

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200480027193.4

[51] Int. Cl.

*A61L 15/60 (2006.01)*  
*C08F 20/06 (2006.01)*  
*B01J 20/26 (2006.01)*  
*C08J 3/24 (2006.01)*

[43] 公开日 2006年11月1日

[11] 公开号 CN 1856331A

[22] 申请日 2004.9.17

[21] 申请号 200480027193.4

[30] 优先权

[32] 2003.9.19 [33] JP [31] 329110/2003

[32] 2003.9.19 [33] JP [31] 329109/2003

[86] 国际申请 PCT/JP2004/014015 2004.9.17

[87] 国际公布 WO2005/027986 英 2005.3.31

[85] 进入国家阶段日期 2006.3.20

[71] 申请人 株式会社日本触媒

地址 日本大阪府

[72] 发明人 鸟井一司 柴田浩史 岩村卓  
入江好夫 大六赖道 光上义朗  
町田沙耶加

[74] 专利代理机构 北京安信方达知识产权代理有限公司

代理人 卢素华 郑霞

权利要求书 4 页 说明书 89 页 附图 4 页

[54] 发明名称

吸水剂及其制备方法

[57] 摘要

本发明的一个目的是提供一种具有优良胶凝性能的吸水剂，且当其应用于卫生/保健材料的吸水材料时，如纸尿裤，显示了优良的性能。此外，本发明的另一个目的是提供一种安全、液体渗透性能优良的吸水剂，且其中减少了用于提高所述液体渗透性能的液体渗透性改进剂的用量。该吸水剂是由吸水树脂制得，所述吸水树脂是通过特殊的聚合方法制备，其具有高的交联度、高的液体保留性能和高的胶凝强度（其凝胶层的膨胀压力为  $35\text{kdyne/cm}^2$  或更高）。所述吸水剂进一步被加工为具有特定的颗粒尺寸分布（95%重量或更多的颗粒小于  $850\ \mu\text{m}$ ，但不小于  $106\ \mu\text{m}$ ，且标准对数偏差（ $\mu\zeta$ ）的范围在 0.25 至 0.45 之间），然后表面交联，之后，向其中加入液体渗透性改进剂。

1、 一种包含吸水树脂颗粒的吸水剂，所述吸水树脂颗粒表面交联，且由具有交联结构的吸水树脂制备，所述吸水树脂由包含至少丙烯酸  
5 和/或其盐的单体聚合制备，所述吸水剂满足：

(a) 按重量计 90%或更高的颗粒直径小于  $850\ \mu\text{m}$  但不小于  $150\ \mu\text{m}$ ；

(b) 颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\ \zeta$ ) 在 0.25 至 0.45 范围内；

(c) 对 0.9wt%盐水的 AAPs 为 20g/g 或更高；

(d) 对 0.9wt%盐水的 CRCs 不小于 29g/g 但小于 39g/g；

10 (e) 化学交联指数为 160 或更高，所述化学交联指数由式 (1) 表示：

$$\text{化学交联指数} = (\text{CRCs}) / (\text{CRCdw}) \times 1000 \quad (1)$$

其中 CRCs (g/g) 为对 0.9wt% 盐水的吸收能力，并且 CRCdw (g/g) 为对去离子水的吸收能力。

15 2、 根据权利要求 1 所述的吸水剂，其中所述化学交联指数为 170 或更高。

3、 一种包含吸水树脂颗粒的吸水剂，所述吸水树脂颗粒表面交联，且由具有交联结构的吸水树脂制备，所述吸水树脂由包含至少丙烯酸  
和/或其盐的单体聚合制备，所述吸水剂满足：

20 (a) 按重量计 90%或更高的颗粒直径小于  $850\ \mu\text{m}$  但不小于  $150\ \mu\text{m}$ ；

(b) 颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\ \zeta$ ) 在 0.25 至 0.45 范围内；

(c) 对 0.9wt%盐水的 AAPs 为 20g/g 或更高；

(f) 对 0.9wt%盐水的 CRCs 不小于 15g/g 但小于 29g/g；

25 (g) 抗压化学交联指数为 100 或更高，所述抗压化学交联指数由式 (2) 表示：

$$\text{抗压化学交联指数} = (\text{CRCs}) + (\text{AAPdw}) \quad (2)$$

其中 CRCs (g/g) 为对 0.9wt%盐水的吸收能力，并且 AAPdw (g/g) 为对

去离子水的抗压吸收能力。

4、 根据权利要求3所述的吸水剂，其中所述抗压化学交联指数为115或更高。

5、 根据权利要求1至4中的任何一项所述的吸水剂，其包含磷原子。

6、 根据权利要求1至5中的任何一项所述的吸水剂，其中所述吸水剂的盐水导流率(SFC)在30至3000( $10^{-7} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s} \cdot \text{g}^{-1}$ )的范围内或更高。

7、 根据权利要求1至6中的任何一项所述的吸水剂，其中所述吸水剂的盐水导流率(SFC)在100至250( $10^{-7} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s} \cdot \text{g}^{-1}$ )的范围内或更高。

8、 根据权利要求1至7中的任何一项所述的吸水剂，其包含液体渗透性能改进剂(F)。

9、 根据权利要求8所述的吸水剂，其中所述液体渗透性能改进剂(F)为多价金属化合物。

10、 一种制备包含吸水树脂颗粒的吸水剂的方法，所述吸水树脂颗粒表面交联，且由具有交联结构的吸水树脂制备，所述吸水树脂由包含至少丙烯酸和/或其盐的单体聚合制备，其中：

所述吸水树脂的凝胶层溶胀压力(SPGL(B))为35.0(kdyne/cm<sup>2</sup>)或更高；

所述颗粒的颗粒尺寸分布为按重量计95%至100%的颗粒直径小于850 μm但不小于106 μm，所述颗粒尺寸分布由JIS标准筛测量，及

所述颗粒尺寸分布的对数标准偏差( $\sigma \zeta$ )在0.25至0.45范围内。

11、 一种制备包含吸水树脂颗粒的吸水剂的方法，所述吸水树脂颗粒表面交联，且由具有交联结构的吸水树脂制备，所述吸水树脂由包含至少丙烯酸和/或其盐的单体的交联聚合制备，其中：

所述交联聚合为在水溶性链转移剂存在的条件下进行的沸腾聚合，其中所述水溶性链转移剂相对于通过所述沸腾聚合的待聚合单体为

0.001mol%至10mol%。

12、 根据权利要求10或11所述的方法，其中：

所述吸水树脂的CRCs的范围为28至40(g/g)，且凝胶层溶胀压力(SPGL(B))为40.0(kdyne/cm<sup>2</sup>)或更高。

5 13、 根据权利要求10至12中任何一项所述的方法，其中：

对所述吸水树脂进行表面交联直到所述吸水树脂的盐水导流率(SFC)为40(10<sup>-7</sup>·cm<sup>3</sup>·s·g<sup>-1</sup>)或更高，并且随后向所述吸水树脂中加入液体渗透性能改进剂。

14、 根据权利要求10至13中任何一项所述的方法，其中：

10 所述颗粒的颗粒尺寸分布为按重量计95%至100%的颗粒直径小于850μm但不小于106μm，所述颗粒尺寸分布由JIS标准筛测量，且

所述颗粒尺寸分布的对数标准偏差(σζ)在0.25至0.45范围内。

15、 根据权利要求10、12和14中任何一项所述的方法，其中：

15 相对于待聚合的所述单体，所述单体包含0.001mol%至10mol%水溶性链转移剂。

16、 根据权利要求10至15中任何一项所述的方法，包括：

相对于按重量计100份的所述颗粒，进一步加入按重量计0.001份至5份的液体渗透性能改进剂。

17、 根据权利要求10至16中任何一项所述的方法，其中：

20 对于所述表面交联吸水树脂颗粒，按重量计每百分之一的所述液体渗透性能改进剂，对盐水导流率(SFC)的增加率为3.5倍或更高。

18、 根据权利要求13、16和17中任何一项所述的方法，其中：

所述液体渗透性能改进剂包含至少一种无机粉末或多价金属化合物。

25 19、 根据权利要求10至18中任何一项所述方法制备的吸水剂，包括：

表面交联吸水树脂颗粒

所述吸水剂的抗压化学交联指数为 100 或更高,所述抗压化学交联指数由式 (2) 表示:

$$\text{抗压化学交联指数} = (\text{CRCs}) + (\text{AAPdw}) \quad (2)$$

其中 CRCs (g/g) 为对 0.9wt%盐水的吸收能力, 并且 AAPdw (g/g) 为对去离子水的抗压吸收能力。

## 吸水剂及其制备方法

### 5 技术领域

本发明涉及一种吸水剂及其制备方法，特别地，本发明涉及一种吸水剂，其适用于卫生/保健材料，如纸尿裤、卫生巾、所谓的尿失禁垫及其类似物，及其制备方法。

### 10 背景技术

现今，吸水树脂和亲水性纤维，如纸浆，广泛用作卫生/保健材料（在下文中，它们被统称为卫生材料，有时）的组分，如纸尿裤、卫生巾、所谓的尿失禁垫及其类似物，以使用吸水树脂和亲水性纤维来吸收体液。

以下材料用于吸水树脂的主要原料，如：包含被部分中和聚丙烯酸的交联聚合物、淀粉-丙烯酸接枝聚合物、皂化的乙酸乙烯酯-丙烯酸酯共聚物、水解的丙烯腈（acrylonitril）共聚物、水解的丙烯酰胺共聚物；  
15 交联的水解丙烯腈共聚物；交联的水解丙烯酰胺共聚物；以及由阳离子单体制备的交联聚合物及其类似材料。

如果这些通用吸水树脂具有高的吸水性能，当它们变为溶胀凝胶时，  
20 它们趋向于在耐受尿（抗尿耐受性）、耐久性和瞬时稳定性（随时间变化方面的稳定性）方面的性能差。因此，该通用吸水树脂存在问题，以至于所述溶胀凝胶变粘（粘糊糊的）、或随时间被液化。为了解决这些问题，已提出了多种方法以使所述溶胀凝胶具有更好的耐久性或更好的瞬时稳定性。

25 例如，提出了下面的方法：一种在交联剂和水溶性链转移剂存在的条件下，通过反相悬浮聚合法将基于乙烯的水溶性不饱和单体聚合的方法（日本公开专利申请，Tokukaihei, 公开号为 2-255804，参考文献 1）；一种在次磷酸（hypophosphorus）化合物、主要组分为丙烯酸和其碱的可

溶性单体存在的条件下,将高吸水性聚合物聚合的方法(日本公开专利申请, Tokukaihei, 公开号为 2-300210, 参考文献 2); 一种在交联剂和水溶性链转移剂存在的条件下,通过水相聚合法将水溶性乙烯不饱和单体聚合的方法(日本公开专利申请, Tokukaihei, 公开号为 3-179008, 参考文献 3); 一种在交联剂、具有酸基或其盐的水溶性的可自由基聚合的单体和具有可自由基聚合的双键的硫醇化合物存在的条件下,通过聚合反应制备吸收剂的方法(日本公开专利申请, Tokukaihei, 公开号为 9-77832, 参考文献 4); 一种表面处理吸水树脂的制备方法,其是在内交联剂、亚磷酸和/或其盐,主要组分为丙烯酸和/或其碱金属盐的亲水不饱和单体存在的条件下,通过亲水性不饱和单体水相聚合反应(日本公开专利申请, Tokukaihei, 公开号为 9-124710, 参考文献 5); 及其类似方法。

在这些方法中,聚合反应中使用了链转移剂以改变凝胶的内部结构,从而改进了溶胀凝胶的耐久性、及其瞬时稳定性和抗尿耐受性。然而这些技术的目的是改进具有高吸水性能的凝胶在耐久性、抗尿耐受性和瞬时稳定性方面差的性能。所以,该吸水树脂(或吸收剂)作为凝胶的性能不够。因此,为了应用于纸尿裤或其类似物的吸水材料,这些吸水树脂需要改进性能。

此外,现今在纸尿裤、卫生巾或其类似物中单位卫生材料的吸水树脂用量,以及由吸水树脂、亲水性纤维及其类似物组成的吸水材料中吸水树脂的重量百分含量呈上升的趋势,即现今的吸水材料通过减少具有低堆积密度的亲水性纤维(纸浆),同时增加具有高堆积密度的吸水树脂,而包含更高比例的吸水树脂。据此,得到了薄的卫生材料而不降低其吸水性能。结果,该吸水树脂应具有液体传输和液体分配的功能,代替亲水性纤维如纸浆或其类似物。这些功能可以仅指液体渗透性。

如果该吸水树脂为颗粒形状,液体渗透性能被认为是传输能力,通过颗粒内部或间隙,液体加到吸水树脂上,以至于当吸水树脂溶胀时,液体三维分布在整個吸水树脂中。在通过溶胀吸水树脂得到的凝胶中,这个过程通过由毛细现象引起的液体传输来实现,通过毛细现象液体在凝胶中的颗粒间隙中进行传输。

此外,当液体通过溶胀的吸水树脂时,实际的液体传输符合扩散规律。这个过程非常慢,以至应用于卫生产品的情况下无法进行液体分布。另一方面,在由于凝胶的不稳定导致毛细传输不可能的吸水树脂中,这些材料这样安排,它们植入纤维的晶格中使颗粒彼此分开,避免凝胶中的结块现象。新一代的尿布有这样的结构,其中吸水树脂层不含有或者含有很少量的纤维材料来帮助液体传输。因此,应用的吸水树脂应该在吸水树脂溶胀(为溶胀凝胶)时有足够高的稳定性。有了这样的高稳定性,溶胀凝胶就有足够多的毛细管缝隙,这样溶胀凝胶中就允许液体传输。

总之,为了吸水树脂在溶胀时具有高的胶凝强度,吸水树脂应当通过有较高交联水平的聚合物来制备。然而,较高交联水平不可避免地导致溶胀体积和持水能力的损失。此外,美国专利 US6403700 公开了一种改进表面交联吸水树脂的凝胶的溶胀压力的方法,所述树脂在低中和比(5mol%至 30mol%)的酸性聚合制备后进行中和。然而,因为需要处理高酸性聚合物,这种方法在安全和工艺复杂性方面存在问题。因此,这种方法很难在工业生产中应用。此外,这种方法不能得到吸水树脂这样的液体渗透性,其允许尿片结构包括单独由吸水树脂组成的层。

此外,众所周知,表面处理使吸水树脂具有高的胶凝强度。具有高胶凝强度和高抗压液体吸收能力的吸水树脂是通过用不同种类或特定种类聚合物的表面交联剂处理吸水树脂得到的,其是通过与带有羧基的聚合物分子在吸水树脂表面反应得到。该表面处理防止凝胶结块现象。

已提出了许多通过表面处理改变吸水树脂表面而改进其液体渗透性能和扩散性的方法,所述方法的例子包括:一种通过使用某种金属离子交联吸水树脂的方法(日本公开申请,公开号 2002-513043 和 2002-513059);一种通过溶于有机溶剂中的聚胺或聚酰亚胺改进吸水树脂的方法(国际出版小册子,公开号 95/22356);一种采用包含多羟基化合物(polyol)和水相阳离子的表面交联剂表面处理吸水树脂的方法(国际出版小册子,公开号 00/53644);一种采用包含水相阳离子和除多羟基化合物外的有机交联化合物的表面交联剂表面处理吸水树脂的方法(国际出版小册子,公开号 00/53664)。通过这些众所周知的方法可以防止

凝胶结块。然而，一旦根据这些方法进行表面处理，就不可能有效地在液体渗透性能、尤其对重量含量为 0.69%氯化钠的盐水导流率 (Saline Flow Conductivity) (下文中称为 SFC) 方面改进具有高吸水树脂含量的尿布。此外，表面交联改进胶凝强度只是通过在吸水树脂颗粒的表面附近增加交联密度来达到，而不是在其颗粒内部。因此，胶凝强度基本没有被改进，

5 因为该表面交联不能增加颗粒内部的交联密度。

特别地，通过向吸水树脂粉末中添加无机化合物来改进吸水树脂粉末的易处理性、易保存性或吸水性是众所周知的。

所述方法的例子包括：一种生产吸水树脂的方法，其是通过将生成的

10 吸水树脂与多价金属盐一起干混，所述金属盐如硫酸铝，然后使该吸水树脂与粘合剂（如水）接触，由此，该吸水树脂变得有弹性，且很难引起凝胶结块（国际公布小册子，公开号 98/48857）；一种将吸水树脂与渗透性保持剂（如二氧化硅、氧化铝、二氧化钛、粘土、乳化的聚合物、悬浮聚合物或其类似物）通过 Vortex 搅拌器混合后，用 Osterizer 混合机或

15 类似机械向吸水树脂施加机械应力的方法（国际公布小册子，公开号 WO 01/66056）；一种具有特殊胶凝强度的经表面处理的吸水树脂被涂覆建筑或静电隔离物的方法；一种生产高吸水性树脂材料的方法，所述吸水树脂材料包含高吸水性树脂和水氧化物的团聚颗粒，所述水氧化物包含两种金属 M1 和 M2，至少部分地具有 - M1-O-M2 键（日本公开专利申请，公

20 开号 10-147724）。

通过这些众所周知的方法，可以防止凝胶结块。然而，使用这些方法，吸水树脂不能得到应用于尿布所需的足够的液体渗透性能，尤其是 SFC，或只能在其中添加非常大量的液体渗透性能改进剂如有机或无机颗粒时可应用于尿布。因此，这些方法存在除尘的问题（在生产吸水剂和尿布中

25 粉末的飞扬、堵塞过滤器和类似问题）。因此，必须在安全和成本方面改进吸水树脂（或吸水剂）。

## 发明内容

因此，本发明的一个目的是解决上述问题，并提供 (a) 这样的吸水剂，

其具有优良的胶凝性能（即，特殊的颗粒尺寸分布、对 0.9wt%盐水的特殊吸收能力（CRCs）、对 0.9wt%盐水的特殊抗压吸收能力(AAPs)、特殊的化学交联指数或抗压化学交联指数），且当应用于卫生/保健材料如纸尿布的吸水材料时，表现出优良的性能，和（b）所述吸水剂的制备方法。

5 在试图解决上述问题方面，本发明的发明人经过辛勤地研究，发现一种吸水剂，当其应用于吸水材料如纸尿布时，显示了优良的性能，与传统的吸水剂相比，在以下方面具有更优良的胶凝性能：该吸水剂具有特殊的颗粒尺寸分布、特殊的 CRCs、特殊的 AAPs、及特殊的化学交联指数（抗压化学交联指数）。

10 此外，在试图达到上述目标方面，本发明的发明人经过辛勤地研究，发现一种吸水剂，当其应用于吸水材料如纸尿布时，显示了优良的性能，与传统的吸水剂相比，在以下方面具有更优良的胶凝性能：该吸水剂由吸水树脂制备，（a）所述吸水树脂在特定量的内交联剂和特定量的水溶性链转移剂存在的条件下通过聚合反应得到；（b）所述吸水树脂被制备为  
15 具有特定的颗粒尺寸分布，且（c）所述吸水树脂经过表面处理以使其具有特定的吸收能力。

此外，除了上述研究结果外，本发明人还发现，根据本发明的具有优良胶凝性能的吸水剂与包含液体渗透性能改进剂的传统吸水剂相比，表现了优良的液体渗透性能和扩散性能。

20 特别地，根据本发明的包含吸水树脂颗粒的吸水剂，其表面交联且由具有交联结构的吸水树脂制备，所述具有交联结构的吸水树脂由包含至少丙烯酸和/或其盐的单体聚合而得到，该吸水剂满足：

- (a) 按重量计 90%或更高的颗粒直径小于 850  $\mu\text{m}$ ，但不小于 150  $\mu\text{m}$ ；
- (b) 所述颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma \zeta$ ) 在 0.25 至 0.45 之间；
- 25 (c) 对 0.9wt%盐水的 AAPs 为 20g/g 或更高；
- (d) 对 0.9wt%盐水的 CRCs 不低于 29g/g 但低于 39g/g；
- (e) 化学交联指数为 160 或更高，所述化学交联指数由式（1）表示：

$$\text{化学交联指数} = (\text{CRCs}) / (\text{CRCdw}) \times 1000 \quad (1)$$

其中 CRCs (g/g) 为对 0.9wt%盐水的吸收能力, 及 CRCdw(g/g) 为对去离子水的吸收能力。

此外, 根据本发明的包含吸水树脂颗粒的吸水剂, 其是表面交联的且由具有交联结构的吸水树脂制备, 所述具有交联结构的吸水树脂由包含至少丙烯酸和/或其盐的单体聚合而得到, 该吸水剂满足:

- (a) 按重量计 90%或更高的颗粒直径小于 850  $\mu\text{m}$ , 但不小于 150  $\mu\text{m}$ ;
- (b) 所述颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma \zeta$ ) 在 0.25 至 0.45 之间;
- (c) 对 0.9wt%盐水的 AAPs 为 20g/g 或更高;
- (f) 对 0.9wt%盐水的 CRCs 不低于 15g/g 但低于 29g/g;
- (g) 抗压化学交联指数为 100 或更高, 所述化学交联指数由式 (2) 表示:

$$\text{抗压化学交联指数} = (\text{CRCs}) + (\text{AAPdw}) \quad (2)$$

其中 CRCs (g/g) 为对 0.9wt%盐水的吸收能力, 及 AAPdw(g/g) 为对去离子水的抗压吸收能力。

有了这些设计, 吸水剂表现出优良的胶凝性能, 且当其用作吸水材料如纸尿裤、卫生巾或其类似物中的吸水剂时, 其比传统的吸水剂具有更优良的性能。

根据本发明, 一种生产吸水剂的方法, 这种吸水剂的主要成分是吸水树脂颗粒 (E), 这种颗粒在浓度 0.005mol%至 5mol%的内交联剂 (B) 和浓度 0.001mol%至 1mol%的水溶性链转移剂 (C) 存在下通过含有丙烯酸和/或其盐的单体 (A) 聚合制备, 以得到吸水树脂 (D), 然后对吸水树脂 (D) 进行表面交联来得到吸水树脂颗粒 (E), 该吸水剂满足:

- (a) 按重量计 90%或更高的颗粒直径小于 850  $\mu\text{m}$ , 但不小于 150  $\mu\text{m}$ ;
- (b) 所述颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma \zeta$ ) 在 0.25 至 0.45 之间。

根据以上方法, 有可能生产具有优良胶凝性能的吸水剂, 且当其用作吸水材料如纸尿裤、卫生巾或其类似物中的吸水剂时, 其比传统的吸水剂具有更优良的性能。

此外,本发明的一个目的是为了解决上述问题,并提供一种吸水剂及其制备方法,所述吸水剂具有高的吸收能力、高的固有凝胶稳定性 (instinct gel stability)、高的液体渗透性能和高的安全性,从而使其适应于具有高含量的吸水树脂及薄的厚度的卫生/保健材料或吸收制

5 品。

为了试图达到上述目标,本发明的发明人经过辛勤的研究,发现得到这种吸水树脂的一种特殊聚合方法,所述吸水树脂同时具有高的交联水平、高吸收性能、高的凝胶层溶胀压力,即使通过传统的聚合方法不可能得到同时具有这些性质的吸水树脂。

10 此外,本发明的发明人发现,向通过本发明的制备方法得到的吸水树脂颗粒中添加液体渗透性能改进剂,与传统聚合方法制备的吸水树脂相比,达到更高的 SFC,所述吸水树脂颗粒具有优良的凝胶层溶胀压力(由下面所述的测量方法规定)且可以被调节以得到特定的颗粒尺寸分布和表面交联。

15 特别地,根据本发明制备吸水剂的方法为(1)至(3)中的任何一个:

(1)一种制备吸水剂的方法,所述吸水剂包含吸水树脂颗粒,其被表面交联且由吸水树脂制备,所述吸水树脂由包含丙烯酸和/或其盐的单体交联聚合而得到,其中:所述吸水树脂的凝胶层溶胀压力 (SPGL(B)) 为  $35.0(\text{kdyne}/\text{cm}^2)$  或更高;所述颗粒具有这样的颗粒尺寸分布:按重量

20 计 95%至 100%的颗粒直径小于  $850\mu\text{m}$  但不小于  $106\mu\text{m}$ ,所述颗粒尺寸分布由 JIS 标准筛测量;且所述颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\zeta$ ) 在 0.25 至 0.45 之间。

(2)一种制备吸水剂的方法,所述吸水剂包含吸水树脂颗粒,其被表面交联且由吸水树脂制备,所述吸水树脂由包含丙烯酸和/或其盐的单体交联聚合而得到,其中:所述吸水树脂的凝胶层溶胀压力 (SPGL(B))

25 为  $35.0(\text{kdyne}/\text{cm}^2)$  或更高,且被表面交联直到所述吸水树脂对 0.69wt% 的氯化钠溶液的盐水导流率 (SFC) 为  $40(10^{-7}\text{cm}^3\text{sg}^{-1})$  或更高,以及然后向所述吸水树脂中添加液体渗透性能改进剂。

(3)一种制备吸水剂的方法,所述吸水剂包含吸水树脂颗粒,其被表

面交联且由吸水树脂制备，所述吸水树脂由包含丙烯酸和/或其盐的单体交联聚合而得到，其中：所述交联聚合为沸腾聚合（boiling polymerization），其是在相对于待由沸腾聚合来聚合的单体为0.001mol%至10mol%的水溶性链转移剂存在的条件下进行的。

5 由上所述，本发明的一种设计是得到具有高凝胶溶胀层压力的吸水树脂、进行所述吸水树脂的表面交联和然后添加液体渗透性能改进剂。

本发明中所述凝胶层的测量是通过测量没有表面交联的吸水树脂的凝胶层溶胀力获得的，所述溶胀力为对从一定体积溶胀的力，所述一定体积为所述凝胶层被调整而得到的。用于具有高吸水树脂含量的薄尿布的吸水树脂中，获得了该吸水树脂的凝胶稳定性以达到其在尿布中的高的液体渗透性能，且为了得到所述凝胶稳定性，通过表面交联，改进的胶凝强度和改变的吸水树脂表面。然而，本质上重要的是在表面交联前该吸水树脂溶胀时有多稳定。

10

本发明中使用的所述凝胶层溶胀压力的测量中，在溶胀过程中显示了该凝胶的本能稳定性。具有较高吸水容量的薄尿布所需的高液体渗透性能，可以通过使用根据本发明吸水树脂制备的吸水剂来得到，其有优良的凝胶层溶胀压力，且包含液体渗透性能改进剂，所述液体渗透性能改进剂是在所述表面交联处理后加入的。

