とした。なお、測定条件は、

試験種類 : 圧縮

上部圧縮治具 : 平板 (直径 20 mm)

圧縮速度 : 20 cm/min

押し込みストローク : 8 mm

とした。

[0058] [各樹脂の精製]

各種良溶媒 (表 1 参照) を用いて、樹脂濃度が 16 重量%である樹脂溶液を調製した。供給口を 4 か所及び排出口を 3 か所備える、スクリー径 32 mm (L/D = 70) の噛合型且つ同方向回転型の二軸押出機を用いた。スクリー回転数は 100 rpm とし、シリンダー温度の制御は実施せず室温とした。なお、供給口からは樹脂溶液、非溶媒又は貧溶媒、あるいは洗浄溶液を供給し、排出口からは上澄液を排出した。押出機への供給及び押出機から

の排出の概要を図 1 に示す。

図 1 に示されるように、二軸押出機に樹脂液及び貧溶媒若しくは非溶媒を供給し、樹脂が析出した後に上澄みを除去し、これに洗浄液 1 を供給して洗浄した後上澄みを除去し、さらに洗浄液 2 を供給して洗浄した後上澄みを除去することで、ゲル状の樹脂を得た。なお、洗浄液 1 及び洗浄液 2 は、いずれも同じ組成の液を用いた。すなわち、洗浄液 1 及び洗浄液 2 として、表 1 に示す質量比率で良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒とを混合した液を用いた。

[0059] [実施例 1 ～ 20、比較例 1 ～ 2]

各樹脂液、洗浄液 1、及び洗浄液 2 をそれぞれ 14.6 kg/h r で、また、貧溶媒若しくは非溶媒は表 1 に示す供給速度で、二軸押出機に連続的に仕込み、樹脂の析出及び洗浄を実施し、二軸押出機の出口より溶媒を含んだゲル状の樹脂を取得した。当該ゲル状の樹脂の硬さを表 1 に示す。

[0060] なお、貧溶媒若しくは非溶媒を表 1 に示す供給速度で供給することによって、各実施例においては、樹脂溶液と貧溶媒若しくは非溶媒とを混合した際に得られる溶液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比率が、用いる洗浄液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比率と、同じになる。

[0061] また、得られたゲル状の樹脂の不純物濃度（すなわち副生成物及び残存モノマーの合計濃度）、質量平均分子量、及び硬さを、上記の樹脂の評価方法 1 ～ 3 に記載の方法に従って測定した。当該不純物濃度は、上記の樹脂の評価方法 2 に記載の方法により副生成物量及び残存モノマー量の合計量を算出し、これをゲル状の樹脂の重量で除して濃度を求めた。また、質量平均分子量に関しては、各製造例で製造された樹脂から精製処理後にどの程度質量平均分子量が低下したかを算出した。当該値を分子量低下率（%）として表 1 に示す。

[0062]

[表1]

	使用した樹脂	良溶媒	貧溶媒 非溶媒	貧／非溶媒 供給速度 (kg/hr)	良溶媒： 貧／非溶媒 (質量比)	樹脂硬さ (N)	分子量 低下率 (%)	分子量低下 抑制効果 (◎○×)	不純物濃度 (ppm)	洗浄性 (◎○×)
実施例1	製造例2	アセトン	メタノール	5.3	7:3	0.1	※	◎	6000	○
実施例2				12.3	5:5	5	5.8	◎	1700	◎
実施例3				28.6	3:7	24	16.1	○	400	◎
実施例4			イソプロピル アルコール	5.3	7:3	0.1	※	◎	6200	○
実施例5				12.3	5:5	7	4.9	◎	1500	◎
実施例6				28.6	3:7	31	15.6	○	700	◎
実施例7			ノルマル ヘキサン	5.3	7:3	0.3	※	◎	5500	○
実施例8				12.3	5:5	5	6.7	◎	3000	◎
実施例9				28.6	3:7	15	16.8	○	2500	◎
実施例10		メチルエチルケトン	メタノール	5.3	7:3	0.1	※	◎	6000	○
実施例11				8.2	6:4	2	※	◎	1400	◎
実施例12				12.3	5:5	12	10.9	○	700	◎
実施例13		塩化メチレン	メタノール	28.6	3:7	2	9.6	◎	3700	◎
実施例14		酢酸メチル	メタノール	28.6	3:7	26	7.1	◎	800	◎
実施例15		炭酸ジメチル	メタノール	12.3	5:5	1	※	◎	5300	○
実施例16				18.4	4:6	6	※	◎	4500	◎
実施例17				28.6	3:7	23	15.8	○	2200	◎
実施例18		炭酸ジエチル	メタノール	28.6	3:7	12	※	◎	800	◎
実施例19	製造例3	塩化メチレン	メタノール	28.6	3:7	7	5.1	◎	200	◎
実施例20	製造例4	塩化メチレン	メタノール	28.6	3:7	15	※	◎	600	◎
比較例1	製造例2	炭酸ジメチル	メタノール	110.4	1:9	189	31.1	×	1600	◎

