

(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
2024年12月12日(12.12.2024)



(10) 国際公開番号

WO 2024/252818 A1

(51) 国際特許分類:

C07C 17/386 (2006.01) C07C 11/24 (2006.01)
C07C 7/08 (2006.01) C07C 21/18 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2024/016134

(22) 国際出願日: 2024年4月24日(24.04.2024)

(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 2023-095061 2023年6月8日(08.06.2023) JP

(71) 出願人: A G C 株式会社 (AGC INC.) [JP/JP];
〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 三竹 覚人 (MITAKE, Akihito);
〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号 A G C 株式会社内 Tokyo (JP). 塩田 英史 (SHIOTA, Hidefumi); 〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号 A G C 株式会社内 Tokyo (JP). 大塚 哲央 (OTSUKA, Tetsuo); 〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号 A G C 株式会社内 Tokyo (JP). 鎌塚 達也 (KAMATSUKA, Tatsuya); 〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号 A G C 株式会社内 Tokyo (JP). 山川 明日香 (YAMAKAWA, Asuka); 〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号 A G C 株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 弁理士法人太陽国際特許事務所 (TAIYO, NAKAJIMA & KATO); 〒1600022 東京都新宿区新宿4丁目3番17号 Tokyo (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, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, 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, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, 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, ME, 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: METHOD FOR SEPARATING VINYLIDENE FLUORIDE AND ACETYLENE

(54) 発明の名称: フッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法

(57) Abstract: Provided is a method for separating VdF and acetylene, the method comprising: a step for obtaining an extraction mixture by mixing a first mixture containing VdF and acetylene with an extraction solvent which is at least one compound selected from the group consisting of methanol, acetone, chloroform, and 1-chloro-2,3,3-trifluoro-1-propene; and a step for distilling the extraction mixture to obtain a distillate in which the main component is VdF, and a canned article in which the main component is the extraction solvent and further contains acetylene.

(57) 要約: V d F 及びアセチレンを含む第1の混合物と、メタノール、アセトン、クロロホルム、及び1-クロロ-2, 3, 3-トリフルオロ-1-プロペンからなる群より選択される少なくとも1種の化合物である抽出溶剤と、を混合して抽出用混合物を得る工程と、抽出用混合物を蒸留して、主成分がV d Fである留出物と、主成分が抽出溶剤であり、さらにアセチレンを含む缶出物と、をそれぞれ得る工程と、を含む、V d Fとアセチレンの分離方法。



WO 2024/252818 A1

明 細 書

発明の名称：フッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法

技術分野

[0001] 本開示は、フッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法に関する。

背景技術

[0002] フッ化ビニリデンは、フッ素樹脂のモノマーとして有用である。

[0003] 例えば、特許文献1には、フッ化ビニリデン（V d F）とトリフルオロエタンを含む第1の混合物に、炭素数1～3のアルコール類、ケトン類、エステル類、アミド類、エーテル類、スルホキシド類、およびニトリル類からなる群から選ばれる少なくとも1種である第1の抽出溶剤を加えて第2の混合物を得る工程と、第2の混合物を蒸留して、V d Fを主成分とする留出物と、第1の抽出溶剤を主成分としトリフルオロエタンを含む缶出物をそれぞれ得る抽出蒸留工程を備えることを特徴とするV d Fとトリフルオロエタンの分離方法が記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：国際公開第2015／072305号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 特許文献1に記載されている分離方法は、V d Fとトリフルオロエタンの分離方法であり、V d Fとアセチレンの分離方法に適用できるとは限らない。

[0006] 本開示の一態様は、V d Fとアセチレンの混合物から、V d Fとアセチレンを効率良く分離する分離方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本開示は以下の態様を含む。

< 1 >

フッ化ビニリデン及びアセチレンを含む第1の混合物と、メタノール、アセトン、クロロホルム、及び1-クロロ-2, 3, 3-トリフルオロ-1-プロペンからなる群より選択される少なくとも1種の化合物である抽出溶剤と、を混合して抽出用混合物を得る工程と、