15

为了更全面地理解本发明的本质和优点，下面将结合附图详细说明。

20

### 附图说明

图1为剖面图，示意性地显示了对0.69wt%盐水的盐水导流率（SFC）测量过程中所用的测量装置。

图2为剖面图，示意性地显示了毛细管吸收能力（CSF）测量过程中所用的测量装置。

25

图3为剖面图，示意性地显示了对0.9wt%盐水的抗压吸收能力（AAPs）测量过程中所用的测量装置。

图4为剖面图，示意性地显示了凝胶层溶胀压力（A）测量过程中所

用的测量装置。

图 5 为显示所测量的吸水树脂的 CRCs 和凝胶层溶胀压力 (A) 之间关系的曲线图。

## 5 实现本发明的最佳方式

### [第一实施方案]

首先,本发明中使用的缩写定义如下: CRCs (盐水离心保留容量) 为对 0.9wt% 的盐水的吸收能力。

CRCdw (去离子水离心保留容量) 为对去离子水的吸收能力。

10 AAPs (盐水抗压吸收能力) 为当压力作用在样品上时测试的对盐水的吸收能力。

AAPdw (去离子水抗压吸收能力) 为当压力作用在样品上时测试的对去离子水的吸收能力。

SFC (盐水导流率) 为对 0.69wt% 的盐水的导流率。

15 CSF (毛细管吸入力) 表示由于毛细管吸入的吸收能力。

D50 为重均粒径。

$\sigma \zeta$  为颗粒尺寸分布的对数标准偏差。

这些参数的测量方法将在后面的实施例中给出。所述盐水为氯化钠的水溶液。

20 在本发明中,术语“重量”和“质量”被认为具有相同的意义,且术语“重量”的使用是为了统一表示。

下面详细说明本发明。注意本发明的吸水剂为吸水树脂颗粒(吸水树脂的颗粒)或以吸水树脂颗粒为主要成分的材料。本发明的吸水剂是按重量计,优选含有 90% 至 100%,更优选含有 95% 至 100% 的吸水树脂颗粒的材料。25 本发明所述吸水能力适用于卫生/保健材料,如纸尿裤、卫生巾、所谓的尿失禁垫及其类似物。

根据本发明的所述吸水剂是或包含吸水树脂颗粒,所述吸水树脂颗粒

具有特殊的凝胶特性。如果需要，所述吸水剂可以被设计为包含液体渗透性能改进剂的吸水树脂颗粒。

本发明的一种制备吸水剂的方法为一种合成特殊吸水树脂的方法，将该吸水树脂加工成具有特殊颗粒尺寸分布的吸水树脂颗粒，且用特殊的表面处理剂对所述吸水树脂颗粒进行表面处理。此外，本发明的一种制备吸水剂的方法为一种这样安排的方法：如果需要，加入渗透性能改进剂。

### (1) 制备吸水树脂颗粒的方法

#### (1-1) 单体 (A)

本发明使用的单体包括丙烯酸和/或其盐。丙烯酸和/或其盐的含量（丙烯酸的含量和/或其盐的含量）优选为 70mol% 至 100mol%，更优选 80mol% 至 100mol%，且最优选 90mol% 至 100mol%，以进一步改进该吸水剂的吸水性质和凝胶性质。

所述丙烯酸盐的实例包括：丙烯酸与钠、钾、锂或其类似物形成的碱金属盐；丙烯酸的铵盐、胺盐及其类似盐。

所述丙烯酸盐优选钠盐。所述单体 (A) 优选包含，作为其组分，含量为 0mol% 至 50mol% 的丙烯酸和含量为 100mol% 至 50mol% 的丙烯酸盐（其中它们的总量不超过 100mol%）。所述单体 (A) 更优选包含，作为其组分，含量为 10mol% 至 40mol% 的丙烯酸和含量为 90mol% 至 60mol% 的丙烯酸盐（其中它们的总量不超过 100 mol%）。注意，所述酸和盐的摩尔比为中和比。例如，包含 30mol% 的丙烯酸和 70mol% 的丙烯酸盐的单体中和比为 70%。为了形成所述盐，羧基的中和可以按以下方式进行：(a) 聚合前，即当所述单体仍为单体时，(b) 聚合中或之后，当所述单体变为聚合物时，或 (c)，(a) 与 (b) 的组合。优选中和在 (a) 聚合前当所述单体仍为单体时进行。注意，这里所用的丙烯酸可以为通过众所周知的方法制备的丙烯酸。例如，在美国专利申请号 2001-0016668、美国专利号 5817865 和 6596901 公布中描述的众所周知的丙烯酸。

如果需要，为了得到所述吸水树脂，用于本发明的单体 (A) 可以包含除所述丙烯酸（盐）以外的单体。所述除丙烯酸（盐）以外的单体（在

下文中，有时称为“其它单体”）没有特别的限制。所述除丙烯酸（盐）以外的单体的具体实例包括：

阴离子不饱和单体（及其盐），如甲基丙烯酸、马来酸（脱水）、衣康酸、肉桂酸、烯丙基甲苯磺酸（allyltoluenesulfonic acid）、乙烯基甲苯磺酸（vinyl toluenesulfonic acid）、2-（甲）丙烯酰乙基磺酸（2-（meth）acryloylethanesulfonic acid）、2-羟乙基（甲）丙烯酰磷酸（2-hydroxyethyl（meth）acryloylphosphate）、乙烯基磺酸、苯乙烯磺酸（stylenesulfonic acid）、2-（甲）丙烯酰胺-2-甲基丙基磺酸（2-（meth）acrylamide-2-methylpropanesulfonic acid）、2-（甲）丙烯酰乙基磺酸（2-（meacryloylethanesulfonic acid）、2-（甲）丙烯酰丙基磺酸，及其类似物；包含不饱和单体的硫醇基；包含不饱和单体的酚羟基；包含不饱和单体的非离子亲水基团，如（甲）丙烯酰胺、N-乙基（甲）丙烯酰胺、N-正丙基（甲）丙烯酰胺、N-异丙基（甲）丙烯酰胺、N,N-二甲基（甲）丙烯酰胺、2-羟乙基（甲）丙烯酸酯、2-羟丙基（甲）丙烯酸酯、甲氧基聚乙二醇（甲）丙烯酸酯、聚乙二醇单（甲）丙烯酸酯、乙烯基吡啶、N-乙烯基吡咯烷酮、N-丙烯酰哌啶、N-丙烯酰吡咯烷酮、N-乙烯基乙酰胺及其类似物；阳离子不饱和单体，如 N,N-二甲基氨基乙基（甲）丙烯酸酯、N,N-二乙基氨基乙基（甲）丙烯酸酯、N,N-二甲基氨基丙基（甲）丙烯酸酯、N,N-二甲基氨基丙基（甲）丙烯酸酰胺和它们的季盐。这些其它单体可以单独使用或适当组合使用它们中的两种或更多种。根据所得吸水树脂的性质和成本，优选使用丙烯酸和/或其盐（如与钠、锂、钾、铵、胺及类似物形成的盐）作为主要组分。根据成本特别优选使用丙烯酸钠盐。

在本发明中，在使用除丙烯酸（盐）外的其它单体的情形中，优选所述其它单体的含量为 30mol%或更低，并且更优选 10mol%或更低。通过将其它单体中包含在成分中，所得吸水树脂（或吸水剂）的吸收性质得到进一步改进，且所得吸水树脂（或吸水剂）的成本得到进一步降低。

#### (1-2) 内交联剂 (B)

本发明中使用的吸水树脂可以为自交联类型，其中可以不使用交联剂。优选所述吸水树脂是通过单体与交联剂（用于吸水树脂的内交联剂

(B) )发生共聚或反应制得的树脂。内交联剂(B)可以为每分子具有两个或更多的可聚合不饱和基团和/或反应基团的交联剂,或者可以为是开环反应后每分子具有两个或更多个反应基团的环状化合物的交联剂。进一步优选所述吸水树脂是在内交联剂(B)存在下通过聚合反应制得的树脂。

内交联剂(B)的实例包括: N, N' -亚甲基二(甲)丙烯酸酯、聚乙二醇二(甲)丙烯酸酯、聚丙二醇二(甲)丙烯酸酯、三羟甲基丙烷三(甲)丙烯酸酯、甘油三(甲)丙烯酸酯、甘油丙烯酸酯异丁烯酸酯(glycericacrylatemethacrylate)、环氧乙烷变性的三羟甲基丙基三(甲)丙烯酸酯、季戊四醇四(甲)丙烯酸酯、三烯丙基氰尿酸酯、三烯丙基异氰尿酸酯、三烯丙基磷酸酯、三烯丙基酰胺、聚(甲)烯丙氧烷、聚乙二醇二缩水甘油醚)、甘油二缩水甘油醚;多价醇,如乙二醇、聚乙二醇、丙二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、甘油、季戊四醇及其类似物;乙二胺、碳酸亚乙酯、碳酸亚丙酯、聚乙烯亚胺和缩水甘油(甲)丙烯酸酯及其类似物;以及类似物。

这些内交联剂(B)可以单独使用或适当组合使用它们中的两种或更多种。此外,内交联剂(B)可以一次或分批加入反应系统中。在使用至少一种或两种或更多种内交联剂(B)的情形下,考虑到所得吸水树脂或吸水剂的吸水性质或类似性质,优选至少使用具有两个或多个可聚合的不饱和基团的化合物进行所述聚合反应。

相对于单体(A)(除内交联剂(B)外),优选内交联剂(B)的含量为0.005mol%至5mol%,更优选0.06mol%至0.30mol%,且最优选0.08mol%至0.20mol%。内交联剂(B)的含量低于0.005mol%和高于5mol%将可能导致吸水性能不足。

通过使用内交联剂(B)将交联结构引入所述聚合物中,内交联剂(B)可以在单体(A)的聚合前、聚合过程中、聚合后加入。优选内交联剂(B)在单体(A)的聚合前加入。

(1-3)水溶性链转移剂(C)

本发明中，优选单体(A)聚合中使用的链转移剂为水溶性链转移剂。水不溶性链转移剂可能不能给所制得的吸水剂带来足够的化学交联指数(或抗压化学交联指数)。对本发明中使用的水溶性链转移剂(C)没有特殊的限制，只要水溶性链转移剂(C)可溶于水或丙烯酸和/或其盐的溶液即可。水溶性链转移剂(C)可以为硫醇、硫醇酸、仲醇、胺、磷化合物、过渡金属络合物，或类似物。水溶性链转移剂(C)的具体实例包括：巯基乙醇、巯基丙醇、月桂基硫醇、巯基乙酸及其盐、硫羟苹果酸及其盐、3-巯基丙酸和/或其盐、异丙醇、甲酸及其盐、次磷酸及其盐，及亚磷酸和/或其盐。可以选择和使用一种或两种或更多种水溶性链转移剂(C)。

5 基于它们的效果，优选水溶性链转移剂(C)为硫羟苹果酸及其盐、次磷酸及其盐和亚磷酸及其盐中的一种或两种或更多种。更优选水溶性链转移剂(C)为次磷酸及其盐和亚磷酸和/或其盐中的一种或两种或更多种。

虽然其取决于水溶液中所述单体的浓度及内交联剂(B)的用量，但相对于单体(A)，加入的水溶性链转移剂(C)的量为0.001mol%至10mol%，

15 优选0.001mol%至2mol%，更优选0.001mol%至1mol%，进一步优选0.005mol%至0.5mol%，且最优选0.01mol%至0.3mol%。如果加入的水溶性链转移剂(C)的量低于0.001mol%，有可能得不到足够的化学交联指数(或抗压化学交联指数)。如果加入的水溶性链转移剂(C)的量高于10mol%，水溶组分的增加有可能导致不能得到具有足够化学交联度(或抗压化学交联度)的吸水剂。

20

#### (1-4)吸水树脂(D)

由单体(A)聚合制备本发明中使用的吸水树脂(D)可以通过本体聚合或悬浮聚合来实现。然而，基于所制得物的性质、聚合工艺的易于控制和该溶胀凝胶的吸水性质，优选通过水相聚合或反相悬浮聚合来实现。最

25 优选水相聚合。所述水相聚合是公知的，如在美国专利号4625001、4769427、4873299、4093776、4367323、4446261、4683274、4690996、4721647、4738867和4748076以及欧洲专利号1178059等中所公开。在制备单体(A)的水溶液(以下称为单体水溶液)的情况下，所述单体水溶液中单体(A)的含量取决于所述单体水溶液的温度或单体(A)的类型，

且没有特别的限制。然而，单体(A)的含量优选为按重量计30%至70%，更优选按重量计35%至70%。单体(A)的含量按重量计低于30%会降低单位反应体积的产量，且需要干燥步骤，由此需要消耗更长时间和更多能量，并因而导致低的产量。因此，单体(A)的含量按重量计低于30%在工业上是不优选的。

所述水相聚合可以通过下面方式进行：(i)通过在双臂啮合机(two-armed kneader)中聚合单体(A)的水溶液，同时破碎由该聚合反应得到的水合凝胶，(ii)通过将单体(A)的水溶液加入指定的容器或放在移动带上，且聚合(或沸腾-聚合)其中/其上的单体(A)以得到凝胶，及然后用绞肉机(meat chopper)或其类似物破碎该凝胶，或(iii)通过类似的方法。

对聚合引发剂没有特别的限制，聚合反应可以通过使用自由基聚合引发剂或光学聚合引发剂来引发。所述自由基聚合引发剂可以为，例如，过硫酸盐(过硫酸钾、过硫酸铵或者过硫酸钠或其类似物)；过氧化物(过氧化氢、叔丁基过氧化氢、甲乙酮过氧化物、或其类似物)；偶氮化合物(偶氮腈化合物、偶氮脘化合物、环状偶氮脘化合物、偶氮酰胺化合物、烷基偶氮化合物、2,2'-偶氮二(2-脘基丙烷)二盐酸化物、2,2'-偶氮二(2-咪唑啉-2-偶酰)丙烷二盐酸化物、或类似物)。可选的所述光学聚合引发剂可以是，例如，二苯乙醇酮衍生物、苜基衍生物、苯乙酮衍生物、二苯甲酮衍生物、偶氮化合物，或其类似物。

此外，可以使用氧化还原型引发剂，除所述聚合引发剂外，使用还原剂，所述还原剂促进了这些类型聚合引发剂的分解。所述还原剂可以是但不限于：过硫酸(盐)或硫酸氢盐，如过硫酸钠、过硫酸氢钠或其类似物；抗坏血酸(盐)；还原金属(盐)，如一代铁盐或其类似物)；胺；或其类似物。

加入的聚合引发剂相对于单体(A)的量一般为0.001mol%至2mol%，优选0.01mol%至0.1mol%。不优选聚合引发剂的量低于0.001mol%，因为如果这样，未反应的单体(A)的残余量会增加，从而增加了保留在制得的吸水树脂(D)和吸水剂中的单体的量。另一方面，不优选聚合引发剂

的量高于 2mol%的情况，因为如果这样，制得的吸水树脂 (D) 和吸水剂可能会具有较高的水溶性组分。

而且，所述聚合可以通过向反应系统上辐射活性能量射线，如放射性射线、电子射线、紫外线或其类似射线来引发。此外，所述聚合可以通过向反应系统上辐射活性能量射线结合使用所述聚合引发剂的方法来引发。反应温度没有特别的限制，但优选 10℃至 130℃，更优选 15℃至 120℃，特别优选 20℃至 100℃。此外，反应时间和聚合压力没有特别的限制，其可以任意地设定以适应所述单体和聚合引发剂的类型、反应温度，及类似条件。

10 所述聚合可以有添加剂加入所述反应系统中。所述添加剂的实例包括：多种发泡剂，其包含含量为按重量计 0%至 50%的亲水聚合物（相对于所述单体）、按重量计 0%至 10%的另一组分、及类似物，其中所述亲水聚合物可以是淀粉/纤维素、淀粉/纤维素的衍生物、聚乙烯醇、聚丙烯酸（盐）、聚丙烯酸（盐）基交联材料，或其类似物，且所述另一组分可以是碳酸（氢）盐、二氧化碳、偶氮化合物和惰性有机溶剂或其类似物）；  
15 多种表面活性剂；螯合剂；无机颗粒，如高岭土、滑石和二氧化硅及其类似物；多价金属盐，如多氯化铝、硫酸铝和硫酸镁及其类似盐；及其类似物。

在交联聚合物为通过水相聚合制备得到并且为凝胶状的交联聚合物的情况下，即所述交联聚合物为水合凝胶状交联聚合物，如果需要，对所述交联聚合物进行干燥、且在干燥前和/或后进行破碎，从而得到吸水树脂 (D)。所述干燥在一般为 60℃至 250℃，优选 100℃至 220℃，且更优选 120℃至 200℃的温度下进行。干燥的时间取决于所述聚合物的表面积、湿含量和所用干燥机的类型，且根据要达到的目标湿含量任意地设定。

25 对可用于本发明中的吸水树脂 (D) 的目标湿含量没有特别的限制（所述湿含量定义为吸水树脂 (D) 中的水含量，确定为 180℃的温度条件下干燥 3 小时后失重），只要吸水树脂 (D) 甚至在室温下是可流动的。吸水树脂 (D) 是颗粒形态，按重量计其湿含量优选 0.2%至 30%，更优选 0.3%至 15%，特别优选 0.5%至 10%。高的湿含量可能会使吸水树脂 (D) 具有

低的流动性能（颗粒流动性能）和产量受阻。此外，所述高的湿含量有可能致使不可能破碎所述吸水树脂且控制所述吸水树脂的颗粒尺寸分布。

本发明的吸水树脂（D）可以是颗粒状、粉状、或被干燥的颗粒形的块状，且可以是不定的形状并能够轻易地被破碎。

- 5 如果需要，吸水树脂（D）通过使用破碎机器破碎而得到。所述破碎机器没有特别的限制，但下面的机器可以被用作破碎机器，例如：辊式破碎机器，如辊式研磨机（roll mill）；蜂鸣器型破碎机器，如电磁研磨机（hummer mill）；冲击-振动应用型破碎机器，切割研磨机（cutter mill），涡轮研磨机，球磨机，冲洗研磨机（flush mill），及类似机器。
- 10 其中，优选辊式研磨机以控制颗粒尺寸分布。所述破碎的实现可以是连续两次或更多次（即，所述破碎通过连续的两阶段或更阶段来实现）以控制颗粒尺寸分布，优选连续三次或更多次来实现破碎（即，所述破碎通过连续的三级阶段或更多级阶段来实现）。连续两阶段或更多阶段破碎是通过使用相同的破碎机器来实现的，或在每一阶段使用不同的破碎机器来实现。
- 15 现。

- 为了使吸水树脂（D）具有特殊的颗粒尺寸分布，所述破碎的吸水树脂可以使用具有特定筛径尺寸的筛子来筛分。对筛分机没有特别的限制。如所述筛分机可以是振动筛（不平衡重量驱动类型、共振类型、振动研钵类型、电磁类型、循环振动类型、或其类似类型）、表面移动筛（in-surface
- 20 moving sieve）（水平移动类型、水平圆形—线性移动类型、三维移动类型或其类似类型）、移动网状筛、强力搅拌类型筛、网状表面振动类型筛、风力筛、声波筛或其类似物。优选振动筛和表面移动筛。为了获得本发明的吸水树脂（D），筛的筛孔尺寸优选 1000  $\mu\text{m}$  到 300  $\mu\text{m}$ ，更优选 900  $\mu\text{m}$  到 400  $\mu\text{m}$ ，最优选 710  $\mu\text{m}$  到 450  $\mu\text{m}$ 。不在此范围的筛可能不能得到吸水
- 25 树脂（D）的颗粒尺寸分布。优选使用两个或者多个具有不同筛孔尺寸的筛。

为了得到本发明的吸水树脂（D）的特定颗粒尺寸分布，可以进行进一步的筛分来除去部分或者全部直径小于特定直径的颗粒。在这一步骤中，对筛分机没有特别的限制。例如，优选前面列举的筛分机。此外筛分、

颗粒类型筛分机（离心力类型、惯性力类型及类似类型）和其类似机器也可以应用。为了获得本发明的吸水树脂（D），这一步骤中优选除去部分或者全部直径小于 200 $\mu\text{m}$ ，更优选小于 150 $\mu\text{m}$ ，最优选小于 106 $\mu\text{m}$  的颗粒。

此外，本发明可以安排筛分除去的颗粒（除去细小颗粒）进行再循环和通过例如团聚等转化成较大的颗粒或者颗粒形状的团块用作本发明的吸水树脂（D）。除去的细小颗粒的再循环可以应用熟知的技术，例如用温水和吸水树脂的细粉混合，然后干燥的方法（美国专利 6228930）；吸水树脂的细粉和单体水溶液混合，然后进行聚合的方法；水加入到吸水树脂细粉中然后用相等或者高于特殊水平的表面压力进行团聚的方法（欧洲专利 844270）；把吸水树脂细粉用水充分润湿形成无定型凝胶，然后进行干燥和粉碎无定型凝胶的方法（美国专利 4950692）；吸水树脂细粉和聚合凝胶混合的方法（美国专利 5478879），及其它类似方法。优选用温水和吸水树脂细粉混合，然后干燥的方法。另外，再循环的吸水树脂可以用作本发明的吸水树脂（D），或者回到粉碎步骤（即可以重复循环吸水树脂的粉碎步骤）。为了获得目标吸水树脂（D），再循环的颗粒优选回到粉碎步骤。这样再循环的吸水树脂具有充分的多孔结构。本发明中再循环的吸水树脂占吸水树脂（D）的比例按重量计，优选 30%或者更低，更优选 20%或者更低，最优选 10%或者更低。

这样得到的吸水树脂的性能可以随意调整，例如对 0.9wt%盐水的吸收能力（CRCs）优选为 15g/g 至 45g/g，更优选为 20g/g 至 45g/g，进一步优选为 20g/g 至 40g/g，更进一步优选为 25g/g 至 40g/g，最优选为 28g/g 至 40g/g。所述性能，例如吸收能力，可以根据吸水树脂用途（用法）进行任意调整。然而，对 CRCs 小于 15g/g 或者大于 45g/g 的情况，有可能得不到本发明的吸水剂。

这样得到的吸水树脂（D）具有交联结构，且有水溶性成分，按重量计优选 25%或者更低，更优选 20%或者更低，进一步优选 15%或者更低，特别优选 10%或者更低。水溶树脂（D）的水溶成分通过后面描述的方法测量。

本发明的吸水树脂（D）优选具有这样的颗粒尺寸分布：按重量计，

直径小于  $850\ \mu\text{m}$  并且不小于  $106\ \mu\text{m}$  的颗粒占吸水树脂 (D) 总重量的 90% 到 100%。本发明的吸水树脂 (D) 更优选具有这样的颗粒尺寸分布：按重量计，直径小于  $850\ \mu\text{m}$  并且不小于  $150\ \mu\text{m}$  的颗粒占吸水树脂 (D) 总重量的 90% 到 100%。本发明的吸水树脂 (D) 进一步优选具有这样的颗粒尺寸分布：按重量计，直径小于  $850\ \mu\text{m}$  并且不小于  $106\ \mu\text{m}$  的颗粒占吸水树脂 (D) 总重量的 95% 到 100%。本发明的吸水树脂 (D) 优选具有这样的颗粒尺寸分布：直径小于  $850\ \mu\text{m}$  并且不小于  $150\ \mu\text{m}$  的颗粒占吸水树脂 (D) 总重量的 95% 到 100%。如果按重量计，直径小于  $850\ \mu\text{m}$  并且不小于  $106\ \mu\text{m}$  的颗粒成分占吸水树脂 (D) 总重量小于 90%，吸水树脂 (D) 可能含有太多粉末（成粉末状），因而使所得的吸水剂的液体渗透性和扩散性变差。

本发明的吸水树脂 (D) 优选重均粒径为  $100\ \mu\text{m}$  到  $600\ \mu\text{m}$  的颗粒形态，更优选重均粒径为  $200\ \mu\text{m}$  到  $500\ \mu\text{m}$  的颗粒形态，最优选重均粒径为  $250\ \mu\text{m}$  到  $450\ \mu\text{m}$  的颗粒形态。如果重均粒径小于  $100\ \mu\text{m}$ ，所得的吸水剂可能会难处理，可能呈粉末状并且液体渗透性和扩散性差。如果重均粒径大于  $600\ \mu\text{m}$ ，所得的吸水剂可能会容易损伤并容易使性能变差。

本发明的吸水树脂 (D) 的颗粒尺寸分布的对数标准偏差优选范围是 0.25 至 0.45，更优选范围是 0.27 至 0.43，进一步优选范围是 0.30 至 0.40。颗粒尺寸对数标准偏差 ( $\sigma\zeta$ ) 表示颗粒尺寸分布有多宽。较小的颗粒尺寸分布对数标准偏差 ( $\sigma\zeta$ ) 表示颗粒尺寸分布较窄。即，如果对数标准偏差 ( $\sigma\zeta$ ) 大于 0.45，颗粒尺寸分布太宽。因而所得的吸水剂难于处理并且液体渗透性和扩散性差。如果对数标准偏差 ( $\sigma\zeta$ ) 小于 0.25，产量会显著减少。因而会出现这种状况：得到的这种结果相对于所需要的成本是不值得的。

如上所述，本发明的吸水树脂 (D) 优选满足下面的要求 (a) 和 (b)：

(a) 按重量计 90% 或者更多的颗粒直径小于  $850\ \mu\text{m}$  并且不小于  $150\ \mu\text{m}$ ；和

(b) 颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\zeta$ ) 范围是 0.25 至 0.45。

(1-5) 吸水树脂颗粒 (E)

本发明中使用的吸水树脂颗粒(E) (吸水树脂的颗粒(E)) 优选通过交联所得吸水树脂(D) 的表面而制得, 使用特殊的表面交联剂(即, 使用所述特殊的表面交联剂对吸水树脂(D) 进行表面交联)。

5 优选进行表面交联以得到 CRCs 不低于 15g/g 但低于 39g/g, 和/或 AAPs 为 20g/g 或更高。此外, 进行表面交联直到吸水树脂(D) 和吸水树脂颗粒(E) 之间在 CRCs 方面的差优选为 3g/g 或更高, 更优选 5g/g 或更高。如果吸水树脂(D) 和吸水树脂颗粒(E) 在 CRCs 方面的差低于 3g/g, 所得的吸水剂可能会不具有足够的 AAPs 和 SFC。

10 本发明中适用的所述表面交联剂的实例包括: 具有至少两个官能团的化合物, 所述官能团可以与吸水树脂(D) 的官能团反应。与羧基基团经历脱水反应或酯交换的官能团为优选的所述化合物的官能团。阴离子解离基团为优选的所述化合物的官能团, 但是羧基基团为更优选的所述化合物的官能团。

所述表面交联剂的实例包括: 多羟基醇, 如乙二醇、二甘醇、丙二醇、三甘醇、四甘醇、聚乙二醇、1,3-丙二醇、双丙甘醇、2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇、聚丙二醇、甘油、聚甘油、2-丁烯-1,4-二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、1,5-戊二醇、1,6-己二醇、1,2-环己烷二甲醇、1,2-环己醇、三羟甲基丙烷、二乙醇胺、三乙醇胺、聚氧化丙烯、氧化乙烯-氧化丙烯嵌段共聚物、季戊四醇、山梨醇、及其类似物; 环氧化合物, 如乙二醇二缩水甘油醚、多亚乙基二缩水甘油醚、丙三醇多缩水甘油醚、二丙三醇多缩水甘油醚、多丙三醇多缩水甘油醚、丙二醇二缩水甘油醚、多丙二醇二缩水甘油醚、缩水甘油, 及其类似物; 多价化合物, 如 1,2-乙二胺、二亚乙基三胺、三亚乙基四胺、四亚乙基五胺、五亚乙基六胺, 聚乙烯亚胺及其类似物, 及其无机或有机盐(例如, azitinium 盐及其类似物); 多价  
20 异氰酸盐化合物, 如 2,4-甲苯二异氰酸盐, 1,6-己二异氰酸盐, 及其类似物; 氮丙啶化合物, 如聚氮丙啶及其类似物; 多价噁唑啉化合物, 如 1,2-亚乙基双噁唑啉和双噁唑啉及其类似物; 碳酸衍生物, 如脲、硫脲、胍、脘基脲和 2-噁唑烷其类似物; 碳酸亚烃酯化合物, 如 1,3-二氧戊环-2-酮、4-甲基-1,3-二氧戊环-2-酮、4,5-二甲基-1,3-二氧戊环-2-酮、4,4-二甲  
25