※分子量低下率1.0%以下

請求の範囲

- [請求項1] 脂肪族ポリカーボネート樹脂の精製方法であって、
- (A) 脂肪族ポリカーボネート樹脂が良溶媒に溶解した樹脂溶液と、当該脂肪族ポリカーボネート樹脂の貧溶媒若しくは非溶媒とを混合し、脂肪族ポリカーボネート樹脂を析出させること、
- (B) 良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒とが、質量比 7 : 3 ~ 3 : 7 で混合された洗浄液を、(A) で得られた、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂に適用すること、
- を含む、方法。
- [請求項2] (A) における樹脂溶液に用いられる良溶媒と、(B) の洗浄液に用いられる良溶媒とが、同じ溶媒であり、
- (A) において用いられる貧溶媒若しくは非溶媒と、(B) の洗浄液に用いられる貧溶媒若しくは非溶媒とが、同じ溶媒である、
- 請求項 1 に記載の方法。
- [請求項3] (A) で得られた混合液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比を $X : Y$ (但し $X + Y = 10$) としたとき、洗浄液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比が、 $(X - 1) : (Y + 1) \sim (X + 1) : (Y - 1)$ である、請求項 1 又は 2 に記載の方法。
- [請求項4] 前記洗浄液が、前記良溶媒と前記貧溶媒若しくは非溶媒とが、質量比 5 : 5 ~ 3 : 7 で混合された洗浄液である、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の方法。
- [請求項5] 前記良溶媒が、ケトン系溶媒、ハロゲン化炭化水素系溶媒、エーテル系溶媒、エステル系溶媒、アミド系溶媒、及びカーボネート系溶媒からなる群より選択される少なくとも 1 種である、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。
- [請求項6] 前記貧溶媒若しくは非溶媒が、水、アルコール系溶媒、及び脂肪族炭化水素系溶媒からなる群より選択される少なくとも 1 種である、請求

項 1 ～ 5 のいずれかに記載の方法。

[請求項7] 脂肪族ポリカーボネート樹脂が、ポリエチレンカーボネート樹脂、ポリプロピレンカーボネート樹脂、ポリブチレンカーボネート樹脂、ポリ（プロピレン・シクロヘキセン）カーボネート共重合樹脂、及びポリシクロヘキセンカーボネート樹脂からなる群より選択される少なくとも 1 種である、請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載の方法。

[請求項8] (A) 脂肪族ポリカーボネート樹脂が良溶媒に溶解した樹脂溶液と、当該脂肪族ポリカーボネート樹脂の貧溶媒若しくは非溶媒とを混合し、脂肪族ポリカーボネート樹脂を析出させること、

(B) 良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒とが、質量比 7 : 3 ～ 3 : 7 で混合された洗浄液を、(A) で得られた、析出した脂肪族ポリカーボネート樹脂に適用すること、

を含む、

脂肪族ポリカーボネート樹脂における、脂肪族ポリカーボネートのモノマー及び脂肪族カーボネートの合計濃度が 6 5 0 0 p p m 以下であり、脂肪族ポリカーボネート樹脂の平均分子量低下率が 2 5 % 以下である、

不純物低減脂肪族ポリカーボネート樹脂の製造方法。

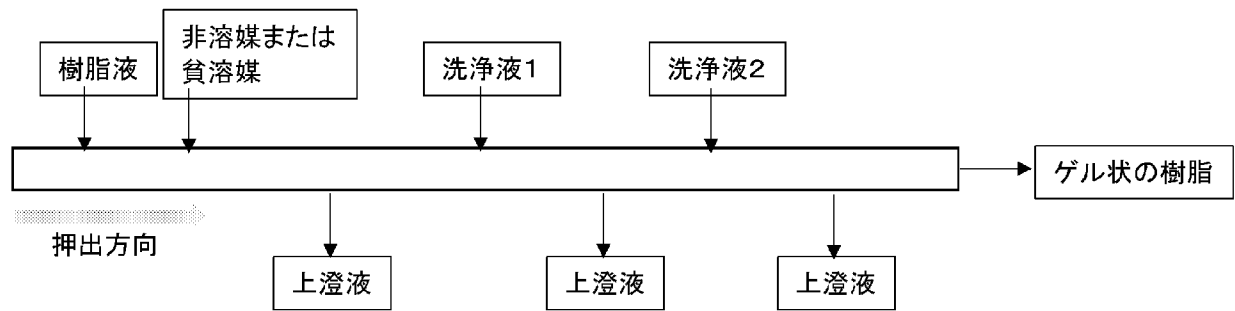
[請求項9] (A) における樹脂溶液に用いられる良溶媒と、(B) の洗浄液に用いられる良溶媒とが、同じ溶媒であり、

(A) において用いられる貧溶媒若しくは非溶媒と、(B) の洗浄液に用いられる貧溶媒若しくは非溶媒とが、同じ溶媒である、

請求項 8 に記載の方法。

[請求項10] (A) で得られた混合液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比を $X : Y$ (但し $X + Y = 10$) としたとき、洗浄液に含まれる良溶媒と貧溶媒若しくは非溶媒との質量比が、 $(X - 1) : (Y + 1) \sim (X + 1) : (Y - 1)$ である、請求項 8 又は 9 に記載の方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2021/046403