抽出用混合物を蒸留して、主成分がフッ化ビニリデンである留出物と、主成分が抽出溶剤であり、さらにアセチレンを含む缶出物と、をそれぞれ得る工程と、

を含む、フッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。

<2>

抽出用混合物において、アセチレンのモル量に対する、抽出溶剤のモル量の比率は、0.1~1000である、<1>に記載のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。

<3>

缶出物を蒸留して、抽出溶剤を回収する工程をさらに含む、<1>又は<2>に記載のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。

<4>

回収した抽出溶剤を、抽出用混合物を得る工程において再使用する、<3>に記載のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。

<5>

第1の混合物は、さらにエチレンを含む、<1>~<4>のいずれか1つに記載のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。

<6>

抽出溶剤は、クロロホルムである、<1>~<5>のいずれか1つに記載のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。

発明の効果

[0008] 本開示の一態様によれば、VdFとアセチレンの混合物から、VdFとアセチレンを効率良く分離する分離方法が提供される。

発明を実施するための形態

[0009] 本開示において「～」を用いて示された数値範囲は、「～」の前後に記載される数値をそれぞれ最小値及び最大値として含む範囲を意味する。

本開示に段階的に記載されている数値範囲において、ある数値範囲で記載された上限値又は下限値は、他の段階的な記載の数値範囲の上限値又は下限値に置き換えてもよい。また、本開示に記載されている数値範囲において、ある数値範囲で記載された上限値又は下限値は、実施例に示されている値に置き換えてもよい。

本開示において、2以上の好ましい態様の組み合わせは、より好ましい態様である。

本開示において、各成分の量は、各成分に該当する物質が複数種存在する場合には、特に断らない限り、複数種の物質の合計量を意味する。

[0010] 本開示において、「留出物」とは、蒸留塔の塔頂側から留出される物質をいい、「缶出物」とは、蒸留塔の塔底側から留出される物質をいう。

本開示において「主成分」とは、当該成分以外の成分のモル量が相対的に少ないことを意味する。「主成分」の量は全体の50モル%以上が好ましく、より好ましくは60モル%以上、さらに好ましくは70モル%以上、最も好ましくは80モル%以上である。

本開示において、特に断りのない限り、化合物の沸点は常圧での値であり、常圧は $1.013 \times 10^5 \text{ Pa}$ である。

[0011] [分離方法]

本開示のVdFとアセチレンの分離方法は、VdF及びアセチレンを含む第1の混合物と、メタノール、アセトン、クロロホルム、及び1-クロロ-2,3,3-トリフルオロ-1-プロペンからなる群より選択される少なくとも1種の化合物である抽出溶剤と、を混合して抽出用混合物を得る工程と、抽出用混合物を蒸留して、主成分がフッ化ビニリデンである留出物と、主成分が抽出溶剤であり、さらにアセチレンを含む缶出物と、をそれぞれ得る工程と、を含む。

[0012] 本開示のVdFとアセチレンの分離方法によれば、VdFとアセチレンを

効率良く分離できる。

[0013] V d F は、フッ素樹脂のモノマーとして有用であるが、例えば、V d F と、不純物としてアセチレンとを含む組成物を用いて重合反応を行うと、アセチレンが重合開始剤と反応してしまい、目的の重合反応が進行しづらくなる。重合反応の速度が低下したり重合反応が停止してしまい目的の重合物が得られないといったことが生じやすい。そのため、V d F とアセチレンとを分離して、高純度のV d F を得ることが望ましい。しかし、V d F は沸点が -83°C であり、アセチレンは沸点が -84°C である。V d F とアセチレンとは沸点が近いため、V d F とアセチレンとは通常の蒸留にて分離精製することが難しい。

[0014] 特許文献1には、V d F とトリフルオロエタンの分離方法が記載されているが、V d F とトリフルオロエタンの分離方法において好適な抽出溶剤が、V d F とアセチレンの分離方法において好適な抽出溶剤であるとは限らない。

[0015] 本発明者らは、メタノール、アセトン、クロロホルム、及び1-クロロ-2, 3, 3-トリフルオロ-1-プロペンからなる群より選択される少なくとも1種を含む抽出溶剤を用いることにより、V d F とアセチレンを効率良く分離できることを見出した。

