

(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
2013年8月1日(01.08.2013)



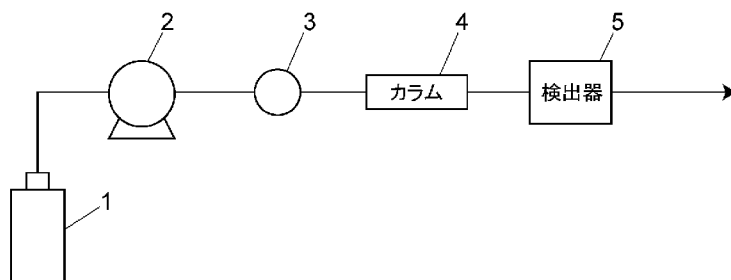
(10) 国際公開番号
WO 2013/111512 A1

- (51) 国際特許分類:
G01N 30/88 (2006.01) G01N 30/26 (2006.01)
C09B 57/10 (2006.01) H01M 14/00 (2006.01)
C09B 67/54 (2006.01)
 - (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/084120
 - (22) 国際出願日: 2012年12月28日(28.12.2012)
 - (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 2012-011633 2012年1月24日(24.01.2012) JP
 - (71) 出願人: 株式会社島津製作所 (SHIMADZU CORPORATION) [JP/JP]; 〒6048511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 Kyoto (JP).
 - (72) 発明者: 中山 大介 (NAKAYAMA Daisuke); 〒6048511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所内 Kyoto (JP).
 - (74) 代理人: 野口 繁雄 (NOGUUCHI Shigeo); 〒5560016 大阪府大阪市浪速区元町2丁目8-1 ラポール 難波9階 野口特許事務所 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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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, 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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: ANALYSIS METHOD FOR DYE FOR ORGANIC SOLAR CELL AND PURIFICATION METHOD THEREFOR

(54) 発明の名称: 有機系太陽電池用色素材料の分析方法及び精製方法

[図2]



4... COLUMN
5... DETECTOR

(57) Abstract: This analysis method includes: subjecting a sample solution of a dye-containing sample in an organic solvent to normal-phase liquid chromatography to separate the sample solution; and detecting the separated components. The normal-phase liquid chromatography is characterized by (B1) using a separation column filled with a column packing material which is prepared by modifying a base material with polar modifying groups and (B2) using an eluent obtained by adding an acid to a polar organic solvent.

(57) 要約: 色素を含む試料を有機溶媒に溶解した試料溶液として順相液体クロマトグラフィーにより分離し検出する。その順相液体クロマトグラフィーとして、(B1) 極性をもつ修飾基によって修飾された基材をカラム充填材とした分離カラムを使用し、(B2) 極性有機溶媒に酸を含有した溶媒を溶離液とする。



WO 2013/111512 A1

明 細 書

発明の名称：有機系太陽電池用色素材料の分析方法及び精製方法 技術分野

[0001] 本発明は有機系太陽電池用色素材料の分析方法と分取精製方法に関するものであり、具体的には、例えば検定や品質管理ために行う分析や、製造工程の最終段階における分取精製に関するものである。

背景技術

[0002] 有機系太陽電池用色素材料とは色素増感型太陽電池で増感材として使用する分子色素である。そのような分子色素を精製する方法として、所望の純度に達していない分子色素を含む試料にアルカリを加えることによって色素を水溶型に転換し、それを逆相クロマトグラフィーによって分取することにより精製する方法が提案されている（特許文献1）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特表2011-505651号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 有機系太陽電池用の色素材料は水に対する安定性が低いものが多く、水を用いる逆相分離法では精製後に色素が劣化するという問題があった。

そこで、本発明は、有機系太陽電池用の色素材料を劣化させることなく分析又は精製できるようにすることを目的とするものである。

課題を解決するための手段

[0005] 本発明は、有機系太陽電池用色素について、水を用いない分離系で分析又は分取精製のための分離を行うとするものであり、水を使用しない高分離法である順相法によるクロマトグラフィーを用いる。本発明で分析の対象とする有機系太陽電池用の色素材料はカルボキシル基等の酸性基を1ないし複数個有する酸性化合物である。そのため、順相法を用いた場合、一般的な条件

