

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2010-522255

(P2010-522255A)

(43) 公表日 平成22年7月1日 (2010. 7. 1)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C08J 3/24 (2006.01)</b>	C08J 3/24 C E Y Z	3 B 2 0 0
<b>A61F 13/15 (2006.01)</b>	A61F 13/18 3 O 7 B	4 F 0 7 0
<b>A61F 13/53 (2006.01)</b>	C08L 101/14	4 J 0 0 2
<b>C08L 101/14 (2006.01)</b>	C08K 3/10	
<b>C08K 3/10 (2006.01)</b>	C08K 3/32	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 34 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2009-554513 (P2009-554513)  
 (86) (22) 出願日 平成19年12月28日 (2007. 12. 28)  
 (85) 翻訳文提出日 平成21年9月18日 (2009. 9. 18)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US2007/089033  
 (87) 国際公開番号 W02008/118237  
 (87) 国際公開日 平成20年10月2日 (2008. 10. 2)  
 (31) 優先権主張番号 11/690, 611  
 (32) 優先日 平成19年3月23日 (2007. 3. 23)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 508160093  
 エボニック ストックハウゼン, インコー  
 ポレイティド  
 アメリカ合衆国, ノースカロライナ 27  
 406, グリーンスバラ, ドイル ストリ  
 ート 2401  
 (74) 代理人 100099759  
 弁理士 青木 篤  
 (74) 代理人 100077517  
 弁理士 石田 敬  
 (74) 代理人 100087413  
 弁理士 古賀 哲次  
 (74) 代理人 100093665  
 弁理士 蛭谷 厚志

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高透過率高吸収性ポリマー組成物

## (57) 【要約】

本発明は、吸収性の、架橋されたポリマー組成物に関し、部分的に中和され、酸基を有し、モノエチレン性の不飽和モノマーに基づくものであり、吸収性の、架橋されたポリマー組成物はポリマー被覆されていてもよく、特に膨潤状態で液体の輸送に関して改良された特性を有し、高容量および高ゲルベッド透過率を有する。

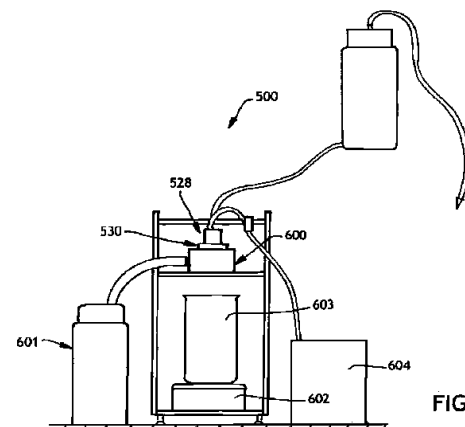


FIG. 1

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

高吸収性ポリマーを含む、高容量の高吸収性ポリマー組成物であり、その組成物は：

a) 高吸収性ポリマーに基づいて約 5.5 wt% ~ 約 99.9 wt% の、重合性不飽和酸基含有モノマーの高吸収性ポリマー；ならびに

b) 重合性不飽和酸基含有モノマーに基づいて、約 0.001 wt% ~ 約 5 wt% の内部 (internal) 架橋剤、ここで高吸収性ポリマーは約 25% より大きい中和度を有し、成分 a) および b) は重合されて、次の表面添加剤をさらに含む高吸収性ポリマー粒子に調製され、表面処理高吸収性ポリマー粒子を形成する、を含む。

i) 高吸収性ポリマー成分に基づいて約 0.001 wt% ~ 約 5 wt% の表面架橋剤；

ii) 高吸収性ポリマー組成物に基づいて約 0.01 wt% ~ 約 2 wt% の水不溶性無機金属化合物；および

iii) 高吸収性ポリマー組成物に基づいて 0 wt% ~ 約 5 wt% のポリマー被覆。

を含む。

**【請求項 2】**

高吸収性ポリマー組成物が、遠心保持容量試験により測定された、少なくとも約 30 g / g の遠心保持容量 (Centrifuge Retention Capacity)、および自由膨潤ゲルベッド透過率試験 (Free Swell Gel Bed Permeability Test) により測定された、少なくとも 10 ダルシー (Darcy) の自由膨潤ゲルベッド透過率を示す、請求項 1 に記載の高吸収性ポリマー組成物。

**【請求項 3】**

水不溶性無機金属化合物が、金属リン酸塩、ホウ酸チタン、ホウ酸アルミニウム、ホウ酸鉄、ホウ酸マグネシウム、ホウ酸マンガン、およびホウ酸カルシウムから選ばれる請求項 1 または 2 に記載の高吸収性ポリマー組成物。

**【請求項 4】**

無機金属化合物の粒子が約 2  $\mu$ m 未満の質量平均粒径を有する請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

**【請求項 5】**

該ポリマー被覆が、乾燥高吸収性ポリマー組成物に基づいて約 0.01 wt% ~ 約 0.5 wt% である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

**【請求項 6】**

該ポリマー被覆が、ポリオレフィン、ポリエチレン、ポリエステル、ポリウレタン、ポリアミド、ポリウレタン、直鎖低密度ポリエチレン、エチレンアクリル酸コポリマー、スチレンコポリマー、エチレンアルキルメタクリレートコポリマー、ポリプロピレン、マレイン酸変性ポリプロピレン、エチレンビニルアセテートコポリマー、ポリアミド、ポリエステル、ならびにそれらのブレンドおよびコポリマーから選ばれる請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

**【請求項 7】**

該ポリマー被覆がカチオンポリマーである請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

**【請求項 8】**

該ポリマー被覆がポリビニルアミンである請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

**【請求項 9】**

高吸収性ポリマー組成物が、遠心保持容量試験により測定された、少なくとも約 32 g / g の遠心保持容量、および自由膨潤ゲルベッド透過率試験により測定された、少なくとも 20 ダルシーの自由膨潤ゲルベッド透過率を示す、請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

**【請求項 10】**

該ポリマー被覆がマレイン酸変性ポリプロピレンである請求項 1 ~ 9 のいずれかに記載

10

20

30

40

50

の高吸収性ポリマー組成物。

【請求項 1 1】

金属リン酸塩がリン酸アルミウムである請求項 3 ~ 1 0 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

【請求項 1 2】

高吸収性ポリマー組成物が、遠心保持容量試験により測定された、約 3 2 g / g ~ 約 4 0 g / g の遠心保持容量、および自由膨潤ゲルベッド透過率試験により測定された、少なくとも約 4 0 ダルシーの自由膨潤ゲルベッド透過率を示す、請求項 1 ~ 1 1 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

【請求項 1 3】

乾燥高吸収性ポリマー組成物に基づいて少なくとも約 4 0 wt % が、約 3 0 0 ~ 約 6 0 0  $\mu$  m の粒径を有する請求項 1 ~ 1 2 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

【請求項 1 4】

乾燥高吸収性ポリマー組成物に基づいて少なくとも約 5 0 wt % が、約 3 0 0 ~ 約 6 0 0  $\mu$  m の粒径を有する請求項 1 ~ 1 2 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

【請求項 1 5】

高吸収性ポリマーを含む高吸収性ポリマー組成物であり、乾燥高吸収性ポリマー組成物組成物に基づいて約 0 . 0 1 wt % ~ 約 2 wt % の、不溶性リン酸アルミニウムまたは不溶性金属ホウ酸塩から選ばれる無機金属化合物で処理された高吸収性ポリマー粒子を含み、高吸収性ポリマー組成物は自由膨潤ゲルベッド透過率試験により測定された、少なくとも約 1 0 ダルシーの自由膨潤ゲルベッド透過率を示す高吸収性ポリマー組成物。

【請求項 1 6】

不溶性金属ホウ酸塩が、ホウ酸チタン、ホウ酸アルミニウム、ホウ酸鉄、ホウ酸マグネシウム、ホウ酸マンガン、およびホウ酸カルシウムから選ばれる請求項 1 ~ 1 4 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

【請求項 1 7】

無機金属化合物の粒子が約 2  $\mu$  m 未満の質量平均粒径を有する請求項 1 5 または 1 6 に記載の高吸収性ポリマー組成物。

【請求項 1 8】

高吸収性ポリマー組成物が、遠心保持容量試験により測定された、少なくとも約 3 2 g / g の遠心保持容量、および自由膨潤ゲルベッド透過率試験により測定された、少なくとも 2 0 ダルシーの自由膨潤ゲルベッド透過率を示す、請求項 1 5 ~ 1 7 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

【請求項 1 9】

乾燥高吸収性ポリマー組成物に基づいて少なくとも約 4 0 wt % が、約 3 0 0 ~ 約 6 0 0  $\mu$  m の粒径を有する請求項 1 5 ~ 1 8 のいずれかに記載の高吸収性ポリマー組成物。

【請求項 2 0】

高吸収性ポリマー組成物の製造方法であり、次の段階を含む：

a ) 高吸収性ポリマーに基づいて約 5 5 wt % ~ 約 9 9 . 9 wt % の、重合性不飽和酸基含有モノマーからの重合方法による高吸収性ポリマーおよび重合性不飽和酸基含有モノマーに基づいて約 0 . 0 0 1 wt % ~ 約 5 wt % の内部架橋剤を用意すること、ここで高吸収性ポリマーは約 2 5 % より大きい中和度を有する；、成分 a ) および b ) は重合されて、次の表面添加剤をさらに含む高吸収性ポリマー粒子に調製され、表面処理高吸収性ポリマー粒子を形成する、を含む。

b ) 吸収性ポリマーから吸収性ポリマー粒子を用意すること；

c ) 吸収性ポリマー粒子を以下の表面添加剤で処理すること；

i ) 高吸収性ポリマー成分に基づいて約 0.001wt % ~ 約 5wt % の表面架橋剤；

i i ) 高吸収性ポリマー組成物に基づいて約 0.01wt % ~ 約 2wt % の水不溶性無機金属化合物；および

i i i ) 高吸収性ポリマー組成物に基づいて 0wt % ~ 約 5wt % のポリマー被覆が粒子表

10

20

30

40

50

面に適用される；

d) 被覆された高吸収性ポリマー粒子を熱処理すること；そして

ここで高吸収性ポリマー組成物は、遠心保持容量試験により測定された、少なくとも約 30 g/g の遠心保持容量、および自由膨潤ゲルベッド透過率試験により測定された、少なくとも 10 ダルシーの自由膨潤ゲルベッド透過率を示す。

【請求項 21】

段階 a) において、少なくとも約 50 wt% の酸基がカルボキシル基を含み、酸基は少なくとも 50 モル% 中和され、内部架橋剤が重合性不飽和酸基含有モノマーに基づいて約 0.2 wt% ~ 約 3 wt% である請求項 20 に記載の方法。

【請求項 22】

被覆された高吸収性ポリマー粒子の熱処理が約 150 ~ 約 250 である請求項 20 または 21 に記載の方法。

【請求項 23】

水不溶性金属が金属リン酸塩またはホウ酸塩から選ばれ、ホウ酸塩がホウ酸チタン、ホウ酸アルミニウム、ホウ酸鉄、ホウ酸マグネシウム、ホウ酸マンガン、およびホウ酸カルシウムから選ばれる請求項 20 ~ 22 のいずれかに記載の方法。

【請求項 24】

無機金属化合物の粒子が約 2 μm 未満の質量平均粒径を有する請求項 20 ~ 23 のいずれかに記載の方法。

【請求項 25】

高吸収性ポリマー組成物が、遠心保持容量試験により測定された、少なくとも約 32 g/g の遠心保持容量、および自由膨潤ゲルベッド透過率試験により測定された、少なくとも 20 ダルシーの自由膨潤ゲルベッド透過率を示す、請求項 20 ~ 24 のいずれかに記載の方法。

【請求項 26】

該ポリマー被覆が、ポリオレフィン、ポリエチレン、ポリエステル、ポリウレタン、ポリアミド、ポリウレタン、直鎖低密度ポリエチレン、エチレンアクリル酸コポリマー、スチレンコポリマー、エチレンアルキルメタクリレートコポリマー、ポリプロピレン、マレイン酸変性ポリプロピレン、エチレンビニルアセテートコポリマー、ポリアミド、ポリエステル、ならびにそれらのブレンドおよびコポリマーから選ばれる請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の方法。

【請求項 27】

該ポリマー被覆がマレイン酸変性ポリプロピレンである請求項 20 ~ 26 のいずれかに記載の方法。

【請求項 28】

該ポリマー被覆がマレイン酸変性ポリプロピレンとエチレンアクリル酸コポリマーのブレンドである請求項 20 ~ 27 のいずれかに記載の方法。

【請求項 29】

表面添加剤がさらにカチオンポリマーを含む請求項 20 ~ 28 のいずれかに記載の方法。

【請求項 30】

カチオンポリマーがポリビニルアミンである請求項 20 ~ 29 のいずれかに記載の方法。

【請求項 31】

水不溶性無機金属化合物が懸濁形態である請求項 20 ~ 30 のいずれかに記載の方法。

【請求項 32】

水不溶性無機金属化合物が乾式で適用される請求項 20 ~ 31 のいずれかに記載の方法。

【請求項 33】

高吸収性ポリマー組成物が、遠心保持容量試験により測定された、少なくとも約 32 g

10

20

30

40

50

/g の遠心保持容量、および自由膨潤ゲルベッド透過率試験により測定された、少なくとも 40 ダルシーの自由膨潤ゲルベッド透過率を示す、請求項 20 ~ 32 のいずれかに記載の方法。