[0016] 以下、本開示のV d F とアセチレンの分離方法の各工程について、説明する。

[0017] <混合工程>

本開示のV d F とアセチレンの分離方法は、V d F 及びアセチレンを含む混合物と、沸点 $-60\sim 0^{\circ}\text{C}$ の化合物と、を混合して抽出用混合物を得る工程（以下、「混合工程」ともいう）を含む。

[0018] (V d F 及びアセチレンを含む第1の混合物)

V d F 及びアセチレンを含む第1の混合物は、V d F 及びアセチレン以外の他の成分を含んでいてもよいが、効率良く高純度のV d F を得る観点から、他の成分の含有量は少ない方が好ましい。他の成分としては、例えば、V

d F 以外のフルオロオレフィン、及び、エチレンが挙げられる。中でも、第 1 の混合物は、V d F の製造工程で混入し得るエチレンを含んでいることが好ましい。

[0019] 第 1 の混合物の全量に対する、V d F 及びアセチレンの合計含有量は、例えば、50 モル%以上であり、80 モル以上であってもよく、90 モル以上であってもよく、99 モル%以上であってもよく、100 モル%であってもよい。

[0020] 第 1 の混合物において、V d F 及びアセチレンとのモル比は特に限定されない。生産効率の観点から、V d F のモル量に対するアセチレンのモル量の比率（すなわち、モル比）は、0.01～1 が好ましく、0.01～0.5 がより好ましく、0.01～0.1 がさらに好ましい。

[0021] 第 1 の混合物としては、例えば、V d F を製造する目的で、各種原料を反応させて得られる V d F を含有する反応生成物を用いることができる。

[0022] （抽出溶剤）

抽出溶剤は、メタノール、アセトン、クロロホルム、及び 1-クロロ-2, 3, 3-トリフルオロ-1-プロペンからなる群より選択される少なくとも 1 種の化合物である。

[0023] 中でも、V d F とアセチレンの分離性に優れるため、抽出溶剤は、クロロホルムが好ましい。また、抽出溶剤がクロロホルムであると、V d F とエチレンの分離性にも優れる。エチレンの沸点は -103.7°C であって、V d F の沸点よりも低い。そのため、通常の蒸留を行うと、エチレンは V d F と同伴し、分離が困難であるが、エチレンと親和性の高いクロロホルムを用いることにより、V d F とエチレンを分離できる。

[0024] 抽出混合物において、V d F とアセチレンとを効率良く分離する観点から、アセチレンのモル量に対する、抽出溶剤のモル量の比率（抽出溶剤／アセチレン）は、0.1～1000 であることが好ましい。

[0025] 例えば後述するように、抽出蒸留塔に V d F とアセチレンとを含む第 1 の混合物を供給し、さらに抽出蒸留塔に抽出溶剤を供給する場合、「抽出溶剤

／アセチレン」は、抽出蒸留塔に供給するアセチレンの供給量に対する抽出蒸留塔に供給する抽出溶剤の供給量のモル比を表す。

[0026] 混合工程においては、V d Fとアセチレンを高効率で分離する観点から、抽出用混合物における比揮発度 R_v が1.1より大きくなるように抽出溶剤の種類を選択及び抽出溶剤の添加量の調整を行うことが好ましい。比揮発度 R_v は、1.2以上が好ましく、1.3以上がより好ましい。

[0027] V d Fのアセチレンに対する比揮発度 R_v は、下記式で表される。

$$R_v = (\text{気相部におけるV d Fのモル分率} / \text{液相部におけるV d Fのモル分率}) / (\text{気相部におけるアセチレンのモル分率} / \text{液相部におけるアセチレンのモル分率})$$

[0028] V d F及びアセチレンを含む第1の混合物と、抽出溶剤との混合方法は特に限定されない。V d F及びアセチレンを含む第1の混合物に、抽出溶剤を添加してもよく、抽出溶剤に、V d F及びアセチレンを含む第1の混合物を添加してもよい。

