【公報種別】特許法第１７条の２の規定による補正の掲載
【部門区分】第３部門第２区分
【発行日】令和3年8月19日(2021.8.19)

【公開番号】特開2019-218310(P2019-218310A)
【公開日】令和1年12月26日(2019.12.26)
【年通号数】公開・登録公報2019-052
【出願番号】特願2018-117392(P2018-117392)
【国際特許分類】
Ａ０１Ｎ　25/08　(2006.01)
Ａ６１Ｌ　 9/04　(2006.01)
Ｃ０７Ｃ　63/26　(2006.01)
Ｃ０７Ｃ　63/307　(2006.01)
Ｃ０７Ｃ　63/333　(2006.01)
Ａ０１Ｎ　25/00　(2006.01)
Ａ０１Ｎ　25/10　(2006.01)
Ａ０１Ｐ　 7/02　(2006.01)
Ａ０１Ｐ　 7/04　(2006.01)
Ａ０１Ｐ　13/00　(2006.01)
Ａ０１Ｐ　 3/00　(2006.01)
Ａ０１Ｐ　21/00　(2006.01)
Ａ０１Ｎ　43/16　(2006.01)
Ａ０１Ｎ　43/78　(2006.01)
Ａ０１Ｎ　43/38　(2006.01)
Ａ０１Ｎ　37/36　(2006.01)
Ａ０１Ｎ　53/08　(2006.01)
Ａ０１Ｎ　31/14　(2006.01)
Ｃ０７Ｃ　69/76　(2006.01)
Ｃ０７Ｃ　311/16　(2006.01)
Ｃ０８Ｌ　101/00　(2006.01)
Ｃ０８Ｋ　 5/00　(2006.01)
Ａ０１Ｍ　 1/20　(2006.01)
Ｃ０７Ｆ　 5/06　(2006.01)
Ｃ０７Ｆ　 3/06　(2006.01)
Ｃ０７Ｆ　 1/08　(2006.01)
Ｃ０７Ｆ　15/02　(2006.01)
Ｃ０７Ｆ　11/00　(2006.01)
【ＦＩ】
Ａ０１Ｎ　 25/08
Ａ６１Ｌ　 9/04
Ｃ０７Ｃ　 63/26　　Ｚ
Ｃ０７Ｃ　 63/307
Ｃ０７Ｃ　 63/333
Ａ０１Ｎ　 25/00　　１０１
Ａ０１Ｎ　 25/10
Ａ０１Ｐ　 7/02
Ａ０１Ｐ　 7/04
Ａ０１Ｐ　 13/00
Ａ０１Ｐ　 3/00
Ａ０１Ｐ　 21/00

Ａ０１Ｎ	43/16		Ｃ
Ａ０１Ｎ	43/78		Ａ
Ａ０１Ｎ	43/38		
Ａ０１Ｎ	37/36		
Ａ０１Ｎ	53/08	１２５	
Ａ０１Ｎ	31/14		
Ｃ０７Ｃ	69/76		Ｚ
Ｃ０７Ｃ	311/16		
Ｃ０８Ｌ	101/00		
Ｃ０８Ｋ	5/00		
Ａ０１Ｍ	1/20		Ｃ
Ｃ０７Ｆ	5/06		Ｄ
Ｃ０７Ｆ	3/06		
Ｃ０７Ｆ	1/08		Ｂ
Ｃ０７Ｆ	15/02		
Ｃ０７Ｆ	11/00		Ａ