基-1,3-二氧戊环-2-酮、4-乙基-1,3-二氧戊环-2-酮、4-羟甲基-1,3-二氧戊环-2-酮、1,3-二噁烷-2-酮、4-甲基-1,3-二噁烷-2-酮、4,6-二甲基-1,3-二噁烷-2-酮、1,3-dioxopan-2-one、及其类似物；卤代环氧化合物，如氯甲代氧丙环、 $\alpha$ -甲基氯甲代氧丙环、及其类似物，及其多价胺加成化合物（如 Kymene（注册商标），Hercules 公司生产）；氧杂环丁烷化合物；噁唑烷酮，如 2-噁唑烷酮；硅烷偶联剂，如  $\gamma$ -环氧丙氧丙基三甲氧基硅烷、 $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷、及其类似物；及其类似物。这些表面交联剂可以单独使用或组合使用。

此外，相对于按重量计 100 份的吸水树脂（D），表面交联剂的用量为按重量计 0.001 份至 10 份，优选按重量计 0.01 份至 5 份。表面交联剂的用量按重量计超过 10 份是不经济的，因为获得的性质与加入的表面交联剂的用量不能达到平衡。此外，表面交联剂的用量按重量计超过 10 份，会导致在表面处理后残余大量未使用的表面交联剂。因此，不优选表面交联剂的用量超过按重量计 10 份。此外，表面交联剂的用量低于按重量计 0.001 份可能会导致不足的 AAPs。

此外，为了加快表面交联剂反应速度和改进吸收性能，可以使用无机酸、有机酸、聚氨基酸及类似酸，如欧洲专利 EP0668080 公开文本中描述的。所述酸的具体实例包括：硫酸、磷酸、盐酸、柠檬酸、二羟乙酸、羟基乙酸、甘油磷酸、戊二酸、肉桂酸、琥珀酸、醋酸、酒石酸、乳酸、丙酮酸、富马酸、丙酸、3-羟基丙酸、丙二酸、丁酸、异丁酸、imidino acetic acid、苹果酸、羟乙磺酸、柠康酸、己二酸、衣康酸、巴豆酸、草酸、水杨酸、五倍子酸、山梨酸、葡糖酸、对甲苯磺酸、及其类似酸。所用酸的用量取决于吸水树脂（D）的 pH 和类似性质，但优选相对于按重量计 100 份的吸水树脂（D）为按重量计 0 份至 10 份，更优选按重量计 0.1 份至 5 份。

在本发明中，在混合吸水树脂（D）和表面交联剂时优选使用水作为溶剂。虽然加入水的量取决于吸水树脂（D）的类型、粒径及其他性能，但相对于按重量计 100 份的吸水树脂（D）的固体部分，优选按重量计加入水的量高于 0 份但不高于 20 份，更优选按重量计 0.5 份至 10 份，进一

步优选按重量计 0.5 份至 5 份。

此外，如果需要，可以加入亲水有机溶剂作为混合吸水树脂 (D) 和表面交联剂的溶剂。所述亲水有机溶剂的实例包括：低级醇，如甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、正丁醇、异丁醇、叔丁醇、及其类似醇；酮，如丙酮及其类似酮；醚，如二氧杂环己烷、四氢呋喃和烷氧基聚乙二醇、及其类似化合物；酰胺，如 N,N-二甲基甲酰胺及类似化合物；亚砷，如二甲亚砷、及其类似化合物；及类似化合物。虽然加入的水的量取决于吸水树脂 (D) 的类型、粒径、及其他性能，但相对于按重量计 100 份的吸水树脂 (D) 的固体部分，优选加入亲水有机溶剂的量按重量计不超过 20 份，更优选按重量计不超过 10 份，进一步优选按重量计不超过 5 份。然而，为了安全及类似的其他方面的考虑，最优选不使用有机溶剂。

此外，为了使吸水树脂 (D) 和所述表面交联剂得到更均匀地混合，吸水树脂 (D) 和所述表面交联剂的混合可以在非交联的水溶性无机盐和/或非还原的碱金属 pH 缓冲溶液存在的条件下进行。所述非交联的水溶性无机盐优选碱金属盐、铵盐、碱金属氢氧化物、氨、氨水及其类似物。所述非还原碱金属盐 pH 缓冲溶液优选为碳酸氢盐、磷酸二氢盐或磷酸氢盐及其类似物。虽然加入的水的量取决于吸水树脂 (D) 的类型、粒径、及其他类似性能，但相对于按重量计 100 份的吸水树脂 (D) 的固体部分，优选加入的所述非交联水溶性无机盐和/或非还原碱金属盐 pH 缓冲溶液

例如，所述表面交联剂可以在吸水树脂 (D) 分散后加入到亲水有机溶剂中。然而，如果需要，优选把表面交联剂溶解或者分散在水和/或亲水溶剂中，然后混合该溶液，来形成表面交联剂溶液，然后将表面交联剂溶液加入到吸水树脂 (D) 中，通过直接喷雾或者滴加溶液到吸水树脂 (D) 上。此外，在用水混合的情况下，可以在非水溶性无机颗粒粉末、水溶性多价金属盐、表面活性剂和/或类似物存在的条件下进行混合。

用于混合吸水树脂 (D) 和表面交联剂的混合装置优选有大的混合功率，以均匀和安全地混合它们。例如，混合装置可以是圆管型 (circular-tube type) 混合装置、双壁圆锥型混合装置、V 型混合装置、

带型 (a ribbon type) 混合装置、螺旋型 (a screw type) 混合装置、流化炉转台型 (fluidized furnace rotary desk type) 混合装置、气流混合装置、双臂捏合机、内部混合装置、粉碎型捏合机、旋转混合装置、螺旋型挤压机、搅拌型混合装置、及其他类似装置。

- 5 吸水树脂 (D) 和表面交联剂混合后, 得到的混合物进行热处理, 从而进行吸水树脂 (D) 的表面交联。优选进行表面交联以得到 CRCs (对 0.9% 重量盐水的吸收能力) 不低于 15g/g 但低于 39g/g, 和/或 AAPs (对 0.9% 重量盐水的抗压吸收能力) 不低于 20g/g。本发明热处理过程优选进行 1 分钟到 180 分钟, 更优选范围是 3 分钟到 120 分钟, 进一步优选范围是 5 分钟到 100 分钟。热处理加热温度 (加热介质的温度) 优选范围是 60°C 到 250°C, 更优选范围是 100°C 到 210°C, 进一步优选范围是 120°C 到 200°C。

- 15 如果加热温度低于 60°C, 热处理的时间太长, 因此降低产量。此外, 会得不到均匀交联。因此, 有可能无法得到目标吸水剂。此外, 如果加热温度高于 250°C, 所得的吸水树脂颗粒 (E) 会被破坏, 因此致使难得到吸水能力优良的吸水剂。

热处理可以通过使用常规干燥器或者加热炉进行。例如, 干燥器可以是沟槽型混合干燥器、旋转型干燥器、盘型干燥器、流化床型干燥器、气流型干燥器、红外干燥器、或者类似干燥器。本发明在使用光辐照处理代替热处理的情况下, 优选使用紫外线, 且可以使用光聚合引发剂。

- 20 优选在表面处理步骤加热吸水树脂 (D) 后冷却吸水树脂 (D)。优选冷却吸水树脂 (D) 到 20°C 到 100°C 的温度范围。冷却用冷却装置可以是与加热装置结合形成换热器的装置, 作为冷却介质, 所述加热介质用于加热装置中。

- 25 这些步骤后, 得到的吸水树脂颗粒 (E) 优选进行颗粒尺寸调节步骤, 来调节所述的颗粒尺寸分布。

本发明的吸水树脂颗粒 (E), 按重量计, 小于 850  $\mu\text{m}$  但不小于 150  $\mu\text{m}$  的颗粒含量优选 90% 或者更多, 更优选 95% 或者更多。如果按重量计, 这个尺寸的颗粒含量小于 90%, 吸水树脂颗粒 (E) 可能呈粉末状, 因此所得吸水剂的液体渗透性能和扩散性能变差。

本发明的吸水树脂颗粒(E)的颗粒形态(颗粒形状)优选具有重均粒径范围是 $100\ \mu\text{m}$ 至 $600\ \mu\text{m}$ ,更优选颗粒形态具有重均粒径范围 $200\ \mu\text{m}$ 至 $500\ \mu\text{m}$ ,最优选颗粒形态具有重均粒径范围 $250\ \mu\text{m}$ 至 $450\ \mu\text{m}$ 。如果重均粒径小于 $100\ \mu\text{m}$ ,所得的吸水剂可能会难于处理,可能呈粉末状,并且液体渗透性和扩散性差。如果重均粒径大于 $600\ \mu\text{m}$ ,所得的吸收剂可能容易损伤,并且容易性能变差。

吸水树脂颗粒(E)的颗粒尺寸分布的对数标准偏差优选范围是0.25至0.45,更优选范围0.27至0.43,进一步优选范围是0.30至0.40。颗粒尺寸分布的对数标准偏差( $\sigma\zeta$ )显示颗粒尺寸分布有多宽。较小的颗粒尺寸分布( $\sigma\zeta$ )表明颗粒尺寸分布较窄。即,如果对数标准偏差( $\sigma\zeta$ )大于0.45,颗粒尺寸分布就太宽。这样,所得的吸水剂会变得难于处理,并且液体渗透性和扩散性变差。如果对数标准偏差( $\sigma\zeta$ )小于0.25,会显著降低产量。因而会出现这种状况:得到的这种结果相对于所需要的费用是不值得的。

根据本发明生产吸水树脂颗粒(E)的方法,如果需要,可以进一步有添加各种功能到吸水树脂颗粒中的步骤。添加功能可以通过加入添加剂来进行,例如:除臭剂、抗菌剂、香料、发泡剂、色素、染料、亲水短纤维、增塑剂、粘合剂、金属皂、表面活性剂、肥料、氧化剂、还原剂、水、盐、螯合剂、杀菌剂、亲水聚合物例如聚乙二醇或其类似物、憎水聚合物例如石蜡或其类似物、热塑性树脂例如聚乙烯、聚丙烯或其类似物、热固性树脂例如聚酯树脂、脲树脂或其类似物,或者类似添加剂。按重量计,加入添加剂的量相对于100份的吸水树脂颗粒(E)按重量计是0到10份的范围,优选按重量计是0到1份的范围。

如上所述,优选本发明的吸水树脂颗粒(E)满足如下要求(a)和(b):

- (a)按重量计90%或更高的颗粒直径低于 $850\ \mu\text{m}$ ,但不低于 $150\ \mu\text{m}$ ;和  
(b)所述颗粒尺寸分布的对数标准偏差( $\sigma\zeta$ )在0.25至0.45。

本发明中所使用的吸水树脂颗粒没有特别的限制,但优选所述吸水树脂颗粒为由上面的方法得到的吸水树脂颗粒(E),吸水树脂颗粒(E)可用作本发明的所述吸水剂。在吸水树脂(E)用作本发明的所述吸水剂的

情况下,所述吸水剂优选具有后面第3项中描述的CRCs、AAPs、SFC、CSF、颗粒尺寸分布、堆积密度、水溶性容量、形状、湿含量、及其类似性质。然而,本发明的所述吸水剂可以通过其它方法制备。

## (2) 液体渗透性能改进剂(F)

5 本发明的吸水剂可以为包含吸水树脂颗粒和液体渗透性能改进剂的吸水树脂材料。下面说明本发明中使用的液体渗透性能改进剂(F)。

在本发明中,所述液体渗透性能改进剂是指一种物质,它改进了包含该物质的吸水树脂颗粒(其没有特殊的限制)的SFC。特别地,所述液体渗透性能改进剂是促使吸水剂的SFC提高了 $1(10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ s g}^{-1})$ 或更多、优选 $5(10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ s g}^{-1})$ 或更多的物质,所述吸水剂通过混合所述液体渗透性能改进剂和表面交联的吸水树脂颗粒而制备。可以证实所述物质是否是液体渗透性能改进剂,例如,通过加入该物质到由本发明实施例7得到的吸水树脂颗粒(E7)中,且比较加入该物质前和后的SFC。液体渗透性能改进剂(F)可以包含在所述吸水树脂颗粒的内部、表面上、或表面附近,10 优选液体渗透性能改进剂(F)在吸水树脂颗粒的表面上、或表面附近。此外,液体渗透性能改进剂(F)可以与所述吸水树脂颗粒的官能团反应。可以在表面处理前、后、和/或过程中加入吸水树脂颗粒。液体渗透性能改进剂(F)加宽了溶胀的吸水树脂之间的缝隙,通过作为隔离物或其类似物,或通过提供离子表面交联效果,从而改进了吸水树脂颗粒的液体渗透性能。20

例如,本发明所用的液体渗透性能改进剂(F)可以是亲水无机化合物。优选使用非水溶性亲水无机微粒、水溶性多价金属盐、或其类似物。本发明中的亲水性质可以是,例如,在欧洲专利0629411中描述的70%或更高的亲水性。在本发明中,改进液体渗透性能阳离子聚合物化合物25 (即,例如在美国专利5797893的第11栏中列举的)、憎水无机微粒、或其类似物,可以用作液体渗透性能改进剂(F),但有时不被优选,因为它们增大了吸水剂的接触角,且有时降低了CSF。本发明中不优选减少吸水剂表面张力的表面活性剂,因为表面活性剂降低了CSF。

在本发明使用的液体渗透性能改进剂(F)为无机微粒的情况下,为

了易于处理及有效的添加，该无机微粒的粒径优选不超过 500  $\mu\text{m}$ ，更优选不超过 300  $\mu\text{m}$ ，最优选不超过 150  $\mu\text{m}$ 。当所述微粒为初级颗粒时，所述粒径是指该初级颗粒的直径，反之，所述粒径是指二级颗粒的直径（结合的颗粒或结块（团聚颗粒））。在使用具有高硬度和通过冲击力很难破裂的化合物颗粒（如非团聚（初级颗粒）二氧化硅、氧化铝或类似物）时，团聚颗粒的初级颗粒及粒状颗粒的粒径优选 5  $\mu\text{m}$  或更低，更优选 1  $\mu\text{m}$  或更低，及最优选 0.1  $\mu\text{m}$  或更低。

本发明中使用的液体渗透性能改进剂（F）的具体实例包括：矿石，例如滑石、高岭土、漂白土、膨润土、活性陶土、重晶石、天然沥青、锶矿石、钛铁石、硅华、及其类似物；铝化合物，如 14-18 水合硫酸铝（或其脱水物）、12 水合硫酸铝钾、12 水合硫酸铝钠、氯化铝、多氯化铝（poly aluminum chloride）、氧化铝、及其类似物；其它多价金属盐；亲水无定形二氧化硅制备（如，通过干燥方法（Tokuyama Reolosil QS-20）、通过沉降方法（Degussa Ag. Sipernat 22 Sipernat 2200）制得）；氧化物的复合物，如二氧化硅、氧化铝、及氧化镁的复合物（例如，Engelhard 的 Attaagel #50）、二氧化硅和氧化铝的复合物、二氧化硅、氧化镁的复合物，及其类似物；及其类似物。此外，渗透性能改进剂在美国专利 5164459、欧洲专利 761241 及其类似中给出的实例可以应用于本发明。这些颗粒中，优选亲水颗粒（如 14-18 水合硫酸铝、亲水无定形二氧化硅、及其类似物）。然而，在使用前，具有低亲水性质的颗粒可以被亲水化合物处理，以使颗粒的表面亲水。这些颗粒可以单独使用或组合使用其两种或更多种。

本发明中所用的液体渗透性能改进剂（F）的加入方法没有特殊的限制，液体渗透性能改进剂（F）的加入可以通过加入液体渗透性能改进剂（F）的水溶液、通过加入液体渗透性能改进剂（F）的浆液、或通过加入液体渗透性能改进剂（F）的粉末的方式实现。另外，液体渗透性能改进剂（F）的加入可以通过：例如日本已公开申请 2002-539281 和 2002-538275 中所描述的方法（其中在表面处理前，加入液体渗透改进剂的水溶液）、日本已公开申请 2001-523289 中所描述的方法（其中液体渗

透改进剂被干混，然后加入粘合剂)、日本已公开申请 2001-523287 中所描述的方法(其中在表面处理后，加入液体渗透改进剂的水溶液)、或其类似方法。此外，液体渗透性能改进剂(F)的加入可以通过：例如在向吸水树脂颗粒中加入粘合剂之后加入液体渗透性能改进剂(F)的方法、

5 或其中至少部分的液体渗透性能改进剂(F)被热粘合到吸水树脂颗粒的至少部分表面上的方法。相对于吸水树脂颗粒，本发明中使用的液体渗透性能改进剂(F)的量按重量计优选范围为 0.01%至 10%，更优选 0.05%至 5%。如果液体渗透性能改进剂(F)的量按重量计超过 10%，吸收能力将降低，反之，如果液体渗透性能改进剂(F)的量按重量计低于 0.01%，

10 将存在不能得到添加液体渗透性能改进剂(F)的效果的风险。此外，调整吸水剂的液体渗透性能是可能的。用于混合液体渗透性能改进剂(F)和吸水树脂颗粒的混合装置不需要大的混合功率，例如，它们可以用破碎装置或筛分装置来混合。所述混合装置可以是，例如，圆形管型混合装置、双壁圆锥型混合装置、V型混合装置、带型混合装置、螺旋型混合装置、

15 流化炉转台型混合装置、气流混合装置、双臂捏合机、内部混合装置、研磨型捏合机、转动混合装置、螺旋型挤压机、静态混合装置、及其类似物。此外，对于添加的时间，可在得到吸水树脂颗粒前、过程中、后进行加入，优选在表面交联后加入。

这样得到的吸水剂优选具有后面第 3 项中描述的 CRCs、AAPs、SFC、

20 CSF、颗粒尺寸分布、堆积密度、水溶性含量、形状、湿含量、及其类似性质。然而，本发明的所述吸水剂可以通过其它方法制备。

### (3)吸水剂

本发明的吸水剂为吸水树脂颗粒或包含吸水树脂颗粒的吸水树脂材料(优选包含吸水树脂颗粒和液体渗透性改进剂的吸水树脂材料)。本发

25 明的吸水剂适合作为吸收材料用于卫生/保健材料，吸收材料用于吸收体液例如尿、月经血、汗液等。吸水树脂颗粒优选利用(1-5)中描述的吸水树脂颗粒(E)制备方法制备的所述颗粒。此外，液体渗透性改进剂优选第 2 项中所述液体渗透性改进剂。本发明吸水剂含有的吸水树脂颗粒的比例按重量计为 90%至 100%，优选 95%至 100%，特别优选 98%至 100%。此

外，本发明的吸水剂优选含有磷原子。磷原子来自磷化合物，它是水溶性链转移剂。

本发明吸水剂具有优良的胶凝性能。优良的胶凝性能得自特别的颗粒尺寸分布、特别的 CRCs、特别的 AAPs 和特别的化学交联指数（或者抗压化学交联指数）。在链转移剂存在的条件下，传统聚合方法（参考 1-5）获得有优良耐久性的吸水树脂，但由于它的高吸收能力不能获得足够的胶凝性能。此外，传统工艺无法没有认识到颗粒尺寸分布的重要性，它决定吸水剂的性能。作为广泛研究获得优良胶凝性能吸水剂的结果，本发明的发明者发现可以通过特别的 CRCs、特别的 AAPs 和特别的化学交联指数（或者抗压化学交联指数）获得吸水剂的优良胶凝性能。还没有完整的解释为什么这样设计可以得到优良胶凝性能。然而，假设聚合过程中使用链转移剂能够减小吸水树脂中主链高分子的分子量，因此减少主链高分子的缠绕（物理缠绕），并尤此减少由于缠绕造成的物理交联。结果，所得的吸水树脂具有比没有使用链转移剂的情况高的吸收能力。在这种情况下，由于缠绕减少造成的物理交联的减少能够通过加入更多量的内交联剂经化学交联来进行补偿。这样的吸水树脂具有优良的胶凝性能，因为该吸水树脂比一般聚合制备的吸水树脂有更多的化学交联。此外，本发明的发明人发现，表示化学交联度的指数，和吸水剂具有特定的该指数值、特定颗粒尺寸分布、特定 CRCs 和特定的 AAPs 时吸水树脂表现出优良的胶凝性能。本发明基于这些发现。这些性能的特定值将在后面详细描述。

本发明的吸水剂是这样设计的，在 CRCs 不低于 29g/g 但低于 39g/g 的情况下，用下面公式（1）表示的化学交联指数是 160 或者更高，优选 170 或者更高，更优选 175 或者更高，及最优选 180 或者更高。化学交联指数上限一般为 1000。

$$25 \quad \text{化学交联指数} = (\text{CRCs}) / (\text{CRCdw}) \times 1000 \quad (1),$$

其中 CRCs (g/g) 是对 0.9wt% 盐水的吸收能力，和 CRCdw (g/g) 是对去离子水的吸收能力。

本发明的吸水剂是这样设计的，在 CRCs 不低于 15g/g 但低于 29g/g 的情况下，用下面公式（2）表示的抗压化学交联指数是 100 或者更高，

优选 110 或者更高, 更优选 115 或者更高, 及最优选 120 或者更高。抗压化学交联指数上限一般为 1000。

$$\text{抗压化学交联指数} = (\text{CRCs}) + (\text{AAPdw}) \quad (2),$$

其中 CRCs (g/g) 是对 0.9wt% 盐水的吸收能力, 和 AAPdw (g/g) 是对去离子水的抗压吸收能力。

该化学交联指数, 其是本发明的吸水剂的特征, 由对去离子水的吸收能力和对 0.9wt% 盐水的吸收能力的比率表示。当对去离子水的吸收能力较低且对 0.9wt% 盐水的吸收能力较高时, 得到较高的化学交联指数。当吸水剂被水溶胀时, 其主链高分子彼此缠绕而造成的物理交联因其主链高分子之间的解缠绕而被断开。然而, 溶胀仍被化学交联所控制。因此, 当吸水剂具有更高的化学交联时, 其对去离子水具有更低的吸收能力。此外, 在这种情况下, 在具有相同的对 0.9wt% 盐水吸收能力的吸水剂中, 具有更高化学交联的吸水剂具有更高的化学交联指数。由于相同的原因, 当吸水剂中有更多的化学交联时, 对去离子水的抗压吸收能力增加, 即, 在去离子水中, 由于主链高分子的缠绕造成的物理交联被断开。因此, 吸水剂具有低的保持抗压胶凝强度的能力。另一方面, 化学交联具有高的保持抗压胶凝强度的能力, 即, 在具有相同的对 0.9wt% 盐水吸收能力的吸水剂中, 具有更高化学交联的吸水剂具有更高的抗压化学交联指数。存在吸水剂 CRCs 的优选范围, 在此范围内, 优选应用这两个指数 (化学交联指数和抗压化学交联指数)。即, 在较高的 CRCs 范围 (不低于 29g/g 但低于 39g/g), 优选化学交联指数。在较低的 CRCs 范围 (不低于 15g/g 但低于 29g/g), 优选抗压化学交联指数。这是因为, 在各自优选的范围内, 通过这些指数表示的性质差异更明显。

本发明的吸水剂在颗粒尺寸分布方面是这样设计的, 按重量计, 90% 或更高量的颗粒直径小于 850  $\mu\text{m}$  但不小于 150  $\mu\text{m}$ , 优选 95% 或更高量的颗粒直径小于 850  $\mu\text{m}$  但不小于 106  $\mu\text{m}$ , 更优选 95% 或更高量的颗粒直径小于 850  $\mu\text{m}$  但不小于 150  $\mu\text{m}$ 。按重量计, 含有这种直径的颗粒的比率的上限为 100%。按重量计, 如果这种直径的颗粒含量低于 95%, 吸水树脂 (D) 将可能呈粉末状 (dusty), 从而所得的吸水剂的液体渗透性能和扩散性

能变差。

本发明的吸水剂为颗粒状，其重均直径范围优选  $100\ \mu\text{m}$  至  $600\ \mu\text{m}$ ，更优选  $200\ \mu\text{m}$  至  $500\ \mu\text{m}$ ，最优选  $250\ \mu\text{m}$  至  $450\ \mu\text{m}$ 。如果颗粒的重均直径小于  $100\ \mu\text{m}$ ，所得的吸水剂可能会变得难处理，且可能会呈粉末状，  
5 并具有较低的液体渗透性能和扩散性。如果颗粒的重均直径大于  $600\ \mu\text{m}$ ，所得的吸水剂将可能易受损伤并在性能上变差。

本发明吸水剂颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\ \zeta$ ) 的范围优选 0.25 至 0.45，更优选 0.27 至 0.43，进一步优选 0.30 至 0.40。颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\ \zeta$ ) 表示颗粒尺寸分布为多宽，较小的颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\ \zeta$ ) 表示颗粒尺寸分布较窄，即，如果颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\ \zeta$ ) 大于 0.45，颗粒尺寸分布将太宽，从而，所得的吸水剂会变得难处理且液体渗透性能和扩散性能变差。如果颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\ \zeta$ ) 小于 0.25，产量将明显的下降，因而会出现这种状况：得到的这种结果相对于所需要的费用是不值得的。  
10

15 如上所述，优选本发明的吸水剂满足如下要求 (a) 和 (b)：

(a) 按重量计，90%或更高量的颗粒直径低于  $850\ \mu\text{m}$ ，但不低于  $150\ \mu\text{m}$ ；和

(b) 所述颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\ \zeta$ ) 在 0.25 至 0.45。

本发明的吸水剂具有的 CRCs (对 0.9wt%盐水的吸收能力) 不低于  $15\text{g/g}$  但低于  $39\text{g/g}$ ，优选范围  $20\text{g/g}$  至  $35\text{g/g}$ ，更优选范围  $20\text{g/g}$  至  $32\text{g/g}$ ，  
20 进一步优选范围  $24\text{g/g}$  至  $32\text{g/g}$ 。吸水剂的吸收能力 (CRCs) 低于这些范围时，其应用于卫生材料，如尿片时是无效果的，且吸收能力 (CRCs) 高于这些范围的吸水剂将可能导致由于胶凝强度的降低而引起的性能下降。

在本发明的吸水剂中，对 0.9wt%盐水的抗压吸收能力 (AAPs) 为  $20\text{g/g}$  或更高，  
25 优选  $22\text{g/g}$  或更高，更优选  $23\text{g/g}$  或更高，且最优选  $24\text{g/g}$  或更高。通常，AAPs 的上限为 100，如果对 0.9wt%盐水的 AAPs 低于  $20\text{g/g}$ ，该吸水剂将可能具有不足的凝胶性质，其将不允许该吸水剂有效地用作纸尿裤及其类似物所用的吸水剂。

本发明吸水剂的对 0.69wt% 盐水的 SFC 的优选范围 30 至 3000 ( $10^{-7}\text{cm}^3\text{sg}^{-1}$ ), 更优选的范围 50 至 2000 ( $10^{-7}\text{cm}^3\text{sg}^{-1}$ ), 进一步优选的范围 70 至 1000 ( $10^{-7}\text{cm}^3\text{sg}^{-1}$ ), 特别优选的范围 80 至 300 ( $10^{-7}\text{cm}^3\text{sg}^{-1}$ ), 更特别优选的范围 100 至 250 ( $10^{-7}\text{cm}^3\text{sg}^{-1}$ ), 及最优选的范围 100 至 5 200 ( $10^{-7}\text{cm}^3\text{sg}^{-1}$ )。

通常, 对 0.69wt% 盐水 SFC 的上限为 3000, 对 0.69wt% 盐水的 SFC 是表示吸水剂的液体渗透性能和扩散性能的参数。具有较高 SFC 的吸水剂具有较好的液体渗透性能和扩散性能。对 0.69wt% 盐水的较高的 SFC 是吸水剂含量较高的卫生材料所需要的, 即使这随其中吸水剂含量的多少而改变。