では固定相であるカラム充填材の極性が移動相の極性よりも高いため、カラム充填材に対する色素の吸着が強くなりすぎ、十分な分離が得られないという問題が生じる。

[0006] そこで、本発明では酸性化合物である色素材料の分離のために、順相クロマトグラフィーの条件を以下のように調整する。

[0007] カラム充填材については、その基材を極性基で修飾する。そして、試料である色素材料の吸着の程度によって、極性修飾基の種類を選択する。

[0008] 溶離液としては、極性有機溶媒と酸を含んでいるものを使用する。試料の吸着の程度によって、溶離液の溶媒比率と酸の種類や比率を調整する。

[0009] すなわち、本発明の分析方法は、色素増感型太陽電池用の色素を含む試料からその色素を分析する方法であって、

(A) 前記試料を有機溶媒に溶解した試料溶液を提供する工程、

(B) 前記試料溶液を順相液体クロマトグラフィーにより分離する工程、

及び

(C) 分離された成分を検出する工程

を含む。

[0010] そして、その順相液体クロマトグラフィーは、

(B1) 極性をもつ修飾基によって修飾された基材をカラム充填材とした分離カラムを使用し、

(B2) 極性有機溶媒に酸を含有した溶媒を溶離液とするものであることを特徴としている。

[0011] この分析方法は、検出工程(C)の後、検出結果に基づいて目的とする色素を分取する工程をさらに備えることにより色素の分取精製を行う分取精製方法を含む。

[0012] 対象となる色素は色素増感型太陽電池用の色素であって、1または2以上の芳香族ヘテロ環配位子を有する金属錯体である。

[0013] その金属錯体における芳香族ヘテロ環配位子は、ポリピリジル誘導体又はポルフィリン誘導体であり、金属に結合した窒素原子を1または2以上含有

している。その金属は、Mg、Ca、Sr、Ba、Sc、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Th、Cr、Mo、W、Mn、Tc、Re、Fe、Ru、Os、Co、Rh、Ir、Ni、Pd、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Hg、Al、Ga、In、Tl、Si、Ge、Sn、Pb、As、Sb又はBiであり、そのうちでもRu、Os又はZnであることが好ましい。

[0014] また、この色素は1又は2以上の酸性基を有する。その酸性基は、カルボキシル基、スルホニル基又はホスホリル基であり、好ましくはカルボキシル基である。その酸性基の一部又は全部は、状態により、テトラアルキルアンモニウム、アンモニウム、ナトリウム又はカリウムなどの一価のカチオンとの塩を形成している。

[0015] カラム充填材の修飾基としては、ヒドロキシル基、シアノ基又はアミノ基が好ましい。1つのカラム充填材を修飾するのは1種類に限らず、2種類以上を同時に使用してもよい。これらの修飾基は色素材料の吸着の程度に基づいて選択する。

[0016] 一般的には、カラム充填材の修飾基はアミノ基>ヒドロキシル基>シアノ基の順に試料のカラム充填剤に対する相互作用が強くなるため、あくまで目安としてであるが、吸着が強い色素についてはカラム充填材の修飾基としてはより相互作用の弱いシアノ基、ヒドロキシル基を用い、吸着が弱い色素についてはカラム充填材の修飾基としてはより相互作用の強いアミノ基、ヒドロキシル基を用いる。

ただし、実際にはカラム充填材の修飾基としてのアミノ基については色素のカルボキシル基との相互作用が強すぎるため、用いることが適当でない場合がある。

[0017] 溶離液とする溶媒は、1～8個の炭素（C）原子を含む有機溶媒又はその混合物である。そのような有機溶媒は、好ましくはアセトニトリルなどのニトリル類、メタノールなどのアルコール類、テトラヒドロフランなどの環状

エーテル類、ジエチルエーテルなどのエーテル類、アセトンなどのケトン類、ジクロロメタンなどのハロゲン化炭素、トルエンなどのベンゼン誘導体、酢酸エチルなどのエステル、もしくはヘキサンなどの炭化水素であり、又はこれらの溶媒を含有する混合物である。

[0018] 一般的には極性の高い溶媒を多く用いることで溶出が早くなる。上記溶媒を用いた液体クロマトグラフィーによって色素を実際に分析し、分離の状態を確認して溶媒を決定する。