[0029] また、抽出用混合物を得るタイミングは、抽出用混合物を蒸留する前であれば特に限定されない。

[0030] 後述する、抽出用混合物の蒸留における効率の観点から、V d F及びアセチレンを含む第1の混合物が供給された抽出蒸留塔に、抽出溶剤を供給し、抽出用混合物は、抽出蒸留塔内で調製され、調製終了と同時に蒸留を行うことが好ましい。

[0031] 抽出用混合物は、V d F、アセチレン、及び抽出溶剤以外の他の成分を含んでいてもよい。抽出用混合物に含まれていてもよい、V d F、アセチレン、及び抽出溶剤以外の他の成分としては、上記V d F及びアセチレンを含む第1の混合物に含まれていてもよい他の成分が挙げられる。

[0032] <抽出蒸留工程>

本開示のV d Fとアセチレンの分離方法は、抽出用混合物を蒸留して、主成分がV d Fである留出物と、主成分が抽出溶剤であり、さらにアセチレンを含む缶出物と、をそれぞれ得る工程（以下、「抽出蒸留工程」ともいう）

を含む。

- [0033] 抽出蒸留工程は、一般に使用される蒸留装置、例えば棚段塔等の蒸留塔、充填塔などを使用して実施できる。抽出蒸留工程の種々の条件、例えば、操作温度、操作圧力、還流比、蒸留塔の総段数、仕込み段の位置、抽出溶剤供給段の位置等は、特に限定されるものではなく、目的とする分離を達成するために適宜選択できる。抽出蒸留工程に棚段塔である蒸留塔を用いる場合、蒸留塔の段数としては、例えば1～100が挙げられ、純度の高いVdFを得る観点から、30以上が好ましく、50以上がより好ましい。VdF及びアセチレンはいずれも低い沸点を有するため、加圧下で抽出蒸留するのが好ましく、例えば0～5MPaG（ゲージ圧）の圧力とすることが好ましい。
- [0034] さらに、蒸留塔の塔頂部及び塔底部の温度は、操作圧力並びに留出物及び缶出物の組成に応じて決まる。塔頂部及び塔底部に設けられる凝縮器及び再加熱器の温度を考慮して、経済的に蒸留操作を行うためには、塔頂部の温度は－60～100℃、塔底部の温度は－10～300℃とするのが好ましい。抽出蒸留は、バッチ式でも連続式でもよく、場合により留出物及び缶出物を間欠的に抜き出したり、間欠的に仕込みを行ったりする半連続式でも実施できるが、抽出溶剤については、蒸留装置に連続的に供給することが好ましい。
- [0035] 上記抽出溶剤はアセチレンと親和性を有する。したがって、VdF及びアセチレンと抽出溶剤とを含む抽出用混合物を抽出蒸留することにより、主成分がVdFである留出物が、抽出蒸留塔の塔頂側から得られる。この留出物は、VdFを主成分として含むものであれば組成は限定されないが、留出物におけるVdFのモル分率は、90モル%以上が好ましく、99モル%以上がより好ましい。また、留出物におけるアセチレンのモル分率は、抽出用混合物におけるアセチレンのモル分率の1/10以下が好ましく、1/100以下がより好ましい。留出物におけるアセチレンのモル分率は、10モル%以下が好ましく、1モル%以下がより好ましく、0.1モル%以下がさらに好ましい。

[0036] 抽出蒸留塔の塔底側から、主成分が抽出溶剤であり、さらにアセチレンを含む缶出物が得られる。この缶出物は、抽出溶剤を主成分として含むものであれば組成は限定されないが、缶出物における抽出溶剤のモル分率は、30モル%以上が好ましく、50モル%以上がより好ましい。缶出物におけるアセチレンのモル分率は、抽出用混合物におけるアセチレンのモル分率より高いことが好ましい。具体的に、缶出物におけるアセチレンのモル分率は、抽出用混合物におけるアセチレンのモル分率の1.1以上が好ましく、2以上がさらに好ましい。

[0037] <蒸留工程>

本開示のVdFとアセチレンの分離方法は、缶出物を蒸留して、抽出溶剤を回収する工程（以下、「蒸留工程」ともいう）をさらに含むことが好ましい。

[0038] 蒸留工程は、上記抽出蒸留工程と同様の蒸留装置を使用して実施できる。蒸留工程の種々の条件、例えば、操作温度、操作圧力、還流比、蒸留塔の総段数、仕込み段の位置等は、特に限定されるものではなく、目的とする分離を達成するために適宜選択できる。