本发明的吸水剂的 CSF (毛细管吸入力) (有 20cm 的负压梯度) 优选 15g/g 或者更高, 更优选 18g/g 或者更高, 最优选 20g/g 或者更高。CSF 表明毛细管吸入力有多强。优选较高的 CSF 值, 因为较高 CSF 值的吸收液体能够向上扩散。

15 本发明吸水剂的水溶性成分按重量计, 优选 20% 或者更低, 更优选 15% 或者更低, 特别优选 13% 或者更低, 及最优选 10% 或者更低。吸水剂含有 20% 或者更高水溶性成分可能无法得到本发明的效果, 且进一步用于象尿布这样的卫生材料时性能较差。

此外, 按重量计, 水溶性成分占 20% 或者更高对安全来说也是不可取的。差性能中的一种是当吸水剂用水溶胀时, 吸水树脂的聚合物成分会溶出, 这样液体的扩散被阻滞。可以认为溶出的聚合物成分阻滞液体沿着吸水树脂颗粒表面的流动。此外, 聚合物成分的溶解可能增加吸收液体的粘度, 降低 CSF 值。吸水剂的水溶性成分用后面叙述的方法测量。

25 本发明的吸水剂对湿含量没有特别限制。本发明吸水剂的湿含量按重量计, 优选不低于 0% 但不高于 50%, 更优选不低于 0.01% 但不高于 40%, 且进一步优选不低于 0.1% 但不高于 10%。

本发明对堆积密度没有特别限制。本发明的堆积密度优选范围是 0.40g/ml 到 0.90g/ml, 更优选范围是 0.50g/ml 到 0.80g/ml (测量堆积密度的方法按 JIS K-3362 规定)。如果堆积密度小于 0.4g/ml 或者高于

0.90g/ml, 吸水剂在生产过程中可能变得容易损伤且性能差。

虽然磷化合物的含量取决于吸水剂的用量, 吸水剂中基于磷元素的磷化合物的含量按重量计, 优选范围是 10ppm 到 1%, 更优选范围是 20ppm 到 5000ppm, 进一步优选范围是 30ppm 到 4000ppm, 特别优选范围 50ppm 到 3000ppm。以磷元素计的磷化合物含量按重量计, 超过 1%是不可取的, 因为如果这样, 水溶性成分会增加, 因而使吸水剂有较差的性能。此外, 如果基于磷因素的磷化合物含量低于 10ppm, 有时候链转移能力会太低而不能得到目标吸水剂。

此外, 优选设计这些吸水剂, 按重量计, 对于每 100 份颗粒(吸水树脂颗粒)而言, 含有 0.001 份到 5 份的液体渗透性改进剂。

此外, 除了吸水树脂颗粒(E)和/或液体渗透性改进剂(F), 本发明的吸收剂还可以有添加剂, 因而有各种各样的功能。例如, 添加剂可以是: 除臭剂、抗菌剂、香料、发泡剂、颜料、染料、亲水短纤维、增塑剂、粘合剂、金属皂、表面活性剂、肥料、氧化剂、还原剂、水、盐、螯合剂、杀菌剂、亲水聚合物如聚乙烯醇或其类似物、憎水聚合物如石蜡或其类似物、热塑性树脂如聚乙烯、聚丙烯或其类似物、热固性树脂如聚酯树脂、脲树脂或其类似物、或类似添加剂。按重量计, 加入添加剂的量相对于吸水剂的重量而言低于 10%, 优选低于 5%, 更优选低于 1%。

本发明吸水剂的使用使卫生材料有优良的胶凝性能。因此, 如果尿布或类似物的吸收材料中本发明的吸水剂含量高, 吸收材料能够吸收尿或者体液两倍以上, 因为吸收材料中的尿或者体液能够在吸收材料中扩散, 这给尿或者体液提供了吸收的空间。

#### (4) 吸水材料的制备方法及其吸水性能

适当材料和上述方法制备的吸水剂结合起来能够用作适于卫生材料吸水层的吸水材料。下面解释根据本发明的吸水材料。

本发明的吸水材料是用吸水剂和其它材料制造并具有一定的形态。此吸水材料用于卫生/保健材料如纸尿布、卫生巾、尿失禁垫、医用垫和其类似物用来吸收血、体液、尿或类似物。与吸水剂结合的其他材料的一个

例子是纤维素纤维。特定的纤维素纤维的例子是：机械木纸浆；化学纸浆；木纸浆纤维如可溶纸浆和其类似物；人工纤维素纤维如人造丝、醋酸纤维和其类似物；和其类似物。优选木纸浆纤维。这些纤维素纤维可以含有人造纤维，如人造丝、聚酯或其类似物作为其成分的一部分。在本发明的吸水剂用作吸水材料成分的情况下，本发明吸水剂的重量优选20%或者更高，更优选30%或者更高，进一步优选40%或者更高，且最优选50%或者更高。吸水材料中吸水剂的重量低于20%可能会没有效果。

通过这样制备的吸水剂和纤维素纤维而得到吸水材料，例如，可以任意采用下面公知的方法：一种通过在由纤维素纤维制成的纸薄片或垫子上分散吸水剂而得到该吸水材料的方法，且如果需要，通过将吸收剂放在这样制成的纸薄片或垫子的中间（夹入中间）；一种通过均匀地混合纤维素纤维和吸水剂而得到该吸水材料的方法；及其类似方法。优选通过干混吸水剂和纤维素纤维以得到其混合物，及然后压缩该混合物而得到该吸水材料的方法，这种方法可以有效地防止吸水剂从纤维素纤维中脱离。优选进行压缩的同时加热该混合物，例如进行加热的温度范围为50℃至200℃。此外，可以适当使用下面出版物中所描述的方法以得到吸水材料：日本公开专利申请，Tokukaihyo，公开号9-509591（一种包含吸水树脂混合物的吸水材料，及至少与尿中所含的一种组分反应的吸水性改进的聚合物）；日本公开专利申请，公开号9-290000（一种包含吸水树脂、多阳离子聚合物、粘合性能好的纤维、及支撑层的吸水材料，该多阳离子聚合物在吸水树脂的表面上与其结合，该粘合性能好的纤维分散在该吸水树脂中、且该粘合性能好的纤维通过该粘合性能好的纤维与该吸水树脂结合）；日本公开专利申请，公开号10-265582（75份重量的吸水剂和25份重量的木屑纸浆用混合器干燥混合，这样得到混合物。然后用空气流动使该混合物通过400目筛（筛孔尺寸为38μm），使用间歇型空气应用制网机，这样形成尺寸为120mm×350mm的网。该网用2kg/cm<sup>2</sup>的压力加压5秒钟后得到500g/m<sup>2</sup>的吸水材料。然后，一个下薄片（液体不可渗透薄片）、吸水材料和一个上薄片（液体可渗透薄片）按这样的顺序通过双面胶带组合在一起，下薄片用液体不可渗透聚丙烯制备，且有所述的两侧护翼（leg gather），上薄片用液体可渗透聚丙烯制备。这样就得到了一种层状材

料。所说的系带接到层状材料上，这样就得到了吸水产品（即纸尿裤）。

这样得到的本发明的吸水剂使吸水材料有优良的吸收量、优良的液体吸收率、优良的吸收后抗压干燥接触感觉和从开始溶胀达 16 小时或者更长时间的优良的溶胀凝胶稳定性。

- 5 此外，优良的吸水性能允许吸水剂可以用作各种用途的水保持剂，例如：吸收产品的水保持剂，比如卫生巾、失禁垫、医用垫和其类似物；农业/园艺用水保持剂，比如泥煤藓（泥炭藓）、土壤调节剂、水保持剂、农业效果保持剂和其类似物；建筑/市政工程用途水保持剂，比如防露剂、水泥添加剂，和其类似物；释放控制剂，隔冷剂、方便的人体加热装置、
- 10 淤泥凝结剂、保鲜材料、离子交换柱材料、淤泥/油的脱水剂、干贮剂、湿度调节剂和其类似物；和其类似物。此外，根据本发明获得的吸水剂特别适用于卫生材料（比如卫生巾）来吸收排泄物、尿和/或血。

在本发明的吸水材料用作卫生材料用于卫生巾、失禁垫、医用垫和其类似物的情况下，优选吸水剂用作这样的安排，（c）吸水材料安排在（a）

15 紧靠使用者身体放置的液体可渗透的上薄片和（b）紧邻使用者衣服但远离使用者身体的液体不可渗透的下薄片之间。吸水剂可以是多层的（两层或者多层）。进一步，吸水剂可以和纸浆层或其类似物结合应用。

优选用于吸水材料的吸水剂具有上面第（3）项所述的性能。

特别地，根据本发明的卫生材料包含（a）紧靠使用者身体放置的液体可渗透上薄片，（b）紧邻使用者的衣服但远离使用者身体的液体不可

20 渗透的下薄片，和（c）放置在它们之间的吸水材料，其中该吸水材料按重量计，包括 20%或更高的吸水剂，优选 30%或更高、更优选 40%或更高、且最优选 50%或更高的吸水剂，所述吸水剂包含吸水树脂颗粒，其被表面交联且由具有表面交联结构的吸水树脂制备，所述吸水树脂通过聚合至少

25 包含丙烯酸和/或其盐的单体而制备。所述吸水剂满足：

- (a) 按重量计 90%或更高的颗粒直径低于  $850\ \mu\text{m}$ ，但不低于  $150\ \mu\text{m}$ ；
- (b) 所述颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma\ \zeta$ ) 在 0.25 至 0.45；
- (c) 对 0.9wt%盐水的 AAPs 为 20g/g 或更高；

(d) 对 0.9wt%盐水的 CRCs 不低于 29g/g 但低于 39g/g;

(e) 化学交联指数为 160 或更高, 所述化学交联指数由公式(1)表示:

$$\text{化学交联指数} = (\text{CRCs}) / \text{CRCdw} \times 1000 \quad (1),$$

其中 CRCs (g/g) 为对 0.9wt%盐水的吸收能力, 及 CRCdw (g/g) 为对去  
5 离子水的吸收能力。

特别地, 根据本发明的卫生材料包含 (a) 紧靠使用者身体放置的液体可渗透上薄片, (b) 紧邻使用者的衣服但远离使用者身体的液体不可渗透的下薄片, 和 (c) 放置在它们之间的吸水材料, 其中该吸水材料按重量计, 包括 20%或更高的吸水剂, 优选 30%或更高、更优选 40%或更高、  
10 且最优选 50%或更高的吸水剂, 所述吸水剂包含吸水树脂颗粒, 其被表面交联且由具有表面交联结构的吸水树脂制备, 所述吸水树脂通过聚合至少包含丙烯酸和/或其盐的单体而制备。所述吸水剂满足:

(a) 按重量计, 90%或更高的颗粒直径低于 850  $\mu\text{m}$ , 但不低于 150  $\mu\text{m}$ ;

(b) 所述颗粒尺寸分布的对数标准偏差 ( $\sigma \zeta$ ) 在 0.25 至 0.45;

15 (c) 对 0.9wt%盐水的 AAPs 为 20g/g 或更高;

(f) 对 0.9wt%盐水的 CRCs 不低于 15g/g 但低于 29g/g;

(g) 化学交联指数为 100 或更高, 所述化学交联指数由公式(2)表示:

$$\text{化学交联指数} = (\text{CRCs}) + (\text{AAPdw}) \quad (2),$$

其中 CRCs (g/g) 为对 0.9wt%盐水的吸收能力, 及 AAPdw (g/g) 为对去  
20 离子水的吸收能力。

### [实施方案二]

下面描述本发明的另一个实施方案。

在本实施方案中, 吸水树脂为水溶胀交联的聚合物, 其通过聚合、干燥然后破碎而制备, 但其没有被各种表面交联剂表面处理。此外, 在本实施方案中, 吸水剂包含其表面被表面交联剂交联的吸水树脂颗粒 (以下, 这种吸水树脂颗粒有时称为经表面处理的吸水树脂颗粒), 且可以包含另  
25

一个组分，如液体渗透性能改进剂或其类似物。

在吸水剂中表面处理的吸水树脂颗粒含量范围按重量计，优选 80%至 100%，更优选 90%至 100%，更优选 95%至 100%（按重量计，表面处理的吸水树脂颗粒的湿含量为 10%或更低）。

## 5 (1) 吸水树脂及其聚合

在本实施方案中，可聚合成吸水树脂的单体成分的实例包括在第一个实施方案中的单体成分。

此外，应用在本发明的内交联剂的实例包括第一个实施方案中描述的内交联剂。相对于单体（包括内交联剂），内交联剂的量的优选范围是 10 0.10mol% 到 0.5mol%，且特别优选范围是 0.20mol%到 0.4mol%。如果内交联剂的量低于 0.001mol%，或者高于 2mol%，有可能不能获得足够的吸收能力。

应用到第一个实施方案聚合引发剂的实例包括在第一个实施方案中描述的聚合引发剂。然而，优选过硫酸盐，因为它能够降低成本和聚合后的残余单体的量。此外，本实施方案中的聚合引发剂的量可以与第一个实施方案中的类似。

此外，聚合可以通过辐设活性能量射线来启动，例如辐射线、电子射线、紫外线或类似物。进一步，聚合可以通过利用辐射活性能量和聚合引发剂结合来启动。注意，第一个实施方案中描述的聚合反应温度可以用作 20 本实施方案聚合的反应温度。

可以将添加剂加入到反应系统中来进行聚合。添加剂的实例包括：亲水高分子（例如淀粉、淀粉衍生物、纤维素、纤维素衍生物、聚乙烯醇、聚丙烯酸（盐）、聚丙烯酸（盐）基交联材料，和其类似物），螯合剂和其类似物。按重量计，加入添加剂的量相对于 100 份重量的吸水剂而言， 25 范围是 0 到 10 份，优选范围是 0 到 1.0 份。

为了获得本发明的吸水树脂，单体的聚合通过特定的方法进行。通常，日本专利申请，Tokukai，公开号 2002-212204，公开了一种经济的水相聚合法，通过其低成本地获得了优良性能的吸水树脂。然而，在用所述方

法生产低成本吸水树脂的情况下，期望在这种方法中，凝胶层溶胀压力因为高单体浓度而降低，并减少起交联作用的交联剂的量。经过不断研究，本发明的发明人发现，具有优良凝胶层溶胀压力的吸水树脂可以通过在特定单体浓度范围和最大超过 100℃ 的聚合温度下聚合得到。

5 特别的，聚合成本发明吸水树脂的单体组分浓度按重量计，优选范围是 30% 至 60%，更优选范围是 30% 至 45%，进一步优选范围是 30% 至 40%，特别优选范围是 30% 至 35%。按重量计，浓度低于 30% 导致低产量，同时浓度高于 60% 降低吸水树脂凝胶层溶胀压力。

10 较高的凝胶层溶胀压力能够在聚合方法在特定单体浓度下进行得到，因为较多的交联剂的量能够有助于交联。众所周知的事实：当有助于交联的交联剂的量增加时会降低液体吸收能力。相反，在本发明中，可以得到具有高保持能力和高凝胶层溶胀压力的吸水树脂，即使加入了更多交联剂并有助于交联。

15 这种现象还没有得到很好地解释。然而，从即使加入大量的交联剂，本发明的吸水树脂具有高液体保留能力的事实，就得出了吸水树脂具有这样的交联结构以使其整体上更均匀，且因此适合液体保留。这样的交联结构使吸水树脂具有高的液体保留能力。

20 基于此，另外，通过使用水溶性链转移剂以使吸水树脂的主链分子量保持在特定的水平，本发明吸水树脂凝胶层溶胀压力进一步被改进。因此，更加确定该吸水树脂具有本发明的特性。

在第一实施方案中描述的水溶性链转移剂被用作本实施方案中的水溶性链转移剂。

此外，在本实施方案中，加入的水溶性链转移剂的量与第一实施方案中的相同。

25 对包含酸性基团的单体的中和没有特别的限制。对其中吸水树脂或吸水剂可以与人体接触的应用，如在卫生用品中，所述中和优选范围 50mol% 至 100mol%，更优选范围 50mol% 至 80mol%，进一步优选范围 55mol% 至 78mol%，及最优选范围 60mol% 至 75mol%。

在丙烯酸被碱中和的情况下,优选有效地利用中和热和/或溶解热(丙烯酸和所述碱的)以增加单体水溶液。优选通过加入交联剂和聚合引发剂到单体水溶液中启动聚合,所述水溶液在隔热环境中经中和热得到加热。如后面所述,还优选利用该中和热和/或该溶解热(丙烯酸和所述碱的)

5 除去溶解的氧气。

所述单体组分的聚合可以通过本体聚合或沉降聚合(sedimentation polymerization)实现。然而因为生成的溶胀凝胶的产物性质、易于控制和进一步的吸收性质,优选通过反相悬浮聚合和水相聚合来实现聚合,所述水相聚合中使用单体的水溶液。特别优选所述水相聚合。该水相聚合没有

10 被特定限制于特定的方法,静态聚合中单体水溶液在静止状态聚合,搅拌聚合是在搅拌装置中进行的。

在静态聚合中优选使用环形带,所述带优选由难以通过与待聚合材料接触的带的表面来逸散聚合热的树脂或橡胶制备。

在搅拌聚合中,可以使用单臂搅拌装置,但优选使用多臂搅拌装置。

15 在自由基水相聚合中,一般通过将惰性气体通入反应器中或降低反应器内的压力来排出溶解的氧气。因而,在实际的聚合中需要用于排出溶解氧的设备和操作费用。

优选通过加热单体水溶液和利用中和热和/或溶解热(丙烯酸和所述碱的)蒸发出溶解的氧气而排出溶解的氧气。如果通过中和热和/或溶解热(丙烯酸和所述碱的)的加热不能充分地加热单体水溶液以从其中蒸发

20 出溶解的氧气,优选在将每个组分(单体水溶液和/或碱溶液、和/或去离子水)加入到一起之前预热它们。

更优选单体水溶液即丙烯酸、碱水溶液、水、及其类似物的原料被中和和加热,而不进行溶解氧的去除,以得到相对于单体水溶液而言,溶解氧

25 的量优选 4ppm 或更低,更优选 2ppm 或更低,及最优选 1ppm 或更低,。可以用这样制备的原料来进行聚合,而不进行溶解氧的去除。

还优选从单体水溶液的一种、一些、或全部的原料(丙烯酸、碱水溶液、水、及其类似物)中将溶解的氧气部分地去除,及然后溶解的氧气通

过中和加热从所述原料中进一步被去除。此外，在一种设计中，其中丙烯酸和所述碱进行在线混合（line-mixing）中和，然后通过在线混合进一步加入聚合引发剂，且然后从 80°C 或更高这样高的聚合温度进行聚合，优选不用事先从单体水溶液原材料（丙烯酸、碱水溶液、水、和其它类似物）中除去溶解氧，以便从一开始就避免在线聚合。

聚合一般在常压下进行。然而，优选减压下进行聚合，因而降低聚合系统的沸点，这样在蒸出水时进行聚合。为了容易操作和类似情况，更优选在常压下进行聚合。

优选事先提高单体的温度，因为这样做，使溶解氧的除去容易进行，且优选能够在短时间内获得聚合引发温度，这在后面讨论。对单体的温度并无限制。然而，单体被加热到一般不低于 50°C 但不高于单体水溶液沸点的温度，优选不低于 60°C 但不高于单体水溶液的沸点，更优选不低于 70°C 但不高于单体水溶液的沸点，进一步优选不低于 80°C 但不高于单体水溶液的沸点，特别优选不低于 80°C 但不高于 120°C，且最优选不低于 90°C 但不高于 110°C。如果温度低于 50°C，由于较长的引发时间和较长的聚合时间会降低产量。此外，吸水树脂的性能会降低。注意，聚合时间是指从单体水溶液加入到聚合反应器中且达到启动聚合反应的条件开始，直至达到最高温度时的一段时期。

聚合引发温度一般范围是 50°C 到 120°C，优选范围是 60°C 到 120°C，更优选范围是 70°C 到 120°C，进一步优选范围是 80°C 到 110°C，进一步更优选范围是 90°C 到 110°C，特别优选范围是 90°C 到 105°C，最优选范围是 90°C 到 100°C。如果聚合引发温度低于 50°C，由于较长的引发时间和较长的聚合时间会降低产量。此外，吸水树脂的性能会下降。如果聚合引发温度高于 105°C，就不能完全进行发泡和拉伸。聚合起始温度可以通过单体水溶液的不清爽、粘度增加和类似变化来观测。

为了达到单体水溶液的这些温度，和引发聚合温度，优选使用如上所述的单体水溶液产生的中和热和/或离解热（丙烯酸和碱的）。

本发明的一个特征是通过沸腾聚合单体水溶液来得到。该“沸腾聚合”是一个聚合期间温度最高达到等于或者高于 100°C 的温度（聚合最高温度）

的聚合过程。通过这样的设计安排,能够得到本发明的吸水树脂(吸水剂)。

聚合最高温度优选范围是 100℃到 150℃,更优选范围是 100℃到 130℃,进一步优选范围是 100℃到 120℃,最优选范围是 100℃到 115℃。最高聚合温度低于 100℃或者高于 150℃不优选,因为如果这样,所得的聚合物(水和聚合物和吸水树脂颗粒)就会变差。

本发明中,聚合引发温度和最高聚合温度之间的温差 $\Delta T$ 优选 70℃或者更小,更优选 60℃或者更小,进一步优选 50℃或者更小,进一步更优选 40℃或者更小,特别优选 30℃或者更小,和最优选 25℃或者更小。温差 $\Delta T$ 大于 70℃是不优选的,因为如果这样,所得聚合物(水合聚合物和吸水树脂颗粒)的性能会变差。

对于聚合时间没有特别的限制。然而,聚合时间优选 5 分钟或者更短,更优选 3 分钟或者更短,进一步优选 2 分钟或者更短,进一步更优选 1 分钟或者更短。聚合时间长于 5 分钟是不优选的,因为如果这样,所得聚合物(水合聚合物和吸水树脂颗粒)的性能会变差。

此外,根据本发明的方法,其特征在于在高聚合引发温度下启动和进行聚合的。假定本发明的这个特征是什么根据本方法制备的吸水剂、吸水材料和其类似物有这样高性能的原因。聚合在常压下进行的情况下,在聚合率 40mol%时优选温度是 100℃或者更高,且在聚合比率 50mol%时仍保持在 100℃或者更高。更优选在聚合比率 30%时温度已经 100℃或者更高,且在聚合比率 50mol%时仍保持在 100℃或者更高。进一步优选在聚合比率 20%时温度已经 100℃或者更高,且在聚合比率 50mol%时仍保持在 100℃或者更高。在减压聚合的情况下,也优选在聚合比率 40mol%时温度已经在沸点温度或者更高,且在聚合比率 50mol%时仍保持在沸点温度或者更高。更优选在聚合比率 30mol%时温度已经在沸点温度或者更高,且在聚合比率 50mol%时仍保持在沸点温度或者更高。最优选在聚合比率 20mol%时温度已经在沸点温度或者更高,且在聚合比率 50mol%时仍保持在沸点温度或者更高。

因为在这样低的聚合比率时达到这样高的温度,聚合在短时间内完成(聚合完成时间短),一般在 10 分钟内或更短,优选在 5 分钟内或更短。

这里，所述聚合完成时间是从聚合引发剂加入单体水溶液的时间，到水合聚合物从聚合反应器中移出的时间。

在本发明中，优选进行聚合时蒸发出湿气，以至于在通过聚合得到的水合聚合物的固体含量和单体水溶液的固体含量之间的比（浓缩比）优选范围 1.10 至 1.50，更优选 1.15 至 1.45，且进一步优选 1.25 至 1.40。该浓缩比低于 1.10 表示聚合中产生的热量没有被有效地应用，这里，单体水溶液的固体含量为单体和加入其中的添加剂，除了水和溶剂。

通过聚合得到的水合聚合物的固体含量范围按重量计，优选 35% 至 65%，更优选 40% 至 60%，进一步优选 40% 至 50%。按重量计，如果水合聚合物的固体含量高于 65%，进行粉碎的负荷大，这样导致性能变差。

在破碎后所述水合聚合物被干燥且被研磨成粉，因此得到了所述的吸水树脂（表面处理前的吸水树脂）。

根据本发明这样得到的水合聚合物可以通过使用绞肉型破碎机容易地被破碎（打成碎片）。

所述破碎（研磨成粉）的水合聚合物的干燥可以在与第一实施方案中相同的干燥温度下进行。

本实施方案的吸水树脂的湿含量可以与第一实施方案中吸水树脂（D）的湿含量相同。

本实施方案的吸水树脂的颗粒尺寸分布、及颗粒尺寸分布的对数标准偏差可以与第一实施方案中吸水树脂（D）的相同。

通过这样安排，本发明的吸水树脂具有所述颗粒尺寸分布，就可能得到具有优良液体渗透性能的本发明的吸水剂。

## (2) 吸水树脂的性质和形态

本实施方案的吸水树脂（吸水树脂颗粒）的性质和形态描述如下。

所述吸水树脂通常为颗粒形态，具有上面提到的颗粒尺寸分布范围及对数标准偏差（ $\sigma \zeta$ ）范围，即，这样的颗粒尺寸分布：按重量计，占吸水树脂总重 90% 的颗粒小于 850  $\mu\text{m}$  但不小于 106  $\mu\text{m}$ ，及其对数标准偏差

范围 0.25 至 0.45。

此外，在所述吸水树脂中，对 0.9wt%盐水的吸收能力（CRCs（对盐水的离心保留容量））优选与第一实施方案中的吸水树脂（D）的相同。

此外，所述吸水树脂的凝胶层溶胀压力（B）优选 35.0(kdyne/cm<sup>2</sup>) 5 或更高，及更优选 40.0(kdyne/cm<sup>2</sup>)或更高，溶胀压力（B）通过后面描述的测量方法测量。如果溶胀压力（B）低于 35.0(kdyne/cm<sup>2</sup>)，所述吸水树脂内部的本能胶凝强度将降低，这将可能导致不能达到所述目标液体渗透性，即使在吸水树脂的表面交联后加入后面所述的液体渗透性能改进剂。

### (3) 表面交联

10 本实施方案中使用的吸水剂优选通过与第一实施方案相同的表面交联方式来制备通过上面的方法制备的吸水树脂。在本实施方案中加入的表面交联剂的量与第一实施方案中的相同。

### (4) 液体渗透性能改进剂

15 第一实施方案中所描述的液体渗透性能改进剂用作本实施方案中的液体渗透性能改进剂。

### (5) 吸水剂的性质和形态

本实施方案的吸水剂的性质和形态描述如下。

20 本实施方案的吸水剂在形态、颗粒尺寸分布、颗粒尺寸分布的对数标准偏差（ $\sigma \zeta$ ）、重均直径（D50）、对 0.9wt%盐水的吸收能力（CRCs）、对 0.69wt%盐水的盐水导流率（SFC）、对 0.9wt%盐水的抗压吸收能力（AAPs）、毛细管吸收能力（毛细管吸收力）（CSF）、水溶性量、湿含量、堆积密度、磷化合物含量、液体渗透性能改进剂含量方面与第一实施方案中的相同。

25 特别地，本发明的颗粒形状吸水剂包含吸水树脂颗粒，其被表面交联且由吸水树脂制备，所述吸水树脂是通过包含丙烯酸和/或其盐的单体的交联聚合制得，其中：CRCs 的范围为 20g/g 至 32g/g；AAPs 为 22g/g 或更高；SFC 的范围为 80 至 300(10<sup>-7</sup> cm<sup>3</sup> s g<sup>-1</sup>)；颗粒的尺寸分布为：按重