【請求項 34】

乾燥高吸収性ポリマー組成物に基づいて少なくとも約 40 wt% が、約 300 ~ 約 600  $\mu\text{m}$  の粒径を有する請求項 20 ~ 33 のいずれかに記載の方法。

【請求項 35】

a) ホウ酸塩を水に溶解することにより溶液を調製する； b) a) の溶液に金属チタン塩の溶液を添加する；および c) 溶液に過酸化水素を添加して懸濁液を調製する、段階を含むホウ酸チタンスラリーの製造方法。

10

【請求項 36】

さらに d) 懸濁液をろ過してケーキを形成する段階を含む請求項 35 に記載のホウ酸チタンスラリーの製造方法。

【請求項 37】

請求項 35 または 36 に記載のホウ酸チタン化合物。

【請求項 38】

高吸収性ポリマー粒子を細かく分割された、水不溶性無機金属塩で処理する方法からなり、その方法は、

a) 高吸収性ポリマー粒子を用意すること；

b) 第 1 の無機金属塩の第 1 の溶液を用意すること；

20

c) b) の第 1 の溶液に第 2 の無機金属塩の第 2 の溶液を添加し、混合し、その第 1 の溶液および第 2 の溶液は混合の際に反応して第 3 の水不溶性無機金属塩を沈殿させて、水不溶性無機金属塩スラリーを形成すること；

d) 任意に、水不溶性無機金属塩スラリーの金属をもっと高い原子価状態に酸化すること；ならびに

e) その水不溶性無機金属塩スラリーを、水不溶性無機金属塩スラリーの分離および乾燥をしないで、高吸収性ポリマー粒子に付着させること、の段階、からなる。

【請求項 39】

高吸収性ポリマー粒子を細かく分割された、水不溶性無機金属塩で処理する方法からなり、その方法は、

30

a) 高吸収性ポリマー粒子を用意すること；

b) 第 1 の無機金属塩の第 1 の溶液を用意すること；

c) 第 2 の無機金属塩の第 2 の溶液を用意すること；

d) その第 1 の溶液および第 2 の溶液を高吸収性ポリマー粒子に付着させて、高吸収性ポリマー粒子の表面に直接またはその近傍に、水不溶性無機金属塩沈殿物を形成すること、の段階、からなる。

【請求項 40】

該第 1 の無機金属塩がアルミニウム、チタン、カルシウムまたは鉄から選ばれるカチオンを含み、該第 2 の無機金属塩がリン酸塩、ホウ酸塩またはクロム酸塩から得られるアニオンを含む請求項 38 に記載の方法。

40

【請求項 41】

該第 1 の無機金属塩がアルミニウム、チタン、カルシウムまたは鉄から選ばれるカチオンを含み、該第 2 の無機金属塩がリン酸塩、ホウ酸塩またはクロム酸塩から得られるアニオンを含む請求項 39 に記載の方法。

【請求項 42】

該第 1 の無機金属塩が硫酸アルミニウムテトラデカハイドレートであり、該第 2 の無機金属塩がリン酸三ナトリウムである請求項 38 ~ 41 のいずれかに記載の方法。

【請求項 43】

該第 1 の無機金属塩が硫酸アルミニウムテトラデカハイドレートであり、該第 2 の無機金属塩がリン酸三ナトリウムである請求項 38 ~ 42 のいずれかに記載の方法。

50

## 【請求項 4 4】

表面処理された高吸収性ポリマー粒子が熱処理される請求項 1 に記載の高容量の高吸収性ポリマー組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、高吸収性ポリマー組成物に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

高吸収性材料とは、水膨潤性で不水溶性であり、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液を含む水溶液中で、少なくともそれ自体の質量の約10倍から約30倍の質量を吸収することができる材料をいうのが通常である。本発明は、水、水性液体および血液を吸収する、高吸収性ポリマー組成物 (superabsorbent polymer compositions) に関する。

10

## 【0003】

高吸収性ポリマーは、架橋され、部分的に中和されたポリマーであり、膨潤とヒドロゲルの生成を伴って、大量の水性液体、または尿もしくは血液のような体液、を吸収し、かつ高吸収性材料の一般的な定義にしたがって、ある圧力下でそれらを保持することができる。高吸収性ポリマー組成物は表面架橋、表面処理および他の処理のような、高吸収性ポリマーの後処理を含み得る。高吸収性ポリマー粒子は、高吸収性ポリマーまたは高吸収性ポリマー組成物の粒子である。頭文字 S A P も、高吸収性ポリマー組成物およびその粒子の代わりに用いられ得る。高吸収性ポリマーならびにその使用および製造についての包括的な調査が、F.L.Buchholz および A.T.Graham (編者) による「Modern Superabsorbent Polymer Technology」, Wiley-VCH, New York, 1998 によりなされている。

20

## 【0004】

商業的に入手し得る高吸収性ポリマー組成物は、架橋ポリアクリル酸または架橋デンブロン - アクリル酸グラフトポリマーであり、そこではカルボキシル基の一部が水酸化ナトリウム溶液または水酸化カリウム溶液で中和されている。高吸収性ポリマー組成物の主な用途は、衛生用品、たとえば乳幼児用おむつ、失禁用製品または衛生タオルである。

## 【0005】

適合性、快適性および審美的な理由、ならびに環境面から、衛生用品をもっと小さく、薄くする傾向が増大している。これは、これらの用品において高体積の綿毛繊維の含有量を減少させることにより達成される。衛生用品における体液の一定の合計保持容量を確保するために、もっと高い含有量の高吸水性ポリマーがこれらの衛生用品において用いられている。この結果、高吸水性ポリマーは、適切な吸収および保持などの他の特徴を保持しながら、増大した透過率 (permeability) 特性を有する必要がある。

30

## 【0006】

透過率とは、泡のスラブの繊維のマット、またはこの場合には架橋されたポリマー、の多孔質構造の有効な連続性の尺度であり、高吸水性ポリマーの空隙率 (void fraction) および連続性の程度 (extent of connectedness) の用語で特定され得る。ゲル透過率は粒子の塊の全体としての特性であり、粒子サイズ分布、粒子形状、ならびに膨潤ゲルの開放孔の連続性、剛性率 (shear modulus) および表面改質に関連する。実際には、高吸水性ポリマーの透過率は、膨潤粒子の塊の中を液体がいかに迅速に流動するかの尺度である。低透過率は、高吸水性ポリマーの中を液体が容易には流動できないことを示し、それは通常ゲルブロッキングといわれ、液体の強制流 (おむつ使用時の、尿の2度めの適用等) は、代りの通路 (たとえばおむつ漏れ) 流れなければならない。

40

## 【0007】

低繊維含量の、非常に薄いおむつにおいて、透過率を増加させる1つの方法は、高吸収性ポリマー組成物の架橋量を増加させることである。しかし、高吸収性ポリマー組成物の吸収および保持値は、高吸収性ポリマーの架橋が増加すると、望ましくないほどに低レベルに減少される。

50

【先行技術文献】

【非特許文献】

【0008】

【非特許文献1】F.L.Buchholz およびA.T.Graham (編者)「Modern Superabsorbent Polymer Technology」,Wiley-VCH, New York, 1998

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

無荷重下で液体を保持する高吸収容量、圧力下に液体を保持する高吸収容量および改良されたゲルベッド透過率を含む、改良された適用特性を持つ高吸収性ポリマー組成物を提供することは、本発明の1つの目的である。

10

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明の1つの態様は、乾燥高吸収性ポリマー組成物に基づいて約0.01～約2wt%の無機金属化合物で表面処理された高吸収性ポリマー粒子を含む、高透過率高吸収性ポリマー組成物を少なくとも含み、高吸収性ポリマー組成物は少なくとも約30g/gの遠心保持容量(Centrifuge Retention Capacity)、および自由膨潤ゲルベッド透過率試験(Free Swell Gel Bed Permeability Test)により測定された、少なくとも10ダルシー(Darcy)の自由膨潤ゲルベッド透過率を示す。

【0011】

20

さらに、本発明のもう1つの態様は、高吸収性ポリマー粒子を細かく分割された、水不溶性無機金属塩で処理する方法からなり、その方法は、

a) 高吸収性ポリマー粒子を用意すること；

b) 第1の無機金属塩の第1の溶液を用意すること；

c) b)の第1の溶液に第2の無機金属塩の第2の溶液を添加し、混合し、その第1の溶液および第2の溶液は混合の際に反応して第3の水不溶性無機金属塩を沈殿させて、水不溶性無機金属塩スラリーを形成すること；

d) 任意に、水不溶性無機金属塩スラリーの金属をもっと高い原子価状態に酸化すること；ならびに

e) その水不溶性無機金属塩スラリーを、水不溶性無機金属塩スラリーの分離および乾燥をしないで、高吸収性ポリマー粒子に付着させること、の段階、からなる。

30

【0012】

さらに、本発明のもう1つの態様は、高吸収性ポリマー粒子を細かく分割された、水不溶性無機金属塩で処理する方法からなり、その方法は、

a) 高吸収性ポリマー粒子を用意すること；

b) 第1の無機金属塩の第1の溶液を用意すること；

c) 第2の無機金属塩の第2の溶液を用意すること；

d) その第1の溶液および第2の溶液を高吸収性ポリマー粒子に付着させて、高吸収性ポリマー粒子の表面に直接またはその近傍に、水不溶性無機金属塩沈殿物を形成すること、の段階、からなる。

40

【0013】

本発明の多くの他の特徴と利点は以下の記載から明らかであろう。その記載においては、言及は本発明の典型的態様についてなされている。このような態様は本発明の全範囲を表すものではない。したがって、言及は、本発明の全範囲を解釈するための請求項についてなされるべきである。簡潔の点から、本明細書に示される値のいかなる範囲も範囲内のすべての値を意図し、問題の特定範囲内の実数値である終点を持つ、下位の範囲を引用する請求項を支持するものと解釈されるべきである。仮定上の例証例(hypothetical illustrative example)として、1～5の範囲の、本明細書の開示は、次の範囲：1～5；1～4；1～3；1～2；2～5；2～4；2～3；3～5；3～4；および4～5のいかなる範囲についても請求項を支持すると考えられるべきである。

50

## 【0014】

さらに、本発明は、本発明の高吸収性ポリマー組成物を含有する吸収性組成物または衛生用品に関する。

## 【0015】

本発明の前述と他の特徴、態様および利点は、次の説明、請求項および添付図面によりもっとよく理解されよう。

## 【0016】

(定義)

用語「吸収性物品」(“absorbent article”)は、液体を吸収して含むことができるデバイスをいうのが通常である。たとえば、パーソナルケア用吸収性物品は、身体から排出される種々の流体を吸収し含むために皮膚に対して、または近くに置かれるデバイスをいう。

## 【0017】

用語「使い捨て可能な」(“disposal”)は、ここでは1回の使用後に吸収性物品として、洗濯され、修繕され、または再使用される、ようには意図されない吸収性物品をいう。このような使い捨て可能な吸収性物品の例は、パーソナルケア用吸収性物品、健康/医療用吸収性物品、および家庭/産業用吸収性物品を含むが、これらに限定されない。

## 【0018】

吸収性ポリマーに関して用いられる、用語「架橋された」(“crosslinked”)は、通常水溶性である材料に実質的に水不溶性であるが膨潤性を有効に与える如何なる手段をもいう。このような架橋は、たとえば物理エンタングルメント(もつれ)(physical entanglement)、結晶ドメイン、共有結合、イオン結合型錯体(ionic complexes)および会合、水素結合のような親水性会合、疎水性会合、またはファンデルワールス力、を含む。

## 【0019】

用語「ダルシー」(“Darcy”)は、透過率のCGS単位である。1ダルシーは固体の透過率であり、1センチポイズの粘度を有する、 $1\text{cm}^3$ の流体が、 $1\text{cm}^2$ の断面積を固体の両側の圧力差が1気圧で、1cmの厚さを流動する場合をいう。透過率は面積と同じ単位を有することがわかる；透過率のSI単位はないので、平方メートルが用いられる。1ダルシーは約 $0.98692 \times 10^{-12} \text{m}^2$ 、すなわち約 $0.98692 \times 10^{-8} \text{cm}^2$ に等しい。

## 【0020】

用語「乾燥高吸収性ポリマー組成物」は、湿分約10%未満の高吸収性ポリマー組成物をいうのが通常である。

## 【0021】

高吸収性ポリマー組成物の粒径に関し、所与の試料についての用語「質量平均粒径」(mass median particle size)は、試料を質量基準で2等分に分けるものであり、すなわち質量で半分の試料は質量平均粒径よりも大きい粒径を有し、質量で半分の試料は質量平均粒径よりも小さい粒径を有する。したがって、たとえば、高吸収性ポリマー組成物の試料の質量平均粒径は、もし質量で試料の2分の1が $2\mu\text{m}$ より大きく測定されると、 $2\mu\text{m}$ である。