[0019] 多くの場合、色素が含有する酸性基がカラム充填材に強く相互作用することにより、上記の溶媒だけでは十分なカラム分離が果たされないために、溶媒に1種又は複数種の酸を添加することにより色素の酸性基とカラム充填材との相互作用を抑制し、分離の性能を向上させる。添加する酸は1~4個のC原子を含む有機酸であり、好ましくはギ酸やトリフルオロ酢酸などのカルボン酸類、スルホン酸類、ホスホン酸類である。シュウ酸のように酸性基を2以上有する有機酸でもよい。それらの酸の塩でもよい。溶離液に含まれる酸は1種類に限らず、2種類以上を同時に添加してもよい。これらの酸又はその塩も色素材料の吸着の程度に基づいて選択する。例えば、色素に含まれるカルボキシル基が多いほど、溶媒に添加する酸としては酸性度の高いものを選択する必要がある。

[0020] 本発明を精製方法として実施する場合は、分取後に溶媒を除去しなければならないので、溶媒除去の観点からは溶媒の揮発性が高い方が好都合であるので、溶媒に添加する酸としては、炭素数は少ない方が好ましい。したがって、まずはギ酸で確認し、分離度やピーク形状を考慮してトリフルオロ酢酸を試し、最終的には実際に得られたデータを見て、溶媒に添加する酸および添加する濃度を決定する。

[0021] 色素とカラム充填材との相互作用の強度により、溶媒に対し0.01%~5%の濃度で酸を添加する。相互作用が強い場合には高濃度で添加する。相互作用が小さい場合には低濃度で添加すればよいが、高濃度で添加してもよい。

[0022] 順相液体クロマトグラフィーとしては、高分解能な高速液体クロマトグラフを用いることが好ましい。

発明の効果

[0023] 本発明では、順相クロマトグラフィーであっても、修飾されたカラム充填材を用いることと溶離液に酸を加えることで、色素の充填材に対する吸着力を制御し、十分な分離を得ることができるようになる。その結果、従来あった逆相クロマトグラフィーでの分離法と異なり、本発明では順相クロマトグラフィーを用いるために溶離液に水を用いる必要がなくなり、色素材料が水に対して不安定な場合にも水によって変性することがない。本発明を分取精製方法に適用する場合には精製後の変性を防ぐことができ、本発明を分析方法に適用する場合には分析途中での変性を防いで安定した分析を行うことができるようになる。

図面の簡単な説明

[0024] [図1A]一実施例の分析方法で使用した試料のN 3色素を示す化学構造式である。

[図1B]N 3色素の異性体を示す化学構造式である。

[図2]一実施例の分析方法を実施した高速液体クロマトグラフを示す概略構成図である。

[図3]同実施例でのN 3色素の分析結果を示すクロマトグラフである。

[図4]他の実施例の分取液体クロマトグラフを示す概略構成図である。

発明を実施するための形態

[0025] 色素は製造プロセスで合成された後、分取システムによって精製され、精製後に市場に供給される。しかし、その精製後の色素の純度は有機系太陽電池に使用する色素としては十分なものといえないものが多い。特に異性体を十分に除去しきれていないものが多い。有機系太陽電池に使用するには、純度は高いほど好ましい。

[0026] 本発明の分取精製方法は、そのような不純物を含んで市場に提供される色素の純度をより高めて有機系太陽電池に使用するのに適したものとする方法

として適用することができる。

[0027] また、製造プロセスで合成された後の色素は不純物を含んでいるので、市場に提供する前に分取精製する必要がある。本発明の分取精製方法はまた、その市場提供前の分取精製工程に適用することもできる。

[0028] 一実施例の試料として、有機系太陽電池に用いられる N 3 色素を取り上げ、N 3 色素に対して高速液体クロマトグラフにより分離分析した例を以下に示す。液体クロマトグラフによる分取精製と分析は分離工程と検出を共通にしており、検出後にその結果にもとづいて分取を行うか否かの違いだけである。

[0029] 一実施例としては分析方法を示すが、分析条件は後の実施例である分取クロマトグラフィーにもそのまま適用することができる。

[0030] N 3 色素の構造式を図 1 A に示す。N 3 色素には異性体があることが知られている。その異性体の構造式を図 1 B に示す。両色素は 4 個のカルボキシル基を有しており、一般的に順相クロマトグラフィーで用いられているシリカ充填材に強く吸着する。

[0031] (試料調製方法)