量计, 95%至 100%的颗粒直径小于 850  $\mu\text{m}$  但不小于 106  $\mu\text{m}$ , 及颗粒尺寸分布的对数标准偏差范围 0.25 至 0.45。优选这种新的吸水剂包含链转移剂, 还优选这种新的吸水剂包含磷化合物。

此外, 包含液体渗透性能改进剂的本发明吸水剂优选对表面交联的吸水树脂颗粒每 1%重量的液体渗透性能改进剂, 增加的速率 (SFC 的增加速率, 下面称 IRS) 为 3.5 倍或更高, 对 0.69%重量的氯化钠溶液的 SFC。该 IRS 优选 4 倍或更高, 更优选 6 倍或更高, 且进一步优选 8 倍或更高。低于 3.5 倍的 IRS 是不优选的, 因为需要更多量的液体渗透性能改进剂 (如无机微粒或其类似物) 以达到高的液体渗透性能。

10 在本发明中, 按重量计, 15%的水溶性含量将导致不能达到本发明的效果。此外, 15%的水溶性含量可能导致使用该吸水剂的吸水材料的较低的性能。

#### (6) 吸水剂的应用

15 本发明的吸水剂优选用于卫生/保健材料如纸尿裤、卫生巾、尿失禁垫、医用垫、及其类似物中。例如所述吸水材料是通过包含所述吸水剂和纤维材料的薄片或其类似物而制备的。所述吸水材料包含根据本发明的吸水剂, 该吸水剂在其中的浓度按重量计, 高达 10%或更高, 优选 20%或更高。所述吸水材料优选这样安排使用: 吸水材料夹在液体可渗透的上薄片和液体不可渗透的下薄片之间。所述吸水材料可以是多层 (两层或更多层)。

20 此外, 所述吸水材料可以与纸浆层或其类似物组合使用。

根据本发明的吸水剂的使用给卫生/保健材料提供了优良的对水溶液的扩散性能, 其是因为所述表面交联吸水树脂中的液体渗透性能改进剂的加入。此外, 因为在吸水树脂表面交联前该吸水树脂的凝胶层溶胀压力很好, 根据本发明的吸水剂在卫生/保健材料中的使用使得在其溶胀后很难出现凝胶结块。因此, 如果纸尿裤或其类似物的吸水材料包含高含量的本发明的吸水剂, 该吸水材料可以吸收尿或体液两次以上, 因为作用在吸水材料的尿或体液可以扩散到吸水材料中, 其给尿或体液提供了吸收室。此外, 通过交联吸水树脂 (吸水树脂颗粒) 而制得的吸水树脂具有优良的 IRS, 根据加入的液体渗透性能改进剂的量。因此, 可以加入较少量的液

体渗透性能改进剂达到所期望的液体渗透性能。按照这样设计安排，可以在生产线中防止发泡、堵塞排气管口和减少无机微粒或其类似物的量。因此，可以提供具有高的液体渗透性能和优良安全性的吸水树脂。

下面将参考实施例和对比例更详细地解释本发明，但本发明并不受到这里描述的实施例的限制。吸水树脂的性质、吸水树脂颗粒及吸水剂由下面的方法测量。下面的测量在室温（23℃±2℃）和50RH%的湿度下进行，除非另外说明。而且，在下面的测量方法中，吸水剂被用作实例，但相同的测量方法用于吸水树脂和吸水树脂颗粒。

注意，在吸水剂用于最终产品如卫生/保健材料的情况下，该吸水剂吸收水分。因此，在从最终产品中分离的吸水剂在减压和低温（如，在低于1mmHg的减压和60℃的低温下干燥12小时）下被干燥后进行该测量。注意，本发明的实施例和对比例中使用的吸水剂的湿含量比低于6wt%。

#### (1) 对0.9wt%盐水的吸收能力（CRCs）

这里对0.9wt%盐水的吸收能力（CRCs）为在样品没有被施加压力地浸入在0.9wt%盐水中30分钟后测量的吸收能力。在本发明中，对0.9wt%盐水的吸收能力（CRCs）与无压下的吸水能力具有相同的含义。

首先，0.20g的吸水树脂或吸水剂被均匀地放进由无纺布（商标名：Heatron Paper，类型：GSP-22由Nangoku pulp Kogyo有限公司生产）做成的袋子（85mm×60mm）中，该袋子密封后，在室温下被浸入过量（通常约500ml）的0.9wt%的盐水中（假设测量吸水树脂的CRCs，所用的吸水树脂被筛分为300μm至500μm之间，如果样品不包含在上述颗粒尺寸范围内的吸水树脂，待测量的该样品不筛分），30分钟后从0.9wt%的盐水中取出该袋子，且用离心分离机（离心分离机：型号H-122，由KOKUSAN公司生产）在离心力（250G）下离心3分钟，该离心力描述于“edana吸收性能II 441.1-99”中。然后，测量该袋子的重量W1（g）。另外，用含有非吸水树脂或非吸水剂的带子进行同样的过程，并测量其重量W0（g）。然后，使用W1和W0通过下面等式计算对0.9wt%的盐水的吸收能力（CRCs）（g/g）。

对0.9wt%盐水的吸收能力(g/g)=(W1(g)-W0(g))/(吸水剂的重量(g))-1

## (2) 对去离子水的吸水能力 (CRCdw)

这里对去离子水的吸水能力 (CRCdw) 是通过将样品浸入去离子水中 30 分钟, 而不在其上加压, 测量的吸收能力。注意到, 25°C 时去离子水的电导率在  $1.0 \mu\text{S}/\text{cm}$  和  $2.0 \mu\text{S}/\text{cm}$  之间。

吸水剂 0.050g 被均匀地放进由无纺布 (为与测量对 0.9wt% 盐水的吸收能力 (CRCs) 所用的相同类型的袋子) 做成的袋子 (85mm × 60mm) 中, 该袋子密封后, 在室温下被浸入过量 (通常约 500ml) 的去离子水中, 30 分钟后从去离子水中取出该袋子, 且用离心机 (离心机: 型号 H-122, 由 KOKUSAN 公司生产) 在离心力 (250G) 下离心 3 分钟, 该离心力描述于 “edana 吸收性能 II 441.1-99” 中。然后, 测量该袋子的重量  $W_2$  (g)。另外, 用含有非吸水剂的袋子进行同样的过程, 并测量其重量  $W_0$  (g)。然后, 使用  $W_2$  和  $W_0$  通过下面等式计算对去离子水的吸收能力 (g/g)。

$$\text{对去离子水的吸收能力} = (W_2(\text{g}) - W_0(\text{g})) / (\text{吸水剂的重量}(\text{g})) - 1$$

## 15 (3) 对 0.9wt% 盐水的抗压吸收能力 (AAPs)

这里的对 0.9wt% 盐水的抗压吸收能力 (AAPs) 是通过将样品浸入 0.9wt% 盐水中 60 分钟, 在其上施加 4.83kPa 压力, 测量的吸收性能。下面说明测量对 0.9wt% 盐水的抗压吸收能力 (AAPs) 的装置和方法。

400 目不锈钢网 101 (筛径:  $38 \mu\text{m}$ ) 被溶合到塑性支撑圆筒 100 的底部, 塑性支撑圆筒 100 的内径为 60mm。在室温 (20°C 至 25°C) 和 50RH% 的湿度下, 0.90g 的吸水剂组合物被均匀分散在该网上。活塞 103 和负载 104 被按照此顺序安放到吸水剂上。提供的活塞 103 和负载 104 (i) 可以被调整以均匀地给吸水剂施加 4.83kPa (0.7psi) 的压力, (ii) 这些外径略低于 60mm, 以使其和所述支撑圆筒之间没有缝隙, 及 (iii) 可以光滑地上下移动。测量此测量装置的重量  $W_a$  (g)。

直径为 90mm 的玻璃过滤器 106 (由 SOGO RIKAGAKUGARASU SEISAKUSHO 生产, 孔径:  $100 \mu\text{m}$  至  $120 \mu\text{m}$ ) 放置在直径为 150mm 的皮氏培养皿 105 内, 且 0.90wt% 盐水 108 (20°C 至 25°C) 被倒入皮氏培养皿 105A 内, 直

到 0.90wt% 盐水 108 达到与该玻璃过滤器的上表面相同的液位高度。在该玻璃过滤器上放置一张滤纸 107，使滤纸 107 的整个表面变湿。这里使用的滤纸直径位 90mm（产品名：（JIS P 3801, No. 2），由 Advantec Toyo Kaisha 有限公司生产，厚度为 0.26mm，且可以保留的颗粒直径为 5 μm）。

5 然后，取出过量的盐水。

上面的测量装置安装在上面的湿滤纸上，且该液体在载荷下被吸收。此外，当该吸水剂溶胀时，通过加入所需的 0.90wt% 盐水，0.90wt% 盐水的液面保持与玻璃过滤器 106 的上表面相同的液位高度。1 小时后，移去该测量装置，且测量其重量  $W_b$  (g)。然后使用  $W_a$  和  $W_b$  通过下面的等式计算对 0.90wt% 盐水的抗压吸收能力 (g/g)。

对 0.90wt% 盐水的抗压吸收能力 (g/g) =  $(W_b(g) - W_a(g)) / (0.90g)$

(4) 对去离子水的抗压吸收能力 (AAP<sub>dw</sub>)

15 这里的对去离子水的抗压吸收能力 (AAPs) 是通过将样品浸入去离子水中 60 分钟，在其上施加 4.83kPa 压力，测量的吸收性能。

AAP<sub>dw</sub> 通过进行与 (3) 相同的过程 (对 0.90wt% 盐水的抗压吸收能力 (AAPs)) 而得到，除了代替使用 0.9% 盐水，用去离子水作吸收液体。

(5) 重均直径 (D<sub>50</sub>) 和颗粒尺寸分布对数标准偏差 ( $\sigma \zeta$ )

20 吸水剂用 JIS 标准筛进行分类，筛孔尺寸为 850 μm、710 μm、600 μm、500 μm、425 μm、300 μm、212 μm、150 μm、45 μm 等。然后，剩余百分比 R 绘图到对数概率纸上。这样，与 R = 50% 对应的颗粒直径被认为是重均直径 (D<sub>50</sub>)。此外，颗粒尺寸分布对数标准偏差 ( $\sigma \zeta$ ) 用下面的公式表达。 $\sigma \zeta$  值越小，颗粒尺寸分布越窄。

$$\sigma \zeta = 0.5 \times \ln (X_2/X_1),$$

25 (其中， $X_1$  是 R = 84.1% 的颗粒直径， $X_2$  是 R = 15.9% 的颗粒直径)。

测量重均直径 (D<sub>50</sub>) 和颗粒尺寸分布对数标准偏差  $\sigma \zeta$  的筛分如下进行。10.0g 吸水剂加入到 JIS 标准筛中 (THE IIDA TESTING SIEVE: 8cm

直径)筛孔尺寸是 850 $\mu\text{m}$ 、710 $\mu\text{m}$ 、600 $\mu\text{m}$ 、500 $\mu\text{m}$ 、425 $\mu\text{m}$ 、300 $\mu\text{m}$ 、212 $\mu\text{m}$ 、150 $\mu\text{m}$ 、45 $\mu\text{m}$  等,用筛振动器(IIDA SIEVE SHAKER, TYPE: ES-65, SER. No. 0501)在室温(20 $^{\circ}\text{C}$ 到 25 $^{\circ}\text{C}$ )和湿度 50RH%下振动 5 分钟。注意,对数标准偏差和颗粒直径的对数标准偏差或者颗粒尺寸分布的对数标准偏差有相同的意义。

#### (6) 0.69wt%盐水的盐水导流率 (SFC)

0.69wt%盐水的盐水导流率(SFC)是表示溶胀的吸水剂的液体渗透性能的值。SFC 值越大,液体渗透性能越大。

测试根据 PCT 国际专利申请号 509591/1997 中公开的盐水导流率 (SFC) 测试进行。

图 1 是用于测试的装置。首先,吸水剂(0.900g)均匀地铺在容器 40 中,并在 0.3psi (2.07kPa) 压力下用人工尿溶胀 60 分钟。接着,记录凝胶 44 的高度。然后,当加上 0.3psi (2.07kPa) 压力时,从恒定静压的罐 31 来的 0.69%盐水 33 流过这样溶胀了的凝胶层。此 SFC 测试在室温(20 $^{\circ}\text{C}$ 到 25 $^{\circ}\text{C}$ )下进行。作为时间的函数,用计算机和天平记录流过凝胶层的液体量,每 20 秒记录一次,共记录 10 分钟。流过溶胀了的凝胶 44 (主要是颗粒之间)的液体的流动速度  $F_s(T)$  以 g/s 为单位通过增加的重量(g)与增加的时间(s)相除来确定。 $T_s$  是获得静压和稳定流动速度的时间。通过仅仅使用  $T_s$  和在 10 分钟中获得的数据,  $F_s(T=0)$ , 即,通过凝胶层的液体的初始流动速度就可以计算。 $F_s(T=0)$  通过将  $F_s(T)$  对时间的最小方差方法得到的结果延长到  $T=0$  来计算。

对 0.69wt%盐水的盐水导流率(SFC)

$$= (F_s(T=0) \times L_0) / (\rho \times A \times \Delta P)$$

$$= (F_s(T=0) \times L_0) / 139506$$

其中  $F_s(T=0)$ : 由 g/s 表示的流动速度, ,

$L_0$ : 以 cm 表示的凝胶层高度, ,

$P$ : NaCl 溶液浓度(1.003g/cm<sup>3</sup>),

$A$ : 池 41 中凝胶层上表面的面积(28.27 cm<sup>2</sup>),

$\Delta P$ : 施加到凝胶层上的静压 ( $4920 \text{ dyne/cm}^2$ ),

SFC 值单位, : ( $10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ s g}^{-1}$ ).

图 1 中的装置安排如下。玻璃管 32 插入罐 31, 且玻璃管 32 的下端这样放置, 使容器 41 中 0.69% 盐水 33 的高度保持在池 41 中溶胀凝胶 44 底端以上 5cm。罐 31 中 0.69% 盐水 33 通过带旋塞的 L 形管 34 供应到池 41 中。在池 41 下面, 容器 48 用来收集通过池 41 的液体, 而且收集容器 48 放在平称上。池 41 的内部直径是 6cm, 且容器 40 的底部有 400 号不锈钢金属网 42 (网孔尺寸:  $38 \mu\text{m}$ )。活塞 46 在下部有孔 47, 且孔 47 要足够大以允许液体从这通过。在活塞 46 的底部, 具有高透过性的玻璃过滤器 45 用来覆盖孔 47, 这样吸水剂和溶胀凝胶就不会进入到孔 47 中。池 41 放置在支撑池的支架上, 且与池 41 接触的表面是不锈钢金属网 43, 它不能阻止液体透过。

这里用的人造尿 (1) 是 0.25g 二水合氯化钙、2.0g 氯化钾、0.50g 六水合氯化镁、2.0g 硫酸钠、0.85g 磷酸二氢铵、0.15g 磷酸氢二铵和 994.25g 去离子水的混合物。

#### (7) 毛细管吸入力 (CSF)

CSF 是表示吸水剂毛细管吸入力的指数。

本发明的 CSF 为吸收体的液体吸水容量, 在预定的时间内测量, 用 20cm 的负压梯度施加 0.06psi (0.41kPa) 的负荷在其上。下面参考图 2 说明测量 CSF 的装置和方法。

1. 管子 3 连接在直径为 60cm 的玻璃过滤器 1 的底部, 且管子 3 也连接在直径为 10cm 液体容器 4 的底部开口处。玻璃过滤器 1 有液体吸收表面, 其为多孔玻璃板 2 (玻璃过滤器颗粒 # 3, Buccaneer 型过滤器 TOP17G-3 (编号 1175-03) 由 SOGO RIKAGAKUGARASU SEISAKUSHO 生产)。玻璃过滤器 1 的多孔玻璃板 2 地平均孔尺寸范围为  $20 \mu\text{m}$  至  $30 \mu\text{m}$ 。即使液位高度的间隙为 60cm, 其毛细管力使抵抗于盖水柱的压力而将水保持在多孔玻璃板中成为可能, 从而阻止空气进入。玻璃过滤器 1 放在调节高度的支撑环 11 上, 0.9wt% 盐水 5 放入该装置中, 且液体容器 4 安装

在天平 6 上。检查该管子和玻璃过滤器 1 的多孔玻璃板 2 下部没有空气后，玻璃过滤器 1 被固定到架子 7 上，液体容器 4 中 0.9wt% 盐水 5 的液位比多孔玻璃板 2 的上表面高 20cm。

2. 0.44g 测量样品 8 (吸水剂) 被迅速且均匀地分散在多孔玻璃板 2 5 上 (在漏斗中的玻璃过滤器上)，且直径为 59mm 的载荷 9 (0.06psi (0.41kPa)) 在 30 分钟后放在测量样品 8 上，测量了测量样品 8 中吸收的 0.9wt% 盐水的值 (W20)。通过下面等式得到 CSF:

$$\text{当垂直距离为 20cm 时 CSF D1 (g/g) = 吸收量 (W20) (g) / 0.44 (g)}$$

#### (8) 可溶含量 (水溶性含量)

10 0.9wt% 盐水 184.3g 倒入带盖的 250ml 塑料容器中，且向其中加入吸水树脂或吸水剂 1.00g，所述盐水被搅拌器搅拌 16 小时。结果，该树脂中的可溶含量被萃取以制备萃取液。该萃取液通过滤纸 (产品名: (JIS P 3801, No. 2)，由 Advantec Toyo Kaisha, 有限公司生产，厚度 0.26mm 且可以保留直径 5 μm 的颗粒) 以得到滤液。50g 的该滤液作为测量溶液使用。

首先，该 0.90wt% 盐水通过使用 0.1N NaOH 水溶液滴定直到 pH 为 10，然后，该 0.90wt% 盐水通过使用 0.1N HCl 水溶液滴定直到 pH 为 2.7。这样，得到了控制参数 ([bNaOH] ml, [bHCl] ml)。

测量溶液用上面的方法滴定以得到滴定量 ([bNaOH] ml, [bHCl] ml)。

20 在吸水剂由已知量的丙烯酸及其钠盐组成的情况下，可以通过下面等式计算吸水树脂中可溶含量，该等式基于吸水剂的单体的平均分子量和上面得到的滴定量。在吸水剂由未知量的丙烯酸及其钠盐组成的情况下，吸水剂的单体的平均分子量通过使用由滴定得到的中和比来计算。

可溶含量 (wt%)

$$25 = 0.1 \times (\text{平均分子量}) \times 184.3 \times 100 \times ([\text{HCl}] - [\text{bHCl}]) / 1000 / 1.0 / 50.0$$

中和比 (mol%)

$$= (1 - ([\text{NaOH}] - [\text{bNaOH}]) / ([\text{HCl}] - [\text{bHCl}])) \times 100$$

### (9) 吸水体的评价方法

使用本发明吸水剂的吸水体通过下面方法来评价。

参考日本专利公开 10-265582 (相应的美国专利 6110992) 中公开的方法, 制备了夹在液体可渗透上薄片和液体不可渗透下薄片之间的吸水体。本发明的吸水剂在该吸水体中的重量超过 50%。通过吸收被稀释 3 倍的成人尿液进行吸水体的评价。在 4 点方面如吸收量、液体吸收率、已吸收的吸水体的抗压干燥和 16 小时前溶胀的凝胶的稳定性, 1 至 5 等级进行吸水体的评价。1 至 5 等级的标准如下:

- 5: 很好
- 10 4: 好
- 3: 一般
- 2: 差
- 1: 很差

上面 4 点分数的总和为综合评价分数, 其表示每个吸水剂的性质。评价分数越高, 吸水体越优良。

### (10) 凝胶溶胀压力 (SPGL)

通过使用测量装置 (Accuforce Cadnet Force Gage X5931 C (数字压力表), 由 AMETEK 生产) 的下述方法进行测量。被筛分为直径范围在 300  $\mu\text{m}$  至 500  $\mu\text{m}$  之间的吸水树脂 (a) 加入到在费希尔光电计 (FISHER ELECTRO-PHOTOMETER) 中使用的池 (b) 中, 且上面提到的人工尿 (1) (c), 其温度被调整到 25 $^{\circ}\text{C}$ , 被倒入池 (b) 中 (对尺寸超出前面所述颗粒尺寸范围的吸水树脂颗粒, 不需要对样品进行筛分进行测量)。立即将由聚乙烯制备的盖子 (d) 放在该人工尿的表面上, 以使该盖子将漂浮在池 (b) 中的该人工尿中。通过使用升高/降低控制杆和控制钮, 具有直径为 20cm 圆盘的负荷/测量支撑杆 (e) 被调整为与盖子 (d) 接触。接着, 另加入 10g 人工尿 (c)。在所述吸水树脂的凝胶层溶胀到盖子 (d) 后, 进行 30 分钟测量。在上面的 30 分钟测量中的最大值用于计算 SPGL。用下面等式计算 SPGL (A):

SPGL (A) [kdyne/cm<sup>2</sup>]

=压力表的测量值 [g] × 981 [cm · s<sup>-2</sup>] / 3.14 [cm<sup>2</sup>] / 1000

这里，SPGL (A) 值为通过自单位尿面积的力测量值（负荷 [g]）的上面等式的变换的值。如图 5 所示 SPGL (A) 值主要地随着在测量中使用的样品对 0.9wt% 盐水的吸收能力（CRCs）而变化。因此，对具有不同 CRCs 值的吸水树脂，使用 SPGL (A) 值很难判断那个吸水树脂较高或较低。通过使用 CRCs 和 SPGL (A) 的关联式（近似等式），其由图 5 试验得到，对具有相同 CRCs（图 5 中的数据为吸水树脂的测量值，所述吸水树脂是通过与对比例 14（将在后面说明）相同的聚合方法得到的，其中所述聚合在单体浓度 39wt%、中和比 71.3wt% 和范围自 0.02 至 0.20 的各种含量交联剂下进行的，（表 16））、SPGL (B) 的 CRCs 样品得到 SPGL 的对比值。所述 SPGL (B) 为当 CRCs = 40 [g/g] 时的变换值，其用下面等式计算：

SPGL (B) [kdyne/ cm<sup>2</sup>]

= 201.35 × e([ln(SPGL (A) / 201.35)] / CRCs × 40)

这里 ln(SPGL (A) / 201.35) 表示 (SPGL (A) / 201.35) 的自然对数。

在下面的实施例中，SPGL 值为 SPGL (B)，其为当 CRCs = 40 [g/g] 时的变换值。

#### (11) 每 1wt% 液体渗透性能改进剂的 SFC (IRS) 增长率

测量 SFC (A) 和 SFC (B) 以通过使用下式计算 IRS。注意，SFC (A) 为表面交联吸水树脂颗粒的 SFC，所述吸水树脂颗粒中还没有加入液体渗透性能改进剂。此外，SFC (B) 为加入液体渗透性能改进剂的吸水剂的 SFC：

每 1wt% 液体渗透性能改进剂的 SFC (IRS) 增长率

= (SFC (B) - SFC (A)) / (SFC (A) / (使用的液体渗透性能改进剂的 wt%))

注意，在液体渗透性能改进剂以水溶液的形式加入的情况下，这里所述的 (使用的液体渗透性能改进剂的 wt%) 基于在水溶液中溶解的化合物（如多价金属化合物）的重量来计算。

#### (12) 水合聚合物中固体含量浓度的测量

自聚合釜中取出的较少部分的水合聚合物被切断、且迅速冷却、且然后用剪刀剪碎。5g 的这样制备的剪碎的水合聚合物放在内径 50mm 的皮氏培养皿上，该水合聚合物在固定式干燥器中在 180℃ 下干燥 12 小时。这样，该水合聚合物只能够的固体含量就计算出了。

5 固体含量 (wt%) =

$$\text{干燥水合聚合物重量 (g)} / \text{未干燥水合聚合物重量 (g)} \times 100$$

### (13) 浓缩比的计算

比 (浓缩比) 为通过聚合生成的水合聚合物中含量对单体水溶液中固含量的比，该单体水溶液中固含量为单体和其它添加剂，且不包括水或溶剂。如果单体水溶液中的固含量为 40wt% 且其生成的水合聚合物中固含量为 48wt%，该浓缩比 =  $48/40 = 1.20$ 。

### (a) 聚合和表面处理

#### [实施例 1]

15 在由盖子和置于壳内并装配有两个叶片的双臂型不锈钢搅拌机组成的反应釜 (容积为 10 升) 中，反应液体通过将 11.9g (0.1mol%) 聚乙二醇二丙烯酸酯和 3.65g 磷酸氢二钠五水合物溶解于 5432g 丙烯酸钠水溶液 (丙烯酸钠水溶液) 中得到制备。该水溶液单体浓度为 39wt% 并且中和比为 71mol%。接着，将该反应液体在氮气环境中排气 30 分钟，然后，将 29.36g  
20 10wt% 的过硫酸钠水溶液 和 24.47g 0.1wt% 抗坏血酸水溶液在搅拌下加入到该反应液体中。约 1 分钟后聚合开始。聚合在 20℃ 至 95℃ 温度范围内进行，同时通过聚合产生破碎的凝胶。聚合开始 30 分钟后，将水凝胶交联聚合物从反应釜中除去。

25 这样得到的水凝胶交联聚合物为小块形状 (形态)，直径小于或等于约 5mm。将水凝胶交联聚合物的小块铺 (分散) 在 50 目金属网上 (筛径: 300 μm)，且用 180℃ 的热空气干燥 50 分钟。将得到的吸水树脂用碾压机碾碎 (研磨成粉) 并用筛径 600 μm 和 150 μm 的 JIS 标准筛筛分，

从而调节吸水树脂的颗粒尺寸分布。这样，吸水树脂(D1)得到制备。得到的吸水树脂(D1)的CRCs为35.2g/g。将所述水凝胶交联聚合物100g与包含1.0g乙二醇和2.5g去离子水的水溶液混合，通过将混合物在210℃下保持20分钟来对该混合物进行热处理，随后，将所述混合物被冷却到60℃。接着，将所述混合物穿过筛径600μm的JIS标准筛，以得到吸水树脂颗粒(E1)。将由此得到的吸水树脂颗粒(E1)作为吸水剂(1)。

### [实施例 2]

除了不使用在实施例1中所述反应液体之外，聚合和干燥按照与实施例1中所述相同的方式进行，该实施例中反应液体通过将11.9g(0.1mol%)聚乙二醇二丙烯酸酯和18.23g磷酸氢二钠五水合物溶解于5416g中和比为71mol%的丙烯酸钠水溶液(单体浓度为39wt%)中进行制备。将得到的吸水树脂用碾压机研磨成粉并用筛径710μm和150μm的JIS标准筛筛分，从而调节吸水树脂的颗粒尺寸分布。这样，吸水树脂(D2)得到制备。所得吸水树脂(D2)的CRCs为39.4g/g。将100g吸水树脂(D2)与包含0.5g 2-噁唑烷酮、0.5g丙二醇和3.0g去离子水的水溶液混合，通过将该混合物在200℃下保持30分钟来对该混合物进行热处理，随后，将所述混合物冷却到60℃。接着，将所述混合物穿过筛径710μm的JIS标准筛，以得到吸水树脂颗粒(E2)。将由此得到的吸水树脂颗粒(E2)作为吸水剂(2)。