## 【0022】

用語「粒子」(“particle”, “particulate”等)は、用語「高吸収性ポリマー」とともに用いられるとき、個別の(discrete)単位の形状をいう。その単位は、フレーク、繊維、凝集体、顆粒、粉、球、粉末、等ならびにそれらの組み合わせを含み得る。粒子は所望の形状を有していてもよい：たとえば、立方体、棒状、多面体、球状、または半球状、円筒状、半円筒状、角のある(angular)、凹凸のある(irregular)、等である。針、フレーク、繊維のような、高アスペクト比を持つ形状もここに含まれる。用語「粒子」(“particle”, “particulate”)は、個々の粒子等よりも多くからなる凝集体も含み得る。さらに、粒子またはそれらのいかなる所望の凝集体も1つの種類よりも多くから構成され得る。

## 【0023】

用語「ポリマー」は、ホモポリマー、コポリマー、たとえばブロック、グラフト、ランダムおよび交互コポリマー、ターポリマー等、およびブレンドならびにそれらの改質、を含むが、それらに限定されない。さらに、そうでなように特に限定されていなければ、用語「ポリマー」は、すべての可能な配置異性体物質を含む。これらの配置はアイソタクチック、シンジオタクチック、およびアタクチック対称を含むが、それらに限定されない。

【0024】

ここで用いられる用語「ポリオレフィン」は、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリイソブチレン、ポリスチレン、エチレンビニルアセテートコポリマー等、それらのホモポリマー、コポリマー、ターポリマー等、およびブレンドならびにそれらの改質、を通常含むが、それらに限定されない。用語「ポリオレフィン」は、その可能なすべての構造を含み、アイソタクチック、シンジオタクチック、およびランダム対称を含むが、それらに限定されない。コポリマーはアタクチックおよびブロックコポリマーを含む。

10

【0025】

用語「高吸収性材料」は、水膨潤性で不水溶性の有機または無機材料をいい、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液を含む水溶液中で、少なくともそれ自体の質量の約10倍、または少なくともそれ自体の質量の約15倍、または少なくともそれ自体の質量の約25倍の質量を、最適の条件下で吸収することができる、高吸収性ポリマーおよび高吸収性ポリマー組成物を含む。

【0026】

用語「高吸収性ポリマー組成物」は、本発明にしたがって表面添加剤を含む高吸収性ポリマーをいう。

20

【0027】

用語「高吸収性ポリマー」および「高吸収性ポリマー予備生成物」は、ここで述べられる高吸収性ポリマーの製造し、材料を乾燥し、そしてクラッシャーで粗摩砕 (coarse grinding) する全段階を実施して、製造される材料をいう。

【0028】

用語「微細予備生成物」 (preproduct fines) は、ここで述べられる高吸収性ポリマーの製造し、材料を乾燥し、そしてクラッシャーで粗摩砕 (coarse grinding) し、約150  $\mu\text{m}$  より大きい粒子を除去する全段階を実施して、製造される材料をいう。

【0029】

30

用語「架橋」は、高吸収性ポリマー粒子の表面近くの機能的架橋のレベルが高吸収性ポリマー粒子の内部の機能的架橋のレベルよりも通常高いことを意味する。ここで用いられるように、「表面」は粒子の外側境界を説明する。多孔質高吸収性ポリマー粒子について、露出された内部表面も表面の定義に含まれる。

【0030】

用語「熱可塑性」は、熱に曝されると軟化し、そして室温に冷却されると非軟化状態にもどる材料を説明する。

【0031】

用語「wt %」は、ここで用いられ、高吸収性ポリマー組成物の成分に言及するとき、特に異なって特定されなければ、乾燥高吸収性ポリマー組成物の質量に基づいて解釈されるべきである。

40

【0032】

これらの用語は、本明細書の残りの部分において追加言語で定義され得る。

【図面の簡単な説明】

【0033】

【図1】自由膨潤ゲルベッド透過率試験に用いられる試験装置の側面図。

【図2】図1に示される自由膨潤ゲルベッド透過率試験装置に用いられるシリンダー/カップアセンブリーの側断面図。

【図3】図1に示される自由膨潤ゲルベッド透過率試験装置に用いられるブランジャーの平面図。

50

【図4】荷重下吸収性試験に用いられる試験装置の側面図。

【発明を実施するための形態】

【0034】

本発明の1つの態様は、高容量の高吸収性ポリマー組成物を含み、その高吸収性ポリマー組成物は乾燥高吸収性ポリマー組成物に基づいて約0.01～約2wt%の無機金属化合物で表面処理された高吸収性ポリマー粒子を含み、高吸収性ポリマー組成物は少なくとも約30g/gの遠心保持容量(Centrifuge Retention Capacity)、および自由膨潤ゲルベッド透過率試験(Free Swell Gel Bed Permeability Test)により測定された、少なくとも10ダルシー(Darcy)の自由膨潤ゲルベッド透過率を示す。

【0035】

本発明のもう1つの態様は、高吸収性ポリマーを含む、高容量の高吸収性ポリマー組成物を含み、その組成物は：

a) 高吸収性ポリマーに基づいて約5.5wt%～約99.9wt%の、重合性不飽和酸基含有モノマーの高吸収性ポリマー；ならびに

b) 重合性不飽和酸基含有モノマーに基づいて、約0.001wt%～約5wt%の内部(internal)架橋剤、ここで高吸収性ポリマーは約25%より大きい中和度を有し、成分a)およびb)は重合されて、次の表面添加剤をさらに含む高吸収性ポリマー粒子に調製され、表面処理高吸収性ポリマー粒子を形成する、を含む。

【0036】

i) 高吸収性ポリマー成分に基づいて約0.001wt%～約5wt%の表面架橋剤；

ii) 高吸収性ポリマー組成物に基づいて約0.01wt%～約2wt%の水不溶性無機金属化合物；および

iii) 高吸収性ポリマー組成物に基づいて0wt%～約5wt%のポリマー被覆。

【0037】

本発明のもう1つの態様は、高吸収性ポリマー粒子を細かく分割された、水不溶性無機金属塩で処理する方法からなり、その方法は、

a) 高吸収性ポリマー粒子を用意すること；

b) 第1の無機金属塩の第1の溶液を用意すること；

c) b)の第1の溶液に第2の無機金属塩の第2の溶液を添加し、混合し、その第1の溶液および第2の溶液は混合の際に反応して第3の水不溶性無機金属塩を沈殿させて、水不溶性無機金属塩スラリーを形成すること；

d) 任意に、水不溶性無機金属塩スラリーの金属をもっと高い原子価状態に酸化すること；ならびに

e) その水不溶性無機金属塩スラリーを、水不溶性無機金属塩スラリーの分離および乾燥をしないで、高吸収性ポリマー粒子に付着させること、の段階、からなる。

【0038】

本発明のもう1つの態様は、高吸収性ポリマー粒子を細かく分割された、水不溶性無機金属塩で処理する方法からなり、その方法は、

a) 高吸収性ポリマー粒子を用意すること；

b) 第1の無機金属塩の第1の溶液を用意すること；

c) 第2の無機金属塩の第2の溶液を用意すること；

d) その第1の溶液および第2の溶液を高吸収性ポリマー粒子に付着させて、高吸収性ポリマー粒子の表面に直接またはその近傍に、水不溶性無機金属塩沈殿物を形成すること、の段階、からなる。

【0039】

本発明の態様において示されるように、高吸収性ポリマーは、a) 高吸収性ポリマーの質量に基づいて、約5.5wt%～約99.9wt%の重合性不飽和酸基含有モノマーの初期重合により得られる。適切なモノマーはいかなるカルボキシル基を含有するものであってもよく、たとえばアクリル酸、メタクリル酸、または2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸またはそれらの混合物である。望ましくは酸基の少なくとも約50wt%、も

10

20

30

40

50

つと望ましくは酸基の少なくとも約 75 wt % がカルボキシル基である。

【0040】

酸基は少なくとも約 25 モル % の程度まで中和され、すなわち酸基は望ましくはナトリウム、カリウムまたはアンモニウム塩として存在する。ある態様において、中和度は少なくとも約 50 モル % であり得る。ある態様において、アクリル酸またはメタクリル酸の重合により得られるポリマーを利用するのが望ましく、そのカルボキシル基は内部架橋剤の存在下に、約 50 モル % ~ 約 80 モル % の程度まで中和される。

【0041】

ある態様において、エチレン性不飽和モノマーと共重合され得る適切なモノマーは、アクリルアミド、メタクリルアミド、ヒドロキシエチルアクリレート、ジメチルアミノアルキル(メタ)-アクリレート、エトキシ化(メタ)-アクリレート、ジメチルアミノプロピルアクリルアミドまたはアクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロリドを含み得るが、これらに限定されない。このようなモノマーは、共重合されたモノマーの質量の 0 wt % ~ 約 40 wt % の範囲で存在し得る。

【0042】

本発明の高吸収性ポリマーは、さらに内部架橋剤を含む。内部架橋剤は、少なくとも 2 つのエチレン性不飽和 2 重結合を有するか、または 1 つのエチレン性不飽和 2 重結合と、重合性不飽和酸基含有モノマーの酸基と反応性である 1 つの官能基とを有し、あるいは、その酸基と反応性であるいくつかの官能基が内部架橋剤として用いられ得、内部架橋剤は重合性不飽和酸基含有モノマーの重合時に存在するのが望ましい。

【0043】

内部架橋剤の例は、メチレンビスアクリル-または-メタクリルアミドまたはエチレンビスアクリルアミド；ポリオールまたはアルコキシ化ポリオールのエチレン性不飽和酸との脂肪族エステル、たとえばブタンジオールまたはエチレングリコール、ポリグリコールもしくはトリメチロールプロパンのジ(メタ)アクリレートまたはトリ(メタ)アクリレート；約 1 ~ 約 30 モルのアルキレンオキシドでオキシアルキル化、望ましくはエトキシ化、されていてもよいトリメチロールプロパンのジまたはトリアクリレートエステル；グリセロールおよびペンタエリスリトール、ならびに約 1 ~ 約 30 モルのエチレンオキシドでオキシエチレン化された、グリセロールおよびペンタエリスリトール、のアクリレートおよびメタクリレートエステル；アリル化合物、たとえばアリル(メタ)アクリレート、約 1 ~ 約 30 モルのエチレンオキシドと反応された、アルコキシ化アリル(メタ)アクリレート、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、マレイン酸ジアリルエステル、ポリアリルエステル、テトラアリルオキシエタン、トリアリルアミン、テトラアリルエチレンジアミン、ジオール、ポリオール、ヒドロキシアリルまたはアクリレート化合物およびリン酸もしくは亜リン酸のアリルエステル；ならびに架橋可能なモノマー、たとえば不飽和アミド(たとえばメタクリルアミドまたはアクリルアミド)のN-メチロール化合物、およびそれから誘導されるエーテル類。多価金属塩のようなイオン架橋剤も使用され得る。上述の架橋剤の混合物も使用され得る。内部架橋剤の含量は、重合性不飽和酸基含有モノマーの合計量に基づいて、約 0.001 wt % ~ 約 5 wt %、たとえば約 0.2 wt % ~ 約 3 wt % である。

【0044】

ある態様において、開始剤がフリーラジカル重合の開始のために使用され得る。適切な開始剤はアゾもしくはペルオキシ化合物、レドックス系またはUV開始剤、増感剤、および/または放射を含むが、これらに限定されない。

【0045】

重合後に、高吸収性ポリマーは粒子に成形されるのが通常である。ついで、高吸収性ポリマー粒子は、表面架橋剤の添加および熱処理により、重合後に表面架橋され得る。通常、表面架橋は、粒子内部の架橋密度に関して、高吸収性粒子の近くでポリマーマトリックスの架橋密度を増加させると考えられるプロセスである。

【0046】

ある特定の態様において、望ましい表面架橋剤は、ポリマー鎖のペンダント基と反応性である1以上の官能基（通常、酸基である）を持つ化学品を含む。表面架橋剤は、乾燥高吸収性ポリマー組成物の質量に基づいて、約0.001wt%～約5wt%の量で存在し得、たとえば、乾燥高吸収性ポリマー組成物の質量に基づいて、約0.1wt%～約3wt%であり、たとえば約0.1wt%～約1wt%である。本出願人は表面架橋剤の添加後の熱処理が望ましいことを見出した。

#### 【0047】

1つの特定の態様において、粒子状の高吸収性ポリマーは、アルキレンカーボネートで被覆され、表面処理され、ついで表面架橋することにより、高吸収性ポリマー粒子の表面架橋密度およびゲル強度特性を改良し得る。特に、表面架橋剤は、ポリマー粒子をアルキレンカーボネート表面架橋剤の水性アルコール溶液と混合することにより、高吸収性ポリマー粒子上に被覆される。アルコールの量は、アルキレンカーボネートの溶解性により決定され、種々の理由からできる限り低く保たれる。適切なアルコールは、メタノール、イソプロパノール、エタノール、ブタノール、またはブチルグリコール、ならびにこれらのアルコールの混合物である。ある態様において、溶媒は水が望ましく、乾燥高吸収性ポリマーの質量に基づいて、約0.3wt%～約0.5wt%の量で使われるのが通常である。他の態様において、アルキレンカーボネート表面架橋剤は、アルコールなしで水に溶解される。なお他の態様において、アルキレンカーボネート表面架橋剤は、たとえば無機キャリア材料（たとえば、二酸化ケイ素（ $\text{SiO}_2$ ））との粉体混合物から、またはアルキレンカーボネートの昇華による蒸気状態で、使用され得る。