市販の N 3 色素を 1 m g / m L の濃度になるようにメタノールに溶解させる。試料の色素を溶解する溶媒はメタノールに限定されない。溶媒としては、後段である分取液体クロマトグラフにおける分取条件又は分析条件の移動相と同じか、もしくは、移動相を構成する成分のうち一部を含んでいるものが好ましい。色素を溶解する溶媒（試料溶媒）と移動相とで相溶性が無い場合には、色素溶液と移動相とが混ざり合わないために正常に分離がなされないおそれがある。また、分取精製時には大量の色素溶液を注入するために、移動相より溶出力が高い溶媒（一般的にはより極性の高い溶媒）を試料溶媒として用いている場合には、試料が移動相ではなく試料溶媒によって分離されることにより、正常に分離がなされないおそれがある。これを防ぐために、試料溶媒は移動相を構成する成分と同じものあるいは移動相を構成する成分のうち一部を含んでいるものを用いることが望ましい。さらに、移動相よ

り試料溶媒の極性が高いことが無いようにすることが望ましい。

[0032] N3色素を分離するための装置としては、例えば液体クロマトグラフを使用することができ、高速液体クロマトグラフが好ましい。一実施例で使用する液体クロマトグラフの概略を図2に示す。

[0033] 図2において、試料成分を分離する分離カラム4に溶離液リザーバ1からの溶離液を供給するために送液ポンプ2が設けられており、分離カラム4に至る溶離液流路には試料を注入する試料注入装置3が設けられている。分離カラム4で分離されて溶出する成分を検出するために、分離カラム4の出口につながる流路に検出器5が設けられている。検出器5を経た溶出液はドレインに排出される。

[0034] (分離条件)

試料：N3のメタノール溶液

注入量：1 μ L

カラム：LiChrocart125-4 LiChrosphere 100 Diol (5 μ m)

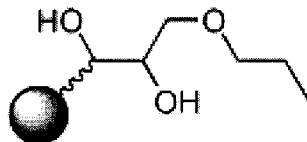
溶離液：ジクロロメタン/メタノール/トリフルオロ酢酸 = 90/10/

1

流量：1 mL/min

検出波長：548 nm

使用したカラムは充填材であるシリカ基材がヒドロキシル基を有する修飾基によって修飾されている。その修飾基の一例は、下の構造式に示すものである。



[0035] 修飾基によってカラム充填材に対する色素の吸着が抑えられる。また溶離液にはトリフルオロ酢酸が含まれている。トリフルオロ酢酸は色素のカルボキシル基がカラム充填材に吸着する作用に対し競争的に阻害し、色素のカラム充填材に対する吸着が抑えられる。このように、カラム充填材への色素の

吸着に対する抑制効果を制御することにより、色素の高分離を果たすことができる。

[0036] 図2の装置を用い、上記の分離条件で分離したときに得られたクロマトグラムを図3に示す。図3中の符号6で示されるピークは図1Aに示したN3色素、符号7で示されるピークは図1Bに示したN3色素の異性体である。このように、本発明によりN3色素をその異性体から分離することができることがわかる。その分離されたN3色素を分取すれば分取精製としてN3色素の純度を高めることができる。

[0037] 分取精製の場合は分取液体クロマトグラフを使用する。分取液体クロマトグラフの一例を図4に示す。分取液体クロマトグラフは高速液体クロマトグラフに分取装置を備えたものである。この分取液体クロマトグラフは、分離カラム4、移動相容器1に收容された移動相を分離カラム4へ送液する送液ポンプ2、分離カラム4への移動相流路に試料を注入するインジェクタ3、分離カラム4からの試料成分を検出する検出器5、及び分取装置を備えている。分取装置は、検出器5を通過後の溶出試料成分を分取容器に採取する分取機構部のフラクションコレクタ10と、検出器5の検出信号に基づいてフラクションコレクタ10の動作を制御する分取制御装置12を備えている。

[0038] 分取制御装置12はこの分取液体クロマトグラフの動作やデータ処理を行なう分取液体クロマトグラフ専用のコンピュータからなる制御装置に組み込まれたものとして実現することができる。また、その制御装置とは別に分取装置だけのための専用のCPUや汎用のパーソナルコンピュータにより実現することもできる。

[0039] フラクションコレクタ10には切替えバルブと分取容器としての試験管が配置されている。

[0040] 試料はインジェクタ3から流路に注入され、移動相により分離カラム4に送られ、分離されて溶出する。検出器5が光学的検出器である場合には、例えば特定波長の吸光度や蛍光によるクロマトグラムをモニタしておき、分取制御装置12は、その特定波長における検出器5の検出信号に基づいてフラ