### 20 [实施例 3]

除了不使用实施例1中所述的反应液体之外，聚合和干燥按照与实施例1中所述相同的方式进行，该实施例中反应液体通过将11.9g(0.1mol%)聚乙二醇二丙烯酸酯和2.19g磷酸氢二钠五水合物溶解于5426g中和比为71mol%的丙烯酸钠水溶液(单体浓度为39wt%)中得到制备。将得到的吸水树脂用碾压机研磨成粉并用筛径850μm和150μm的JIS标准筛筛分，从而调节吸水树脂的颗粒尺寸分布。这样，吸水树脂(D3)得到制备。所得吸水树脂(D3)的CRCs为32.8g/g。将100g吸水树脂(D3)与包含1.0g 1,4-丁二醇和2.5g去离子水的水溶液混合，通过将该混合物在200

℃下保持 20 分钟来对该混合物进行热处理。随后，将所述混合物冷却到 60℃。接着，将所述混合物穿过筛径 850 μm 的 JIS 标准筛，以得到吸水树脂颗粒 (E3)。将由此得到的吸水树脂颗粒 (E3) 作为吸水剂 (3)。

#### [实施例 4]

- 5 将包含 1.5g14-18 水合硫酸铝(由 Asada 化工有限公司生产)和 1.6g 去离子水的水溶液与实施例 1 中得到的吸水树脂颗粒 (E1) 100g 完全地(均匀地)进行混合。将该混合物在 60℃下干燥 30 分钟，随后，将该混合物穿过筛径 600 μm 的 JIS 标准筛。由此得到的组合物作为吸水剂(4)。

#### [实施例 5]

- 10 将 2.0g20wt%的聚乙烯胺水溶液和 0.3g 气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与实施例 2 中得到的吸水树脂颗粒 (E2) 100g 完全地进行混合。将该混合物在 60℃下干燥 30 分钟，随后，将该混合物穿过筛径 710 μm 的 JIS 标准筛。将由此得到的组合物作为吸水剂 (5)。

#### 15 [实施例 6]

将 1.0g14-18 水合硫酸铝 (重均直径为约 150 μm) 与实施例 3 中得到的吸水树脂颗粒 (E3) 100g 完全进行混合。将由此得到的组合物作为吸水剂 (6)。

#### [对比例 1]

- 20 将实施例 3 中得到的吸水树脂 (D3) 作为对比吸水剂 (1)。

#### [对比例 2]

- 25 除反应液体之外，聚合按照与实施例 1 中所述相同的方式进行，其中反应液体通过将 4.02g (0.035mol%) 聚乙二醇二丙烯酸酯溶解于 5444g 中和比为 75mol% 的丙烯酸钠水溶液 (单体浓度为 38wt%) 中得到制备。将得到的吸水树脂用碾压机研磨成粉并用筛径 710 μm 和 150 μm 的 JIS 标准筛筛分，从而调节吸水树脂的颗粒尺寸分布。这样，对比吸水树脂 (2) 得

到制备。所得吸水树脂(2)的CRCs为44.0g/g。将100g吸水树脂(2)与包含0.5g 2-噁唑烷酮、0.5g 丙二醇和3.0g 去离子水的水溶液混合,通过将该混合物在200℃下保持30分钟来对该混合物进行热处理。随后,将所述混合物冷却到60℃,接着,所述混合物穿过筛径710 μm的JIS标准筛,以得到对比吸水树脂颗粒(2)。将得到的对比吸水树脂颗粒(2)作为对比吸水剂(2)。

### [对比例 3]

在由盖子和置于壳内并装配有两个叶片的双臂型不锈钢搅拌机组成的反应釜(容积为10升)中,反应液体通过将5.74g(0.06mol%)聚乙二醇二丙烯酸酯和10.6g磷酸氢二钠2.5水合物溶解于5367g中和比为75mol%丙烯酸钠水溶液(33wt%单体浓度)中得到制备。将该反应液体在氮气环境中排气30分钟,然后,将12g 20wt%的过硫酸钠水溶液和10g 1wt%抗坏血酸水溶液在搅拌下加入到该反应液体中。接着聚合开始。聚合在20℃至95℃温度范围内进行,同时通过聚合产生破碎的凝胶。聚合开始60分钟后,得到水凝胶交联聚合物。

将得到的水凝胶交联聚合物进行粉碎,以使其直径小于或等于约5mm。将如此粉碎的水凝胶交联聚合物铺在50目金属网上(筛径:300 μm),并且用160℃的热空气干燥60分钟。将得到的吸水树脂用振动碾磨机碾碎并筛分,从而调节吸水树脂的颗粒尺寸分布。这样,对比吸水树脂(3)得到制备,其直径为75 μm至850 μm。所得对比吸水树脂(3)的CRCs为51.0g/g。将100g对比吸水树脂(3)与包含0.05g乙二醇缩水甘油醚、3.0g去离子水和0.75g异丙醇的水溶液混合,通过将该混合物在210℃下保持50分钟来对该混合物进行热处理,以得到对比吸水树脂颗粒(3)。将得到的对比吸水树脂颗粒(3)作为对比吸水剂(3)。

### 25 [对比例 4]

使用与实施例3中所述相同的反应液体进行聚合和干燥。将得到的吸水树脂用锤式粉碎机研磨成粉并用筛径850 μm和150 μm的JIS标准筛筛分,并且不对吸水树脂的颗粒尺寸分布进行特别地调节。这样,对比吸水

树脂(4)得到制备。所得对比吸水树脂(4)的CRCs为32.7g/g。将100g对比吸水树脂(4)与包含1.0g 1,4-丁二醇和2.5g去离子水的水溶液混合,通过将该混合物在200℃下保持20分钟来对该混合物进行热处理。随后,将所述混合物冷却到60℃,接着,将所述混合物穿过筛径850 μm的JIS标准筛以得到对比吸水树脂颗粒(4)。将得到的对比吸水树脂颗粒(4)作为对比吸水剂(4)。

#### [对比例 5]

将0.3g气相二氧化硅(Reolosil) QS-20(亲水无定形二氧化硅,由德山(TOKUYAMA)生产)与100g对比例1中得到的对比吸水剂(1)完全混合。将得到的组分作为对比吸水剂(5)。

#### [对比例 6]

将1.0g 14-18水合硫酸铝(重均直径为约150 μm)与100g对比例2中得到的对比吸水剂(2)完全混合,将得到的组分作为对比吸水剂(6)。

#### [对比例 7]

将1.0g 6水合硫酸铝(重均直径为约150 μm)与100g对比例3得到的对比吸水剂(3)完全混合,将得到的组分作为对比吸水剂(7)。

表1表示在实施例1至6中得到的吸水剂(1)至(6)和对比例1至7中得到的对比吸水剂(1)至(7)的性质(直径大于或等于(不小于)150 μm但小于850 μm的颗粒比率、 $\sigma\zeta$ 、CRCs、AAPs、SFC、CRCdw和化学交联指数),表2和3表示颗粒尺寸分布。

[表 1]

实施例号	吸水剂或 对比吸水剂	直径不小于 150 $\mu\text{m}$ 但 小于 850 $\mu\text{m}$ 颗粒比率		$\sigma$ $\zeta$	CRCs (g/g)	AAPs (g/g)	SFC ( $10^{-7}\text{cm}^3\text{sg}^{-1}$ )	CRCdw (g/g)	化学交 联指数
实施例 1	吸水剂 1	96.2	0.37	31.4	26.1	35	170.1	184.6	
实施例 2	吸水剂 2	95.3	0.38	34.3	24.1	7	198.2	173.1	
实施例 3	吸水剂 3	97.5	0.40	29.3	25.2	51	166.1	176.4	
实施例 4	吸水剂 4	96.2	0.37	30.8	24.9	115	169.0	182.2	
实施例 5	吸水剂 5	95.3	0.38	34.5	22.1	29	197.0	175.1	
实施例 6	吸水剂 6	97.5	0.40	29.3	24.2	160	165.0	177.6	
对比例 1	对比吸水剂 1	97.2	0.41	32.8	9.0	0	195.9	167.4	
对比例 2	对比吸水剂 2	95.2	0.38	34.0	24.1	3	259.9	130.8	
对比例 3	对比吸水剂 3	94.4	0.45	39.0	26.0	0	241.8	161.3	
对比例 4	对比吸水剂 4	89.0	0.60	29.3	22.8	18	168.4	174.0	
对比例 5	对比吸水剂 5	97.1	0.41	32.9	13.0	0	194.0	169.6	
对比例 6	对比吸水剂 6	95.1	0.38	34.2	23.2	12	257.0	133.1	
对比例 7	对比吸水剂 7	94.3	0.45	39.1	25.1	0	239.0	163.6	

[表 2]

实施例号	1	2	3	4	5	6
吸水剂	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)
大于或等于 850 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
850-710 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	0.0	2.9	0.0	0.0	2.8
710-600 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	6.6	28.1	0.0	6.5	28.2
600-500 $\mu\text{m}$ (wt%)	3.1	8.7	17.2	3.0	8.8	17.1
500-425 $\mu\text{m}$ (wt%)	16.9	18.2	13.5	17	18.2	13.8
425-300 $\mu\text{m}$ (wt%)	35.5	37.5	20.5	35.6	37.5	20.5
300-212 $\mu\text{m}$ (wt%)	27.5	17	10.9	27.4	16.9	10.8
212-150 $\mu\text{m}$ (wt%)	13.2	7.3	4.4	13.2	7.4	4.3
150-45 $\mu\text{m}$ (wt%)	3.7	4.6	2.4	3.7	4.6	2.3
小于或等于 45 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2
总重 (wt%)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
D50 (wt%)	315	365	488	315	365	489
850-150 $\mu\text{m}$ (wt%)	96.2	95.3	97.5	96.2	95.3	97.5
$\sigma \zeta$	0.37	0.38	0.40	0.37	0.38	0.40

“大于或等于 A  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后保留在筛径为 A 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

5 “小于或等于 B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 B 的筛子的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“A  $\mu\text{m}$  - B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 A 的筛子且保留在筛径为 B 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

[表 3]

对比例号	1	2	3	4	5	6	7
对比吸水剂	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)
大于或等于 850 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
850-710 $\mu\text{m}$ (wt%)	2.7	0.0	1.2	2.1	2.6	0.0	1.1
710-600 $\mu\text{m}$ (wt%)	27.8	6.1	15.1	21.0	27.9	6	14.9
600-500 $\mu\text{m}$ (wt%)	17.3	8.6	20.1	16.0	17.4	8.6	20.2
500-425 $\mu\text{m}$ (wt%)	13.6	18.3	18.8	12.0	13.7	18.2	18.9
425-300 $\mu\text{m}$ (wt%)	20.3	37.4	19.5	18.0	20	37.5	19.4
300-212 $\mu\text{m}$ (wt%)	11	17.4	14.5	12.0	11.1	17.3	14.6
212-150 $\mu\text{m}$ (wt%)	4.5	7.4	5.2	7.9	4.4	7.5	5.2
150-45 $\mu\text{m}$ (wt%)	2.6	4.7	5.3	10.0	2.7	4.8	5.4
小于或等于 45 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.2	0.1	0.3	1.0	0.2	0.1	0.3
总重 (wt%)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
D50 (wt%)	487	363	444	431	488	363	444
850-150 $\mu\text{m}$ (wt%)	97.2	95.2	94.4	89.0	97.1	95.1	94.3
$\sigma \zeta$	0.41	0.38	0.45	0.60	0.41	0.38	0.45

“大于或等于 A  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后保留在筛径为 A 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“小于或等于 B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 B 的筛子的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“A  $\mu\text{m}$  - B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 A 的筛子且保留在筛径为 B 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

10 从表 1 可以明显看出,本发明的实施例中得到的每种吸水剂都具有优良

的化学交联指数，并且还具有优良的 APPs 和 SFC。相反，对比吸水剂（1）和（5）没有足够的 APPs，对比吸水剂（2）和（6）没有足够的化学交联指数。因为对比吸水剂（3）和（7）的 CRCs 太高，它们没有足够的液体渗透性能和扩散性能。因为对比吸水剂（4）的颗粒尺寸分布没有进行调节，它的 AAPs 和 SFC 低。因此，对比吸水剂（4）不具有足够的性能。另外，对比吸水剂（4）含有很多的细粉，并且为很难使用的细颗粒。

表 4 表示了使用吸水剂（1）至（6）和对比吸水剂（1）至（7）的吸水体的评价结果。

表 4

实施例号	吸水剂或对比吸水剂	A	B	C	D	综合评价
实施例 1	吸水剂(1)	4	3	4	4	15
实施例 2	吸水剂(2)	5	2	3	4	14
实施例 3	吸水剂(3)	4	3	3	4	14
实施例 4	吸水剂(4)	4	4	3	4	15
实施例 5	吸水剂(5)	5	3	2	4	14
实施例 6	吸水剂(6)	4	5	3	4	16
对比例 1	对比吸水剂(1)	4	1	1	3	9
对比例 2	对比吸水剂(2)	5	2	3	2	12
对比例 3	对比吸水剂(3)	5	1	3	3	12
对比例 4	对比吸水剂(4)	4	2	2	4	12
对比例 5	对比吸水剂(5)	4	1	1	3	9
对比例 6	对比吸水剂(6)	5	2	2	2	11
对比例 7	对比吸水剂(7)	5	1	3	3	12

10

A: 吸收量, B: 液体吸收率, C: 已吸水的吸水体的抗压干燥, D: 5 级评价前溶胀 16 小时的凝胶的稳定性。

5 级评价: 5: 很好, 4: 好, 3: 一般, 2: 差, 1: 很差

综合评价 = A+B+C+D

从表 4 可以明显看出, 每种使用本发明的实施例得到的吸水剂的吸水体, 与使用对比吸水剂的吸水体相比, 都具有优良的性能。

## 5 [实施例 7]

除反应液体之外, 聚合和干燥按照与实施例 1 中所述相同的方式进行, 该实施例中反应液体通过将 17.87g (0.15mol%) 聚乙二醇二丙烯酸酯和 2.19g 磷酸氢二钠五水合物溶解于 5426g 中和比为 71mol% 的丙烯酸钠水溶液 (单体浓度为 39wt%) 中得到制备。将得到的吸水树脂用碾压机研磨成粉  
10 并用筛径 600  $\mu\text{m}$  和 150  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛筛分, 从而调节吸水树脂的颗粒尺寸分布。这样, 吸水树脂 (D7) 得到制备。所得吸水树脂 (D7) 的 CRCs 为 31.2g/g。将 100g 吸水树脂 (D7) 与包含 0.4g 1,4-丁二醇、0.6g 丙二醇和 3.0g 去离子水的水溶液混合, 通过将该混合物在 200 $^{\circ}\text{C}$  下保持 30 分钟来对该混合物进行热处理。随后, 将所述混合物冷却到 60 $^{\circ}\text{C}$ , 接着, 将所述  
15 混合物穿过筛径 600  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛, 以得到吸水树脂颗粒 (E7)。将得到的吸水树脂颗粒 (E7) 用作吸水剂 (7)。

## [实施例 8]

除反应液体之外, 聚合和干燥按照与实施例 1 中所述相同的方式进行, 该实施例中的反应液体通过将 17.87g (0.15mol%) 聚乙二醇二丙烯酸酯和  
20 3.65g 磷酸氢二钠五水合物溶解于 5425g 中和比为 71mol% 的丙烯酸钠水溶液 (单体浓度为 39wt%) 中得到制备。将得到的吸水树脂用碾压机研磨成粉并用筛径 850  $\mu\text{m}$  和 150  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛筛分, 从而调节吸水树脂的颗粒尺寸分布。这样, 吸水树脂 (D8) 得到制备。所得吸水树脂 (D8) 的 CRCs 为 31.9g/g。将 100g 吸水树脂 (D8) 与包含 1.0g 1,3-丙二醇和 3.0g 去  
25 离子水的水溶液混合, 通过将该混合物在 190 $^{\circ}\text{C}$  下保持 30 分钟来对该混合物进行热处理。随后, 将所述混合物冷却到 60 $^{\circ}\text{C}$ , 接着, 将所述混合物穿过筛径 850  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛, 以得到吸水树脂颗粒 (E8)。将得到的吸水树脂颗粒 (E8) 用作吸水剂 (8)。

**[实施例 9]**

除反应液体之外，聚合和干燥按照与实施例 1 中所述相同的方式进行，该实施例中反应液体通过将 23.83g (0.20mol%) 聚乙二醇二丙烯酸酯和 2.19g 磷酸氢二钠五水合物溶解于 5426g 中和比为 71mol% 的丙烯酸钠水溶液（单体浓度为 39wt%）中得到制备。将得到的吸水树脂用碾压机研磨成粉并用筛径 710  $\mu\text{m}$  和 150  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛筛分，从而调节吸水树脂的颗粒尺寸分布。这样，吸水树脂 (D9) 得到制备。所得吸水树脂 (D9) 的 CRCs 为 27.4g/g。将 100g 吸水树脂 (D9) 与包含 1.0g 碳酸亚乙酯和 3.0g 去离子水的水溶液混合，通过将该混合物在 195 $^{\circ}\text{C}$  下保持 30 分钟来对该混合物进行热处理。随后，将所述混合物冷却到 60 $^{\circ}\text{C}$ ，接着，将所述混合物穿过筛径 710  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛以得到吸水树脂颗粒 (E9)。得到的吸水树脂颗粒 (E9) 用作吸水剂 (9)。

**[实施例 10]**

将吸水树脂颗粒 (E7) 100g 加热到 160 $^{\circ}\text{C}$ ，并与 1.6g 的 (钾) 明矾 (12 水合硫酸铝钾，重均直径 150  $\mu\text{m}$ ) 搅拌混合，将该混合物搅拌 10 分钟。这样，制得吸水剂 (10)。

**[实施例 11]**

将 100g 实施例 8 中得到的吸水树脂 (D8) 与包含 0.6g 丙二醇、1.0g 14-18 水合硫酸铝的水溶液混合。将该混合物在 190 $^{\circ}\text{C}$  下保持 30 分钟以进行热处理。随后，将所述混合物冷却到 60 $^{\circ}\text{C}$ ，接着，将所述混合物穿过筛径 850  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛以得到吸水树脂 (11)。

**[实施例 12]**

将 1.0g 的 14-18 水合硫酸铝 (重均直径为约 150  $\mu\text{m}$ ) 与 100g 实施例 9 中得到的吸水树脂颗粒 (E9) 完全混合。将 5g 去离子水均匀加入该混合物中。该混合物在 60 $^{\circ}\text{C}$  下干燥 30 分钟，随后，将所述混合物穿过筛径 710  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛。将得到的组合物作为吸水树脂 (12)。

**[对比例 8]**

将实施例 9 中得到的吸水树脂 (D9) 作为对比吸水剂 (8)。

#### [对比例 9]

除反应液体之外，聚合和干燥按照与实施例 1 中所述相同的方式进行，  
该实施例中反应液体通过将 11.91g (0.10mol%) 聚乙二醇二丙烯酸酯溶解于  
5 5434g 中和比为 71mol% 的丙烯酸钠水溶液 (单体浓度为 39wt%) 中得到制备。  
将得到的吸水树脂用碾压机研磨成粉并用筛径 600  $\mu\text{m}$  和 150  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准  
筛筛分，从而调节吸水树脂的颗粒尺寸分布。这样，对比吸水树脂 (9) 得  
到制备。将 100g 得到的对比吸水树脂 (9) 与包含 0.4g 1,4-丁二醇、0.6g  
丙二醇和 3.0g 去离子水的水溶液混合，通过将该混合物在 200 $^{\circ}\text{C}$  下保持 30  
10 分钟来对该混合物进行热处理。随后，将所述混合物冷却到 60 $^{\circ}\text{C}$ 。接着，  
将所述混合物穿过筛径 600  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛以得到对比吸水树脂颗粒 (9)。  
将得到的对比吸水树脂颗粒 (9) 用作对比吸水剂 (9)。

#### [对比例 10]

除反应液体之外，聚合和干燥按照与实施例 1 中所述相同的方式进行，  
15 该实施例中的反应液体通过将 7.74g (0.065mol%) 聚乙二醇二丙烯酸酯溶解  
于 5434g 中和比为 71mol% 的丙烯酸钠水溶液 (单体浓度为 39wt%) 中得到制  
备。将得到的吸水树脂用碾压机研磨成粉并用筛径 850  $\mu\text{m}$  和 150  $\mu\text{m}$  的 JIS  
标准筛筛分，从而调节吸水树脂的颗粒尺寸分布。这样，对比吸水树脂 (10)  
得到制备。所得对比吸水树脂 (10) 的 CRCs 为 35.2g/g。将 100g 得到的对  
20 比吸水树脂 (10) 与包含 0.4g 1,3-丙二醇和 3.0g 去离子水的水溶液混合，  
通过将该混合物在 190 $^{\circ}\text{C}$  下保持 30 分钟来对该混合物进行热处理。随后，  
将所述混合物冷却到 60 $^{\circ}\text{C}$ ，接着，使所述混合物穿过筛径 850  $\mu\text{m}$  的 JIS 标  
准筛以得到对比吸水树脂颗粒 (10)。将得到的对比吸水树脂颗粒 (10) 用  
作对比吸水剂 (10)。

#### 25 [对比例 11]

将 100g 对比吸水树脂颗粒 (8) 加热到 160 $^{\circ}\text{C}$ ，且与 1.6g 的 (钾) 明  
矾 (12 水合硫酸铝钾，重均直径 150  $\mu\text{m}$ ) 搅拌混合，该混合物搅拌 10 分钟。  
这样，吸水剂 (11) 得到制备。

**[对比例 12]**

将 100g 对比例 9 中得到的对比吸水树脂颗粒(9)与包含 0.6g 丙二醇、1.0g 的 14-18 水合硫酸铝和 1.5g 去离子水的水溶液混合。通过将该混合物在 190℃ 下保持 30 分钟来对其进行热处理, 随后, 将所述混合物冷却到 60℃。接着, 使所述混合物穿过筛径 600 μm 的 JIS 标准筛以得到对比吸水剂 (12)。

**[对比例 13]**

将 1.0g 14-18 水合硫酸铝 (重均直径为约 150 μm) 与对比例 10 中得到的对比吸水树脂颗粒 (10) 100g 完全混合。将 5g 去离子水均匀加入该混合物中。将该混合物在 60℃ 下干燥 30 分钟, 随后, 使所述混合物穿过筛径 850 μm 的 JIS 标准筛。得到的组合物作为对比吸水树脂 (13)。

表 5 表示在实施例 7 至 12 中得到的吸水剂 (7) 至 (12) 和对比例 8 至 13 中得到的对比吸水剂 (8) 至 (13) 的性质 (直径大于或等于 (不小于) 150 μm 但小于 850 μm 的颗粒比率、 $\sigma \zeta$ 、CRCs、AAPs、SFC、CRCdw 和化学交联指数), 表 6 和 7 表示颗粒尺寸分布。

表 6 和 7 表示了颗粒尺寸分布。

表 5

实施例号	吸水剂或 对比吸水剂	直径不小于 150 $\mu\text{m}$ 但小于 850 $\mu\text{m}$ 颗粒 比率	$\sigma \zeta$	CRCs (g/g)	AAPs (g/g)	SFC ( $10^{-7} \text{cm}^3 \text{sg}^{-1}$ )	AAPdw (g/g)	化学交 联指数
实施例 7	吸水剂(7)	96.4	0.36	26.1	24.4	88	90.0	116.1
实施例 8	吸水剂(8)	97.7	0.40	28.5	25.3	91	97.0	125.5
实施例 9	吸水剂(9)	95.8	0.36	24.6	24.0	171	100.0	124.6
实施例 10	吸水剂(10)	96.3	0.36	26.3	24.2	240	90.0	116.3
实施例 11	吸水剂(11)	97.8	0.40	28.6	23.1	178	94.0	122.6
实施例 12	吸水剂(12)	95.2	0.37	24.6	22.9	256	98.0	122.6
对比例 8	对比吸水剂(8)	95.7	0.36	27.4	16.3	5	29.7	57.1
对比例 9	对比吸水剂(9)	96.7	0.36	25.8	23.8	76	54.9	80.7
对比例 10	对比吸水剂(10)	97.3	0.41	28.4	25.1	50	58.1	86.5
对比例 11	对比吸水剂(11)	95.8	0.36	27.5	19.4	14	41.9	69.4
对比例 12	对比吸水剂(12)	96.5	0.36	24.9	21.9	123	53.0	77.9
对比例 13	对比吸水剂(13)	97.6	0.40	28.4	23.1	95	55.0	83.4

表 6

实施例号	7	8	9	10	11	12
吸水剂	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)	(12)
大于或等于 850 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
850-710 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	2.1	0.0	0.0	2.2	0.0
710-600 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	26.7	6.1	0.0	26.8	6.2
600-500 $\mu\text{m}$ (wt%)	2.7	16.5	8.1	2.5	16.6	8.0
500-425 $\mu\text{m}$ (wt%)	16.7	14.6	19.1	16.7	14.6	18.9
425-300 $\mu\text{m}$ (wt%)	36.0	22.1	38.2	36.1	22	37.5
300-212 $\mu\text{m}$ (wt%)	28.3	11.4	17.5	28.2	11.1	17.3
212-150 $\mu\text{m}$ (wt%)	12.7	4.3	6.8	12.8	4.5	7.3
150-45 $\mu\text{m}$ (wt%)	3.5	2.2	4.1	3.6	2.1	4.0
小于或等于 45 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
总重 (wt%)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
D50 (wt%)	315	475	366	314	476	364
850-150 $\mu\text{m}$ (wt%)	96.4	97.7	95.8	96.3	97.8	95.2
$\sigma\zeta$	0.36	0.40	0.36	0.36	0.40	0.37

“大于或等于 A  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后保留在筛径为 A 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“小于或等于 B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 B 的筛子的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“A  $\mu\text{m}$  - B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 A 的筛子且保留在筛径为 B 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

[表 7]

对比例号	8	9	10	11	12	13
对比吸水剂	(8)	(9)	(10)	(11)	(12)	(13)
大于或等于 850 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
850-710 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	0.0	3.1	0.0	0.0	3.2
710-600 $\mu\text{m}$ (wt%)	6.4	0.0	28.0	6.3	0.0	28.1
600-500 $\mu\text{m}$ (wt%)	8.2	2.9	17.0	8.2	2.8	17.1
500-425 $\mu\text{m}$ (wt%)	19.0	16.7	13.6	18.9	16.6	13.7
425-300 $\mu\text{m}$ (wt%)	38.3	36.2	20.2	38.2	36.3	20.4
300-212 $\mu\text{m}$ (wt%)	17.1	28.1	10.9	17.3	28.1	11.0
212-150 $\mu\text{m}$ (wt%)	6.7	12.8	4.5	6.9	12.7	4.1
150-45 $\mu\text{m}$ (wt%)	4.2	3.2	2.6	4.1	3.4	2.3
小于或等于 45 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
总重 (wt%)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
D50 (wt%)	367	316	489	366	315	491
850-150 $\mu\text{m}$ (wt%)	95.7	96.7	97.3	95.8	96.5	97.6
$\sigma \zeta$	0.36	0.36	0.41	0.36	0.36	0.40

“大于或等于 A  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后保留在筛径为 A 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“小于或等于 B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 B 的筛子的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“A  $\mu\text{m}$  - B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 A 的筛子且保留在筛径为 B 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

从表 5 可以明显看出,本发明的实施例中得到的每个吸水剂都具有优良的抗压化学交联指数,并且还具有良好的 APPs 和 SFC。相反,对比吸水剂 (8) 和 (11) 没有足够的 APPs。对比吸水剂 (8) 和 (13) 没有足够的抗压化学交联指数。