10

20

#### 【0048】

望ましい表面架橋特性を達成するために、アルキレンカーボネートは粒子状の高吸収性ポリマー上に均一に供給される。この目的のために、混合が、この分野で知られている適切なミキサー中で行われ、たとえば流動床ミキサー、パドルミキサー、回転ドラムミキサー、またはツインワーム（twin-worm）ミキサーである。さらに、粒子状の高吸収性ポリマーの製造におけるプロセスの1つの段階の間に、粒子状の高吸収性ポリマーの被覆を実行することができる。1つの特定の態様において、この目的のための適切なプロセスは、逆懸濁重合プロセスである。

#### 【0049】

被覆処理に続くことができる熱処理は、次のように実行され得る。一般的に、熱処理は、約100～約300の温度である。もし高度に反応性のエポキシド架橋剤が使用されると、もっと低い温度も可能である。しかし、もしアルキレンカーボネートが使用されると、熱処理は約150～約250の温度が適切である。この特定の態様において、その処理温度は滞留時間およびアルキレンカーボネートの種類に依存する。たとえば、約150の温度で、熱処理は1時間以上実行される。これに対して、約250の温度では、所望の表面架橋特性を達成するために、数分間（たとえば、約0.5分間～約5分間）で十分である。熱処理はこの分野で知られている一般的なドライヤーまたはオープン内で実行され得る。

30

#### 【0050】

粒子は高吸収性ポリマー組成物の物理的形状の例として用いられ得るが、本発明はこの形状に限定されず、上述のような、繊維、発泡体、薄膜、ビーズ、棒状、等の他の形状にも適用し得る。ある態様において、高吸収性ポリマー組成物が粒子として、すなわち顆粒状で存在するとき、これらの粒子は、高吸収材産業でよく知られている篩いプロセスに基づいて約150 $\mu\text{m}$ ～約850 $\mu\text{m}$ のサイズを有するのが望ましい。

40

#### 【0051】

ある態様において、本発明の高吸収性ポリマー組成物は、0wt%～約5wt%、そして約0.001wt%～約5wt%、そして約0.01wt%～約0.5wt%の、ポリマー被覆の乾燥高吸収性ポリマー組成物を含み、その被覆は、たとえば熱可塑性被覆、またはカチオン被覆、または熱可塑性被覆とカチオン被覆の組み合わせである。ある特定の態様において、ポリマー被覆は固体、乳濁、懸濁、コロイドもしくは可溶化状態またはそれらの組み合わせであり得るポリマーであるのが望ましい。本発明に適したポリマー被覆は、熱可塑性

50

溶融温度を持つ熱可塑性被覆を含むが、これに限定されるものではない。そこでは、ポリマー被覆は、熱可塑性溶融温度で、処理される高吸収性ポリマーの温度と一致した、またはその温度に追従される、粒子表面に適用される。

#### 【0052】

熱可塑性ポリマーの例は、ポリオレフィン、ポリエチレン、ポリエステル、ポリアミド、ポリウレタン、スチレンポリブタジエン、直鎖低密度ポリエチレン (LLDPE)、エチレンアクリル酸コポリマー (EAA)、エチレンアルキルメタクリレートコポリマー (EMA)、ポリプロピレン (PP)、マレイン酸変性 (maleated) ポリプロピレン、エチレンビニルアセテートコポリマー (EVA)、ポリエステル、ポリアミド、およびポリオレフィン類のすべてのファミリーのブレンド、たとえばPP, EVA, EMA, EEA, EBA, HDPE, MDPE, LDPE, LLDPE, および/またはVLDPEのブレンド、を含むが、これらに限定されるものではなく、有利に使用され得る。ポリオレフィンという用語は、上述のようにここでは用いられる。特定の態様において、出願人は、マレイン酸変性ポリプロピレンが本発明において使用するのに望ましい熱可塑性ポリマーであることを見出した。熱可塑性ポリマーは水溶解性および分散可能性のような付加的利点を有するように官能化され得る。

10

#### 【0053】

本発明の熱可塑性被覆は、カチオンポリマーをさらに含み得る。ここで用いられるカチオンポリマーは、官能基または水性溶液中でイオン化に際して+に荷電されたイオンとなる能力を持つ基を含む、ポリマーまたはポリマー混合物をいう。

#### 【0054】

カチオンポリマーの適切な官能基は、1級、2級、または3級アミノ基、イミノ基、アミド基、および四級アンモニウム基を含むが、これらに限定されない。合成カチオンポリマーの例は、ポリ(ビニルアミン)、ポリ(アリルアミン)、ポリ(エチレンイミン)、ポリ(アミノプロパノールビニルエーテル)、ポリ(アクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロライド)、ポリ(ジアリルジメチルアンモニウムクロライド)の塩、または部分塩を含むが、これらに限定されない。ポリ(ビニルアミン)は、BASF Corporation (ニュージャージー州マウントオリーブ) から入手し得るLUPAMIN (登録商標) 9095を含むが、これに限定されない。天然系カチオンポリマーの例は、部分脱アセチル化キチン、キトサンおよびキトサン塩を含むが、これらに限定されない。ポリアスパラギン、ポリリジン、ポリグルタミンおよびポリアルギニンのような合成ポリペプチドも適切なカチオンポリマーである。

20

30

#### 【0055】

本発明による高吸収性ポリマー組成物は、乾燥高吸収性ポリマー組成物に基づいて約0.01wt% ~ 約2wt%、または0.01wt% ~ 約1wt%の水不溶性無機金属化合物を含み得る。水不溶性無機金属化合物はアルミニウム、チタン、カルシウムまたは鉄から選ばれるカチオン、およびリン酸塩、ホウ酸塩またはクロム酸塩から選ばれるアニオンを含むが、これらに限定されない。水不溶性無機金属化合物の例は、リン酸アルミニウムおよび不溶性金属ホウ酸塩を含む。不溶性金属ホウ酸塩は、ホウ酸チタン、ホウ酸アルミニウム、ホウ酸鉄、ホウ酸マグネシウム、ホウ酸マンガン、またはホウ酸カルシウムから選ばれる。化学式TiBOはホウ酸チタン (III)  $TiBO_3$  のようなホウ酸チタンもしくは類似化合物を示すためにここで用いられる。さらに、その化学式は、ホウ酸チタン (III)  $TiBO_3$  が過酸化水素で処理されてホウ酸チタン (V) を得るような場合も示す。水不溶性無機金属化合物は、約2  $\mu m$  未満の質量平均粒径を有し得、そして約1  $\mu m$  未満の質量平均粒径を有し得る。

40

#### 【0056】

無機金属化合物は、高吸収性ポリマー粒子の表面に乾燥した、物理形状で付着され得る。このために、高吸収性ポリマー粒子は微細に分割された無機金属化合物と十分に混合され得る。微細に分割された無機金属化合物は高吸収性ポリマー粒子に室温付近で添加され、均一な混合物となるまで混合されるのが通常である。この目的のため、混合は、この分野で知られている適切なミキサー中で行われ、たとえば流動床ミキサー、パドルミキサー

50

、回転ドラムミキサー、またはツインワーム (twin - worm) ミキサーである。微細に分割された水不溶性無機金属化合物との高吸収性ポリマー粒子の混合は、表面架橋の前または後に行われ、たとえば表面架橋剤の適用中である。

【0057】

あるいは、微細に分割された水不溶性無機金属化合物の懸濁液が調製され、粒子状の水吸収性ポリマーに付着され得る。その懸濁液は、たとえばスプレーにより付着される。懸濁液を調製するための有用な分散媒体は、水、アルコール類のような有機溶媒、たとえばメタノール、エタノール、イソプロパノール、ケトン類、たとえばアセトン、メチルエチルケトン、または水と上記の有機溶媒との混合物を含む。他の有用な分散媒体は、分散助剤、界面活性剤、保護コロイド、粘度調節剤、および懸濁液の調製を助ける補助剤を含む。懸濁液は、室温から分散媒体の沸点未満の範囲の温度で、好ましくは室温付近で、上述のように、一般的な反応ミキサーまたは混合および乾燥システムで、付着され得る。微細に分割された水不溶性無機金属化合物を、表面架橋剤の溶液中で分散させることにより、懸濁液の付着を表面架橋剤段階と一緒にすることが適切である。あるいは、懸濁液も表面架橋段階の前または後に適用され得る。スラリーの適用は乾燥段階により続けられ得る。

【0058】

ある態様において、本発明による高吸収性ポリマー組成物は、乾燥高吸収性ポリマー組成物に基づいて0wt% ~ 約5wt%、または約0.01wt% ~ 約3wt%のシリカを含み得る。シリカの例は、ヒュームドシリカ、沈殿シリカ、二酸化ケイ素、ケイ酸、およびケイ酸塩を含む。ある特定の態様において、きわめて微細な二酸化ケイ素が望ましい。製品はDegussa Corporation (ニュージャージー州パーシパニー) から入手し得るSIPERNAT 22SおよびAEROSIL 200を含む。ある態様において、その無機粉体の粒径は1000 μm以下、たとえば100 μm以下であり得る。

【0059】

ある態様において、高吸収性ポリマー組成物は、乾燥高吸収性ポリマー組成物に基づいて0wt% ~ 約30wt%、たとえば約0.1wt% ~ 約5wt%の水溶性ポリマー、たとえば部分もしくは完全加水分解ポリビニルアセテート、ポリビニルピロリドン、デンプンもしくはデンプン誘導体、ポリグリコール、ポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシド、またはポリアクリル酸をさらに含み得る。

【0060】

ある態様において、付加的な表面添加剤が高吸収性ポリマー粒子とともに任意に使用され得、たとえば、シクロデキストリン、ゼオライト、無機もしくは有機塩、および類似の物質のような匂い結合物質 (odor-binding substances) ; 凝結防止剤、流動調節剤、界面活性剤、粘度調節剤、等である。さらに、表面添加剤は表面改質の間にいくつかの役割を演じるように使用され得る。たとえば、単一の添加剤は、界面活性剤、粘度調節剤であり得、そしてポリマー鎖を架橋するように反応し得る。

【0061】

ある態様において、本発明による高吸収性ポリマー組成物は、熱処理後に、水で処理され得、その結果、高吸収性ポリマー組成物は高吸収性ポリマー組成物の質量の約10wt%までの水含量を有する。この水は、上述のように高吸収性ポリマーに添加される1以上の表面添加剤とともに添加され得る。

【0062】

本発明による高吸収性ポリマー組成物は、2つの方法により調製されるのが望ましい。組成物は大規模な産業的な態様で、連続的に、または非連続的に調製され得、本発明による後架橋が適宜実行され得る。

【0063】

1つの方法によれば、アクリル酸のような部分的に中和されたモノマーは、架橋剤およびさらなる成分の存在下に水性溶液中でフリーラジカル重合によりゲルに転換され、そのゲルは細分化され、乾燥され、摩砕され、そして所望の粒径に篩い分けされる。この重合は連続的にまたは非連続的に実行され得る。本発明に関して、高容量の高吸収性ポリマー

組成物粒子は、粉碎および篩い分けを含む製造プロセスに依存する。高吸収性ポリマー粒子の粒径分布は正規分布またはベル形状曲線に似ていることが当業者に周知である。種々の理由のために、粒径分布の正規分布はいずれかの方向に非対称となり得ることも知られている。

#### 【0064】

本発明の高吸収性ポリマー粒子は、約50～約1000 $\mu$ m、または約150～約850 $\mu$ mの範囲の粒径を含むのが通常である。本発明は、約300～約600 $\mu$ mの粒径を有する少なくとも約40wt%の粒子、約300～約600 $\mu$ mの粒径を有する少なくとも約50wt%の粒子、または約300～約600 $\mu$ mの粒径を有する少なくとも約60wt%の粒子、を含み、それらはU.S.スタンダード30メッシュ篩いを通過し、U.S.スタンダード50メッシュ篩い上に残る。さらに、本発明の高吸収性ポリマー粒子の粒径分布は、約600 $\mu$ mより大きいサイズを有する約30wt%未満の粒子、そして約300 $\mu$ mより小さいサイズを有する約30wt%未満の粒子、を含み得、それらは、たとえばW.S.Tyler, Inc. (オハイオ州メンター) から入手し得るRO-TAP (登録商標) Mechanical Sieve Shaker Model Bを用いて測定される。

#### 【0065】

もう1つの方法によれば、逆懸濁および乳化重合も本発明による生成物の調製に使用され得る。これらのプロセスによれば、アクリル酸のような、モノマーの水性の、部分的に中和された溶液は、保護コロイドおよび/または乳化剤の助けで疎水性の有機溶媒中に分散され、そして重合がフリーラジカル開始剤により開始される。内部表面架橋剤はモノマー溶液に溶解され得、これと共に計測され、または重合時に別々にもしくは任意に添加される。グラフトベースとしての水溶性ポリマーの添加はモノマー溶液を経由して、または有機溶媒に直接導入することにより、任意に行われる。ついで、水が混合物から共沸で除去され、ポリマーはろ過され、任意に乾燥される。内部架橋は、モノマー溶液中に溶解された多官能架橋剤中で、および/または重合段階での適切な架橋剤とポリマーの官能基との反応により、実行され得る。