クションコレクタ 10 のバルブ切替え制御を行なう。

[0041] 本発明が対象とする色素は光感応性が高いため、分取された色素が光により変性することを避けるために、分取は遮光された条件下で行うのが好ましい。そのような遮光の方法としては、例えば、フラクションコレクタ 10 の分取容器周辺を暗くしたり、分離された色素を分取するためにフラクションコレクタ 10 の分取容器に替えて溶媒置換・溶媒除去を行うトラップカラムを設け、分離された色素をそのトラップカラムにトラップしておくといった方法を採用することができる。

[0042] 実施例では色素増感型太陽電池用の色素として N 3 色素のみを取り上げているが、他の色素増感型太陽電池用の色素も N 3 色素と同様の極性をもっていることから、本発明を同様に適用することができる。

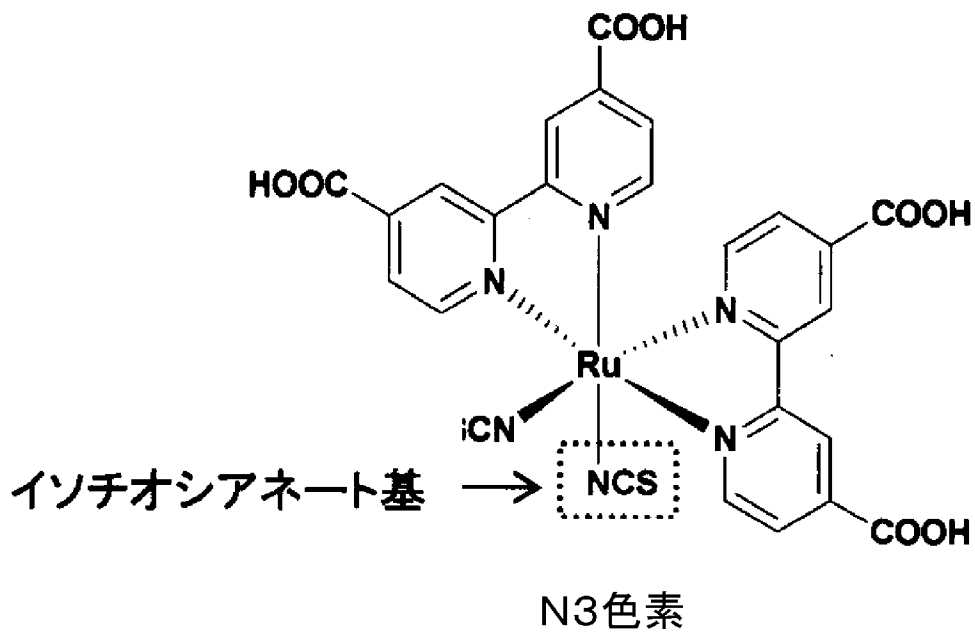
符号の説明

[0043]	1	移動相容器
	2	送液ポンプ
	3	インジェクタ
	4	分離カラム
	5	検出器
	10	フラクションコレクタ
	12	分取制御装置

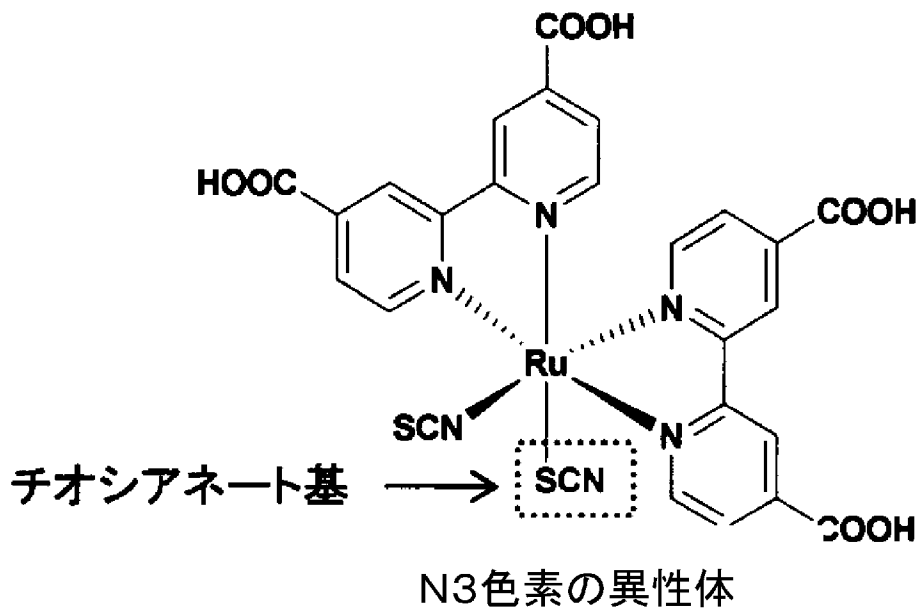
請求の範囲

- [請求項1] 色素増感型太陽電池用の色素を含む試料から前記色素を分析する方法において、
