【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１部門第１区分
【発行日】平成29年3月9日(2017.3.9)

【公開番号】特開2015-19638(P2015-19638A)
【公開日】平成27年2月2日(2015.2.2)
【年通号数】公開・登録公報2015-007
【出願番号】特願2013-152032(P2013-152032)
【国際特許分類】
*Ａ２３Ｌ　33/16　(2016.01)*
*Ｃ０２Ｆ　1/469　(2006.01)*
*Ｂ０１Ｄ　61/44　(2006.01)*
*Ｂ０１Ｄ　61/46　(2006.01)*
*Ｂ０１Ｊ　47/12　(2017.01)*
*Ｂ０１Ｄ　71/38　(2006.01)*
*Ｃ０８Ｊ　5/22　(2006.01)*
【ＦＩ】
Ａ２３Ｌ　1/304
Ｃ０２Ｆ　1/46　１０３
Ｂ０１Ｄ　61/44　５００
Ｂ０１Ｄ　61/46　５００
Ｂ０１Ｊ　47/12　Ｃ
Ｂ０１Ｄ　71/38
Ｃ０８Ｊ　5/22　１０２
Ｃ０８Ｊ　5/22　ＣＥＸ

【手続補正書】
【提出日】平成29年1月30日(2017.1.30)
【手続補正１】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８９
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００８９】

【表５】

| | 陽イオン交換樹脂 | | | 熱処理温度 | 架橋条件 | | 陽イオン交換膜の特性 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | ブロック重合体(P) | 含有塩量(C)(wt%) | C/P | 温度(℃) | 架橋剤種類 | 濃度(wt%) | 膜厚(μm) | 膜含水率(H)(%) | イオン交換容量(mmol/g) | 膜抵抗(Ω·cm2) | ドメインサイズ(nm) |
| CEM-1 | P-3 | 4.5 | 4.5/95.5 | 160 | GA | 1.0 | 80 | 33.5 | 1.4 | 10 | 144 |
| CEM-2 | P-3 | 4.0 | 4.0/96.0 | 160 | GA | 1.0 | 80 | 33.4 | 1.3 | 6 | 120 |
| CEM-3 | P-2 | 2.8 | 2.8/97.2 | 160 | GA | 1.0 | 80 | 33.0 | 1.4 | 2.3 | 82 |
| CEM-4 | P-2 | 2.8 | 2.8/97.2 | 160 | GA | 1.0 | 80 | 32.4 | 1.4 | 1.5 | 58 |
| CEM-5 | P-3 | 2.0 | 2.0/98.0 | 160 | GA | 1.0 | 80 | 32.3 | 1.3 | 1.1 | 32 |
| CEM-6 | P-3 | 1.5 | 1.5/98.5 | 160 | GA | 1.0 | 80 | 31.9 | 1.3 | 0.9 | 10 |
| CEM-7 | P-5 | 1.0 | 1.0/99.0 | 160 | GA | 1.0 | 80 | 28.3 | 0.7 | 3.3 | 4 |
| CEM-8 | P-3 | 6.1 | 6.1/93.9 | 160 | GA | 1.0 | 80 | 39.4 | 0.5 | 252 | ※1 |
| CEM-9 | P-4 | 5.2 | 5.2/94.8 | 160 | GA | 1.0 | 80 | 36.6 | 0.9 | 32 | ※2 |
| CEM-10 | P-1 | = | = | 160 | GA | 1.0 | 80 | 34.7 | 1.4 | 18 | 180 |
| CEM-11 | P-6 | <1 | <1/>99.0 | 160 | GA | 1.0 | 80 | 25.2 | 0.9 | 11 | ※3 |

※1：相分離が激しく連続海島構造になり、一部が溶出。ドメインサイズが判定できず。
※2：相分離が激しく連続海島構造になり、ドメインサイズが判定できず。
※3：相分離は確認されず。

【手続補正２】

【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００９１
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００９１】
表５の結果からは、特に塩含有重量（Ｃ）が４．５％以下のブロック共重合体（Ｐ）を用いた陽イオン交換膜は、ドメインサイズが１５０ｎｍ以下となり、膜抵抗が低い膜となり、陽イオン交換膜として優れていることが判る（ＣＥＭ－１～７）。さらに、塩含有重量（Ｃ）が４．０％以下の膜は、ドメインサイズが１３０ｎｍ以下であり、膜抵抗が低くなることがわかる（ＣＥＭ－２～７）。一方で、ドメインサイズが１５０ｎｍよりも大きい陽イオン交換膜は、高い膜抵抗を有し、陽イオン交換膜としての特性が発現しなかった（ＣＥＭ－８～１０）。特に、塩含有量（Ｃ）の多いものは膜のポリマーセグメントの相分離が激しく、イオン交膜全体で空隙が発生し、イオン交換膜として満足のいく特性を発現していない（ＣＥＭ－８）。なお、ＣＥＭ９では、精製したＮａＳＳ－２を使用しているが、重合開始剤としてＫＰＳを使用しているため、得られた陽イオン交換樹脂中の塩含有量は高い。
一方で、完全相溶系であると考えられるミクロ相分離が確認されなかったランダムブロック共重合体のＰ－６を用いた膜（ＣＥＭ－１１）は、相分離ドメインサイズの小さいブロック共重合体Ｐ－５（ＣＥＭ－７）に比べ、膜抵抗が高い（表５）。これから、相分離ドメインが存在し、相分離ドメインサイズ（Ｘ）が０を超す、すなわちＸ＞０であるブロック共重合体であることが、膜性能発現に重要であることがわかる。