#### 【0066】

これらの方法の成果は高吸収性予備生成物である。ここで用いられる高吸収性予備生成物は、高吸収剤の製造のための全段階を繰り返すことにより製造され、材料の乾燥、クラッシャーでの粗摩砕、および850 $\mu$ mより大きく、かつ約150 $\mu$ mより小さい粒子の除去、を含む。

#### 【0067】

本発明の高吸収性ポリマー組成物は、自由膨潤ゲルベッド透過率 (FSGBP)、遠心保持容量 (CRC)、および約0.9psi (6.2kPa) の荷重下の吸収性 (AUL (0.9psi)) により測定された、ある特徴、または特性を示す。自由膨潤ゲルベッド透過率試験は、一般的に「自由膨潤」といわれる後に、限定された圧力下の、高吸収性材料の膨潤ベッドの透過率 (ダルシー) の測定法である (たとえば、吸収剤から分離)。この状況では、用語「自由膨潤」は、高吸収性材料が後述するように試験溶液を吸収するに際して膨潤抑制荷重なしに膨潤するのを可能にすることを意味する。遠心保持容量 (CRC) 試験は、制御された条件下で飽和され、遠心に供された後に、高吸収性組成物の流体保持能力を測定する。得られる保持容量は、試料1gあたりに保持される液体のgとして示される (g/g)。

#### 【0068】

本発明による高吸収性ポリマー組成物は、衛生タオル、おむつまたは創傷被覆材を含む多くの製品に用いられ得、それらは大量の経血、尿またはその他の体液を急速に吸収する性質を有する。本発明による剤は、圧力下でさえも吸収液体を保持し、膨潤状態の構成内でさらに液体を分布させることができるので、従来の高吸収性組成物に比較して、綿毛のような疎水性繊維材料について、もっと濃度で使用されるのがもっと望ましい。さらに、それらはおむつの構成内で綿毛含量なしで均一な高吸収性層として使用されるのに適しており、その結果、特に薄い物品が可能である。そのポリマーは、成人用の衛生用品 (失禁製品) に使用するのに適する。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 6 9 】

最も広い意味の積層体、ならびに押出しされ、および共押出しされ、湿式および乾式結合され、および続いて結合された構造、の調製は、さらなる製造プロセスのとおり可能である。これらの可能なプロセスの互いの組み合わせも可能である。

## 【 0 0 7 0 】

本発明による高吸収性ポリマー組成物は、更なる用途に適切な吸収性物品にさらに使用され得る。特に、本発明の高吸収性ポリマー組成物は、水または水性液体のための吸収剤用の吸収性組成物に使用され得、望ましくは体液の吸収のための構成に、発泡、および非発泡のシート状構造で、包装用材料に、土壌改良剤として、または活性化化合物キャリアとして、植物成長用の構成に、使用され得る。このために、それらは紙または綿毛もしくはは合成繊維と混合することにより、または紙、綿毛もしくはは不織布の基板の間に高吸収性ポリマー組成物粒子を分布させることにより、またはキャリア材料に加工処理することにより、ウェブに加工処理される。さらに、それらは創傷被覆材、包装、農業用吸収材、食品用トレイまたはパッド等のような吸収性組成物に使用するのに適している。

## 【 0 0 7 1 】

本発明による高吸収性ポリマー組成物は、透過率の有意の改良を示し、すなわち膨潤状態における液体の輸送の改良であり、公知高吸収性ポリマー組成物と比較して高い吸収および保持能力も維持する。

## 【 0 0 7 2 】

本発明は次の例によりさらによく理解され得る。

## 試験手順

## 自由膨潤ゲルベッド透過率試験 (FSGBP)

ここで用いられるように、自由膨潤ゲルベッド透過率試験は、0 psi 膨潤圧力下ゲルベッド透過率 (GBP) 試験ともいうが、ゲル粒子 (たとえば、表面処理された吸収性材料または表面処理される前の高吸収性材料) の膨潤ベッド透過率を、「自由膨潤」条件と一般にいわれる条件下に測定する。用語「自由膨潤」は、ゲル粒子が、後述するように試験溶液を吸収する際に抑制荷重なしに膨潤することを可能とされることを意味する。ゲルベッド透過率試験を行うための適切な装置は、図 1 ~ 3 に示され、500 として包括的に示される。試験装置アセンブリー 528 は、包括的に 530 で示される試料容器、および包括的に 536 で示されるプランジャーからなる。プランジャーは長軸方向にシリンダー孔を開けられたシャフト 538 およびシャフトの底部に位置するヘッド 550 からなる。シャフト孔 562 は約 16 mm の直径を有する。プランジャーヘッドは接着剤等によりシャフトに結合されている。12 個の孔 544 は、シャフトのラジアル軸に孔を開けられ、3 個は各 90 度に位置して、約 6.4 mm の直径を有する。シャフト 538 は、LEXAN ロッドまたは同等の材料から機械加工され、約 2.2 cm の外径と約 16 mm の内径を有する。プランジャーヘッド 550 は、7 個の孔 560 の同心内側リングおよび 14 個の孔 554 の同心外側リングを有し、すべての孔は約 8.8 mm の直径と、シャフトと位置を合わせた約 16 mm の孔を有する。プランジャーヘッド 550 は、LEXAN ロッドまたは同等の材料から機械加工され、約 16 mm の高さを有し、シリンダー 534 内で最小の壁クリアランスを持つが、自由にスライドするように適合する直径の大きさを有する。プランジャーヘッド 550 とシャフト 538 の合計長さは約 8.25 cm であるが、所望のプランジャー 536 の質量を得るために、シャフトの頂部で機械加工され得る。プランジャー 536 は、二軸方向に延伸して張られ、プランジャー 536 の比較的低い端に取り付けられる、100 メッシュステンレス鋼織物スクリーン 564 を有する。スクリーンがプランジャーヘッド 550 にしっかりと取り付けられる適切な溶媒を用いて、スクリーンはプランジャーヘッド 550 に取り付けられる。スクリーンの開放部分に過剰な溶媒が移行して、液体流動用の開放領域を減少させるのを避けるように留意が必要である。IPS Corporation (米国カリフォルニア州ガーデナに営業所を有する) から入手し得るアクリル溶媒「Weld-on 4」が適切な溶媒である。

## 【 0 0 7 3 】

試料容器 530 は、二軸方向に延伸して張られ、シリンダー 534 の比較的低い端に取り付けられる、100メッシュステンレス鋼織物スクリーン 566 を有する。スクリーンがシリンダーにしっかりと取り付けられる適切な溶媒を用いて、スクリーンはブランジャーヘッド 550 に取り付けられる。スクリーンの開放部分に過剰な溶媒が移行して、液体流動用の開放領域を減少させるのを避けるように留意が必要である。IPS Corporation (米国カルフォルニア州ガーデナに営業所を有する) から入手し得るアクリル溶媒「Weld-on 4」が適切な溶媒である。図 2 の 568 に示されるゲル粒子試料は、試験中、シリンダー 534 内でスクリーン 566 上に支持される。

【0074】

シリンダー 534 は、透明な LEXAN ロッドまたは同等の材料から孔を開けられ得、または LEXAN 管または同等の材料から切断され得、そして内径 6 cm (たとえば断面の面積約  $28.27 \text{ cm}^2$ )、壁厚さ約 0.5 cm、高さ約 7.95 cm である。軸受け (step) はシリンダー 534 の外径に機械加工され、外径 66 mm を有する領域 534a がシリンダー 534 の底部 31 mm に対して存在する。領域 534a の直径に適合する O-リング 540 が軸受けの頂部に置かれ得る。

【0075】

環状おもり 548 は、直径約 2.2 cm、深さ 1.3 cm の、対向して開けられた孔を有し、シャフト 538 上を自由に滑る。その環状おもりは、約 16 mm の貫通孔 548a を有する。環状おもり 548 は、ステンレス鋼、または 0.9 wt % の塩化ナトリウム蒸留水溶液である、試験溶液の存在下で耐食性の適切な材料、からなり得る。ブランジャー 536 と環状おもり 548 の合計質量は約 596 g であり、約  $28.27 \text{ cm}^2$  の試料領域にわたって、約 0.3 psi、すなわち  $20.7 \text{ dyne/cm}^2$  (2.07 kPa) の試料に適用される圧力に相当する。

【0076】

試料溶液が以下に述べる試験中に試験装置を通過するとき、試料容器 530 は堰 (weir) 600 上に載っている通常である。堰の目的は、試料容器 530 の頂部をオーバーフローする液体をそらせ、オーバーフローを分離収集デバイス 01 にそらせることである。堰は膨潤試料 568 を通過する塩類溶液を集めるために載る、ピーカー 603 付きスケール 602 の上方に位置される。

【0077】

自由膨潤条件下でゲルベッド透過率試験を行うために、おもり 548 がその上に載ったブランジャー 536 が、空の試料容器に入れられ、おもり 548 の頂部から試料容器 530 の底部までの高さが 0.01 mm まで精確な、適切なゲージを用いて測定される。厚さゲージが測定中に加える圧力はできるだけ低くすべきであり、好ましくは約 0.74 ニュートンより小さい。それぞれの空の試験容器 530、ブランジャー 536 およびおもり 548 の組み合わせの高さを測定し、通路を保つのが重要であり、そのブランジャー 536 およびおもり 548 は、多数の試験装置を使用するときに用いられる。同じブランジャー 536 およびおもり 548 は、試料 568 が飽和に続いて、後で膨潤するときに測定に用いられるべきである。さらに、試料カップ 530 が載っているベースが水平であり、おもり 548 の頂部表面が試料カップ 530 の底部表面に平行であるのが望ましい。

【0078】

試験されるべき試料は、U.S. スタンダード 30メッシュスクリーンにより予備篩い分けされ、U.S. スタンダード 50メッシュスクリーン上に残る高吸収性ポリマー組成物粒子から調製される。その結果、試験試料は約 300 ~ 約 600  $\mu\text{m}$  の範囲の大きさの粒子からなる。高吸収性ポリマー粒子は、たとえば W.S. Tyler, Inc. (オハイオ州メンター) から入手し得る RO-TAP (登録商標) Mechanical Sieve Shaker Model B で予備篩い分けされ得る。篩い分けは 10 分間、実施される。

【0079】

約 2.0 g の試料が試料容器 530 ないに置かれ、試料容器の底部に均一に分散される。ついで、20 g の試料を中に入れた容器は、ブランジャー 536 およびおもり 548 な

10

20

30

40

50

しで、試料を飽和させ、試料を抑制する荷重を何ら用いないで膨潤させるために、約 60 分間、0.9% 塩類溶液に浸される。飽和時に、試料カップ 530 は、液体溜め内に置かれて、メッシュ上に置かれ、その結果、試料カップ 530 は液体溜めて底部の少し上方に上げられる。メッシュは試料カップ 530 への塩類溶液の流動を妨げない。適切なメッシュは、米国ウィスコンシン州アプレトンに営業所を有する Eagle Supply and Plastic から部品番号 7308 として得ることができる。塩類は、試験セル中で十分に平らな塩類表面により明示されるので、高吸収性ポリマー組成物粒子を必ずしも十分に被覆するものではない。さらに、塩類深さは、セル中内の塩類が塩類よりも膨潤高吸収材によってのみ定められるように低くはさせない。

#### 【0080】

この期間の終わりに、プランジャー 536 およびおもり 548 のアセンブリーは、試料容器 530 において飽和試料 568 上に置かれ、ついで試料容器 530、プランジャー 536、おもり 548、および試料 568 は、溶液から取り出される。その取り出し後、しかし測定前に、試料容器 530、プランジャー 536、おもり 548 および試料 568 は、適切な、平らな、大きな格子の、非変形性の均一な厚さのプレート上に、一時的に約 30 分間保持される。飽和試料 568 の厚さはおもり 548 の頂部から試料容器 530 の底部までの高さを再び測定することにより決定されるが、ゼロ点が最初の高さ測定から変わっていなければ、前に使用された同一厚さのゲージが用いられる。試料容器 530、プランジャー 536、おもり 548 および試料 568 は、平らな、大きな格子の、非変形性の均一な厚さのプレート上に置かれてもよく、そのプレートは試料容器中の液体が表面張力により平らな表面上に放出されるのを阻止する。そのプレートは 7.6 cm × 7.6 cm の全体寸法を有し、各格子は長さ 1.59 cm、幅 1.59 cm、深さ 1.12 cm のセル大きさを有する。適切な、平らな、大きな格子の、非変形性材料は、米国イリノイ州シカゴに営業所を有する、McMaster Carr Supply Company から入手し得る。放物線状の拡散パネル（カタログ番号 1624K27）であり、適当な大きさに切断され得る。この平らで、大きなメッシュの、非変形性プレートは、最初の空のアセンブリーの高さを測定するときに存在し得る。その高さの測定は、厚さゲージが用いられる後に、できる限りすぐになされるべきである。空の試料容器 530、プランジャー 536 およびおもり 548 の測定から得られる測定値は、試料 568 の飽和後に得られる高さの測定値から減じられる。得られる値は、膨潤試料の厚さ、または高さ「H」である。