- 5 表 8 表示使用吸水剂 (7) 至 (12) 和对比吸水剂 (8) 至 (13) 的吸水体的评价结果。

表 8

实施例号	吸水剂或对比吸水剂	A	B	C	D	综合评价
实施例 7	吸水剂(7)	3	3	5	5	16
实施例 8	吸水剂(8)	3	3	5	5	16
实施例 9	吸水剂(9)	2	5	5	5	17
实施例 10	吸水剂(10)	3	5	5	5	18
实施例 11	吸水剂(11)	3	5	5	5	18
实施例 12	吸水剂(12)	2	5	5	5	17
对比例 8	对比吸水剂(8)	3	2	1	4	10
对比例 9	对比吸水剂(9)	3	3	2	4	12
对比例 10	对比吸水剂(10)	3	3	3	3	12
对比例 11	对比吸水剂(11)	3	2	1	4	10
对比例 12	对比吸水剂(12)	2	4	2	4	12
对比例 13	对比吸水剂(13)	3	3	3	3	12

- 10 A: 吸收量, B: 液体吸收率, C: 已吸水的吸水体的抗压干燥, D: 5 级评价前溶胀 16 小时的凝胶的稳定性。

5 级评价: 5: 很好, 4: 好, 3: 一般, 2: 差, 1: 很差

综合评价 = A+B+C+D

从表 8 明显地得出, 使用在本发明的实施例中得到的吸水剂的吸水体, 与使用对比吸水剂的吸水体相比, 具有优良的性能。

表 9 表示实施例 1 至 3 和 7 至 9 得到的吸水树脂(D1)至(D3)和(D7)至(D9)的CRCs和SPGL(B), 还表示对比例 2 至 4、9 和 10 中得到的对比吸水树脂(2)至(4)、(9)和(10)的CRCs和SPGL(B)。表 10 和 11 表示直径大于或等于 106  $\mu\text{m}$  且低于 850  $\mu\text{m}$  的颗粒比率、 $\delta\zeta$  和颗粒尺寸分布。

表 9

实施例号	吸水树脂	CRCs (g/g)	SPGL(B) (kdyne/cm <sup>2</sup> )
实施例 1	吸水树脂(D1)	35.2	43.3
实施例 2	吸水树脂(D2)	39.4	35.1
实施例 3	吸水树脂(3)	32.8	41.9
实施例 7	吸水树脂(7)	31.2	49.3
实施例 8	吸水树脂(8)	31.9	48.4
实施例 9	吸水树脂(9)	27.4	49.2
对比例 2	对比吸水树脂(2)	44.0	27.8
对比例 3	对比吸水树脂(3)	51.0	33.2
对比例 4	对比吸水树脂(4)	32.7	41.9
对比例 9	对比吸水树脂(9)	31.5	33.6
对比例 10	对比吸水树脂(10)	35.2	29.8

表 10

实施例号	1	2	3	7	8	9
吸水剂	(D1)	(D2)	(D3)	(D7)	(D8)	(D9)
大于或等于 850 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
850-710 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	0.0	2.7	0.0	2.7	0.0
710-600 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.0	6.5	27.8	0.0	27.7	6.4
600-500 $\mu\text{m}$ (wt%)	2.9	8.5	17.3	2.6	17.1	8.2
500-425 $\mu\text{m}$ (wt%)	16.7	18.1	13.6	16.7	13.4	19.0
425-300 $\mu\text{m}$ (wt%)	35.3	37.5	20.3	35.9	20.8	38.3
300-212 $\mu\text{m}$ (wt%)	27.9	17.2	11.0	28.6	11.2	17.1
212-150 $\mu\text{m}$ (wt%)	13.4	7.5	4.5	12.6	4.6	6.7
150-106 $\mu\text{m}$ (wt%)	2.5	3.1	1.6	2.3	1.5	2.8
106-45 $\mu\text{m}$ (wt%)	1.2	1.5	1.0	1.2	0.9	1.4
小于或等于 45 $\mu\text{m}$ (wt%)	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1
总重 (wt%)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
D50 (wt%)	313	364	487	314	473	367
850-150 $\mu\text{m}$ (wt%)	98.7	98.4	98.8	98.7	99.0	98.5
$\sigma \zeta$	0.37	0.38	0.41	0.36	0.40	0.36

“大于或等于 A  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后保留在筛径为 A 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“小于或等于 B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 B 的筛子的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“A  $\mu\text{m}$  - B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 A 的筛子且保留在筛径为 B 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

表 11

实施例号	2	3	4	9	10
对比吸水树脂	( 2 )	( 3 )	( 4 )	( 9 )	( 10 )
大于或等于 850 $\mu\text{m}$ ( wt% )	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
850-710 $\mu\text{m}$ ( wt% )	0.0	1.1	2.0	0.0	3.0
710-600 $\mu\text{m}$ ( wt% )	6.0	15.0	20.9	0.0	28
600-500 $\mu\text{m}$ ( wt% )	8.4	20.0	15.9	2.7	16.8
500-425 $\mu\text{m}$ ( wt% )	18.1	18.6	12	16.6	13.6
425-300 $\mu\text{m}$ ( wt% )	37.6	19.7	18.1	36.1	20.3
300-212 $\mu\text{m}$ ( wt% )	17.6	14.7	12.2	28.3	11.1
212-150 $\mu\text{m}$ ( wt% )	7.5	5.3	7.9	13.0	4.6
150-106 $\mu\text{m}$ ( wt% )	3.2	3.0	5.4	2.0	1.7
106-45 $\mu\text{m}$ ( wt% )	1.5	2.3	4.6	1.2	0.8
小于或等于 45 $\mu\text{m}$ ( wt% )	0.1	0.3	1.0	0.1	0.1
总重 ( wt% )	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
D50 ( wt% )	362	443	430	314	487
850-150 $\mu\text{m}$ ( wt% )	98.4	97.4	94.4	98.7	99.1
$\sigma \zeta$	0.38	0.43	0.60	0.36	0.41

“大于或等于 A  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后保留在筛径为 A 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“小于或等于 B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 B 的筛子的吸水树脂颗粒或吸水剂。

“A  $\mu\text{m}$  - B  $\mu\text{m}$ ”表示在筛分后穿过筛径为 A 的筛子且保留在筛径为 B 的筛子上的吸水树脂颗粒或吸水剂。

**[实施例 13]**

- 当溶液(A)在聚丙烯容器中通过电磁搅拌时,在开放系统中将溶液(B)一次倒入其中以混合溶液(A)和(B)。溶液(A)是173.0g丙烯酸、2.5g聚乙烯醇二丙烯酸酯(分子量523)和0.01g二亚乙基三胺五乙酸五钠盐的混合物。溶液(B)是138.6g的48.5wt%NaOH水溶液和温度调节到50℃的276.2g离子交换水的混合物。所述聚丙烯容器,覆了一层聚苯乙烯泡沫(绝热材料),内径为80mm,容积为1升。从而,单体水溶液(35wt%单体浓度,70mol%中和比)得到制备,其温度由于中和热和溶解热而上升到约100℃。进一步将9.6g的3wt%过硫酸钠水溶液加入到单体水溶液中并搅拌几秒钟。
- 5 紧接着,在开放系统中将如此搅拌的水溶液倒入一个不锈钢桶型容器中,容器表面用电热板(NEO 电热板, H1-1000, Iuchi Seieido 生产)加热到100℃,其中Teflon(注册商标)膜用于内表面,其底表面为250mm × 250mm。不锈钢桶型容器底表面为250mm × 250mm,上表面为640mm × 640mm,高度为50mm,中心剖面为梯形,且上表面是开放的。
- 10 单体水溶液倒入桶中后马上开始聚合。随着水蒸气产生和凝胶带着泡沫向各个方向膨胀,聚合持续进行。最后,凝胶收缩并且其尺寸比底表面稍大。膨胀和收缩在1分钟内结束。在聚合容器中放置4分钟后,将水合聚合物取出。将得到的水合聚合物用绞肉机粉碎(ROYAL 绞肉机, VR400K型, IIZUKA 生产),其切块直径9.5mm。这样,如此粉碎的水合聚合物得到制备。
- 15 将如此粉碎的水合聚合物铺在50目金属网上,且用180℃热空气干燥40分钟。将如此干燥的水合聚合物用碾压机研磨成粉,并用网孔尺寸600μm的JIS标准筛筛分。从而,不规则形状和研磨成粉的吸水树脂得到制备,其重均直径为323μm,且其对数标准偏差( $\sigma \zeta$ )为0.36。所得吸水树脂的CRCs为34.0g/g, SPGL为37.6kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性能示于表12和13中。
- 20 将按重量计100份的所得吸水树脂与混合由0.3份重量的1,4-丁二醇、0.6份重量的丙二醇、3份重量的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后,将混合物在195℃保持30分钟来对其进行热处理。然后,对如此处理的颗粒进行粉碎,以使它们通过网孔尺寸为600μm的JIS标准筛。从而,表面交联的吸水树脂得到制备。表12表示所得吸水剂(13)的性能。
- 25

**[实施例 14]**

除了使用 0.25mol% 的聚乙二醇二丙烯酸酯外，进行与实施例 13 中所述相同的操作，。从而，不规则形状和研磨成粉的吸水树脂得到制备，其重均直径为 328 $\mu\text{m}$ ，且其对数标准偏差 ( $\delta \zeta$ ) 为 0.36。所得吸水树脂的 CPCs 为 30.2g/g, 和 SPGL 为 41.4kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性质示于表 12 和 13 中。

**[实施例 14-1]**

在与实施例 13 中所述相同的条件下进行表面交联，得到表面交联的吸水树脂。表 12 表示了所得吸水剂 (14-1) 的性质。

**[实施例 14-2]**

10 将按重量计 100 份所得吸水树脂与混合由 0.3 份重量的 1,4-丁二醇、0.6 份重量的丙二醇、3 份重量的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后，将混合物在 195 $^{\circ}\text{C}$  保持 35 分钟来对其进行热处理。然后，对如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔尺寸为 600 $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛。从而，表面交联的吸水树脂得到制备。表 12 表示所得吸水剂 (14-2) 的性能。

**15 [实施例 15]**

当溶液 (A) 在聚丙烯容器中通过电磁搅拌时，在开放系统中将溶液 (B) 一次倒入其中以混合溶液 (A) 和 (B)。溶液 (A) 是 192.2g 丙烯酸、2.79g 聚乙烯醇二丙烯酸酯 (分子量 523) 和 0.01g 二亚乙基三胺五乙酸五钠盐的混合物。溶液 (B) 是 156.8 g 的 48.5wt%NaOH 水溶液和温度调节到 40 $^{\circ}\text{C}$  的 239.3g 离子交换水的混合物。所述聚丙烯容器，覆了一层聚苯乙烯泡沫 (绝热材料)，内径为 80mm，容积为 1 升。结果，单体水溶液 (39wt% 单体浓度，71.3mol% 中和比) 得到制备，其温度由于中和热和溶解热而上升到约 100 $^{\circ}\text{C}$ 。进一步将 8.89g 的 3wt% 过硫酸钠水溶液加入到单体水溶液中并搅拌几秒钟。紧接着，在开放系统中将如此搅拌的水溶液倒入一个不锈钢桶型容器 25 器中，容器表面用电热板 (NEO 电热板，H1-1000, Iuchi Seieido 生产) 加热到 100 $^{\circ}\text{C}$ ，其中 Teflon (注册商标) 膜用于内表面，其底表面为 250mm  $\times$  250mm。

单体水溶液倒入桶中后马上开始聚合。随着水蒸气产生和凝胶带着泡沫向各个方向膨胀，聚合持续进行。最后，凝胶收缩，其尺寸比底表面稍大。膨胀和收缩在1分钟内结束。在聚合容器中放置3分钟后，将水合聚合物取出。

- 5 将小片形的水合聚合物铺在50目金属网上，并用180℃热空气干燥40分钟。将如此干燥的水合聚合物用碾压机研磨成粉，并用网孔尺寸600μm的JIS标准筛筛分。从而，不规则形状和研磨成粉的吸水树脂得到制备，其重均直径为325μm，且其对数标准偏差( $\sigma \zeta$ )为0.35。所得吸水树脂的CRCs为31.4g/g，SPGL为40.1 kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性能示于表12和13中。
- 10 将按重量计100份的所得吸水树脂与混合由按重量计0.4份的碳酸亚乙酯、按重量计1份重量的丙二醇和按重量计3份的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后，将混合物在190℃保持35分钟来对其进行热处理。然后，对如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔尺寸为600μm的JIS标准筛。从而，表面交联的吸水树脂得到制备。表12表示所得吸水
- 15 剂(15)的性能。

#### [实施例 16]

- 当溶液(A)在聚丙烯容器中通过电磁搅拌时，在开放系统中将溶液(B)一次倒入其中以混合溶液(A)和(B)。溶液(A)是259.6g丙烯酸、2.26g聚乙烯醇二丙烯酸酯(分子量523)和0.01g二亚乙基三胺五乙酸五钠盐的混合物。溶液(B)是208.0g的48.5wt%NaOH水溶液和温度调节到25℃的223.0g离子交换水的混合物。所述聚丙烯容器，覆了一层聚苯乙烯泡沫(绝热材料)，内径为80mm，容积为1升。结果，单体水溶液(45wt%单体浓度，70mol%中和比)得到制备，其温度因为中和热和溶解热而上升到约100℃。此外，将7.2g的3wt%过硫酸钠水溶液加入到单体水溶液中并搅拌几秒钟。
- 20 紧接着，在开放系统中将如此搅拌的水溶液倒入一个不锈钢桶型容器中，容器表面用电热板(NEO 电热板，H1-1000, Iuchi Seieido 生产)加热到100℃，其中Teflon(注册商标)膜用于其内表面，其底表面为250mm × 250mm，上表面为640mm × 640mm，高度为50mm，中心剖面为梯形，且上表面是开放的。

单体水溶液倒入桶中后聚合马上开始。随着水蒸气产生和凝胶带着泡沫向各个方向膨胀，聚合持续进行。最后，凝胶收缩，其尺寸比底表面稍大。膨胀和收缩在1分钟内结束。在聚合容器中放置3分钟后，将水合聚合物取出。

- 5 将小片形的水合聚合物铺在50目金属网上，并用190℃热空气干燥40分钟。将如此干燥的水合聚合物用碾压机研磨成粉，并用网孔尺寸600 μm的JIS标准筛筛分。结果，不规则形状和研磨成粉的吸水树脂得到制备，其重均直径为312 μm，且其对数标准偏差( $\sigma \zeta$ )为0.40。所得吸水树脂的CRCs为32.4g/g，SPGL为35.2 kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性能示于表12和13中。
- 10 将按重量计100份所得吸水树脂与混合由按重量计0.6份的1,4-丁二醇、按重量计0.8份的丙二醇和按重量计3.8份的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后，将此混合物在190℃保持50分钟来对其进行热处理。然后，将如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔尺寸为600 μm的JIS标准筛。从而，表面交联的吸水树脂得到制备。表12表示所得吸水剂(16)的性能。
- 15

#### [实施例17]

- 当溶液(A)在聚丙烯容器中通过电磁搅拌时，在开放系统中将溶液(B)一次倒入其中以混合溶液(A)和(B)。溶液(A)是214.7g丙烯酸、3.12g聚乙烯醇二丙烯酸酯(分子量523)、0.03g的2-羟基-2-甲基-1-苯基-丙烷-1-酮、0.01g二亚乙基三胺五乙酸五钠盐和2.63g聚丙二醇(分子量6000)的混合物。溶液(B)是179.4g的48.5wt%NaOH水溶液和温度调节到40℃的338.3g离子交换水的混合物。所述聚丙烯容器，覆了一层聚苯乙烯泡沫(绝热材料)，内径为80mm，容积为1升。结果，单体水溶液(35wt%单体浓度，73mol%中和比)得到制备，其温度因为中和热和溶解热而上升到约
- 20 100℃。进一步将11.9g的3wt%过硫酸钠水溶液加入到单体水溶液中并搅拌几秒钟。紧接着，在开放系统中将如此搅拌的水溶液倒入一个不锈钢桶型容器中，容器表面用电热板(NEO 电热板，H1-1000, Iuchi Seieido 生产)加热到100℃，其中Teflon(注册商标)膜用于内其表面，其底表面为250mm × 250mm。
- 25

在将单体溶液倒入该桶中的同时，通过安装在投光灯 MT-420（灯和投光灯均由 TOSHIBA LIGHTING & TECHNOLOGY CORPORATION 生产）中的黑光汞灯对其照射紫外线。这样，聚合开始。随着水蒸气产生和凝胶带着泡沫向各个方向膨胀，聚合持续进行。最后，凝胶收缩，其尺寸比底表面稍大。膨胀和收缩在 1 分钟内结束。在聚合容器中放置 3 分钟后，将水合聚合物取出。

将小片形的水合聚合物铺在 50 目金属网上，并用 180℃ 热空气干燥 40 分钟。将如此干燥的水合聚合物用碾压机研磨成粉，且用网孔尺寸 600 μm 的 JIS 标准筛筛分。从而，不规则形状和研磨成粉的吸水树脂得到制备，其重均直径为 327 μm，且其对数标准偏差 ( $\sigma \zeta$ ) 为 0.34。所得吸水树脂的 CRCs 为 32.4g/g，SPGL 为 35.7 kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性能示于表 12 和 13 中。

将按重量计 100 份所得吸水树脂与混合由按重量计 0.3 份的 1,4-丁二醇、按重量计 0.6 份的丙二醇和按重量计 3 份的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后，将此混合物在 200℃ 保持 30 分钟来对其进行热处理。然后，对如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔尺寸为 600μm 的 JIS 标准筛。从而，表面交联的吸水树脂得到制备。表 12 表示所得吸水剂 (17) 的性能。

### [实施例 18]

当溶液 (A) 在聚丙烯容器中通过电磁搅拌时，在开放系统中将溶液 (B) 一次倒入其中以混合溶液 (A) 和 (B)。溶液 (A) 是 172.5g 丙烯酸、3.5g 聚乙烯醇二丙烯酸酯 (分子量 523)、0.01g 二亚乙基三胺五乙酸五钠盐和 0.31g 的五水合磷酸氢二钠的混合物。溶液 (B) 是 140.8g 的 48.5wt%NaOH 水溶液和温度调节到 50℃ 的 273.4g 离子交换水的混合物。所述聚丙烯容器，覆了一层聚苯乙烯泡沫 (绝热材料)，内径为 80mm，容积为 1 升。从而，单体水溶液 (35wt% 单体浓度，71.3mol% 中和比) 得到制备，其温度因为中和热和溶解热而上升到约 100℃。进一步将 9.6g 的 3wt% 过硫酸钠水溶液加入到单体水溶液中并搅拌几秒钟。紧接着，在开放系统中将如此搅拌的水溶液倒入一个不锈钢桶型容器中，容器表面用电热板 (NEO 电热板，H1-1000, Iuchi Seieido 生产) 加热到 100℃，其中 Teflon (注册商标) 膜用于其内表面，其底表面为 250mm × 250mm。

聚合在单体溶液倒入该桶中后马上开始。随着水蒸气产生和凝胶带着泡沫向各个方向膨胀，聚合持续进行。最后，凝胶收缩，其尺寸比底表面稍大。膨胀和收缩在1分钟内结束。在聚合容器中放置3分钟后，将水合聚合物取出。

- 5 将小片形的水合聚合物铺在50目金属网上，并用180℃热空气干燥40分钟。将如此干燥的水合聚合物用碾压机研磨成粉，且用网孔尺寸600 μm的JIS标准筛筛分。从而，不规则形状和研磨成粉的吸水树脂得到制备，其重均直径为321 μm，且其对数标准偏差( $\sigma \zeta$ )为0.36。所得吸水树脂的CRCs为32.6g/g，SPGL为44.2 kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性能示于表12和13中。

#### 10 [实施例 18-1]

- 将按重量计100份的实施例18中得到的吸水树脂与混合由按重量计0.3份的1,4-丁二醇、按重量计0.6份的丙二醇和按重量计3份的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后，将此混合物在190℃保持30分钟来对其进行热处理。然后，对如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔
- 15 尺寸为600μm的JIS标准筛。从而，表面交联的吸水树脂得到制备。表12表示所得吸水剂(18-1)的性能。

#### [实施例 18-2]

- 将按重量计100份的实施例18中得到的吸水树脂与混合由按重量计0.3份的1,4-丁二醇、0.6按重量计份的丙二醇和按重量计3份的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后，将此混合物在190℃保持35分钟来对其进行热处理。然后，对如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔
- 20 尺寸为600μm的JIS标准筛。从而，表面交联的吸水树脂得到制备。表12表示所得吸水剂(18-2)的性能。

#### [实施例 19]

- 25 当溶液(A)在聚丙烯容器中通过电磁搅拌时，在开放系统中溶液(B)一次倒入其中以混合溶液(A)和(B)。溶液(A)是192.2g丙烯酸、3.49g聚乙烯醇二丙烯酸酯(分子量523)、0.01g二亚乙基三胺五乙酸五钠盐和

0.35g 的五水合磷酸氢二钠的混合物。溶液 (B) 是 156.8g 的 48.5wt%NaOH 水溶液和温度调节到 50℃ 的 238.3g 离子交换水的混合物。所述聚丙烯容器，覆了一层聚苯乙烯泡沫 (绝热材料)，内径为 80mm，容积为 1 升。由此，单体水溶液 (39wt% 单体浓度，71.3mol% 中和比) 得到制备，其温度因为中和热和溶解热而上升到约 100℃。进一步将 8.9g 的 3wt% 过硫酸钠水溶液加入到单体水溶液中并搅拌几秒钟。紧接着，在开放系统中将如此搅拌的水溶液倒入一个不锈钢桶型容器中，容器表面用电热板 (NEO 电热板，H1-1000, Iuchi Seieido 生产) 加热到 100℃，其中 Teflon (注册商标) 膜用于其内表面，其底表面为 250mm × 250mm。

10 聚合在单体溶液倒入该桶中后马上开始。随着水蒸气产生和凝胶带着泡沫向各个方向膨胀，聚合持续进行。最后，凝胶收缩，且其尺寸比底表面稍大。膨胀和收缩在 1 分钟内结束。在聚合容器中放置 3 分钟后，将水合聚合物取出。

15 将小片形的水合聚合物铺在 50 目金属网上，并用 180℃ 热空气干燥 40 分钟。将如此干燥的水合聚合物用碾压机研磨成粉，且用网孔尺寸 600 μm 的 JIS 标准筛筛分。从而，不规则形状和研磨成粉的吸水树脂得到制备，其重均直径为 325 μm，且其对数标准偏差 ( $\sigma \zeta$ ) 为 0.35。所得吸水树脂的 CRCs 为 30.6g/g，SPGL 为 42.8 kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性能示于表 12 和 13 中。

#### [实施例 19-1]

20 将按重量计 100 份的实施例 19 中得到的吸水树脂与混合由按重量计 0.3 份的 1,4-丁二醇、按重量计 0.6 份的丙二醇和按重量计 3 份的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后，将该混合物在 190℃ 保持 35 分钟来对其进行热处理。然后，对如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔尺寸为 600μm 的 JIS 标准筛。结果，表面交联的吸水树脂得到制备。表 25 12 表示所得吸水剂 (19-1) 的性能。

#### [实施例 19-2]

将按重量计 100 份的实施例 19 中得到的吸水树脂与混合由按重量计 0.3 份的 1,4-丁二醇、按重量计 1 份的丙二醇和按重量计 3 份的去离子水组成

的混合液体组成的表面交联剂混合后，将该混合物在 190℃保持 40 分钟来对其进行热处理。然后，对如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔尺寸为 600 $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛。结果，表面交联的吸水树脂得到制备。表 12 表示所得吸水剂 (19-2) 的性能。

#### 5 [实施例 20]

除了使用 0.05mol% 的聚乙二醇二丙烯酸酯之外，进行与实施例 15 中所述相同的操作。从而，不规则形状和研磨成粉的吸水树脂得到制备，其重均直径 323 $\mu\text{m}$ ，且其对数标准偏差 ( $\delta \zeta$ ) 0.37。所得吸水树脂的为 43.5g/g，及 SPGL 为 35.1kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性质示于表 12 和 13 中。

- 10 将按重量计 100 份的得到的吸水树脂与混合由按重量计 0.5 份的 1,4-丁二醇、按重量计 0.5 份的丙二醇和按重量计 4 份重量的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后，将该混合物在 200℃保持 35 分钟来对其进行热处理。然后，对如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔尺寸为 600 $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛。从而，表面交联的吸水树脂得到制备。表 12 表示
- 15 所得吸水剂 (20) 的性能。

(b) 液体渗透性能改进剂的添加

#### [实施例 21]

- 20 将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅，由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 13 中得到的吸水剂 (13) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

#### [实施例 22]

- 25 将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅，由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 14-1 中得到的吸水剂 (14-1) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

#### [实施例 23]

将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 14-2 中得到的吸水剂 (14-2) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

#### 5 [实施例 24]

将按重量计 0.7 份的 14-18 水合硫酸铝 (Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 生产) 与按重量计 100 份的实施例 14-2 中得到的吸水剂 (14) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

#### [实施例 25]

10 将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 15 中得到的吸水剂 (15) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

#### [实施例 26]

15 将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 16 中得到的吸水剂 (16) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

#### [实施例 27]

20 将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 17 中得到的吸水剂 (17) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

#### [实施例 28]

25 将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 18-1 中得到的吸水剂 (18-1) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

**[实施例 29]**

将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 18-2 中得到的吸水剂 (18-2) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

**实施例 30]**

将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 19-1 中得到的吸水剂 (19-1) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

**[实施例 31]**

将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 19-2 中得到的吸水剂 (19-2) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

**[实施例 32]**

将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的实施例 20 中得到的吸水剂 (20) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得吸水剂的性质。

20 (a) 聚合和表面处理

**[对比例 14]**

25 在由盖子和置于壳内并装配有两个叶片的双臂型不锈钢搅拌机组成的反应釜 (容积为 10 升) 中, 反应液体通过将 11.7g (0.10mol%) 聚乙二醇二丙烯酸酯溶解于中和比为 71.3mol% 的 5438g 丙烯酸钠水溶液 (39wt% 的单体浓度) 中得到制备。接着, 将该反应液体在氮气环境中排气 30 分钟, 然后, 将 10wt% 的过硫酸钠水溶液 29.34g 和 0.1wt% 24.45g 抗坏血酸水溶液搅拌加入到该反应液体中。约 1 分钟后聚合开始。聚合在 20°C 至 95°C 温度范围

内进行，同时通过聚合产生的凝胶被破碎。聚合开始 30 分钟后，将水凝胶交联聚合物从反应釜中除去。

将得到的水凝胶交联聚合物 (1) 破碎为直径小于或等于约 5mm 的水凝胶交联聚合物。将如此破碎得到的水凝胶交联聚合物 (1) 铺在 50 目金属网上 (筛径: 300  $\mu\text{m}$ )，并用 175 $^{\circ}\text{C}$  的热空气干燥 50 分钟。将如此干燥得到的聚合物用碾压机研磨成粉，接着，将该破碎的聚合物用筛径 850  $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛筛分。从而，不规则形状和研磨成粉的吸水树脂得到制备，大部分吸水树脂颗粒直径为 150  $\mu\text{m}$  至 850  $\mu\text{m}$ ，其重均直径为 323  $\mu\text{m}$ ，且其对数标准偏差 ( $\sigma \zeta$ ) 为 0.36。所得吸水树脂的 CRCs 为 31.3g/g，SPGL 为 33 kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性能示于表 12 和 13 中。