- (A) 前記試料を有機溶媒に溶解した試料溶液を提供する工程、
 - (B) 前記試料溶液を順相液体クロマトグラフィーにより分離する工程、及び
 - (C) 分離された成分を検出する工程
- を含み、
- 前記順相液体クロマトグラフィーは、
- (B 1) 極性をもつ修飾基によって修飾された基材をカラム充填材とした分離カラムを使用し、
 - (B 2) 極性有機溶媒に酸を含有した溶媒を溶離液とするものであること
- を特徴とする分析方法。
- [請求項2] 前記順相液体クロマトグラフィーを高速液体クロマトグラフにより行う請求項1に記載の分析方法。
- [請求項3] カラム充填材の前記修飾基は、ヒドロキシル基、シアノ基及びアミノ基からなる群から選ばれた1種又は2種以上である請求項1又は2に記載の分析方法。
- [請求項4] 溶離液に含まれる前記酸は、酢酸、蟻酸、トリフルオロ酢酸及びそれらの塩からなる群から選ばれた1種又は2種以上である請求項1から3のいずれか一項に記載の分析方法。
- [請求項5] 前記検出工程(C)の後、検出結果に基づいて目的とする色素を分取する工程をさらに備えて色素の分取精製を行う請求項1から4のいずれか一項に記載の分析方法。

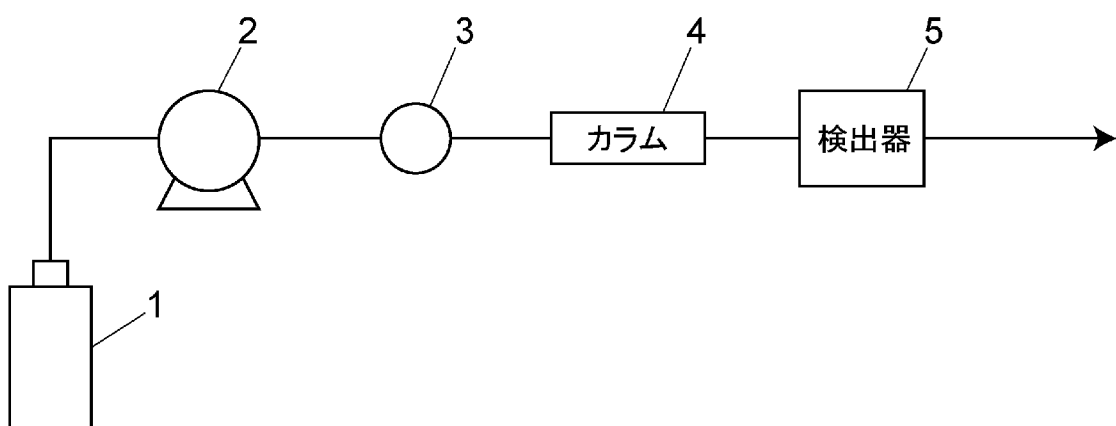
[図1A]