[0039] 蒸留工程により、抽出溶剤と、VdF及びアセチレンとが分離され、抽出溶剤を回収できる。

[0040] 蒸留工程では、蒸留塔の塔底側から抽出溶剤を含む缶出物が得られる。回収した抽出溶剤を、上記抽出蒸留工程において再使用することが好ましい。本開示のVdFとアセチレンの分離方法では、アセチレンと抽出溶剤との沸点の差が大きいため、アセチレンと抽出溶剤との分離性に優れる。そのため、高純度の抽出溶剤を回収でき、再使用に適している。

実施例

[0041] 以下、実施例によって本開示の実施形態を詳細に説明するが、本開示の実施形態はこれらに限定されない。例1～4は実施例であり、例5～9は比較例である。

[0042] <例1～例9>

以下の各成分を混合して、第1の混合物を準備した。

- ・ V d F … 0. 1 3 4 モル
- ・ アセチレン … 0. 1 1 1 モル
- ・ エチレン … 1. 0 0 0 モル
- ・ メタン … 0. 0 8 3 7 モル
- ・ クロロメタン … 0. 0 8 7 3 モル

[0043] 抽出溶剤として、表1に記載の化合物を20g用いた。例5では抽出溶剤を用いなかった。

表1中、「AS-300」「AC-2000」「AE-3000」の詳細は以下のとおりである。

AS-300：製品名「AS-300」、AGC社製。1-クロロ-2, 3, 3-トリフルオロ-1-プロペン（E）と1-クロロ-2, 3, 3-トリフルオロ-1-プロペン（Z）の混合物である。

AC-2000：製品名「アサヒクリンAC-2000」、AGC社製。1, 1, 1, 2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6-トリデカフルオロヘキサン。

AE-3000：製品名「アサヒクリンAE-3000」、AGC社製。1, 1, 2, 2-テトラフルオロエチル-2, 2, 2-トリフルオロエチルエーテル。

[0044] 表1に記載の抽出溶剤のモル量は、以下のとおりである。

- ・ メタノール：0. 6 2 5 モル
- ・ アセトン：0. 3 4 5 モル
- ・ クロロホルム：0. 1 6 8 モル
- ・ AS300：0. 1 3 5 モル
- ・ 四塩化炭素：0. 1 3 0 モル
- ・ AC2000：0. 0 6 2 5 モル
- ・ AE3000：0. 1 0 0 モル
- ・ シクロヘキサン：0. 2 3 8 モル

[0045] [分析条件]

比揮発度の測定において、得られた液の組成分析はガスクロマトグラフ（GC）を用いた。カラムはDB-1（長さ60m×内径250 μ m×厚み1 μ m、アジレント・テクノロジー社製）を用いた。

[0046] [比揮発度の測定]

圧力計付き耐圧オートクレーブに、調製した第1の混合物と、必要に応じて抽出溶剤と、を注入した。圧力が1.0MPa程度になるように温度を調整し、1日保持して、オートクレーブ内の組成を安定化させた。

[0047] その後、液相部と気相部のサンプルを採取し、ガスクロマトグラフで分析した。分析結果を用い、上記比揮発度の式によって、VdFに対するアセチレンの比揮発度、及び、VdFに対するエチレンの比揮発度を算出した。算出結果を表1に示す。

[0048] [表1]

	抽出溶剤	比揮発度 (VdF/アセチレン)	比揮発度 (VdF/エチレン)
例1	メタノール	2.00	0.92
例2	アセトン	2.31	0.76
例3	クロロホルム	1.41	1.48
例4	AS300	1.11	0.83
例5	なし	1.07	0.80
例6	四塩化炭素	0.94	1.00
例7	AC2000	0.81	0.75
例8	AE3000	1.00	0.75
例9	シクロヘキサン	0.87	1.08