#### 【0081】

透過率測定は、0.9% 塩類溶液の流れを、内側に飽和試料 568、プランジャー 536、およびおもり 548 を有する試料容器 530 に供給することにより開始される。容器への試験溶液の流速は塩類溶液がシリンダー 534 の頂部をオーバーフローするように調節され、それにより試料容器 530 高さに等しいヘッド圧力を生じる。試験溶液は、シリンダー頂部からの少量で変わらない量のオーバーフローを確実にするのに十分である適切な手段により、たとえばメーター付きポンプ 604 で、添加される。時間に対して、試料 568 を通過する溶液量がスケール 602 およびピーカー 603 を用いて質量が測定される。いったんオーバーフローが始まると、スケール 602 からのデータ点が少なくとも 60 秒間、毎秒集められる。データ収集は人手で、またはデータ収集ソフトウェアでなされ得る。膨潤試料 568 (g) を通過する流速 Q は時間 (秒) に対して、試料 568 を通過する流体の線形最小二乗法適合により g / 秒の単位で決定される。

#### 【0082】

透過率 ( $\text{cm}^2$ ) は次の式により得られる： $K = [Q \times H \times \mu] / [A \times \rho \times P]$   
 ここで、K は透過率 ( $\text{cm}^2$ )、Q は流速 (g / 秒)、H は膨潤試料の高さ (cm)、 $\mu$  は液体粘度 (ポイズ) (この試験で用いられる試験溶液については約 1 ポイズ)、A は液体流れについての断面積 (この試験で用いられる試料容器については  $28.27 \text{ cm}^2$ )、 $\rho$  は液体密度 (g /  $\text{cm}^3$ ) (この試験で用いられる試験溶液については約 1 g /  $\text{cm}^3$ )、および P は静水圧力 (dynes /  $\text{cm}^2$ ) (通常約 7797 dynes /  $\text{cm}^2$ ) である。静水圧力は  $P = \rho \times g \times h$  から計算され、ここで  $\rho$  は液体密度 (g /  $\text{cm}^3$ )、g は重力加速

10

20

30

40

50

、公称で  $981 \text{ cm} / \text{秒}^2$ 、そして  $h$  は液体の高さ、たとえばここで述べられるゲルベッド透過率試験については  $7.95 \text{ cm}$ 、である。

#### 【0083】

最小限度の2つの試料が試験され、その結果は試料のゲルベッド透過率を決定するために平均された。

#### 水含有量

「%水分」として決定される水含有量は、次のように測定され得る：1) 予備計算されたアルミニウム計量パン内で  $4.5 \sim 5.5 \text{ g}$  の高吸収性ポリマー組成物 (SAP) を精確に計量する；2) SAP およびパンを  $150^\circ\text{C}$  に30分間、予備加熱された標準ラボオーブンに入れる；3) パンを取り出し、パンおよび含有量を再計量する；4) 次の式を用いて%水分を計算する。

#### 【0084】

$$\% \text{水分} = \{ ( \text{パン質量} + \text{最初の SAP 質量} ) - ( \text{乾燥 SAP} + \text{パン質量} ) \times 100 \} / \text{乾燥 SAP 質量}$$

#### 遠心保持容量試験

遠心保持容量 (CRC) 試験は、飽和され制御された条件下で遠心に供された後に、高吸収性ポリマーが液体を保持する能力を測定する。得られる保持容量は、試料の  $g$  質量につき保持される液体の  $g$  として示される ( $g / g$ )。試験されるべき試料は、U.S. スタンダード30メッシュスクリーンを予備篩い分けされ、U.S. スタンダード50メッシュスクリーン上に保持される粒子から調製される。その結果、高吸収性ポリマー試料は、約  $300 \sim 600 \mu\text{m}$  の範囲の大きさである。粒子は手でまたは自動的に予備篩い分けされ得る。

#### 【0085】

保持容量は、約  $0.2 \text{ g}$  の、予め予備篩い分けされた高吸収性ポリマー試料を水透過性バッグに入れることにより測定され、試験溶液 ( $0.9 \text{ wt} \% \text{ NaCl}$  蒸留水溶液) を試料により自由に吸収されるようにする。熱シールし得るティーバッグ材料は大部分の用途によく働き、たとえばDexter Corporation (米国コネチカット州ウィンザーロックスに営業所を有する) から、モデル名1234T熱シール性フィルター紙として入手し得る。そのバッグは、バッグ材料の5インチ×5インチ (約  $12.5 \times 7.5 \text{ cm}$ ) 試料を半分に折り曲げて、開放端の2つを熱シールして、 $2.5 \text{ インチ} \times 3 \text{ インチ}$  の長方形のポーチを形成することにより得られる。熱シールは材料の端の内側に約  $0.25 \text{ cm}$  である。資料がポーチに入れられると、ポーチの残りの開放端も熱シールされる。さらに、空のバッグも対照として役立つように調製される。3つの試料が、試験されるべき各高吸収性ポリマー組成物について調製される。シールされたバッグは約23で試験溶液を含むパンに浸され、完全に濡れるまでバッグは保持される。濡らした後に、試料は約30分間、溶液内に残り、ついで溶液から取り出され、非吸収性の平らな表面上に一時的に置かれる。

#### 【0086】

ついで、濡れたバッグはバスケットに入れられ、そこでは濡れたバッグは互いに分離され、バスケットの外周端に置かれ、バスケットは試料を約50の  $g$  フォースに供する能力を有する適切な遠心装置である。1つの適切な遠心装置はCLAY ADAMS DYNAC II モデル#0103であり、水捕集バスケット、デジタル  $\text{rpm}$  ゲージ、および機械加工された排水バスケットを有し、平らなバッグ試料を保持し、排水するのに適合されている。多数の試料が遠心されると、試料は回転時にバスケットをバランスさせるために遠心装置内で対向する位置に置かれる。バッグ (濡れた空のバッグを含む) は、 $1600 \text{ rpm}$  (たとえば、変動が約  $280 \sim 300$  フォースである、約  $290$  フォースの目標  $g$  フォースを得るために) で、3分間、遠心される。 $g$  フォースは、急速加速もしくは重力、海拔で  $32 \text{ ft} / \text{秒}^2$  に等しい、を受ける、身体への慣性力の単位である。バッグは取り出され、計量されるが、空のバッグが最初に計量され、ついで高吸収性ポリマー組成物試料を含むバッグが計量される。高吸収性ポリマー試料により保持される溶液の量は、バッグ自体により保持される溶液の量を考慮すると、吸収性ポリマーの遠心保持容量 (CRC) であり、

吸収性ポリマーの g あたりの液体の g として表される。もっと詳しくは、保持容量は次式により決定される：

( 遠心後の試料/バッグ - 遠心後の空のバッグ - 乾燥試料質量 ) ÷ 乾燥試料質量

3 つの試料が試験され、その結果は高吸収性ポリマー組成物の遠心保持容量 ( CRC ) を決定するために平均される。

#### 荷重下吸収性試験 ( A U L 0.9psi )

荷重下吸収性 ( A U L ) 試験は、高吸収性ポリマー組成物が、0.9 psi 荷重下に、室温で 0.9 wt % NaCl 蒸留水溶液 ( 試験溶液 ) を吸収する能力を測定する。A U L を試験試験するための装置は、次の構成からなる。

【 0 0 8 7 】

・ シリンダー、4.4 g ピストン、および標準 317 g おもりを含む AUL アセンブリ。このアセンブリの要素は、その詳細を後述する。

【 0 0 8 8 】

・ トレイ壁と接触しないで底部にガラスフリットを置けるのに十分に幅広い、平底の正方形プラスチックトレイ。9 インチ x 9 インチ ( 22.9 cm x 22.9 cm ) であり、深さが 0.5 ~ 1 インチ ( 1.3 ~ 2.5 cm ) であるプラスチックトレイはこの試験法で通常用いられている。

【 0 0 8 9 】

・ 直径 12.5 cm の、「C」多孔度 ( 25 ~ 50 μ m ) を有する焼成ガラスフリット。このフリットは塩類溶液 ( 0.9 wt % NaCl 蒸留水溶液 ) 中で平衡にして予め調製される。少なくとも 2 つの部分の新鮮塩類溶液で洗浄されるのに加えて、フリットは A U L 測定前に少なくとも 12 時間、塩類溶液に浸されなければならない。

【 0 0 9 0 】

・ Whatman Grade 1 の直径 12.5 cm の円形ろ紙。

【 0 0 9 1 】

・ 塩類溶液 ( 0.9 wt % NaCl 蒸留水溶液 ) の供給。

【 0 0 9 2 】

図 4 に関して、高吸収性ポリマー組成物粒子 410 を入れるのに使用される、A U L アセンブリ 400 のシリンダー 412 は、同心性を確実にするために、内径 1 インチ ( 2.54 cm ) の熱可塑性管を少し機械加工して得られる。機械加工後に、400 メッシュステンレス鋼ワイア織布 414 は、赤くなるまで炎中で加熱することにより、シリンダー 412 の底部に取り付けられ、その後にシリンダー 412 は冷却までステンレス鋼ワイア織布上に置かれる。もしうまくいかなかったり、壊れたりした場合には、はんだ鉄は、シーンを接触させるのに利用され得る。シリンダーの平らで平滑な底部を維持し、内側をゆがめないように留意されなければならない。

【 0 0 9 3 】

4.4 g ピストン 416 は、1 インチ直径の固体材料 ( たとえば PLEXIGLAS ( 登録商標 ) ) から製造され、シリンダー 412 に結合しないで密に適合するように機械加工される。

【 0 0 9 4 】

標準 317 g おもり 418 は、62053 dyne/cm ( 約 0.9 psi ) の抑制荷重を与えるために使用される。おもりは、直径 1 インチ ( 2.5 cm ) 円筒状のステンレス鋼おもりであり、シリンダーに結合しないで密に適合するように機械加工される。

【 0 0 9 5 】

他に特定されていなければ、高吸収性ポリマー組成物粒子の少なくとも約 300 gsm ( 0.16 g ) の層に相当する試料 410 は、A U L 測定に利用される。試料 410 は、U. S. スタンダード 30 メッシュスクリーンを予備篩い分けされ、U. S. スタンダード 50 メッシュスクリーン上に保持される粒子から調製される高吸収性ポリマー組成物粒子である。高吸収性ポリマー組成物粒子は、たとえば W. S. Tyler, Inc. ( オハイオ州メンター ) から入手し得る RO - TAP ( 登録商標 ) Mechanical Sieve Shaker Model B を用いて予備篩い分けされ得る。篩い分けは約 10 分間、実施され得る。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 9 6 】

シリンダー 4 1 2 の内側は、シリンダー 4 1 2 に高吸収性ポリマー組成物粒子をいれる前に帯電防止布で拭かれる。

## 【 0 0 9 7 】

篩い分けされた高吸収性ポリマー組成物粒子 4 1 0 (約 0 . 1 6 g ) の所望量の試料が計量紙上で計量され、シリンダー 4 1 2 の底部でワイア織布 4 1 4 上に均一に分布される。シリンダー 4 1 2 の底部での高吸収性ポリマー組成物粒子の質量は、以下の A U L 計算での使用のために「 S A 」として記録される。高吸収性ポリマー粒子がシリンダー壁に密着しないように留意される。シリンダー 4 1 2 内の高吸収性ポリマー組成物粒子 4 1 0 上に、 4.4 g ピストン 4 1 2 および標準 3 1 7 g おもり 4 1 8 を注意深く置いた後に、シリンダー、ピストン、おもり、および高吸収性ポリマー組成物粒子を含む A U L アセンブリが計量され、おもりは質量「 A 」として記録される。

## 【 0 0 9 8 】

焼成ガラスフリット 4 2 4 ( 上述 ) がプラスチックトレイ 4 2 0 内に置かれ、焼成ガラスフリット 4 2 4 の上表面の高さと同等な高さまで塩類溶液 4 2 2 が添加される。単一円のろ紙 4 2 6 がガラスフリット 4 2 4 上にゆっくりと置かれ、ついで高吸収性ポリマー組成物粒子を含む A U L アセンブリは、ろ紙 4 2 6 の頂部に置かれる。 A U L アセンブリ 4 0 0 は、1時間の試験中、ろ紙 4 2 6 の頂部に残り、トレイ中の塩類溶液高さを一定に保つように注意される。1時間の試験の終わりに、 A U L 装置は計量され、質量「 B 」として記録される。

## 【 0 0 9 9 】

A U L ( 0.9psi ) は次のように計算される：

$$A U L ( 0.9psi ) = ( B - A ) / S A$$

ここで、 A は、乾燥 S A P を有する A U L ユニットの質量、

B は 6 0 分間吸収後の、 S A P を有する A U L ユニットの質量、

S A は実際の S A P 質量、である。

## 【 0 1 0 0 】

最小限度の 2 つの試験が実施され、その結果は 0.9psi 荷重下の A U L 値を決定するために平均された。試料は約 2 3 および相対湿度約 5 0 % で試験された。

例

次の例およびその例のための予備生成物が本発明を説明するために用意されるが、請求項の範囲を限定するものではない。特に説明がないかぎり、パーセンテージは質量に基づく。