【手続補正書】
【提出日】令和3年7月8日(2021.7.8)
【手続補正１】
【補正対象書類名】特許請求の範囲
【補正対象項目名】全文
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】
機能徐放性液体と、金属イオン及び有機配位子を有し、９００m^2／ｇ以上の比表面積を有する多孔性配位高分子と、マトリックス樹脂とを含み、
１０ＭＰａ以上圧縮した時の液体成分の表面濃度が１．０ｍｇ／ｃm^2未満である、
機能徐放性組成物。
【請求項２】
前記機能徐放性液体が、６００以下の分子量、１０℃以上の融点を有する請求項１記載の機能徐放性組成物。
【請求項３】
前記多孔性配位高分子の平均細孔径が、前記機能徐放性液体の分子径以上である請求項１又は２に記載の機能徐放性組成物。
【請求項４】
請求項１～３のいずれか１項に記載の機能徐放性組成物の成形体。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０００９
【補正方法】変更
【補正の内容】
【０００９】
すなわち、本発明は以下の通りである。
（１）
機能徐放性液体と、金属イオン及び有機配位子を有し、９００m^2／ｇ以上の比表面積を有する多孔性配位高分子と、マトリックス樹脂とを含み、
１０ＭＰａ以上圧縮した時の液体成分の表面濃度が１．０ｍｇ／ｃm^2未満である、
機能徐放性組成物。

（２）
前記機能徐放性液体が、６００以下の分子量、１０℃以上の融点を有する（１）の機能徐放性組成物。
（３）
前記多孔性配位高分子の平均細孔径が、前記機能徐放性液体の分子径以上である（１）又は（２）の機能徐放性組成物。
（４）
（１）～（３）のいずれかの機能徐放性組成物の成形体。
【手続補正３】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００６５
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００６５】
［実施例１］
機能徐放性液体としてエトフェンプロックス（融点３７℃、沸点２００℃、分子量３７６．４９、分子径（長径）１．７４８ｎｍ、分子径（短径）０．５ｎｍ、三井化学アグロ製品）、金属イオンとしてクロムイオン、有機配位子としてテレフタル酸から構成される多孔性配位高分子（「ＨＵＳＴ－１」、ＢＥＴ法による比表面積：２８００m^2／ｇ、平均細孔径：２．０～２．７ｎｍ）を用いた。多孔性配位高分子に機能徐放性液体を下記表１の組成物Ａ１に示す組成となるように吸着させた。吸着方法としては、真空ベルジャー内に多孔性配位高分子を配置し、多孔性配位高分子を０．０１ＭＰａ以下に減圧し、この状態にエトフェンプロックスを滴下させ、多孔性配位高分子に吸着させる方法を用いた。エトフェンプロックスを吸着させた多孔性配位高分子をマトリックス樹脂としてのポリエチレン樹脂（日本ポリエチレン製品の「ノバティックＵＪ３１０」）にコンパウンド加工及び混合し、機能徐放性組成物（成形体素材）を作製した。ポリエチレン樹脂の配合量は、マトリックス樹脂（ポリエチレン樹脂）の含有量、機能徐放性液体（エトフェンプロックス）の含有量及びＰＣＰ（多孔性配位高分子）の含有量がそれぞれ下記表１の組成物Ａ１に示すようになる量とした。同様に上記各含有量が異なる組成物Ａ２～Ａ６をそれぞれ作製した。
コンパウンド加工の方法として、ラボプラストミル装置（東洋精機製作所製品）を用い、加工温度１２０℃にて１０分間コンパウンドする方法を用いた。
次に、加熱プレス機（井本製作所製品の「ＩＭＣ１８０Ｃ型」）を用いて、各成形体素材を１２０℃にて２．５トン加圧し、５０ｍｍ×５０ｍｍ、厚さ１．２ｍｍのプレート状成形体を作製し、これを実施例１とした。
【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００７９
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００７９】
［実施例８］
金属イオンとして亜鉛イオン、有機配位子として４，４’－ビフェニルジカルボキシ酸から構成される多孔性配位高分子（「ＵＩＯ－６７」、ＢＥＴ法による比表面積：１５３０m^2／ｇ、平均細孔径：０．６ｎｍ）を用いた以外は実施例７と同様にして機能徐放性組成物（成形体素材）を作製した。ポリエチレン樹脂の配合量は、マトリックス樹脂（ポリエチレン樹脂）の含有量、機能徐放性液体の含有量及びＰＣＰ（多孔性配位高分子）の含有量がそれぞれ下記表８の組成物Ｈ１に示すようになる量とした。同様に上記各含有量が異なる組成物Ｈ２～Ｈ７をそれぞれ作製した。その後、実施例７と同様にして各成形体素材から成形体を作製し、これを実施例８とした。

