

【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 1 区分

【発行日】平成29年3月9日 (2017.3.9)

【公開番号】特開2015-59059(P2015-59059A)

【公開日】平成27年3月30日 (2015.3.30)

【年通号数】公開・登録公報2015-021

【出願番号】特願2013-193240(P2013-193240)

【国際特許分類】

**C 0 1 D 15/00 (2006.01)**

**C 0 2 F 1/469 (2006.01)**

**B 0 1 J 47/12 (2017.01)**

**B 0 1 D 61/46 (2006.01)**

**B 0 1 J 39/20 (2006.01)**

【 F I 】

C 0 1 D 15/00

C 0 2 F 1/46 1 0 3

B 0 1 J 47/12 C

B 0 1 J 47/12 D

B 0 1 D 61/46 5 0 0

B 0 1 J 39/20 H

【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】0 0 8 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 8 7 】

【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				
	重合体(P)	含有塩量(C) (wt%)	C/P		架橋剤種類	濃度 (vol%)	膜厚 ( $\mu$ m)	膜含水率(H) (%)	イオン交換容量 (mmol/g)	膜抵抗 ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	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】0089

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0089】

表5の結果からは、ドメインサイズが150nm以下の陽イオン交換膜は、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、イオン交換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、CEM-9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。