将按重量计 100 份的所得吸水树脂与混合由按重量计 0.3 份的 1,4-丁二醇、按重量计 0.6 份的丙二醇和按重量计 3 份的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后，将该混合物在 195 $^{\circ}\text{C}$  保持 30 分钟来对其进行热处理。然后，对如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔尺寸为 600 $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛。从而，表面交联的吸水树脂得到制备。表 14 表示所得对比吸水剂 (14) 的性能。

#### [对比例 15]

除其中吸水树脂重均直径为 278  $\mu\text{m}$ ，且其对数标准偏差 ( $\delta \zeta$ ) 为 0.49 之外，进行与实施例 25 中所述相同的操作。这样，吸水树脂颗粒得到制备。(93.8wt% 或更多的颗粒大于或等于 106  $\mu\text{m}$  且小于 850  $\mu\text{m}$ )。所得吸水树脂的 CRCs 为 34.0g/g，和 SPGL 为 37.6kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性质示于表 12 和 13 中。

将按重量计 100 份的所得吸水树脂与混合由按重量计 0.3 份的 1,4-丁二醇、按重量计 0.6 份的丙二醇和按重量计 3 份的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后，将该混合物在 195 $^{\circ}\text{C}$  保持 30 分钟来对其进行热处理。然后，对如此处理的颗粒进行粉碎，以使它们通过网孔尺寸为 600 $\mu\text{m}$  的 JIS 标准筛。从而，表面交联的吸水树脂得到制备。表 12 表示所得对比吸水剂 (15) 的性能。

**[对比例 16]**

当溶液(A)在聚丙烯容器中通过电磁搅拌时,在开放系统中将溶液(B)一次倒入其中以混合溶液(A)和(B)。溶液(A)是194.35g丙烯酸和0.58g聚乙烯醇二丙烯酸酯(分子量478)的混合物。溶液(B)是166.7g的48.5wt%NaOH水溶液和温度调节到40℃的235.7g离子交换水的混合物。所述聚丙烯容器,覆了一层聚苯乙烯泡沫(绝热材料),内径为80mm,容积为1升。从而,单体水溶液(40wt%单体浓度,75mol%中和比)得到制备,其温度因为中和热和溶解热而上升到约100℃。进一步将2.70g的10wt%过硫酸钠水溶液加入到单体水溶液中并搅拌几秒钟。紧接着,在开放系统中将如此搅拌的水溶液倒入一个不锈钢桶型容器中,容器表面用电热板(NEO 电热板, H1-1000, Iuchi Seieido 生产)加热到100℃,其中Teflon(注册商标)膜用于内表面,其底表面为250mm × 250mm。

聚合在单体溶液倒入该桶中后马上开始。随着水蒸气产生和凝胶带着泡沫向各个方向膨胀,聚合持续进行。最后,凝胶收缩,且其尺寸比底表面稍大。膨胀和收缩在1分钟内结束。在聚合容器中放置3分钟后,将水合聚合物取出。

将小片形的水合聚合物铺在50目金属网上,并用170℃热空气干燥40分钟。将如此干燥的水合聚合物用碾压机研磨成粉,且用网孔尺寸600 μm的JIS标准筛筛分。从而,不规则形状和研磨成粉的吸水树脂得到制备,其重均直径为323 μm,且其对数标准偏差( $\sigma \zeta$ )为0.37。所得吸水树脂的CRCs为47.2g/g, SPGL为32.2 kdyne/cm<sup>2</sup>。其它性能示于表12和13。

将按重量计100份的所得吸水树脂与混合由按重量计0.5份的乙二醇二缩水甘油醚、按重量计1份的丙二醇和按重量计2份的去离子水组成的混合液体组成的表面交联剂混合后,将该混合物在80℃保持40分钟来对其进行热处理。然后,对如此处理的颗粒进行粉碎,以使它们通过网孔尺寸为600 μm的JIS标准筛。从而,表面交联的吸水树脂得到制备。表12表示所得对比吸水剂(16)的性能。

**(b) 液体渗透性能改进剂的添加**

**[对比例 17]**

将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的对比例 14 中得到的对比吸水剂 (14) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得对比吸水剂的性质。

**[对比例 18]**

将按重量计 1 份的 14-18 水合硫酸铝 (Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 生产) 与按重量计 100 份的对比实施例 14 中得到的对比吸水剂 (14) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得对比吸水剂的性质。

**10 [对比例 19]**

将按重量计 0.3 份重量的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的对比例 15 中得到的对比吸水剂 (15) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得对比吸水剂的性质。

**15 [对比例 20]**

将按重量计 0.3 份的气相二氧化硅 (Reolosil) QS-20 (亲水无定形二氧化硅, 由德山 (TOKUYAMA) 生产) 与按重量计 100 份的对比例 16 中得到的对比吸水剂 (16) 完全混合以得到吸水剂。表 14 和 15 表示所得对比吸水剂的性质。

20

[表 12]

	聚合条件		吸水树脂的性质					交联吸水剂性质				
	最高温度 [°C]	浓缩比	CRCs [g/g]	SPGL(B) [kdyne/cm <sup>2</sup> ]	D50 [μm]	$\sigma$ $\zeta$	CRCs [g/g]	AAPs [g/g]	SFC(A) [10 <sup>-7</sup> cm <sup>3</sup> sg <sup>-1</sup> ]	AAPdw [g/g]	抗压化学交 联指数	
实施例 13	108	1.32	34	37.6	323	0.36	26	24.5	81	82.8	108.8	
实施例 14	109	1.30	30.2	41.4	328	0.36	-	-	-	-	-	
实施例 14-1	AS	AS	AS	AS	AS	AS	27.2	24.6	46	85.9	113.1	
实施例 14-2	AS	AS	AS	AS	AS	AS	26.3	24.4	57	83.6	109.9	
实施例 15	110	1.32	31.4	40.1	325	0.35	26.1	24.1	65	81.7	107.8	
实施例 16	112	1.36	32.4	35.2	312	0.40	26.2	25.1	58	81.9	108.1	
实施例 17	109	1.32	34	35.7	327	0.34	26.1	23.8	70	83.4	109.5	
实施例 18	109	1.30	32.6	44.2	321	0.36	-	-	-	-	-	
实施例 18-1	AS	AS	AS	AS	AS	AS	27.4	24.8	52	90.8	118.2	
实施例 18-2	AS	AS	AS	AS	AS	AS	26.5	24.8	68	89	115.5	
实施例 19	111	1.31	30.6	42.8	325	0.35	-	-	-	-	-	
实施例 19-1	AS	AS	AS	AS	AS	AS	27.3	24.2	43	88.5	115.8	
实施例 19-2	AS	AS	AS	AS	AS	AS	26.7	24.7	52	88.4	115.1	
实施例 20	110	1.31	43.5	35.1	323	0.37	35.1	26.9	3	-	-	
对比例 14	91	1.03	31.3	33.0	325	0.35	26.2	24.2	72	54.8	81.0	
对比例 15	108	1.32	34	37.6	278	0.49	25.8	23.7	38	67.8	93.6	
对比例 16	108	1.32	47.2	32.2	323	0.37	39.2	25.1	0	-	-	

缩写: AS 指“如上”

[表 13]

	大于 850 $\mu\text{m}$	850 $\mu\text{m}$ - 710 $\mu\text{m}$	710 $\mu\text{m}$ - 600 $\mu\text{m}$	600 $\mu\text{m}$ - 500 $\mu\text{m}$	500 $\mu\text{m}$ - 425 $\mu\text{m}$	425 $\mu\text{m}$ - 300 $\mu\text{m}$	300 $\mu\text{m}$ - 212 $\mu\text{m}$	212 $\mu\text{m}$ - 150 $\mu\text{m}$	150 $\mu\text{m}$ - 106 $\mu\text{m}$	106 $\mu\text{m}$ - 45 $\mu\text{m}$	小于 45 $\mu\text{m}$
实施例 13	0.0	0.0	0.0	2.7	19.1	36.3	26.6	12.6	1.8	0.8	0.1
实施例 14	0.0	0.0	0.0	2.9	20.2	36.7	25.4	11.8	2.1	0.8	0.1
实施例 15	0.0	0.0	0.1	2.8	19.2	36.8	26.4	12.1	1.8	0.7	0.1
实施例 16	0.0	0.0	0.0	2.0	17.2	35.2	24.9	15.3	3.4	1.8	0.2
实施例 17	0.0	0.0	0.1	3.1	19.6	37.2	26.8	11.2	1.4	0.5	0.1
实施例 18	0.0	0.0	0.0	2.1	17.8	38.3	25.7	12.4	2.4	1.2	0.1
实施例 19	0.0	0.0	0.1	2.8	19.2	36.8	26.4	12.1	1.8	0.7	0.1
实施例 20	0.0	0.0	0.0	2.8	19.4	35.8	26.1	12.3	2.6	0.9	0.1
对比例 14	0.0	0.0	0.1	2.8	19.2	36.8	26.4	12.1	1.8	0.7	0.1
对比例 15	0.0	0.0	0.0	2.7	18.3	23.0	26.3	17.1	6.4	5.4	0.8
对比例 16	0.0	0.0	0.0	2.6	19.4	36.2	25.5	13.2	2.0	1.0	0.1

[表 14]

	吸水剂	液体渗透性能改进剂	CRCs [g/g]	SFC(B) [ $10^{-7}$ cm <sup>3</sup> sg <sup>-1</sup> ]	AAPs [g/g]	SFC(B) - SFC(A) [ $10^{-7}$ cm <sup>3</sup> sg <sup>-1</sup> ]	IRS	AAPdw [g/g]	抗压化学 交联指数
实施例 21	吸水剂 (13)	气相二氧化硅 QS-20	26.0	192	22.1	111	4.57	75.2	101.2
实施例 22	吸水剂 (14-1)	气相二氧化硅 QS-20	27.2	175	22.8	129	9.35	78.5	105.7
实施例 23	吸水剂 (14-2)	气相二氧化硅 QS-20	25.8	210	22.2	153	8.59	76.4	102.2
实施例 24	吸水剂 (14-2)	14-18 水合硫酸铝	26.5	198	24.3	141	3.53	76.8	103.3
实施例 25	吸水剂 (15)	气相二氧化硅 QS-20	26.0	183	22.4	118	6.05	76.1	102.1
实施例 26	吸水剂 (16)	气相二氧化硅 QS-20	26.2	154	23.0	96	5.52	74.5	100.7
实施例 27	吸水剂 (17)	气相二氧化硅 QS-20	26.1	192	22.2	122	5.81	77.3	103.4
实施例 28	吸水剂 (18-1)	气相二氧化硅 QS-20	27.1	174	23.9	122	7.82	85.3	112.4
实施例 29	吸水剂 (18-2)	气相二氧化硅 QS-20	26.3	200	23.6	132	6.47	84.2	110.5
实施例 30	吸水剂 (19-1)	气相二氧化硅 QS-20	27.2	163	23.3	120	9.30	81.0	108.2
实施例 31	吸水剂 (19-2)	气相二氧化硅 QS-20	26.7	170	23.0	122	7.82	79.8	106.5
实施例 32	吸水剂 (20)	气相二氧化硅 QS-20	34.8	12	23.6	9	10.0	-	-
对比例 17	对比吸水剂 (14)	气相二氧化硅 QS-20	26.0	146	21.8	74	3.43	51.6	77.6
对比例 18	对比吸水剂 (14)	14-18 水合硫酸铝	25.9	147	22.2	75	1.04	52.1	78.0
对比例 19	对比吸水剂 (15)	气相二氧化硅 QS-20	25.6	70	21.1	32	2.81	62.7	88.3
对比例 20	对比吸水剂 (16)	气相二氧化硅 QS-20	39.0	3	23.2	3	-	-	-

[表 15]

	大于 850 $\mu\text{m}$	850 $\mu\text{m}$ - 710 $\mu\text{m}$	710 $\mu\text{m}$ - 600 $\mu\text{m}$	600 $\mu\text{m}$ - 500 $\mu\text{m}$	500 $\mu\text{m}$ - 425 $\mu\text{m}$	425 $\mu\text{m}$ - 300 $\mu\text{m}$	300 $\mu\text{m}$ - 212 $\mu\text{m}$	212 $\mu\text{m}$ - 150 $\mu\text{m}$	150 $\mu\text{m}$ - 106 $\mu\text{m}$	106 $\mu\text{m}$ - 45 $\mu\text{m}$	小于 45 $\mu\text{m}$	D50 [ $\mu\text{m}$ ]	$\sigma$ $\zeta$
实施例 21	0.0	0.0	0.0	3.0	20.5	39.8	24.5	10.5	1.2	0.4	0.1	335	0.33
实施例 22	0.0	0.0	0.0	3.2	24.2	40.2	21.8	9.1	1.1	0.3	0.1	349	0.32
实施例 23	0.0	0.0	0.0	3.1	23.4	38.9	23.8	8.7	1.5	0.5	0.1	343	0.32
实施例 24	0.0	0.0	0.0	3.0	23.2	38.5	23.6	9.2	1.7	0.7	0.1	341	0.33
实施例 25	0.0	0.0	0.0	3.0	20.7	37.5	27.0	10.3	1.0	0.4	0.1	331	0.33
实施例 26	0.0	0.0	0.1	2.9	19.4	37.1	25.5	12.3	1.7	0.9	0.1	326	0.36
实施例 27	0.0	0.0	0.0	3.3	20.4	39.8	25.7	9.6	0.8	0.3	0.1	336	0.32
实施例 28	0.0	0.0	0.0	2.5	19.2	40.2	26.1	10.0	1.2	0.7	0.1	331	0.33
实施例 29	0.0	0.0	0.0	2.3	18.6	38.9	26.5	11.4	1.4	0.8	0.1	326	0.34
实施例 30	0.0	0.0	0.0	3.0	21.2	38.9	27.1	8.4	0.9	0.4	0.1	336	0.32
实施例 31	0.0	0.0	0.0	2.9	20.9	37.9	26.8	9.8	1.1	0.5	0.1	332	0.33
实施例 32	0.0	0.0	0.0	3.2	21.1	36.2	25.7	11.6	1.5	0.6	0.1	330	0.35
对比例 17	0.0	0.0	0.0	3.0	22.4	35.2	28.8	9.3	0.8	0.4	0.1	332	0.33
对比例 18	0.0	0.0	0.0	2.9	22.1	36.1	28.2	9.2	0.9	0.5	0.1	332	0.33
对比例 19	0.0	0.0	0.0	2.8	18.8	24.4	27.6	15.3	6.0	4.7	0.1	286	0.47
对比例 20	0.0	0.0	0.0	2.4	20.1	37.2	26.1	12.1	1.5	0.5	0.1	327	0.35

[表 16]

交联剂的量[mol%]	GV[g/g]	SPGL(A)[kdyne/cm <sup>2</sup> ]
0.20	26.4	58.0
0.07	35.0	34.0
0.065	36.4	39.1
0.045	42.3	28.0
0.035	47.1	22.0
0.02	55.7	14.0

## [实施例 13-20, 对比例 14]

本发明实施例 13-20 中得到的吸水树脂的 SPGL (B) 超过 35.0kdyne/cm<sup>2</sup>, 且当该吸水树脂溶胀时具有高凝胶稳定性。相反, 在对比例 14 中得到的吸水树脂的 SPGL (B) 不超过 35.0kdyne/cm<sup>2</sup>。

## [实施例 21-32, 对比例 17-19]

本发明实施例 21-32 中得到的吸水树脂可通过加入液体渗透性能改进剂大大改进其液体渗透性能, 每 1wt%的液体渗透性能改进剂用量的 SFC 增加率超过 3.5 倍。在制备具有期望渗透性能的吸水剂的情况下, 这可以减少液体渗透性能的用量。相反, 对比例 17-19 中得到的对比吸水剂没有优良的液体渗透性能 (SFC) 或每 1wt%的液体渗透性能改进剂用量的 SFC 增加率。

## [实施例 21, 对比例 19]

本发明中, 为了得到高的渗透性能, 颗粒分布在特定的范围 (超过 95wt% 的颗粒需要大于或等于 106 μm 且小于 850 μm, 且颗粒尺寸分布的对数标准偏差 (σ ζ) 需要为 0.25-0.45) 是很重要的。对比例 19 的对比吸水剂不能得到优良的液体渗透性能, 因为其重均直径和对数标准偏差是不适合的。

## [实施例 21, 实施例 32]

如果表面没有交联的吸水树脂在无压下有太高的吸收性能 (CRCs), 那么交联剂是不足够的, 且凝胶稳定性基本上低于得到本发明中高渗透性能所需的程度。此外, 交联吸水树脂的 SFC 也低。即使吸水树脂包括液体渗透性

能改进剂，也不可能得到期望的渗透性能。

在前面详细实施的实施方案和具体实现的实施例仅仅是用于说明本发明的技术细节，而不应将本发明限定在这些实施方案和具体实施例的范围内，而是可以将其应用于在本发明主旨内的许多变化中，提供不超出下面专利权利要求所要求的范围的上述变化。

### 工业实用性

根据本发明，可以提供一种吸水剂，其具有优良的胶凝性能，且当其应用于卫生/保健材料（如纸尿裤等）的吸水材料中时，表现了优良的性能。此外，本发明提供了一种吸水剂的制备方法，所述吸水剂具有优良的胶凝性能，且当应用于卫生/保健材料（如纸尿裤等）的吸水材料中时，所述吸水剂表现了优良的性能。

根据本发明方法得到的吸水剂在溶胀时具有高凝胶稳定性，且在其用于吸水材料如尿布的情况下，其具有高液体渗透性能。因此，含有根据本发明方法得到的吸水剂的吸水材料非常优良，因为所述吸水材料达到快速液体吸收和在吸水材料表面上很少的液体保留量。

而且，根据本发明方法得到的吸水剂可能会减少用于达到液体渗透性能的目标的液体渗透性能改进剂（如无机颗粒）的用量。此外，所述吸水剂解决了在其制备中的问题，且解决了在尿布制备中的问题如起泡、粉尘问题（过滤器的堵塞）。而且，所述吸水剂对消费者更为安全。

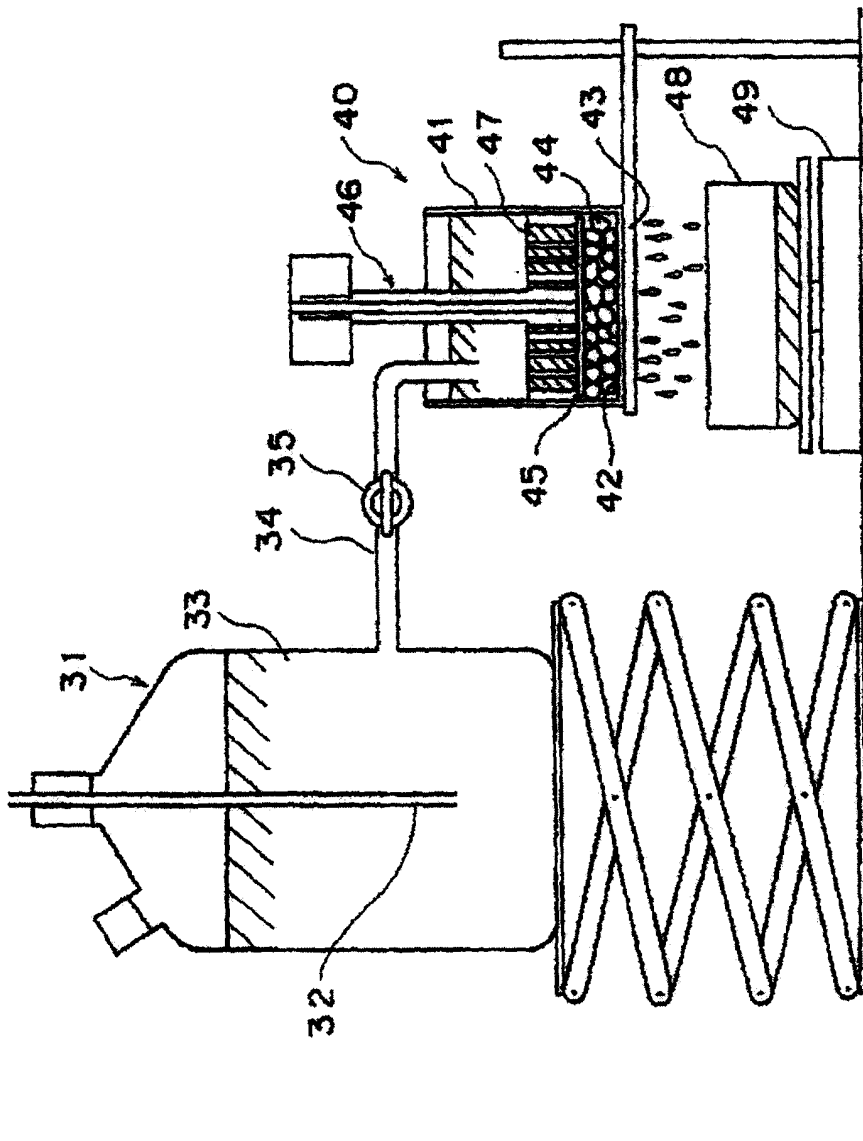


图1

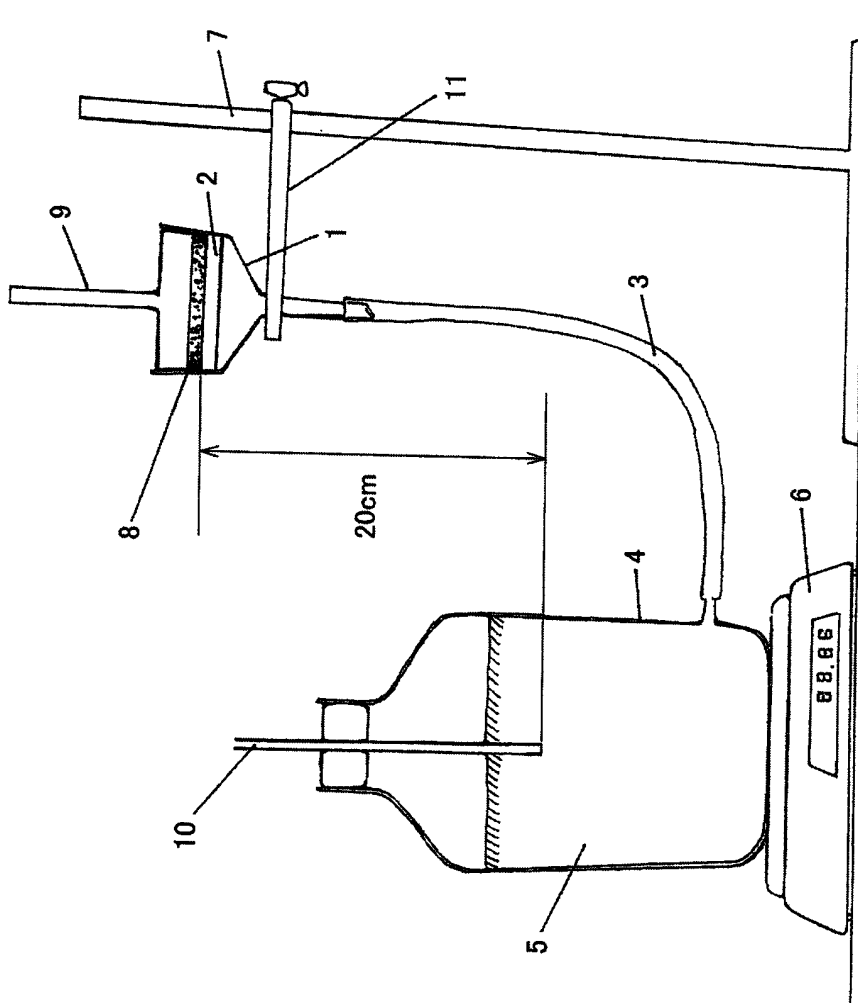


图2

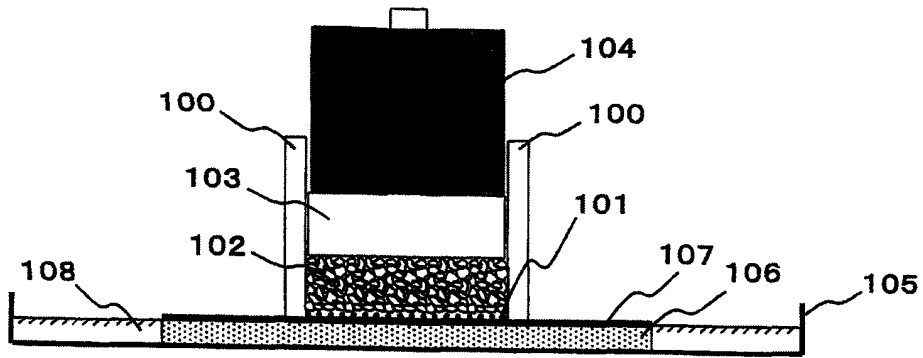


图3

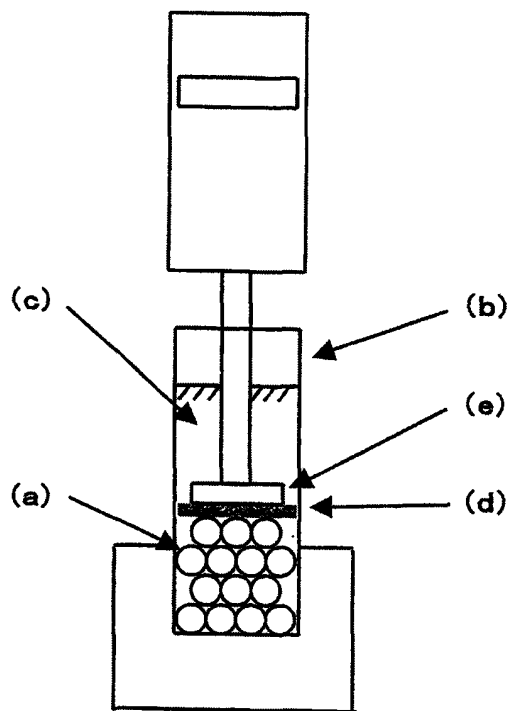


图4

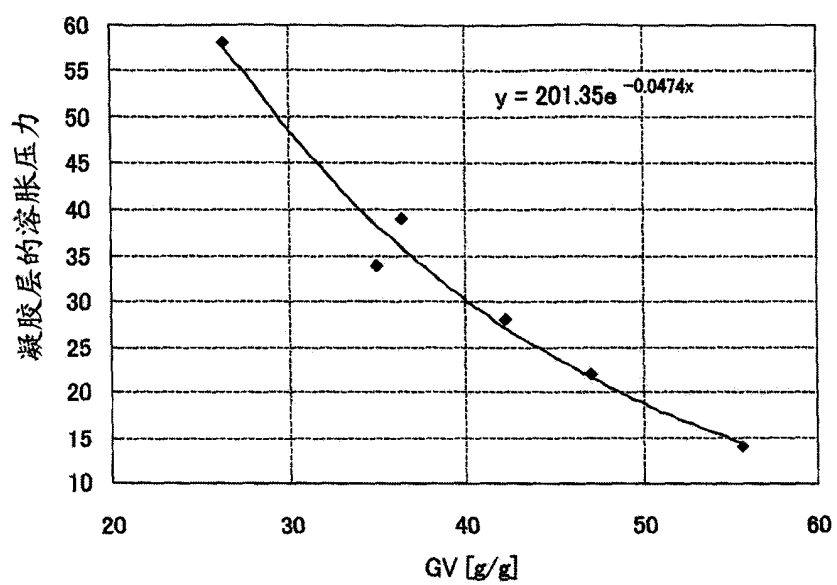


图5