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**C08G 64/02**(2006.01)i; **C08G 64/40**(2006.01)i

FI: C08G64/40; C08G64/02

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)

C08G64/02; C08G64/40

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

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2022

Registered utility model specifications of Japan 1996-2022

Published registered utility model applications of Japan 1994-2022

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

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (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 2018-131552 A (NIKKISO CO., LTD.) 23 August 2018 (2018-08-23) entire text	1-10
A	JP 2009-41011 A (KAO CORP.) 26 February 2009 (2009-02-26) entire text	1-10
A	JP 2018-197282 A (HONSHU CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) 13 December 2018 (2018-12-13) entire text	1-10
A	JP 2014-125495 A (TORAY INDUSTRIES, INC.) 07 July 2014 (2014-07-07) entire text	1-10
A	JP 38-16347 B1 (MITSUBISHI EDOGAWA CHEMICAL INDUSTRIES CO., LTD.) 29 August 1963 (1963-08-29) entire text	1-10
A	CN 101928387 A (CHINA NAT OFFSHORE OIL CORP.) 29 December 2010 (2010-12-29) entire text	1-10

☐ 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

21 January 2022

Date of mailing of the international search report

08 February 2022

Name and mailing address of the ISA/JP

Japan Patent Office (ISA/JP)
3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2021/046403

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	2018-131552	A	23 August 2018	(Family: none)	
JP	2009-41011	A	26 February 2009	US 2010/0233378 A1 entire text WO 2009/011455 A1 EP 2172507 A1 CN 101687985 A	
JP	2018-197282	A	13 December 2018	US 2020/0071461 A1 entire text WO 2018/216584 A1 EP 3632954 A1 TW 201900597 A CN 110621719 A KR 10-2020-0010233 A	
JP	2014-125495	A	07 July 2014	(Family: none)	
JP	38-16347	B1	29 August 1963	(Family: none)	
CN	101928387	A	29 December 2010	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C08G 64/02(2006.01)i; C08G 64/40(2006.01)i FI: C08G64/40; C08G64/02														
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）） C08G64/02; C08G64/40														
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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922 - 1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971 - 2022年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996 - 2022年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994 - 2022年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922 - 1996年	日本国公開実用新案公報	1971 - 2022年	日本国実用新案登録公報	1996 - 2022年	日本国登録実用新案公報	1994 - 2022年				
日本国実用新案公報	1922 - 1996年													
日本国公開実用新案公報	1971 - 2022年													
日本国実用新案登録公報	1996 - 2022年													
日本国登録実用新案公報	1994 - 2022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/JMEDPlus/JST7580 (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 2018-131552 A（日機装株式会社）23.08.2018（2018 - 08 - 23） 全文	1-10												
A	JP 2009-41011 A（花王株式会社）26.02.2009（2009 - 02 - 26） 全文	1-10												
A	JP 2018-197282 A（本州化学工業株式会社）13.12.2018（2018 - 12 - 13） 全文	1-10												
A	JP 2014-125495 A（東レ株式会社）07.07.2014（2014 - 07 - 07） 全文	1-10												
A	JP 38-16347 B1（三菱江戸川化学工業株式会社）29.08.1963（1963 - 08 - 29） 全文	1-10												
A	CN 101928387 A（CHINA NAT OFFSHORE OIL CORP.）29.12.2010（2010 - 12 - 29） 全文	1-10												
☐ 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。														
<table border="0"> <tr> <td>* 引用文献のカテゴリー</td> <td>“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抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの</td> </tr> <tr> <td>“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</td> <td>“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</td> </tr> <tr> <td>“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</td> <td>“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</td> </tr> <tr> <td>“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）</td> <td>“&” 同一パテントファミリー文献</td> </tr> <tr> <td>“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</td> <td></td> </tr> <tr> <td>“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</td> <td></td> </tr> </table>			* 引用文献のカテゴリー	“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抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの	“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	“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	“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	“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	“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）	“&” 同一パテントファミリー文献	“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	
* 引用文献のカテゴリー	“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抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの													
“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	“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													
“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	“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													
“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）	“&” 同一パテントファミリー文献													
“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														
国際調査を完了した日 21.01.2022	国際調査報告の発送日 08.02.2022													
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 古妻 泰一 4J 3408 電話番号 03-3581-1101 内線 3457													

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2021/046403

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2018-131552	A	23.08.2018	(ファミリーなし)	
JP	2009-41011	A	26.02.2009	US 2010/0233378	A1
				全文	
				WO 2009/011455	A1
				EP 2172507	A1
				CN 101687985	A
JP	2018-197282	A	13.12.2018	US 2020/0071461	A1
				全文	
				WO 2018/216584	A1
				EP 3632954	A1
				TW 201900597	A
				CN 110621719	A
				KR 10-2020-0010233	A
JP	2014-125495	A	07.07.2014	(ファミリーなし)	
JP	38-16347	B1	29.08.1963	(ファミリーなし)	
CN	101928387	A	29.12.2010	(ファミリーなし)	