[0049] 表1に示すように、例1～例4では、抽出溶剤として、メタノール、アセトン、クロロホルム、又は1-クロロ-2,3,3-トリフルオロ-1-プロペンを用いたため、抽出溶媒を用いていない例5と比較して、VdFに対するアセチレンの比揮発度が高いことが分かった。具体的には、例1～例4ではいずれも、VdFに対するアセチレンの比揮発度が1.1以上であった。そのため、これらの抽出溶媒を用いて抽出蒸留を行えば、蒸留塔の留出物

として、抽出用混合物と比較してV d Fの含有割合が高い、すなわち、V d Fをより高い濃度で含有するV d Fの精製物が得られ、効率良く分離できる。

特に、例3では、抽出溶媒として、クロロホルムを用いており、V d Fに対するアセチレンの比揮発度、及び、V d Fに対するエチレンの比揮発度がいずれも非常に高く、V d Fとアセチレンをより効率良く分離できることが分かった。

[0050] 一方、例6～例9では、抽出溶剤として、四塩化炭素、AC2000、AE3000、又はシクロヘキサンを用いており、V d Fに対するアセチレンの比揮発度が非常に低く、V d Fとアセチレンの分離に適していないことが分かった。

[0051] 特許文献1に記載のV d Fとトリフルオロエタンの分離方法では、AC2000及びAE3000が抽出溶媒として適していたが、本開示のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法では、AC2000及びAE3000は抽出溶媒として適していないことが分かった。

[0052] なお、2023年6月8日に出願された日本国特許出願2023-095061号の開示は、その全体が参照により本明細書に取り込まれる。また、本明細書に記載された全ての文献、特許出願及び技術規格は、個々の文献、特許出願、及び技術規格が参照により取り込まれることが具体的かつ個々に記された場合と同程度に、本明細書中に参照により取り込まれる。

請求の範囲

- [請求項1] フッ化ビニリデン及びアセチレンを含む第1の混合物と、メタノール、アセトン、クロロホルム、及び1-クロロ-2, 3, 3-トリフルオロ-1-プロペンからなる群より選択される少なくとも1種の化合物である抽出溶剤と、を混合して抽出用混合物を得る工程と、
- 前記抽出用混合物を蒸留して、主成分がフッ化ビニリデンである留出物と、主成分が抽出溶剤であり、さらにアセチレンを含む缶出物と、をそれぞれ得る工程と、
- を含む、フッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。
- [請求項2] 前記抽出用混合物において、アセチレンのモル量に対する、前記抽出溶剤のモル量の比率は、0.1～1000である、請求項1に記載のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。
- [請求項3] 前記缶出物を蒸留して、前記抽出溶剤を回収する工程をさらに含む、請求項1又は請求項2に記載のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。
- [請求項4] 回収した抽出溶剤を、前記抽出用混合物を得る工程において再使用する、請求項3に記載のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。
- [請求項5] 前記第1の混合物は、さらにエチレンを含む、請求項1又は請求項2に記載のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。
- [請求項6] 前記抽出溶剤は、クロロホルムである、請求項1又は請求項2に記載のフッ化ビニリデンとアセチレンの分離方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/016134

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER <i>C07C 17/386</i> (2006.01)i; <i>C07C 7/08</i> (2006.01)i; <i>C07C 11/24</i> (2006.01)i; <i>C07C 21/18</i> (2006.01)i FI: C07C17/386; C07C21/18; C07C7/08; C07C11/24 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) C07C17/386; C07C7/08; C07C11/24; C07C21/18 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 1971-2024 Registered utility model specifications of Japan 1996-2024 Published registered utility model applications of Japan 1994-2024 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) CAPLUS/REGISTRY (STN)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 110818529 A (JIANGSU MEILAN CHEMICAL CO., LTD.) 21 February 2020 (2020-02-21) entire text, all drawings	1-6
A	WO 2013/137409 A1 (ASAHI GLASS COMPANY, LIMITED) 19 September 2013 (2013-09-19) entire text, all drawings	1-6
A	WO 2013/137408 A1 (ASAHI GLASS COMPANY, LIMITED) 19 September 2013 (2013-09-19) entire text, all drawings	1-6
A	JP 2019-501862 A (SRF LIMITED) 24 January 2019 (2019-01-24) entire text, all drawings	1-6
A	WO 2015/072305 A1 (ASAHI GLASS COMPANY, LIMITED) 21 May 2015 (2015-05-21) entire text, all drawings	1-6
☒ 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 “D” document cited by the applicant in the international application “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 26 June 2024		Date of mailing of the international search report 09 July 2024
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.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 48-42620 B1 (ONODA CEMENT CO., LTD.) 13 December 1973 (1973-12-13) entire text, all drawings	1-6
A	WO 2017/029868 A1 (DAIKIN INDUSTRIES, LTD.) 23 February 2017 (2017-02-23) entire text, all drawings	1-6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2024/016134