#### 微細予備生成物

攪拌機および冷却コイル付ポリエチレン容器に、 25.0 k g の 50 % N a O H が 37 k g の蒸留水に添加され、 20 に冷却された。ついで、 9.6 k g の氷アクリル酸が苛性ソーダ溶液に添加され、溶液は再び 20 に冷却された。 47.8 g のポリエチレングリコールモノアリルエーテルアクリレート、 47.8 g のエトキシ化トリメチロールプロパントリアクリレート SA RTOMER ( 登録商標 ) 454 製品、および 19.2kg の氷アクリル酸が、第 1 の溶液に添加され、ついで 4 ~ 6 に冷却された。窒素がモノマー溶液に約 1 0 分間吹き込まれた。ついで、モノマー溶液は長方形トレイに 7.7kg バッチで排出された。各バッチに、 80g の 1wt % H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 水性溶液、 120g の 2wt % 水性過硫酸ナトリウム溶液、および 72g の 0.5wt % 水性エリソルビン酸ナトリウム溶液が、モノマータンクからトレイに運ばれるモノマー溶液流に、エリソルビン酸ナトリウム溶液を注入することにより、モノマー溶液流に均一に添加された。最初のモノマーは、摩砕および 175 での乾燥の前に、 2 0 分間重合に供される。生成物は M i n o x M T S 6 0 0 D S 3 V で篩い分けされ、 8 5 0 μ m より大きい粒子および 1 5 0 μ m より小さい粒子を除去した。 1 5 0 μ m より小さい粒子が微細生成物である。

#### 予備生成物 A

攪拌機および冷却コイル付ポリエチレン容器に、 25.0 k g の 50 % N a O H が 37 k g の蒸

留水に添加され、20℃に冷却された。ついで、9.6kgの氷アクリル酸が苛性ソーダ溶液に添加され、溶液は再び20℃に冷却された。47.8gのポリエチレングリコールモノア릴エーテルアクリレート、47.8gのエトキシ化トリメチロールプロパントリアクリレートSA RTOMER（登録商標）454製品、および19.2kgの氷アクリル酸が、第1の溶液に添加され、ついで4～6℃に冷却された。窒素がモノマー溶液に約10分間吹き込まれ、ついで1.88kgの微細予備生成物が添加された。ついで、モノマー溶液は長方形トレイに7.7kgバッチで排出された。各バッチに、80gの1wt%  $H_2O_2$  水性溶液、120gの2wt% 水性過硫酸ナトリウム溶液、および72gの0.5wt% 水性エリソルビン酸ナトリウム溶液が、モノマータンクからトレイに運ばれるモノマー溶液流に、エリソルビン酸ナトリウム溶液を注入することにより、モノマー溶液流に均一に添加された。最初のモノマーは、20分間重合に供される。得られるゲルは切断され、Hobart 4M6商業的押出機で押出され、ついでProcter & Schwartz Model 062強制空気炉において175℃で乾燥された。すなわち、20インチ×40インチの、孔を空けたトレイ上で、上方流10分間と下向き流6分間であり、最終生成物の水分レベルは5wt%であった。

10

#### 【0101】

乾燥材料はプロデバProdevaモデル315-Sクラッシャー中で粗く摩砕され、MPI666-F 3段ローラミル中で粉碎し、生成物はMinox MTS 600DS3Vで篩い分けされ、850μmより大きい粒子および150μmより小さい粒子を除去した。

20

#### 予備生成物 $AlPO_4$ 被覆スラリー

1269gの硫酸アルミニウムテトラデカハイドレートが、温度約85℃～約95℃の1500gの脱イオン水に溶解された。860gのリン酸三ナトリウムが、1200gの脱イオン熱水に溶解された。ついで、硫酸アルミニウム溶液は、迅速にリン酸三ナトリウム溶液に注がれた。得られるスラリーは、米国ニュージャージー州マウントオリーブのBASF Corporationから入手し得る、PLURONIC（登録商標）25R2界面活性剤10gと迅速にブレンドされ、50%NaOHがpHを中和（pH7）するために十分に添加された。その溶液に、1413gの純エチレンカーボネートが正味質量を6.14kgにするために添加された。液体スラリーは100メッシュスクリーンでろ過され、予備生成物上への噴霧の前に大きい粒子を取り除いた。

#### $AlPO_4$ プレスケーキ

1269gの硫酸アルミニウムテトラデカハイドレートが、1500gの脱イオン熱水に溶解された。860gのリン酸三ナトリウムが、1200gの脱イオン熱水温度（温度約85℃～約95℃）に溶解された。ついで、硫酸アルミニウム溶液は、迅速にリン酸三ナトリウム溶液に注がれた。得られるスラリーは、米国ニュージャージー州マウントオリーブのBASF Corporationから入手し得る、PLURONIC（登録商標）25R2界面活性剤10gと迅速にブレンドされ、50%NaOHがpHを中和（pH7）するために十分に添加された。 $AlPO_4$ の沈殿後に、懸濁液はブフナー漏斗でろ過され、そして得られるケーキは脱イオン水の3500mL添加で洗浄された。プレスケーキは炉での乾燥により固体分20wt%として測定された。

30

#### ホウ酸チタン プレスケーキ

200gのテトラホウ酸二ナトリウムが、800gの脱イオン熱水に溶解された。水は温度約85℃～約95℃であった。150gの硫酸チタン（III）が上記溶液に添加され、暗色のスラリーを生成した。35%  $H_2O_2$  がスラリーに一滴ずつ添加され、均一な黄色懸濁液が生成した。生成物は、ブフナー漏斗でろ過され、そしてケーキは脱イオン水で洗浄された。固体分は炉乾燥により19.8%と測定された。

40

比較例1および2ならびに例1～7

予備生成物Aは、20wt% 水性溶液を用いて1wt% エチレンカーボネートおよび4wt% 水で被覆された。被覆された予備生成物Aは最高温度215℃、滞留時間約50分間で、連続パドル反応器に60～70g/分の速度で供給され、粒子ポリマーの表面架橋を行なった。ついで、表面架橋された粒子材料は、表1に示す表面処理で後処理された。

#### 【0102】

【表 1】

表 1 比較例1, 2および例1~7

	表面処理 <sup>1</sup>	CRC g/g	自由膨潤 (0 psi) GBP, Darcy	AUL (0.9 psi)
比較例1	5wt%の1.6wt%PEG8000水性溶液	34.7	3	16.4
比較例2	5wt%の水および0.5wt%Supernat® 22Sシリカ	34.8	7	14.4
例1	5.5wt%の9.09wt%AlPO <sub>4</sub> スラリー (2.5部AlPO <sub>4</sub> プレスケーキおよび3部 水から調製) 0.5%AlPO <sub>4</sub> および5%水を供給	35.1	19	17.8
例2	5.25wt%の4.76wt%AlPO <sub>4</sub> スラリー (1.25部AlPO <sub>4</sub> プレスケーキおよび4.25部 水から調製) 0.25wt%AlPO <sub>4</sub> および5wt%水を供給	34.8	19	18.4
例3	5.025wt%の0.498wt%AlPO <sub>4</sub> スラリー (0.125部AlPO <sub>4</sub> プレスケーキ、2.5部10% 水性Lupamin®9095および2.4部水から調製) 0.025wt%AlPO <sub>4</sub> 、0.25wt%Lupamin® および4.75wt%水を供給	35.5	17	16
例4	5.25wt%の4.76wt%AlPO <sub>4</sub> スラリー (1.25部AlPO <sub>4</sub> プレスケーキ、2.5部10% 水性Lupamin®9095および1.75部水から調製) 0.25wt%AlPO <sub>4</sub> 、0.25wt%Lupamin®9095、 および4.75wt%水を供給	34.8	22	17.3
例5	5.5wt%の9.09wt%TiB <sub>2</sub> スラリー (2.52部TiB <sub>2</sub> プレスケーキおよび2.97部 水から調製) 0.5%TiB <sub>2</sub> および5%水を供給	35.1	24	16
例6	5.25wt%の4.76wt%TiB <sub>2</sub> スラリー (1.26部TiB <sub>2</sub> プレスケーキおよび4.24部 水から調製) 0.25wt%TiB <sub>2</sub> および5wt%水を供給	35.1	19	18
例7	5.025wt%の0.498wt%TiB <sub>2</sub> スラリー (0.126部TiB <sub>2</sub> プレスケーキ、2.5部10% 水性Lupamin®9095および2.4部水から調製) 0.025wt%TiB <sub>2</sub> 、0.25wt%Lupamin® 9095、および4.75wt%水を供給	35	13	15.5

1. 5wt%の水とともに添加された、予備生成物の後処理成分
2. Lupamin®9095ポリビニルアミンの水性溶液

## 【0103】

## 例 8

2.5部のAlPO<sub>4</sub>プレスケーキ、1部のエチレンカーボネートおよび2部の水が用意された。このブレンドは空気噴霧ノズルで100部の予備生成物A上に噴霧された。被覆された予備生成物Aは最高温度215℃、滞留時間約50分間で、連続バドル反応器に60~70g/分の速度で供給され、粒子ポリマーの表面架橋を行なった。ついで、表面架橋された粒子材料は、2wt%の10wt%LUPAMIN（登録商標）9095水性溶液で後処理された

。

例 8 の特性はCRC34.38g/g ; 自由膨潤 ( 0 psi ) GBP,51.0ダルシー ; および A U L ( 0.9psi ) 16.2であった。

#### 予備生成物 B

断熱された平底反応容器において、1866.7gの50%NaOHが3090.26gの蒸留水に添加され、25 に冷却された。ついで800gのアクリル酸がその苛性溶液に添加され、溶液は再び25 に冷却された。アクリル酸中に120gの50wt%メトキシポリエチレングリコールモノメタクリレートを含む、アクリル酸1600gの第2の溶液が、第1の溶液に添加され、ついで5 に冷却されたが、撹拌は終始行なわれた。ついで、モノマー溶液が、100ppmの過酸化水素、200ppmのアゾ - ビス - ( 2 - アミジノ - プロペン ) ジハイドロクロライド、200ppmの過硫酸ナトリウム、および40ppmのアスコルビン酸 ( すべては水性溶液 ) の混合物とともに、断熱状態で重合され、最高温度 (  $T_{max}$  ) 近傍で25分間保持された。得られたゲルは切断され、Hobart 4M6市販押出成形機で押出成形され、ついでProcter & Schwartz モデル062強制空気炉内で、175 にて、20インチ×40インチの孔開き金属トレイ上で上向きに10分間、下向きに6分間の空気流で、最終生成物の水分が5wt%よりも低くなるレベルまで乾燥した。乾燥された材料をはProdeva モデル315 - Sクラッシャー中で粗摩砕され、MPI666 - F3段階ローラーミル中で粉碎され、Minox MTS600DS3Vで篩い分けされ、850 $\mu$ mより大きい粒子および150 $\mu$ mより小さい粒子が除かれた。

#### 例 9

Anvil MIX9180ミキサー中で、乾燥高吸収材にもとづいて、1%のエチレンカーボネート、4%の水、0.5%の予備生成物A1PO<sub>4</sub>スラリー ( 上述 )、350ppmのChemcor 43G40SP ( ニューヨーク州チェスターのChemcor Corporation から入手できる ) マレイン酸変性ポリプロピレン、および0.2%SIPERNAT ( 登録商標 ) 225シリカで、予備生成物Bが被覆された。ポリマー組成物が計量された。

被覆された高吸収性ポリマーは、ポリマー粒子の表面架橋を実行するために、約205で約45～50分間の滞留時間で熱処理された。

#### 【0104】

表面架橋後に、得られる粒子は室温まで冷却され、ついでワイアブラシ付の家庭用タイプのミキサー中でLUPAMIN ( 登録商標 ) 9095ポリビニルアミン溶液5部と水95部から調製された2wt%溶液で粒子に噴霧することにより後処理された。得られる生成物は少なくとも2時間、平衡にされ、ついでU.S.スタンダード20メッシュスクリーンを予備篩い分けされ、U.S.スタンダード100メッシュスクリーン上に保持された。

#### 【0105】

## 【表 2】

表 2 例 9

例	金属 化合物	ポリマー被覆	CRC g/g	自由膨潤 (0 psi) GBP, Darcy
9	0.5%AlPO <sub>4</sub>	350ppm MPP <sup>2</sup> 2wt%の 5wt%LUPAMIN 9095 <sup>1</sup>	33.1	42.13

10

1. LUPAMIN®9095ポリビニルアミン溶液
2. マレイン酸変性ポリプロピレン

## 【0106】

さらに、先の例は、W.S.Tyler, Inc. (オハイオ州メンター) から入手し得る RO-TAP (登録商標) Mechanical Sieve Shaker Model B を用いて篩い分けされ、表 3 に示すような粒径分布を有することがわかった。

20

## 【0107】

## 【表 3】

表 3 例 9 粒径分布

粒径	平均%
% on 20 mesh (>850 μm)	0.22
% on 30 mesh (600-850 μm)	20.79
% on 50 mesh (300-600 μm)	63.35
% on 170 mesh (45-90 μm)	15.6
% on 325 mesh (45-90 μm)	0.04
% on 325 mesh (<45 μm)	0