【手続補正５】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００９５
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００９５】
［実施例１６］
金属イオンとして亜鉛イオン、有機配位子として４，４’－ビフェニルジカルボキシ酸から構成される多孔性配位高分子（「ＵＩＯ－６７」、ＢＥＴ法による比表面積：１５３０m^2／ｇ、平均細孔径：０．６ｎｍ）を用いた以外は実施例１５と同様にして機能徐放性組成物（成形体素材）を作製した。ポリエチレン樹脂の配合量は、マトリックス樹脂（ポリエチレン樹脂）の含有量、機能徐放性液体の含有量及びＰＣＰ（多孔性配位高分子）の含有量がそれぞれ下記表１６の組成物Ｐ１に示すようになる量とした。同様に上記各含有量が異なる組成物Ｐ２～Ｐ７をそれぞれ作製した。その後、実施例１５と同様にして各成形体素材から成形体を作製し、これを実施例１６とした。
【手続補正６】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０１１５
【補正方法】変更
【補正の内容】
【０１１５】
［比較例５］
多孔性配位高分子に代えてゼオライトを用いた以外は実施例１と同様にして機能徐放性組成物（成形体素材）を作製した。ポリエチレン樹脂の配合量は、マトリックス樹脂（ポリエチレン樹脂）の含有量、機能徐放性液体の含有量及びゼオライトの含有量がそれぞれ下記表２６の組成物ｅ１に示すようになる量とした。同様に上記各含有量が異なる組成物ｅ２～ｅ７をそれぞれ作製した。その後、実施例１と同様にして各成形体素材から成形体を作製し、これを比較例５とした。
【手続補正７】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０１１６
【補正方法】変更
【補正の内容】
【０１１６】
【表２６】

	マトリックス樹脂（質量%）	機能徐放性液体（質量%）	ゼオライト（質量%）	機能徐放性液体表面量（$\mu g/cm^2$）
e1	95.75	1.75	2.5	5.6
e2	91.5	3.5	5	18
e3	83	7	10	44
e4	74.5	10.5	15	139
e5	66	14	20	428
e6	57.5	17.5	25	971
e7	52.4	19.6	28	1421

【手続補正８】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０１１８
【補正方法】変更
【補正の内容】

【０１１８】
先ず、２０℃環境下にて各試料（成形体）を５０ｍＬのテトラヒドロフランに浸漬し、表面に析出している機能徐放性液体を洗浄した。次に、高速液体クロマトグラフィーを用いて、洗浄した液中の試料単位面積当たりの機能徐放液体の表面量（表面濃度）（μｇ／ｃｍ^2）を測定した。ここで、試料中の機能徐放性液体の含有濃度が多いほど、上記表面量は増加するが、許容濃度を超えると極端に増加する臨界点である上限値に達する。機能徐放性液体の含有濃度を大きくしても、上記表面量が極端に増加する傾向を示さなければ、長期徐放性に優れることを示唆している。また、表面量が１０００μｇ／ｃｍ^{2}以上であると、機能徐放性複合成形体の素材として射出成形等で加工する場合、表面がべたつく等の理由により素材ペレットが詰まる等の問題が生じる虞がある。そこで、これらの２点を考慮して実施例及び比較例を評価した。
【手続補正９】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０１１９
【補正方法】変更
【補正の内容】
【０１１９】
評価結果を表１～２６及び図１～図６に示す。図１～図６に示すグラフは、機能徐放性複合成形体中の機能徐放性液体の含有濃度と、機能徐放性複合成形体の表面量の関係を示す。図１～図６から明らかなように、各実施例及び比較例のいずれにおいても機能徐放性液体の含有濃度が増加すると表面量も増加する傾向にあるが、各比較例の場合には、機能徐放性液体含有濃度が２０質量％を超えると、表面量が急激に増加することがわかった。これにより、各比較例の上限値は２０重量％であることがわかった。一方、各実施例の場合には、機能徐放性液体含有濃度が４０重量％を超えても、表面量が極端に増加する臨界点、さらに加工上限値である１０００μｇ／ｃｍ^{2}には達しなかった。