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
CN	110818529	A	21 February 2020	(Family: none)	
WO	2013/137409	A1	19 September 2013	US 2015/0005538	A1
				entire text, all drawings	
				EP 2826765	A1
				CN 104203882	A
WO	2013/137408	A1	19 September 2013	US 2015/0005537	A1
				entire text, all drawings	
				EP 2826766	A1
				CN 104169246	A
JP	2019-501862	A	24 January 2019	US 2018/0251416	A1
				entire text, all drawings	
				WO 2017/122222	A1
				EP 3402771	A1
WO	2015/072305	A1	21 May 2015	(Family: none)	
JP	48-42620	B1	13 December 1973	US 3769448	A
				entire text, all drawings	
WO	2017/029868	A1	23 February 2017	US 2018/0222823	A1
				entire text, all drawings	
				US 2020/0239389	A1
				EP 3339281	A1

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））
C07C 17/386(2006.01)i; C07C 7/08(2006.01)i; C07C 11/24(2006.01)i; C07C 21/18(2006.01)i
FI: C07C17/386; C07C21/18; C07C7/08; C07C11/24

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））
C07C17/386; C07C7/08; C07C11/24; C07C21/18

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 - 2024年
日本国実用新案登録公報 1996 - 2024年
日本国登録実用新案公報 1994 - 2024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）
CAplus/REGISTRY (STN)

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	CN 110818529 A (JIANGSU MEILAN CHEMICAL CO., LTD.) 21.02.2020 (2020 - 02 - 21) 全文、全文図	1-6
A	WO 2013/137409 A1 (旭硝子株式会社) 19.09.2013 (2013 - 09 - 19) 全文、全文図	1-6
A	WO 2013/137408 A1 (旭硝子株式会社) 19.09.2013 (2013 - 09 - 19) 全文、全文図	1-6
A	JP 2019-501862 A (エスアールエフ リミテッド) 24.01.2019 (2019 - 01 - 24) 全文、全文図	1-6
A	WO 2015/072305 A1 (旭硝子株式会社) 21.05.2015 (2015 - 05 - 21) 全文、全文図	1-6
A	JP 48-42620 B1 (小野田セメント株式会社) 13.12.1973 (1973 - 12 - 13) 全文、全文図	1-6
A	WO 2017/029868 A1 (ダイキン工業株式会社) 23.02.2017 (2017 - 02 - 23) 全文、全文図	1-6

☐ 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
“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献
“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
“I” 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
“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
26.06.2024

国際調査報告の発送日
09.07.2024

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）
奥谷 暢子 4H 6118
電話番号 03-3581-1101 内線 3443

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/JP2024/016134

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
CN	110818529	A	21.02.2020	(ファミリーなし)	
WO	2013/137409	A1	19.09.2013	US 2015/0005538	A1
				全文、全図	
				EP 2826765	A1
				CN 104203882	A
WO	2013/137408	A1	19.09.2013	US 2015/0005537	A1
				全文、全図	
				EP 2826766	A1
				CN 104169246	A
JP	2019-501862	A	24.01.2019	US 2018/0251416	A1
				全文、全図	
				WO 2017/122222	A1
				EP 3402771	A1
WO	2015/072305	A1	21.05.2015	(ファミリーなし)	
JP	48-42620	B1	13.12.1973	US 3769448	A
				全文、全図	
WO	2017/029868	A1	23.02.2017	US 2018/0222823	A1
				全文、全図	
				US 2020/0239389	A1
				EP 3339281	A1