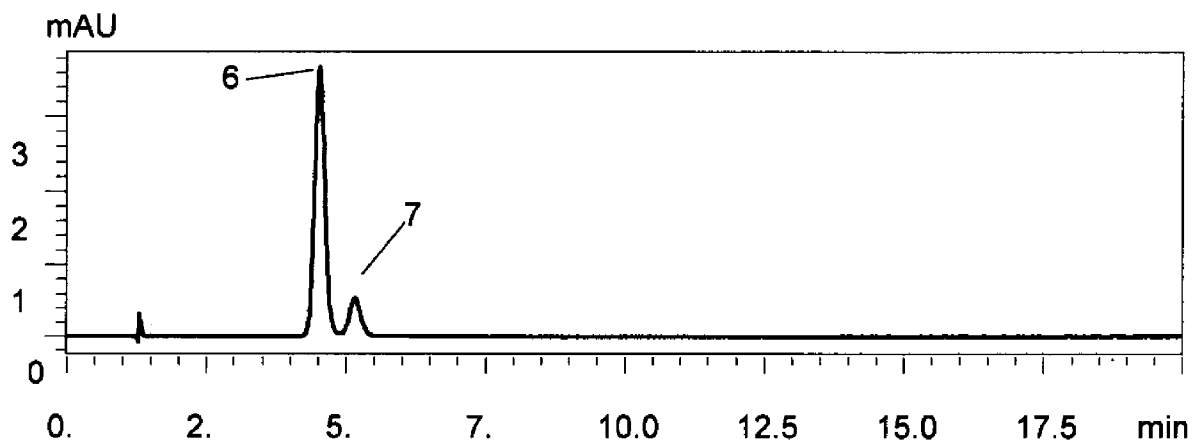
[図1B]



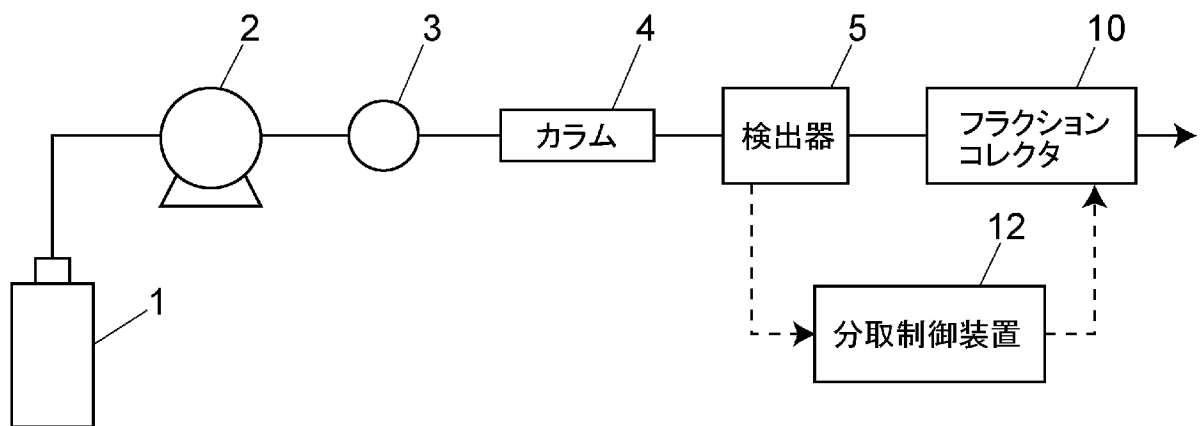
[図2]



[図3]



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/084120

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N30/88(2006.01)i, C09B57/10(2006.01)i, C09B67/54(2006.01)i, G01N30/26(2006.01)i, H01M14/00(2006.01)n

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)
G01N30/88, C09B57/10, C09B67/54, G01N30/26, H01M14/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
 Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2013
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2013 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2013

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2011-505651 A (Sony Corp.), 24 February 2011 (24.02.2011), entire text; all drawings & US 2010/0275391 A1 & EP 2061102 A1	1-5
A	JP 2010-265236 A (Sumitomo Chemical Co., Ltd.), 25 November 2010 (25.11.2010), entire text; all drawings (Family: none)	1-5

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
05 February, 2013 (05.02.13)

Date of mailing of the international search report
26 February, 2013 (26.02.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. G01N30/88(2006.01)i, C09B57/10(2006.01)i, C09B67/54(2006.01)i, G01N30/26(2006.01)i, H01M14/00(2006.01)n

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))
 Int.Cl. G01N30/88, C09B57/10, C09B67/54, G01N30/26, H01M14/00

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 1971-2013年
 日本国実用新案登録公報 1996-2013年
 日本国登録実用新案公報 1994-2013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)

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 2011-505651 A (ソニー株式会社) 2011.02.24, 全文、全図 & US 2010/0275391 A1 & EP 2061102 A1	1-5
A	JP 2010-265236 A (住友化学株式会社) 2010.11.25, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-5

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
 「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
 「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)
 「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矛盾するものではなく、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 05.02.2013	国際調査報告の発送日 26.02.2013
--------------------------	--------------------------

国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 柏木 一浩	2 J	3 4 9 5
	電話番号 03-3581-1101 内線 3252		