30

## 【0108】

## 例 10

予備生成物 B は、Shugi ミキサー内で 3wt% の 33% 予備生成物水性 EC 溶液、2.5wt% の 20% 予備生成物リン酸アルミニウムスラリー、および 0.2wt% の予備生成物 SIPERNA (登録商標) S22S で連続的に被覆された。リン酸アルミニウムスラリーは Chemcor 43G40SP マレイン酸変性ポリプロピレン (MPP) とブレンドされ、リン酸アルミニウム中に 350ppm の MPP を供給する。被覆された予備生成物 B は約 30 分間の滞留時間で、約 199 の最高吸収材温度で、連続的なパドル反応器に供給された。

40

## 【0109】

表面架橋された高吸収性ポリマー粒子はついで冷却され、ついでワイアブラシ付の家庭用タイプのミキサー Anvil Model Number MIX9180 中で LUPAMIN (登録商標) 9095 ポリビニルアミン溶液 5 部と水 95 部から調製された 2wt% 溶液で粒子に噴霧することにより後処理された。後架橋処理後に、高吸収性ポリマー組成物粒子は少なくとも 2 時間耐え、ついで U.S. スタンダード 20 メッシュスクリーンを

50

予備篩い分けされ、U.S.スタンダード100メッシュスクリーン上に保持された。  
例10の高吸収性ポリマー組成物粒子特性は表4に示される。

【0110】

【表4】

表4 例10

例	CRC g/g	0.0 GBP, Darcy	AUL (0.9 psi)
10	33.2	47	16.6

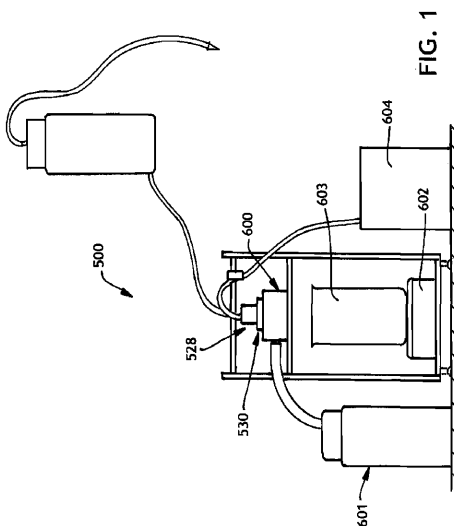
10

【0111】

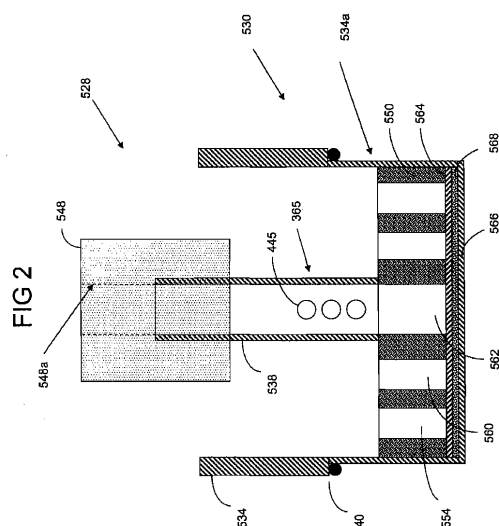
実施例以外の、成分、反応条件等、明細書および請求項で用いられる、量を表すすべての数字は、特に異なる記載がなければ、用語「約」により変更しえると理解されるべきである。したがって、反対の指摘がなければ、明細書および請求項に示される数値パラメータは、本発明により得られる所望の特性に応じて、変更し得る。請求項の範囲への均等の適用を制限するものではなく、数値パラメータは有意な数字および四捨五入アプローチに照らして解釈されるべきである。

20

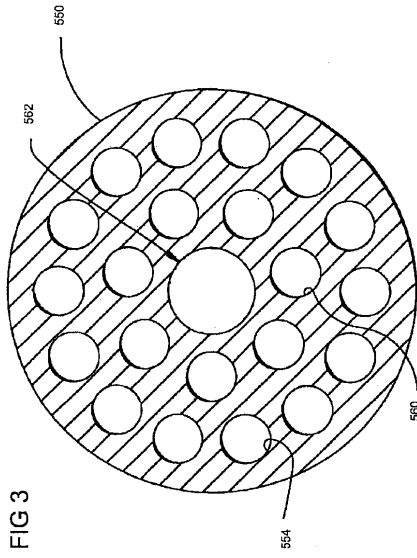
【図1】



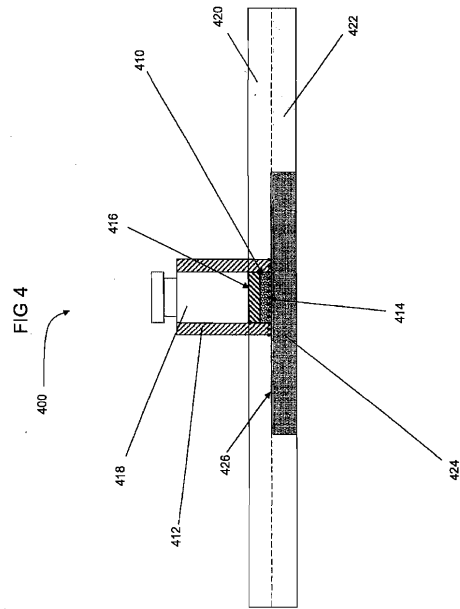
【図2】



【 図 3 】



【 図 4 】



## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

		International application No PCT/US2007/089033
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> INV. C08J3/24 A61L15/60 C08K3/00 C01B35/12 C01B35/10 ADD. C08K3/32 C08K3/38		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C08F C08J A61L C08K B01J C01B C08L		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, INSPEC, CHEM ABS Data, COMPENDEX		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2005/097881 A (BASF AG [DE]; RIEGEL ULRICH [DE]; DANIEL THOMAS [DE]; WEISMANTEL MATTH) 20 October 2005 (2005-10-20) page 9, line 21 - page 14, line 32 examples; table 1 claims 1-4, 9-21	1-26, 31-34, 44
X	US 2004/077796 A1 (DANIEL THOMAS [DE] ET AL) 22 April 2004 (2004-04-22)  paragraphs [0019] - [0068] paragraphs [0069] - [0071] example 5 claims	1-26, 31-34, 38-44
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> 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 document 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 "Z" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search  3 July 2008		Date of mailing of the international search report  21/07/2008
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5618 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Russell, Graham

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/US2007/089033

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2005/096435 A1 (SMITH SCOTT J [US] ET AL) 5 May 2005 (2005-05-05) paragraph [0022] paragraphs [0032], [0033], [0036], [0038] claims 1-5,8	1-26, 31-34,44
X	US 2004/214946 A1 (SMITH SCOTT J [US] ET AL) 28 October 2004 (2004-10-28) paragraph [0035] examples 10-24,29; table 1 claims 1-10,18,19,27,28,38,55,56	1-26, 31-34,44
X	WO 2006/082189 A (BASF AG [DE]; HERFERT NORBERT [US]; MIATUDILA MA-İKAY KİKAMA [US]; MIT) 10 August 2006 (2006-08-10) page 9, line 4 - page 10, line 17 claims 1-6,8,10,12,13,16,18,19	1-26, 31-34,44
A	WO 2006/082197 A (BASF AG [DE]; HERFERT NORBERT [US]; MIATUDILA MA-İKAY KİKAMA [US]; MIT) 10 August 2006 (2006-08-10) paragraphs [0070] - [0073] claims 1-15,19,21-24	1-34, 38-44
P,X	WO 2007/070776 A (STOCKHAUSEN INC [US]; MCINTOSH STAN [US]; SMITH SCOTT J [US]; LANG ANG) 21 June 2007 (2007-06-21) paragraph [0044] claims 1,47-54	1-34, 38-44
P,X	WO 2007/070262 A (KIMBERLY CLARK CO [US]; QIN JIAN [US]; SMITH SCOTT J [US]; MCINTOSH ST) 21 June 2007 (2007-06-21) paragraph [0100] examples 1-3 claims 1,10,14-18,27	1-34, 38-44
X	HU Z S ET AL: "Study on antiwear and reducing friction additive of nanometer titanium borate" WEAR; WEAR MAR 15 1998 ELSEVIER SCIENCE S.A., LAUSANNE, SWITZERLAND, vol. 216, no. 1, 15 March 1998 (1998-03-15), pages 87-91, XP002486768 NY USA page 88, paragraph 2.1	35-37

-/-

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/US2007/089033

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Week 200425 Thomson Scientific, London, GB; AN 2004-263106 XP002486770 -& JP 2004 097255 A (SASAHARA SHOKAI KK) 2 April 2004 (2004-04-02) abstract	35-37
A	BRIGGS, M.: "Boron Oxides, Boric Acid, and Borates" KIRK-OTHMER ENCYCLOPEDIA OF CHEMICAL TECHNOLOGY, vol. 4, 2001, pages 259-283, XP002486769 page 282 - page 283	35-37

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/US2007/089033**Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)**

This International search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:  
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. ☐ Claims Nos.:  
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
3. ☐ Claims Nos.:  
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

**Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)**

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

see additional sheet

1. ☒ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

**Remark on Protest**

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- ☒ No protest accompanied the payment of additional search fees.

International Application No. PCT/US2007/089033

**FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210**

This International Searching Authority found multiple (groups of) inventions in this international application, as follows:

1. claims: 1-34, 38-44

A high-capacity superabsorbent polymer composition comprising a superabsorbent polymer comprising a) superabsorbent polymer, b) internal crosslinking agent wherein the superabsorbent polymer has a degree of neutralization of greater than about 25%; wherein elements a) and b) are polymerized and prepared into superabsorbent polymer particles and further comprising the following surface additives i) to iii) to form surface treated superabsorbent polymer particles i) surface crosslinking agent based on the superabsorbent polymer composition ii) a water-insoluble inorganic metal compound, based on the superabsorbent polymer composition; and optionally iii) a polymeric coating (independent claims 1, 15); and processes for their preparation (independent claims 20, 38, 39)

2. claims: 35-37

A process to make a titanium borate slurry (claims 35-36); a titanium borate compound prepared by said process (claim 37).

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2007/089033

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2005097881 A	20-10-2005	CN 1938371 A DE 102004015686 A1 EP 1735375 A1 JP 2007530752 T US 2007244283 A1	28-03-2007 27-10-2005 27-12-2006 01-11-2007 18-10-2007
US 2004077796 A1	22-04-2004	AU 2002250836 A1 CN 1501957 A WO 02060983 A2 EP 1366111 A2 JP 2004517728 T	12-08-2002 02-06-2004 08-08-2002 03-12-2003 17-06-2004
US 2005096435 A1	05-05-2005	BR PI0416100 A CN 1902265 A EP 1680460 A1 JP 2007510045 T TW 281869 B US 2007066718 A1 WO 2005044900 A1	02-01-2007 24-01-2007 19-07-2006 19-04-2007 01-06-2007 22-03-2007 19-05-2005
US 2004214946 A1	28-10-2004	BR PI0409725 A CN 1812818 A EP 1622655 A1 JP 2006526691 T KR 20060023116 A US 2007167560 A1 WO 2004096304 A1	02-05-2006 02-08-2006 08-02-2006 24-11-2006 13-03-2006 19-07-2007 11-11-2004
WO 2006082189 A	10-08-2006	CN 101111540 A EP 1846481 A1 US 2008114129 A1	23-01-2008 24-10-2007 15-05-2008
WO 2006082197 A	10-08-2006	CN 101111271 A EP 1846052 A1	23-01-2008 24-10-2007
WO 2007070776 A	21-06-2007	US 2007135554 A1 US 2008021130 A1	14-06-2007 24-01-2008
WO 2007070262 A	21-06-2007	AU 2006324402 A1 US 2007135785 A1	21-06-2007 14-06-2007
JP 2004097255 A	02-04-2004	NONE	

## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I テーマコード(参考)  
**C 0 8 K 3/32 (2006.01)** C 0 8 K 3/38  
**C 0 8 K 3/38 (2006.01)**

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, 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, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(74)代理人 100102990

弁理士 小林 良博

(74)代理人 100080919

弁理士 田崎 豪治

(72)発明者 スミス, スコット ジェイ.

アメリカ合衆国, ノースカロライナ 2 7 0 4 7, グリーنزバラ, デュプリン コート 4 1 0 0

(72)発明者 マッキントッシュ, スタン

アメリカ合衆国, ノースカロライナ 2 7 4 0 7, グリーنزバラ, ブラッケンウッド コート 2 1

(72)発明者 バーグマン, デイビッド エル.

アメリカ合衆国, ノースカロライナ 2 7 4 1 0, グリーنزバラ, フォレスト バリー ロード 1 7 0 1

F ターム(参考) 3B200 BA01 BA03 BB18

4F070 AA29 AA32 AB13 AC15 AC20 AC29 AC43 AC44 AC74 AC75

AC76 AC83 AC88 AC89 AC90 AD04 AE08 AE27 BA02 BA08

BB02 BB08 GA06 GA10 GB09 GB10 GC01

4J002 AA031 BG011 DA086 DA096 DA116 DE186 DG046 DH046 DK006 FA086

FD010 FD140 FD146 FD200 GC00 GD03